

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Rancangan Penelitian

Penelitian yang meliputi ekstraksi dan karakteristik pektin ini merupakan penelitian yang dilakukan secara deskriptif. Penelitian ini diawali dengan menyiapkan batang pisang sebagai bahan utama. Kemudian batang pisang dijadikan simplisia untuk selanjutnya dilakukan ekstraksi untuk mengambil senyawa pektin. Kemudian dilakukan uji karakterisasi dari pektin yang dihasilkan berdasarkan beberapa parameter seperti kadar air, kadar abu, berat ekuivalen, kandungan metoksil, kadar asam galakturonat dan derajat esterifikasi. Setelah semua uji dilakukan, data yang didapatkan selanjutnya diolah dan disajikan dalam bentuk tabel

3.2 Populasi dan Sampel

Populasi dalam penelitian ini adalah serbuk pektin batang pisang kepok hasil ekstraksi, sedangkan sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah sebagian dari serbuk pektin batang pisang kepok hasil ekstraksi

3.3 Lokasi dan Waktu Penelitian

Pembuatan ekstrak pektin batang pisang dan uji karakterisasi dilakukan di laboratorium mikrobiologi Akademi Analis Farmasi Dan Makanan Putra Indonesia Malang. Waktu penelitian dilakukan mulai dari bulan Januari 2021 sampai selesai pada bulan Juli 2021

3.4 Definisi Operasional Variabel

Tabel 3. 1 Definisi Operasional Variabel

Variabel	Sub Variabel	Definisi Operasional	Alat Ukur	Indikator	Skala	Standar
Terikat : Karakterisasi pektin	Kadar Air	Pengamatan kadar air hasil ekstraksi pektin dengan metode gravimetri	Neraca analitik	-	Nominal	10%
	Kadar Abu	Pengamatan kadar abu ekstrak pektin dengan pemanasan menggunakan tanur	Neraca analitik	-	Nominal	1.0%
	Berat Ekuivalen	Pengamatan rantai molekul pektin menggunakan titrasi	Buret	TAT dengan perubahan warna menjadi merah muda	Nominal	600-800
	Kandungan Metoksil	Pengamatan kandungan metoksil menggunakan titrasi	Buret	TAT dengan perubahan warna menjadi merah muda	Nominal	*>7,12% (pektin metoksi tinggi) *2,5-7,12% (pektin metoksi rendah)
	Kadar Asam Galakturonat	Melakukan perhitungan dengan menggunakan data dari berat ekuivalen dan kadar metoksil	Visual	-	Nominal	Min 65%
	Derajat Esterifikasi	Melakukan perhitungan dengan menggunakan data dari kadar Galakturonat dan kadar metoksil	Visual	-	Nominal	*Min 50% (pektin ester tinggi) *Maks 50% (Pektin ester rendah)
	Rendemen	Melakukan perhitungan dengan menggunakan data dari berat bahan kering dan gram pektin yang dihasilkan	Visual	-	Nominal	

3.5 Alat dan Bahan

3.5.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain oven dengan merk Memmert, blender semua merk, alat-alat gelas (erlemeyer, beaker glass, gelas ukur, pipet tetes, buret) dengan merk iwaki pirex, *magnetic stirrer*, kondensor balik, pH meter, cawan penguap, kurs porselen, labu gelas, termometer, hot plate, neraca analitik, statif, klem, dan corong buchner

3.5.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain etanol 96%, HCl, aquades, NaCl, NaOH, indikator PP

3.6 Prosedur Penelitian (Maulana, 2015, modifikasi)

3.6.1 Persiapan Batang Pisang

Batang pisang disortir untuk membuang pengotornya, kemudian dicuci bersih untuk menghilangkan pengotor dari batang pisang, kemudian batang pisang dipotong ukuran kurang lebih 1x1 cm. kemudian batang pisang yang sudah dipotong dikeringkan menggunakan oven selama 5 jam dengan suhu 70⁰C untuk menghilangkan sisa kandungan air, setelah batang pisang kering, dilakukan penghalusan dengan cara diblender dan diayak dengan ayakan

3.6.2 Ekstraksi Batang Pisang

Sebanyak 30 g bubuk batang pisang yang telah dihasilkan dimasukkan kedalam labu gelas dan ditambah larutan HCl sebanyak 1000 mL dengan pH 1,5, kemudian larutan tersebut di reflux selama 70-80 menit. Setelah dipanaskan, larutan tersebut disaring menggunakan corong Buchner yang telah dilapisi kapas dan dihubungkan dengan vakum guna memisahkan filtratnya. Filtrat yang didapatkan disebut dengan filtrat pektin

3.6.2 Pembuatan Pektin Batang Pisang

Menyiapkan alkohol asam asamkan lar etanol 96% dengan menambahkan 2 mL HCl pekat per satu liter etanol, larutan ini disebut dengan alkohol asam. Filtrate pektin ditambahkan dengan alkohol asam, kemudian diaduk hingga rata dengan perbandingan 1: 1,5.

Diamkan filtrate selama 15 jam, setelah itu pisahkan filtrate menggunakan kertas saring. Hasil yang diperoleh disebut pektin masam

3.6.3 Pencucian Pektin Masam

Pektin masam ditambahkan dengan etanol 96% sambil diaduk dan kemudian disaring menggunakan kertas saring. Ulangi beberapa kali sampai etanol bekas pencucian berwarna jernih dan tidak bereaksi dengan asam dengan tanda apabila air bekas pencucian pektin ketika ditetesi indikator PP menghasilkan warna merah

3.6.4 Uji Karakterisasi Pektin

3.6.4.1 Uji Kadar Air (Fitria, 2013)

Ditimbang 0.3 g sampel pektin kemudian dimasukkan ke dalam cawan penguap yang sudah diketahui berat nya sebelumnya. Keringkan di dalam oven menggunakan suhu 105°C selama 4 jam. Dinginkan di dalam desikator kemudian lakukan penimbangan, ulangi pengujian sampai didapatkan selisih berat yang konstan

3.6.4.2 Uji Kadar Abu (Maulana, 2015)

Cawan kurs dikeringkan dalam tanur dengan suhu 600°C kemudian dinginkan di desikator, timbang bobotnya. timbang 0.3 g pektin kemudian masukkan kedalam cawan kurs yang sudah diketahui bobotnya sebelumnya. Masukkan kedalam tanur dengan suhu 600°C selama 4 jam. Residu hasil didinginkan dalam desikator dan ditimbang untuk mengetahui bobot akhir

3.6.4.3 Berat Ekuivalen (Maulana, 2015)

Timbang 0.5 g pektin kemudian masukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL. Kemudian tambahkan 5 mL etanol untuk membasahi filtrat, kemudian tambahkan 1 g NaCl dan tambahkan air suling bebas CO_2 ad 100 mL, dan 6 tetes indikator PP, aduk hingga rata. Lakukan titrasi dengan titrasi dengan titran standar 0.1 N NaOH sampai berubah menjadi merah muda, dan konstan selama 30 detik. Catat volume TAT dan ulangi sampai didapatkan selisih TAT kurang dari 0.05 mL

3.6.4.4 Kandungan Metoksil (Maulana, 2015)

Larutan hasil pengujian berat ekuivalen ditambahkan 25 mL NaOH 0.5 N ke dalam larutan, kemudian dikocok secara perlahan dan diamkan selama 30 menit di suhu ruang pada erlemenyer tertutup. Tambahkan 25 mL HCl 0.25 N dan indikator PP kemudian titrasi sampai larutan berubah warna menjadi merah muda. Catat volume TAT dan ulangi sampai didapatkan selisih TAT kurang dari 0.05 mL

3.6.4.5 Kadar Asam Galakturonat (Ismail, 2012)

Kadar galakturonat dihitung dari miliekivalen NaOH yang diperoleh dari penentuan BE (berat ekivalen) dan kadar metoksil

Rumus perhitungan kadar asam galakturonat :

$$\frac{(meq NaOH Berat Ekivalen + meq NaOH metoksil) \times 176 \times 100}{\text{bobot sampel}}$$

3.6.4.6 Derajat Esterifikasi (Maulana, 2015)

Derajat esterifikasi (DE) dari pektin dapat dihitung dengan menggunakan hasil dari kadar metoksil dan kadar galakturonat

Rumus perhitungan derajat esterifikasi :

$$\% DE = \frac{\text{kadar metoksil} \times 176 \times 100}{\text{kadar galakturonat} \times 31}$$

3.6.4.7 Persen Rendemen (Fitria, 2013)

Persen rendemen dihitung dengan menggunakan perbandingan gram pektin yang dihasilkan dengan gram bahan baku kering

Rumus perhitungan rendemen :

$$\% \text{ rendemen} = \frac{\text{bobot total pektin yang diperoleh}}{\text{bobot bahan baku kering}} \times 100\%$$

3.7 Analisa Data

Analisis data dari penelitian uji karakterisasi pektin yang didapat dari batang pisang diolah dan disajikan dalam bentuk tabel yang berisi tentang hasil pengujian parameter parameter uji karakterisasi pektin yang meliputi uji kadar air, uji kadar abu, uji berat ekivalen, uji kandungan metoksil, uji kadar asam galakturonat, uji derajat esterifikasi, dan rendemen