

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah penelitian kuantitatif deskriptif dengan menggunakan teknik eksperimen. Studi kuantitatif adalah studi yang menggunakan data dalam bentuk analisis numerik dan statistik, sedangkan metode eksperimental digunakan untuk menentukan efek perlakuan tertentu pada orang lain dalam kondisi terkontrol. Ini adalah metode penelitian yang digunakan (Sugishirono, 2011). Percobaan yang dilakukan pada penelitian ini adalah pembuatan kristal selulosa nano kristal rumput laut *Eucheuma cottonii* sebagai bahan utama pembuatan dalam penelitian ini dengan berbagai perlakuan menggunakan larutan asam, basa, bleaching untuk mendapatkan nanokristal selulosa dan variasi suhu hidrolisis asam.

3.2 Populasi dan Sampel

Populasi adalah sekumpulan orang atau objek yang sedang diteliti (Agnes, 2007). Adapun populasi dalam penelitian ini. Sampel adalah bagian dari populasi yang diteliti. Jenis sampel yang diambil harus mencerminkan populasi. Sampel dapat didefinisikan sebagai sembarang himpunan yang merupakan bagian dari suatu populasi yang diteliti (Agnes, 2007). Sampel dalam penelitian ini adalah Rumput Laut *Eucheuma cottonii*.

3.3 Tempat dan Waktu

Penelitian ini dilakukan pada bulan maret sampai mei 2024, di Laboratorium Kimia Lingkungan, Laboratorium *Ecotoxicology* dan Laboratorium *Mikrobiologi* Laut, Badan Riset dan Inovasi Nasional Kawasan Aprilani Soegiarto, Ancol, Jakarta Utara. Pengujian analisis FTIR dan TGA dilakukan di Laboratorium Karakteristik Kimia BRIN kawasan sains dan teknologi (KST) B.J. Habibie – Serpong. Pengujian XRD dan FESEM di lakukan di Laboratorium Mineral, Lampung di Direktorat pengelolaan Laboratorium, Fasilitas Riset, dan Kawasan sains dan teknologi BRIN. Jl. Ir Sutami tanjung bintang, Lampung Selatan.

3.5 Prosedur Penelitian

Persiapan Alat dan Bahan

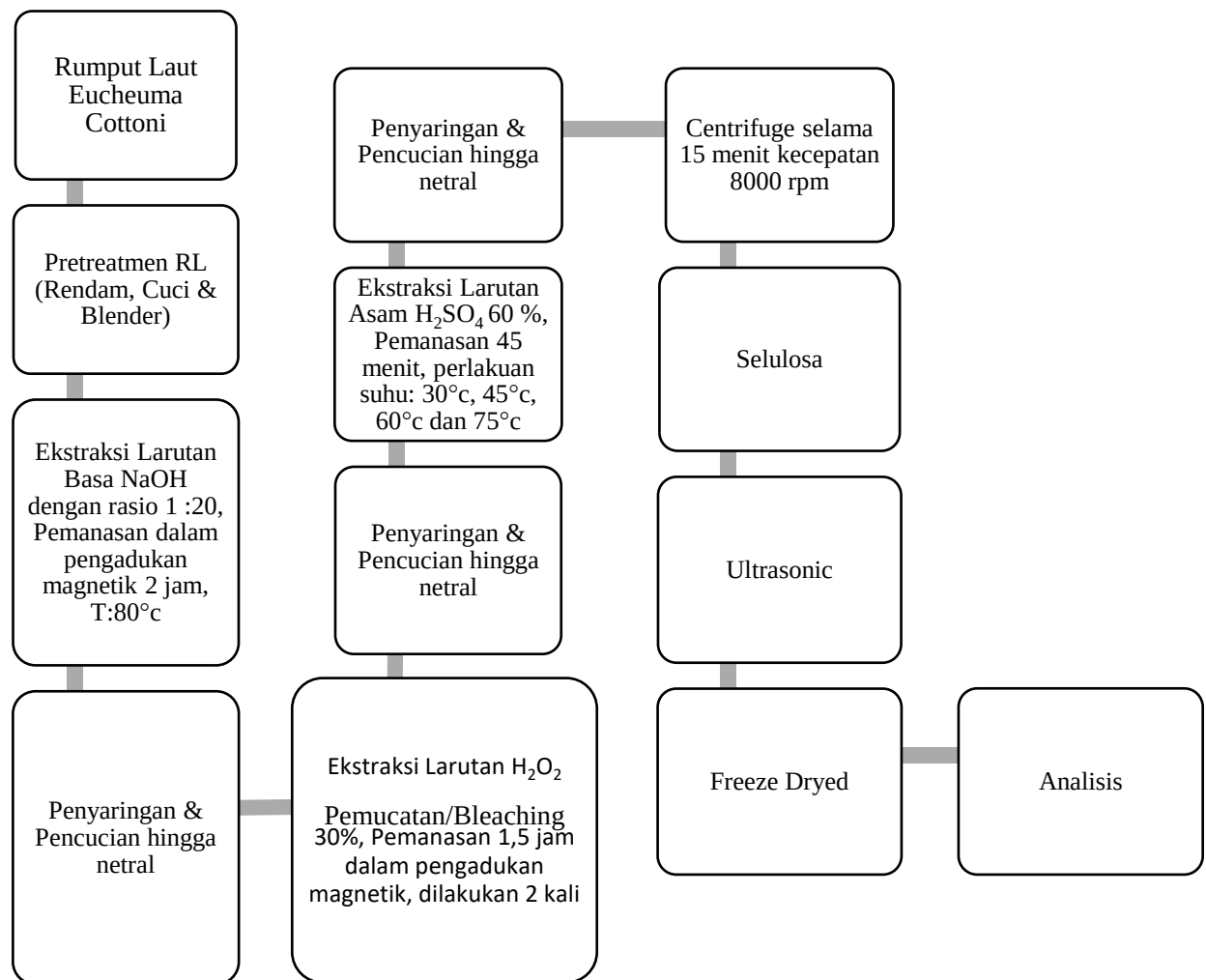
3.5.1 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu, Rumput Laut *Eucheuma Cottonii*, NaOH, H₂O₂, H₂SO₄.

3.5.2 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu, Beaker Glass (Iwaki), Saringan, Tube (Falcon), Alumunium foil (Klimpak) Timbangan Analitik (sartorius) Pengaduk, Hot Plate (thermo Scientific), Centrifuge (Tomy), Ultrasonic (Biomaisent), freeze dryer, Alat analisis FTIR (Bruker), Alat analisis TGA, Alat analisis XRD, Alat analisis FESEM.

3.6 Diagram Alur Penelitian



Gambar 3. 1 Diagram Penelitian

3.7 Prosedur Penelitian

3.7.1 Preparasi Rumput Laut *Eucheuma cottonii*

Preparasi rumput laut dilakukan dengan tiga tahap yaitu pembersihan perendaman dan penghalusan. Rumput laut dicuci bersih untuk menghilangkan kotoran – kotoran yang menempel pada rumput laut, setelah itu dilakukan perendaman dengan air keran selama semalaman. Setelah direndam dan dicuci kembali rumput laut dihaluskan dengan blender namun tidak terlalu halus.

3.7.2 Proses Alkalinisasi (Ekstraksi Selulosa)

Proses alkalinisasi dilakukan dengan cara membuat larutan NaOH dengan perbandingan rasio 1:20 (NaOH: Aquades 40 gram: 2000ml) untuk 1 beker ukuran 2000ml, menuangkan NaOH ke dalam beaker aquades, aduk hingga larut, beri label di beaker glass, larutan NaOH dituangkan ke dalam beaker rumput laut. Setelah itu dipanaskan dengan hot plate dalam pengadukan magnetik selama 2 jam pada suhu 80°C Proses ini dilakukan untuk menghilangkan lignin.

3.7.3 Proses Pemutihan atau bleaching (Ekstraksi Selulosa)

Tahap selanjutnya pemucatan dengan cara membuat larutan H₂O₂ dengan konsentrasi 30% dalam 500 ml. Larutan H₂O₂ dituangkan ke dalam beaker rumput laut yang sudah netral, lalu aduk. Setelah itu hotplate dengan pengadukan magnetik selama 1,5 jam dilakukan 2 kali untuk menghasilkan selulosa yang putih, masukan air deionisasi dingin sebanyak 500 ml rendam lalu pisahkan rumput laut dari limbah dengan saringan 400 mesh, kemudian cuci selulosa hingga netral.

3.7.4 Proses Hidrolisis Asam (Ekstraksi Selulosa)

Proses hidrolisis dilakukan dengan cara membuat larutan H₂O₂ 96%, Membuat larutan H₂SO₄ 60% dalam 500 ml (H₂SO₄ : Aquades 305 ml:195ml) tuangkan H₂SO₄ ke dalam beker aquades, aduk hingga larut. Larutan H₂SO₄ dituangkan ke dalam beaker selulosa yang sudah netral. Setelah itu hotplate dengan pengadukan magnetik selama 45 menit dengan suhu 30°C, 45°C, 60°C, & 75°C (variasi suhu). Angkat dari hotplate, lalu tuangkan kedalam air deionisasi lalu pisahkan selulosa dari limbah dengan saringan 200 mesh, kemudian cuci hingga netral. Proses ini dilakukan untuk menghilangkan amof.

3.7.5 Proses *Centrifuge*

Selulosa yang sudah netral dimasukan kedalam tube falcon sebanyak 40ml, setelah itu masukan ke alat centrifuge dengan kecepatan 8000 rpm selama 15 menit. Proses ini digunakan untuk memisahkan endapan.

3.7.6 Proses *Ultrasonic*

Sampel selulosa ditimbang kemudian dilarutkan ke dalam 500 ml aquades. Kemudian di ultrasonik dengan amplitudo 80 %, selama 15 menit. Saat meng ultrasonik beker sampel dilapisi oleh ice gel atau es batu. Proses ini digunakan untuk memperkecil ukuran selulosa menjadi nano.

3.7.8 Proses *Freeze dryer*

Sampel selulosa yang sudah di ultrasonik dimasukkan ke dalam tube falcon sebanyak 25 ml, kemudian di tutup dengan plastic wrap, lubangi plastic dengan jarum. Setelah itu tube dimasukkan ke dalam alat *freeze dryer*. Proses ini digunakan untuk mengeringkan nanokristal selulosa (CNC) menjadi bubuk.

3.8 Analisis Data

3.8.1 Rendemen

Rendemen adalah berat perbandingan berat kerin produk yang dihasilkan dengan berat bahan baku (Yani Arifin *et all.* 2006). Rendemen dari ekstraksi dihitung dengan rumus:

Rumus Rendemen

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{\text{Ekstrak} \times 100\%}{\text{Berat Awal}}$$

3.8.2 FTIR

Pengujian *Fourier Transform InfraRed* mengacu pada standar yang digunakan yaitu ASTM E1 (Pembudi *et al.* 2017) dengan cara pertama zat yang akan diukur diidentifikasi, kemudian sinar infrared sebagai sumber sinar dibagi menjadi dua berkas yang mana satu sinar melewati sampel dan satu sinar lainnya sebagai pembanding. Secara berturut-turut akan melewati chopper. Kemudian sampel akan melewati prisma dan berkas akan jatuh pada detektor dan diubah

menjadi sinyal listrik yang digunakan sebagai rekaman oleh rekorder. Pengujian FTIR dilakukan dengan menggunakan bilangan gelombang 400-4000 cm⁻¹. Hasil akan didapatkan pada monitor library FTIR. Tujuan penggunaan analisis FTIR pada penelitian ini adalah untuk memastikan gugus selulosa CNC.

3.8.3 XRD

Analisis X-ray Diffraction (XRD) mengacu Suciati (2021) dengan prinsip Pengukuran difraksi sinar X pada sampel dilakukan untuk mengetahui fasa kristalin, dimana pengukuran dilaksanakan oleh tool XRD type XRD SMARTLAB RIGAKU (*Cu-Source*). Intensitas radiasi yang ditembakkan adalah Cu-Ka alpha ($k = 1.541862 \text{ \AA}$) pada 40 kV dan 30 mA dengan jangkauan sudut 2θ dari 5° sampai 120°. Dari data difraktogram XRD ini dapat diketahui indeks kristalinitas nanokristal selulosa *Eucheuma Cottonii*, melalui metode empirik berbantuan persamaan *Segal crystallinity index* (CI) seperti persamaan (1). Perhitungan kristalinitas dengan rumus pada berikut:

$$Cr1(\%) = \frac{I_{max} - I_{min}}{I_{min}} \times 100\%$$

Keterangan:

I_{002} : Intensitas Maksimum pada bidang (200) ($2\theta=22^\circ$)

I_{am} : Intensitas minimum pada lembah antara bidang (200) dan (100)
($2\theta=18^\circ$)

Penggunaan analisis XRD pada penelitian ini adalah untuk mengetahui jumlah kristalinitas yang terkandung.

3.8.4 TGA

Analisis *Thermogravimetric Analyzer* (TGA) mengacu pada (Mondal *et al.* 2021) analisis TGA dilakukan di bawah atmosfer N₂ pada laju aliran 50 mL/menit dengan kisaran suhu 30-700°C dengan kecepatan 10°C/ menit menggunakan sampel sebanyak 7-8 mg. Tujuan penggunaan analisis TGA pada penelitian ini

untuk mengevaluasi stabilitas termal sampel yang diolah secara kimia. Angka dan di tunjukkan kurva TGA dari selulosa yang diekstraksi dan CNC yang disiapkan.

3.8.5 FESEM

Uji analisis *Mikrograf Field Emission Scanning Electron Microscopy* Karakterisasi sampel menggunakan teknik SEM dilakukan di laboratorium CMPFA Departemen Teknik Metalurgi dan Material FTUI menggunakan mesin uji FE-SEM FEI Inspect F50. Perbesaran yang dilakukan dalam pengamatan ini adalah 1000 X, 2500 X, 5000 X, 10000 X, dan 20000 X. Semua sampel dalam penelitian ini diberikan pengujian SEM dan diamati morfologinya untuk dibandingkan dan dianalisis satu sama lain.