

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat-alat

- Set alat refluks
- Kompor listrik
- Blender
- Neraca analitik
- Gelas beker
- Labu takar
- Pengaduk magnetik
- Corong buchner
- Termometer
- Penangas air
- Pompa vakum
- Pengering
- Spektrofotometer Shimadzu FTIR-8201PC
- Turbidimeter Orbeco-Hellige

3.1.2 Bahan-bahan

- Serbuk *Sargassum* kering
- Propilen oksida p.a
- Asam klorida 5 %

- Natrium karbonat 5 %
- Kalsium karbonat 5 %
- Natrium hipoklorit 12 %
- Asam sulfat
- Metanol
- Aquades
- Kertas pH

3.2 Cara Kerja

3.2.1 Penyediaan Rumput Laut

Sampel rumput laut diambil dari pantai Teluk Awur, Jepara pada saat air laut surut. Rumput laut tersebut disortir sesuai dengan jenisnya dan dibersihkan dari karang, pasir dan kotoran lainnya. Selanjutnya dicuci dengan air tawar dan dikeringkan dalam lemari pengering. Setelah kering, rumput laut tersebut diblender hingga menjadi serbuk.

3.2.2 Determinasi Rumput Laut

Rumput laut segar ditentukan jenisnya sesuai dengan buku kunci determinasi di Jurusan Biologi FMIPA Undip.

3.2.3 Isolasi Asam Alginat

Sebanyak 25 gram serbuk *Sargassum* kering direndam dengan 200 mL asam klorida 5 % selama 2 jam pada suhu 40 – 50 °C, disaring dan dicuci dengan akuades. Kemudian diekstraksi dengan 200 mL larutan natrium karbonat 5 % selama 3 jam pada suhu 50 – 60 °C, dan kemudian disaring. Filtrat ditambah

dengan larutan natrium hipoklorit sambil terus diaduk-aduk hingga warna larutan menjadi pudar/berubah. Larutan kemudian ditambah 200 mL larutan kalsium klorida 5 % hingga terbentuk gel dan disaring. Residu (gel) diasamkan dengan penambahan larutan asam klorida 5 % sampai pH = 3. Asam alginat yang berbentuk gel dicuci dengan akuades dan disaring. Kemudian dikeringkan dan dihaluskan hingga menjadi serbuk asam alginat. Hasil isolasi ini kemudian dianalisis menggunakan spektrofotometer IR.

3.2.4 Esterifikasi Asam alginat

3.2.4.1. Sintesis propilen glikol alginat

Sebanyak 3 gram asam alginat ditambah dengan 20 mL propilen oksida, 1 mL aquades dan larutan asam sulfat 8 % hingga pH = 3. Campuran kemudian direfluks dengan bantuan pengaduk magnetik selama 4 jam pada suhu 30 – 40 °C. Campuran kemudian disaring dan residu diekstraksi dengan air. Filtrat dipisahkan dari residu asam alginat dan ditambah dengan metanol. Endapan yang terbentuk kemudian dipisahkan dari larutannya dengan pemanasan hingga diperoleh serbuk berwarna putih. Hasil sintesis ini kemudian dianalisis menggunakan spektrofotometer IR.

3.2.4.2. Sintesis propilen glikol alginat dengan variasi pH

Sebanyak 3 gram asam alginat ditambah dengan 20 mL propilen oksida, 1 mL aquades dan larutan asam sulfat 8 % hingga pH bervariasi dari pH = 2, 3, 4, dan 5. Campuran kemudian direfluks dengan bantuan pengaduk magnetik selama 4 jam pada suhu 30 – 40 °C. Campuran kemudian disaring dan residu diekstraksi dengan akuades. Filtrat dipisahkan dari residu asam alginat dan ditambah dengan

metanol. Endapan yang terbentuk kemudian dipisahkan dari larutannya dengan pemanasan hingga diperoleh serbuk berwarna putih. Masing-masing hasil sintesis dengan variasi pH ini kemudian dianalisis menggunakan spektrofotometer IR.

3.2.5 Analisis Hasil Akhir

3.2.5.1 Analisis Derajat esterifikasi

Derajat esterifikasi produk sintesis dengan variasi pH ditentukan dengan metode rasio atau baseline^(5,12) terhadap serapan $1153,4 \text{ cm}^{-1}$ spektra IR masing-masing sampel.

3.2.5.2 Uji Daya Emulsi

Daya emulsi produk sintesis dengan variasi pH diuji menggunakan metode turbidimetri⁽¹²⁾ untuk mengetahui nilai Critical Micell Concentration (CMC) masing-masing sampel. Sebagai data pembanding diuji pula nilai CMC zat pengemulsi perdagangan; soya lesitin.

