

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

Esterifikasi alginat untuk mempelajari pengaruh rantai hidrofobik terhadap daya emulsi alginat, diawali dengan mengisolasi alginat dari *sargassum sp.* menggunakan metode green yang dimodifikasi. Selanjutnya isolat alginat diesterkan dengan alkohol menggunakan katalis asam. Keberhasilan esterifikasi ditentukan dengan spektrofotometer FTIR dan untuk menentukan kondisi optimum reaksi dilakukan variasi pH. Pengaruh jenis alkohol terhadap daya emulsi alginat dipelajari dengan cara esterifikasi alginat menggunakan variasi alkohol rantai cabang yakni isopropil alkohol, isobutil alkohol, dan isoamil alkohol.

#### 3.1 Alat dan Bahan

##### 3.1.1 Alat

Alat yang digunakan meliputi: set alat refluks, gelas beker, labu takar, corong buchner, pengaduk magnetik, penangas air, pompa vakum, *hot plate*, termometer, gelas ukur, neraca analitik, spektrofotometer shimadzu FTIR-820 IPC dan turbidimeter Orbeco-Hellige

##### 3.1.2 Bahan-bahan

Bahan yang digunakan meliputi: serbuk *sargassum sp.* kering, asam alginat komersial, isopropil alkohol p.a, isobutil alkohol p.a, isoamil alkohol p.a, asam klorida 5 %, natrium karbonat 5 %, kalsium klorida 5 %, natrium hipoklorit, asam sulfat 8 %, metanol, akuades, kertas pH (stik pH) dan soya lesitin.

## 3.2 Prosedur Kerja

### 3.2.1 Isolasi Asam Alginat

Sebanyak 25 gram serbuk *sargassum sp.* kering direndam dalam 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 FTIR.

### 3.2.2 Esterifikasi Asam Alginat

Sebanyak 3 gram asam alginat ditambah dengan 20 mL isopropil alkohol, 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 disaring dan residu diekstraksi dengan air. Filtrat dipisahkan dari residu asam alginat dan ditambah dengan metanol sehingga terbentuk endapan. Endapan yang terbentuk kemudian dipisahkan dari larutannya dengan pemanasan hingga diperoleh serbuk berwarna putih. Hasil sintesis kemudian dianalisis menggunakan spektrofotometer FTIR. Cara yang sama dilakukan dengan

mengganti isopropil alkohol dengan isobutil alkohol dan isoamil alkohol. Selanjutnya dilakukan sintesis dengan cara yang sama dengan menggunakan variasi alkohol yakni isopropil alkohol, isobutil alkohol, dan isoamil alkohol dengan variasi pH 2, 3, dan 4.

### **3.3 Analisis Hasil**

#### **3.3.1 Analisis Derajat Esterifikasi**

Derajat esterifikasi produk sintesis dengan variasi pH ditentukan dengan metode rasio atau baseline (Khopkar, 1990) terhadap serapan O-C-C ester spektra IR masing-masing sampel.

#### **3.3.2 Uji Daya Emulsi**

Daya emulsi ester alginat yang diperoleh dengan variasi pH dan variasi jenis alkohol rantai cabang. diuji menggunakan metode turbidimetri untuk mengetahui nilai konsentrasi miselisasi kritis (cmc) dari masing-masing sampel.

Masing-masing ester alginat yang diperoleh dibuat larutan dengan variasi konsentrasi 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18 dan 20 ppm dan diukur tingkat kekeruhannya dengan turbidimetri. Kemudian dibuat grafik antara konsentrasi ester alginat terhadap tingkat kekeruhan dalam NTU (*Nephelometric Turbidimetri Units*) untuk setiap jenis ester alginat. Adanya perubahan gradien konsentrasi ester alginat terhadap tingkat kekeruhan secara drastis pada grafik menunjukkan cmc ester alginat. Sebagai data pembanding diuji pula nilai cmc dari zat pengemulsi perdagangan, soya lesitin.