

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian**

Penelitian dilaksanakan selama 4 bulan, dimulai dari bulan Februari hingga bulan Mei. Ekstraksi *Medinilla speciosa*, karakterisasi ekstrak *Medinilla speciosa*, karakterisasi *Coix lacryma-jobi*, pembuatan *film sensor smart packaging*, dan karakterisasi *film sensor smart packaging* dilaksanakan di Laboratorium Kimia Universitas Pendidikan Indonesia.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

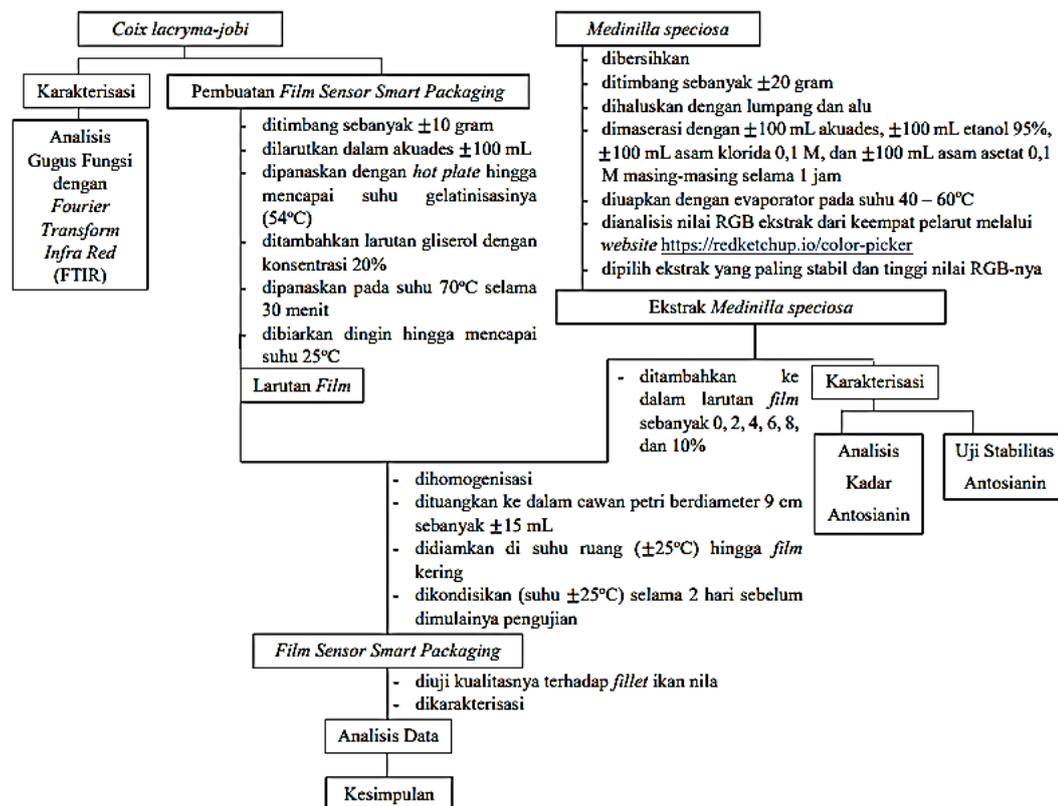
Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu neraca analitik, lumpang dan alu, evaporator, spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu UV-2450), spektrofotometer FTIR (Shimadzu), spektrometer, *hot plate*, *magnetic stirrer*, cawan petri, lemari pendingin, SEM tegangan rendah (Carl Zeiss Microscopy, Jena, Jerman), mikrometer sekrup, tensiometer (EZTest, Shimadzu, Jepang), TMS-Pro Texture Analyzer (Food Technology Co., VA, USA), pH meter, dan alat gelas.

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu kan nila, tepung *Coix lacryma-jobi*, *Medinilla speciosa*, akuades, etanol 95%, asam klorida 0,1 M, asam asetat 0,1 M, kalium klorida, kalium hidrogen ftalat, natrium hidroksida, monokalium fosfat, trisaminometana, natrium bikarbonat, natrium asetat, dan gliserol.

#### **3.3 Bagan Alir Penelitian**

Bagan alir dari penelitian ini ditampilkan pada Gambar 2. 12.



Gambar 3.1 Bahan Alir Penelitian

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Karakterisasi Pati dari *Coix lacryma-jobi* dengan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Analisis gugus fungsi pati dari *Coix lacryma-jobi* (biji hanjeli) dilakukan berdasarkan metode yang telah dilaksanakan oleh (Zulfikar, 2020) dengan sedikit modifikasi. *Coix lacryma-jobi* yang telah berbentuk bubuk dan serbuk KBr dicampurkan dengan perbandingan 1:10, dihaluskan, dan dihomogenkan. Campuran *Coix lacryma-jobi* dan KBr dikompresi dengan *pellet press* hingga membentuk pelet. Pelet tersebut kemudian dimasukkan ke dalam spektrofotometer FTIR (Shimadzu), tepatnya di antara 2 celah yang dilewati berkas sinar *infra-red* dan dianalisis spektrumnya pada rentang 4000-400  $\text{cm}^{-1}$ .

#### 3.4.2 Ekstraksi Antosianin dari *Medinilla speciosa*

Ekstraksi antosianin dari *Medinilla speciosa* (buah pari-joto) dilakukan berdasarkan metode yang telah dilaksanakan oleh (Hasan dkk., 2020) dengan sedikit modifikasi. Sampel dibersihkan, ditimbang sebanyak  $\pm 20$  gram, dihaluskan dengan lumpang dan alu, kemudian diekstraksi dengan cara maserasi menggunakan

Mentari Putri Aprilia, 2023

PEMANFAATAN *Coix lacryma-jobi* DAN *Medinilla speciosa* SEBAGAI FILM SENSOR SMART PACKAGING UNTUK MENDETEKSI KESEGERAN FILLET IKAN NILA

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

$\pm 100$  mL akuades,  $\pm 100$  mL asam asetat 0,1 M,  $\pm 100$  mL asam klorida 0,1 M, dan  $\pm 100$  mL etanol 95% masing-masing selama 1 jam. Filtrat yang diperoleh kemudian diuapkan menggunakan evaporator pada suhu 40 – 60°C hingga menjadi ekstrak yang lebih kental. Setelah itu, kepekatan ekstrak dari keempat pelarut dianalisis menggunakan kamera *smartphone* dengan cara dianalisis melalui *website* <https://redketchup.io/color-picker> sehingga dihasilkan data intensitas cahaya komponen warna RGB.

### 3.4.3 Karakterisasi Ekstrak *Medinilla speciosa*

#### 3.4.3.1 Analisis Kadar Antosianin

Analisis kadar antosianin dari *Medinilla speciosa* dilakukan berdasarkan metode yang telah dilaksanakan oleh (Anggriani dkk., 2017) dengan sedikit modifikasi. Ekstrak *Medinilla speciosa* sebanyak  $\pm 1$  mL ditambahkan dengan larutan penyangga pH 1 (kalium klorida) sebanyak  $\pm 4,95$  mL dan pH 4,5 (natrium asetat) sebanyak  $\pm 4,95$  mL. Larutan kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang 520 nm dan 700 nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu UV-2450). Nilai absorbansi yang didapatkan kemudian digunakan untuk menghitung kadar antosianin dengan persamaan berikut.

$$\text{Kadar Antosianin (g/L)} = \frac{A \times MW \times DF}{\epsilon \times L}$$

$$A = [(A_{520} - A_{700}) \text{ pH 1} - (A_{520} - A_{700}) \text{ pH 4,5}]$$

dimana A adalah absorbansi, MW adalah berat molekul antosianin sianidin-3-glukosida ( $448,8 \text{ g.mol}^{-1}$ ), DF adalah faktor pengenceran,  $\epsilon$  adalah absorptivitas molar antosianin sianidin-3-glukosida ( $26.900 \text{ L.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ ), dan L adalah lebar kuvet (cm).

#### 3.4.3.2 Uji Stabilitas Antosianin

Uji stabilitas antosianin dari *Medinilla speciosa* dilakukan berdasarkan metode yang telah dilaksanakan oleh (Safitri dkk., 2019) dengan sedikit modifikasi. Ekstrak *Medinilla speciosa* sebanyak  $\pm 1$  mL dituangkan ke dalam tabung reaksi yang masing-masing berisi larutan *buffer* pH 1 – 12. Setelah itu, absorbansi larutan

diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu UV-2450) pada panjang gelombang 300 – 800 nm.

Pembuatan larutan *buffer* pH 1 – 12 dilakukan berdasarkan metode yang telah dilaksanakan oleh (Meelapsom dkk., 2022) yang ditampilkan pada Gambar 2.13.

Bahan	Volume bahan yang digunakan pada setiap pH larutan <i>buffer</i> (mL)											
	pH 1	pH 2	pH 3	pH 4	pH 5	pH 6	pH 7	pH 8	pH 9	pH 10	pH 11	pH 12
0,2 molL <sup>-1</sup> KCl	50	50										
0,2 molL <sup>-1</sup> HCl	134	13										
0,1 molL <sup>-1</sup> CsH <sub>3</sub> KO <sub>4</sub>			100	100	100							
0,1 molL <sup>-1</sup> HCl			44,6	0,2					11,4			
0,1 molL <sup>-1</sup> NaOH					45,2	11,2	58,2	93,4		21,4	45,4	
0,1 molL <sup>-1</sup> KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>						100	100	100				
0,1 molL <sup>-1</sup> H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>									100			
0,05 molL <sup>-1</sup> NaHCO <sub>3</sub>										100	100	
0,2 molL <sup>-1</sup> KCl												50
0,2 molL <sup>-1</sup> NaOH												12
Akuades	16	137	55,4	99,8	54,8	88,8	41,8	6,6	88,6	78,6	54,6	138

Gambar 3.2 Pembuatan Larutan Buffer pH 1 – 12

Sumber : (Meelapsom dkk., 2022)

### 3.4.4 Pembuatan *Film Sensor Smart Packaging*

Pembuatan *film sensor smart packaging* dilakukan berdasarkan metode yang telah dilaksanakan oleh (Anandito dkk., 2012) dengan sedikit modifikasi. Tepung *Coix lacryma-jobi* sebanyak  $\pm 10$  gram dilarutkan dalam akuades  $\pm 100$  mL dan dipanaskan menggunakan *hot plate* hingga mencapai suhu gelatinisasinya (54°C). Kemudian, larutan gliserol ditambahkan dengan konsentrasi 20% (v/b tepung biji hanjeli) dan dipanaskan pada suhu 70°C selama 30 menit dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*. Setelah itu, campuran dibiarkan dingin hingga mencapai suhu 25°C, lalu ditambahkan ekstrak *Medinilla speciosa* dengan konsentrasi 0%, 2%, 4%, 6%, 8%, dan 10% (b/b larutan *film*). Kemudian, larutan dituangkan ke dalam cawan petri berdiameter 9 cm sebanyak  $\pm 15$  mL dan dikeringkan dengan cara didiamkan di suhu ruang ( $\pm 25^\circ\text{C}$ ) hingga *film* kering. Setelah itu, *film* dikondisikan (suhu  $\pm 25^\circ\text{C}$ ) selama 2 hari sebelum dimulainya pengujian.

### 3.4.5 Karakterisasi *Film Sensor Smart Packaging*

#### 3.4.5.1 Analisis Gugus Fungsi dengan *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Mentari Putri Aprilia, 2023

PEMANFAATAN *Coix lacryma-jobi* DAN *Medinilla speciosa* SEBAGAI FILM SENSOR SMART PACKAGING UNTUK MENDETEKSI KESEGERAN FILLET IKAN NILA

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

Analisis gugus fungsi dari *film sensor smart packaging* dilakukan berdasarkan metode yang telah dilaksanakan oleh (Zulfikar, 2020) dengan sedikit modifikasi. Sampel *film* ditempatkan ke dalam *set holder* pada spektrofotometer FTIR (Shimadzu) dan diletakkan di antara 2 celah yang dilewati berkas sinar *infra-red*. Kemudian dianalisis spektrumnya pada rentang 4000-400  $\text{cm}^{-1}$ .

#### **3.4.5.2 Uji Stabilitas Antosianin**

Uji stabilitas antosianin dari *film sensor smart packaging* dilakukan berdasarkan metode yang telah dilaksanakan oleh (Wang dkk., 2018) dengan sedikit modifikasi. *Film* dipotong dengan ukuran  $\pm 2 \times 2$  cm kemudian direndam dalam larutan *buffer* pH 1 – 12 selama 1 menit. Setelah itu, perubahan warna *film* difoto menggunakan kamera *smartphone* dan dianalisis melalui *website* <https://redketchup.io/color-picker> sehingga dihasilkan data intensitas cahaya komponen warna RGB.

#### **3.4.5.3 Uji Kualitas terhadap Fillet Ikan Nila**

Uji *film sensor smart packaging* terhadap kerusakan *fillet* ikan nila dilakukan berdasarkan metode yang telah dilaksanakan oleh (Amalia dkk., 2021) dengan sedikit modifikasi. *Fillet* ikan nila sebesar  $\pm 2$  gram diletakkan di dalam cawan petri yang pada bagian tutupnya telah ditempelkan *film sensor smart packaging* berukuran  $\pm 1,5 \times 1,5$  cm. Analisis dilakukan selama 10 hari pada sampel yang diletakkan di dalam lemari pendingin dengan suhu penyimpanan  $\pm 4^\circ\text{C}$  dan 2 hari pada sampel yang diletakkan di suhu ruang ( $\pm 25^\circ\text{C}$ ). Perubahan warna *film* difoto menggunakan kamera *smartphone*.

#### **3.4.5.4 Uji pH terhadap Fillet Ikan Nila**

Uji pH terhadap *fillet* ikan nila dilakukan berdasarkan metode yang telah dilaksanakan oleh (Nuronyah dkk., 2022) dengan sedikit modifikasi. *Fillet* ikan nila ditimbang sebanyak  $\pm 2$  gram kemudian dihancurkan menggunakan lumpang dan alu hingga halus dan dilarutkan dalam  $\pm 18$  mL akuades hingga homogen. Setelah itu, pH *fillet* ikan nila diukur menggunakan pH meter yang telah dikalibrasi menggunakan larutan *buffer* asam pH 4, netral pH 7, dan basa pH 10. Pengujian

terhadap *fillet* ikan nila yang disimpan di suhu ruang ( $\pm 25^{\circ}\text{C}$ ) dilakukan setiap 1 jam sekali selama 24 jam penyimpanan, sedangkan untuk *fillet* ikan nila yang disimpan di suhu pendingin ( $\pm 4^{\circ}\text{C}$ ) dilakukan setiap 6 jam sekali selama 4 hari penyimpanan. Pengujian dilakukan sebanyak 3 kali dan diambil nilai rata-ratanya.

#### 3.4.5.5 Uji Pelepasan Antosianin

Uji pelepasan antosianin dari *film sensor smart packaging* dilakukan berdasarkan metode yang telah dilaksanakan oleh (Kang dkk., 2018) dengan sedikit modifikasi. *Film* dipotong dengan ukuran  $\pm 2 \times 2$  cm kemudian direndam dalam akuades  $\pm 20$  mL. Pengecekan dilakukan setiap jam sekali dengan cara diambil larutannya sebanyak  $\pm 2,5$  mL dan dibaca absorbansinya pada panjang gelombang 506 nm menggunakan spektrometer. Konsentrasi antosianin dalam air dihitung sesuai dengan nilai absorbansinya.

#### 3.4.5.6 Uji Ketebalan

Uji ketebalan *film sensor smart packaging* dilakukan berdasarkan metode yang telah dilaksanakan oleh (Lim dkk., 2021) dengan sedikit modifikasi. Ketebalan *film* diukur menggunakan mikrometer sekrup dengan rentang 0 – 25 mm. Pengujian dilakukan pada lima titik secara acak pada permukaan *film* kemudian diambil nilai rata-ratanya sebagai hasil.

#### 3.4.5.7 Uji Penyerapan Air

Uji penyerapan air *film sensor smart packaging* dilakukan berdasarkan metode yang telah dilaksanakan oleh (Sultan dkk., 2021) dengan sedikit modifikasi. *Film* dipotong dengan ukuran  $\pm 2 \times 2$  cm kemudian dikeringkan menggunakan oven dengan suhu  $105^{\circ}\text{C}$  selama 24 jam lalu ditimbang untuk mendapatkan berat *film* awal ( $M_1$ ). Setelah itu, *film* direndam dalam akuades pada suhu ruang ( $25^{\circ}\text{C}$ ) selama 24 jam dan ditimbang kembali untuk mendapatkan berat *film* akhir ( $M_2$ ). Penyerapan air *film* dihitung menggunakan persamaan berikut.

$$\text{Penyerapan Air Film (\%)} = \frac{M_2 - M_1}{M_1} \times 100$$

dimana  $M_1$  adalah berat awal *film* dan  $M_2$  adalah berat *film* setelah direndam dalam air.

#### 3.4.5.8 Uji Kelarutan dalam Air

Uji kelarutan *film sensor smart packaging* dalam air dilakukan berdasarkan metode yang telah dilaksanakan oleh (Pirsa, 2020) dengan sedikit modifikasi. *Film* dipotong dengan ukuran  $\pm 2 \times 2$  cm kemudian dikeringkan menggunakan oven dengan suhu  $50^\circ\text{C}$  selama 5 jam lalu ditimbang untuk mendapatkan berat *film* awal ( $M_1$ ). Setelah itu, *film* dilarutkan dalam 50 mL akuades pada suhu ruang ( $25^\circ\text{C}$ ) selama 24 jam dengan sesekali diaduk. Potongan *film* yang tidak larut dipisahkan dan dikeringkan kembali menggunakan oven dengan suhu  $105^\circ\text{C}$  selama 5 jam dan ditimbang kembali untuk mendapatkan berat *film* akhir ( $M_2$ ). Kelarutan *film* dalam air dihitung menggunakan persamaan berikut.

$$\text{Kelarutan Film (\%)} = \frac{M_1 - M_2}{M_1} \times 100$$

dimana  $M_1$  adalah berat awal *film* dan  $M_2$  adalah berat *film* setelah dilarutkan dalam air.

#### 3.4.5.9 Uji Laju Transmisi Uap Air

Uji laju transmisi uap air dari *film sensor smart packaging* dilakukan berdasarkan metode yang telah dilaksanakan oleh (Yang dkk., 2020) dengan sedikit modifikasi. Sampel *film* diletakkan di atas cawan yang berisi  $\pm 80$  gram akuades pada suhu ruang ( $25^\circ\text{C}$ ). Cawan ditimbang secara berkala dan laju transmisi uap air *film* dihitung menggunakan persamaan berikut.

$$\text{Laju Transmisi Uap Air Film (g.m}^{-2}\text{.hari}^{-1}) = \frac{w}{(A \times \Delta t)}$$

dimana  $w$  adalah penurunan berat cawan (g),  $A$  adalah luas *film* yang menutupi cawan ( $\text{m}^2$ ), dan  $\Delta t$  adalah interval waktu (hari).

#### 3.4.5.10 Uji Kekuatan Tarik

Uji kekuatan tarik dari *film sensor smart packaging* dilakukan berdasarkan metode yang telah dilaksanakan oleh (ASTM, 2010) dengan sedikit modifikasi. Uji

Mentari Putri Aprilia, 2023

PEMANFAATAN *Coix lacryma-jobi* DAN *Medinilla speciosa* SEBAGAI FILM SENSOR SMART PACKAGING UNTUK MENDETEKSI KESEGERAN FILLET IKAN NILA

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

tarik uniaksial dilakukan menggunakan tensiometer (EZTest, Shimadzu, Jepang). *Film* dipotong menjadi potongan-potongan berbentuk *halter* ( $\pm 60 \times 10$  mm) dan ditempatkan di antara pegangan. Panjang pengukur awal diatur ke 40 mm dan kecepatan *crosshead* diatur pada 5 mm/menit. Gaya dan jarak direkam selama perpanjangan *film* hingga putus. Kekuatan tarik dihitung menggunakan persamaan berikut.

$$\text{Kekuatan Tarik (N/mm}^2\text{)} = \frac{P}{A_0}$$

dimana P adalah gaya yang diberikan pada sampel *film* (N) dan  $A_0$  adalah luas awal sampel *film* ( $\text{mm}^2$ ).

#### 3.4.5.11 Uji Elongasi

Uji elongasi dari *film sensor smart packaging* dilakukan berdasarkan metode yang telah dilaksanakan oleh (Wang dkk., 2019) dengan sedikit modifikasi. *Film* dipotong menjadi potongan-potongan berukuran  $\pm 6 \times 1$  cm dan dipasang pada penganalisis tekstur TMS-Pro Texture Analyzer (Food Technology Co., VA, USA) dengan jarak awal 4 cm dan kecepatan pengujian 1 mm/s. Perpanjangan *film* saat putus dihitung menggunakan persamaan berikut.

$$\text{Elongasi (\%)} = \frac{\Delta L}{L_0} \times 100$$

dimana  $\Delta L$  dan  $L_0$  masing-masing adalah perpanjangan dan panjang awal dari sampel *film* (mm).