

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilakukan selama 5 bulan (Februari 2018 – Juni 2018) di Laboratorium Riset Departemen Pendidikan Kimia Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia.

3.2 Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan untuk sintesis selulosa bakterial adalah kulit buah nanas, 7,5% (b/v) sukrosa atau gula pasir, asam asetat glasial, 0,5% ammonium sulfat, 10% biakan *Acetobacter xylinum*, aquades, 1% natrium hidroksida, 1% asam asetat, asam klorida, etanol, dan glutaraldehida. Sedangkan alat yang digunakan adalah pisau, talenan, panci, blender, wadah, kain saring, setrika, oven, gelas kimia, *magnetic stirrer*, *incubator*, *hoplate*, FTIR, XRD, SEM, *freeze-drier*, dan neraca analitik.

3.3 Langkah Kerja

Langkah kerja yang dilakukan dalam penelitian ini dimulai dari sintesis nata de pina yang berlangsung selama 7 hari. Selanjutnya, dilakukan optimasi konsentrasi *crosslinker* SAP sehingga diperoleh kinerja SAP yang optimum. SAP yang telah diperoleh dikarakterisasi menggunakan FTIR, XRD, dan SEM. Selain itu, uji kinerja dilakukan terhadap SAP yang terdiri dari *water absorbency*, *swelling rate*, dan *water retention*.

3.3.1 Sintesis Selulosa Bakterial (BC)

Prosedur sintesis BC dilakukan berdasarkan prosedur yang dilakukan oleh Anwar, dkk. (2016) dengan beberapa modifikasi. Kulit buah nanas yang telah dibersihkan sebanyak 200 g dihaluskan menggunakan *blender* dengan penambahan aquades secukupnya sehingga diperoleh sari kulit nanas sebanyak 300 mL. Sari

kulit nanas diencerkan dengan perbandingan 1:4 (sari kulit nanas : air) sehingga ditambahkan 900 mL aquades dan direbus. Hasilnya kemudian ditambahkan sukrosa atau gula pasir sebanyak 90 g atau 7,5% (b/v) dan ammonium sulfat sebanyak 6g atau 0,5% (b/v). Larutan kemudian dituangkan ke dalam wadah yang telah disterilkan. Proses sterilisasi dilakukan dengan cara pemanasan dalam oven selama 2 jam pada suhu ± 80 °C, kemudian ditetesi etanol dan dikeringkan. Wadah kemudian ditutup dengan kertas koran yang disterilisasi menggunakan setrika dan diikat dengan karet. Asam asetat glasial ditambahkan ke larutan dalam wadah hingga mencapai pH = 4.5 dan ditutup kembali untuk disimpan selama 24 jam dalam *incubator*. Media kultur kemudian ditambahkan inokulum (bibit nata) sebanyak 10% v/v dan diinkubasi selama 6 hari pada suhu 28 °C.

Selanjutnya, nata yang diperoleh direndam dalam air mendidih selama 15 menit, direndam dalam larutan NaOH 1% w/v selama 24 jam, dan dibilas dengan air. Nata kemudian direndam dengan asam asetat 1% selama 24 jam dan dibilas dengan air hingga netral sehingga diperoleh BC. BC kemudian dihaluskan menggunakan blender tanpa penambahan air. BC kemudian ditimbang dengan massa 1 g sebanyak 5 kali dan dimasukkan ke dalam tabung sentrifus. Salah satu sampelnya kemudian di *freeze-dry* sehingga diketahui massa keringnya.

3.3.2 Sintesis SAP BC/GA Terikat Silang

SAP selulosa dibuat berdasarkan ikat silang glutaraldehida pada BC secara kimia. Fraksi massa larutan GA 25% yang berbeda (0, 2, 3, 4, 5 wt%) ditambahkan ke dalam 5 g (92,25 mg massa kering) suspensi BC sebagai SAP 0, 2, 3, 4, dan 5. Campuran diaduk dengan gaya magnetik pada suhu 70°C. Larutan HCl 0,2 mol/L ditambahkan ke dalam campuran per tetes untuk mengendalikan pH = 3 (Tang, 2018). Hidrogel selulosa dibeku-keringkan untuk memperoleh aerogel selulosa (Liao, dkk., 2016; Yuan, dkk., 2015).

3.3.3 Karakterisasi

Karakterisasi yang dilakukan dalam penelitian ini terdiri dari FTIR, XRD, dan SEM. Hal ini dilakukan dengan merujuk pada penelitian yang dilakukan oleh Yuan, dkk. (2015). Berikut metode yang dilakukan dalam penelitian ini:

3.3.3.1 *Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)*

Untuk mempelajari karakteristik konformasi SAP yang diperoleh, polimer dianalisis menggunakan spectrometer FTIR dalam mode transmitansi pada kisaran Panjang gelombang dari 4000 hingga 400 cm^{-1} . Sampel SAP dibuat ke dalam bentuk bubuk. Sejumlah kecil sampel yang cukup untuk menutupi lubang piringan ditempatkan pada piringan. Piringan ditekan dan pengamatan SAP dioperasikan pada komputer yang lebih jauh menimbulkan spektrum IR. Detektor mengamati kisaran Panjang gelombang dan mentransmisikan sinyal ke komputer yang menerjemahkan sinyal menjadi spektrum absorpsi. Material selulosa standar digunakan sebagai pembanding.

3.3.3.2 *Difraksi sinar-X (XRD)*

Difraksi sinar-X (XRD) merupakan teknik analitik yang pesat yang digunakan dalam identifikasi fasa kristalin oleh pola difraksinya. SAP digiling dan dihomogenkan sebelum analisis. Sampel kemudian ditempatkan dalam wadah sampel di mana permukaannya dihaluskan untuk menghilangkan ketidakteraturan permukaan. Spektra difraksi sinar-X direkam menggunakan system difraktometer dalam tingkat $0,1^\circ$ menggunakan radiasi Cu $K\alpha$ sebagai sumber sinar-X pada $25^\circ C$. Spektra difraksi sinar-X direkam menggunakan difraktometer pada piringan dengan arus listrik 40 mA dan nilai percepatan 40 kV. Pemindaian dilakukan di atas kisaran $5,0064$ $79,9904$ [$^\circ 2\theta$] menggunakan tingkatan $0,0130$ dalam lebarnya.

3.3.3.3 *Scanning Electron Microscopy (SEM)*

Morfologi selulosa diuji dengan *scanning electron microscopy* (SEM). Bubuk selulosa kering atau retakan lapisan dilapisi dengan emas menggunakan teknik pelapisan *low-vacuum sputter*.

Windy Dwi Annisa, 2019

**PENGARUH CROSSLINKER GLUTARALDEHIDA TERHADAP KINERJA SELULOSA BAKTERIAL
SEBAGAI SUPERABSORBEN**

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

3.3.4 Uji Kinerja

Uji kinerja yang dilakukan dalam penelitian ini terdiri dari *water absorbency*, *swelling rate*, dan *water retention* dengan merujuk pada penelitian yang dilakukan oleh Wang, dkk. (2009). Berikut metode yang dilakukan dalam penelitian ini:

3.3.4.1 Water Absorbency

Sejumlah berat bubuk SAP (0,05 g) direndam dalam air terdestilasi (100 mL) pada suhu ruang selama 8 jam hingga mencapai kesetimbangan mengembang. Sampel yang mengembang kemudian dipisahkan dari media pengembang dengan menyaring menggunakan saringan 200 mesh. Penyerapan air dihitung menggunakan persamaan (5):

$$SR = \frac{(m_2 - m_1)}{m_1} \quad (5)$$

Dimana m_1 dan m_2 adalah berat sampel kering dan sampel mengembang, berturut-turut. Nilai SR dihitung sebagai gram air per gram sampel.

3.3.4.2 Swelling Rate

Perbandingan pengembangan setimbang SAP diukur dalam air terdistilasi pada suhu ruang. Bagian SAP (m_1) disiapkan dan dicelupkan dalam air terdistilasi berlebih untuk mencapai keadaan pengembangan setimbang. Pertambahan berat sampel setimbang (m_2) diamati secara gravimetri. Kelebihan air pada permukaan hidrogel dihilangkan dengan kertas saring. Tiga replikasi dilakukan untuk setiap komposisi. Perbandingan pengembangan dihitung menggunakan persamaan (5).

3.3.4.3 Water Retention

Penyimpanan air ditentukan dengan menimbang massa gel yang telah mengembang oleh air (m_1) dan massa gel setelah penyimpanan pada 25 °C selama 50 jam dalam oven (m_2). Penyimpanan air suatu sampel dihitung dengan rumus berikut:

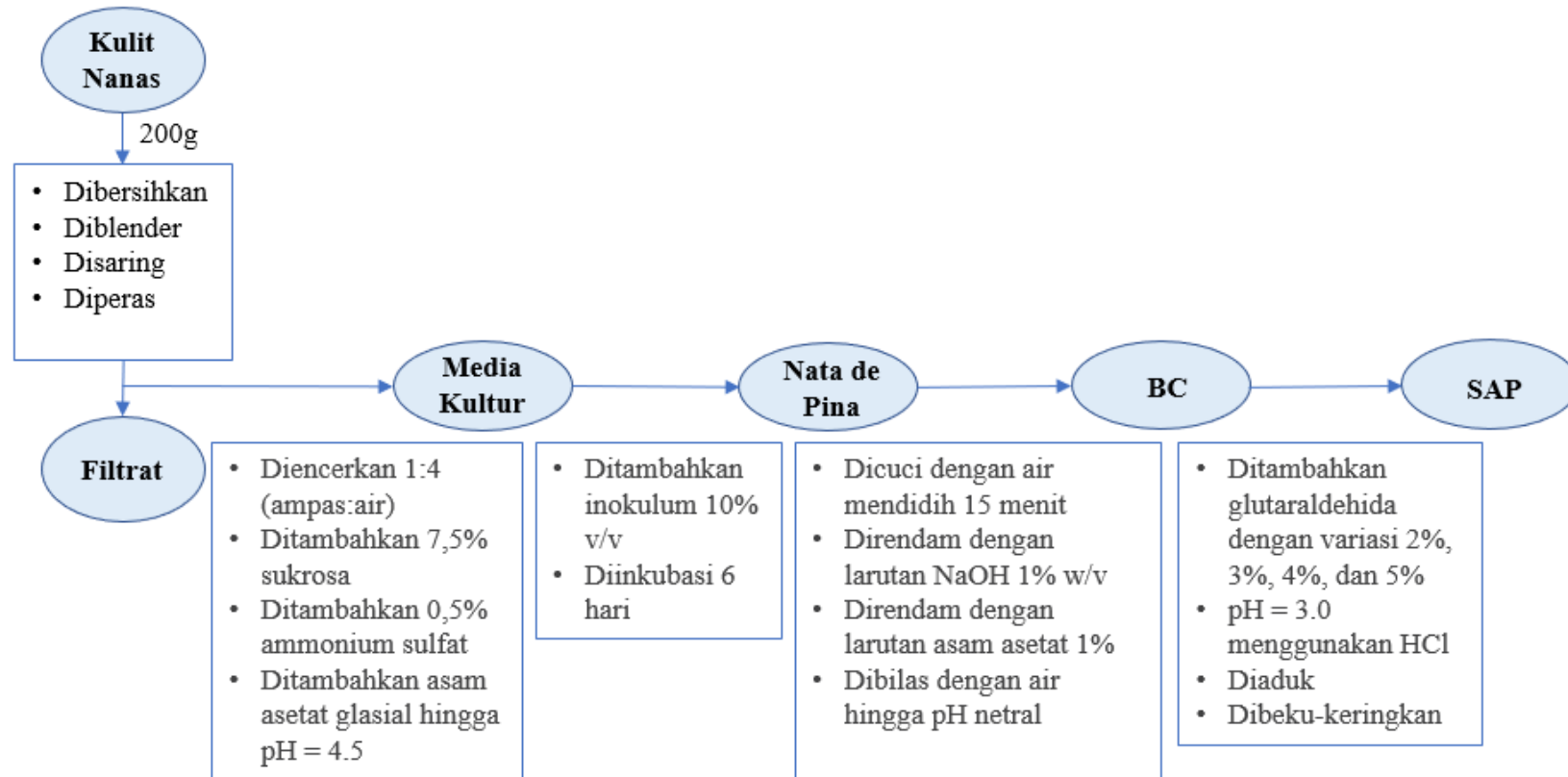
$$\text{Water retention (\%)} = \frac{m_2}{m_1} \times 100\% \quad (6)$$

Windy Dwi Annisa, 2019

**PENGARUH CROSSLINKER GLUTARALDEHIDA TERHADAP KINERJA SELULOSA BAKTERIAL
SEBAGAI SUPERABSORBEN**

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

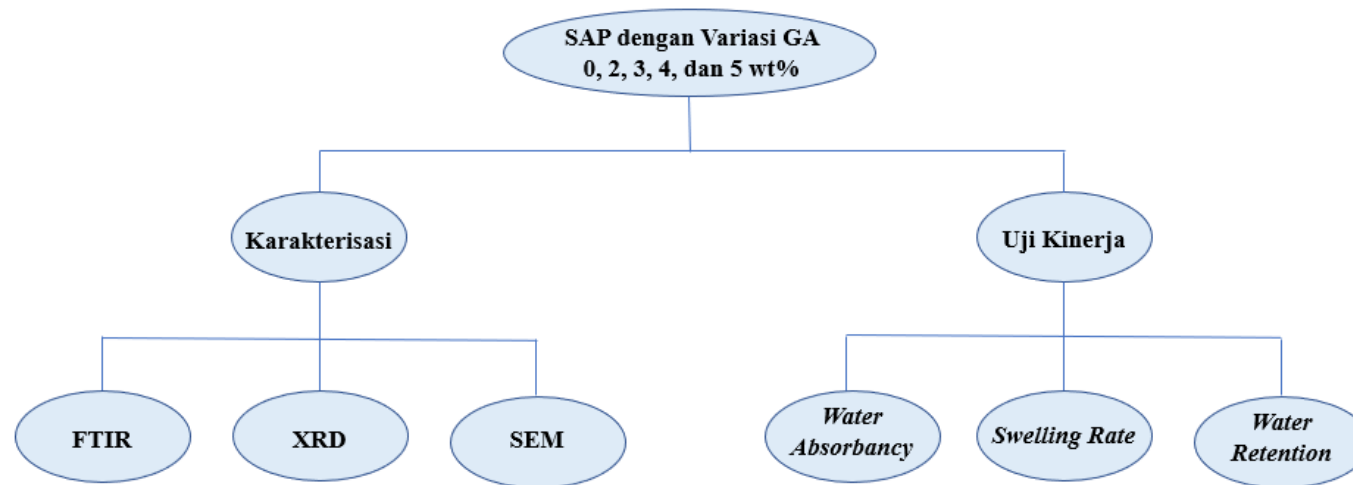
3.4 Alur Tahapan Penelitian



Windy Dwi Annisa, 2019

PENGARUH CROSSLINKER GLUTARALDEHIDA TERHADAP KINERJA SELULOSA BAKTERIAL SEBAGAI SUPERABSORBEN

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



Gambar 3.1 Diagram alir tahapan penelitian

