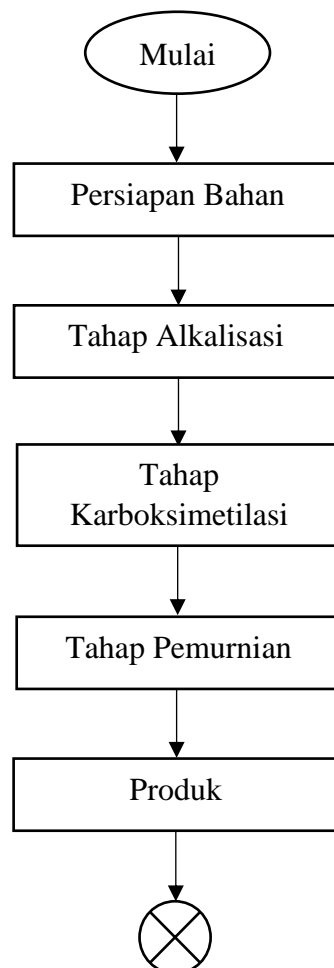


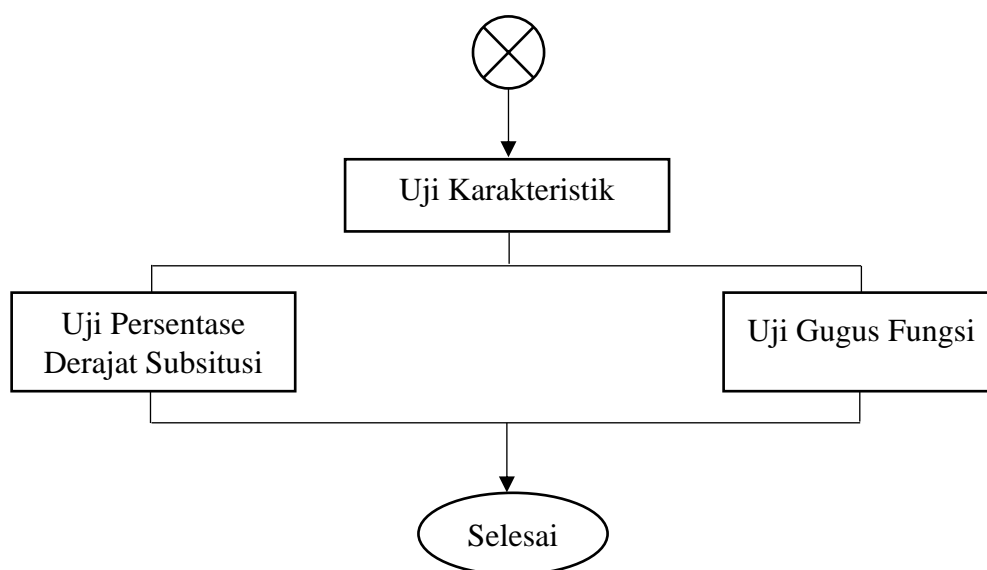
BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tahapan Penelitian

Sintesis *Carboxymethyl Cellulose* (CMC) ini dilakukan dengan menggunakan reaktor *microwave* untuk mendapatkan kondisi proses yang optimum. Tahapan penelitian ini terdiri atas: (1) tahap alkalisasi; (2) tahap karboksimetilasi; (3) tahap pemurnian; dan (4) karakterisasi. Diagram alir penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 3.1.





Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian Sintesis CMC

3.2 Prosedur Penelitian

Berikut ini merupakan tahapan sintesis CMC yang terdiri atas tahap alkalisasi, tahap karboksimetilasi, dan tahap pemurnian.

3.2.1 Tahap Alkalisasi

Tahap alkalisasi dilakukan untuk mengaktifkan gugus-gugus hidroksil (-OH) pada selulosa dengan penambahan larutan NaOH. Pada tahap ini, serbuk selulosa dilarutkan menggunakan isopropil alkohol sebagai medium reaksi karena isopropil alkohol bersifat *inert*, yaitu tidak ikut bereaksi dan dapat menjadikan selulosa lebih mudah berikatan dengan Na dari NaOH melalui pemecahan ikatan selulosa. Tahap ini dilakukan dengan memasukkan serbuk selulosa sebanyak 5 gram ke dalam gelas beaker, lalu ditambahkan isopropil alkohol sebanyak 100 ml. Kemudian, dilakukan pengadukan selama 20 menit menggunakan *magnetic stirrer*. Setelah itu, dilakukan tahap alkalisasi dengan penambahan larutan NaOH sebagai reagen alkalisasi untuk mengaktifkan gugus-gugus hidroksil (-OH) pada selulosa dan membentuk lapisan di sekitar selulosa. Selanjutnya, serbuk selulosa direaksikan menggunakan NaOH sehingga terjadi reaksi substitusi antara NaOH dengan gugus -OH dan menghasilkan Na-selulosa. Selain itu, Na-selulosa juga terbentuk karena

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Berikut ini merupakan alat-alat yang digunakan pada penelitian sintesis CMC.

- a. Ayakan 60 mesh
- b. *Blender*
- c. Corong buchner
- d. Erlenmeyer
- e. Gelas beaker
- f. Gelas ukur
- g. Kertas saring
- h. *Magnetic stirrer*
- i. Neraca analitik
- j. *Oven*
- k. pH meter
- l. Pompa *vacuum*
- m. Reaktor *microwave*

3.3.2 Bahan

Berikut ini merupakan bahan-bahan yang digunakan pada penelitian sintesis CMC.

- a. Asam asetat 90%
- b. Aquadest
- c. Isopropil alkohol
- d. Metanol 70%
- e. NaOH
- f. *Nata de coco*
- g. Natrium monokloroasetat (Na-MCA)

3.4 Variabel Percobaan

3.4.1 Variabel Tetap

Berikut ini merupakan variabel tetap pada penelitian sintesis CMC.

- a. Massa serbuk selulosa (*nata de coco*): 5 gram
- b. Massa natrium monokloroasetat (Na-MCA): 6 gram
- c. Volume isopropil alkohol: 100 ml
- d. Volume NaOH: 20 ml
- e. Temperatur reaksi: 50°C

3.4.2 Variabel Berubah

Berikut ini merupakan variabel berubah pada penelitian sintesis CMC.

- a. Konsentrasi NaOH : 10%, 20%, dan 30% (% w/v)
- b. Waktu reaksi : 10, 20, 30, dan 60 menit

3.5 Metode Pengumpulan dan Analisis Data

3.5.1 Perhitungan Persentase Derajat Substitusi

Tahap ini dilakukan untuk mengetahui persentase antara massa CMC yang diperoleh setelah proses pemurnian terhadap massa *feed* selulosa yang menunjukkan banyaknya produk CMC yang terbentuk. Serbuk CMC yang diperoleh dilarutkan dengan air panas pada suhu 60°C, lalu disaring menggunakan kertas saring dan corong buchner yang dilengkapi dengan pompa *vacuum*. CMC akan larut dalam air panas, sedangkan residu yang tertinggal pada kertas saring merupakan selulosa yang tidak terbentuk. Kemudian, residu tersebut dikeringkan menggunakan *oven* dan ditimbang hingga massanya konstan. Berikut ini merupakan persamaan yang digunakan untuk menghitung persentase derajat substitusi produk CMC.

$$\text{Persentase derajat substitusi} = \frac{\text{massa produk CMC}}{\text{massa feed selulosa}} \times 100\%$$

3.5.2 Analisa Gugus Fungsi Menggunakan Spektrofotometri FTIR

Spektrofotometri FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) merupakan metode yang menggunakan radiasi inframerah yang dilewatkan pada sampel. Analisa menggunakan spektrofotometri FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi pada sampel dan gugus baru yang terbentuk. Pada spektrofotometri FTIR (*Fourier Transform Infra Red*), gugus -OH menunjukkan ciri khas pada selulosa dengan rentang panjang gelombang 3700-

3100 cm^{-1} . Selain itu, gugus karboksil berada pada panjang gelombang 1590-1610 cm^{-1} , gugus karbonil pada panjang gelombang 1680-1750 cm^{-1} , dan gugus $-\text{CH}_2$ pada panjang gelombang 1370-1465 cm^{-1} .

3.6 Jadwal Pelaksanaan Penelitian

Dalam menyelesaikan penelitian ini, dibutuhkan tahapan untuk melaksanakan penelitian yang di mulai dari penyusunan proposal penelitian hingga seminar hasil penelitian.

Tabel 3.1 Jadwal Pelaksanaan Penelitian

No.	Kegiatan	Bulan ke-					
		1	2	3	4	5	6
1.	Penyusunan Proposal Penelitian						
2.	Seminar Proposal Penelitian						
3.	Proses Penelitian						
4.	Studi Literatur dan Analisis						
5.	Pembuatan Laporan Akhir Penelitian						
6.	Seminar Hasil Penelitian						