

BAB III  
METODOLOGI PENELITIAN

**3.1. Metode Penelitian**

Prinsip dasar dari penelitian ini adalah mengisolasi chitin dari limbah udang dan mensintesisnya menjadi chitosan. Chitosan yang diperoleh dimanfaatkan sebagai adsorben ion logam perak.

Variabel tetap dalam adsorpsi ion logam perak ini adalah konsentrasi  $\text{AgNO}_3$  0,05 N sebanyak 50 mL, berat chitosan 1g kecepatan pengadukan (150 rpm). Sedangkan variabel berubahnya adalah pH (3,4,5) dan waktu kontak (20,40,60,80,100 menit). Variabel yang dinilai adalah kadar ion logam yang dapat diserap oleh chitosan.

**3.2. Alat dan Bahan**

**3.2.1. Alat**

termometer	gelas arloji
magnetik stirer	penyaring buchner
gelas piala	pipet tetes
pengaduk	labu takar
cawan porselin	buret
oven	statif dan klem
beker glass	shaker
blender	gelas ukur
melting point Fisher John	corong kaca

pH meter	ayakan mesh
spektroskopi infra merah	termometer
timbangan elektrik	

### 3.2.2. Bahan

NaOH 3,5 %, 50 %	NaCl 0,1 N
HCl 1 N	HNO <sub>3</sub> pa
Akuades	K <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub>
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 2%	Fe(NH <sub>4</sub> )(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>
CH <sub>3</sub> COOH 2%	kertas saring
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> pa	KI
Kulit udang	AgNO <sub>3</sub> 0,05 N
KCNS 0,1 N	

### 3.3. Cara Kerja

#### 3.3.1. Persiapan Sampel Kulit Udang

Kulit udang yang telah diambil dari Tempat Pelelangan Ikan di Semarang dicuci, dikeringkan di bawah sinar matahari, kemudian dihancurkan dengan menggunakan blender, diayak, sehingga diperoleh serpihan ukuran 80 mesh dengan ayakan mesh.

#### 3.3.2. Isolasi Chitin

##### (1) Deproteinasi<sup>(4)</sup>

Seberat 200 g Sampel ditambah larutan NaOH 3,5% (1 : 10) dipanaskan selama 2 jam pada suhu 60 - 65°C. Setelah dingin campuran disaring, dan filtratnya dibuang. Residu yang

tertinggal dicuci dengan air sampai pH netral. Residu yang telah netral dikeringkan dalam oven pada suhu  $80^{\circ}\text{C}$  selama 7 jam. Hasil yang diperoleh ditimbang untuk mengetahui jumlah protein yang dapat dipisahkan.<sup>(2)</sup>

#### (2) Demineralisasi<sup>(4)</sup>

Hasil yang diperoleh dari proses deproteinisasi ditambah larutan HCl 1 N (1 : 10) dipanaskan pada suhu  $60 - 65^{\circ}\text{C}$  selama 1 jam. Setelah dingin campuran disaring. Filtrat yang didapat dibuang, sedangkan residunya dicuci dengan air sampai pH netral. Residu hasil pencucian dikeringkan dalam oven pada suhu  $80^{\circ}\text{C}$  selama 6 jam. Hasil yang diperoleh kemudian ditimbang untuk mengetahui jumlah mineral yang dapat dipisahkan, dan hasil ini diperkirakan adalah chitin.

### 3.3.3. Pembuatan Chitosan

#### (1) Depigmentasi

Chitin yang diperoleh direndam dalam larutan  $\text{H}_2\text{O}_2$  3% (1 : 10) selama sehari semalam. Setelah itu chitin dicuci dengan air dan dikeringkan dalam oven pada suhu  $80^{\circ}\text{C}$  selama 4 jam.<sup>(3)</sup>

#### (2) Deasetilasi

Seberat 25 g chitin hasil depigmentasi ditambah larutan NaOH 50% (b/b) dengan perbandingan 1 : 20, kemudian dipanaskan pada suhu  $100^{\circ}\text{C}$  selama 1 jam. hasil

ini diperkirakan adalah chitosan. Chitosan yang diperoleh dicuci dengan air sampai pH filtrat netral. Selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu  $80^{\circ}\text{C}$  selama 7 jam.<sup>(2)</sup>

Percobaan diulangi sekali lagi.

#### 3.3.4. Identifikasi Senyawa

Senyawa chitosan yang telah diperoleh ditentukan kadar air, kadar abu, titik leleh, dan dilakukan analisa dengan spektroskopi infra merah.

##### a. Kadar Air <sup>(2)</sup>

1. Cawan porselin dikeringkan dalam oven pada suhu  $105^{\circ}\text{C}$  selama 1 jam, didinginkan dan ditimbang.
2. Seberat 2 g contoh ditimbang dalam cawan porselin tersebut.
3. Cawan porselin yang berisi contoh dikeringkan pada suhu  $105^{\circ}\text{C}$  selama 3 jam.
4. Didinginkan dan ditimbang sampai bobot tetap.
5. Dihitung kadar air.

##### b. Kadar Abu <sup>(2)</sup>

1. Cawan porselin kosong dikeringkan dalam oven pada suhu  $105^{\circ}\text{C}$  selama 1 jam, didinginkan dan ditimbang.
2. Ditimbang 1 g contoh ke dalam cawan porselin tersebut.
3. Dipanaskan sampai menjadi abu, didinginkan, dan ditimbang sampai bobot tetap.

4. Dihitung kadar abunya.

c. Uji titik leleh

Sampel diletakkan di atas plat kaca Fisher John Melting Point dan titik leleh ditunjukkan oleh suhu pada waktu kristal mulai meleleh.

d. Analisa Spektra IR <sup>(13)</sup>

Sebanyak 1 miligram sampel dibuat pelet dengan KBr. Pelet yang dihasilkan dimasukkan dalam alat IR dan dihasilkan grafik antara %T versus bilangan gelombang yang memberikan informasi adanya gugus fungsional dalam senyawa tersebut.

3.3.5. Metode Penyerapan Ion Logam <sup>(3,4)</sup>

Ke dalam 50 ml larutan  $\text{AgNO}_3$  0,05 N ditambahkan 1 g bubuk chitosan, kemudian diaduk dengan kecepatan 150 rpm dengan variasi waktu selama 20;40;60;80;100 menit. Masing-masing campuran kemudian ditambah larutan  $\text{HNO}_3$  sampai pH 3. Setelah pengadukan selesai campuran disaring. Filtrat ditambah indikator  $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2$  lalu dititrasi dengan KCNS 0,1 N. Percobaan diulangi pada kondisi pH 4 dan 5.

3.3.6. Metode Analisa

Kadar ion logam yang terkandung dalam larutan sebelum dan sesudah penyerapan ditentukan melalui titrasi argentometri.