

BAB III

METODE PENELITIAN

Untuk membuat reaksi esterifikasi alginat menggunakan *n*-alkohol, langkah pertama yang dilakukan adalah mengisolasi alginat dari serbuk rumput laut *Sargassum* sp. dengan metode Green yang dimodifikasi. Langkah selanjutnya asam alginat diesterifikasikan dengan alkohol rantai lurus menggunakan katalis H₂SO₄ 8% dengan cara direfluk pada suhu 30 – 40 °C selama 4 jam. Ester alginat yang diperoleh dikarakterisasi dengan spektrofotometer FTIR. Untuk menentukan kondisi optimum esterifikasi alginat dilakukan variasi pH awal reaksi, sedangkan untuk mengetahui pengaruh panjang rantai alkohol terhadap reaksi esterifikasi dilakukan variasi alkohol yaitu menggunakan propanol, butanol, heksanol. Tujuan penelitian ini adalah untuk membuat senyawa turunan alginat menggunakan *n*-alkohol melalui reaksi esterifikasi serta mempelajari pengaruh pH dan panjang rantai *n*-alkohol terhadap rendemen, daya esterifikasi dan daya emulsi alginat.

3.1. Sampel, Bahan dan Alat

3.1.1. Sampel

Sampel yang digunakan adalah *Sargassum* sp. yang diperoleh dari Teluk Awur, Jepara. *Sargassum* sp. dibersihkan dari karang, pasir dan kotoran lainnya selanjutnya dicuci dengan air tawar dan dikeringkan. Setelah kering, *Sargassum* sp. diblender hingga menjadi serbuk.

3.1.2. Bahan

Bahan yang digunakan asam klorida 5%, natrium karbonat 5%, natrium hipoklorit 12%, kalsium klorida 5%, asam sulfat p.a 8%, propanol p.a, butanol p.a, heksanol p.a, metanol p.a, dan akuades.

3.1.3. Alat

Penelitian ini menggunakan peralatan laboratorium berupa seperangkat alat gelas, satu set alat maserasi, satu set alat ekstraksi, satu set alat refluk, spektrometer inframerah merk Shimadzu FTIR 8201-PC, dan turbidimeter Hach AN2100.

3.2. Metode Kerja

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Diponegoro, Semarang. Analisis spektroskopi FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta. Analisis turbidimetri dilakukan di BPIK, Semarang.

3.2.1 Preparasi Sampel

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 Isolasi Asam Alginat

Sebanyak 25 gram serbuk *Sargassum sp* kering direndam dengan 200 mL HCl 5% selama 2 jam pada suhu 40 – 50 °C, disaring dan dicuci dengan akuades. Kemudian diekstraksi dengan 200 mL larutan Na₂CO₃ 5% selama 3 jam pada suhu 50 – 60 °C, dan kemudian disaring. Filtrat ditambah dengan larutan NaOCl sambil terus diaduk-aduk hingga warna larutan menjadi berubah. Larutan kemudian ditambah 200 mL larutan CaCl₂ 5% hingga terbentuk gel dan disaring. Selanjutnya residu (gel) kalsium alginat diasamkan dengan penambahan larutan HCl 5% hingga 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.

3.2.3. Sintesis Ester Alginat dengan Variasi pH dan Panjang Rantai Alkohol

Sebanyak 3 gram asam alginat ditambah dengan 20 mL propanol, 1 mL akuades dan larutan H₂SO₄ 8% hingga pH bervariasi dari pH = 2, 3, 4. 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. Langkah selanjutnya dengan cara yang sama propanol diganti dengan butanol dan heksanol.

3.2.4. Analisis Senyawa Hasil Isolasi dan Hasil Esterifikasi

Isolat dan hasil esterifikasi antara alginat dengan *n*-alkohol dianalisis menggunakan spektrofotometer FTIR, dan hasil esterifikasi juga diuji daya emulsinya menggunakan Turbidimeter.

