

BAB III

METODE PENELITIAN

Adsorpsi zat warna *indigo carmine* oleh kitosan diawali dengan ekstraksi kulit udang untuk memperoleh kitosan. Selanjutnya kitosan yang diperoleh digunakan untuk mengadsorpsi zat warna *indigo carmine*. Kondisi terbaik adsorpsi ditentukan dengan variasi pH, untuk menentukan kemampuan adsorpsi dilakukan terhadap larutan seri *indigo carmine* pada pH terbaik. Analisa terbentuknya kitosan dan interaksi yang terjadi antara kitosan dan *indigo carmine* menggunakan spektrofotometer FTIR. Analisa kuantitatif *Indigo carmine* yang teradsorpsi dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Alat yang digunakan meliputi: gelas beker, corong gelas, gelas ukur, labu takar, kolom kaca diameter 1,5 cm panjang 25 cm, pengaduk magnetik, kertas saring, *hot plate*, timbangan elektrik merk Kern, pH meter HAC seri EC 20, termometer, spektrofotometer shimadzu FTIR-820 IPC dan spektrofotometer 390.

3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan meliputi: serbuk kulit udang kering, serbuk *indigo carmine*, natrium hidroksida (NaOH p.a merck), asam klorida pekat (HCl p.a. merck), hidrogen peroksida (H₂O₂), asam sulfat pekat (H₂SO₄ p.a. merck), dan akuades.

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Ekstraksi Kitosan

Serbuk kulit udang kering sebanyak 200 gram ditambah 1 liter larutan NaOH 3,5%, kemudian dipanaskan pada suhu 65 °C selama 2 jam disertai pengadukan dengan pengaduk magnetik. Campuran disaring dan residu dicuci dengan akuades hingga netral. Residu ditambah HCl 1N sebanyak 1 liter kemudian dipanaskan pada suhu 65 °C selama 2 jam disertai pengadukan dengan pengaduk magnetik. Campuran disaring dan residu dicuci dengan akuades sampai netral. Residu direndam dalam larutan H₂O₂ 3% 250 mL selama 24 jam sebanyak 2 kali perendaman. Campuran disaring dan residu dicuci dengan akuades kemudian dikeringkan dengan oven pada suhu 80 °C selama 8 jam. Residu kering ditambah larutan NaOH 50% sebanyak 500 mL kemudian dipanaskan pada suhu 100 °C selama 2 jam disertai pengadukan dengan pengaduk magnetik. Campuran disaring dan residu dicuci dengan akuades sampai netral. Residu dikeringkan menggunakan oven pada suhu 80 °C selama 8 jam. Analisa terbentuknya kitosan dengan menggunakan spektrofotometer FT-IR

3.2.2 Pembuatan Larutan Induk dan Larutan Seri *Indigo Carmine*

a. Pembuatan larutan induk *indigo carmine* 100 ppm

Sebanyak 100 miligram serbuk *indigo carmine* dilarutkan ke dalam 20 mL larutan NaOH. Selanjutnya larutan disaring, kemudian larutan tersebut dipindahkan ke dalam labu takar 1000 mL dan ditambah akuades sampai tanda batas.

b. Pembuatan larutan *indigo carmine* 20 ppm dengan variasi pH

Larutan *indigo carmine* 20 ppm dengan variasi pH 4, 5, 6, 7, dan pH 8 sebanyak 20 mL dibuat dengan jalan pengenceran larutan induk *indigo carmine* 100 ppm berdasar hukum pengenceran (lampiran B.2), pengaturan pH dengan penambahan larutan H_2SO_4 0,05 N atau NaOH 0,05 N

c. Pembuatan larutan seri *indigo carmine* pH 4

Larutan seri *indigo carmine* dengan konsentrasi 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm, 25 ppm, 30 ppm, 35 ppm, 40 ppm, 45 ppm, dan 50 ppm sebanyak 100 mL dibuat melalui pengenceran dari larutan induk indigo 100 ppm. Pembuatan larutan seri tersebut dilakukan sesuai dengan hukum pengenceran seperti (lampiran B.2), pengaturan pH dengan penambahan H_2SO_4 0,05 N atau NaOH 0,05 N.

3.2.3 Adsorpsi *Indigo Carmine* oleh Kitosan dengan Variasi pH

Kertas saring dibuat bulat dengan ukuran diameter 2 cm dimasukkan ke dasar kolom. Sebanyak 0,5 gram serbuk kitosan (+200 mesh) dimasukkan dalam kolom sehingga tertahan oleh kertas saring kemudian digoyang agar permukaan rata (rangkaian alat lampiran A). Proses adsorpsi dilakukan dengan mengalirkan 10 ml larutan sampel *indigo carmine* 20 ppm dengan variasi pH 4, 5, 6, 7, dan pH 8 dalam kolom selama 10 menit pada suhu kamar. Larutan hasil adsorpsi diukur untuk uji kuantitatif dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

3.2.4 Adsorpsi oleh Kitosan dengan Variasi Konsentrasi Larutan *Indigo*

Carmine

Kertas saring dibuat bulat dengan ukuran diameter 2 cm dimasukkan ke dasar kolom. Sebanyak 0,5 gram serbuk kitosan (+200 mesh) dimasukkan dalam kolom sehingga tertahan oleh kertas saring kemudian digoyang agar permukaan rata (rangkain alat lampiran A). Proses adsorpsi dilakukan dengan mengalirkan 10 mL larutan seri *indigo carmine* konsentrasi 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, dan 50 ppm dengan pH 4 ke dalam kolom selama 10 menit pada suhu kamar. Larutan hasil adsorpsi diukur untuk uji kuantitatif dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

