



Warta IHP

INDUSTRI HASIL PERTANIAN

Journal of Agro-based Industry



Warta IHP

Vol. 27

No.1

Hal 1 - 84

Bogor
Juni 2010

ISSN
0215-1243

102/Akred-LIPI/P2MBI/10/2007

ISSN 0215-1243

WARTA IHP VOL 27 No.1 Juni 2010

Warta Industri Hasil Pertanian
(Journal of Agro-Based Industry)

SUSUNAN PENGELOLA

PENGARAH/PENANGGUNG JAWAB:

Ketua : Ir. Yang Yang Setiawan, MSc.
Kepala Balai Besar Industri Agro (BBIA)

Sekretaris : Ir. W. Wahyu Wijayadi, MA

MITRA BESTARI:

1. Prof. Dr. Soewarno Tjokrosoekarto, MSc
2. Dr.Ir. Atih Suryati Herman, MSc.

DEWAN REDAKSI:

Ir. M. Maman Rohaman, MSc. (Ketua/Anggota)
Ir. Agus Sudibyo, MP. (Wakil/Anggota)
Ir. Rizal Alamsyah, MSc. (Anggota)
Ir. Endah Djubaedah, MSc. (Anggota)
Ir. H.G. Pohan (Anggota)
Ir. Eko Susanto, MSc. (Anggota)

REDAKSI PELAKSANA:

1. Ressayustra, BSc.
2. Ning Ima Arie Wardayani, STP
3. Mirna Isyanti, STP

SEKRETARIAT:

1. Maman Sulaeman
2. Meity Suryeti

PENERBIT:

Balai Besar Industri Agro (BBIA),
Badan Penelitian dan Pengembangan Industri
(BPPI), Kementerian Perindustrian

ALAMAT:

Jl. Ir. H. Juanda No. 11, Bogor 16122
Tel.: 0251 8324068; Fax.: 0251 8323339
Email : cabi@bbia.go.id / www.bbia.go.id

Warta **IHP**
(Journal of Agro-Based Industry)

KATA PENGANTAR

Warta IHP adalah majalah ilmiah Balai Besar Industri Agro (BBIA), Badan Penelitian dan Pengembangan Industri (BPPI), Kementerian Perindustrian, yang diterbitkan dua kali dalam setahun.

Warta IHP mempublikasikan hasil penelitian, ulasan ilmiah dan catatan singkat dalam bidang industri agro (sains dan teknologi pangan, bioteknologi, teknologi kimia, kemurgi, minyak atsiri, rekayasa peralatan, mikrobiologi, analisis kimia dan lain lain).

Dalam penerbitan Warta IHP Volume 27 No. 1 Juni 2010 ini menyajikan 6 (enam) karya tulis ilmiah yang merupakan hasil litbang, yaitu: (1) Pengaruh Rasio Anhidrida Asetat dalam Proses Asetilasi Selulosa Pulp Kayu Sengon (*Paraserianthes falcataria*) dalam Pembuatan Polimer Selulosa Triasetat; (2) Pendugaan Masa Simpan Produk Kopi Instan Menggunakan Studi Penyimpanan yang di Akselerasi dengan Mode Kinetika Arrhenius; (3) Studi Produksi Pektin Asetat Sebagai Bahan Baku Lembaran Bioplastik; (4) Teknologi Pengolahan Minuman Air Tebu Segar Yang Aman Dikonsumsi; (5) Produksi Biodiesel Bahan Baku Minyak Jelantah dengan menggunakan Abu Tandan Aren sebagai Katalis; (6) Studi Pembuatan Arang dan Vinegar Bambu dengan Menggunakan Tungku Pirolisis Skala Semi Komersil (Pilot Plan) dan 1 (satu) karya tulis ilmiah berupa Ulasan Ilmiah/*Review*, yaitu (7) Pati Resisten: Struktur, Preparasi dan Efek Fisiologisnya.

Kami mengharapkan kritik dan saran para pembaca agar dapat meningkatkan kualitas majalah ilmiah ini.

Demikian, semoga majalah ilmiah ini dapat menjadi sumber informasi dan pengetahuan yang bermanfaat bagi pembaca.

Selamat membaca

Dewan Redaksi

1. Redaksi menerima naskah hasil penelitian, ulasan ilmiah dan catatan penelitian singkat untuk publikasi
2. Redaksi berhak mengedit naskah tanpa merubah isi dan maksud tulisan supaya sesuai untuk Warta IHP
3. Redaksi tidak bertanggung jawab untuk pernyataan dan pendapat ilmiah yang dikemukakan penulis



Volume 27, No. 1, Juni 2010


INDUSTRI HASIL PERTANIAN
 Journal of Agro-based Industry

ISI/CONTENTS

Penelitian/Research

- PENGARUH RASIO ANHIDRIDA ASETAT DALAM PROSES ASETILASI SELULOSA PULP KAYU SENGON (*Paraserianthes falcataria*) DALAM PEMBUATAN POLIMER SELULOSA TRI ASETAT**
*The Effect of Acetate Anhydride Ratio in the Process of Cellulose Acetylation of Pulp from Sengon (*Paraserianthes falcataria*) on the Production of Cellulose Triacetate Polymer.*
 Cut Meurah Rosnelly, Abdul Aziz Darwis, Erliza Noor dan Kaseno ... 1 - 11
- PENDUGAAN MASA SIMPAN PRODUK KOPI INSTAN MENGGUNAKAN STUDI PENYIMPANAN YANG DI AKSELERASI DENGAN MODEL KINETIKA ARRHENIUS**
Self- life Prediction of Instant Coffee using an Accelerated Storage Study with Arrhenius Kinetics Model
 Agus Sudibyo, Tiurlan F. Hutajulu dan Setyadjit..... 12 - 24
- STUDI PRODUKSI PEKTIN ASETAT SEBAGAI BAHAN BAKU LEMBARAN BIOPLASTIK**
The Study for Production of Acetylated Pectin as Raw Material for Bioplastic Films
 Rienoviar dan Suminar Setiadi Achmadi 25 – 33
- TEKNOLOGI PENGOLAHAN MINUMAN AIR TEBU SEGAR YANG AMAN DIKONSUMSI**
The Production of Fresh and Healthy Sugar Cane Juice
 Zarlis MS. 34 – 46
- PRODUKSI BIODIESEL DARI BAHAN BAKU MINYAK JELANTAH DENGAN MENGGUNAKAN ABU TANDAN AREN SEBAGAI KATALIS**
Production Biodiesel of Used Cooking Oil by using Palm Sugar Bunches Ash as Catalyst
 Rizal Alamsyah, Enny Hawani Lubis dan Susi Heryani..... 47 – 58
- STUDI PEMBUATAN ARANG DAN VINEGAR BAMBU DENGAN MENGGUNAKAN TUNGKU PIROLISIS SKALA SEMI KOMERSIL (PILOT PLAN)**
The Study of Making Bamboo Charcoal and Vinegar using Pyrolysis Kiln of Semi Commercial Scale
 H.G. Pohan, Hendra Wijaya dan Ade Suherman..... 59 – 71
- Ulasan Ilmiah/Review
- PATI RESISTEN: STRUKTUR, PREPARASI DAN EFEK FISIOLOGISNYA**
Resistant Starch (RS) : Formation, Preparation and Physiological Effects
 Yuliasri Ramadhani Meutia..... 72 - 84

Penelitian/Research

STUDI PRODUKSI PEKTIN ASETAT SEBAGAI BAHAN BAKU LEMBARAN BIOPLASTIK

The Study for Production of Acetylated Pectin as raw material for Bioplastic Films

Rienoviar¹⁾, Suminar Setiati Achmadi²⁾

¹⁾ Balai Besar Industri Agro (BBIA), Jl. Ir. H Juanda 11, Bogor 16122

²⁾ Departemen Kimia, Fakultas Matematika Ilmu Pasti Alam, Institut Pertanian Bogor.
Kampus Darmaga, Bogor 16680

ABSTRACT: The study was aim at obtaining the optimal acetylation and activation time for obtaining water insoluble acetylated pectin which would be used for bioplastic material. The activation time for swelling of pectin were 120, 180, and 240 minutes, meanwhile the acetylation time were 60, 90, and 120 minutes. The experiment revealed that the activation time of 180 minutes and acetylation time of 120 minute, produced water insoluble (hydrophobic) material were diluted in dimethyl sulfoxide, and the highest acetyl substitution was 62.9% (wb). Infrared spectroscopic analysis indicated that the absorption band of pectin and the acetylated pectin were different at wave number 1743 cm^{-1} of which the ester group of the material can be detected. The analysis of pectin acetate structure by stereophotomicroscope revealed that the highest surface density was resulted from activation time and acetylation time of 120 minutes. Moreover, the best result of the bioplastic sheet of pectin acetate was produced by using pressure of 100 Psi at temperature of 100°C for 5 minutes pressure.

Keywords: *acetylated pectin, activation time, hydrophobic polymer, bioplastic film*

PENDAHULUAN

Penelitian biopolimer saat ini semakin berkembang dalam rangka mencari pengganti polimer sintesis yang sudah diaplikasikan. Ketertarikan untuk meningkatkan penggunaan material *recyclable* dan biodegradabel adalah dalam rangka mengurangi jumlah material yang dikirim ke tempat pembuangan sampah. Selama ini penggunaan sumber bahan baku berasal dari bahan yang tidak dapat diperbarui sehingga tidak dapat diuraikan oleh mikroba dan menimbulkan masalah lingkungan. Penelitian pembuatan plastik yang dapat didegradasi dan berasal dari bahan alam, atau bioplastik, telah banyak dilakukan. Adapun bahan baku bioplastik antara lain dari pati, kitosan, dan selulosa dengan bahan baku banyak tersedia di alam (Flieger *et al.*, 2003).

Selain bahan-bahan yang disebut di atas, sumber bahan alam lain yang belum banyak diteliti adalah pektin. Pektin dapat diekstraksi dari buah-buahan dan sayur-sayuran. Pektin merupakan senyawa polisakarida kompleks yang disusun oleh polimer asam D-galakturonat yang terikat dengan α -1,4 glikosidik (O'Neill *et al.*

2000). Beberapa pustaka menyatakan bahwa pektin dapat dibuat menjadi plastik edibel, seperti penelitian Coffin *et al.* (1996) yang membuat plastik edibel yang hidrofilik dari campuran pektin, polivinil alkohol (PVA), dan gliserol. Lembaran plastik yang dihasilkan memberikan suhu transisi kaca (T_g) yang menurun dengan meningkatnya konsentrasi PVA, sedangkan tambahan gliserol akan menekan suhu T_g . Transisi kaca adalah perubahan polimer saat terjadi perubahan polimer yang bersifat kaku menjadi bersifat lunak dan seperti-karet, artinya penurunan suhu T_g menyebabkan polimer bersifat plastis. Menurut Coffin and Fishman (1994), plastik fleksibel dan kuat dihasilkan dari pencampuran pektin dan pati beramilosa tinggi, dan lembaran plastik yang dihasilkan tersebut bersifat stabil secara termal pada suhu 180°C . Coniceros *et al.* (2006) melaporkan pembuatan lembaran plastik dari pektin, papain, dan PVA dengan tambahan gliserin dapat meningkatkan ketebalan lembaran plastik, tetapi mengurangi kuat tarik 2 kali lipat dibanding lembaran plastik yang menggunakan pektin, PVA, dan gliserin, tetapi tidak menggunakan papain. Ini berarti enzim papain dapat meningkatkan kerapuhan bila

ditambahkan pada lembaran plastik yang menggunakan PVA. Penelitian-penelitian yang telah disebutkan di atas menghasilkan lembaran plastik dari pektin yang bersifat hidrofilik, karena bahan dasarnya menggunakan PVA dan gliserol yang bersifat larut-air (hidrofilik). Berdasarkan penelitian-penelitian tersebut, maka perlu dilakukan pembuatan lembaran bioplastik dengan memodifikasi pektin, dan diharapkan terjadi perubahan sifat pektin menjadi tidak larut-air dan dapat diterapkan sebagai bahan baku bioplastik.

Perubahan pektin menjadi bersifat hidrofobik dapat dilakukan dengan mengesterifikasi gugus -OH sehingga pergantian gugus fungsi ini pada rantai pektin menyebabkan pektin menjadi tidak larut-air. Hal ini dapat diketahui berdasarkan pada uji pektin yang sudah diasetilasi dan yang belum diasetilasi. Pektin yang belum diasetilasi larut dalam air, sedangkan pektin yang sudah diasetilasi tidak larut dalam air.

Banyaknya gugus -OH yang tergantikan dipengaruhi oleh suhu dan waktu reaksi. Suhu reaksi sudah dicari kesesuaiannya melalui penelitian pendahuluan yang dilakukan pada penelitian ini, yaitu 38-40°C. Naivikul (2002) melaporkan asetilasi tepung beras mempunyai kondisi optimum pada suhu 30 °C. Fleche *dalam* Beynum and Roels, (1985), Faktor-faktor yang mempengaruhi waktu reaksi ada dua, yaitu waktu aktivasi dan waktu asetilasi. Pada tahap awal diperlukan waktu aktivasi untuk membengkakkan (*swelling*) molekul pektin, sedangkan waktu asetilasi adalah waktu yang dibutuhkan untuk penggantian gugus -OH dengan gugus asetil. Oleh karena itu, perlu diketahui waktu aktivasi dan waktu asetilasi yang tepat dalam pembuatan bioplastik sehingga terbentuk pektin yang tidak larut-air (hidrofobik).

Penelitian ini bertujuan menentukan waktu aktivasi dan waktu asetilasi yang optimum pada pembuatan pektin asetat yang akan diaplikasikan sebagai bahan baku lembaran bioplastik yang mudah diurai oleh alam dengan bahan dasar pektin jeruk.

BAHAN DAN METODE

Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah pektin *pro analisis* (p.a.) yang dibeli dari Kanto Chemical CO.INC. 2-8 Nihonbashi

Honcho 3 Chone Chuo-ku, Tokyo, Japan. Bahan kimia yang digunakan asam asetat glasial 100% (v/v), anhidrida asetat 98% (v/v), dimetil sulfoxida (DMSO), asam sulfat (H₂SO₄) pekat, etanol 75% (v/v), kertas pH, kertas saring, natrium hidroksida (NaOH) 0,5 N, NaOH 0,1 N, asam klorida (HCl) 0,5 N, HCl 0,25 N, natrium karbonat (NaHCO₃) 1 N, metanol, asam oksalat, indikator fenolftalein, merah fenol, dan merah metil.

Instrumen analisis kimia meliputi spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR) merk Perkin Elmer, alat ukur perubahan massa (analisis gravimetri) menggunakan *Thermogravimetry Analyser* (TGA) merk Tarsus tipe 209 F3, dan mikroskop fotostereo Nikon SMZ-1000, dan alat untuk membuat lembaran plastik, yaitu *Electric Heater* type A 652200300 Sheisaku-SHD-LTD Toyoseiki. Penelitian ini dilakukan di Balai Besar Industri Agro, Badan Tenaga Atom Nasional (BATAN) Pasar Jumat, Jakarta, dan di Lab Kimia Organik Fakultas MIPA, Institut Pertanian Bogor.

Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam 3 tahap, yaitu penelitian pendahuluan, penelitian utama, dan penelitian lanjutan. Penelitian pendahuluan bertujuan mendapatkan suhu, waktu aktivasi, dan waktu asetilasi optimal sehingga dihasilkan kadar asetil optimal. Suhu aktivasi yang digunakan ialah 38-40°C (Safriani, 2000), sedangkan suhu asetilasi diragamkan menjadi 40, 50, dan 60°C. Selanjutnya kondisi reaksi optimal yang diperoleh ditetapkan sebagai penelitian utama.

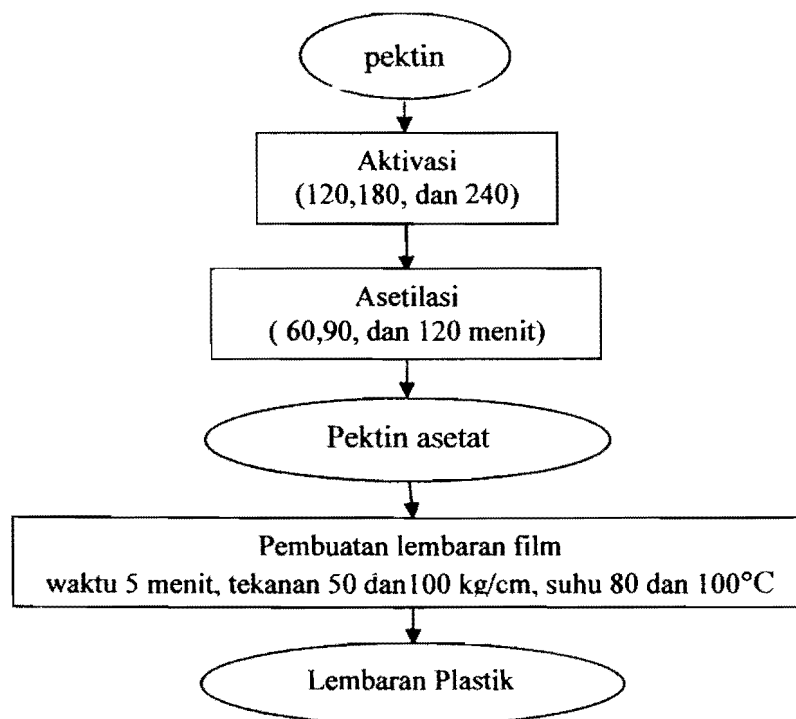
Penelitian utama bertujuan membuat pektin asetat yang tidak larut-air. Setelah kondisi reaksi optimum diterapkan, dilakukan pengamatan sifat kelarutan, untuk mengetahui apakah pektin sudah hidrofobik atau masih hidrofilik. Pektin asetat yang mempunyai kadar asetil tertinggi dan sulit larut dalam air ditetapkan untuk penelitian pada tahap selanjutnya, yaitu pembentukan lembaran plastik.

Rancangan yang digunakan dalam penelitian ini ialah rancangan acak lengkap dengan pola faktorial kemudian dilanjutkan dengan uji Duncan dan Kontras Polinomial Ortogonal (Matjik dan Sumertajaya, 2002). Faktor perlakuan adalah waktu aktivasi dalam 3 taraf, 120, 180, dan 240 menit dan waktu asetilasi 3 taraf, yaitu 60, 90, 120 menit dengan setiap perlakuan di ulangi 2 kali. Penelitian

lanjutan bertujuan menghasilkan lembaran plastik yang baik.

Diagram alir penelitian ini (Gambar 1), merupakan modifikasi dari metode asetilasi yang dilakukan oleh Safriani (2000) pada serbuk selulosa menggunakan asetat anhidrida dan asam asetat dengan cara melakukan aktivasi

terlebih dahulu dengan asam asetat kemudian diasetilasi dengan asetat anhidrida menggunakan katalis H_2SO_4 selama beberapa jam. Setelah asetilasi selesai, larutan dihentikan dengan penambahan isopropanol, kemudian terbentuk endapan, selanjutnya disaring sambil dicuci dengan etanol, selanjutnya dikeringkan.



Gambar 1. Metoda Pembuatan Lembaran Film

Prosedur penelitian pendahuluan dan penelitian utama adalah sama. Perbedaannya pada ragam perlakuan waktu aktivasi dan asetilasi. Tahapan pembuatan (sintesis) pektin asetat adalah sebagai berikut. Pektin (10 gram) dilarutkan ke dalam asam asetat glasial (97 ml), diaduk dengan pengaduk magnetik dan dipanaskan ($40^{\circ}C$) selama 1 jam. Setelah itu dilakukan tahap aktivasi dengan menambahkan asam asetat glasial (17 ml) dan H_2SO_4 pekat (0,1 ml) lalu dipanaskan pada suhu yang sama. Waktu aktivasi diragamkan: 120, 180, dan 240 menit. Setelah aktivasi kemudian dilakukan asetilasi, yaitu dengan asetat anhidrida 98% (v/v, 74 ml), kemudian larutan tersebut direfluks sambil diaduk menggunakan pengaduk magnetik. Waktu asetilasi yang digunakan diragamkan selama 60, 90, dan 120 menit. Larutan didekantasi dalam lemari es selama semalam dan disaring dengan penyaring vakum. Endapan dicuci dengan $NaHCO_3$ 1 N hingga pH netral.

Prosedur penelitian lanjutan, yaitu pembentukan lembaran plastik dengan pemanas listrik. Pektin asetat (1 gram) diletakkan di atas lempeng besi yang dilapisi plastik tebal lalu ditekan. Penekanan dilakukan pada suhu dan tekanan yang diragamkan, selama 5 menit sampai terbentuk lembaran plastik. Setelah selesai pengepresan, lempeng besi diletakkan di alat pendingin. Pada alat ini air mengalir, supaya lempeng besi menjadi dingin sehingga plastik yang terbentuk dapat terlepas dengan baik dari lempeng besi. Analisis yang dilakukan pada pektin asetat adalah kelarutan dalam air, kadar asetil, gugus fungsi dengan FTIR. Metode analisis kadar asetil (titrimetri, ASTM D-678-91). Analisis gravimetri dengan TGA dan struktur permukaan dengan foto stereomikroskop

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian Pendahuluan

Pada tahap pendahuluan dioptimasi suhu asetilasi, waktu aktivasi, dan waktu asetilasi berdasarkan warna dan kadar asetil untuk dijadikan rujukan bagi proses selanjutnya. Hasil penelitian pendahuluan disajikan di bawah ini.

1. Pengaruh Suhu Asetilasi pada Warna Pektin Asetat

Suhu dapat mempengaruhi warna produk hasil asetilasi karena proses asetilasi dengan pelarut anhidrida asetat ini bersifat eksoterm, terbukti pada penelitian pendahuluan, terjadi peningkatan suhu reaksi sewaktu anhidrida asetat dimasukkan ke dalam larutan pektin yang sudah diaktivasi. Peningkatan suhu asetilasi pada suhu aktivasi yang sama dapat menyebabkan warna pektin asetat menjadi lebih tua. Terbukti pada proses aktivasi suhu 40°C dan suhu asetilasi 40°C menghasilkan pektin asetat yang berwarna krem, kemudian suhu asetilasi dinaikkan menjadi 50°C warna pektin asetat menjadi krem kecoklatan, suhu asetilasi dinaikkan menjadi 60°C warna pektin asetat menjadi coklat muda. Sementara itu, proses aktivasi tidak mempengaruhi warna karena reaksinya bukanlah reaksi eksoterm. Lagi pula, proses aktivasi ini hanya untuk membengkakkan pektin agar tapak-tapak reaksi pada pektin lebih aksesibel bagi reaktan asetilasi. Perubahan warna dari cerah menjadi warna lebih gelap akan mempengaruhi aplikasi bioplastik. Warna yang lebih cerah yang dipilih untuk proses

selanjutnya, karena warna cerah akan dapat diaplikasikan lebih luas dan lebih sederhana. Pembuatan bioplastik dari komposit batang jerami yang berwarna cokelat tua dan polietilena rapatan tinggi (HDPE) dengan komposisi yang beragam dilakukan oleh Rahman *et al.* (2010) menghasilkan plastik yang dapat diaplikasikan untuk tiang bangunan, karena untuk aplikasi tiang bangunan jadi tidak membutuhkan pewarnaan lagi dan komposit dengan HDPE akan menghasilkan tiang yang kuat karena molekulnya mempunyai kerapatan tinggi

2. Pengaruh Waktu Aktivasi dan Waktu Asetilasi

Percobaan ini dimaksudkan untuk menghasilkan kadar asetil tertinggi, dengan meragamkan waktu aktivasi dan waktu asetilasi. Hasilnya dapat dilihat pada Tabel 1. Lamanya waktu aktivasi dari 30 menit sampai 120 menit jelas meningkatkan kadar asetil dari 30% sampai 41%. Perlakuan waktu asetilasi dari 30 menit sampai 120 menit juga cenderung meningkatkan kadar asetil, namun kecenderungan ini tidak nyata terlihat bila waktu aktivasi berjalan selama 120 menit. Kadar asetil tertinggi (53.89%) dicapai pada waktu aktivasi 120 menit dan waktu asetilasi 60 menit; pemanjangan waktu asetilasi bahkan sangat menurunkan kadar asetil. Oleh karena itu, waktu aktivasi masih perlu ditingkatkan agar dicapai derajat asetilasi yang maksimum.

Tabel 1. Kadar Asetil Pektin Asetat (%)

Waktu Aktivasi (menit)	Waktu Asetilasi (menit)			
	30	60	90	120
30	29,50	43,78	44,02	46,65
60	32,83	42,99	45,26	47,89
90	35,22	45,97	45,87	48,12
120	40,76	53,89	46,02	43,27

Penelitian Utama

Pada penelitian utama dilakukan analisis kelarutan, kadar asetil, gugus fungsi, analisis termogravimetri, dan struktur permukaan, dengan hasil sebagai berikut:

1. Kelarutan

Uji kelarutan dimaksudkan untuk mengevaluasi tingkat keberhasilan asetilasi dibandingkan dengan pektin murni. Hasil uji kelarutan dengan berbagai pelarut polar dan nonpolar disajikan pada Tabel 2. Dapat dilihat

bahwa pektin asetat tidak larut dalam air tetapi larut dalam dimetil sulfoksida (DMSO). Hal ini menunjukkan bahwa pektin telah terasetilasi menjadi pektin asetat. Pektin dapat larut dalam air karena mempunyai banyak gugus hidroksil, yang membuatnya bersifat hidrofilik. Setelah pektin diasetilasi, terjadi esterifikasi yang menghasilkan pektin asetat. Modifikasi gugus fungsi secara asetilasi secara umum meningkatkan hidrofobisitas, sebagaimana halnya dengan pati terasetilasi. Fleche (1985),

reaksi esterifikasi akan mengurangi jumlah hidroksil dan menurunkan kembali penggabungan molekul, sehingga memperlambat retrogradasi dan meningkatkan stabilitas pati.

Tabel 2. Kelarutan Pektin dan Pektin Asetat dalam Berbagai Pelarut

Jenis Pelarut	Pektin	Pektin asetat
Air	larut	tidak larut
Etanol	tidak larut	tidak larut
Dimetilsulfoksida	tidak larut	larut
Aseton	tidak larut	tidak larut
Kloroform	tidak larut	tidak larut
n-Heksana	tidak larut	tidak larut

2. Kadar Asetil

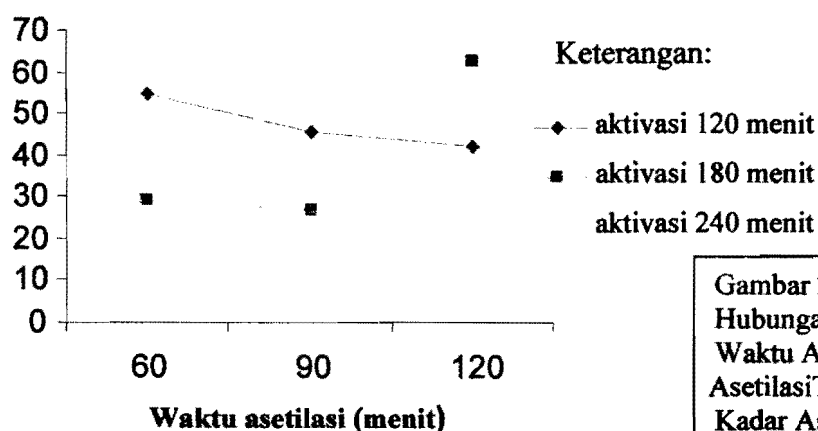
Kadar asetil merupakan ukuran banyaknya anhidrida asetat yang teresterifikasi pada pektin. Kadar asetil yang diperoleh pada perlakuan ini berkisar antara 27% dan 63%. Kadar asetil pektin asetat yang diperoleh berbeda dengan kadar asetil selulosa asetat komersial, yaitu sebesar 39-40% (SNI 1991). Perbedaan ini disebabkan struktur selulosa memiliki 3 gugus -OH, sedangkan pektin memiliki 2 gugus -OH pada setiap unit monomernya (O'Neill *et al.*, 2000). Perbedaan jumlah gugus -OH ini mempengaruhi kadar asetil karena gugus -OH akan disubstitusi oleh anhidrida asetat menjadi gugus asetil sehingga semakin banyak -OH yang digantikan maka semakin tinggi kadar asetilnya. Penjelasan lain mengenai perbedaan derajat asetilasi ialah tentu saja karena perbedaan kristalinitas yang mengakibatkan perbedaan aksesibilitas gugus fungsi pada polimer yang bersangkutan. Selulosa dikenal memiliki kristalinitas yang tinggi akibat kuat dan meluasnya ikatan hidrogen di dalam rantai dan antar-rantai

selulosa. Asetilasi pada sagu, dengan waktu reaksi sampai 44 jam hanya menghasilkan derajat asetilasi 11% (Azis *et al.*, 2004).

Hasil analisis sidik ragam pada menunjukkan bahwa waktu aktivasi, waktu asetilasi, serta interaksi antara keduanya memberikan pengaruh yang nyata terhadap kadar asetil pektin asetat. Uji lanjut dengan Duncan pada $\alpha = 5\%$ menunjukkan bahwa pada waktu aktivasi 120, 180, dan 240 menit, dengan waktu asetilasi 60, 90, dan 120 menit memberikan pengaruh yang berbeda nyata satu sama lain.

Mencermati Gambar 2, pada aktivasi 120 menit semakin lama waktu reaksi justru menurunkan kadar asetil. Sebaliknya, waktu aktivasi yang lebih lama (120 dan 240 menit) dilanjutkan dengan waktu asetilasi yang lebih lama cenderung meningkatkan kadar asetil. Kondisi reaksi terbaik dalam percobaan ini diperlihatkan oleh waktu aktivasi 240 menit, dilanjutkan dengan waktu asetilasi selama 120 menit, yang menghasilkan kadar asetil hampir 63%. Kadar asetil pada pektin terasetilasi ini jauh melebihi asetilasi pada kayu aspen yang hanya mencapai 15-20% ketika diasetilasi selama 1-3 jam (Rowell, 2005). Perbedaan kadar asetil yang dicapai adalah karena perbedaan material yang diasetilasi. Meskipun monomer penyusun selulosa adalah glukosa, mirip dengan monomer penyusun pektin, struktur mikro polimer selulosa lebih linear dan kristalin dibandingkan dengan struktur pektin yang sangat bercabang (<http://www.scientificpsychic.com>, tanggal 20 mei 2010). Dengan demikian, keadaan struktur mikro pektin yang tidak kristalin mengakibatkan jauh lebih tingginya tapak yang dapat terasetilasi.

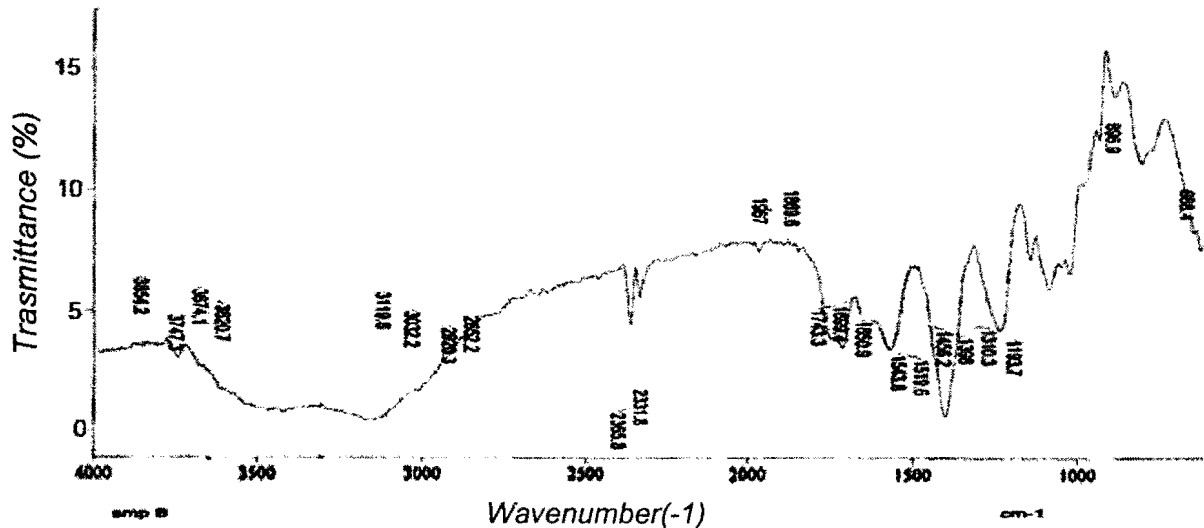
Kadar asetil (%)



Gambar 2.
Hubungan Antara Waktu Aktivasi Asetilasi Terhadap Kadar Asetil Pektin.

Analisis menggunakan spektrofotometer inframerah memberikan identifikasi yang lebih baik (Gambar 3). Spektum inframerah berhasil mendeteksi berubahnya gugus fungsi akibat reaksi asetilasi. Pita serapan ulur $-OH$ didaerah 350 cm^{-1} pada pektin sangat menyusut pada

spektrum pektin asetat, dan muncul pita baru yang mencirikan serapan ulur gugus karbonil pada bilangan gelombang 1743 cm^{-1} . Ciri gugus fungsi $-OH$ dan $C=O$ ini sesuai dengan temuan (Fleche dan Guy, 1985; Giwangkara, 2008).



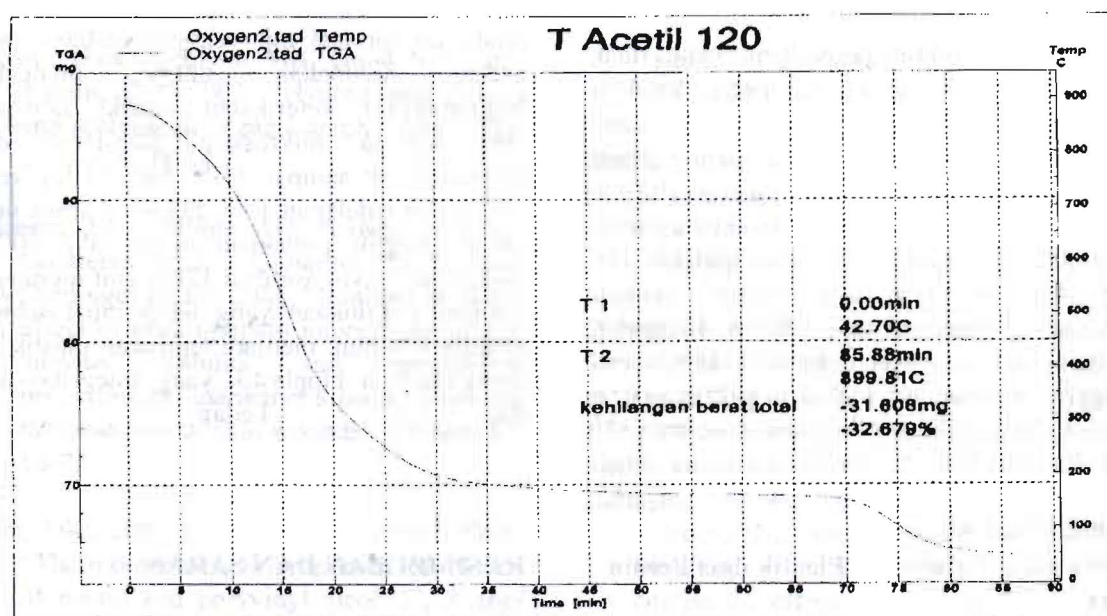
Gambar 3. Spektrum FTIR Pektin Asetat Sebelum Asetilasi.

Analisis Termogravimetri

Pada kurva *Thermal Gravimetry Analysis* (TGA) diperoleh informasi tentang perubahan massa pektin asetat selama proses pemanasan. Selama pemanasan, sampel mungkin mengalami kenaikan massa akibat proses oksidasi. Akan tetapi, kebanyakan kurva TGA memperlihatkan indikasi pengurangan massa pada suhu $\leq 100^\circ\text{C}$ dan dekomposisi termal pada suhu $> 250^\circ\text{C}$ (Zhang 2004).

Gambar 4 memperlihatkan pengurangan massa pektin asetat selama analisis termal. Perubahan

massa dapat dibagi menjadi tiga daerah. Daerah pertama, yaitu mulai dari suhu ruang hingga suhu 200°C , merupakan pengurangan massa akibat proses penguapan air. Pada daerah ini perubahan massa tidak signifikan dan sampel stabil secara termal. Daerah kedua mulai pada suhu 200°C hingga 800°C pektin asetat memperlihatkan kehilangan massa yang besar akibat terjadinya dekomposisi termal. Pada proses ini sebanyak 32,70% dari sampel terdekomposisi sampai menguap. Daerah terakhir, pada suhu $800\text{-}900^\circ\text{C}$, pektin asetat mengalami dekomposisi termal secara lambat. Setiap senyawa yang berbeda memiliki kurva TGA berbeda.



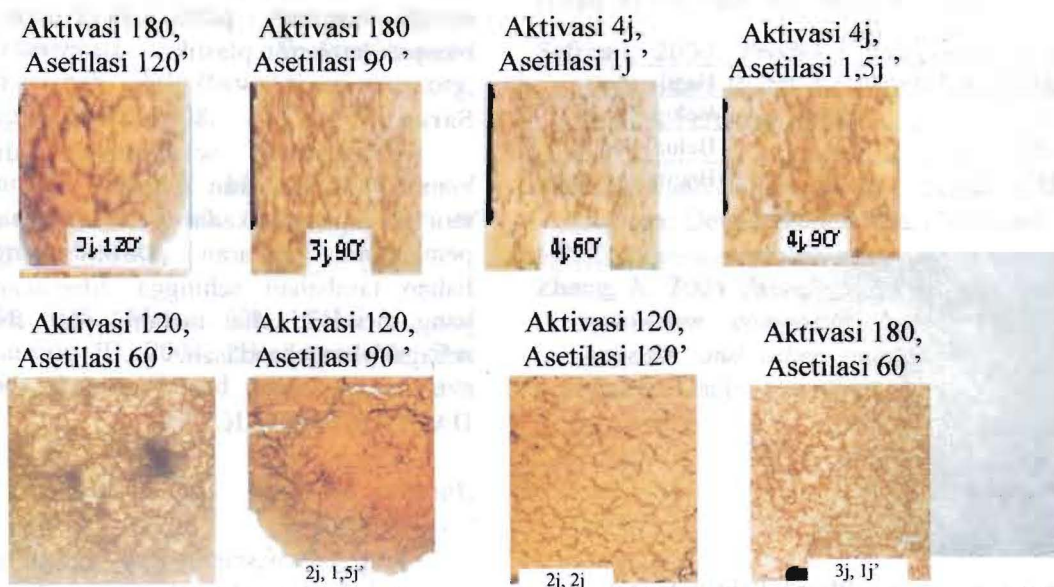
Gambar 4. Kurva TGA pektin asetat.

Kurva TGA selulosa dan selulosa asetat berbeda. Perubahan suhu selulosa adalah 220°C merupakan suhu onset, 245°C merupakan suhu puncak (Halwarkar and Ma, 1990). Dapat dilihat bahwa dari analisis gravimetri thermal terjadi pengurangan massa selulosa asetat yang diakibatkan oleh proses penguapan air yang terjadi pada suhu ruang hingga suhu 300°C. Pada suhu 300-350°C selulosa asetat mengalami pengurangan massa yang besar akibat terjadinya proses dekomposisi termal. Pada suhu 350-600°C selulosa asetat mengalami dekomposisi termal secara lambat. Penelitian Azis *et al.* (2004) pada sagu terasetilasi menunjukkan dekomposisi termal yang terjadi pada 301°C dan

383 °C, dengan kehilangan bobot berturut-turut 36% dan 27%. Dekomposisi baru berakhir pada suhu 425 °C, yang menyatakan meningkatnya stabilitas termal pada sagu terasetilasi.

Struktur Permukaan

Struktur permukaan pektin asetat dapat dilihat dan dibandingkan dengan mikroskop fotostereo. Mikroskop ini merupakan mikroskop optik yang digunakan untuk membandingkan antara sampel satu dan lainnya karena adanya kekuatan penerangan serat optik. Analisis struktur permukaan pektin disajikan pada Gambar 5.



Gambar 5. Fotostereo dari Pektin Asetat.

Terlihat struktur permukaan yang tidak seragam pada semua sampel. Struktur permukaan setiap perlakuan berbeda satu sama lain. Struktur permukaan yang paling rapat terdapat pada pektin asetat dengan perlakuan waktu aktivasi 120 menit dan waktu asetilasi 120 menit. Pada perlakuan waktu aktivasi 180 menit dan asetilasi 120 menit struktur permukaan menggumpal dan memadat, meskipun memiliki kadar asetil pektin asetat tertinggi. Struktur permukaan pektin asetat dengan kadar asetil terendah (waktu aktivasi 180 menit dan asetilasi 90 menit) cenderung retak-

retak. Interpretasi mikroskop fotostereo pektin asetat digunakan untuk mengetahui bagaimanakah keterikatan matriks satu sama lain, karena mikroskop fotostereo dapat memperbesar sampai 1500 kali (Riley *et al.*, 2007). Dari delapan foto, terlihat bahwa pektin asetat dengan perlakuan waktu aktivasi 120 menit dan waktu asetilasi 120 menit mempunyai struktur permukaan yang lebih rapat sehingga apabila dibentuk menjadi lembaran plastik akan menghasilkan bioplastik yang integritas tinggi dan kedap air.

Penelitian Lanjutan

Pembentukan Lembaran Plastik dari Pektin Asetat

Pembentukan lembaran plastik pektin asetat dengan alat pemanas listrik menghasilkan lembaran yang relatif kuat, meskipun belum ada bahan tambahan untuk meningkatkan kekuatan mekanik dari lembaran yang terbentuk (Gambar 6). Penentuan suhu dan tekanan alat ditetapkan berdasarkan uji coba-coba sampai terbentuk lembaran plastik. Pada Tabel 3 diketahui bahwa suhu 100°C dan tekanan 100 kg/cm dapat membentuk lembaran plastik yang lebih kuat dibanding perlakuan lainnya. Suhu yang lebih tinggi dan tekanan yang tinggi telah membuat molekul-molekul pektin asetat menjadi homogen dan semakin rapat. Pada penelitian ini pengujian lembaran plastik belum menggunakan alat uji, namun telah berhasil mengindikasikan terbentuknya lembaran plastik.

Tabel 3. Perlakuan Pembentukan Lembaran Plastik dengan alat kuat tekan panas selama 5 menit

Suhu (°C)	Tekanan (kg/cm)	Hasil
80	50	Belum bagus
80	100	Belum bagus
100	100	Bagus dan kuat



Gambar 6. Lembaran Plastik Pektin Asetat

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Dari hasil penentuan kadar asetil, uji kelarutan, dan analisis spektrum inframerah dapat disimpulkan bahwa pektin dapat terasetilasi menjadi pektin asetat. Kadar asetil tertinggi didapatkan pada pektin dengan lama aktivasi 180 menit dan asetilasi 120 menit, yaitu 63% dan hanya larut dalam pelarut DMSO. Waktu aktivasi, dan waktu asetilasi, serta interaksi antara waktu aktivasi dan waktu asetilasi memberikan pengaruh yang nyata terhadap kadar asetil pektin asetat. Analisis TGA menunjukkan pektin asetat kehilangan massa sebesar 32,70% pada selang suhu 200°-800°C.

Pektin asetat yang dihasilkan dengan kondisi reaksi waktu aktivasi 120 menit dan waktu asetilasi 120 menit memiliki struktur permukaan yang paling rapat dan mengindikasikan potensinya untuk dibuat menjadi lembaran plastik.

Saran

Penelitian selanjutnya disarankan pembuatan lembaran plastik yang memiliki struktur rapat dan kadar asetil relatif tinggi, dan pembuatan lembaran plastik menggunakan bahan tambahan sehingga dihasilkan plastik yang memiliki sifat mekanik dan fisik layak sebagai plastik kemasan.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonym*, 2005. *Carbohydrates chemical structure*.
<http://www.scientificpsychic.com/fitness/carbohydrates2.html>, tanggal 20 mei 2010.

- Azis, A., Daik R, Ghani MA, Daud NIN, and Yamin, BM. 2004. "Hydroxypropylation and acetylation of sago starch". *Malaysian J Chem* 6: 48-54.
- Ceniceros, EPS., Ilyin AD, Arredondo JIM., Contreras AZ., Gallardo SGF, and Domnguez CIV. 2006. "Evaluation of the effect of pectin-papain interactions on the enzyme stability and mechanical properties of maracuya's pectin films for the treatment of skin wounds". *J Chem* 47: 66-72.
- Coffin, DR., and Fishman, ML., Ly TV. 1996, "Thermomechanical properties of blends of pectin and polyvinyl alcohol", *J Appl Polym Sci* 61: 71-79.
- Coffin, DR., and Fishman, ML.. 1994. "Mechanical properties of pectin-starch film. dalam: Fishman, ML., Friedman, RB., Huang, SJ.", editor. *Polymer from Agricultural Coproducts*. Washington.
- Flieger, M., M. Kantorova, A., Prell, T., Rejanka, J, Votruba. 2003. "Biodegradable plastic from renewable sources", *J Folia Microbiol* 48 (1): 27-44.
- Flesche, A., and D. Guy. 1985. "Chemical modification and degradation of starch", dalam: Beynum, GMAV. dan Roels, JA., editor. *Starch Conversion Technology*. New York: Marcell Dekker.
- Giwangkara, EGS., 2008. *Kategori Kimia Instrumentasi. Spektrofotometri Inframerah*. <http://www.chem-is-try.org>, tanggal 21 Juli 2008.
- Halwalkar, VH, and CY. Ma. 1990. *Thermal Analysis of Foods*. London: Elsevier Applied Science.
- Larotonda, FDS., Matsui. KN., Soldi V., and Laurindo JB. 2004. "Biodegradable film made from raw and acetylated cassava starch". *J Brazilian Arc Biol Technol*, 47: 477-484.
- Matjik, AA., dan Sumertajaya, M. 2002 *Perancangan Percobaan dengan Aplikasi SAS dan Minitab* Bogor: IPB Press, Hlm: 63-101.
- O'Neill, MA., Ridley, BL., and Mohnen, D. 2000. "Pectins: Structure, Biosynthesis, and Oligogalacturonide-related signaling". *Phytochemistry* 57: 929-967.
- Rahman, WAWA., Isa, NM., Rahmat, AR., Adenan, N., and Ali, RR. 2010. "Rice husk/high density polyethylene biocomposite; effect of rice husk filler size and composition on injection molding processability with respect to impact property". *Adv Mater Res*, 83-86:367-374.
- Rienoviar. 2002. "Tapioka Terasetilasi dan Karakterisasinya". *Buletin Hasil Penelitian Industri*. 15 (1-2) : 34-40.
- Riley, CB., McClure, JT., Low-Ying, S., and Shaw, RA. 2007. "Use of Fourier-transform infrared spectroscopy for the diagnosis of failure of transfer of passive immunity and measurement of immunoglobulin concentrations in horses". *J Vet Intern Med*, 4:828-34.
- Rowell, RM. 2005. "Chemical modification of wood". dalam: *Handbook of Wood Chemistry and Wood Composites*. Rowell, RM. (editor). Boca Raton: CRC Press hlm. 383-413.
- Safriani, 2000. *Produksi Biopolimer Selulosa Asetat.dari Nata De Soya*. Tesis. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- SNI. 1991. *SNI 06-2115-1991: Selulosa Asetat*. Jakarta: Dewan Standardisasi Nasional.
- Zhang, X. 2004. *Investigation of biodegradable nonwoven composite based on cotton, bagasse and other annual plants [tesis]*. China: Tianjin University