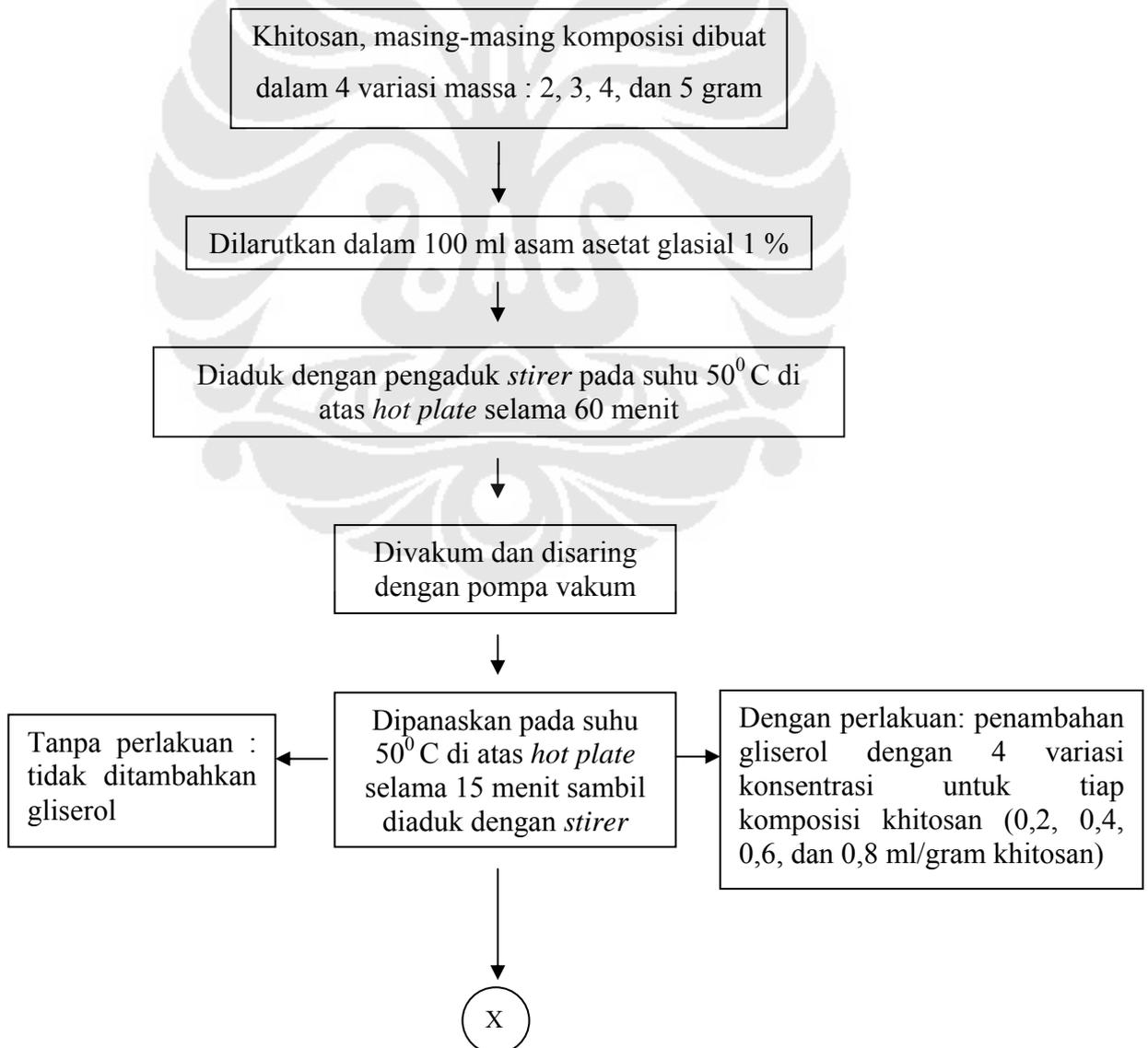


BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 DIAGRAM ALIR PENELITIAN

Proses pembuatan *edible film* khitosan dilakukan melalui proses pelarutan, pemanasan, pengadukan, penyaringan, penuangan larutan pada cetakan, pengeringan, dan pengelupasan *film* dari cetakan. Tahap-tahap tersebut dapat dilihat pada diagram alir di bawah ini :



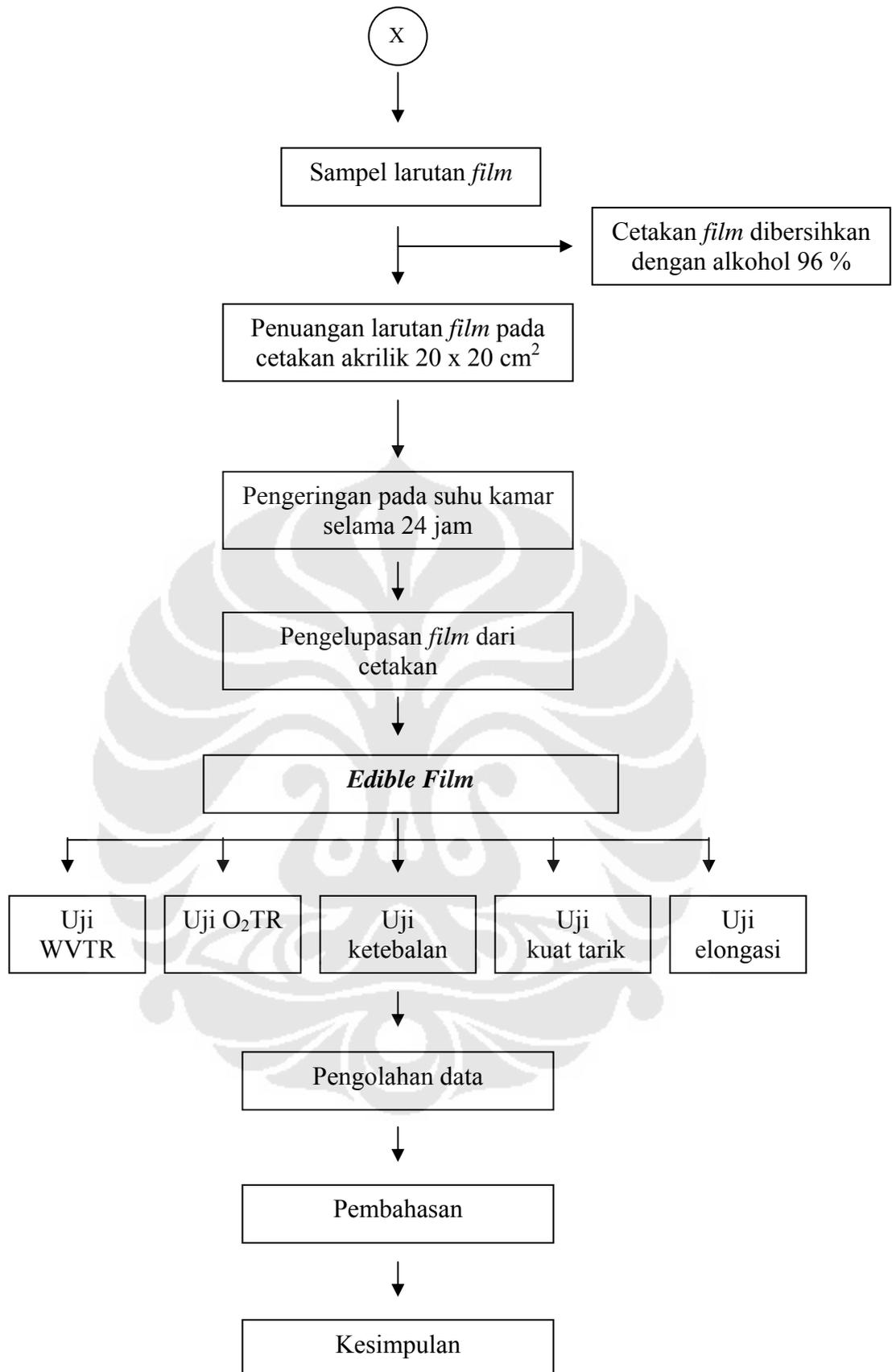


Foto-foto proses pembuatan *edible film* dapat dilihat pada Lampiran 5. Proses pembuatan edible film khitosan ini dilakukan di Balai Besar Kimia dan Kemasan (BBKK) Jl. Balai Kimia No.1, Pekayon, Pasar Rebo Jakarta Timur.

3.2 BAHAN DAN ALAT

3.2.1 Bahan

1. Khitosan (spesifikasi pada Lampiran 1)
2. Asam asetat glasial 1%
3. Aquades
4. *Plasticizer* gliserol

3.2.2 Alat

Peralatan yang dipergunakan dalam penelitian ini antara lain :

- | | |
|--|---|
| 1. <i>Hot Plate</i> dengan <i>stirer</i> | 9. Labu erlemeyer |
| 2. Thermometer | 10. Gelas ukur |
| 3. Pompa vakum | 11. Kertas saring |
| 4. Beaker glass | 12. Corong penyaring vakum |
| 5. Gelas ukur | 13. Media cetak (akrilik) |
| 6. Hygrometer | 14. Neraca |
| 7. Lakban | 15. Pipet Volume |
| 8. Alat uji fisik <i>edible film</i> | 16. Alat uji SEM
(<i>Scanning Electron Microscope</i>) |

Foto-foto bahan dan alat dapat dilihat pada Lampiran 3 dan 4.

3.3 PROSEDUR PENELITIAN

3.3.1 Pembuatan *edible film*

Prosedur pembuatan *edible film* khitosan adalah modifikasi metode Vojdani dan Torres dalam Butler, *et. al.*,^[28], prosedur pembuatan tersebut sebagai berikut :

1. Masing-masing komposisi khitosan (2, 3, 4, dan 5 gram) khitosan dilarutkan dengan 100 ml asam asetat glasial 1%. Proses pelarutan dilakukan sedikit demi sedikit supaya terbentuk gel campuran khitosan dan asam asetat glasial secara sempurna.
2. Larutan khitosan dipanaskan pada suhu 50 °C di atas *hot plate* selama 60 menit dengan pengadukan menggunakan *stirer*. Proses ini menyempurnakan pembentukan gel campuran khitosan dan asam asetat glasial.

3. Larutan khitosan kemudian divakum dan disaring dengan bantuan pompa vakum, agar gelembung udara dan kotoran yang terperangkap di dalam larutan dapat hilang.
4. Kemudian larutan khitosan dipanaskan kembali pada suhu 50 °C selama 15 menit, selama pemanasan dilakukan pengadukan dan penambahan *plasticizer* gliserol (dengan variabel konsentrasi 0,2, 0,4, 0,6, dan 0,8 ml/gram khitosan) untuk tiap masing-masing komposisi khitosan (2, 3, 4, dan 5 gram), untuk sampel tanpa penambahan gliserol cukup diaduk saja selama 15 menit pada suhu 50 °C. Pengadukan dilakukan untuk mencegah pembentukan gumpalan khitosan. Selama pencampuran dan pemanasan larutan *film* terjadi reaksi antara khitosan dan asam asetat glasial dengan penambahan atau tanpa penambahan gliserol.
5. Setelah batas waktu 15 menit tercapai, diharapkan campuran telah homogen. Larutan *edible film* khitosan dituang kemedi cetak yang berupa akrilik (20 x 20 cm²), yang sebelumnya terlebih dahulu dibersihkan dengan alkohol 96%. Bagian pinggir dari akrilik dibatasi dengan lakban untuk mencegah keluarnya larutan. Setiap sampel dituangkan kedalam media cetak yang berjumlah sama, agar diketahui perbedaan ketebalan masing-masing sampel sejalan dengan penambahan konsentrasi *plasticizer*.
6. Kemudian *edible film* yang telah siap didinginkan pada suhu kamar selama kurang lebih 24 jam, pendinginan ini dimaksudkan agar larutan *edible film* khitosan tersebut membeku dan membentuk lembaran *edible* khitosan.
7. Lembaran *edible film* khitosan kemudian dikelupas dari media cetak, untuk kemudian dilakukan pengujian terhadap sifat fisik dari *edible film* khitosan tersebut.

3.3.2 Pengujian sifat fisik *edible film* khitosan

Secara umum parameter sifat fisik yang penting yang diukur dan diamati dari *edible film* berbahan dasar khitosan pada penelitian ini adalah kekuatan tarik (*tensile strength*), persen pemanjangan (*elongation to break*), permeabilitas terhadap uap air dan gas (uji WVTR dan O₂TR), serta ketebalan dari *edible film* tersebut. Variabel komposisi khitosan (dalam gram) serta banyaknya penambahan

plasticizer (dalam ml/gram) pada pembuatan *edible film* mempengaruhi parameter-parameter penting tersebut diatas.

3.3.2.1 Pengujian kekuatan tarik (*tensile strength*) dan persen pemanjangan (*elongation*) (ASTM D882,1997)^[48]

Alat yang digunakan adalah *Tensile Strength and Elongation Stograph*-MI Toyoseiki yang dapat dilihat pada Lampiran 4. Kuat tarik ditentukan berdasarkan beban maksimum pada saat *film* putus dan persentase pemanjangan berdasarkan pada penambahan panjang *film* pada saat putus. Nilai kekuatan tarik dan perpanjangan (% elongasi) diukur berdasarkan rumus :

$$\text{KuatTarik} = \frac{F}{A} ; \dots\dots\dots(3.1)$$

dimana : F = gaya kuat tarik (kgf), sedangkan A = luas alas sampel (cm²)

$$\% \text{Elongasi} = \frac{\text{Panjang setelah putus} - \text{panjang awal}}{\text{Panjang awal}} \times 100\% \dots\dots\dots(3.2)$$

Persiapan bahan uji :

1. Bahan dikondisikan sesuai dengan suhu dan RH (*Relative Humidity*) standar.
2. Siapkan minimal 5 lembar contoh masing-masing untuk arah mesin dan silang mesin.
3. Potong contoh uji sesuai dengan ukuran :
Untuk *film*: - lebar 1,5 cm
- panjang 20 cm

Prosedur pengujian :

1. Contoh uji dijepit dengan chuk (penjepit) sepanjang ±10 cm antar penjepit atas dan bawah.
2. Catat panjang mula-mula/awal, penunjukan pada grafik posisi di posisi 0 (nol).
3. Hidupkan knop *start*, maka alat akan bergerak untuk menarik contoh uji sampai putus.
4. Catat juga pada bagian *recorder* atau grafik.
5. Catat panjang setelah putus atau panjang akhir.
6. Contoh uji dikeluarkan dengan cara membuka chuk (penjepit).

7. Kembalikan chuk (penjepit) keposisi semula dengan menekan knop *reverse*.
8. Ulangi pengujian seperti prosedur diatas, sebanyak minimal 5 kali.

(Sumber : Modul pedoman praktikum karakteristik polimer.^[49])

3.3.2.2 Pengujian Laju Transmisi Uap Air (*Water Vapor Transmission Rate/WVTR*) (*ASTM E96, 1980*)^[50]

Laju Transmisi uap air terhadap *edible film* diukur dengan menggunakan metode gravitasi. Bahan penyerap uap air (desikan)/ silica gel diletakkan dalam mangkuk aluminium, kemudian sampel diletakkan di atas mangkuk tersebut sedemikian rupa sehingga menutupi mangkuk tersebut. Tuangkan lilin cair untuk menutupi bagian antara wadah dengan sampel sehingga tidak ada udara masuk.

Persiapan bahan uji :

1. Bahan dikondisikan sesuai dengan suhu dan RH standar.
2. Potong 5 buah bahan uji dari contoh bahan yang tersedia dengan ukuran 8,9 cm atau dengan menggunakan alat potong yang tersedia.

Prosedur pengujian :

1. Apabila kedua permukaan dari bahan yang diuji tidak sama maka permukaan yang berhadapan dengan udara yang lebih lembab di dalam pemakaian dipasang pada cawan menghadap keatas.
2. Letakkan desikan di dalam setiap cawan sedemikian rupa sehingga permukaannya tidak lebih dekat dari 3 mm dari bahan uji yang sedang di uji.
3. Letakkan tutup dari cawan menghadap keatas lalu letakkan cincin logam sedemikian rupa sehingga bagian yang teratur menghadap keatas.
4. Letakkan bahan uji kedalam tutup sehingga bahan uji tersebut duduk pada cincin logam. Selanjutnya letakkan cincin karet, tutup, sehingga cincin karet tersebut menekan bahan uji coba pada tempatnya.
5. Dengan pelan-pelan sekrupkan tutup pada cawan.
6. Timbang setiap cawan dengan ketelitian 0,0001 gr, catat hasilnya.
7. Letakkan cawan-cawan tersebut di dalam *humidity chamber*, lalu tutup dan jalankan kipas di dalam *chamber*.

8. Keesokan harinya pada jam yang sama (± 24 jam) , ambil cawan-cawan tersebut keluar dan timbang kembali pada timbangan dengan ketelitian 0,0001 gr.
9. Setiap penimbangan usahakan tidak boleh lebih dari 30 menit.
10. Kembalikan cawan-cawan yang ada contohnya kedalam *chamber* dan ulangi lagi prosesnya.
11. Tentukan pertambahan massa dari setiap cawan, catat waktu dari penimbangan dan catat dari jumlah jam antara 2 penimbangan pada kolom yang tersedia.
12. Buat grafik dari pertambahan massa di dalam milligram terhadap jam, dari Gambar grafik hitung pertambahan massa dalam 24 jam.

Laporan hasil uji :

A. Dengan menggunakan grafik :

1. Buat grafik dari pertambahan massa dalam milligram vs waktu dalam jam untuk setiap cawan.
2. Tarik garis lurus terbaik (*best straight line*), melalui 3 atau titik terakhir.
3. Dari grafik tentukan pertambahan massa, dalam satuan mg/jam.

Hitung WVTR setiap cawan dengan mempergunakan rumus :

Rumus :

$$WVTR = 4,8 \text{ ml (satuan mg/ m}^2 \text{ /24 jam)(3.3)}$$

Dimana :

ml = Pertambahan massa dalam satuan mg per jam.

4. Angka WVTR ialah rata-rata aritmatik dari angka WVTR seluruh cawan.

B. Dengan perhitungan langsung :

1. Untuk setiap cawan hitung WVTR dengan memakai rumus :

$$WVTR = \frac{(240xm2)}{(sxt)} = 4,8 \times \frac{m2}{t} \text{ g/ m}^2 \text{ / 24 jam(3.4)}$$

dimana :

m2 = Pertambahan massa, dalam satuan miligram dalam waktu t jam.

t = Waktu dalam satuan jam antara dua penimbangan terakhir.

s = Luas permukaan bahan uji, dalam satuan cm yang dalam ketentuannya pada alat uji yang digunakan sebesar 50 cm², maka rumus yang diatas sudah disederhanakan.

2. Hitung harga rata-rata aritmatik WVTR dari angka WVTR seluruh cawan, dan angka ini adalah angka WVTR yang didapat dalam satuan mg/ m² /24 jam.

(Sumber : Modul pedoman praktikum karakteristik polimer.^[49])

3.3.2.3 Laju Transmisi Oksigen Metode Manometer (*Oxygen Transmission Rate/O₂TR*) (*ASTM D 3985-81, 1989*)^[51]

Laju transmisi oksigen terhadap *edible film* diukur dengan menggunakan alat *Gas Transmission Rate Tester Specdivac2* yang dapat dilihat pada Lampiran 4, sebelum diukur *film* dikondisikan dalam ruangan bersuhu 25°C, RH 50% selama 24 jam. *Film* yang diuji dipotong dengan diameter 105 – 108 mm, *edible film* harus bebas dari kerusakan, tekukan atau cacat.

Persiapan bahan uji :

1. Semua contoh harus bebas dari tanda-tanda atau cacat (*crease*, noda yang tipis; menyerap, lubang, dan lain - lain).
2. Potong 3 buah contoh diameter 105 – 108 mm (gunakan *template*).

Prosedur pengujian :

1. Bersihkan tempat contoh.
2. Beri silicon pada pinggir tempat contoh ± 1 - 2 cm.
3. Miringkan ujung *tester* kekiri, maka tetesan mercury pada dasar tabung pengukur menuju kapiler, tutup kran 3, buka kran A dan kran 4, hidupkan pompa vakum 5 menit.
4. Tutup kran 4, jangan matikan pompa vakum.
5. Kembalikan instrumen dengan posisi tegak lurus.
6. Pelan-pelan, masukkan udara pada *distributor* dengan cara membuka kran 3 sampai benang mercury menuju kapiler pada skala nol tutup kran A.
7. Masukkan gas uji (O₂, N₂, CO₂) melalui sel penutup.
8. Benang mercury akan turun.
9. Lanjutkan sampai kecepatan turunnya menjadi konstan.

10. Siapkan contoh uji selanjutnya buka kran 4, kemudian buka kran 3 untuk memasukkan udara.

Cara mematikan alat :

- Matikan vakum.
- Buka kran 4.
- Buka pelan - pelan kran 3.
- Kemudian buka perlahan-lahan kran A.

Laporan hasil uji :

1. Kecepatan ini biasanya diekspresikan dalam cc (pada 0⁰C) pada tekanan standar 1 atm/m²/24 jam.
2. Buat grafik tinggi mercury (h) dalam cm terhadap waktu (t) dalam jam. Ambil grafik yang lurus saja tentukan slop dari grafik dh/dt dan catat nilai untuk (h) pada titik ini.
3. Hitung percepatan transmisi gas (G) dalam cc/m²/24 jam pada tekanan 1 atm dari persamaan :

$$G = 24x \frac{T0}{T} x \frac{1}{P0} x \frac{10000}{A} x \frac{V + 2aH}{H - CH} x C \frac{dh}{dt} \dots\dots\dots(3.5)$$

dimana :

- G = Gas transimition rate (cm³/m²/24 jam), 1 cc = 1 cm³
- T0 = Suhu pada 0⁰C (273 K) dalam Kelvin.
- T = Suhu pengujian.
- P0 = Tekanan atmosfir normal, dalam atm, oleh karena itu Po = 1.
- A = Luas permukaan contoh uji (cm²).
- V = Volume awal dari pipa kapiler dalam cm³.
- a = Penampang melintang dari dalam tabung kapiler dalam cm² (0,0123 cm² untuk alat uji yang digunakan).
- h = Tinggi mercury dalam kapiler baca pada waktu mulai (cm)
- H = Tinggi kolom mercury dihubungkan pada atmosfir-atmosfir tekanan pada waktu pengujian (tinggi barometer) dalam cm³
- C = Faktor koreksi pada alat (1)

$$\frac{dh}{dt} = \text{Slop dari kurva pada titik t (cm/jam)}$$

(Sumber : Modul pedoman praktikum karakteristik polimer.^[49])

3.3.2.4 Pengujian ketebalan

Edible film yang dihasilkan diukur ketebalannya dengan menggunakan pengukur ketebalan *Microcal Meshmer* dengan ketelitian 0.0001 mm pada lima tempat yang berbeda. Nilai ketebalan diukur dari rata-rata lima pengukuran ketebalan *edible film*.

