

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian ini terdiri dari 3 tahap, yaitu isolasi kitin dari limbah pengolahan udang, transformasi kitin menjadi kitosan dan adsorpsi ion Ni^{2+} menggunakan kitosan. Tahap isolasi dilakukan melalui proses deproteinasi, demineralisasi dan depigmentasi; tahap transformasi dilakukan melalui proses deasetilasi dan tahap adsorpsi dilakukan menggunakan metode batch.

3.1. Alat dan Bahan

3.1.1. Alat

- | | |
|-------------------------------------|-----------------------------------|
| 1. Ayakan | 11. Termometer |
| 2. Blender | 12. pH meter |
| 3. Peralatan gelas | 13. Furnace |
| 4. Pemanas | 14. Shaker |
| 5. Pengaduk magnetik | 15. Eksikator |
| 6. Oven | 16. Spektrofotometer IR Shimadzu |
| 7. Cawan porselin | FTIR-8210PC |
| 8. Penentu titik leleh Fischer-John | 17. Spektrofotometer Serapan Atom |
| 9. Penyaring Buchner | Hitachi Polarized Zeeman |
| 10. Neraca Analitik Mettler ATP 200 | |

3.1.2. Bahan

- | | |
|----------------------------------|---|
| 1. Kulit udang | 5. Akuades |
| 2. NaOH (Merck p.a.) | 6. Akuabides |
| 3. HCl (Merck p.a.) | 7. NiCl ₂ .6H ₂ O |
| 4. H ₂ O ₂ | 8. Kertas saring |

3.2. Cara Kerja

3.2.1. Penyiapan Sampel

Kepala dan kulit udang yang diperoleh dari tempat pengolahan udang di Semarang dicuci, dikeringkan di bawah sinar matahari kemudian dihancurkan menggunakan blender. Serbuk yang diperoleh kemudian diayak untuk mendapatkan ukuran yang seragam (150 – 180 μ m).

3.2.2. Isolasi Kitin^[10]

Sampel sebanyak 200 g ditambah larutan NaOH 3,5 % dengan perbandingan 1 : 10, kemudian dipanaskan pada suhu 60 – 65 °C selama 2 jam disertai pengadukan menggunakan pengaduk magnetik. Campuran disaring dan residunya dicuci dengan aquades sampai netral. Residu dikeringkan menggunakan oven pada suhu 80 °C selama 7 jam kemudian ditimbang. Residu kering ditambah larutan HCl 1N dengan perbandingan 1 : 10, kemudian dipanaskan pada suhu 60 – 65 °C selama 1 jam disertai pengadukan menggunakan pengaduk magnetik. Campuran disaring dan residunya dicuci dengan aquades sampai netral. Residu dikeringkan menggunakan oven pada suhu 80 °C selama 7

jam kemudian ditimbang. Residu kering direndam dalam larutan H₂O₂ 3 % dengan perbandingan 1 : 10, selama 48 jam. Larutan H₂O₂ 3 % diganti dengan yang baru setelah 24 jam. Campuran disaring dan residunya dicuci dengan aquades kemudian dikeringkan menggunakan oven pada suhu 80 °C selama 7 jam.

3.2.3. Transformasi Kitin menjadi Kitosan^[10]

Kitin yang diperoleh dari proses di atas kemudian ditransformasi menjadi kitosan melalui proses deasetilasi. Kitin ditambah larutan NaOH 50 % dengan perbandingan 1 : 20, kemudian dipanaskan pada suhu 100 °C selama 1 jam disertai pengadukan menggunakan pengaduk magnetik. Setelah dingin campuran disaring dan residunya dicuci dengan aquades sampai netral. Residu dikeringkan menggunakan oven pada suhu 80 °C selama 7 jam.

3.2.4. Identifikasi Hasil

Kitosan yang diperoleh kemudian ditentukan kadar air dan kadar abunya. Sedangkan analisis spektroskopi IR dilakukan terhadap kitin dan kitosan.

3.2.4.1. Penentuan Kadar Air^[14]

Cawan porselin dikeringkan dalam oven pada suhu 105 °C selama 1 jam, kemudian didinginkan dan ditimbang hingga bobot konstan. Kitosan seberat 1 gram ditimbang dalam cawan porselin hingga bobot konstan. Cawan porselin berisi kitosan dikeringkan dalam oven pada suhu 105 °C selama 3 jam. Cawan dan kitosan didinginkan kemudian ditimbang hingga bobot konstan.

Kadar air dihitung dengan rumus:

$$\text{kadar air} = \frac{a-b}{c} \times 100\%$$

keterangan:

a = berat cawan dan kitosan sebelum dikeringkan.

b = berat cawan dan kitosan setelah dikeringkan.

c = berat kitosan sebelum dikeringkan.

3.2.4.2. Penentuan Kadar Abu^[14]

Cawan porselin dikeringkan dalam oven pada suhu 105 °C selama 1 jam, kemudian didinginkan dan ditimbang hingga bobot konstan. Kitosan seberat 1 gram ditimbang dalam cawan porselin hingga bobot konstan. Kitosan dipanaskan pada suhu 600 °C sampai menjadi abu. Cawan dan abu didinginkan kemudian ditimbang hingga bobot konstan.

Kadar abu dihitung dengan rumus:

$$\text{kadar abu} = \frac{a}{b} \times 100\%$$

keterangan:

a = berat abu

b = berat kitosan

3.2.5. Pembuatan 500 mL Larutan Ni²⁺ 70 ppm

Sebanyak 138,1325 mg NiCl₂·6H₂O dimasukkan ke dalam labu takar 500 mL kemudian ditambah akuabides dan 0,5 mL HNO₃ pekat, kemudian diencerkan dengan akuabides hingga tanda batas pada leher labu.

3.2.6. Adsorpsi Ion Logam

Ke dalam 25 mL larutan Ni²⁺ 70 ppm (pH = 4) ditambahkan 0,5 gram serbuk kitosan, kemudian digojog menggunakan shaker dengan kecepatan 150 rpm selama 2 jam. Campuran disaring untuk memisahkan larutan Ni²⁺ sisa

adsorpsi dan kompleks kitosan - Ni. Percobaan diulang pada pH = 4,5; 5; 5,5 dan 6. Pengaturan pH dilakukan menggunakan larutan NaOH 0,01 M dan larutan HCl 0,01 M.

3.2.7. Analisis Hasil Adsorpsi

Larutan Ni^{2+} sisa adsorpsi dianalisis menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom untuk mengetahui konsentrasi Ni^{2+} yang tidak teradsorpsi. Kitosan yang menyerap ion Ni^{2+} paling banyak dianalisis menggunakan Spektrofotometer Inframerah.

