

III. METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia/Biokimia Hasil Pertanian Jurusan Teknologi Hasil Pertanian, Universitas Lampung pada bulan Juli 2011 sampai dengan Desember 2011.

3.2 Bahan dan Alat

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian adalah rumput laut *Eucheuma cottonii*, asam asetat glasial 98%, H₂SO₄ pekat 98%, CMC, aquades, H₂O₂ 30%, aluminium foil, kertas saring, serta bahan analisis lainnya. Alat-alat yang digunakan adalah alat-alat gelas, kain saring, timbangan, cawan porselin, desikator, corong alat, oven, shaker waterbath serta alat-alat analisis lainnya.

3.3 Metode Penelitian

Penelitian ini disusun secara faktorial dalam Rancangan Acak Kelompok Lengkap (RAKL) dengan tiga kali ulangan. Penelitian ini menggunakan dua faktor dengan faktor pertama yaitu konsentrasi asam perasetat A1 0% (v/v), A2 2% (v/v), A3 4% (v/v), dan A4 6% (v/v) dan faktor kedua yaitu konsentrasi bahan pengisi CMC sebesar C1 0% (b/v), C2 0,1% (b/v), dan C3 0,2% (b/v). Kesamaan ragam diuji dengan uji Bartlett dan kemenambahan data diuji dengan uji Tuckey. Data

dianalisis dengan sidik ragam untuk mendapatkan penduga ragam galat dan uji signifikansi untuk mengetahui ada tidaknya perbedaan antar perlakuan. Data kemudian diolah lebih lanjut dengan uji Beda Nyata Terkecil (BNT) 1% dan 5%.

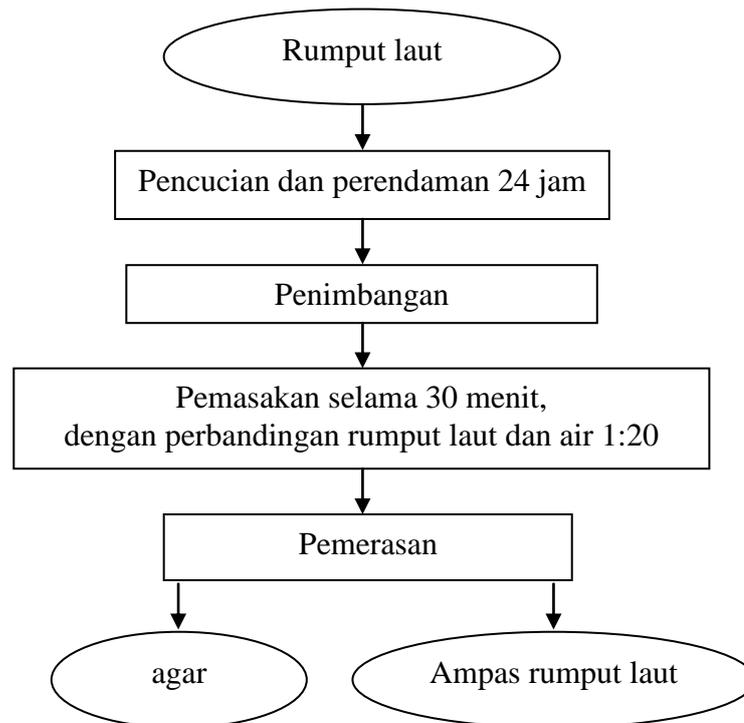
3.4 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan dalam dua tahap, yaitu karakterisasi terhadap bahan baku dan karakterisasi terhadap pulp ampas rumput laut yang dihasilkan.

Karakterisasi bahan baku dilakukan untuk mendapatkan sifat kimia dari ampas rumput laut *Eucheuma cottonii* yang meliputi rendemen, selulosa, hemiselulosa, lignin, dan kadar air. Ampas rumput laut yang telah diketahui sifat kimianya, digunakan sebagai bahan baku dalam pembuatan pulp. Kemudian dilakukan karakterisasi terhadap pulp yang dihasilkan untuk mendapatkan konsentrasi asam perasetat dan konsentrasi CMC yang tepat dengan sifat kimia pulp yang terbaik.

3.4.1 Ekstraksi ampas rumput laut

Rumput laut *Eucheuma cottonii* diekstraksi untuk memperoleh ampas rumput laut. Diagram alir ekstraksi ampas rumput laut dapat dilihat pada gambar 5.



Gambar 5. Diagram alir ekstraksi ampas rumput laut

3.4.2 Pulp *acetosolv*

Pulp *acetosolv* yang digunakan merupakan pulp *acetosolv* yang dibuat dengan kondisi pemasakan menggunakan perbandingan larutan pemasak : ampas rumput laut (2:1) dimana konsentrasi larutan pemasak asam asetat 80% pada suhu pemasakan 85°C selama 1 jam. Setelah proses pemasakan dilakukan pencucian dan penyaringan.

3.4.3 Pembuatan asam perasetat

Asam perasetat dibuat berdasarkan reaksi antara asam asetat glasial (CH₃COOH) 98% (v/v) dan hidrogen peroksida (H₂O₂) konsentrasi 30% (v/v). Pada pembuatan asam perasetat 2% sebanyak 2 ml H₂O₂ 30% dilarutkan dalam 98 ml CH₃COOH 98%. Sedangkan pada pembuatan asam perasetat 4% sebanyak 4 ml

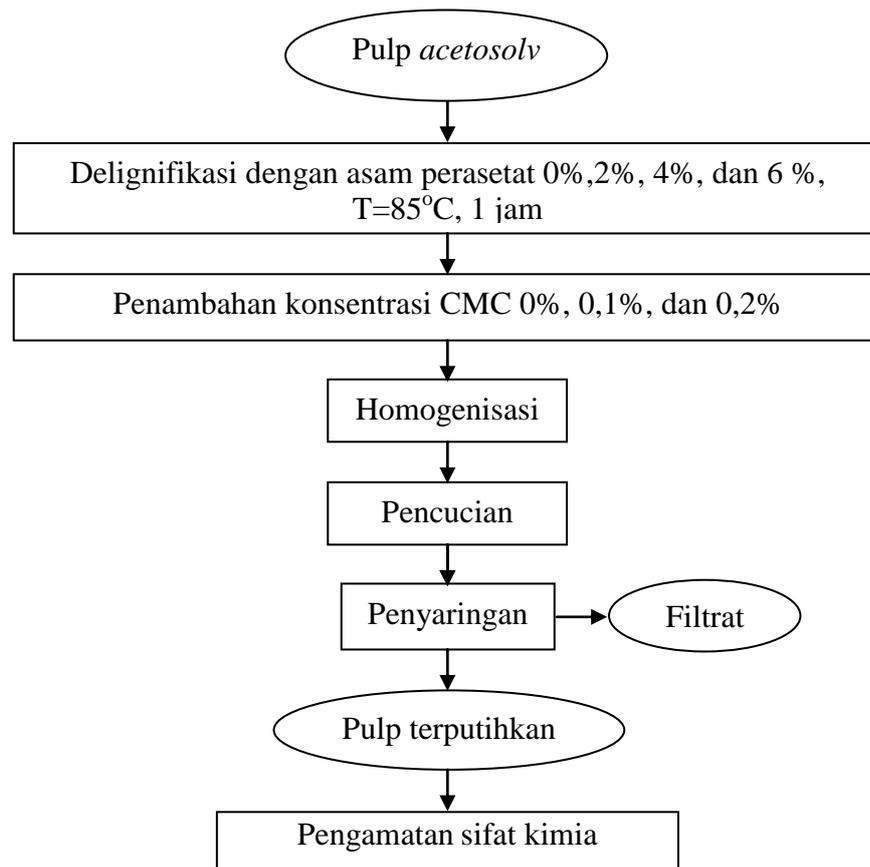
H₂O₂ 30% dilarutkan dalam 96 ml CH₃COOH 98% dan asam perasetat 6% dibuat dengan mereaksikan 6 ml H₂O₂ 30% dengan 94 ml CH₃COOH 98%.

3.4.4. Delignifikasi dan pencucian pulp ampas rumput laut

Pulp ampas rumput laut hasil pemasakan secara *organosolv* dilakukan proses delignifikasi dengan menggunakan perlakuan perbedaan konsentrasi asam perasetat yaitu 0% (v/v), 2% (v/v), 4% (v/v), dan 6% (v/v). Pulp dipanaskan pada asam perasetat dengan konsentrasi perlakuan pada suhu 85° C selama 1 jam.

Kemudian dilakukan penambahan konsentrasi CMC yang berbeda yaitu dengan konsentrasi 0% (b/v), 0,1% (b/v), dan 0,2% (b/v). Pulp hasil pemasakan selanjutnya dicuci dengan menggunakan air dan setelah itu dihitung rendemennya.

Diagram alir pembuatan pulp dapat dilihat pada gambar 6.



Gambar 6. Diagram alir pembuatan pulp

Sumber : Hidayati (2000), dimodifikasi pada konsentrasi pemutih dan waktu pemanasan serta penambahan konsentrasi CMC

3.5 Pengamatan

Pulp yang sudah diputihkan diuji kadar air, rendemen, selulosa, hemiselulosa, lignin, dan kadar abu (Datta, 1981).

3.5.1 Kadar air

Pengamatan kadar air menggunakan metode AOAC (1995). Cawan porselen dikeringkan dalam oven selama 30 menit lalu didinginkan dalam desikator, dan ditimbang. Sebanyak kurang lebih 3 gram contoh dimasukkan ke dalam cawan,

dan dikeringkan dalam oven pada suhu 100-105°C selama 3 jam, lalu didinginkan dalam desikator, kemudian ditimbang.

Rumus menghitung kadar air :

$$\text{Kadar air (\%)} = \frac{W-W1}{W2} \times 100$$

Keterangan : W = Berat cawan + sampel sebelum dioven (g)

W1 = Berat cawan + sampel setelah dioven (g)

W2 = Berat sampel (g)

3.5.2 Rendemen

Pulp hasil delignifikasi ditimbang dalam keadaan basah (A gram), kemudian di ambil contoh sebanyak B gram dan dikeringkan dalam oven suhu 102°C selama 3 jam, dinginkan dalam desikator kemudian dimasukkan kembali ke dalam oven suhu 102°C selama 30 menit, dinginkan dalam desikator dan ulangi pengeringan dalam oven sampai bobotnya konstan (selisih penimbangan $\pm 0,02$ mg), dan diperoleh C gram.

Rendemen dapat dihitung dengan rumus :

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{C/B \times A}{Y} \times 100$$

Dimana : A = Bobot total pulp basah

B = Bobot contoh pulp basah

C = Bobot contoh pulp kering tanur

Y = Bobot ampas rumput laut

3.5.3 Analisis selulosa, hemiselulosa dan lignin

Sebanyak 1 gram bahan kering (berat konstan) dimasukkan dalam gelas beker dan ditambah aquades 150 ml. Panaskan selama 2 jam di dalam penangas suhu

100⁰C. Saring dan cuci dengan aquades sampai volume filtrat 300 ml. Kemudian residu dikeringkan pada oven bersuhu 105⁰C hingga beratnya konstan (a). Residu kering (a) dimasukkan kedalam erlenmeyer 250 ml ditambah 150 ml H₂SO₄ 1N, kemudian di panaskan pada penangas air 100⁰C selama 1 jam. Lakukan penyaringan dan residu dicuci dengan aquades panas sampai volume filtrat 300 ml. Residu dikeringkan hingga beratnya konstan dan ditimbang (b). Selanjutnya residu kering (b) dimasukkan lagi ke dalam erlenmeyer 250 ml dan ditambahkan 10 ml H₂SO₄ 72%. Direndam, selama 4 jam pada suhu kamar kemudian ditambahkan 150 ml H₂SO₄ 1 N (untuk pengenceran), dipanaskan pada penangas air suhu 100⁰C selama 2 jam. Dilakukan penyaringan dan di cuci dengan aquades panas hingga volume filtrat 400 ml. Residu dikeringkan hingga beratnya konstan dan di timbang (c). Residu (c) tersebut kemudian diabukan selama 6 jam (600⁰C).

Kadar Hemiselulosa dapat dihitung dengan rumus :

$$\text{Kadar Hemiselulosa (\%)} = \frac{a - b}{\text{Berat sampel}} \times 100$$

Kadar Selulosa dapat dihitung dengan rumus :

$$\text{Selulosa (\%)} = \frac{b - c}{\text{Berat sampel}} \times 100$$

Kadar Lignin dapat dihitung dengan rumus :

$$\text{Lignin (\%)} = \frac{c - \text{berat abu}}{\text{Berat sampel}} \times 100$$

3.5.4 Kadar abu

Kadar abu merupakan massa residu yang tertinggal setelah contoh diabukan dalam tanur pada suhu (525 ± 25)⁰C (SNI 0442:2009).

Cara kerja:

1. Panaskan cawan kosong dalam tanur selama 30 menit sampai 60 menit pada suhu $(525 \pm 25) ^\circ\text{C}$.
2. Pindahkan cawan kosong ke dalam oven bersuhu $(105 \pm 3) ^\circ\text{C}$ selama 1 jam.
3. Dinginkan cawan kosong dalam desikator sampai mencapai suhu kamar (15 menit sampai 30 menit).
4. Timbang cawan kosong sampai diperoleh berat tetap (A).
5. Timbang contoh uji yang telah diketahui kadar airnya (B).
6. Masukkan cawan yang telah berisi contoh uji ke dalam tanur dan abukan pada suhu $(525 \pm 25) ^\circ\text{C}$ selama 3 jam.
7. Pindahkan cawan yang telah berisi abu ke dalam oven bersuhu $(105 \pm 3) ^\circ\text{C}$ selama 1 jam.
8. Dinginkan cawan berisi abu dalam desikator sampai mencapai suhu kamar (15 menit sampai 30 menit).
9. Timbang cawan dan abu sampai diperoleh berat tetap (C) dengan beda berat penimbangan maksimal 0,2 mg.

Kadar abu dihitung menurut rumus sebagai berikut:

$$D = \frac{C-A}{B} \times 100$$