# BAB III

# METODELOGI PENELITIAN

## 3.1. Metode Penelitian

Penelitian ini meliputi isolasi kitin dari limbah udang, transformasi kitin menjadi kitosan dan menggunakan kitosan sebagai adsorben ion logam timbal. Variabel tetap dalam penelitian ini adalah konsentrasi $Pb(NO_3)_2$ 0,1M sebanyak 50 mL, berat kitosan 1 gram dan kecepatan pengadukan 150 rpm. Variabel berubahnya adalah pH yaitu 3, 4, 5 dan waktu kontak yaitu 20, 30, 40, 50, 60 menit. Variabel yang dinilai adalah kadar ion logam timbal yang dapat diserap oleh kitosan.

## 3.2. Alat Dan Bahan

### 3.2.1. Alat

Alat-alat yang diperlukan :

1. Alat-alat gelas
2. Ayakan mesh
3. Blender
4. Cawan porselin
5. Magnetic stirer
6. Melting point Fisher John
7. Oven
8. Penyaring Buchner

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. ( http://eprints.undip.ac.id)

9. pH meter
10. Pompa vakum
11. Shaker merk TS-330 A Tungstec Instrument Co, LTD
12. Spektroskopi FTIR merk Shimadzu
13. Termometer
14. Timbangan elektrik
15. Kompor Listrik

### 3.2.2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan :

1. NaOH 3,5% dan 50%
2. HCl 1N
3. $H_2O_2$ 3%
4. Aquades
5. $K_2CrO_4$
6. Kulit Udang
7. Kertas saring
8. $Pb(NO_3)_2$
9. $CH_3COOH$
10. $HNO_3$
11. KBr
12. KI
13. $H_2SO_4$

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. ( http://eprints.undip.ac.id)

## 13.2. Cara Kerja

### 13.2.1. Persiapan Sampel

Limbah udang putih yang diperoleh dari pasar Johar Semarang dibersihkan, dikeringkan di bawah sinar matahari, dihancurkan dengan menggunakan blender dan diayak sehingga diperoleh serpihan ukuran 80 mesh.

### 3.3.2. Isolasi Kitin : deproteinisasi, demineralisasi, depigmentasi

100 gram sampel ditambah 1L larutan NaOH 3,5% dipanaskan selama 2 jam pada suhu 60-65$^0$C, disaring dan filtratnya dibuang. Residu dicuci dengan air sampai netral, dikeringkan pada suhu 80$^0$C sehari semalam dan ditimbang. Residu yang kering tersebut ditambah larutan HCl 1N dengan perbandingan residu dan larutan HCl adalah 1:10 dan dipanaskan pada suhu 60-65$^0$C selama 1 jam. Campuran disaring, residu dicuci dengan air sampai netral, dikeringkan pada suhu 80$^0$C sehari semalam dan ditimbang. Kemudian direndam dalam larutan $H_2O_2$ 3% dengan perbandingan residu dan larutan $H_2O_2$ adalah 1:10 selama sehari semalam, dicuci dengan air dan dikeringkan pada suhu 80$^0$C sehari semalam. Hasil yang diperoleh ditambahkan dengan larutan KI. Jika terjadi perubahan warna kitin menjadi coklat, kemudian ditambahkan dengan $H_2SO_4$, berubah menjadi merah violet, maka tes ini positif menunjukkan senyawa kitin.

### 3.3.3. Transformasi Kitin Menjadi Kitosan : deasetilasi.

Kitin ditambah larutan NaOH 50% dengan perbandingan kitin dan larutan NaOH adalah 1:20, dipanaskan pada suhu 100$^0$C selama 1 jam dan disaring. Residu dicuci dengan air sampai netral dan dikeringkan pada suhu 80$^0$C sehari semalam. Hasil ini diidentifikasi sebagai kitosan.

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. ( http://eprints.undip.ac.id)

**3.3.4. Identifikasi Kitosan.**

Hasil akhir yang diperoleh diidentifikasi dengan menentukan kadar air, kadar abu, uji titik leleh dan spektroskopi FTIR.

3.3.4.1. Penentuan Kadar Air

Cawan porselin dikeringkan dalam oven pada suhu $105^0$C selama 1 jam, didinginkan dan ditimbang. Seberat 2 gram sampel ditimbang dalam cawan porselin tersebut kemudian dikeringkan pada suhu $105^0$C selama 3 jam. Setelah dingin, ditimbang sampai bobot konstan dan dihitung kadar airnya.

3.3.4.2. Penentuan Kadar Abu

Cawan porselin kosong dikeringkan dalam oven pada suhu $105^0$C selama 1 jam, didinginkan dan ditimbang. Seberat 1 gram sampel ditimbang dalam cawan porselin tersebut kemudian dipanaskan sampai menjadi abu. Setelah dingin, ditimbang sampai bobot konstan dan dihitung kadar abunya.

1.3.4.4. Uji Titik Leleh

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

3.3.4.4. Spektroskopi FTIR

Uji identifikasi kimia sampel dilakukan dengan menggunakan FTIR, yang dilakukan di Laboratorium Jurusan Kimia UGM, Yogyakarta.

Sampel dibuat pelet dengan KBr. Pelet yang dihasilkan dimasukkan dalam alat FTIR dan dihasilkan grafik antara %T versus bilangan gelombang (400 –

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. ( http://eprints.undip.ac.id)

4000 $cm^{-1}$) yang memberikan informasi adanya gugus fungsional dalam senyawa tersebut.

### 3.3.5. Penyerapan Ion Logam Pb.

Ke dalam 50 mL larutan $Pb(NO_3)_2$ 0,1M ditambahkan bubuk kitosan dan $HNO_3$ sampai pH 3. Campuran diaduk dengan kecepatan 150 rpm selama 20, 30, 40, 50, 60 menit. Setelah pengadukan selesai, campuran disaring. Percobaan diulangi pada kondisi pH 4 dan 5.

### 3.3.6. Metode Analisa

Filtrat hasil penyaringan campuran dianalisa dengan metode gravimetri. Prosedurnya adalah sebagai berikut; filtrat ditambah asam asetat encer (1%) dan dipanaskan sampai mendidih. Kemudian ditambah $K_2CrO_4$ 4% sebesar 10 mL. Campuran dididihkan sampai endapan mulai turun (sekitar 10 menit). Endapan disaring dan dicuci dengan air panas. Kemudian endapan dikeringkan pada 120 – 130$^0$C. Setelah kering, endapan ditimbang sebagai $PbCrO_4$.

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. ( http://eprints.undip.ac.id)