

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Alat dan Bahan

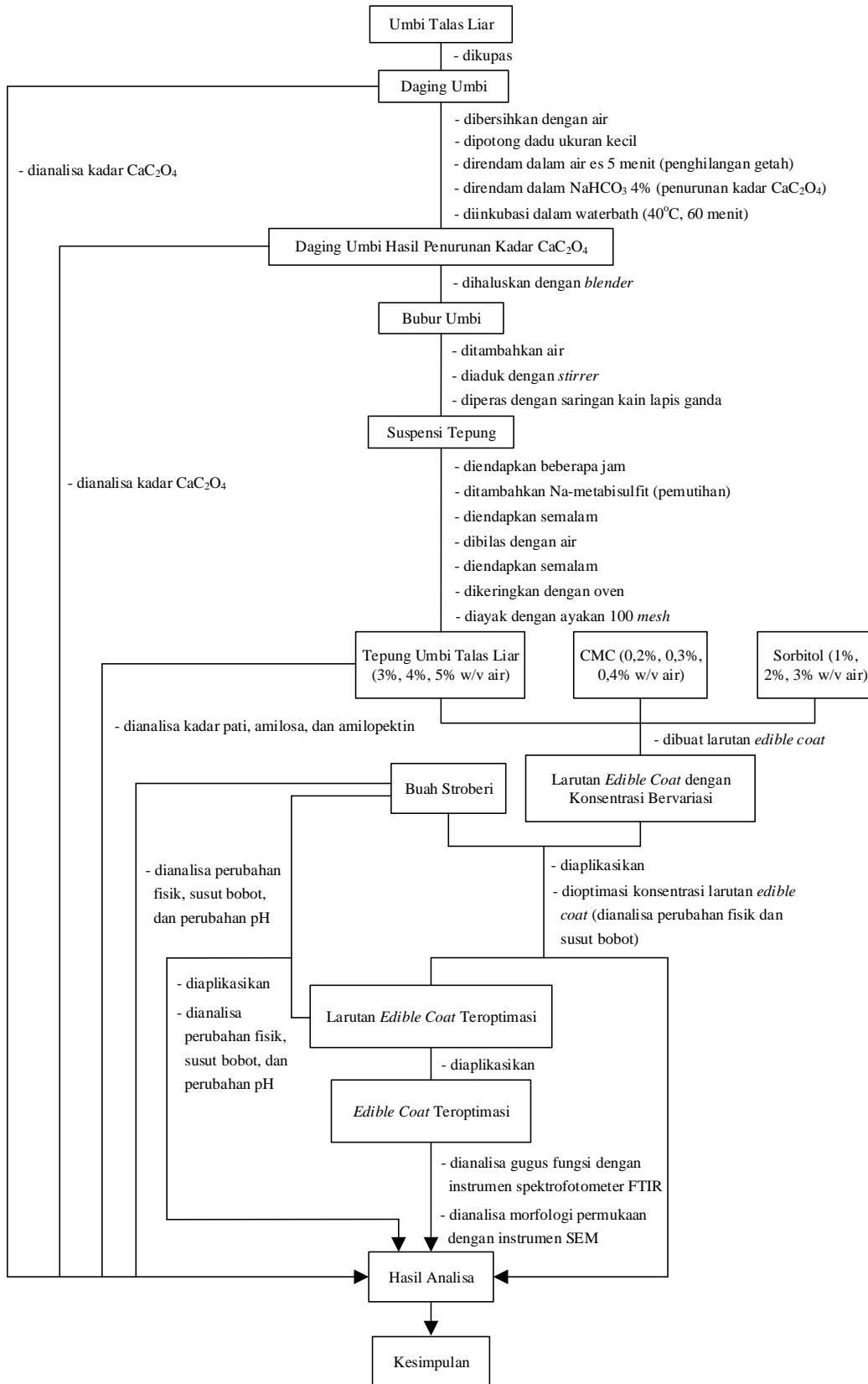
3.1.1. Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini meliputi neraca analitik, *blender*, gelas ukur 200 mL, penangas air, gelas kimia 1 L, *stirrer*, botol semprot, gelas ukur 250 mL, pipet tetes, gelas ukur 10 mL, corong gelas, statif, klem, Buret 50 mL berwarna cokelat, labu Erlenmeyer 250 mL, set alat sonikasi, kulkas, set alat sentrifugasi, gelas ukur 300 mL, gelas ukur 125 mL, *waterbath*, termometer 110°C, ayakan 100 *mesh*, labu ukur 100 mL, gelas ukur 1 mL, gelas ukur 2 mL, spatula, gelas kimia 100 mL, kaca arloji, indikator pH universal, lumpang, alu, set alat instrumen FTIR, kaca preparat, set alat instrumen SEM, dan cawan petri.

3.1.2. Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini meliputi umbi talas liar; air; HCl 6 M; indikator Metil Merah; NH₄OH, CaCl₂ 5%; kertas saring; H₂SO₄ 20%; KMnO₄ 0,05 M; NaHCO₃ 4%; Na-metabisulfit 0,3%; HCl 25%, NaOH 25%, pelarut Luff-Schoorl, KI 20%; H₂SO₄ 25%; Na₂S₂O₃ 0,1 N; indikator amilum; Etanol 95%; NaOH 1 N; Asam asetat 1 N; I₂ 0,2%; CMC; Sorbitol; dan *styrofoam*.

3.2. Bagan Alir Penelitian



Muhammad Zakiy Fadlullah, 2020

PENGARUH EDIBLE COATING KOMBINASI TEPUNG UMBI TALAS LIAR (*COLOCASIA ESCULENTA (L.) SCHOTT*), KARBOKSIMETIL SELULOSA (CMC), DAN SORBITOL TERHADAP KUALITAS DAN UMUR SIMPAN BUAH STROBERI (*FRAGARIA X ANANASSA*)

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

3.3. Tahap Penelitian

3.3.1. Penentuan Kadar CaC₂O₄ dalam Umbi Talas Liar Sebelum dan Setelah Perendaman

Penentuan kadar CaC₂O₄ pada penelitian ini dilakukan berdasarkan metode Kumoro (2014a) dengan sedikit modifikasi. Prosedur ini terbagi menjadi tiga tahap, yaitu *digestion*, presipitasi, dan titrasi. Pada tahap *digestion*, daging umbi talas liar dikupas dari kulitnya lalu dipotong dengan ukuran 2 cm x 2 cm x 0,5 cm sebanyak 2 gram. Potongan umbi tersebut dibilas dengan air lalu dicampurkan 190 mL air dan dihaluskan dengan *blender* hingga menjadi bubur umbi. Bubur umbi tersebut ditambahkan 10 mL HCl 6 M lalu dipanaskan pada suhu 100°C selama 1 jam hingga terbentuk suspensi. Pada tahapan presipitasi, suspensi yang telah terbentuk didinginkan lalu diencerkan dengan air hingga 250 mL, kemudian disaring hingga diperoleh filtrat. Filtrat tersebut diambil sebanyak 125 mL lalu ditambahkan 4 tetes indikator Metil Merah, kemudian dititrasi dengan NH₄OH hingga terjadi perubahan warna (pH = 4-4,5). Setelah itu, campuran larutan dipanaskan pada suhu 60-70°C lalu didinginkan, kemudian disaring hingga diperoleh filtrat.

Pada tahap titrasi, filtrat tersebut dipanaskan kembali pada suhu 60-70°C lalu ditambahkan 10 mL CaCl₂ 5% kemudian disonikasi selama 5 menit hingga dihasilkan campuran. Campuran tersebut dipanaskan kembali pada suhu 60-70°C lalu didinginkan kembali, kemudian didiamkan pada suhu 4°C selama semalam. Setelah itu, campuran tersebut disentrifugasi dengan kecepatan 2500 rpm selama 10 menit hingga dihasilkan residu dan supernatan. Residu tersebut ditambahkan 10 mL H₂SO₄ 20% lalu dihomogenkan dengan *stirrer*, kemudian diencerkan dengan air hingga 300 mL. Setelah itu, residu yang tersebut dipanaskan hingga mendekati titik didihnya (250°C). Selanjutnya 125 mL residu tersebut dititrasi dengan KMnO₄ 0,05 M hingga mencapai titik akhir titrasi (warna merah muda). Persamaan reaksi titrasi permanganometri CaC₂O₄ ditunjukkan pada persamaan (3.3.1.1) (Mirsha, dkk., 2017).



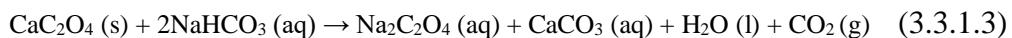
Kadar CaC₂O₄ yang terkandung dalam umbi dapat dihitung berdasarkan persamaan (3.3.1.2).

$$C = \frac{\frac{T \times V_{me} \times fp \times 10^5}{ME \times w}}{A_s} \quad (3.3.1.2)$$

Keterangan:

- C = kadar CaC₂O₄ (mg/gram)
- T = Volume titran (KMnO₄) (mL)
- V_{me} = Volume - masa ekuivalen
(1 mL KMnO₄ 0,05 M ekuivalen dengan 0,00225 gram H₂C₂O₄ anhidrat)
- fp = faktor pengenceran
- ME = Molar ekuivalen KMnO₄ dalam CaC₂O₄ (dari persamaan (3.3.1.1))
- w = massa sampel yang digunakan (gram)
- A_s = Volume titrat yang digunakan (mL)
- VT = Volume titrat total (mL)

Sementara itu, prosedur penentuan kadar CaC₂O₄ setelah penurunannya berbeda dengan sebelum penurunannya pada tahap *digestion*. Pada tahap ini, umbi yang telah dipotong direndam terlebih dahulu dalam NaHCO₃ 4% sambil diinkubasi dengan *waterbath* pada suhu 40°C selama 1 jam lalu ditiriskan. Selanjutnya dilakukan prosedur yang sama seperti pada prosedur penentuan kadar CaC₂O₄ sebelum penurunannya. Persamaan reaksi penurunan kadar CaC₂O₄ dengan NaHCO₃ ditunjukkan pada persamaan (3.3.1.3) (Kumoro, 2014b).



3.3.2. Ekstraksi Tepung Umbi Talas Liar

Ekstraksi tepung umbi talas liar pada penelitian ini dilakukan berdasarkan pada metode Mahardika (2019) dengan sedikit modifikasi. Mula-mula 0,5 kg umbi talas liar dikupas dari kulitnya lalu ditimbang secara terpisah. Selanjutnya, dagingnya dibersihkan lalu dipotong dadu ukuran kecil kemudian direndam dalam air es selama 5 menit. Setelah itu, potongan tersebut direndam dalam gelas kimia 1 L berisi 300 mL NaHCO₃ 4% dan diinkubasi dalam *water bath* selama 1 jam pada suhu 40°C. Selanjutnya potongan tersebut ditiriskan lalu dihaluskan dengan *blender* sambil ditambahkan sedikit air hingga menjadi bubur. Bubur tersebut ditampung pada gelas kimia 1 L kemudian ditambahkan lagi air dengan perbandingan 1:5 lalu diaduk dengan *stirrer* selama 10 menit. Selanjutnya, bubur tersebut diperas dengan

Muhammad Zakiy Fadlullah, 2020

PENGARUH EDIBLE COATING KOMBINASI TEPUNG UMBI TALAS LIAR (*COLOCASIA ESCULENTA (L.) SCHOTT*), KARBOKSIMETIL SELULOSA (CMC), DAN SORBITOL TERHADAP KUALITAS DAN UMUR SIMPAN BUAH STROBERI (*FRAGARIA X ANANASSA*)

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

saringan kain lapis ganda hingga diperoleh suspensi tepung yang ditampung dalam baskom plastik lain lalu diendapkan selama beberapa jam. Supernatan dari hasil pengendapan I dibuang dan diganti dengan 1 L Na-metabisulfit 0,3% kemudian diaduk hingga homogen lalu diendapkan lagi selama semalam. Supernatan dari hasil pengendapan II dibuang dan endapannya dibilas dengan air kemudian diaduk hingga homogen lalu diendapkan kembali selama semalam. Supernatan III dibuang dan endapannya dikeringkan dengan oven selama 4 jam pada suhu 100°C hingga massanya konstan lalu diayak dengan ayakan 100 *mesh*.

3.3.3. Penentuan Kadar Pati, Amilosa, dan Amilopektin dalam Tepung Umbi Talas Liar

3.3.3.1. Penentuan Kadar Pati dalam Tepung Umbi Talas Liar

Pada tahap persiapan sampel, 0,1 gram sampel ditimbang dalam labu Erlenmeyer 250 mL lalu ditambahkan 50 mL air dan 5 ml HCl 25%. Campuran larutan dipanaskan pada suhu 100°C selama 3 jam kemudian didinginkan. Setelah dingin, suspensi dinetralkan dengan NaOH 25% lalu dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100 mL. Labu ukur 100 mL ditepatkan sampai tanda batas dengan air kemudian dihomogenkan. Setelah homogen, campuran larutan disaring dengan kertas saring.

Pada tahap analisis, untuk perlakuan sampel, 25 mL larutan sampel dicampurkan dengan 25 mL pelarut Luff-Schoorl pada Labu Erlenmeyer 250 mL pertama. Labu Erlenmeyer 250 mL pertama dihubungkan dengan pendingin balik lalu dididihkan selama 10 menit. Setelah itu, perlakuan sampel didinginkan kemudian segera ditambahkan 15 mL KI 20%. 25 mL H₂SO₄ 25%. Iodium yang dibebaskan dititrasi dengan Na₂S₂O₃ 0,1 N dan indikator amilum sebanyak 2-3 mL. Indikator amilum diberikan pada saat titrasi hampir berakhiran. Prosedur yang sama dilakukan pada tahap analisis perlakuan blanko dengan air sebagai larutan blanko (Ifmaily, 2018). Kadar pati ditentukan berdasarkan persamaan (3.3.3.1.1) dan (3.3.3.1.2).

$$w \text{ Glukosa} = w \text{ Glukosa konversi} + ((|V \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ konversi} - V \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ titrasi}|) \times fs) \quad (3.3.3.1.1)$$

$$\text{Kadar Pati (\% w/w)} = \frac{w \text{ Glukosa} \times fp \times fk}{w \text{ sampel}} \times 100\% \quad (3.3.3.1.2)$$

Keterangan:

- w Glukosa = massa Glukosa (mg)
w Glukosa konversi = massa Glukosa dari tabel nilai Luff-Schoorl (mg)
V Na₂S₂O₃ konversi = Volume Na₂S₂O₃ dari tabel nilai Luff-Schoorl (mL)
V Na₂S₂O₃ titrasi = Volume Na₂S₂O₃ yang digunakan saat titrasi (mL)
fs = faktor selisih V Na₂S₂O₃ (mg/mL)
fp = faktor pengenceran
fk = faktor konversi (0,9)
w sampel = massa sampel tepung (mg)

3.3.3.2. Penentuan Kadar Amilosa dan Amilopektin dalam Tepung Umbi Talas Liar

Sebanyak 40 mg amilosa murni ditimbang lalu dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Tabung reaksi ditambahkan 1 mL Etanol 95% dan 9 mL NaOH 1 N. Campuran dipanaskan dalam penangas air pada suhu 100°C selama 10 menit lalu didinginkan. Campuran dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL lalu ditambahkan air hingga volumenya 100 mL. Campuran larutan tersebut diambil masing-masing 1, 2, 3, 4, dan 5 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 100 mL. Kemudian Asam asetat 1 N ditambahkan ke dalam labu ukur 100 mL masing-masing 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1 mL. Setelah itu, labu ukur 100 mL ditambahkan masing-masing 2 mL I₂ 0,2% lalu air ditambahkan ke dalam campuran tersebut hingga volumenya 100 mL. Campuran larutan tersebut dihomogenkan lalu didiamkan selama 20 menit. Intensitas warna biru yang dihasilkan diukur dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 625 nm. Dari hasil spektrofotometri tersebut dibuat kurva standar antara konsentrasi amilosa murni dengan absorbansinya.

Sebanyak 100 mg sampel tepung umbi talas liar ditimbang lalu dicampurkan 1 mL Etanol 95% dan 9 mL NaOH 1 N dalam tabung reaksi. Campuran dipanaskan dalam penangas air pada suhu 100°C selama 10 menit, lalu didinginkan. Campuran dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL lalu ditambahkan air hingga volumenya 100 mL. Campuran larutan tersebut diambil 5 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 100 mL kemudian ditambahkan 1 mL Asam asetat 1 N. Setelah itu, labu ukur 100 mL ditambahkan 2 mL I₂ 0,2% lalu air ditambahkan ke dalam campuran tersebut hingga volumenya 100 mL. Campuran larutan tersebut dihomogenkan lalu

Muhammad Zakiy Fadlullah, 2020

PENGARUH EDIBLE COATING KOMBINASI TEPUNG UMBI TALAS LIAR (*COLOCASIA ESCULENTA (L.) SCHOTT*), KARBOKSIMETIL SELULOSA (CMC), DAN SORBITOL TERHADAP KUALITAS DAN UMUR SIMPAN BUAH STROBERI (*FRAGARIA X ANANASSA*)

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

didiarkan selama 20 menit. Intensitas warna biru yang dihasilkan diukur dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 625 nm (Ifmaily, 2018).

Kadar amilosa dan amilopektin ditentukan berdasarkan persamaan (3.3.3.2.1) dan (3.3.3.2.2).

$$\text{Kadar amilosa } (\%w/w) = \frac{C_{\text{sampel}} \times f_p}{C_{\text{induk}}} \times 100\% \quad (3.3.3.2.1)$$

$$\text{Kadar amilopektin} = \text{Kadar pati} - \text{Kadar amilosa} \quad (3.3.3.2.2)$$

Keterangan :

C_{sampel} = konsentrasi larutan sampel (ppm)

C_{induk} = konsentrasi larutan induk (1000 ppm)

f_p = faktor pengenceran (100 mL/20 mL = 5)

3.3.4. Optimasi Konsentrasi *Edible Coat*

Edible coat pada penelitian ini dibuat berdasarkan pada metode Mahardika (2019) dengan sedikit modifikasi. Variasi konsentrasi tepung yang digunakan ialah 3%, 4%, dan 5% (w/v air) untuk tepung (Arisma, 2017; Pangesti, dkk., 2014; Tapia, dkk., 2016), 0,2%, 0,3%, dan 0,4% (w/v air) untuk CMC (Budiman, 2011; Mahardika, 2019; Nurinda, dkk.; 2015), dan 1%, 2%, dan 3% (w/v air) untuk Sorbitol (Ribeiro, dkk., 2007; Sitompul & Zubaidah, 2007; Wijayanti & Arijono, 2015). Pada optimasi konsentrasi tepung, konsentrasi CMC 0,3% dan Sorbitol 2% dibuat tetap, sedangkan pada optimasi konsentrasi CMC, konsentrasi tepung hasil optimasi dan Sorbitol 2% dibuat tetap. Sementara itu, pada optimasi konsentrasi Sorbitol, konsentrasi tepung dan CMC hasil optimasi dibuat tetap. Tepung umbi talas liar, CMC dan Sorbitol dengan konsentrasi bervariasi dicampurkan dalam gelas kimia 250 mL lalu ditambahkan 50 mL air. Setelah itu, larutan dipanaskan pada suhu 80°C sambil diaduk dengan *stirrer* hingga homogen lalu didinginkan pada suhu ruang.

Aplikasi *edible coat* pada buah stroberi dilakukan berdasarkan metode Oxtaviani (2019) dengan sedikit modifikasi. Buah stroberi dicuci dengan air bersih lalu dikeringkan. Selanjutnya buah stroberi dicelupkan pada larutan *edible coat* dengan konsentrasi bervariasi selama 15 detik sebanyak tiga kali lalu dikeringkan pada suhu ruang selama 3 jam. Setelah itu, buah stroberi tanpa *coating* dan hasil *coating* disimpan di dalam *styrofoam* tertutup selama 7 hari pada suhu ruang untuk Muhammad Zakiy Fadlullah, 2020

PENGARUH EDIBLE COATING KOMBINASI TEPUNG UMBI TALAS LIAR (*COLOCASIA ESCULENTA (L.) SCHOTT*), KARBOKSIMETIL SELULOSA (CMC), DAN SORBITOL TERHADAP KUALITAS DAN UMUR SIMPAN BUAH STROBERI (*FRAGARIA X ANANASSA*)

dianalisa perubahan fisik dan susut bobotnya. Konsentrasi teroptimasi ialah konsentrasi dengan perubahan fisik paling baik dan susut bobot paling rendah.

3.3.5. Penentuan Kualitas dan Umur Simpan Buah Stroberi Hasil *Coating* Teroptimasi

Prosedur pada tahap ini sama seperti pada tahap optimasi, yang membedakan ialah, konsentrasi larutan *edible coat* yang digunakan merupakan konsentrasi teroptimasi. Penentuan kualitas dan umur simpan buah stroberi hasil *coating* teroptimasi dilakukan dengan membandingkan hasil analisa perubahan fisik, susut bobot, dan perubahan pH buah stroberi hasil *coating* dibandingkan dengan buah stroberi tanpa *coating*. Buah stroberi dengan kualitas terbaik ialah buah stroberi dengan perubahan fisik paling baik, susut bobot paling rendah, dan perubahan pH paling rendah. Batas umur simpan buah stroberi ialah hari pada saat buah stroberi mulai berjamur (Oxtaviani, 2019).

3.3.5.1. Analisa Perubahan Fisik Buah Stroberi

Perubahan fisik pada buah stroberi tanpa *coating* dan hasil *coating* dianalisa berdasarkan aspek kekerutan dan timbul jamur. Analisa ini dilakukan melalui pengamatan secara langsung dan pemberian nilai buah stroberi hasil *coating* selama 7 hari penyimpanan dengan rentang sebagai berikut: 1 = segar, 2 = lunak, 3 = berjamur, dan 4 = busuk (Oxtaviani, 2019).

3.3.5.2. Analisa Susut Bobot Buah Stroberi

Massa buah stroberi tanpa *coating* dan hasil *coating* ditimbang selama 7 hari penyimpanan. Susut bobot buah stroberi ditentukan menurut persamaan (3.3.5.2) (Al-Amanah, 2019).

$$\text{Susut Bobot (\%)} = \left(\frac{w_0 - w_i}{w_0} \right) \times 100\% \quad (3.3.5.2)$$

Keterangan:

w_0 = massa buah stroberi awal (gram)

w_i = massa buah stroberi akhir (gram)

3.3.5.3. Analisa Perubahan pH Buah Stroberi

pH buah stroberi tanpa *coating* dan hasil *coating* dianalisa. Pengamatan analisa pH buah dilakukan selama 7 hari penyimpanan. Buah stroberi dihancurkan lalu

ditempelkan pada indikator pH universal untuk dianalisa pH-nya (Indrawijaya, dkk., 2017).

3.3.6. Karakterisasi *Edible Coat* Kombinasi Tepung Umbi Talas Liar, CMC, dan Sorbitol Teroptimasi

Pada penelitian ini, *edible coat* kontrol maupun sampel dibuat berdasarkan metode Astuti (2017) dengan sedikit modifikasi. *Edible coat* sampel dibuat dengan mencampurkan tepung umbi talas liar, CMC, dan Sorbitol teroptimasi pada gelas kimia 250 mL lalu ditambahkan 50 mL air. Setelah itu larutan dipanaskan pada suhu 85°C selama 2 jam sambil diaduk dengan *stirrer* hingga homogen. Larutan kemudian dituangkan ke dalam cawan petri lalu dikeringkan di dalam oven selama 4 jam pada suhu 80°C. Sementara itu, *edible coat* kontrol dibuat dengan prosedur yang sama, namun tanpa kombinasi CMC dan Sorbitol. *Edible coat* selanjutnya dianalisa gugus fungsinya dengan instrumen spektrofotometer FTIR dan morfologi permukaannya dengan instrumen SEM.

3.3.6.1. Analisa Gugus Fungsi *Edible Coat* dengan Instrumen Spektrofotometer FTIR

Edible coat kontrol maupun sampel teroptimasi dihaluskan dengan pelet KBr menggunakan lumpang dan alu. Selanjutnya hasil pencampuran ditempatkan ke dalam *set holder* kemudian ditentukan spektrum FTIR yang sesuai. Hasil didapatkan berupa spektrum FTIR berupa hubungan antara bilangan gelombang dengan intensitas (Skoog, dkk., 2007).

3.3.6.2. Analisa Morfologi Permukaan *Edible Coat* dengan Instrumen SEM

Edible coat kontrol maupun sampel dengan konsentrasi disiapkan untuk dipindai morfologi permukaannya dengan instrumen SEM. Kandungan air harus dihilangkan terlebih dahulu dari *edible coat* karena air akan menguap pada kondisi vakum. Selanjutnya *edible coat* dilapisi dengan emas yang dapat menghantarkan listrik dan ditempatkan pada *stage*. Setelah itu, morfologi permukaan *edible coat* dianalisa menggunakan instrumen SEM dengan perbesaran 1.000 kali. Hasil analisa didapatkan dalam bentuk *micrograph* (Rahmansyah, 2015).