

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian pembuatan dan karakterisasi pati talas liar asetil dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Makanan dan Laboratorium Kimia Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia (FPMIPA UPI).

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

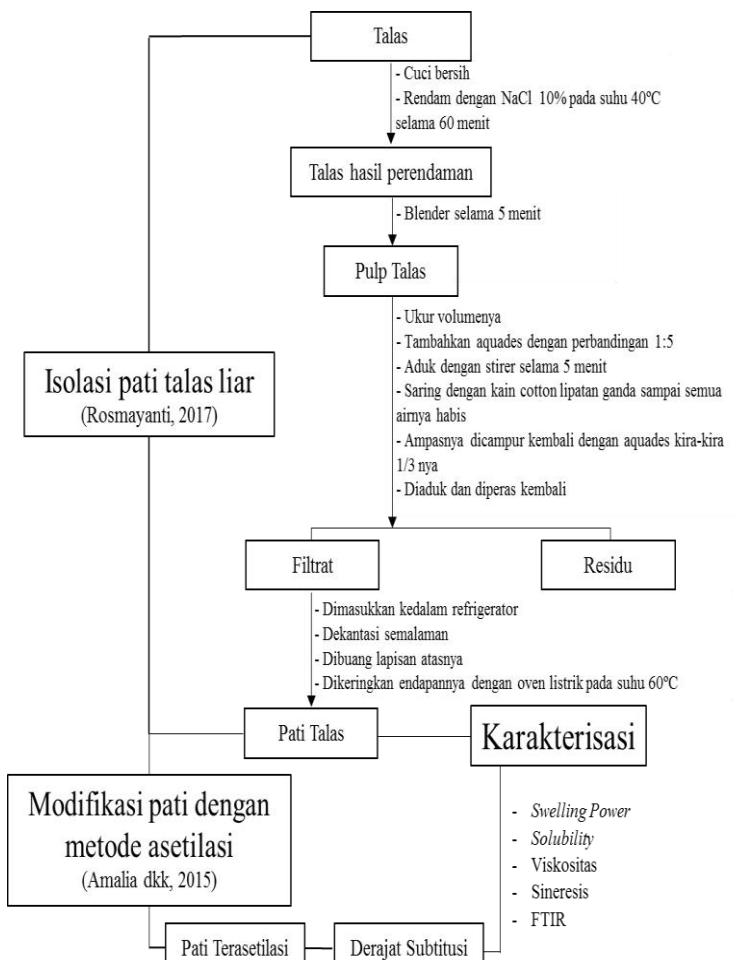
Alat yang digunakan pada proses isolasi pati talas liar dan pembuatan pati talas liar asetil adalah peralatan gelas, *waterbath* (NTS Thermoshaker), neraca analitik, *hotplate*, pompa vakum, oven listrik, blender, statif, klem, termometer, *magnetic stirrer*, saringan kain *cotton* dan pH meter. Adapun alat yang digunakan pada analisis sifat fisiko-kimia dan gugus fungsi pada pati talas liar adalah alat gelas, *Fourier Transform Infrared* (FTIR) 8400 merk SHIMADZU, *centrifuge* (H-103n Kokusan), *viscometer Ostwald*, buret dan piknometer.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan adalah talas liar, aquades, natrium klorida (NaCl, teknis), asam asetat glasial (CH₃COOH, p.a), kalium hidroksida (KOH, p.a), Etanol (C₂H₅OH, p.a), natrium hidroksida (NaOH, teknis), asam klorida (HCl, p.a), indikator *phenolphthalein*, dan kertas saring. Talas liar yang digunakan sebagai bahan baku diambil dari daerah perkebunan Cimahi, Jawa Barat.

3.3 Prosedur Penelitian

Penelitian pembuatan pati talas liar asetil dilakukan dengan melalui tiga tahap, yaitu pembuatan pati talas liar dengan metode isolasi pati, modifikasi pati talas liar dengan metode asetilasi dan karakterisasi pati. Diagram alir penelitian disajikan pada gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

Aisyah Dyah Indrianti, 2019

SINTESIS DAN KARAKTERISASI PATI TERASETILASI BERBAHAN DASAR TALAS LIAR

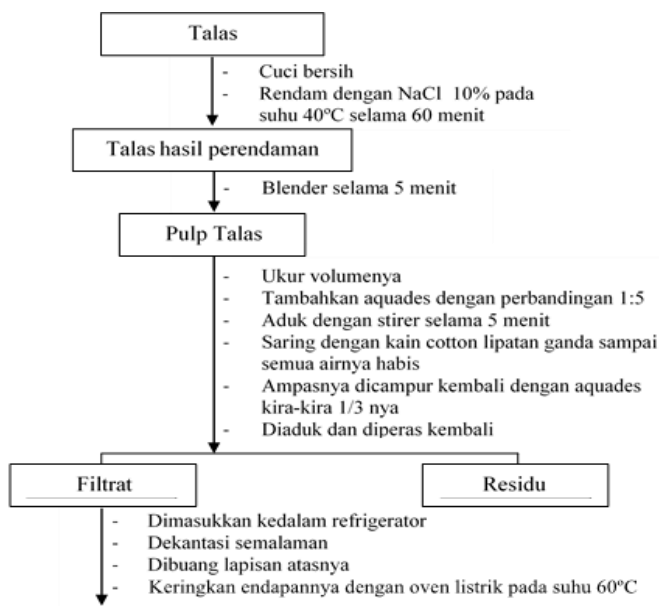
Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

3.3.1 Isolasi Pati Talas Liar

Isolasi pati talas dilakukan seperti penelitian sebelumnya (Rosmayanti, 2017) yaitu dengan prinsip dekantasi campuran talas yang telah dihaluskan dengan air hingga didapatkan endapan pati. Talas yang telah direndam menggunakan natrium klorida pada kondisi optimum (NaCl 10%), diblender selama 5 menit hingga dihasilkan pulp talas, kemudian ditambahkan aquades sebanyak 5 kali volumenya, dihomogenkan menggunakan *magnetic stirrer* selama 5 menit. Selanjutnya larutan disaring menggunakan kain katun dua lapis, diperas sampai semua airnya habis. Ampasnya dicampur kembali dengan aquades kira-kira 1/3 nya, diaduk kemudian diperas lagi sampai airnya habis. Filtrat yang dihasilkan dimasukkan ke dalam *refrigerator* dan didekantasi semalaman. Lalu bagian atas larutan hasil dekantasi dibuang. Residu atau endapan pati yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C hingga kering. Tahapan isolasi pati talas liar disajikan pada gambar 3.2

3.3.2 Modifikasi Pati Talas Liar dengan Metode Asetilasi

Modifikasi pati talas liar dengan asetilasi dilakukan sesuai metode Amalia dan



Gambar 3.2 Tahapan Isolasi Pati Talas Liar

(Rosmayanti, 2017)

Aisyah Dyah Indrianti, 2019

SINTESIS DAN KARAKTERISASI PATI TERASETILASI BERBAHAN DASAR TALAS LIAR

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

Kumoro (2015) menggunakan asam asetat glasial sebagai reagen modifikasinya, dengan konsentrasi yang digunakan sebesar 5%, 10%, dan 15%. Asetilasi dilakukan dengan mendispersikan 20 gram pati talas liar dalam 100 mL aquades dan dihomogenkan menggunakan *magnetic stirrer* selama 15 menit. Kemudian pH suspensi pati diatur pada kisaran 8,0 – 8,4 dengan penambahan NaOH 0,1 M.

Selanjutnya asam asetat glasial dengan konsentrasi tertentu ditambahkan ke dalam campuran reaksi secara bergantian dengan larutan NaOH 0,1 M. Tujuannya yaitu untuk mempertahankan pH pada kisaran 8,0 – 8,4. Reaksi dibiarkan berlangsung dengan waktu yang telah ditentukan (30, 45 dan 60) menit dan ditambahkan HCl 0,5 M sampai pH 5,5 untuk menghentikan reaksi. Pati terasetilasi disaring dan dicuci dengan aquades sebanyak 3 kali. Pati dikeringkan dengan oven pada suhu 100°C selama 1 jam.

3.3.3 Karakterisasi Sifat Fisiko-Kimia Pati

3.3.3.1 Derajat Substitusi

Uji persen asetil dan DS digunakan untuk mengetahui berapa banyak gugus asetil yang tersubstitusi ke dalam pati talas liar terasetilasi. Uji persen asetil dan analisis derajat substitusi mengikuti metode dari Diop *et al.*, (2010). Pati terasetilasi ditimbang sebanyak 1 gram dan dilarutkan dalam 50 mL etanol 75% pada suhu 50°C selama 30 menit. Slurry pati didinginkan pada suhu ruang, ditambahkan 40 mL KOH 0,5 N. Excess alkali dititrasi dengan 2 N HCl menggunakan indikator *phenolphthalein*.

$$\% \text{ Asetil} = \frac{(V_0 - V_n) \times N \times 43 \times 10^{-3} \times 100}{M}$$

Keterangan :

V_0	= volume HCl untuk titrasi blanko (mL)
V_n	= volume HCl untuk titrasi sampel (mL)
N	= normalitas HCl
M	= massa sampel kering
43	= berat molekul asetil (CH_3CO)

Untuk derajat substitusi (DS) dihitung dengan persamaan sebagai berikut :

$$\text{Derajat Substitusi (DS)} = \frac{162 \times \% \text{ Asetil}}{4300 - (42 \times \% \text{ Asetil})}$$

Aisyah Dyah Indrianti, 2019

SINTESIS DAN KARAKTERISASI PATI TERASETILASI BERBAHAN DASAR TALAS LIAR

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

Keterangan :

162 = berat molekul glukosa ($C_6H_{12}O_6$)

4300 = berat molekul asetil (CH_3CO) x 100

42 = selisih antara berat molekul gugus asetil dengan gugus OH^-

(Bello-Pérez *et al.*, 2010)

3.3.3.2 Swelling Power

Analisis *swelling power* dilakukan dengan melarutkan 0,1 gram *starch acetate* dalam 10 mL aquades dan dipanaskan dalam *waterbath* dengan temperatur $60^\circ C$ selama 30 menit. Kemudian disentrifuge dengan kecepatan 2500 rpm selama 15 menit untuk memisahkan supernatan dan pasta yang terbentuk. *Swelling power* dihitung dengan rumus sebagai berikut :

$$\text{swelling power} = \frac{\text{berat pasta}}{\text{berat sampel kering}}$$

(Leach *et al.*, 1959)

3.3.3.3 Kelarutan / Solubility

Analisis % *solubility* dilakukan dengan melarutkan 0,1 gram *starch acetate* dalam 10 mL aquades dan dipanaskan dalam *waterbath* dengan temperatur $60^\circ C$ selama 30 menit. Kemudian disentrifuge dengan kecepatan 2500 rpm selama 15 menit untuk memisahkan supernatan dan pasta yang terbentuk. Supernatan diambil sebanyak 10 mL lalu dikeringkan dalam oven dan dicatat berat endapan keringnya.

$$\% \text{ solubility} = \frac{\text{berat endapan kering}}{\text{berat sampel}} \times 100$$

(Kiatponglarp, 2007)

3.3.3.4 Viskositas

Pengukuran viskositas dilakukan dengan menggunakan *Viscometer Ostwald* yaitu dengan pembuatan larutan sampel dengan konsentrasi 5%, kemudian diukur densitas dari larutan tersebut dengan piknometer. Pengukuran dilanjutkan dengan memasukkan 10 mL larutan sampel ke dalam pipa *ostwald*. Larutan disedot dengan ball pipet sampai melewati tanda batas. *Stopwatch* dihidupkan sampai larutan berada pada tanda batas atas dan dihentikan ketika larutan tepat berada pada batas bawah. Viskositas larutan dapat dihitung menggunakan rumus.

$$\mu_{\text{sampel}} = \left(\frac{t_{\text{sampel}} \times \rho_{\text{sampel}}}{t_{\text{air}} \times \rho_{\text{air}}} \right) \times \mu_{\text{air}}$$

Aisyah Dyah Indrianti, 2019

SINTESIS DAN KARAKTERISASI PATI TERASETILASI BERBAHAN DASAR TALAS LIAR

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

(Pudiasuti dan Tika, 2013)

3.3.3.5 Sineresis

Sineresis yang terjadi selama penyimpanan diamati dengan menyimpan larutan pati pada suhu $\pm 4^{\circ}\text{C}$ selama 24 jam. Larutan pati ditempatkan pada cup plastik untuk menampung air yang dibebaskan dari dalam gel selama penyimpanan. Sineresis dihitung dengan mengukur kehilangan berat selama penyimpanan lalu dibandingkan dengan berat awal gel.

$$\text{Sineresis (\%)} = \frac{\text{berat sampel awal} - \text{berat sampel akhir}}{\text{berat sampel awal}} \times 100$$

3.3.3.6 Analisis Fourier Transform Infrared (FTIR)

Karakterisasi menggunakan FTIR bertujuan untuk membandingkan spektra pati talas liar dengan pati terasetilasi. Analisis ini menggunakan instrumentasi FTIR-8400 merk SHIMADZU. Spektra FTIR memberikan informasi adanya kesesuaian dan perbedaan puncak serapan dari gugus fungsi yang teramati sehingga perbandingan struktur dari pati talas liar dengan pati talas liar yang telah terasetilasi dapat dijelaskan.

