

**PENGARUH PENAMBAHAN ASETAT ANHIDRIDA PADA
PEMBENTUKAN AMILOSA ASETAT DENGAN METODE PEMANASAN
MENGUNAKAN *MICROWAVE* VARIASI SUHU DAN WAKTU**

SHELLY NATHASSHA

0606041106



**UNIVERSITAS INDONESIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
DEPARTEMEN FARMASI
PROGRAM EKSTENSI
DEPOK
2009**

**PENGARUH PENAMBAHAN ASETAT ANHIDRIDA PADA
PEMBENTUKAN AMILOSA ASETAT DENGAN METODE PEMANASAN
MENGUNAKAN *MICROWAVE* VARIASI SUHU DAN WAKTU**

Skripsi diajukan sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi

oleh:

SHELLY NATHASSHA

0606041106



**UNIVERSITAS INDONESIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
DEPARTEMEN FARMASI
PROGRAM EKSTENSI
DEPOK
2009**

SKRIPSI : PENGARUH PENAMBAHAN ASETAT ANHIDRIDA PADA
PEMBENTUKAN AMILOSA ASETAT DENGAN METODE
PEMANASAN MENGGUNAKAN MICROWAVE VARIASI
SUHU DAN WAKTU

NAMA : SHELLY NATHASSHA

NPM : 0606041106

SKRIPSI INI TELAH DIPERIKSA DAN DISETUJUI

DEPOK, JUNI 2009

Dr. Harmita

PEMBIMBING I

Drs. Hayun, MSi

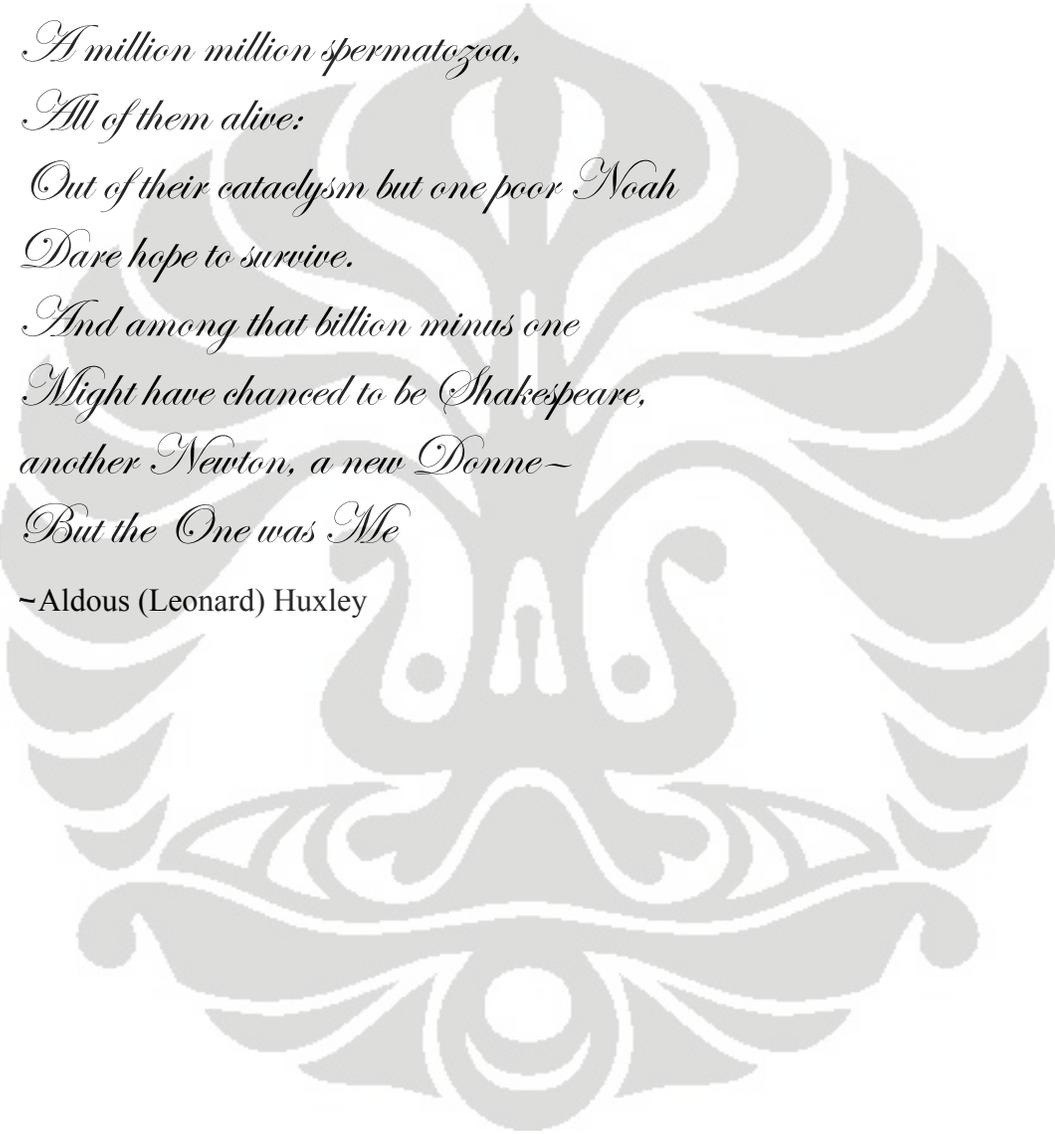
PEMBIMBING II

Tanggal Lulus Ujian Sidang Sarjana : 9 juli 2009

Penguji I : Dr. Nelly DL.....

Penguji II : Dr. Joshita Djajadisastra, MS.....

Penguji III : Dr. Berna Elya, MS.....



*A million million spermatozoa,
All of them alive:
Out of their cataclysm but one poor Noah
Dare hope to survive.
And among that billion minus one
Might have chanced to be Shakespeare,
another Newton, a new Donne—
But the One was Me*

~Aldous (Leonard) Huxley

*For My Beloved Family
Thanks for everything*

ABSTRAK

Pati adalah suatu bahan tambahan yang dapat digunakan dalam industri, pangan dan farmasetika. Namun, penggunaannya terbatas, sehingga biasanya dilakukan modifikasi yang salah satunya adalah pembentukan pati ester, yaitu pati asetat yang dibuat dengan menggunakan asetat anhidrida sebagai senyawa pensubstitusi. Salah satu cara untuk membuat pati asetat adalah dengan pemanasan menggunakan *microwave*. Untuk memperoleh derajat substitusi (DS) yang optimal dilakukan percobaan dengan variasi waktu dan suhu. Metode ini juga dilakukan pada amilosa hasil isolasi pati singkong, untuk mengetahui seberapa banyak gugus asetat yang tersubstitusi. DS pati asetat terendah diperoleh pada pemanasan selama 1,5 menit pada suhu 85⁰C yaitu sebesar 0,055 dan untuk amilosa asetat sebesar 0,037. DS tertinggi pati asetat diperoleh pada pemanasan selama 7 menit, pada suhu 140⁰C yaitu sebesar 0,093, sedangkan amilosa asetat sebesar 0.059 pada pemanasan selama 3,5 menit, pada suhu 105⁰C dan menghasilkan serbuk yang berwarna coklat muda.

Kata kunci : Pati asetat , Amilosa asetat, dan Derajat substitusi

xi + 87 hal: gambar; lamp

Bibliografi: 26 (1985-2009)

ABSTRACT

Starch is an additive substance which is used in industry, food, and pharmacy. Despite of it, the use of starch is limited so usually modified into ester starch, one of them is acetate starch which is made of acetate anhydride as substituent compound. Microwave heating is one of method to make acetate starch. To obtain the optimal degree of substitution can be made experimentation with varied temperatures and durations. This method also conducted at amylose from of cassava starch isolation, to know how many acetate group which substitution. The lowest degree of substitution (DS), reached in heating during 1,5 minutes at 85⁰C, is 0,055 for acetate starch and 0,037 for acetate amylose. The highest degree of substitute for acetate starch obtained in heating during 7 minutes at 140⁰C is 0,093. The highest degree of substitute for acetate amylosa is 0,059 in heating during 3,5 minutes at 105⁰C which produce brownish powder.

Keys : Acetate starch, Acetate amylose and Degree of substitution

xi +87 page: pic;tab;lamp

Bibliografy: 26 (1985-2009)

KATA PENGANTAR

Segala puji dan rasa syukur hanyalah untuk Allah SWT atas kuasa dan pertolongan-Nya dalam proses penyusunan skripsi ini. Sholawat dan salam semoga senantiasa tercurah kepada Rasulullah SAW, sang teladan. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Farmasi pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia. Penulis mengucapkan rasa terima kasih dan rasa hormat kepada:

1. Bapak Dr. Harmita, Apt selaku dosen pembimbing I dan Drs. Hayun, MSi selaku dosen pembimbing II atas bimbingan, saran, dan dukungan yang begitu besar selama penelitian dan penyusunan skripsi ini.
2. Ibu Dr. Yahdiana Harahap, MS selaku Ketua Departemen Farmasi FMIPA UI.
3. Bapak Dr. Abdul Mun'im, MSi selaku Ketua Program Sarjana Ekstensi Departemen Farmasi FMIPA UI.
4. Drs. Umar Mansur, MSc selaku Pembimbing Akademik yang telah memberikan bimbingan dan saran selama penulis menempuh pendidikan di Departemen Farmasi FMIPA UI.
5. Seluruh dosen/ staf pengajar Departemen Farmasi FMIPA UI atas ilmu pengetahuan, didikan, nasihat dan bantuan selama ini.

6. Keluargaku tercinta, Mama, Papa, Ma'dang, dan Adik yang tak henti-hentinya memberikan semangat, dukungan dan doa.
7. Teman-teman atas kesabaran, dukungan dan bantuan kepada penulis selama masa penelitian dan penyusunan skripsi ini.
8. Seluruh pegawai dan laboran Departemen Farmasi, atas begitu banyak bantuan selama penulis melakukan penelitian.
9. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu, yang telah memberikan bantuan selama masa penelitian dan penyusunan skripsi.

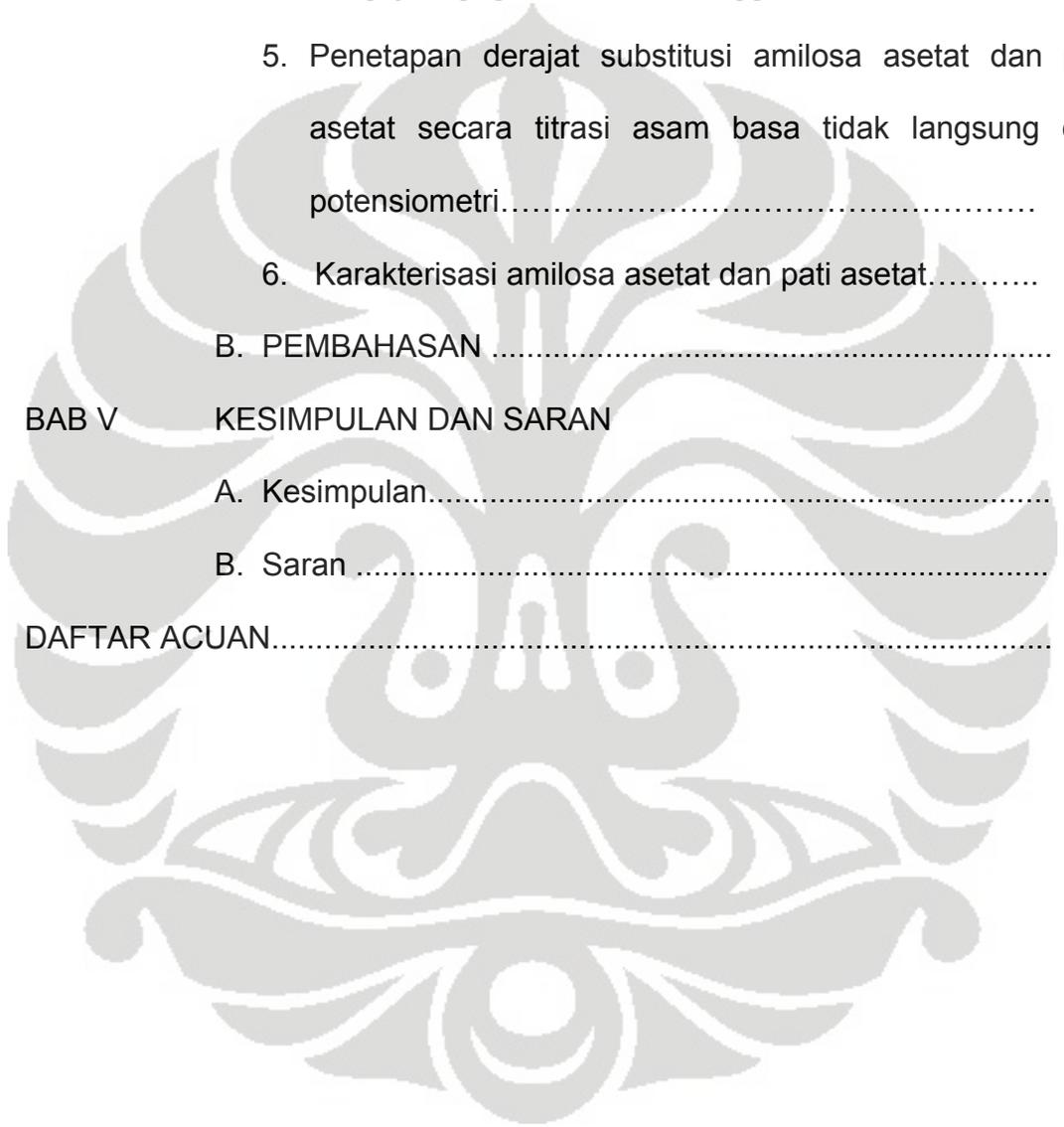
Akhir kata, saya berharap Allah berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga skripsi ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu.

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR.....	i
ABSTRAK.....	iii
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR GAMBAR.....	viii
DAFTAR TABEL.....	x
DAFTAR LAMPIRAN.....	xi
BAB I PENDAHULUAN.....	1
A. Latar belakang.....	1
B. Tujuan penelitian.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	4
A. Pati.....	4
B. Amilosa.....	6
C. Amilopektin.....	7
D. Pati Singkong.....	9
E. Modifikasi Pati.....	10
F. Pati Asetat.....	11
G. <i>Microwave</i>	13
H. Spektroskopi.....	15
I. Titrasi Asam Basa.....	17

BAB III ALAT BAHAN DAN CARA KERJA.....	20
A. Bahan.....	20
B. Alat.....	20
C. Cara kerja.....	21
1. Pemisahan amilosa dan amilopektin.....	21
2. Penetapan panjang gelombang amilosa secara spektrofotometri UV-Vis.....	21
3. Pembuatan amilosa asetat dan pati asetat menggunakan metode <i>Microwave</i>	22
4. Pengujian gugus karbonil menggunakan FT-IR.....	22
5. Penetapan derajat substitusi amilosa asetat dan pati asetat secara titrasi asam basa tidak langsung dan potensiometri.....	23
6. Karakterisasi amilosa asetat dan pati asetat.....	24
a. Penetapan susut pengeringan.....	24
b. Penetapan sisa pemijaran.....	24
c. Penetapan derajat keasaman.....	25
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
A. HASIL	26
1. Pemisahan amilosa dan amilopektin.....	26
2. Penetapan panjang gelombang amilosa secara spektrofotometri UV-Vis.....	27



3. Pembuatan amilosa asetat dan pati asetat menggunakan metode <i>Microwave</i>	28
4. Pengujian gugus karbonil menggunakan FT-IR.....	29
5. Penetapan derajat substitusi amilosa asetat dan pati asetat secara titrasi asam basa tidak langsung dan potensiometri.....	30
6. Karakterisasi amilosa asetat dan pati asetat.....	31
B. PEMBAHASAN	32
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
A. Kesimpulan.....	41
B. Saran	41
DAFTAR ACUAN.....	43

DAFTAR GAMBAR

1.	Struktur amilosa.....	6
2.	Struktur amilopektin.....	7
3.	Grafik serapan panjang gelombang maksimum kompleks amilosa-iodium.....	47
4.	Serbuk pati asetat hasil esterifikasi menggunakan metode <i>microwave</i> dengan variasi waktu dan suhu.....	48
5.	Serbuk amilosa asetat hasil esterifikasi dengan menggunakan <i>microwave</i> dengan variasi suhu dan waktu.....	49
6.	Spektrum IR pati murni.....	50
7.	Spektrum IR amilosa hasil substitusi pati singkong.....	51
8.	Spektrum IR asetat anhidrida.....	52
9.	Spektrum IR amilosa asetat pada kondisi 1.5 menit dan suhu 85 ⁰ C.....	53
10.	Spektrum IR amilosa asetat pada kondisi 2.5 menit dan suhu 95 ⁰ C.....	54
11.	Spektrum IR amilosa asetat pada kondisi 3.5 menit dan suhu 105 ⁰ C.....	55
12.	Spektrum IR pati asetat pada kondisi 1.5 menit dan suhu 85 ⁰ C.....	56
13.	Spektrum IR pati asetat pada kondisi 2.5 menit dan suhu 95 ⁰ C.....	57
14.	Spektrum IR pati asetat pada kondisi 3.5 menit dan suhu 105 ⁰ C.....	58

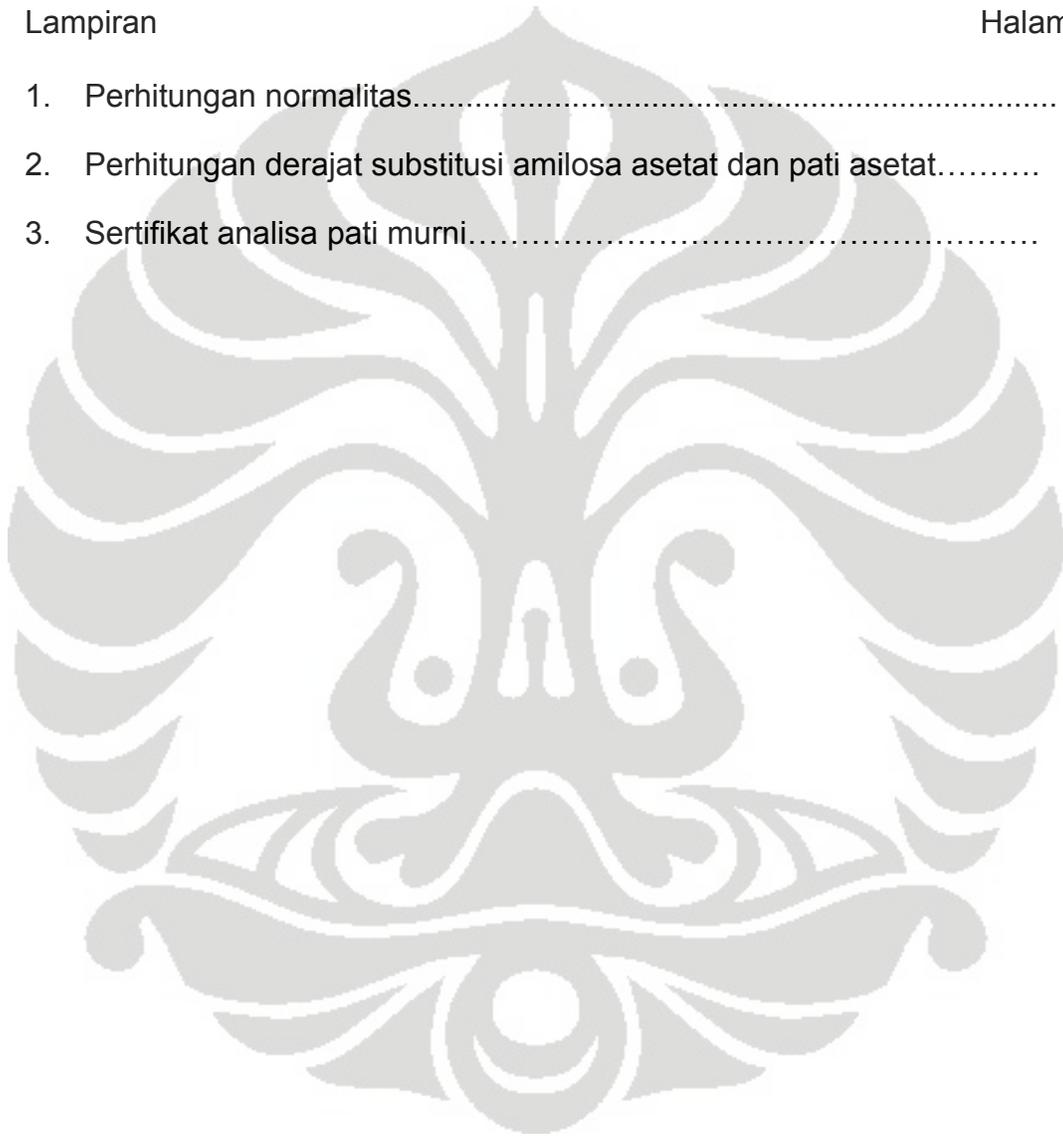
15.	Spektrum IR pati asetat pada kondisi 4 menit dan suhu 110 ⁰ C.....	59
16.	Spektrum IR pati asetat pada kondisi 5 menit dan suhu 120 ⁰ C.....	60
17.	Spektrum IR pati asetat pada kondisi 6 menit dan suhu 130 ⁰ C.....	61
18.	Spektrum IR pati asetat pada kondisi 7 menit dan suhu 140 ⁰ C.....	62
19.	<i>Microwave</i> digital.....	63
20.	FT-IR-8400s, shimadzu.....	64
21.	Kurva hubungan waktu substitusi amilosa asetat dengan derajat substitusi.....	65
22.	Kurva hubungan waktu substitusi pati asetat dengan derajat substitusi.....	66
23.	Kurva susut pengeringan amilosa asetat kondisi sintesis 1.5 menit dengan suhu 85 ⁰ C.....	67
24.	Kurva susut pengeringan amilosa asetat kondisi sintesis 2.5 menit dengan suhu 95 ⁰ C.....	68
25.	Kurva susut pengeringan amilosa asetat kondisi sintesis 3.5 menit dengan suhu 105 ⁰ C.....	69
26.	Kurva susut pengeringan pati asetat kondisi sintesis 1.5 menit dengan suhu 85 ⁰ C.....	70
27.	Kurva susut pengeringan pati asetat kondisi sintesis 2.5 menit dengan suhu 95 ⁰ C.....	71
28.	Kurva susut pengeringan pati asetat kondisi sintesis 3.5 menit dengan suhu 105 ⁰ C.....	72

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Kandungan amilosa dan amilopektin pada berbagai jenis pati.....	5
2. Hasil pemisahan amilosa dan amilopektin pada suhu 50 ⁰ C, volume 50 ml selama 30 menit.....	27
3. Data waktu dan suhu sintesis ester pati asetat menggunakan metode <i>microwave</i>	74
4. Data waktu dan suhu sintesis ester amilosa asetat menggunakan metode <i>microwave</i>	75
5. Derajat substitusi amilosa asetat secara titrasi asam basa.....	76
6. Derajat substitusi pati asetat secara titrasi asam basa	77
7. Karakterisasi amilosa asetat.....	78
8. Karakterisasi pati asetat.....	79
9. Sisa pemijaran amilosa asetat.....	80
10. Sisa pemijaran pati asetat.....	81
11. Susut pengeringan amilosa asetat.....	82
12. Susut pengeringan pati asetat.....	83

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Perhitungan normalitas.....	85
2. Perhitungan derajat substitusi amilosa asetat dan pati asetat.....	86
3. Sertifikat analisa pati murni.....	87



BAB I

PENDAHULUAN

A. LATAR BELAKANG

Singkong merupakan salah satu bahan pangan yang paling banyak terdapat di alam Indonesia. Keberadaannya mudah sekali ditemui dan harganya relatif murah. Singkong selain digunakan sebagai pangan juga digunakan juga dalam industri tekstil dan farmasetika. Pada umumnya singkong digunakan secara komersial dalam bentuk pati yang diperoleh dari umbi singkong (1). Pati adalah suatu polisakarida yang tersusun atas dua bagian yang dominan, yaitu amilosa dan amilopektin. Unit terkecil dari bagian yang dominan itu adalah D-glukopiranososa (2).

Jumlah amilosa dan amilopektin sangat berpengaruh terhadap karakteristik fisika dan kimia pati. Amilosa berperan dalam membentuk sifat keras, berpengaruh pada kemampuan untuk membentuk gel dalam keadaan dingin karena adanya ikatan hidrogen antara rantai lurus sedangkan amilopektin berperan dalam membentuk sifat lembut dan dalam keadaan dingin amilopektin mengental, namun tidak membentuk gel dikarenakan strukturnya yang bercabang (3).

Substitusi gugus OH pada bagian amilosa lebih tinggi 1,6-1,9 kali dibandingkan amilopektin. Amilosa ini berada pada bagian amorf, gugus OH pada bagian amorf dua kali lebih mudah disubstitusi dengan gugus lain per unit anhidroglukosa. Maka pada proses asilasi amilosa akan lebih berperan untuk mensubstitusi dibandingkan gugus amilopektin(4, 5).

Dalam dunia farmasetika pati digunakan sebagai bahan tambahan obat, seperti pengisi, bahan penghancur, bahan pengikat, dan beberapa penggunaan lain. Namun, pati memiliki banyak kekurangan diantaranya kurang stabil, daya alir yang kurang baik, tidak bisa digunakan sebagai bahan pengikat pada granulasi kering karena daya ikatnya kurang. Penggunaannya yang luas dan adanya kekurangan membuat pati menjadi bahan yang paling sering di modifikasi. Tujuan modifikasi pati adalah untuk meningkatkan kemampuan pati, menjadi lebih stabil dalam panas, asam dan pembekuan, memiliki daya alir yang baik, meningkatkan viskositas maksimum, memperpanjang waktu gelatinisasi dan memperluas penggunaan pati dalam dunia pangan dan farmasetika (2).

Beberapa penelitian telah dilakukan untuk meningkatkan efektifitas pati singkong. Salah satunya adalah hasil esterifikasi pati singkong dengan asetat anhidrida yang membentuk pati singkong asetat. Ada beberapa metode yang dilakukan dalam pembuatan pati teresterifikasi (6).

Namun sampai saat ini belum diketahui cara optimal untuk membuat pati singkong asetat agar didapat derajat substitusi yang optimum dan waktu

sintesis yang minimum. Diduga bahwa amilosa memiliki kemampuan lebih dominan untuk disubstitusi sehingga perlu ditentukan juga penetapan derajat substitusi amilosa yang tersubstitusi oleh asetat anhidrida. Dengan latar belakang tersebut perlu dilakukan penelitian untuk memastikan terjadinya reaksi esterifikasi dari asetat anhidrida pada pati dan amilosa hasil isolasi dari pati.

B. TUJUAN PENELITIAN

1. Membuat amilosa asetat dari hasil isolasi pati singkong
2. Memperoleh derajat substitusi amilosa asetat dan pati asetat

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. PATI

Pati adalah karbohidrat utama yang diisolasi dari umbi tumbuhan dan endosperma biji-bijian yang ditemukan dalam bentuk granula dalam sel plastid terpisah dari sitoplasma (5). Tersebar pada biji, umbi, akar dan batang yang berperan penting dalam mensuplai makanan dalam masa pertumbuhan tanaman. Pati merupakan suatu karbohidrat yang memiliki komposisi atom karbon, hidrogen, dan oksigen dengan rasio 6:10:5 ($C_6H_{10}O_5$)_n (2).

Pati adalah suatu polimer panjang yang tersusun atas dua struktur yang serupa yaitu amilosa dan amilopektin. Selain itu, pati juga mengandung lemak sebesar 0,08-1,54%, protein (0,03-0,06%), abu (0,02-0,33%) dan sedikit fosfor ($0,8-4,0\% \times 10^2$) yang mempunyai ciri tersendiri dalam matriks granul atau sebagai kompleks yang spesifik dari polimer pati (2, 7).

Pada struktur granula pati, amilosa dan amilopektin tersusun dalam suatu cincin. Jumlah cincin dalam suatu granula berjumlah 16 yang terdiri dari cincin lapisan amorf dan cincin lapisan semikristal. Lapisan semikristal merupakan lapisan cincin yang terdiri dari lamela kristal dan lamela amorf. Kedua lapisan ini tersusun secara bergantian pada bagian semikristal.

Amilopektin terletak pada lamela kristal dengan titik percabangan berada pada lamela amorf, sedangkan lokasi amilosa dalam suatu granul pati tidak diketahui secara pasti (5, 8)

Amilosa merupakan fraksi gerak, artinya dalam granula pati letaknya tidak dalam satu tempat. Secara umum letak amilosa terletak diantara molekul-molekul amilopektin dan secara acak selang seling diantara daerah amorf dan kristal (5, 9, 10). Unit dasar pada kedua struktur tersebut adalah D-glukopiranososa yang saling terhubung satu sama lain dengan ikatan glikosidik. Perbedaan dasar antara rasio amilosa dan amilopektin yang terkandung dalam berbagai jenis pati dapat dilihat dari Tabel 1. (2).

Tabel 1. Kandungan amilosa dan amilopektin pada berbagai jenis pati

Sumber Pati	% Amilosa	% Amilopektin
Jagung	28	72
Kentang	21	79
Gandum	28	72
Singkong	17	83

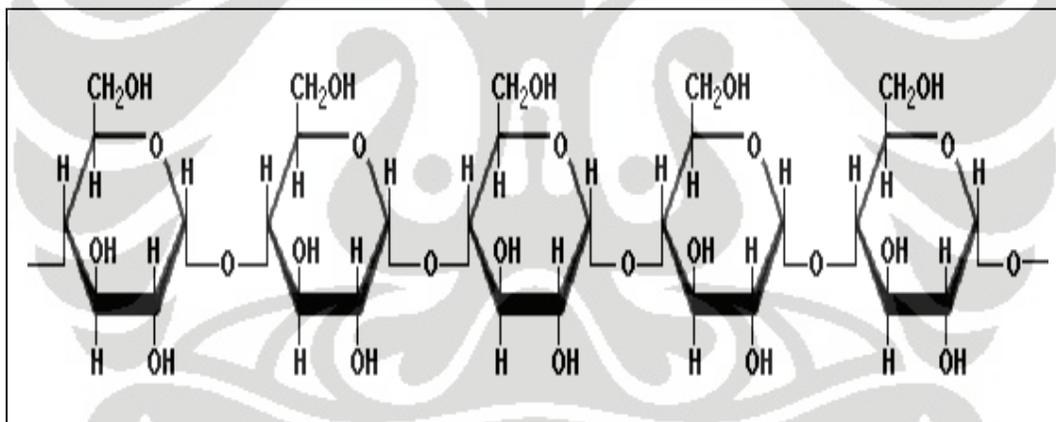
Jika pati terhidrolisis oleh asam atau enzim, maka pati akan menjadi satuan unit terkecilnya yaitu glukosa. Ketika suspensi pati dipanaskan diatas titik temperatur kritisnya (55^0-80^0C), granul pati akan mengabsorbsi air

dan mengembang beberapa kali dari ukuran aslinya. Pengembangan ini bersifat sementara, dimana pati akan menyusut dengan pengeringan (2).

Pati digunakan dalam beberapa aplikasi, diantaranya untuk pangan, kertas, perekat, tekstil, kosmetik, dan bahan farmasetik (2).

B. AMILOSA

Amilosa adalah suatu polimer linier dari 1500-6000 unit glukosa dengan ikatan α 1-4' yang larut dalam air hangat (5, 11, 12). Umumnya, pati terdiri dari 15-20% amilosa dengan berat molekul 105-106 g/mol (10)



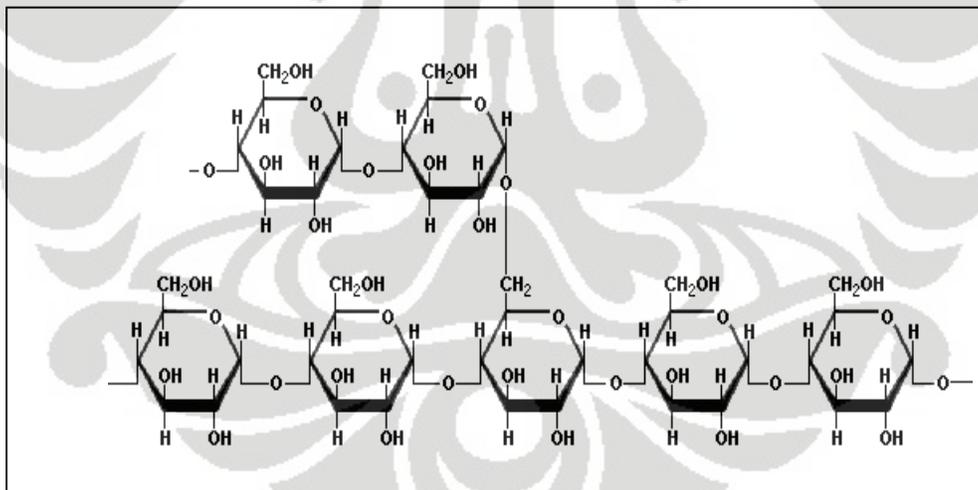
Gambar 1. Struktur amilosa (9)

Granul pati tidak larut dalam air pada suhu dibawah 50⁰ C. Amilosa dapat dengan mudah dikeluarkan dari granulnya dibawah suhu gelatinisasi (12). Amilosa merupakan bagian rantai lurus yang dapat memutar dan membentuk daerah sulur ganda. Pada permukaan luar amilosa terdapat

hidrogen yang berikatan dengan atom O-2 dan O-6 (5). Substitusi gugus OH pada bagian amilosa lebih tinggi 1,6-1,9 kali dibandingkan amilopektin. Amilosa ini berada pada bagian amorf, gugus OH pada bagian amorf dua kali lebih mudah disubstitusi dengan gugus lain per unit anhidroglukosa. Maka pada proses asilasi amilosa akan lebih berperan untuk mensubstitusi dibandingkan gugus amilopektin (4, 5).

C. AMILOPEKTIN

Amilopektin adalah suatu polimer bercabang yang memiliki ikatan α 1-4' secara linier dan α 1-6' setiap 20-25 residu glukopiranososa (2,11).



Gambar 2. Struktur amilopektin (9)

Jumlah amilopektin dalam pati sekitar 80-85% dan memiliki berat molekul 107-109 g /mol dan memiliki derajat polimerisasi lebih dari 2.000.000 unit glukosa (10).

Perbedaan dasar antara rasio amilosa dan amilopektin yang terkandung dalam berbagai jenis pati menyebabkan tekstur dan karakteristik pati berbeda. Amilosa berperan dalam membentuk sifat keras, berpengaruh pada kemampuan untuk membentuk gel dalam keadaan dingin karena adanya ikatan hidrogen antara rantai lurus sedangkan amilopektin berperan dalam membentuk sifat lembut dan dalam keadaan dingin, amilopektin mengental, namun tidak membentuk gel dikarenakan strukturnya yang bercabang (3).

Tiap gugus OH pada amilosa dan amilopektin yang terdapat pada satuan unit D- glukopiranososa dapat disubstitusi dengan gugus lain. Ada tiga gugus OH yaitu gugus OH yang terdapat pada C-2, C-3, (merupakan gugus OH sekunder) dan C-6 yang merupakan gugus OH primer. Dimana tiap gugus tersebut memiliki reaktifitas yang berbeda. OH primer C-6 lebih reaktif dan cepat terasilasi. Posisi C6 ini lebih reaktif karena keuntungan lokasi sterik. Sedangkan posisi C2 dan C3 kurang reaktif karena terletak dibagian dalam konformasi pati, sehingga memungkinkan terjadi ikatan hidrogen antar molekul glukosa tetangganya. Adanya ikatan hidrogen bertanggung jawab atas kekakuan rantai linear (13).

Interaksi antara amilosa dan amilopektin dengan larutan iodium adalah salah satu karakterisasi pati yang penting. Larutan pati yang sebelumnya sudah dipisahkan antara amilosa dan amilopektin kemudian diukur menggunakan spektrofotometri UV-Vis. Iodium akan membentuk kompleks dengan α 1-4' glikopiranosida melalui insersi dalam rongga hidrofobik pada heliks linear glukosa. Amilosa berinteraksi dengan larutan iodium membentuk warna biru dengan $\lambda_{\text{maks}} = 600 - 650 \text{ nm}$. Sedangkan amilopektin akan membentuk warna ungu-merah lembayung dengan $\lambda_{\text{maks}} = 550 \text{ nm}$ (14).

D. PATI SINGKONG

Pati singkong adalah pati yang diperoleh dari umbi akar *Manihot utilissima* *Phol*, yang merupakan polisakarida yang berbentuk tunggal, agak bulat atau persegi banyak, butir kecil diameter 5-10 μm , butir besar dengan garis tengah 20-35 μm , hilus ditengah berupa titik, garis lurus atau bercabang tiga, lamela tidak jelas, konsentris, butir majemuk sedikit, terdiri dari 2 atau 3 butir tunggal yang tidak sama bentuknya. Pemerian berupa serbuk halus dan putih. Praktis tidak larut dalam air dingin dan etanol (2).

Pati singkong dapat digunakan pada industri pangan dan industri non-pangan. Pada industri non-pangan, pati singkong digunakan untuk industri kertas, tekstil, kayu lapis, farmasi dan kosmetik. Sedangkan pada industri

pangan dapat digunakan pada industri roti, konfeksionari, es krim, saus dan mie instan (1, 5).

E. MODIFIKASI PATI

Modifikasi pati adalah suatu cara yang dilakukan untuk mengatasi satu atau lebih kekurangan pati sehingga pati dapat diaplikasikan untuk berbagai macam industri. Modifikasi pati dapat dilakukan dengan beberapa cara yaitu dengan pemotongan struktur, penyusunan kembali struktur molekul, oksidasi atau substitusi pada gugus kimia pati (15).

Metode modifikasi pati adalah sebagai berikut:

1. Kimia

Meliputi esterifikasi, eterifikasi, hidrolisis, ikatan silang dan oksidasi

2. Fisika

Meliputi pregelatinisasi, pengeringan kembali pati

3. Enzimatis

Meliputi modifikasi dengan adanya bantuan enzim

Karena kegunaan pati yang terbatas, banyak dilakukan modifikasi dengan tujuan agar lebih stabil selama proses pembuatan. Pada umumnya pati yang dimodifikasi memiliki sifat fisikokimia yang berbeda secara signifikan dari pati asalnya, dimana terjadi peningkatan kegunaan pada makanan dan industri. Selain itu pati modifikasi ini juga memperlihatkan viskositas yang tinggi dan membentuk pasta yang murni, salah satunya

adalah pati singkong yang merupakan salah satu pati komersial. Namun pada pati singkong kemampuan dan stabilitas pembentukan pasta dan gelnya rendah, oleh sebab itu aplikasi pada pati asalnya cukup terbatas (2).

F. PATI ASETAT

Pati tersubstitusi adalah hasil modifikasi secara kimia. Salah satunya adalah pati asetat, dimana asetat anhidrida digunakan sebagai senyawa pensubstitusi atau bisa juga digunakan senyawa lain yaitu vinil asetat, asam asetat, dan asetat klorida. Pada proses pembentukan pati asetat terjadi penggantian gugus hidroksil dari pati dengan asetat anhidrida. Pati asetat ini banyak digunakan sebagai pengisi, pengemulsi, *binder*, *stabilizer*, *thickening agent* dalam makanan, kosmetik dan farmasetika (16) (17).

Pati asetat bisa memiliki derajat substitusi yang rendah maupun tinggi. Dimana derajat substitusi suatu ester pati diukur berdasarkan jumlah rata-rata dari kelompok hidroksil pada tiap unit anhidroglukosa. Setiap unit anhidroglukosa memiliki 3 gugus hidroksil yang dapat disubstitusi secara maksimum dan memberikan derajat substitusi sebesar 3. Pati asetat dengan derajat substitusi rendah (0,3-1) dimana memiliki kandungan asetil sampai 15% larut air pada suhu 50-100⁰ C. Pati asetat dengan derajat substitusi tinggi (2-3), dimana mengandung kelompok asetil lebih dari 40 % larut dalam pelarut organik yang memiliki polaritas rendah dan tidak larut dalam air, dietil

eter alifatik alkohol dan alifatik hidrokarbon. Pada umumnya produk komersial memiliki derajat substitusi (0,01-0,2). Derajat substitusi rendah pati asetat memiliki kemampuan untuk menstabilkan larutan polimer, mengurangi waktu gelatinisasi, meningkatkan viskositas, mudah didispersikan dan mengurangi kecenderungan untuk retrodegradasi. Sedangkan salah satu kegunaan pati asetat dengan derajat substitusi yang tinggi dapat dipergunakan sebagai *plastisizer* (6).

Ada beberapa metode dalam pembuatan pati asetat, dimana tiap metode memiliki hasil derajat substitusi yang bervariasi. Salah satunya adalah pembuatan pati asetat yang menggunakan asetat anhidrida dan natrium hidroksida untuk menjaga pH antara 8-9 selama reaksi, yang kemudian difiltrasi dan dicuci dengan air. Pada metode ini dianggap kurang efektif karena reaksi sampingan anhidrida dengan air sama banyak dengan jumlah Natrium Hidroksida yang dibutuhkan untuk menjaga pH selama reaksi berlangsung. Produk yang dihasilkan pada umumnya memiliki kelarutan yang rendah bahkan setelah pemanasan dan kecenderungan mengalami retrodegradasi sepanjang waktu (13).

Pati asetat dengan derajat substitusi tinggi dapat juga dicapai dibawah kondisi yang homogen dengan menggunakan pelarut seperti DMSO, DMAc/LiCl, DMF dan piridin, kelemahan dari metode ini adalah pelarut yang digunakan harganya mahal dan toksik sehingga kurang disukai penggunaannya secara komersial.

Selain itu ada metode yang menggunakan asam asetat sebagai pelarutnya dengan pereaksi asetat anhidrida menggunakan cara refluks dalam waktu lama (4-40 jam) yang menghasilkan <25% asetil (13).

Pati asetat dengan derajat substitusi 0,5-2,5 dapat dihasilkan dengan mereaksikan pati dalam asam asetat/asetat anhidrida menggunakan 50% larutan NaOH sebagai katalis, tapi efisiensi reaksi metode ini <70% dan banyak menghasilkan Natrium asetat sebagai hasil sampingan (13).

Pati asetat dan beberapa ester pati lainnya dapat dibuat dengan lebih efisien pada skala kecil tanpa penambahan katalis atau air, yaitu melalui pemanasan kering dengan menggunakan asam asetat dan asetat anhidrida pada suhu 180⁰C selama 2-10 menit (13) pada suhu ini pati akan melebur dalam asam asetat sehingga kehomogenan asetilasi yang diharapkan dapat terjadi. Metode pemanasan menggunakan *microwave* ini dipilih karena waktu yang dipergunakan sangat singkat jika dibandingkan dengan metode lain serta pemanasan yang lebih seragam.

G. MICROWAVE

Gelombang mikro adalah suatu bentuk energi elektromagnetik. Gelombang mikro, seperti semua radiasi elektromagnetik, memiliki suatu komponen elektrik yang sama baiknya dengan komponen magnetik. Bagian gelombang mikro pada spektrum elektromagnetik dikarakterisasikan melalui panjang gelombang antara 1 mm dan 1m dan frekuensi antara 100 dan 5000

MHz. Pada umumnya, frekuensi yang digunakan *microwave* sebesar 2,450 MHz. Sejak tahun 1986 penggunaan *microwave* tidak hanya terbatas pada makanan namun sudah mulai dikembangkan untuk modifikasi senyawa kimia dalam penemuan obat baru (13,18).

Saat ini, salah satu perkembangan teknologi yang terjadi adalah *Microwave-assisted organic synthesis*. *Microwave* ini dapat mereduksi waktu reaksi secara berlipat ganda. Reaksi yang membutuhkan waktu dalam hitungan hari atau jam, kini dapat dilakukan dalam hitungan menit atau bahkan detik.

Pada metode konservatif, dalam memanaskan suatu reaksi, campuran reaksi tersebut biasanya dipanaskan menggunakan sumber panas eksternal. Prinsip dasar yang terjadi adalah transfer panas. Metode tersebut relatif lambat dalam mentransfer energi ke dalam sistem karena sangat bergantung kepada konduktivitas termal dari suatu material yang digunakan. Tetapi pada radiasi *microwave*, panas internal dihasilkan dari *coupling* antara energi *microwave* dengan senyawa yang terdapat dalam campuran reaksi.

Prinsip dasar dari *microwave* adalah efisiensi dalam memanaskan material (campuran reaksi) dengan menggunakan efek panas dielektrik gelombang mikro (*microwave*). Radiasi *microwave* dapat memicu timbulnya panas dengan melalui dua mekanisme, yaitu: polarisasi dipolar dan konduksi ionik. Dimana dipol dari suatu pelarut polar akan terlibat dalam memberikan efek polarisasi, sementara muatan ion timbul dari efek konduksi ionik.

Pada akhirnya, keuntungan dari *microwave* sintesis ini adalah waktu reaksi yang jauh lebih cepat untuk menghasilkan produk yang diinginkan (19).

H. SPEKTROSKOPI

Spektroskopi adalah ilmu yang mempelajari interaksi gelombang magnetik dengan benda. Gelombang elektromagnetik atau sering pula disebut radiasi elektromagnetik adalah sejenis energi yang disebarkan oleh suatu sumber cahaya dan bergerak lurus ke depan (kecuali jika dibiaskan atau dipantulkan) dengan kecepatan yang sangat tinggi (20). Dalam metode spektroskopi ini larutan sampel menyerap radiasi elektromagnetik dari sumber sinar dan jumlah yang diserap dihubungkan dengan konsentrasi analit dalam suatu larutan (21).

1. Spektroskopi Ultra Violet dan Tampak

Daerah ultraviolet terletak pada panjang gelombang 200-400 nm. Sementara daerah sinar tampak mempunyai panjang gelombang 400-800 nm (22).

Daerah sinar tampak merupakan bagian spektrum elektromagnetik yang sangat pendek dan merupakan daerah panjang gelombang yang dapat dilihat oleh mata manusia (23).

Dengan menggunakan spektrofotometer Ultra Violet dan Tampak, dapat digunakan untuk analisa kuantitatif dan analisa kualitatif. Untuk analisa kualitatif ada 3 hal yang harus diperhatikan, yaitu (1). Membandingkan λ maksimum, (2). Membandingkan serapan (A), daya serap (a), $E_{1\text{cm}}^{1\%}$, (3). Membandingkan spektrum serapannya (20).

Ada berapa faktor yang mempengaruhi spektrum serapan, diantaranya yaitu : jenis pelarut yang digunakan (polar atau non polar), pH larutan, kadar larutan (jika konsentrasi tinggi akan terjadi polimerisasi yang menyebabkan λ maksimum berubah), tebal larutan (jika digunakan kuvet dengan tebal berbeda akan memberikan spektrum serapan yang berbeda), serta lebar celah (20).

2. Spektroskopi Infra Red

Dua molekul senyawa yang berbeda struktur kimianya akan berbeda pula spektrum Infra-Red nya, hal ini disebabkan kedua molekul tersebut memiliki ikatan yang berbeda sehingga memiliki frekuensi vibrasi yang berbeda. Begitu pula jika kedua molekul yang berbeda tersebut memiliki ikatan yang sama sehingga frekuensi vibrasinya berbeda karena kedua ikatan yang sama tersebut berada dalam ikatan yang berbeda. Sehingga dapat dikatakan bahwa spektrum Infra Red merupakan sidik jari dari suatu molekul (20)

Daerah IR dibagi menjadi tiga sub daerah, yaitu : sub daerah ir dekat ($\lambda = 780 \text{ nm} - 2,5 \text{ }\mu\text{m}$ atau bilangan gelombang $14290 - 4000 \text{ cm}^{-1}$), sub daerah ir sedang ($\lambda = 2,5 \text{ }\mu\text{m} - 15 \text{ }\mu\text{m}$ atau bilangan gelombang $4000 - 666 \text{ cm}^{-1}$) dan sub ir jauh ($\lambda = 15 \text{ }\mu\text{m} - 50 \text{ }\mu\text{m}$ atau bilangan gelombang $666 - 200 \text{ cm}^{-1}$) (20).

Ada beberapa hal yang harus diperhatikan sehubungan dengan penerapan spektrofotometri infra merah dalam analisa kualitatif, dimana setiap molekul pasti akan memberikan spektrum yang berbeda. Hal ini dapat dibantu dengan adanya analisa gugus fungsi. Karbohidrat adalah senyawa yang memiliki banyak ikatan C-C dan C-O, serta O-H, dan jika pati tersebut sudah mengalami esterifikasi maka akan muncul gugus C=O. Umumnya gugus fungsional tersebut memberikan absorpsi yang kuat pada frekuensi yang berbeda sehingga akan mempermudah dalam analisa.

I. TITRASI ASAM BASA

Titration merupakan suatu metode untuk menentukan kadar suatu zat dengan menggunakan zat lain yang sudah diketahui konsentrasinya. Titration biasanya dibedakan berdasarkan jenis reaksi yang terlibat di dalam proses titration, bila melibatkan reaksi asam basa maka disebut sebagai titration asam basa. Zat yang akan ditentukan kadarnya disebut sebagai titrat dan zat yang telah diketahui konsentrasinya disebut sebagai titer. Baik titrat maupun titer biasanya berupa larutan.

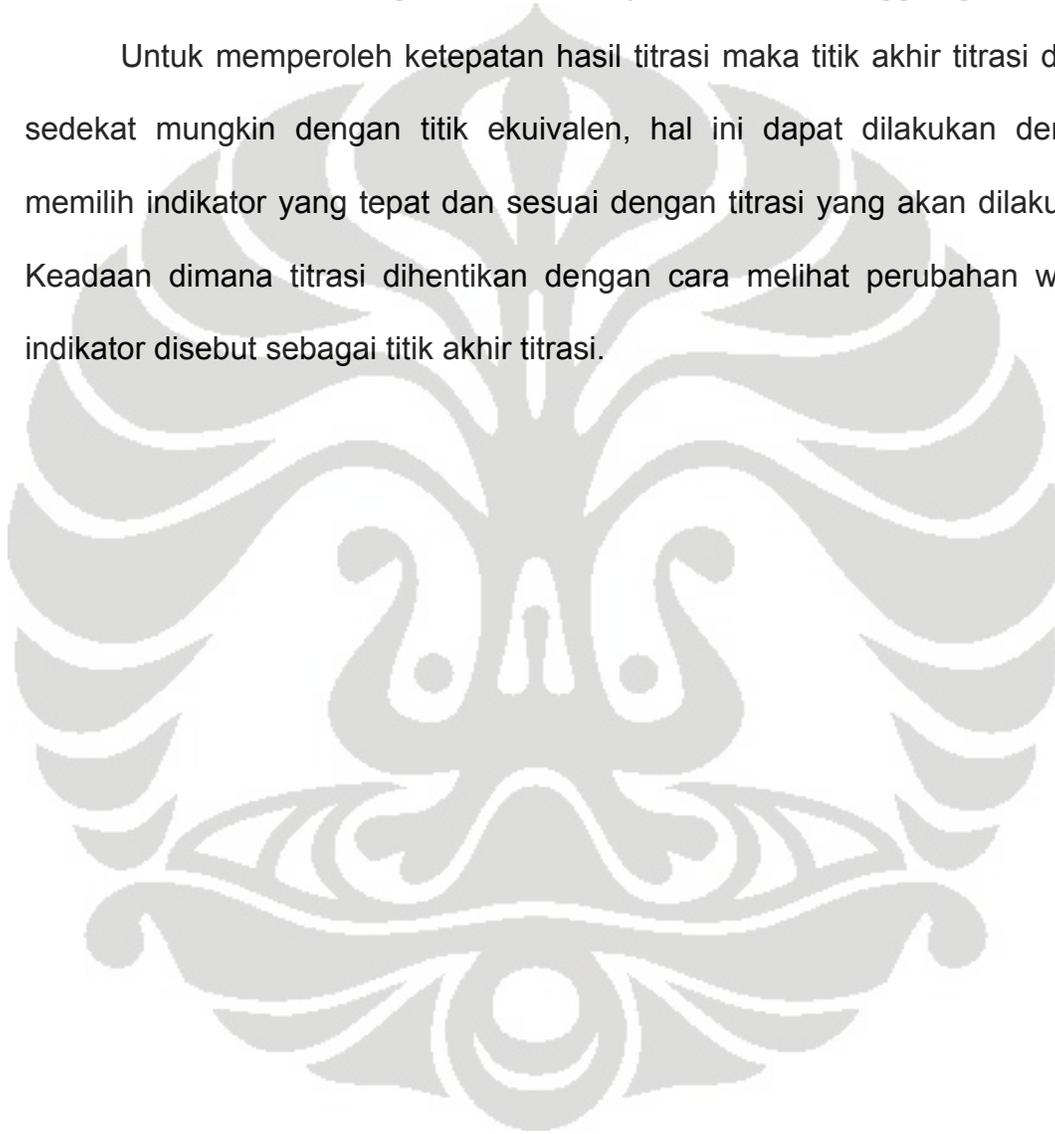
Prinsip titrasi asam-basa adalah terjadinya reaksi penetralan antara asam dengan basa atau sebaliknya dimana ion H^+ dari asam akan bereaksi dengan ion OH^- dari basa membentuk molekul air yang netral ($pH = 7$). Titrasi asam-basa mencakup dua metode titrasi yaitu asidimetri dan alkalimetri (23). Asidimetri adalah pengukuran konsentrasi asam dengan menggunakan larutan baku basa, sedangkan alkalimetri adalah pengukuran konsentrasi basa dengan menggunakan larutan baku asam.

Titrasi asam basa melibatkan asam maupun basa sebagai titer ataupun titrat. Titrasi asam basa berdasarkan reaksi penetralan. Kadar larutan asam ditentukan dengan menggunakan larutan basa dan sebaliknya. Titrat ditambahkan titer sedikit demi sedikit sampai mencapai keadaan ekuivalen sampai titrat dan titer tepat habis bereaksi. Keadaan ini disebut sebagai titik ekuivalen. Pada saat titik ekuivalen ini maka proses titrasi dihentikan. Ada dua cara umum untuk menentukan titik ekuivalen pada titrasi asam basa:

- a. Memakai pH meter untuk memonitor perubahan pH selama titrasi dilakukan, kemudian membuat plot antara pH dengan volume titran untuk memperoleh kurva titrasi. Titik tengah dari kurva titrasi tersebut adalah titik ekuivalen.
- b. Memakai indikator asam basa. Indikator ditambahkan pada titrat sebelum proses titrasi dilakukan. Indikator ini akan berubah warna ketika titik ekuivalen terjadi, pada saat inilah titrasi kita hentikan.

Indikator yang dipakai dalam titrasi asam basa adalah indikator yang perubahan warnanya dipengaruhi oleh pH. Penambahan indikator diusahakan sesedikit mungkin dan umumnya adalah dua hingga tiga tetes.

Untuk memperoleh ketepatan hasil titrasi maka titik akhir titrasi dipilih sedekat mungkin dengan titik ekuivalen, hal ini dapat dilakukan dengan memilih indikator yang tepat dan sesuai dengan titrasi yang akan dilakukan. Keadaan dimana titrasi dihentikan dengan cara melihat perubahan warna indikator disebut sebagai titik akhir titrasi.



BAB III

METODE PENELITIAN

A. ALAT

Microwave 800 watt 2450 MHz (Sanyo), Spektrofotometer UV-Vis (Jasco V 530), FT-IR 8400S (Shimadzu), Potensiometer 702 SM Titrino Metrohm (tinet 2.5), Waterbath (Memmert), Penyaring Buchner, Timbangan analitik (Acculab ALC210.4), Desikator, Termometer Sentrifugator (Heraeus), Lumpang alu khusus IR, Tabung sentrifuge, Kuvet, Pipet volume, Beker, Erlenmeyer, Labu ukur, Cawan penguap, Stirer magnetic, Oven (Heraeus), Oven vakum (Salvis), Buret, Botol timbang, Krusibel, Krusibel tang, Spatel logam, Pengaduk, Perkamen, Kertas saring.

B. BAHAN

Pati singkong (Amprotab dari PT.PIM Pharmaceutical Indonesia), Amilosa hasil isolasi pati singkong, Larutan iodium (20,0 mg I₂ (JT.Beker) + 200,0 mg KI (Mallinckrodt Baker) dalam 100,0 ml aquadest), Asam asetat (Mallinckrodt Baker), Asetat anhidrida (Univar), Etanol 96% (Merck), KBr (Merck), Na tetraborat (borax) (Merck), NaOH 0,45 N, NaOH 0,1 N, NaOH 0,01 N (Mallinckrodt Baker), HCl 0,2 N (Mallinckrodt Baker), H₂SO₄ 2N (Merck),

Fenofalein (Ajax Chemical), Metil merah (Wako pure chemical), Ammonium karbonat 16% (JT.Beaker), Aquadest (PT.Brataco Chemical)

C. CARA KERJA

1. Pemisahan amilosa dan amilopektin (21)

Sejumlah pati singkong dimasukkan kedalam beker lalu ditambahkan aquadest dengan perbandingan 1:10, kemudian diaduk hingga homogen. Panaskan diatas *waterbath* selama 30 menit pada suhu 50° C. Dalam keadaan panas dekantasi. Padatan yang terbentuk disaring dengan penyaring Buchner. Filtrat yang dihasilkan kemudian diuapkan sampai kering dengan menggunakan oven pada suhu dibawah 70° C.

2. Penetapan panjang gelombang amilosa secara spektrofotometri (21)

Amilosa hasil pemisahan yang sudah dikeringkan sebanyak 20,0 mg dilarutkan dalam 10 ml aquadest, panaskan didalam *waterbath* pada suhu 95° C selama 30 menit. Sampel yang ada di sentrifugasi selama 10 menit 2000 rpm. Penentuan kompleks amilosa-iodium dilakukan dengan mengambil 2,0 ml supernatant dan ditambahkan 0,5 ml larutan iodium kedalam labu ukur 10,0 ml dan cukupkan dengan aquadest. Ukur panjang gelombang maksimum pada 600-650 nm.

3. Pembuatan pati asetat dan amilosa asetat menggunakan *microwave* (13)

Pati singkong atau amilosa hasil isolasi pati singkong ditimbang sebanyak 1 g dalam cawan ditambahkan asam asetat dan asetat anhidrida (1:1:1) kemudian ditutup, homogenkan dengan stiter magnetik selama 5 menit, lalu dimasukkan kedalam *microwave*, atur waktu dan suhu substitusi. Setelah selesai ditambahkan 7 ml etanol lalu dihaluskan sampai membentuk serbuk halus, dilakukan sebanyak 4 kali, untuk membersihkan sampel, kemudian disaring dengan penyaring Buchner. Serbuk yang didapat dikeringkan di oven selama 12 jam pada suhu 50⁰ C dan oven vakum 12 jam pada suhu 80⁰ C.

4. Pengujian gugus karbonil menggunakan FT-IR

Sampel pati asetat dan amilosa asetat hasil substitusi dengan menggunakan *microwave* ditimbang masing-masing sebanyak 0,5 mg kemudian ditambah dengan 49,5 mg KBr. Kemudian dianalisa secara kualitatif dengan infra red pada frekuensi 1732 cm⁻¹ (gugus karbonil C=O)

5. Penetapan derajat substitusi amilosa asetat dan pati asetat secara titrasi asam basa tidak langsung dan potensiometri (24).

a. Pati asetat atau amilosa asetat hasil substitusi ditimbang sebanyak 500 mg, kemudian didispersikan dengan 5 ml aquadest bebas CO_2 dalam erlenmeyer tutup. Kemudian ditambahkan fenoftalein sebagai indikator pada suspensi pati dan ditambahkan 3 tetes NaOH 0,1 M sampai muncul warna merah. Setelah itu ditambahkan 2,5 ml larutan NaOH 0,45 M, kemudian suspensi tersebut dihomogenkan dengan stirer magnetik pada suhu kamar selama 30 menit. erlenmeyer ditutup untuk mencegah penguapan dari produk asetat selama reaksi saponifikasi berlangsung. Kelebihan alkali pada sampel dititrasi dengan 0,2 M HCL. Sebagai blank test digunakan pati singkong murni dan amilosa hasil isolasi pati singkong diberikan perlakuan dengan prosedur yang sama.

b. Sampel ditimbang 150 mg kemudian dilarutkan dalam aquadest bebas CO_2 lalu ditambahkan 0,75 ml NaOH 0,45 M dan homogenkan dengan stirer magnetik selama 30 menit sambil ditutup pada suhu 27°C . kemudian dititrasi secara potensiometri dengan 0,2 M HCl.

Derajat substitusi (DS) dihitung berdasarkan persamaan dibawah ini

$$DS = \frac{162 \times N \text{ HCl} \times (\text{ml blanko} - \text{ml sampel})}{1000 \times M \text{ sampel}}$$

6. Karakterisasi amilosa asetat dan pati asetat hasil substitusi

a. Penetapan susut pengeringan (25).

Sampel ditimbang sebanyak 0,5 gr lalu dimasukkan ke dalam botol timbang yang sudah dibersihkan dan didapat bobot tetapnya. Sampel diratakan pada permukaan botol timbang, lalu ditimbang. Kemudian botol ditimbang dan sampel tersebut dimasukkan dalam oven 105° C selama 30 menit. Botol timbang yang sudah berisi sampel dikeluarkan dari oven dan didinginkan dalam desikator selama 15 menit. Diimbang kembali sampai didapat bobot tetap.

b. Penetapan sisa pemijaran (26)

Sampel sebanyak 0.5 gr dimasukkan kedalam krusibel yang sudah dibersihkan dan didapat bobot tetapnya kemudian ditimbang. Sampel dalam krusibel dibasahi dengan 1 ml H_2SO_4 2 N, lalu dipanaskan perlahan hingga asap putih hilang di atas penangas air. Selanjutnya

krusibel dan sampel dipijar pada suhu $\pm 600^{\circ}$ C sampai mengarang sempurna dan dibiarkan dingin. Tambahkan beberapa tetes H_2SO_4 2 N dan ulangi pemanasan dan pemijaran biarkan dingin. Beberapa tetes larutan ammonium karbonat 16% ditambahkan dan diuapkan hingga kering dan pijar hati-hati. Dinginkan, kemudian krusibel ditimbang dan dipijar selama 15 menit hingga di dapat bobot tetap.

c. Penetapan derajat keasaman (26)

Sampel sebanyak 100 mg dimasukkan ke dalam Erlenmeyer, dilarutkan dengan aquadest sebanyak 10 ml kemudian titrasi dengan menggunakan NaOH 0,01 N

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. HASIL

1. Pemisahan Amilosa Dan Amilopektin

Pemisahan amilosa dan amilopektin pada penelitian ini menggunakan metode ekstraksi air panas dengan perbandingan pati murni dan aquadest sebanyak 1:10 pada suhu 50⁰ C selama 30 menit. Pemilihan suhu di dasari atas kemampuan pati untuk mudah melepaskan amilosa yang larut air dibawah suhu gelatinisasinya (11, 12) dimana suhu gelatinisasi pati singkong berkisar antara 55⁰-80⁰C (2).

Selain itu menurut Alimudin (2001) pemisahan amilosa dan amilopektin dari 5 g pati singkong akan memberikan hasil optimum pada suhu 50⁰C dan volume 50 ml selama 30 menit. Komponen amilosa yang dihasilkan melalui ekstraksi air panas ini, mendekati kandungan amilosa pati singkong yang sebenarnya sekitar 17-22%.

Pemisahan amilosa dan amilopektin pati singkong menggunakan cara ekstraksi air panas memberikan data sebagai berikut.

Tabel 2. Hasil pemisahan amilosa dan amilopektin pada suhu 50⁰ C, selama 30 menit.

berat pati (g)	Amilosa (g)	Amilopektin(g)	% Amilosa	% Amilopektin
5,00	0,41	4,59	8,24	91,76
5,00	0,78	4,22	15,59	84,41
5,01	0,88	4,13	17,58	82,42
50,00	7,30	42,70	14,60	85,40
50,00	7,90	42,10	15,80	84,20
50,05	6,70	43,35	13,39	86,61

Berdasarkan data diatas diketahui bahwa amilosa yang dihasilkan mendekati dengan kisaran perbandingan amilosa dan amilopektin, Namun ada beberapa yang dibawah hasil yang diharapkan (8,24 %)

2. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Untuk memastikan bahwa hasil pemisahan pati singkong dengan cara ekstraksi air panas adalah amilosa maka dilakukan penentuan panjang gelombang maksimum menggunakan metode analisis spektrofotometri UV-Vis

Umumnya amilosa mempunyai panjang gelombang maksimum 600-650 nm (14). Bervariasinya harga λ maksimum bergantung dari panjang-pendeknya rantai amilosa. Pada prinsipnya, semakin panjang rantai amilosa maka λ maksimum akan semakin besar. Menurut Zhu et al

(1995) panjang gelombang optimum dari amilosa berkisar pada 600-650 nm yang memberikan warna biru tua sedangkan amilopektin berada pada 550nm memberikan warna keunguan. Pada Gambar 3 diperoleh λ maksimum amilosa-iodium adalah 615,5 nm dengan serapan sebesar 0,22879 dengan warna larutan berwarna biru tua yang menunjukkan bahwa hasil isolasi adalah amilosa.

3. Pembuatan Amilosa Asetat Dan Pati Asetat Menggunakan Metode *Microwave*

Pati asetat yang dibuat sampai menit ke 7 (Tabel 3) dengan suhu tertinggi 140⁰C memberikan hasil berupa serbuk putih bersih seperti pati murni (Gambar 4). Amilosa asetat yang dihasilkan kurang baik penampakkannya secara fisik dengan membentuk serbuk berwarna coklat muda (Tabel 4 dan Gambar 5). Hal ini sebenarnya disebabkan karena amilosa yang dihasilkan dari isolasi pati menggunakan ekstraksi air panas mengalami proses pengeringan selama ±48 jam dengan suhu di bawah 70⁰ C merupakan serbuk berwarna krem muda. Sedangkan Pembuatan amilosa asetat tidak dapat dilanjutkan pada suhu dia atas ±105⁰ C karena berdasarkan percobaan yang dilakukan pada suhu tersebut amilosa asetat yang terbentuk berwarna coklat tua-kehitaman. Sehingga

percobaan khusus amilosa asetat tidak dilanjutkan sampai ke suhu yang lebih tinggi.

4. Analisa kualitatif menggunakan FT-Infra Red

Reaksi esterifikasi yang terjadi pada pati dengan asetat anhidrida menghasilkan suatu pati asetat. Sedangkan reaksi esterifikasi yang terjadi pada amilosa dengan asetat anhidrida menghasilkan amilosa asetat. Pada reaksi ini akan terbentuk suatu gugus karbonil yang akan meningkat intensitasnya berdasarkan banyaknya gugus pati yang teresterifikasi oleh asetat.

Meningkatnya intensitas karbonil pati didasari dengan meningkatnya derajat substitusi. Hal ini dapat dilihat perbedaan yang cukup signifikan antara pati murni, amilosa, asetat anhidrida, pati asetat dan amilosa asetat dengan variasi suhu dan waktu (Gambar 6,7,8,9,10,11,12,13,14,15,16,17 dan 18) yaitu pada pati ester atau amilosa ester asetat muncul gugus C=O karbonil pada bilangan frekuensi (1732 cm^{-1} dan 1716 cm^{-1}).

Adapun gugus karbonil pada asetat anhidrida menunjukkan adanya dua buah *peak* yang hampir menyatu dengan intensitas tinggi pada bilangan frekuensi ($1828,58$ dan $1756,28\text{ cm}^{-1}$) sehingga gugus C=O karbonil yang dihasilkan pada pati termodifikasi maupun amilosa

termodifikasi juga memiliki dua buah *peak* dengan intensitas yang cukup tinggi. Pada pati ester asetat dan amilosa asetat gugus karbonil mengalami pergeseran dibandingkan dengan gugus karbonil yang terdapat pada asetat anhidrida.

5. Analisa Derajat Substitusi

Berdasarkan pengukuran derajat substitusi pada amilosa asetat dan pati asetat menggunakan titrasi asam basa tidak langsung dan potensiometri diketahui bahwa terjadi kenaikan derajat substitusi seiring dengan penambahan waktu dan suhu sintesis. Hal ini dapat dilihat pada Tabel 5 dan 6 yang menunjukkan peningkatan derajat substitusi pada amilosa asetat dan pati asetat yang disintesis pada waktu yang berbeda.

Pati asetat yang diberikan perlakuan yang sama juga memberikan hasil yang cukup mewakili untuk amilosa dan amilopektin yang tersubstitusi. Menurut van de Burgt *et al.*(2000) dan Hustiany (2006) dikatakan bahwa amilosa dapat tersubstitusi 1,6-1,9 kali lebih tinggi daripada amilopektin. Dengan adanya perbandingan antara derajat substitusi amilosa asetat dengan pati asetat pada kondisi perlakuan sintesis yang sama maka akan diketahui bahwa kemampuan amilosa untuk disubstitusi lebih besar dari amilopektin.

Dapat dilihat pada Tabel 5 pada amilosa asetat pada suhu 85⁰C dengan waktu substitusi selama 1,5 menit memberikan derajat substitusi terendah yaitu 0,037 sedangkan pada suhu 105⁰C. dengan waktu sintesis selama 3,5 menit memberikan derajat substitusi tertinggi yaitu sebesar 0,059. Data ini agak jauh jika dibandingkan dengan data potensiometri hasil derajat substitusi pada amilosa asetat dengan kondisi yang sama yang memberikan DS sebesar 1,06 (Tabel 5). Derajat substitusi pada pati asetat terjadi peningkatan dari waktu substitusi selama 1,5 menit sampai 7 menit yaitu dengan derajat substitusi dari 0,055 sampai 0,093. Data ini dapat dilihat pada Tabel 6. Meningkatnya waktu dan suhu sintesis akan meningkatkan derajat substitusi.

6. Karakterisasi Amilosa Asetat Dan Pati Asetat

Amilosa asetat yang dihasilkan merupakan serbuk halus berwarna agak kecoklatan (krem) dan bau spesifik (khas pati). Memiliki spesifikasi yang dapat dilihat pada Tabel 7.

Sisa pemijaran amilosa asetat masih dalam batas yang telah ditetapkan oleh monografi pada pati singkong, dimana tidak boleh mengandung lebih dari 0,6% sisa pijar. Sedangkan untuk susut kering pati singkong menurut FI IV batas yang diperbolehkan sekitar 15 %, dan

susut kering amilosa masih memenuhi persyaratan. Begitu juga dengan derajat keasaman amilosa asetat dimana hanya diperlukan yang kurang dari 20 ml NaOH 0,01 N untuk mengikat asam bebas yang berada di sekitar sampel.

Pati asetat yang dihasilkan memiliki tampak fisik yang lebih baik, berupa serbuk putih dan berbau khas. Memiliki spesifikasi yang dapat dilihat pada Tabel 8,9,10,11 dan 12. Ketiga karakterisasi pati asetat ini masih memenuhi persyaratan monografi (26).

B. PEMBAHASAN

Penelitian ini mengutamakan aspek analisis derajat substitusi amilosa pati singkong yang akan dibandingkan dengan pati asetat. Penelitian ini diawali dengan pemisahan komponen amilosa dan amilopektin dengan menggunakan ekstraksi air panas pada suhu dibawah suhu gelatinisasi pati. Amilosa yang dihasilkan kemudian diesterifikasi dengan menggunakan asetat anhidrida. Hal yang sama juga dilakukan pada pati singkong untuk mengetahui perbandingan seberapa banyak asetat yang dapat teresterifikasi pada gugus hidroksil amilosa. Hasil pemisahan pati singkong, berupa amilosa kemudian dianalisis berdasarkan pembentukan kompleks amilosa-iodium menggunakan metode spektrofotometri ultraviolet dan sinar tampak. Dengan demikian tahap penelitian ini dimulai pada isolasi pati singkong dengan

menggunakan metode ekstraksi air panas sehingga kemudian diperoleh komponen amilosa dan amilopektin.

Pemisahan amilosa dilakukan pada suhu 50°C dengan perbandingan berat pati murni dengan aquadest sebesar 1:10 dan dipanaskan dalam waterbath selama 30 menit. Pada skala kecil dilakukan sebanyak 5 g dengan 50 ml aquadest. Pemisahan ini tidak dilakukan pada suhu diatas 70°C karena pada suhu tersebut pati akan mengalami gelatinisasi, dimana komponen amilosa akan mengembang dan membentuk gel sehingga akan semakin sulit dipisahkan dari amilopektin karena akan ada bagian amilosa yang berikatan dengan amilopektin. Selain itu jika dilakukan pemisahan di atas suhu 50°C rendeman amilosa yang dihasilkan akan lebih tinggi dari kandungan amilosa yang seharusnya. Hal ini menandakan bahwa ada beberapa bagian amilopektin yang ikut terbawa pada proses penyaringan, sehingga mempertinggi rendeman amilosa dan kemurnian amilosa yang dihasilkan berkurang. Pemisahan juga tidak dilakukan pada suhu dibawah 50°C karena pada suhu tersebut granula pati tidak akan larut. Selain itu hasil amilosa yang dihasilkan akan berkurang dari kandungan yang seharusnya.

Kelarutan amilosa juga akan meningkat dengan penambahan pelarut, hal ini disebabkan karena semakin banyak air yang digunakan akan memperluas permukaan sistem, sehingga pergerakan partikel terlarut untuk saling terpisah semakin besar. Maka pelarut yang digunakan hanya sebesar

50 ml untuk setiap 5 gram pati. Dengan perbandingan 1:10 diharapkan pada volume tersebut terjadi kondisi pemisahan yang baik.

Pada penelitian ini dilakukan pemisahan amilosa dan amilopektin dalam skala kecil dan besar untuk didapatkan amilosa yang akan di esterifikasi. Pada Tabel 2 dapat dilihat bahwa sebagian besar amilosa yang didapat tidak mencapai 17% seperti yang diharapkan. Hal ini bisa disebabkan karena masih ada fraksi amilosa yang ikut tersaring bersama fraksi amilopektin. Filtrat yang dihasilkan kemudian diuapkan pada suhu dibawah 70°C sehingga didapat serbuk amilosa yang akan digunakan pada tahap selanjutnya.

Pada proses pengeringan ini dipilih suhu dibawah 70°C karena amilosa akan membentuk suatu gel pada suhu diatas 70°C , sehingga diharapkan amilosa yang terbentuk tidak rusak. Proses pengeringan ini menghabiskan waktu 48 jam untuk setiap 50 ml filtrat.

Langkah selanjutnya adalah memastikan hasil isolasi pati singkong adalah amilosa dengan menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis. Amilosa ditambahkan larutan iodium sehingga terbentuk kompleks amilosa-iodium yang memberi warna biru. Reaksi ini pada umumnya digunakan untuk mengidentifikasi suatu pati. Untuk penentuan panjang gelombang maksimum digunakan daerah panjang gelombang 400-800 nm.

Hasil ini memberikan data dimana hasil isolasi pati memiliki panjang gelombang 615,5 nm dengan serapan 0,22879. Hal ini menunjukkan bahwa

yang dihasilkan dari isolasi pati menggunakan metode ekstraksi air panas adalah amilosa.

Setelah memastikan amilosa hasil isolasi pati singkong, kemudian amilosa yang telah didapat kemudian diesterifikasi dengan menggunakan asam asetat sebagai pelarut dan asetat anhidrida sebagai senyawa pensubstitusi, sehingga didapat amilosa asetat. Dengan cara pemanasan menggunakan *microwave* diharapkan dapat terbentuk senyawa baru dalam waktu yang relatif singkat.

Pati kering yang sudah dikeringkan pada suhu 105° ditambahkan asam asetat dan asetat anhidrida, dalam sebuah cawan porselen kemudian ditutup untuk mencegah terjadinya penguapan. Kemudian dihomogenkan dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 5 menit dengan tujuan untuk menghomogenkan suspensi pati, asam asetat dan asetat anhidrida agar semua bagian partikel pati dapat bersinggungan langsung dengan bagian asetat, sehingga asetat akan dengan mudah diesterifikasikan ketika energi panas dari *microwave* dialirkan. Proses esterifikasi ini dilakukan dalam waktu dan suhu berbeda. Data waktu dan suhu esterifikasi menggunakan *microwave* dapat dilihat pada Tabel 3 dan 4.

Pembuatan pati asetat ini dilakukan sebagai langkah awal orientasi kemampuan pati untuk tersubstitusi dengan gugus asetat menggunakan *microwave* serta memastikan bahwa sampel yang dihasilkan dalam kondisi baik, bersih dan putih (Gambar 4).

Esterifikasi pati ini tidak dilakukan pada waktu kurang dari 1,5 menit dan suhu dibawah 85°C disebabkan karena pada waktu dan suhu tersebut ester pati asetat belum terbentuk. Hal ini disebabkan pada kondisi tersebut *microwave* baru mencapai $\pm 25^{\circ}\text{C}$ - 75°C dan reaksi esterifikasi belum terjadi.

Substitusi tidak dilanjutkan pada waktu lebih dari 7 menit dengan suhu diatas 140°C . dikarenakan *microwave* yang digunakan adalah *microwave* memasak yang tidak tahan dengan bahan-bahan yang bersifat korosif sehingga menimbulkan kerusakan permanen jika digunakan terlalu lama.

Pada tahap pemanasan ini akan terjadi penyerapan air, lemak dan gula. Reaksi ini diawali dengan adanya transfer energi panas melalui gelombang mikro sehingga terjadi pergerakan molekul dari material atau sampel. Proses ini terjadi akibat adanya radiasi panas yang dihantarkan oleh *microwave* berupa energi yang membentuk *coupling* dengan pelarut dan senyawa aktif yang digunakan dengan menyerang posisi O yang kosong setelah terjadi pelepasan hidrogen. Praktis yang terjadi adalah tergantikannya gugus hidrogen dengan gugusan asetat sehingga terbentuk ester pati asetat. Kemudian dilakukan pembuatan amilosa asetat dengan menggunakan amilosa hasil isolasi pati. Data pembuatan amilosa asetat dapat dilihat pada Tabel 4. Untuk memastikan terbentuknya suatu esterifikasi pada pati dengan asetat anhidrida langkah selanjutnya adalah melakukan analisa secara kualitatif menggunakan FT-IR. Pengukuran FT-IR dilakukan pada tiap sampel yang diberikan perlakuan berbeda, baik suhu maupun

waktu sintesis (Tabel 3 dan 4). Semakin tinggi waktu sintesis maka semakin tinggi suhu sintesis dan hal ini diikuti dengan peningkatan derajat substitusi. Panjang gugus karbonil amilosa asetat mengalami peningkatan intensitas dari menit 1,5 sampai ke 3,5 hal ini karena terjadinya peningkatan derajat substitusi. Jika dibandingkan dengan pati asetat dan amilosa asetat yang diberikan perlakuan yang sama, intensitas gugus karbonil yang dihasilkan pati asetat tidak sebesar yang terjadi pada amilosa asetat serta amilosa murni yang tidak mengalami esterifikasi. Pada pati asetat dengan kondisi substitusi menit ke 4 sampai 7 terjadi peningkatan intensitas seiring dengan peningkatan derajat substitusi.

Untuk mengukur derajat substitusi pada amilosa asetat dan pati asetat yang dihasilkan menggunakan metode pemanasan menggunakan *microwave* dilakukan dengan metode titrasi asam basa. Digunakan metode ini karena pati atau amilosa ester asetat merupakan suatu asam yang bersifat lemah. Dimana digunakan HCl sebagai larutan titer yang diketahui konsentrasinya. Sebanyak 500 mg sampel (amilosa asetat atau pati asetat) dimasukkan kedalam erlenmeyer lalu ditambahkan indikator fenoftalein dan 3 tetes NaOH 0,1 M sampai muncul warna merah, kemudian 2,5 ml 0,45 M NaOH yang ditambahkan secara kuantitatif bertujuan untuk memecah ikatan asetat dengan pati membentuk Na-asetat, lalu kelebihan alkali dititrasi oleh asam. Sampel ditutup mencegah penguapan asetat dan distirer 30 menit. Pada

proses ini terjadi proses saponifikasi Pada titik ekuivalen terjadi perubahan warna dari pink menjadi putih.

Gugus hidroksil (OH) pada pati, baik pada bagian amilosa maupun pada bagian amilopektin dapat disubstitusi dengan gugus lain yang pada akhirnya akan merubah sifat dasar pati. Pada satu unit anhidroglukosa terdapat 5 gugus OH, 3 diantaranya dapat disubstitusi dengan gugus lain. Ketiga gugus hidroksil tersebut terletak pada C-2, C-3, dan C-6. Sedangkan 2 gugus hidroksil lainnya terletak pada C-1 dan C-4, dimana pada gugus hidroksil ini terbentuk ikatan glikosidik satu sama lain yang akhirnya membentuk rantai panjang pada amilosa dan amilopektin.

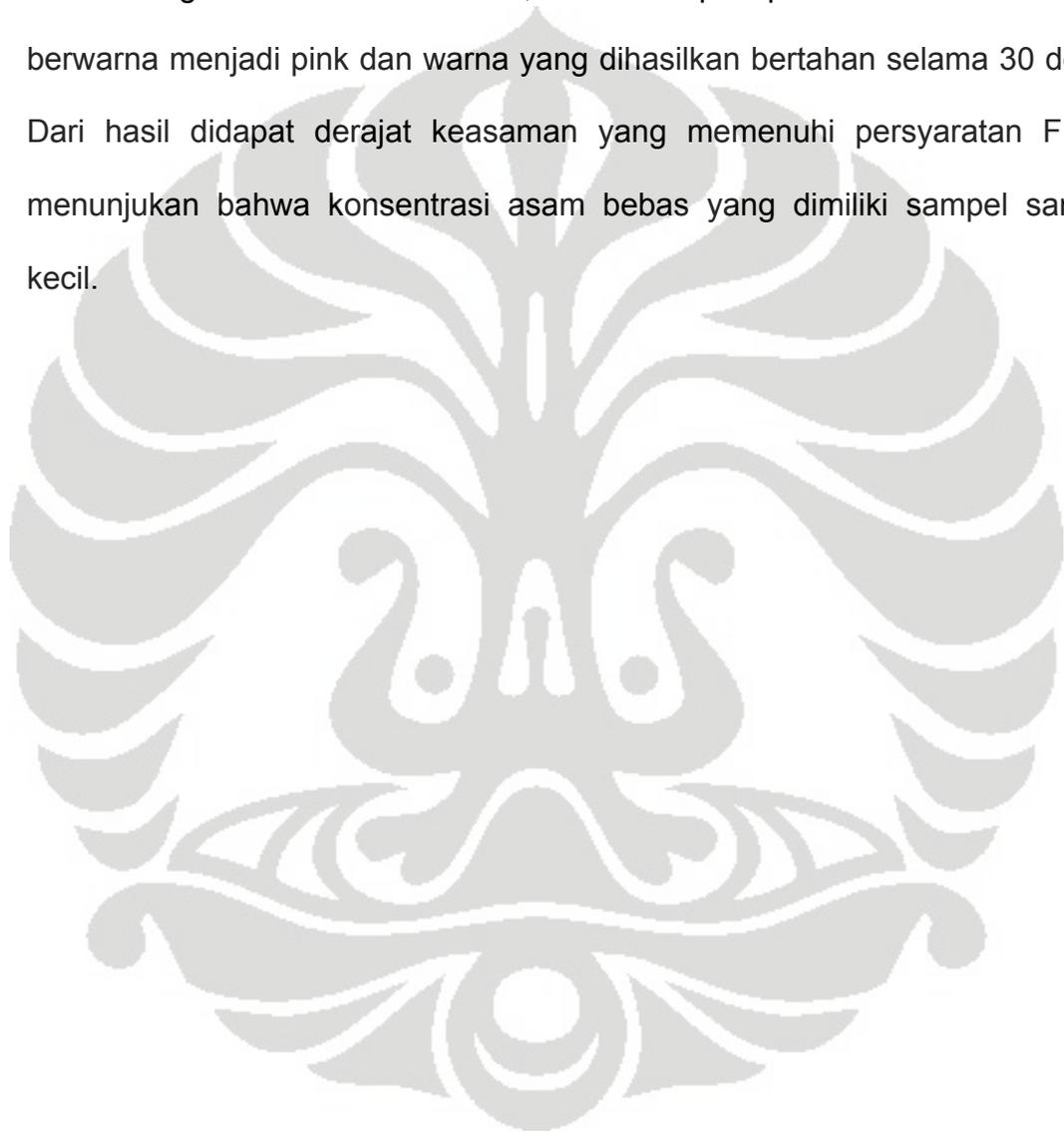
Pada C-2 dan C-3 merupakan suatu OH sekunder yang terletak dibagian dalam permukaan pati yang bertanggung jawab untuk kekakuan rantai linier selain itu kedua gugus OH ini dapat membentuk ikatan hidrogen dengan OH di unit glukosa tetangganya. Sedangkan pada C-6 merupakan suatu gugus hidroksil primer yang lebih mudah terasetilasi daripada C-2 dan C-3, karena letak OH primer yang terlokalisasi pada permukaan luar pati.

Derajat substitusi maksimum pada suatu anhidroglukosa adalah 3, dimana pada derajat substitusi tersebut setiap gugus OH akan tersubstitusi oleh senyawa lain. Semakin lama amilosa dan pati terpajan dalam *microwave* dan mengalami transfer energi mikro dan panas, maka akan semakin banyak gugus hidroksil yang tersubstitusi oleh asetat, dimana terjadi pergantian hidrogen dengan asetat.

Berdasarkan data yang diperoleh pada amilosa asetat didapat derajat substitusi sebesar (0,037-0,059) menunjukkan bahwa tiap 1000 unit anhidroglukosa dapat tersubstitusi 37-59 gugus asetat. Selain itu dapat disimpulkan bahwa amilosa memang memiliki kemampuan untuk tersubstitusi lebih besar dibandingkan dengan amilopektin yang memiliki kandungan lebih besar dalam pati jika dilihat dari perbandingan derajat substitusi amilosa asetat dengan pati asetat pada kondisi yang sama (85° - 105° C dan 1,5-3,5 menit). Selain itu, hasil titrasi asam basa pada potensiometri memberikan hasil (DS) 0,106 pada sampel amilosa asetat yang dibuat pada pemanasan selama 3,5 menit pada suhu 105° C. Hal ini jauh berbeda dengan hasil (DS) yang diperoleh pada titrasi asam basa menggunakan indikator warna pada sampel yang sama. Perbedaan ini disebabkan karena pada metode potensiometri titrasi asam basa tidak langsung masih harus dilakukan penyesuaian lebih lanjut, sehingga memberikan hasil yang tepat.

Penelitian dilanjutkan dengan melakukan karakterisasi amilosa asetat dan pati asetat, diantaranya adalah penetapan susut pengeringan, sisa pemijaran dan derajat keasaman. Susut pengeringan dilakukan dengan menggunakan metode penimbangan dan pemanasan pada suhu 105° C sesuai dengan FI III dan didapat hasil bahwa amilosa asetat dan pati asetat ini memenuhi persyaratan dimana pati memiliki susut pengeringan < 15 %. Setelah itu dilakukan penetapan sisa pijar dengan menggunakan metode II berdasarkan FI IV, diketahui bahwa dihasilkan sisa pijar berwarna merah

muda-coklat dengan rata-rata sisa pemijaran $<0,6\%$ (memenuhi syarat). Kemudian dilakukan penetapan derajat keasaman dengan menggunakan titrasi dengan NaOH sebesar 0,01 N didapat perubahan warna tidak berwarna menjadi pink dan warna yang dihasilkan bertahan selama 30 detik. Dari hasil didapat derajat keasaman yang memenuhi persyaratan FI IV menunjukkan bahwa konsentrasi asam bebas yang dimiliki sampel sangat kecil.



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

A. KESIMPULAN

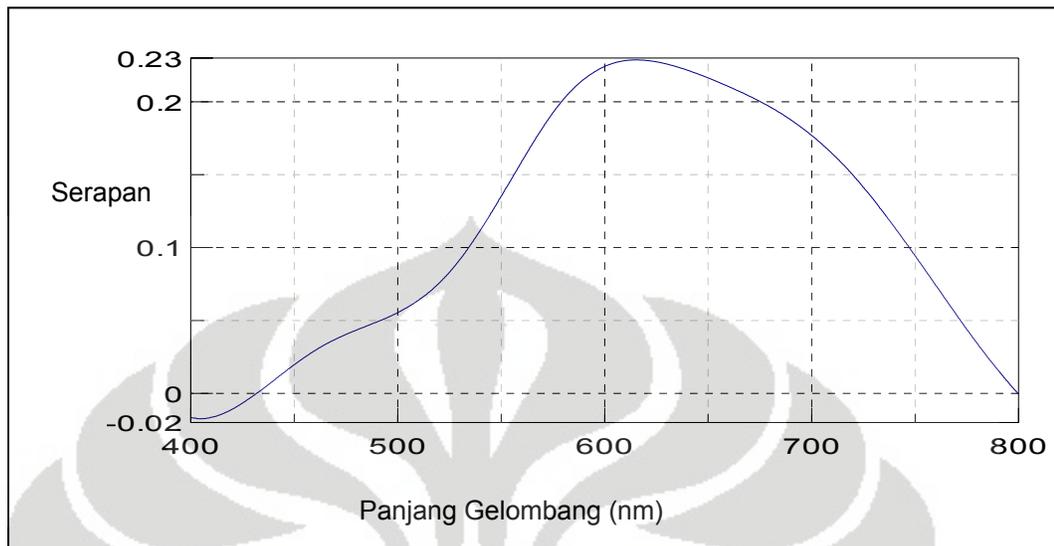
1. Esterifikasi amilosa dan pati dengan asetat anhidrida dapat menggunakan metode pemanasan oleh *microwave* dengan variasi suhu dan waktu. Metode ini memiliki keunggulan waktu sintesis yang lebih singkat dibandingkan dengan beberapa metode sebelumnya.
2. Semakin tinggi suhu dan lamanya waktu pemaparan akan meningkatkan derajat substitusi amilosa asetat dan pati asetat. Amilosa asetat yang dihasilkan dengan menggunakan metode pemanasan oleh *microwave* dalam rentang waktu (1,5-3,5 menit) memiliki derajat substitusi yang rendah.

B. SARAN

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang pembuatan amilosa asetat dan pati asetat dengan menggunakan metode *microwave* sehingga dihasilkan derajat substitusi yang diinginkan yang lebih tinggi.

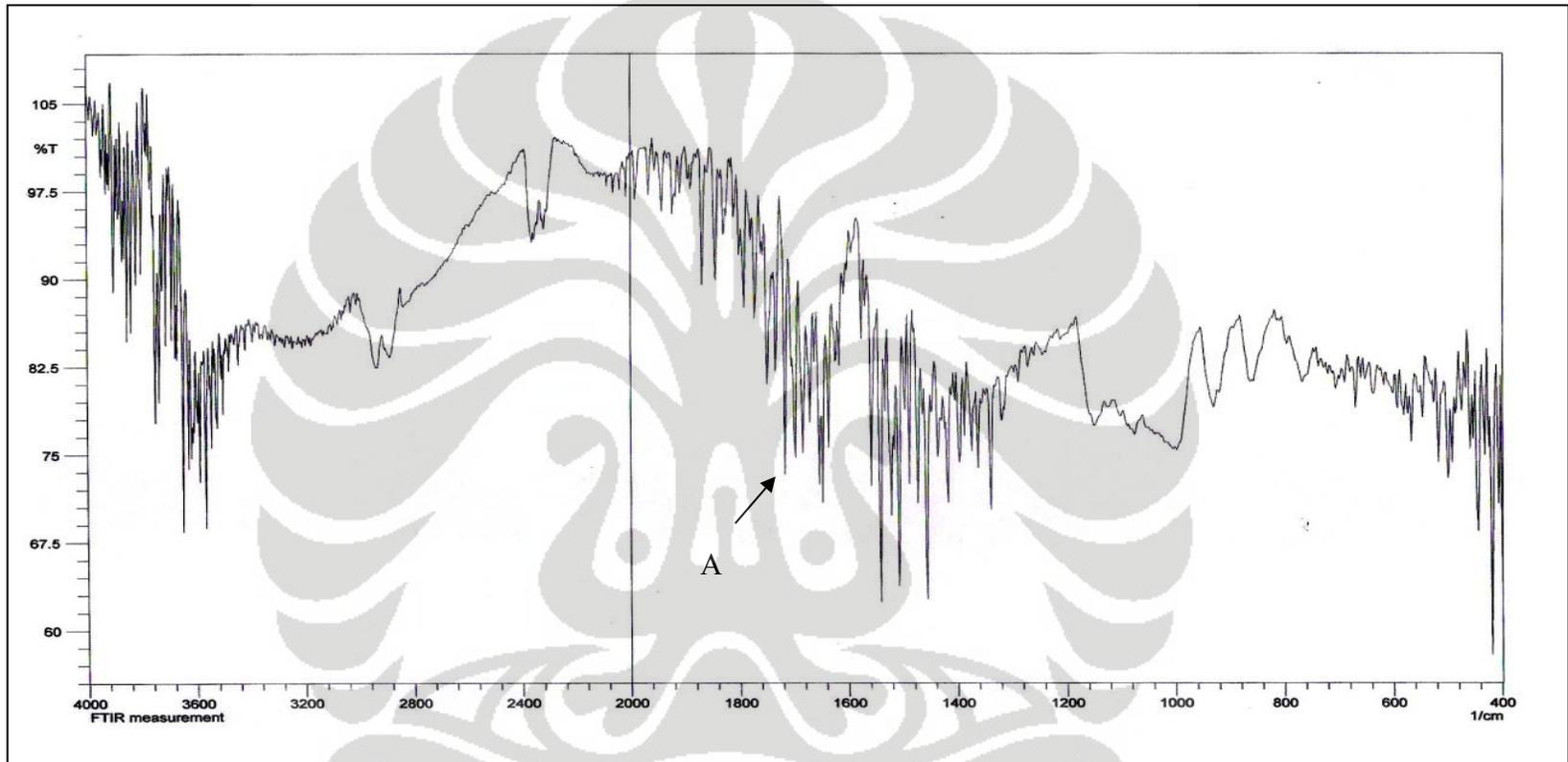
Selain itu perlu dilakukan analisa mengenai seberapa banyak asetat yang dapat tersubstitusi kedalam tiap gugus hidroksil pada pati atau amilosa.





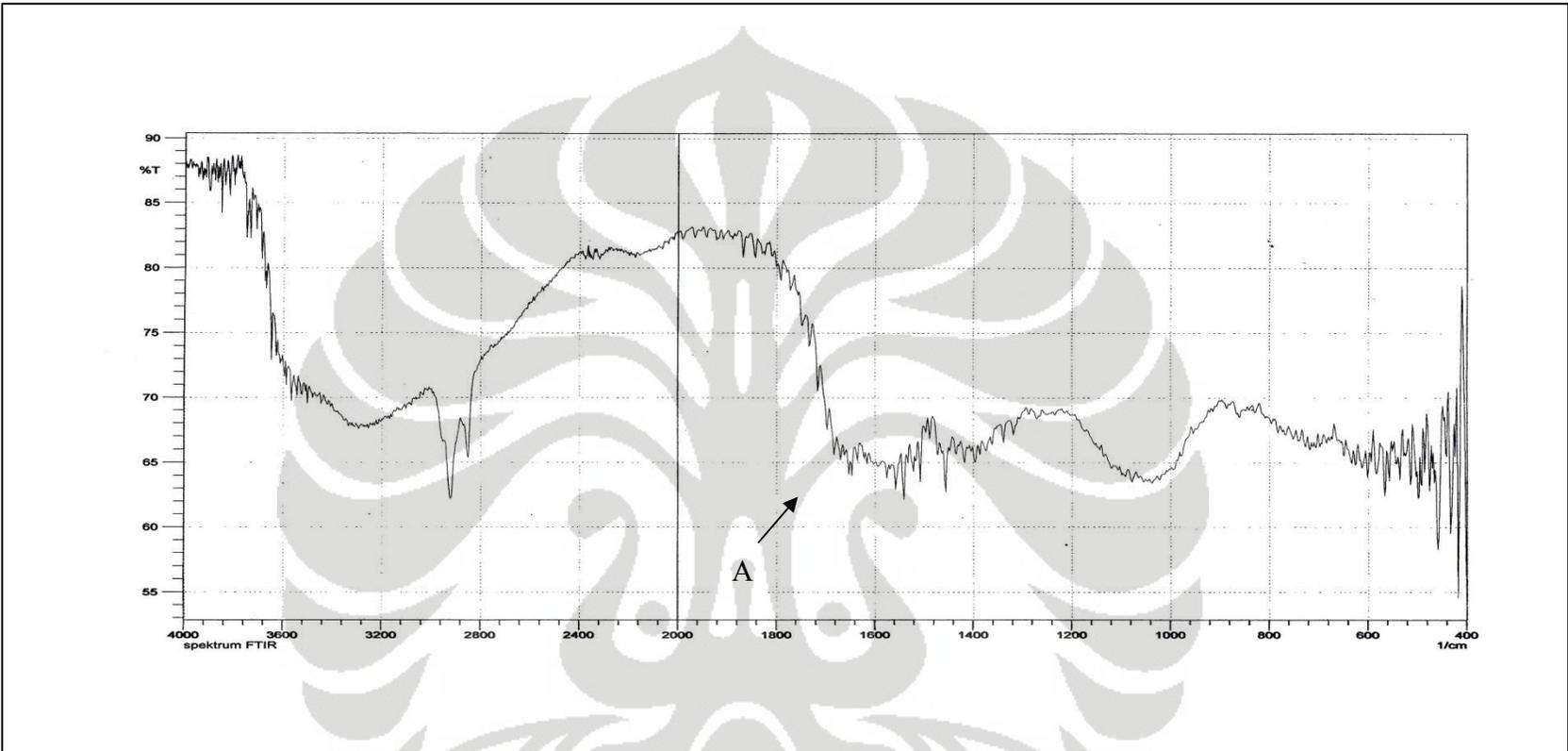
Gambar 3. Kurva serapan kompleks amilosa-iodium

Keterangan : konsentrasi 500 ppm menghasilkan serapan sebesar 0,22879 dan terletak pada panjang gelombang 615,5 nm



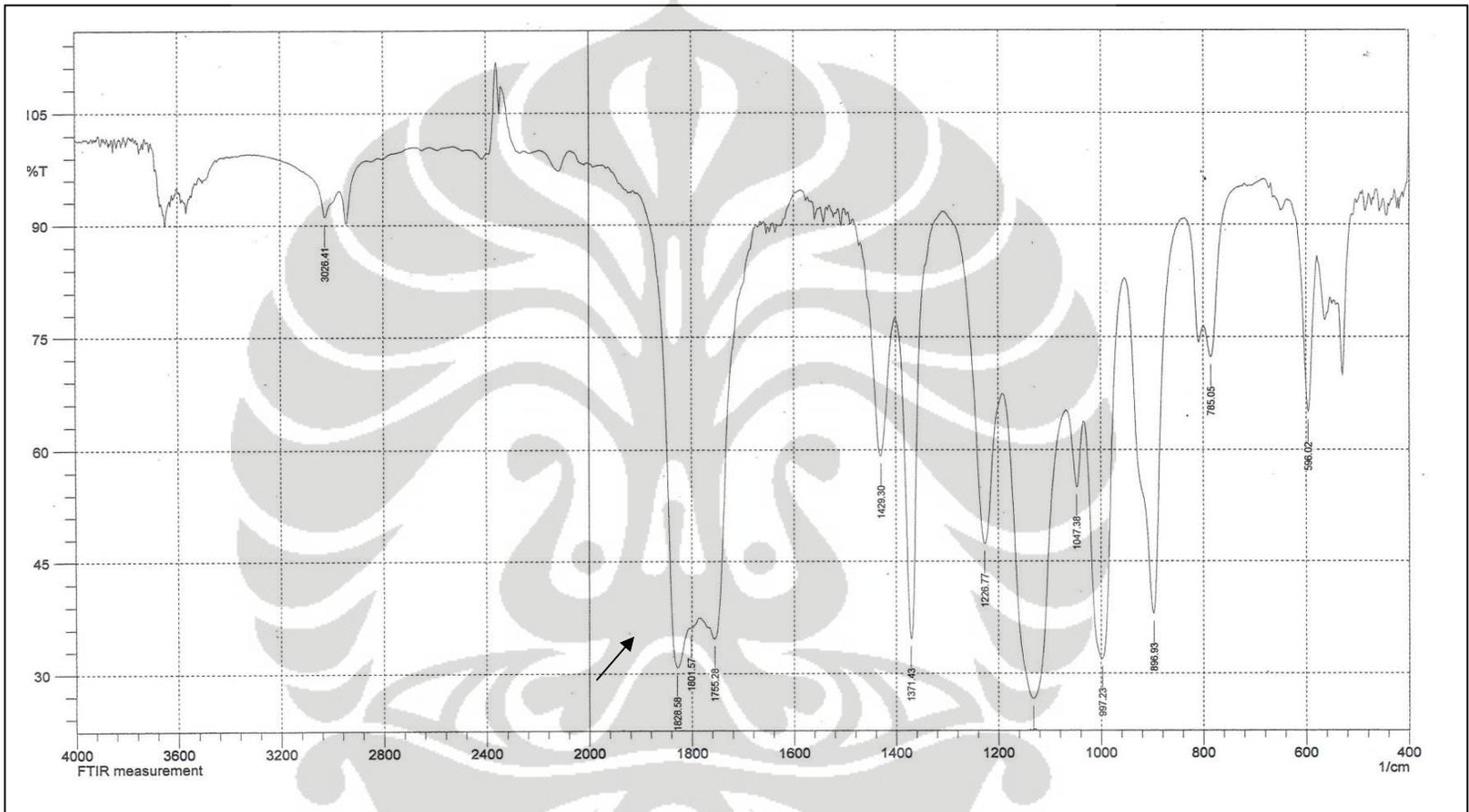
Gambar 6. Spektrum IR pati murni

Keterangan A: pada pati murni tidak terdapat gugus karbonil pada bilangan gelombang $1732,13$ dan $1716,70$ cm^{-1} .



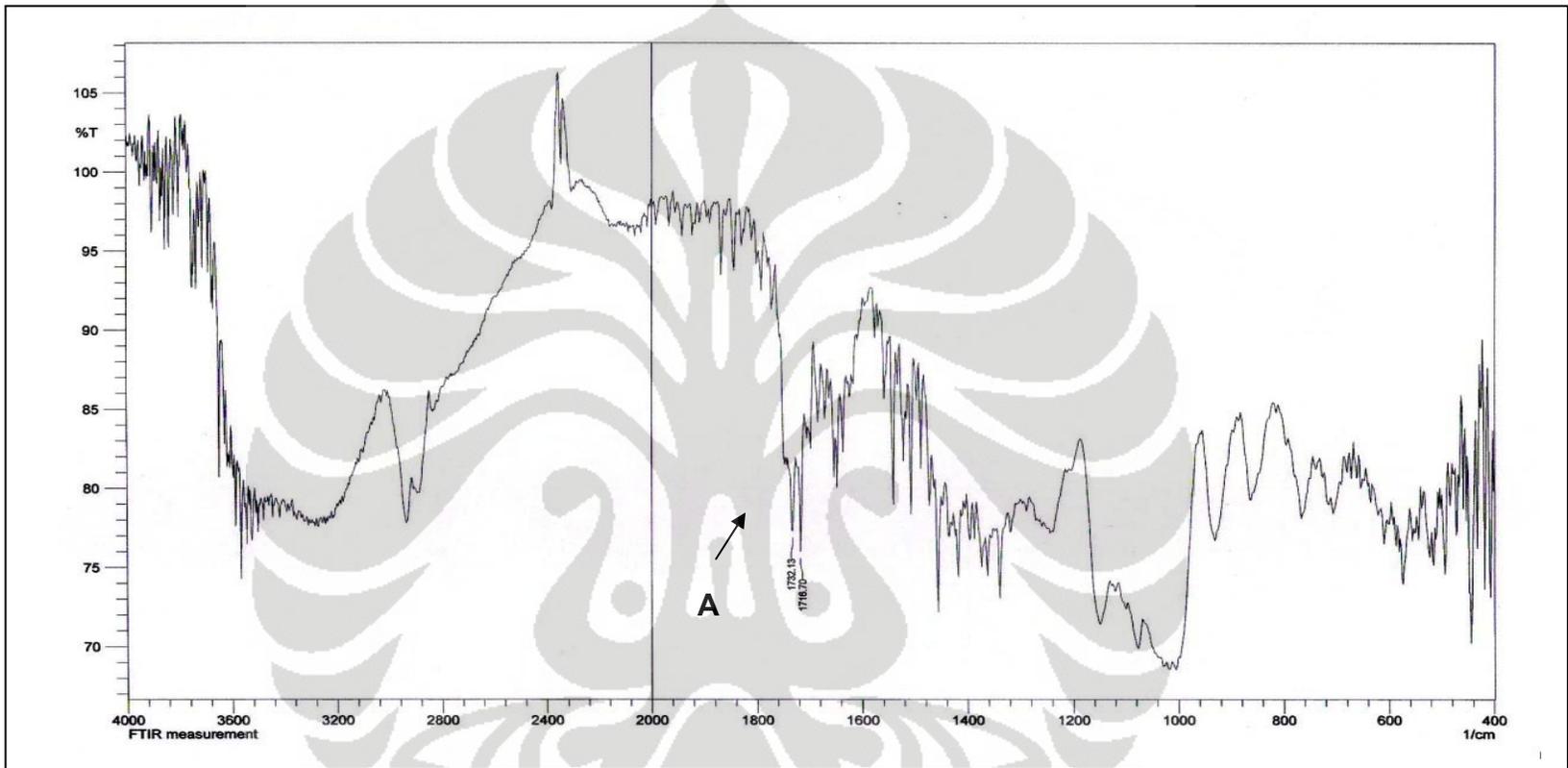
Gambar 7. Spektrum amilosa hasil isolasi pati singkong

Keterangan A : Sebelum teresterifikasi amilosa tidak memiliki gugus karbonil pada $1732,13$ dan $1716,72 \text{ cm}^{-1}$



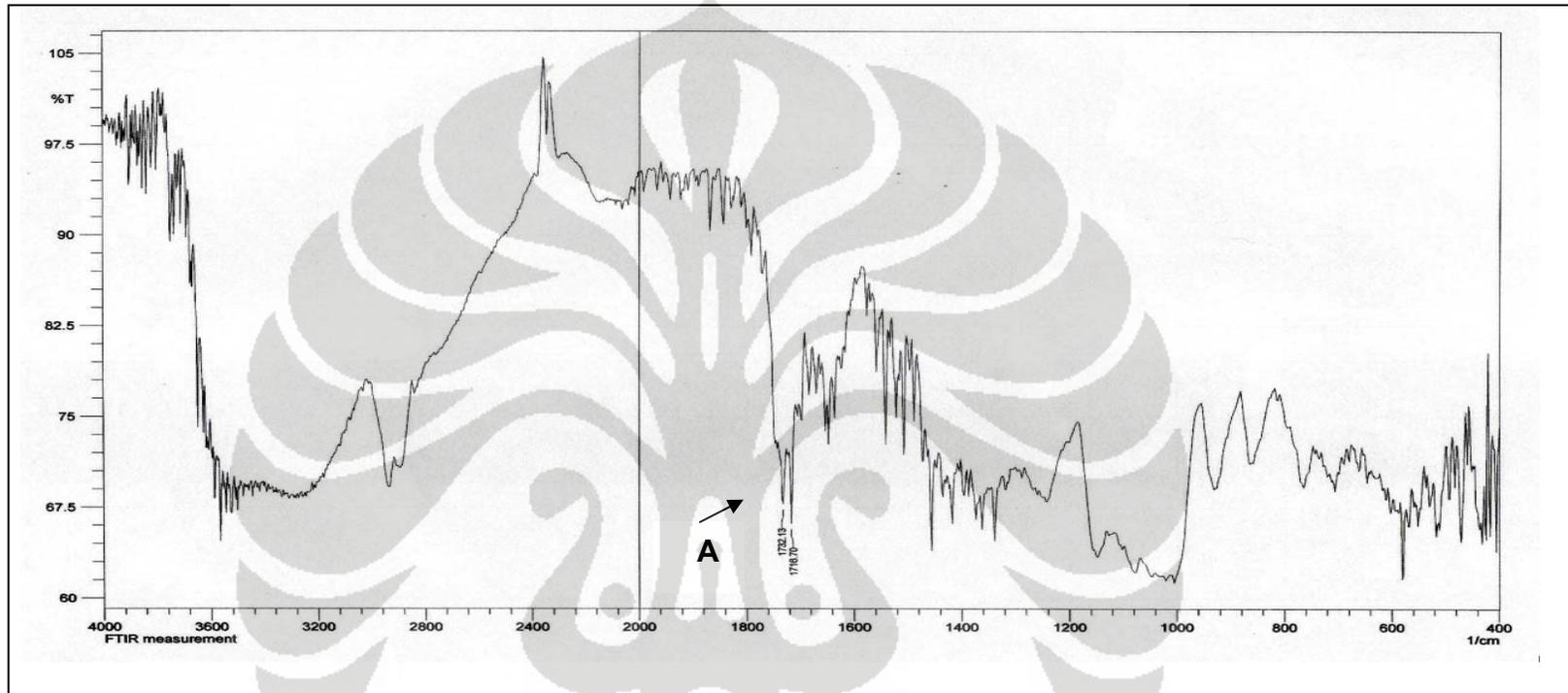
Gambar 8. Spektrum asetat anhidrida

Keterangan : terdapat gugus karbonil pada 1828,58 dan 1756,28 cm^{-1}



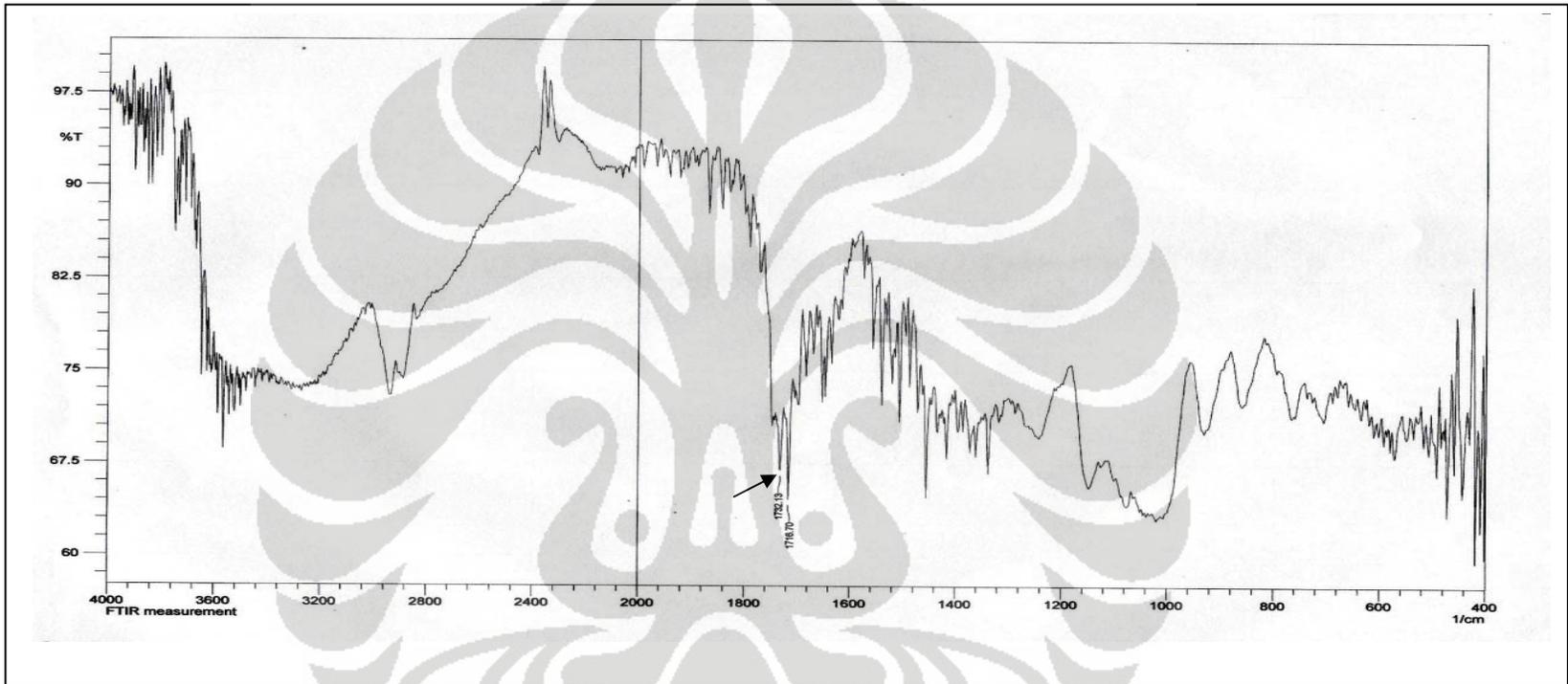
Gambar 9. Spektrum IR amilosa asetat pada kondisi 1,5 menit, suhu 85⁰C

Keterangan A: amilosa asetat ini dibuat pada kondisi 1,5 menit, 85⁰C terdapat gugus karbonil pada bilangan gelombang 1732,13 dan 1716,70 cm⁻¹. Gambar ini menunjukkan bahwa amilosa tersubstitusi dengan gugus asetat dan memberikan intensitas yang cukup baik dengan derajat substitusi 0,037



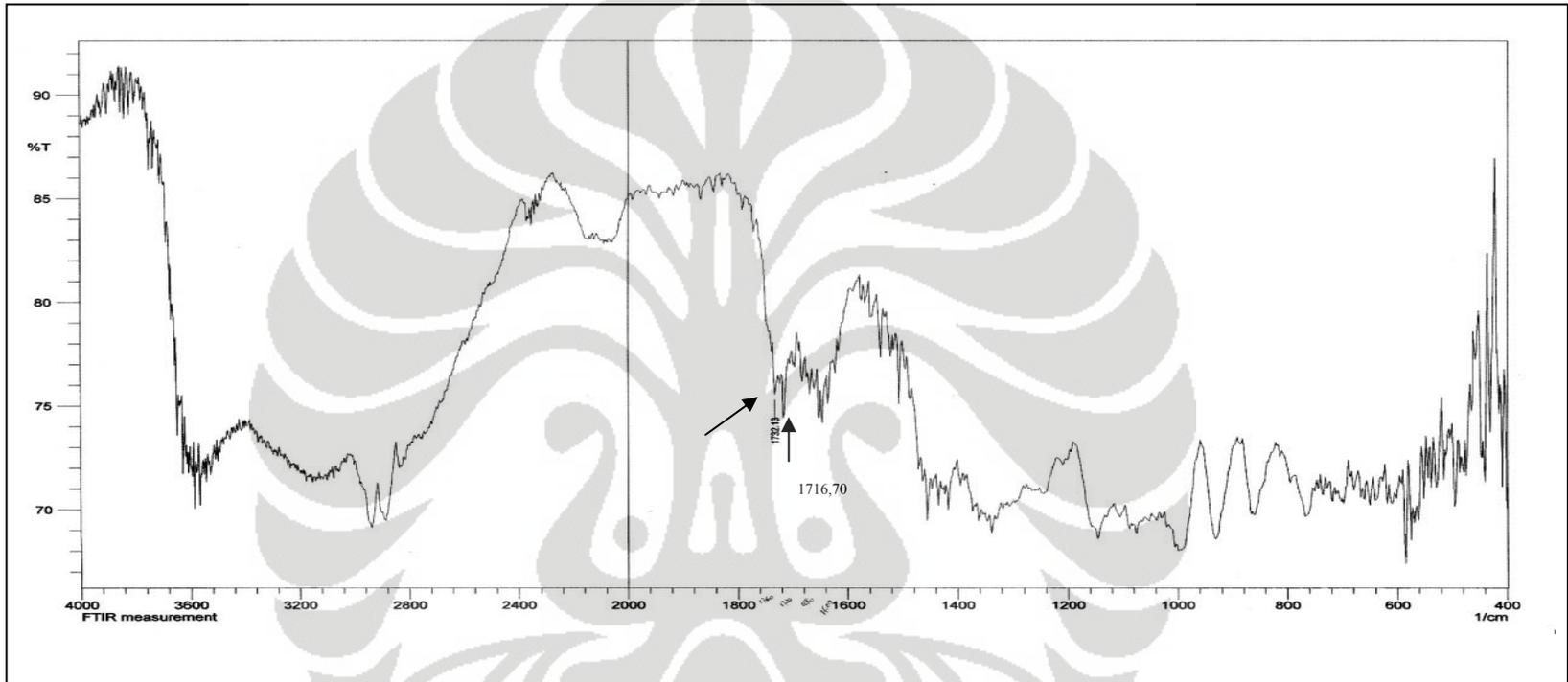
Gambar 10. Spektrum IR amilosa asetat pada kondisi 2,5 menit, suhu 95⁰C

Keterangan A: amilosa asetat ini dibuat pada kondisi 2,5 menit, 95⁰C terdapat gugus karbonil pada bilangan gelombang 1732,13 dan 1716,70 cm⁻¹ . Terjadi peningkatan intensitas yang ditunjukkan dengan semakin panjang gugus karbonil yang terbentuk dengan derajat substitusi 0.045



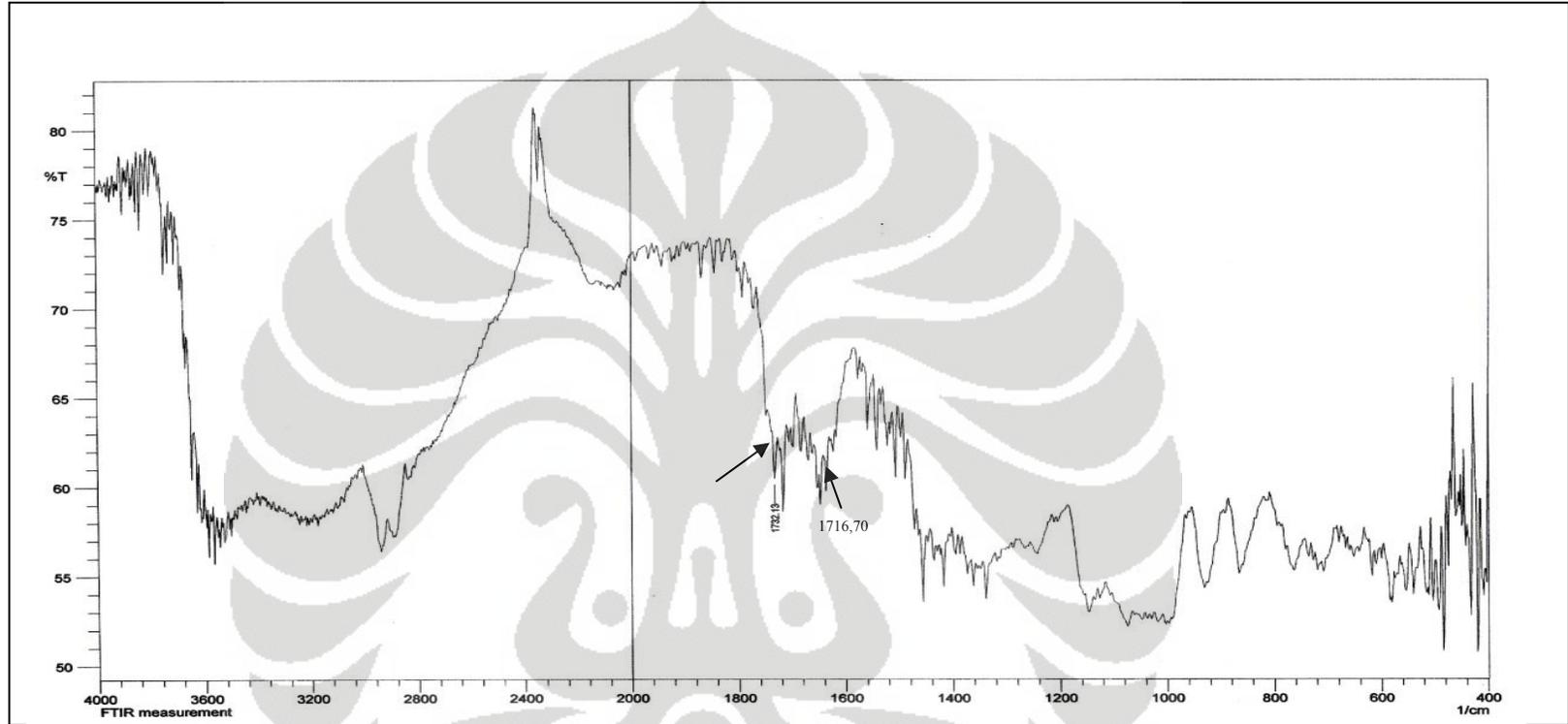
Gambar 11. Spektrum IR amilosa asetat pada kondisi 3,5 menit, suhu 105⁰C

Keterangan: amilosa asetat ini dibuat pada kondisi 3,5 menit, 105⁰C terdapat gugus karbonil pada bilangan gelombang 1732,13 dan 1716,70 cm⁻¹. Amilosa asetat ini terjadi peningkatan intensitas yang ditunjukkan dengan semakin panjang gugus karbonil yang terbentuk daripada amilosa asetat (2,5 menit, 95⁰C) dengan derajat substitusi 0.059



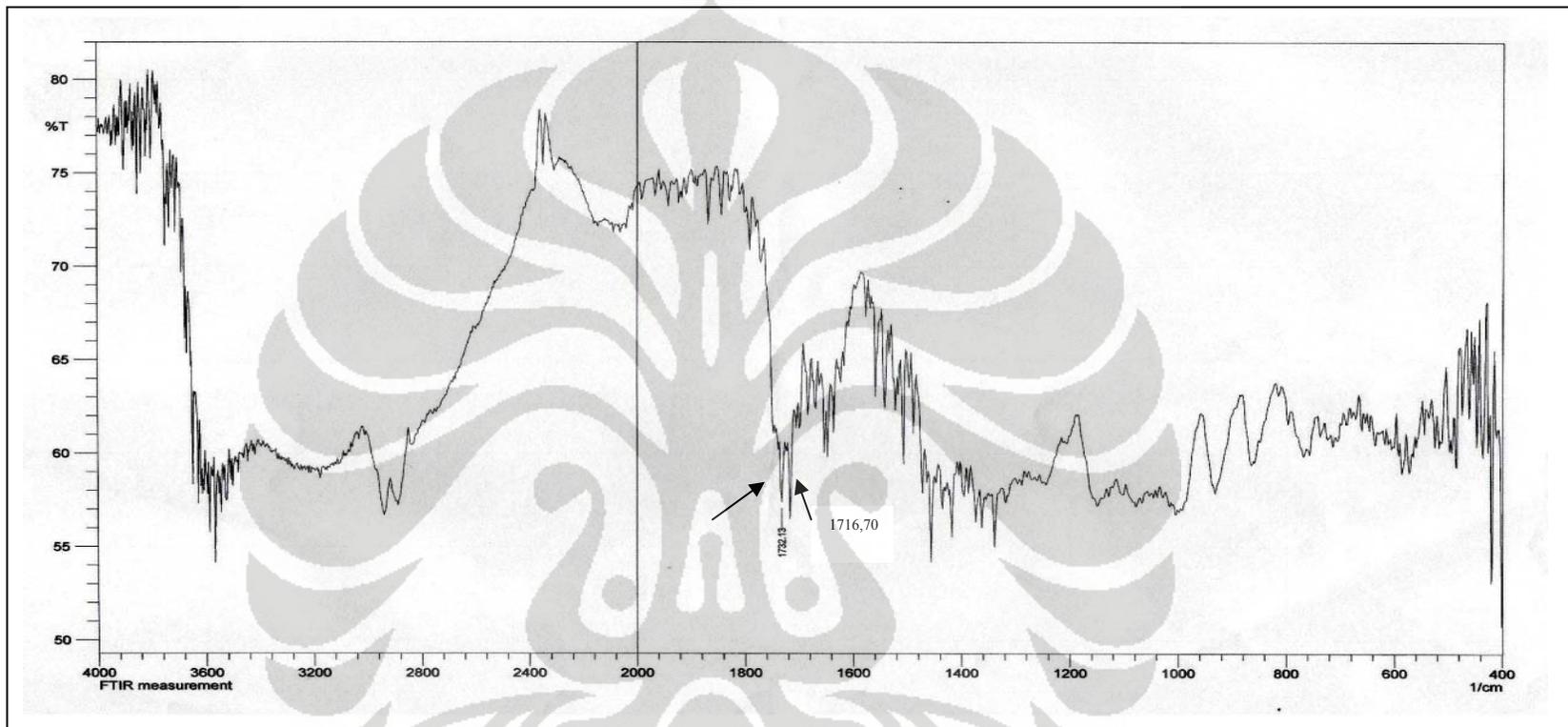
Gambar 12. Spektrum IR Pati asetat pada kondisi 1,5 menit, suhu 85⁰C

Keterangan: Pati asetat ini dibuat pada kondisi 1,5 menit, 85⁰C terdapat gugus karbonil pada bilangan gelombang 1732,13 dan 1716,70 cm⁻¹ . pada pati asetat ini terdapat gugus karbonil namun intensitas yang diberikan tidak sebesar pada amilosa asetat dengan kondisi yang sama dengan derajat substitusi 0,055.



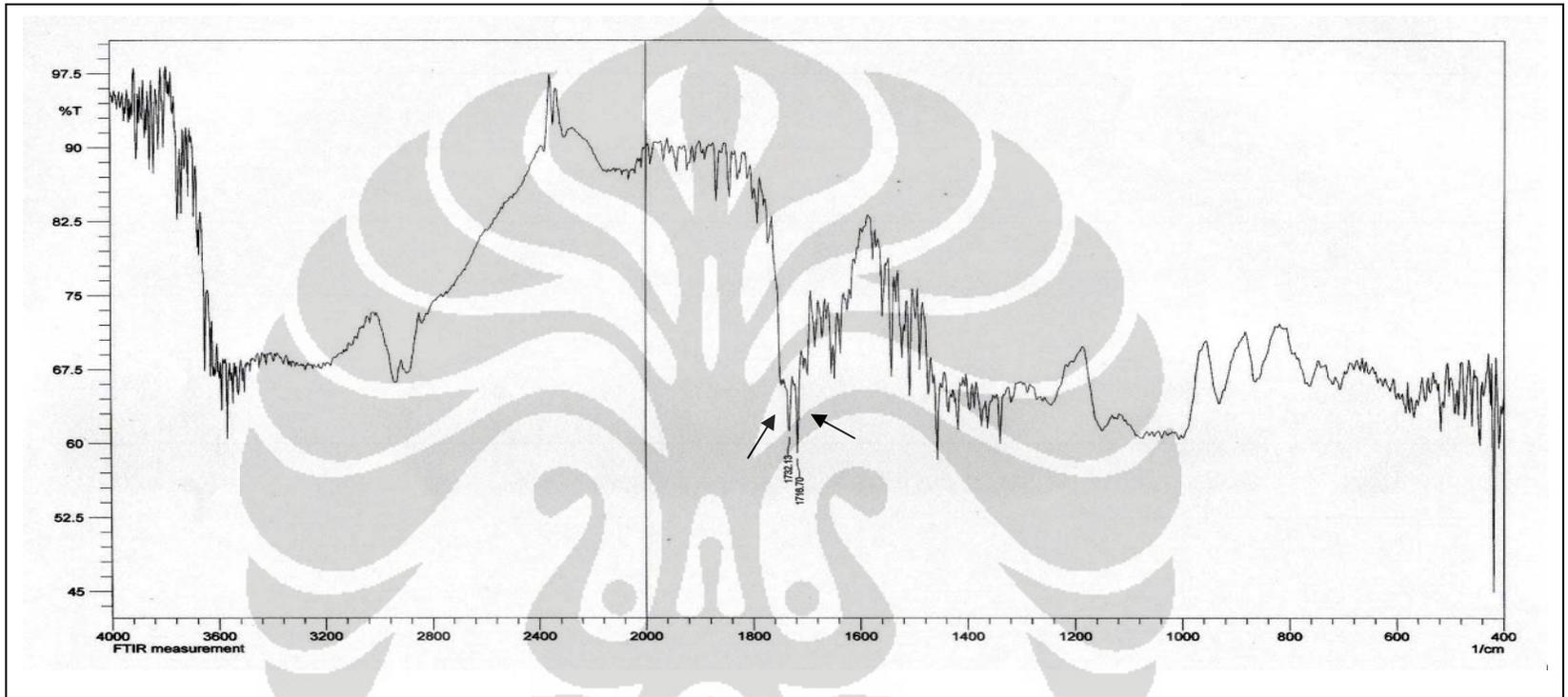
Gambar 13. Spektrum IR Pati asetat pada kondisi 2,5 menit, suhu 95⁰C

Keterangan: Pati asetat ini dibuat pada kondisi 2,5 menit, 95⁰C terdapat gugus karbonil pada bilangan gelombang 1732,13 dan 1716,70 cm⁻¹. pada pati asetat ini terdapat gugus karbonil namun intensitas yang diberikan tidak sebesar pada amilosa asetat dengan kondisi yang sama dengan derajat substitusi 0,064



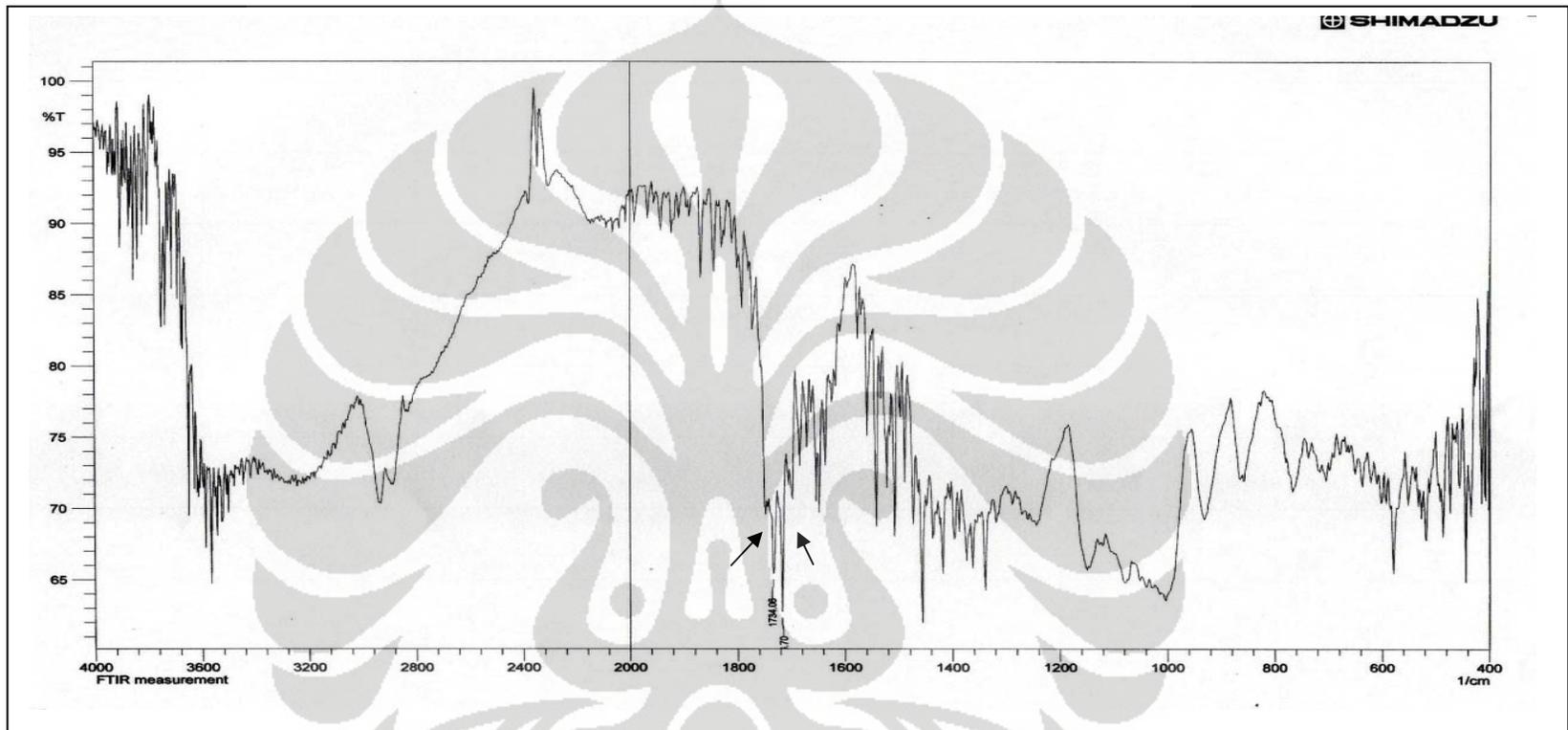
Gambar 14. Spektrum IR Pati asetat pada kondisi 3,5 menit, suhu 105⁰C

Keterangan: Pati asetat ini dibuat pada kondisi 3,5 menit, 105⁰C terdapat gugus karbonil pada bilangan gelombang 1732,13 dan 1716,70 cm⁻¹. Pada pati asetat ini terdapat gugus karbonil namun intensitas yang diberikan tidak sebesar pada amilosa asetat dengan kondisi yang sama dengan derajat substitusi 0,067



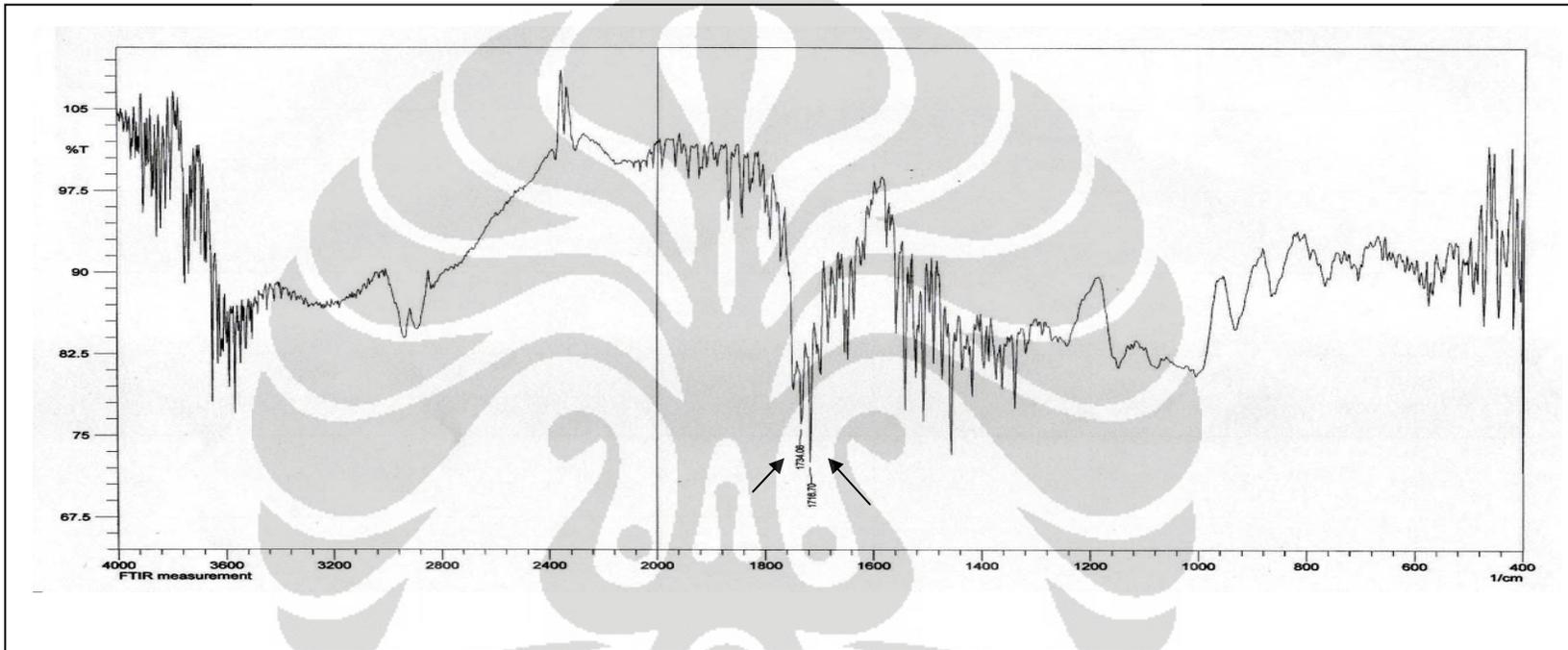
Gambar 15. Spektrum IR Pati asetat pada kondisi 4 menit, suhu 110⁰C

Keterangan: Pati asetat ini dibuat pada kondisi 4 menit, 110⁰C terdapat gugus karbonil pada bilangan gelombang 1732,13 dan 1716,70 cm⁻¹ . Pati asetat ini terdapat gugus karbonil dengan intensitas yang semakin besar dengan derajat substitusi 0,074



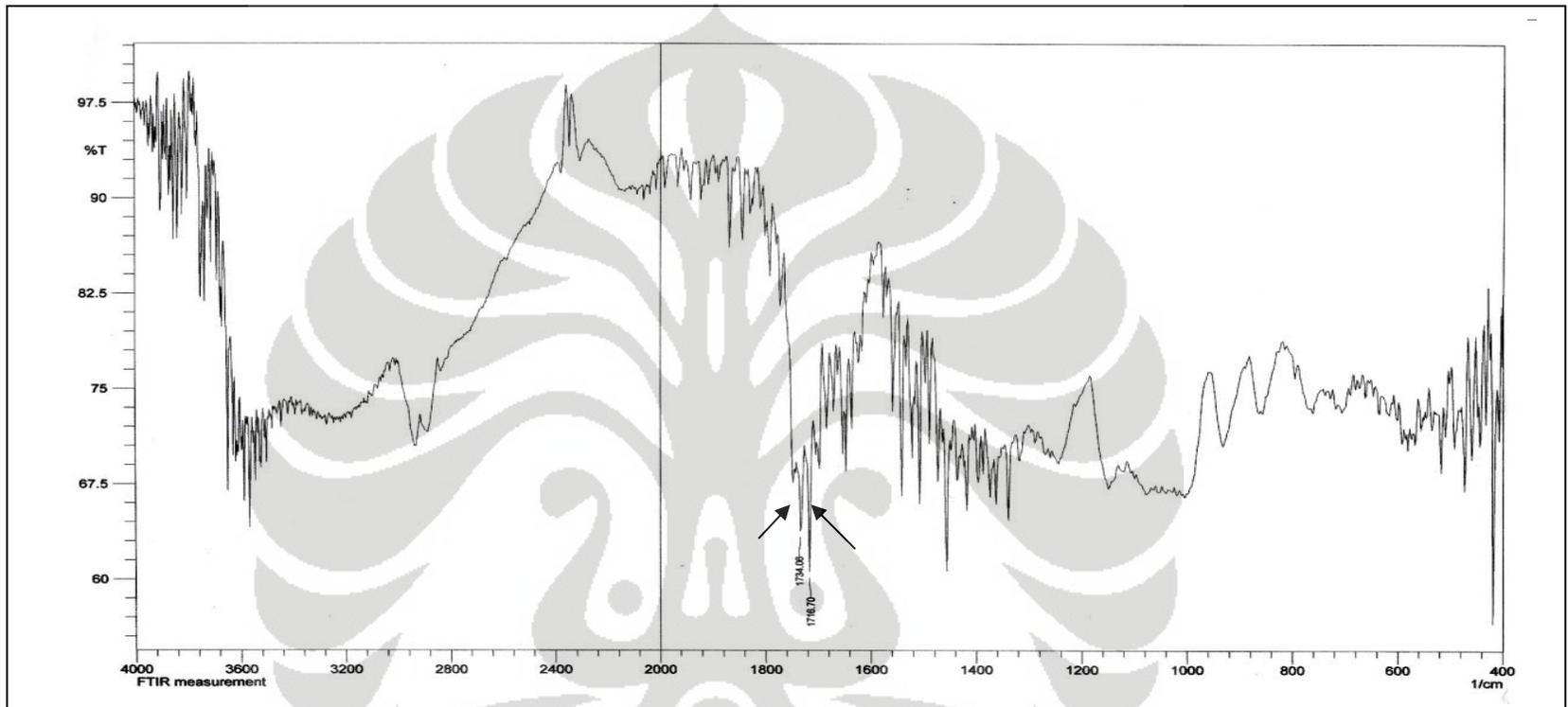
Gambar 16. Spektrum IR Pati asetat pada kondisi 5 menit, suhu 120⁰C

Keterangan: Pati asetat ini dibuat pada kondisi 5 menit, 120⁰C terdapat gugus karbonil pada bilangan gelombang 1732,13 dan 1716,70 cm⁻¹ . Pati asetat ini terdapat gugus karbonil dengan intensitas yang semakin besar dengan derajat substitusi 0.081



Gambar 17. Spektrum IR Pati asetat pada kondisi 6 menit, suhu 130⁰C

Keterangan: Pati asetat ini dibuat pada kondisi 6 menit, 130⁰C terdapat gugus karbonil pada bilangan gelombang 1732,13 dan 1716,70 cm⁻¹. Pati asetat ini terdapat gugus karbonil dengan intensitas yang semakin besar dengan derajat substitusi 0,085



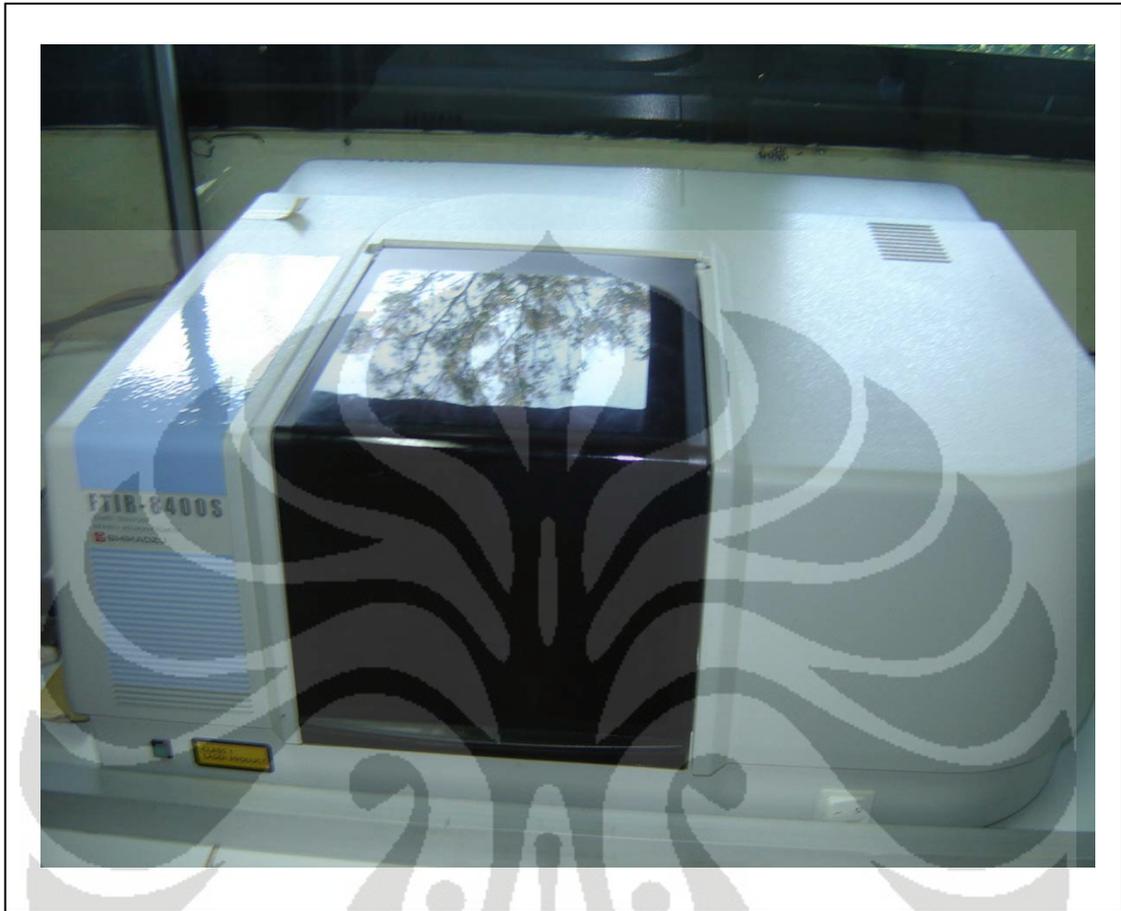
Gambar 18. Spektrum IR Pati asetat pada kondisi 7 menit, suhu 140⁰C

Keterangan: Pati asetat ini dibuat pada kondisi 7 menit, 140⁰C terdapat gugus karbonil pada bilangan gelombang 1732,13 dan 1716,70 cm⁻¹ . Pati asetat ini terdapat gugus karbonil dengan intensitas yang semakin besar dengan derajat substitusi 0,093

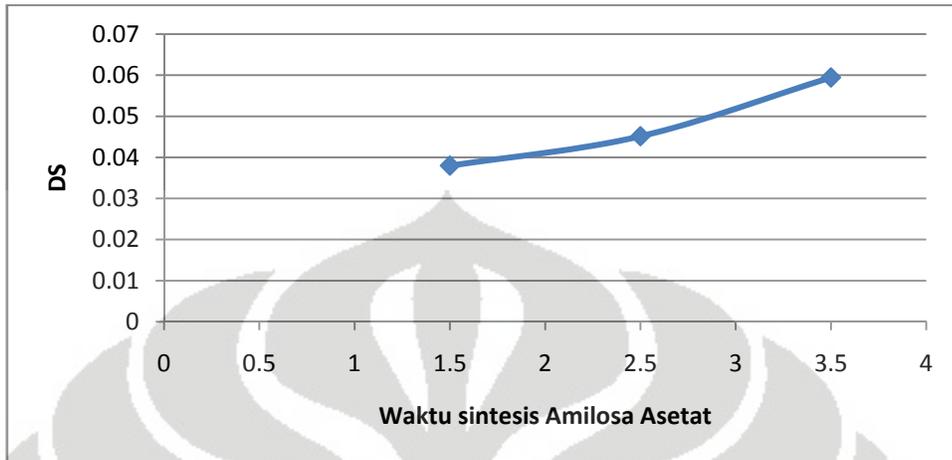


Gambar 19. Oven *Microwave* digital

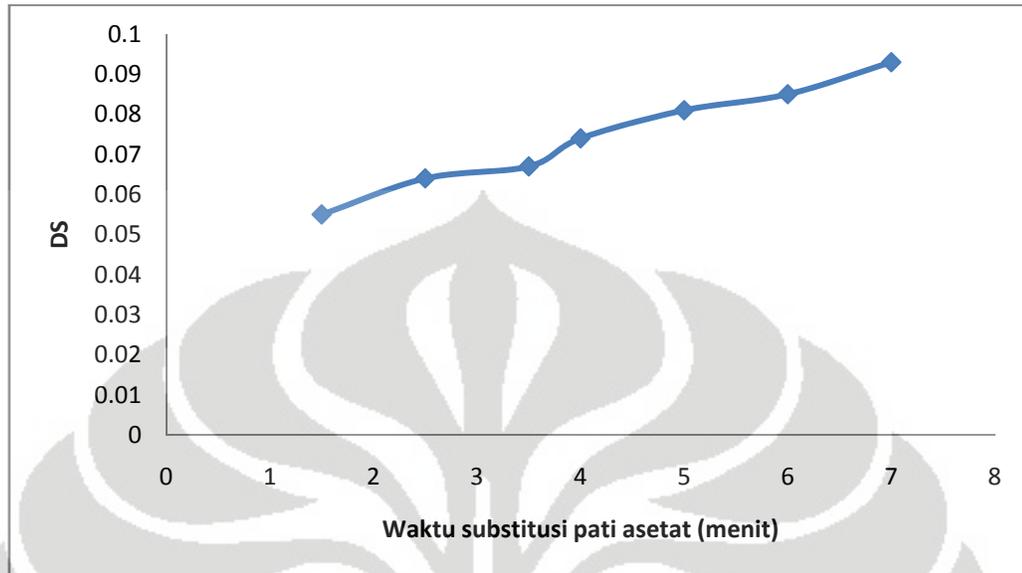
Keterangan : *microwave* digital merk sanyo, 800 watt, kapasitas maksimum 20 liter. Digunakan untuk sintesis pati dan amilosa dengan asetat anhidrida.



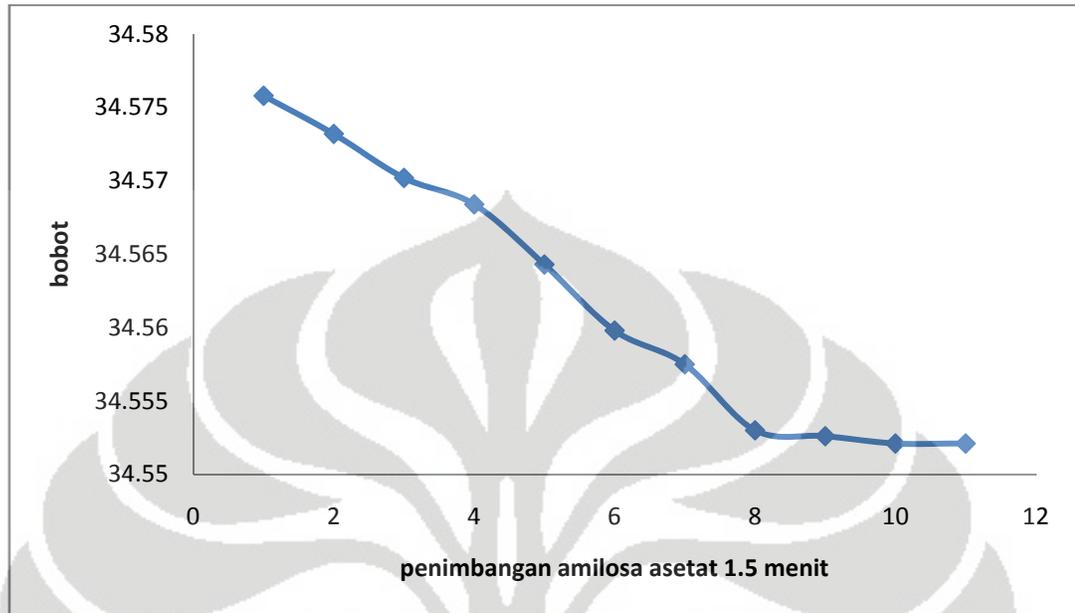
Gambar 20. FT-IR -8400S, shimadzu



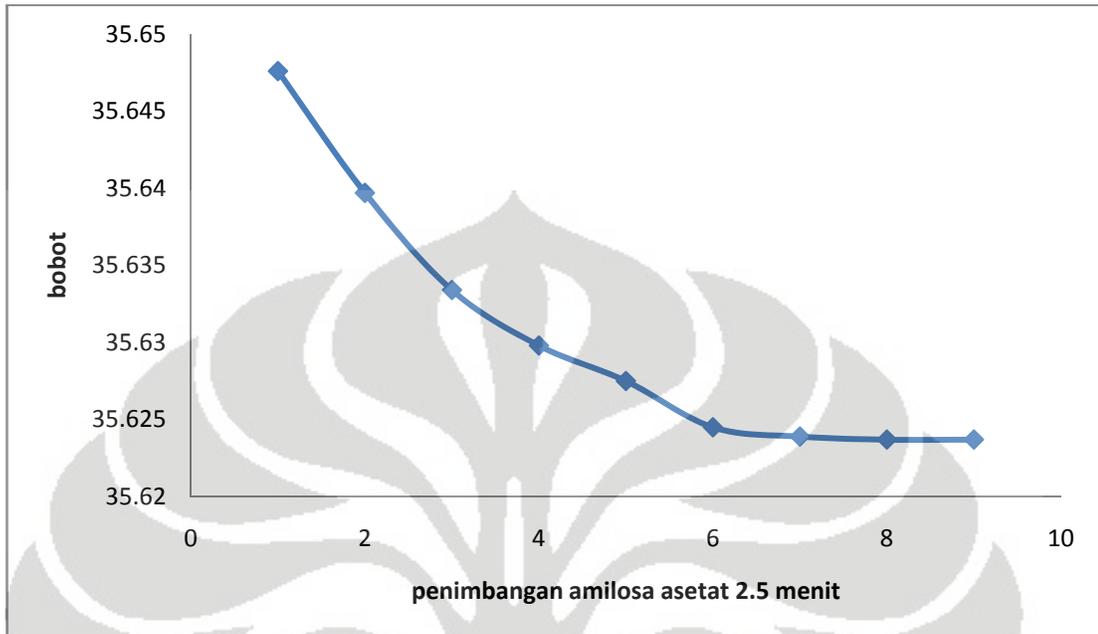
Gambar 21. Kurva hubungan waktu substitusi amilosa asetat dengan derajat substitusi



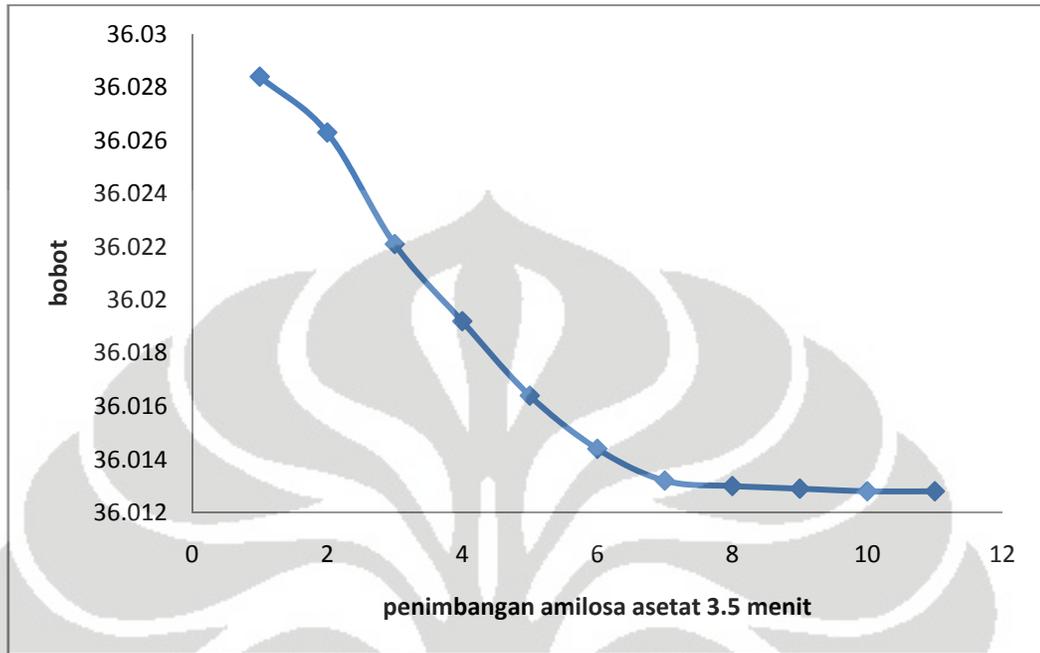
Gambar 22. Kurva hubungan waktu substitusi pati asetat dengan derajat substitusi (DS)



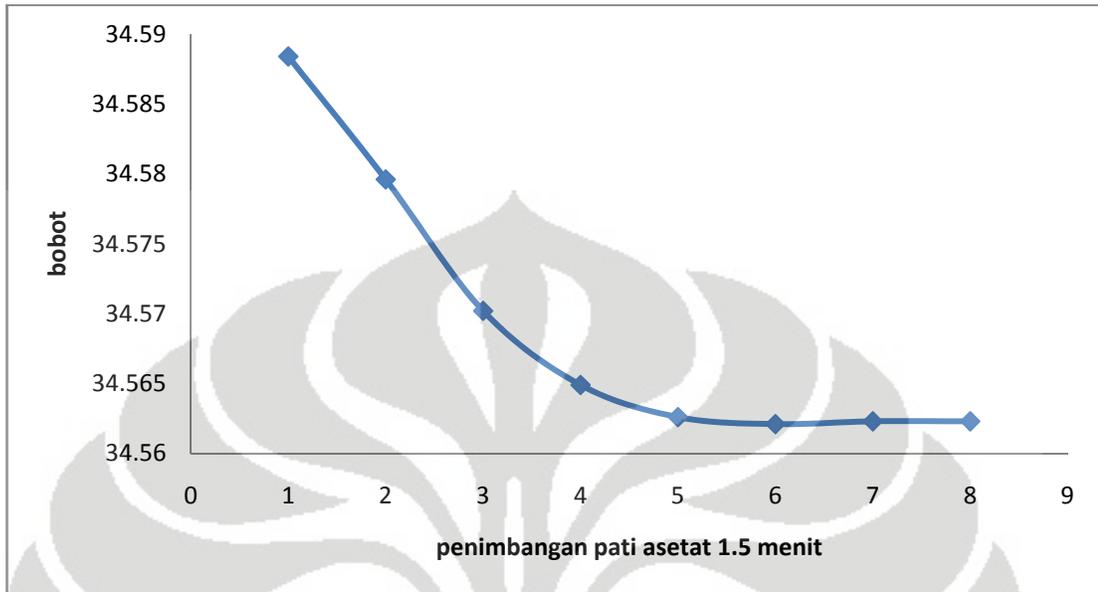
Gambar 23. Kurva susut pengeringan amilosa asetat kondisi sintesis 1.5 menit dengan suhu 85°C



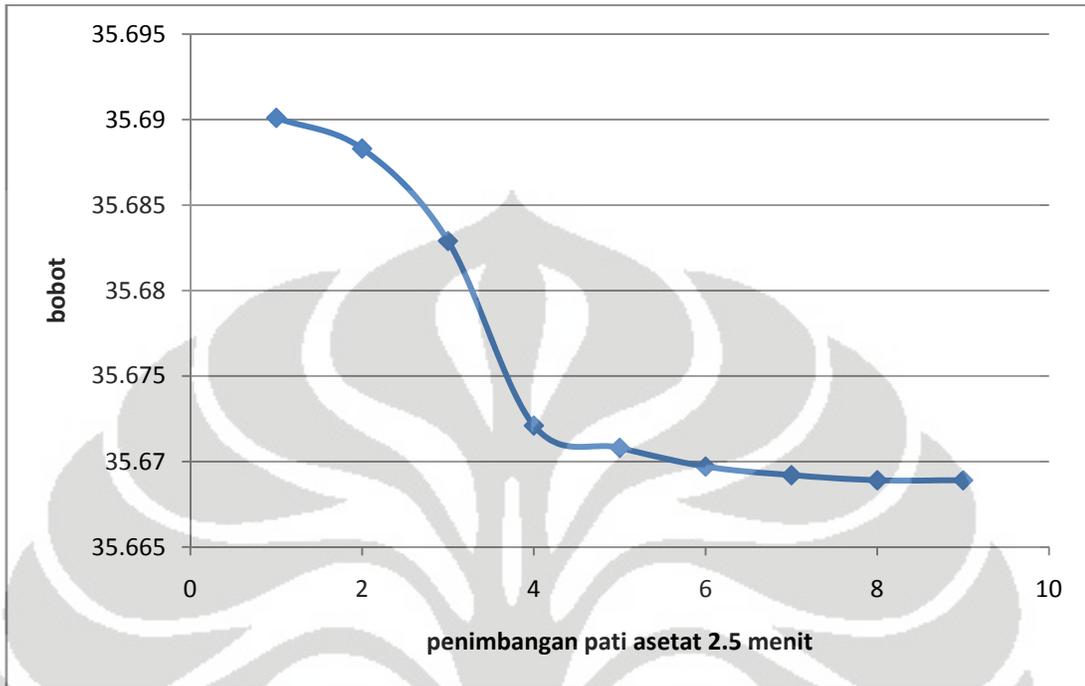
Gambar 24. Kurva susut pengeringan amilosa asetat kondisi sintesis 2.5 menit dengan suhu 95°C



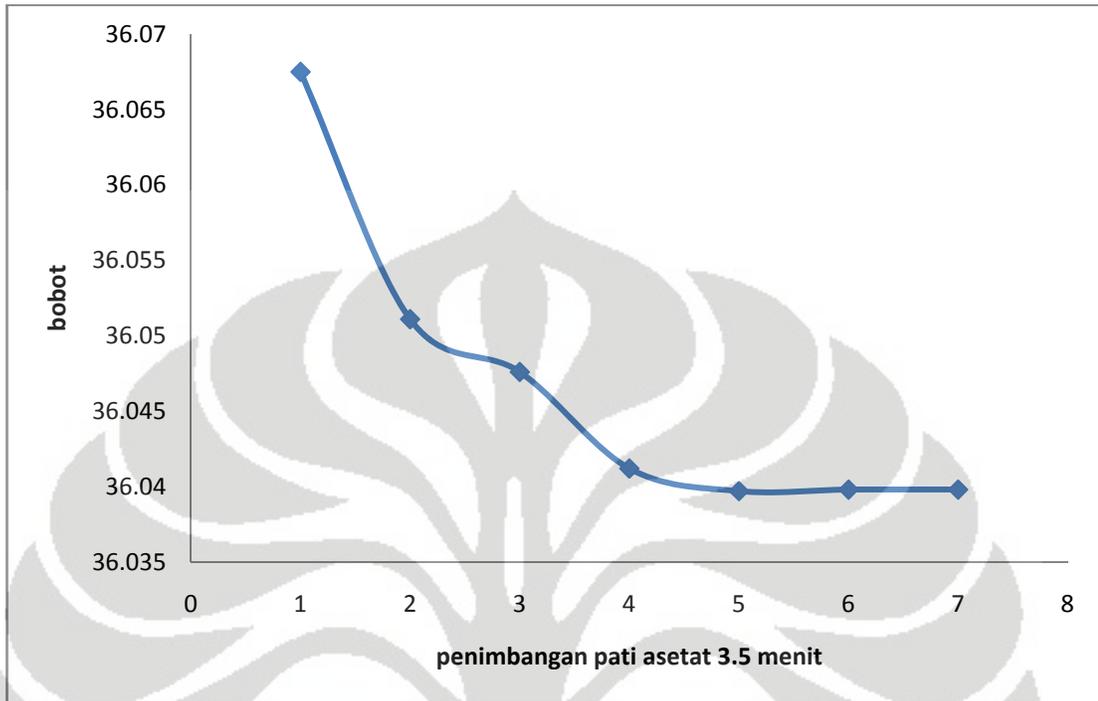
Gambar 25. Kurva susut pengeringan amilosa asetat kondisi sintesis 3.5 menit dengan suhu 105°C



Gambar 26. Kurva susut pengeringan Pati asetat kondisi sintesis 1.5 menit dengan suhu 85⁰C



Gambar 27. Kurva susut pengeringan Pati asetat kondisi sintesis 2.5 menit dengan suhu 95⁰C



Gambar 28. Kurva susut pengeringan Pati asetat kondisi sintesis 3.5 menit dengan suhu 105⁰C

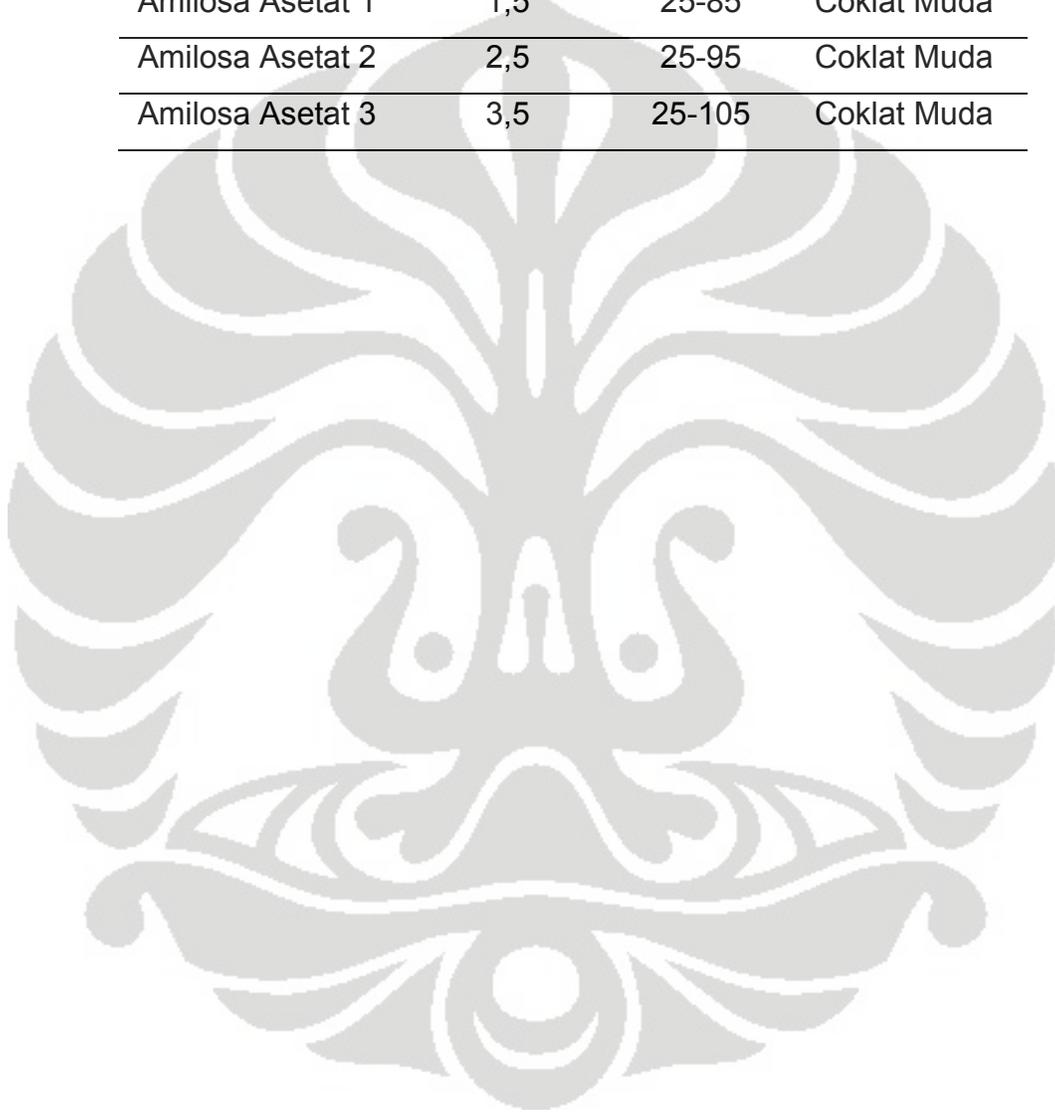


Tabel 3. Data waktu dan suhu sintesis ester pati asetat menggunakan metode pemanasan *microwave*

Sampel	Waktu (Menit)	Suhu ($^{\circ}\text{C}$)	Hasil Fisik
Pati Asetat 1	1,5	25-85	Putih Bersih
Pati Asetat 2	2,5	25-95	Putih Bersih
Pati Asetat 3	3,5	25-105	Putih Bersih
Pati Asetat 4	4,0	25-110	Putih Bersih
Pati Asetat 5	5,0	25-120	Putih Bersih
Pati Asetat 6	6,0	25-130	Putih Bersih
Pati Asetat 7	7,0	25-140	Putih Bersih

Tabel 4. Data waktu dan suhu pembuatan amilosa asetat menggunakan metode *microwave*

Sampel	Waktu (Menit)	Suhu(⁰ C)	Hasil Fisik
Amilosa Asetat 1	1,5	25-85	Coklat Muda
Amilosa Asetat 2	2,5	25-95	Coklat Muda
Amilosa Asetat 3	3,5	25-105	Coklat Muda



Tabel 5. Derajat substitusi amilosa asetat secara titrasi asam basa dan potensiometri

Sampel/Waktu(Menit)	Berat Sampel (g)	Volume HCl		DS
		Blank (ml)	Sampel (ml)	
Amilosa Asetat/1,5	0,5010	5,25	4,45	0,037
Amilosa Asetat/2,5	0,5006	5,25	4,30	0,045
Amilosa Asetat/3,5	0,5001	5,25	4,00	0,059

Sampel/Waktu(Menit)	Berat Sampel (g)	Volume HCl (Potensiometri)		DS
		Blank (ml)	Sampel (ml)	
Amilosa Asetat/3,5	0,0754	1,06	0,74	0,106

Keterangan :

Pada tiap sampel (amilosa asetat) dan amilosa hasil isolasi sudah ditambahkan sejumlah aquadest bebas CO₂, fenoftalein dan ditambahkan NaOH secara kuantitatif dengan jumlah yang sama banyak.

- Blank (ml) HCl : didapat dari titrasi amilosa hasil isolasi yang diberikan perlakuan yang sama seperti amilosa asetat menunjukkan banyaknya NaOH berlebih yang bereaksi dengan HCl
- Sampel (ml) HCl : didapat dari titrasi amilosa asetat, menunjukkan banyaknya NaOH berlebih yang bereaksi dengan HCl
- DS(Derajat Substitusi): menunjukkan banyak substitusi asetat pada setiap anhidroglukosa gugus hidroksil. Nilai DS diperoleh menggunakan rumus yang tertera pada Lampiran 2. DS sebesar 0,059 menunjukkan setiap 1000 anhidroglukosa memiliki 59 asetat yang tersubstitusi pada hidroksil.

Tabel 6. Derajat substitusi pati asetat

Sampel/Waktu (Menit)	Berat Sampel (g)	Volume HCl (ml)		DS
		Blank	Sampel	
Pati Asetat /1,5	0,5001	5,45	4,30	0,055
Pati Asetat /2,5	0,5003	5,45	4,10	0,064
Pati Asetat /3,5	0,5005	5,45	4,05	0,067
Pati Asetat /4,0	0,5002	5,45	3,90	0,074
Pati Asetat /5,0	0,5010	5,45	3,75	0,081
Pati Asetat /6,0	0,5017	5,45	3,65	0,085
Pati Asetat /7,0	0,5005	5,45	3,50	0,093

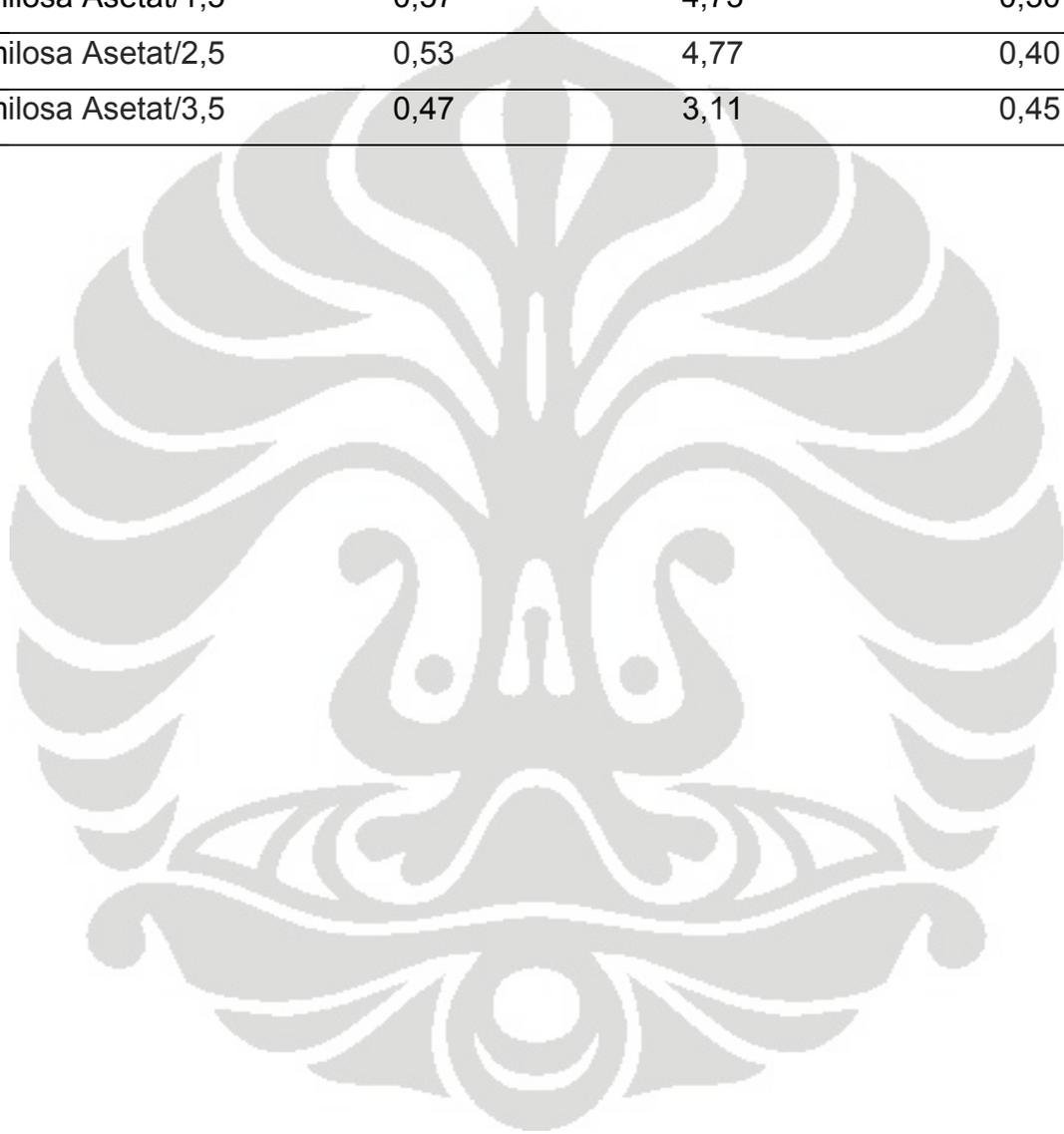
Keterangan :

Pada tiap sampel (pati asetat) dan pati murni sudah ditambahkan sejumlah aquadest bebas CO₂, fenofalein dan ditambahkan NaOH secara kuantitatif dengan jumlah yang sama banyak.

- Blank (ml) HCl : didapat dari titrasi pati murni yang diberikan perlakuan yang sama seperti pati asetat menunjukkan banyaknya NaO berlebih yang bereaksi dengan HCl
- Sampel (ml) HCl : didapat dari titrasi pati asetat, menunjukkan banyaknya NaOH berlebih yang bereaksi dengan HCl
- DS(Derajat Substitusi) menunjukkan banyak substitusi asetat pada setiap anhidroglukosa gugus hidroksil Nilai DS diperoleh menggunakan rumus yang tertera pada Lampiran 2. DS sebesar 0,093 menunjukkan setiap 1000 anhidroglukosa memiliki 93 asetat yang tersubstitusi pada hidroksil.

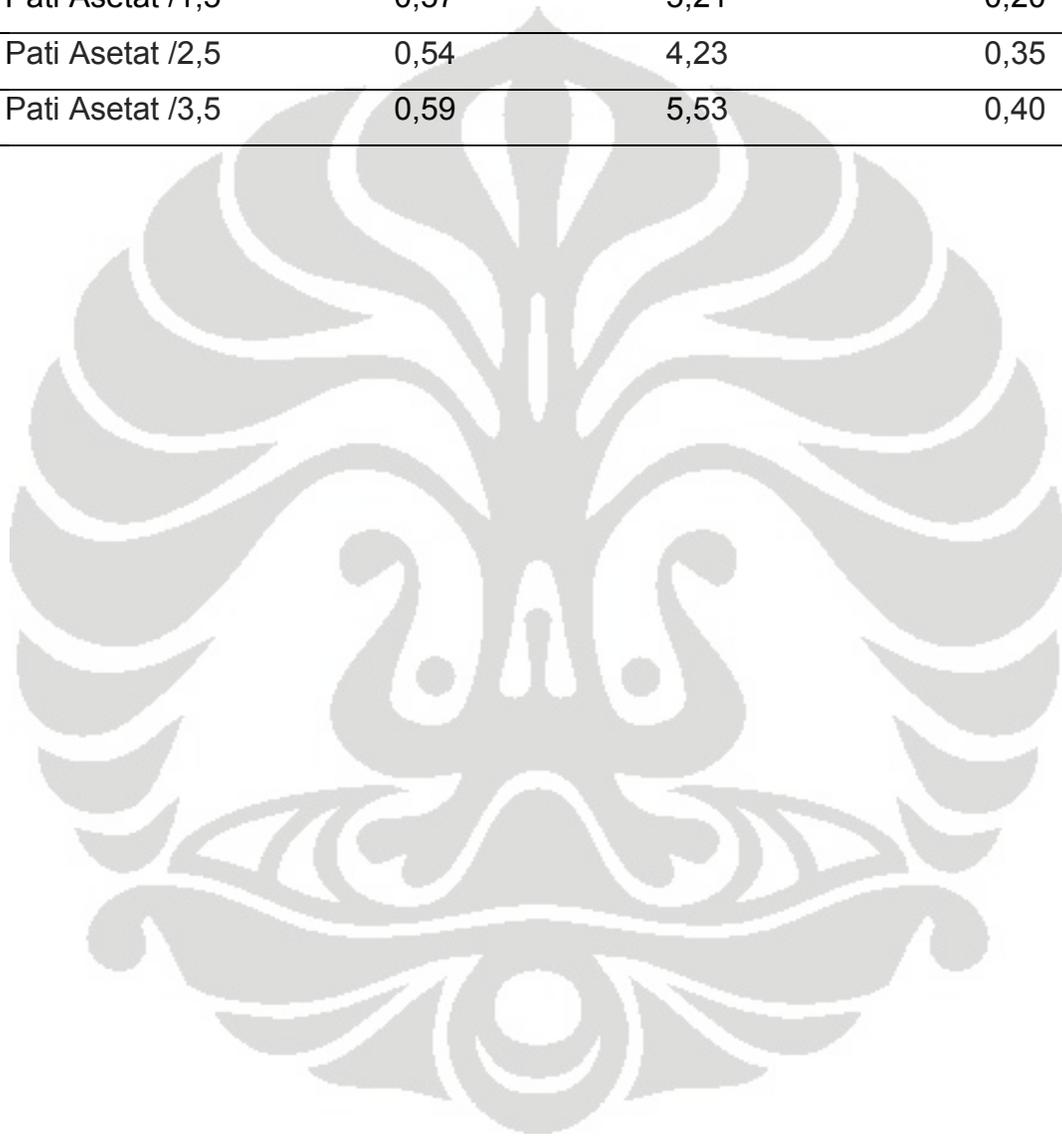
Tabel 7. Karakterisasi amilosa asetat

Sampel/Waktu(Menit)	% Sisa Pemijaran	% Susut Kering	Derajat Keasaman (ml)
Amilosa Asetat/1,5	0,57	4,73	0,30
Amilosa Asetat/2,5	0,53	4,77	0,40
Amilosa Asetat/3,5	0,47	3,11	0,45



Tabel 8. Karakterisasi pati asetat

Sampel/Waktu(Menit)	% Sisa Pemijaran	% Susut Kering	Derajat Keasaman (MI)
Pati Asetat /1,5	0,57	5,21	0,20
Pati Asetat /2,5	0,54	4,23	0,35
Pati Asetat /3,5	0,59	5,53	0,40



Tabel 9. Sisa pemijaran amilosa asetat

Keterangan	Amilosa Asetat 1,5 (Menit)/g	Amilosa Asetat 2,5(Menit)/g	Amilosa Asetat 3,5(Menit)/g
Bobot Awal	33,3182	34,2246	35,2743
Sampel	0,5012	0,5009	0,5008
Penimbangan 0	33,8194	34,7255	35,7751
1	33,3249	34,2297	35,2813
2	33,3244	34,2280	35,2788
3	33,3240	34,2276	35,2775
4	33,3237	34,2273	35,2769
5	33,3233	34,2273	35,2767
6	33,3220		35,2767
7	33,3211		
8	33,3211		
% Sisa Pemijaran	0,57	0,53	0,47

Tabel 10. Sisa pemijaran pati asetat

Keterangan	Pati Asetat 1,5 (Menit)/g	Pati Asetat 2,5(Menit)/g	Pati Asetat 3,5(Menit)/g
Bobot Awal	26,0316	33,1801	36,9473
Berat Sampel	0,5018	0,5015	0,5012
Penimbangan 0	26,5334	33,6816	37,4485
1	26,0359	33,1957	36,9588
2	26,0354	33,1898	36,9573
3	26,0351	33,1868	36,9561
4	26,0347	33,1836	36,9553
5	26,0346	33,1828	36,9524
6	26,0345	33,1828	36,9509
7	26,0345		36,9503
8			36,9503
%Sisa Pemijaran	0,57	0,54	0,59

Tabel 11. Susut pengeringan amilosa asetat

Keterangan		Amilosa Asetat 1,5(Menit)/g	Amilosa Asetat 2,5(Menit)/g	Amilosa Asetat 3,5(Menit)/g
Bobot Awal		34,075	35,1471	35,5272
Sampel		0,5008	0,5005	0,5012
Penimbangan	1	34,5758	35,6476	36,0284
	2	34,5732	35,6397	36,0263
	4	34,5702	35,6334	36,0221
	5	34,5684	35,6298	36,0192
	6	34,5643	35,6275	36,0164
	7	34,5598	35,6245	36,0144
	8	34,5575	35,6239	36,0132
	9	34,5530	35,6237	36,0130
	10	34,5526	35,6237	36,0129
	11	34,5521		36,0128
	12	34,5521		36,0128
% Susut				
Pengeringan		4,73	4,78	3,11

Tabel 12. Susut pengeringan pati asetat

Penimbangan	Pati Asetat 1,5(Menit)/g	Pati Asetat 2,5(Menit)/g	Pati Asetat 3,5(Menit)/g
Bobot Awal	34,088	35,189	35,5667
Sampel	0,5004	0.5011	0.5008
Penimbangan 1	34,5884	35,6901	36,0675
2	34,5796	35,6883	36,0511
3	34,5702	35,6829	36,0476
4	34,5649	35,6721	36,0412
5	34,5626	35,6708	36,0397
6	34,5621	35,6697	36,0398
7	34,5623	35,6692	36,0398
8	34,5623	35,6689	
9		35,6689	
% Susut Pengeringan	5,21	4,23	5,53



Lampiran 1

Perhitungan Normalitas

$$V \text{ HCl} \times N \text{ HCl} = \frac{\text{mg Na tetraborat}}{\text{BE Na tetraborat}}$$

V HCl : Volume HCl (ml)

N HCl : Normalitas HCl (mol/L)

mg Na tetraborat : Berat Na tetraborat (mg)

BE Na tetraborat : Berat molekul / ekivalen $\rightarrow 381.44/2$ (g/mol)

Lampiran 2

Perhitungan derajat substitusi amilosa asetat dan pati asetat

$$DS = \frac{162 \times N \text{ HCl} \times (V \text{ blanko} - V \text{ sampel})}{1000 \times M \text{ sampel}}$$

DS : Derajat Substitusi

N HCl : Normalitas HCl (mol/L)

M sampel : Berat sampel (g)

V Blanko/sampel : Volume HCl Blanko/ Sampel (ml)

162 : BM glukosa (g/mol)

Lampiran 3
Sertifikat analisa pati singkong



Certificate Of Ana.

No.004/Am/Lab/11/09.

Product : AMYLUM MANIHOT.
Batch No. : 290225.
Quantity : 5000 Kgs.
Customer : -

Discription : Principally simple granules, subspherical, mullershaped or rounded polyhedral, smaller granules 5 to 10 μ m, large granules 20 to 35 μ m in diameter, hilum central, punctate, linear or triradiate, striations, faint, concentric, compound granules, few of two to three unequal components.

Identification : Organoleptic and microscopic : pass
Qualitative test : pass

Acidity : 0,24 ml.

Viscosity (Mucilago) : 2800 Cps (2500 Cps – 3500 Cps).

Clarity : Pass.

Loss on drying : 11,25 % (when dried to constant weight at 105 °C loses not more than 15,0 % of its weight).

pH : 5,12.

Best Before : February 2010 (store in dry place).

Microbial Limits

Parameter	Results	Specification
Total Plate Count	2300 cfu / g	\leq 3000 cfu / g
Yeasts / Moulds	1400 cfu / g	\leq 2×10^3 cfu / g
E. coli	Absent	Absent

Conclusion : It conform to british Pharmacopeia 1993 p.651.

Candiwates, March 2009.

PT. PIM PHARMACEUTICAL

Drs. Bambang Rijanto, Apt.
Q.A Manager.