

### **BAB III METODE PENELITIAN**

#### **A. Jenis Penelitian**

Jenis penelitian ini adalah deskriptif kualitatif dengan pendekatan eksperimen laboratorium, dengan tujuan mengetahui karakteristik kitosan dari limbah cangkang rajungan (*Portunus pelagicus*).

#### **B. Lokasi dan Waktu Penelitian**

##### a. Lokasi

Untuk pengambilan sampel dilakukan diteluk Ambon sedangkan untuk isolasi kitosan dari limbah cangkang rajungan dilakukan di Laboratorium MIPA IAIN Ambon dan karakterisasi kitosan dilakukan di Laboratorium Kimia Organik, Universitas Hasanudin Makassar.

##### b. Waktu

Penelitian ini di laksanakan pada tanggal 26 Februari sampai dengan 06 Juni 2023.

#### **C. Alat dan Bahan**

Tabel 3.1 Alat dan Kegunaan

<b>NO</b>	<b>Alat</b>	<b>Kegunaan</b>
1	Neraca Analitik	Untuk menimbang berat sampel.
2	Mortar	Untuk menghaluskan sampel.
3	Ayakan 100 mesh	Untuk menyaring sampel yang telah dihaluskan.
4	<i>Magnetic Stirrer</i>	Untuk mengaduk bahan.
5	Gelas Ukur	Sebagai wadah untuk mengukur larutan.
6	Oven	Untuk mengeringkan bahan
7	<i>Hot Plate</i>	Untuk memanaskan larutan

8	Desikator	Untuk mendinginkan bahan
9	Gelas kimia	Untuk membuat, menghomogenkan, dan mengencerkan larutan.
10	Spatula	Untuk mengambil bahan
11	Pipet tetes	Untuk memipet cairan
12	Batang pengaduk	Untuk mengadung larutan

Tabel 3.2. Bahan dan Kegunaanya

No	Bahan	Kegunaan
1	NaOH	Digunakan untuk memutuskan ikatan antara kitin dan protein yang terkandung dalam cangkang rajungan.
2	HCL	Digunakan untuk menghilangkan meneral-mineral yang terkandung dalam cangkang rajungan.
3	Aquades	Menetralkan pH
5	Etanol 96%	Digunakan untuk mencuci kitin
6	Serbuk Cangkang Rajungan	Sampel penelitian
7	pH Indikator	Untuk mengukur pH
8	Kertas Saring	Untuk memisahkan padatan dan larutan.
9	Almunium voil	Sebagai tempat

#### D. Objek Penelitian

Objek penelitian dalam penelitian ini yaitu kitosan yang diisolasi dari limbah cangkang rajungan

#### E. Prosedur Penelitian

Sampel rajungan dikumpulkan dari pengepul rajungan di Teluk Ambon, desa Waiheru sebanyak 246,96 gram.

## 1. Isolasi Kitosan

Tahapan awal isolasi kitosan dari cangkang rajungan (*P. pelagicus*), yaitu: preparasi sampel cangkang rajungan dengan cara mencuci cangkang rajungan menggunakan air untuk membersihkan kotoran yang masih melekat. Kemudian sampel dikeringkan di bawah sinar matahari selama 7 hari guna menghilangkan kandungan air. Cangkang rajungan yang telah kering dihaluskan dengan menggunakan mortar dan disaring dengan ayakan 100 mesh,<sup>1</sup> yang menghasilkan serbuk cangkang rajungan sebanyak 169,37 gram.

### a. Demineralisasi

Tahap demineralisasi dilakukan melalui cara:

1. Menimbang serbuk cangkang rajungan. Berat awal sampel 169,37 gram. Kemudian dibagi dua, yang masing-masing beratnya sebanyak 84,685 gram.
2. Kemudian masukan HCL 2N ke dalam dua gelas kimia masing-masing sebanyak 340 ml.
3. Mengaduk campuran HCL dan bubuk cangkang rajungan menggunakan magnetic stirrer selama 24 jam.
4. Mencuci padatan yang diperoleh menggunakan aquades hingga pH netral (7).
5. Mengeringkan padatan yang diperoleh pada oven dengan suhu 100<sup>0</sup>C selama 24 jam.

---

<sup>1</sup>Sari Sukma dkk. 2014. Kitosan dari Rajungan Lokal *Portunuspelagicus* Asal Probolinggo, Indonesia. *Kimia StudentJournal.*, vol 2. Hal 508

**b. Deproteinasi**

Tahap deproteinasi dilakukan dengan cara:

1. Menimbang padatan hasil proses demineralisasi untuk sampel A 49,37 gram dan sampel B 49,07 gram.
2. Menambahkan 493 ml NaOH 4% kedalam wadah yang berisi sampel A dan 490,7 ml kedalam wadah yang berisi sampel B.
3. Memanaskan padatan sampel A dan sampel B pada suhu 100<sup>0</sup>C sambil diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 12 jam.
4. Mencuci padatan sampel A dan sampel B yang telah dipanaskan menggunakan aquades hingga pH netral.
5. Mengeringkan padatan sampel A dan sampel B dengan oven pada suhu 100<sup>0</sup>C selama 24 jam
6. Kemudian padatan sampel A dan sampel B didinginkan dalam desikator dan ditimbang.
7. Sampel A disiapkan untuk depigmentasi, sedangkan sampel B tidak didepigmentasi. (dijadikan sebagai perbandingan)

**c. Depigmentasi**

Tahap depigmentasi dilakukan dengan cara:

1. Menimbang sampel A hasil deproteinasi sebanyak 45,55 gram.
2. Menambahkan etanol 96% sebanyak 455,5 ml kedalam wadah yang berisi sampel A.
3. Kemudian dihomogenkan sampai terlihat larut lalu cairan sisa dibuang.

4. Padatan yang diperoleh dicuci kembali dengan aquades panas dan aseton (1 : 1) sebanyak dua kali.
5. Kemudian disaring dan dikeringkan dalam oven dengan suhu 100°C selama 24 jam.

#### **d. Deasetilasi**

Tahapdeasetilasi dilakukan dengan cara:

1. Menimbang hasil depigmentasi untuk campuran A 40,99 gram dan hasil deproteinasi untuk campuran B 42,07 gram.
2. Menambahkan 819,8 ml NaOH 45% kedalam 40,99 gram kitin dari hasil yang telah didepigmentasi campuran A dan 901,4 ml NaOH 45% kedalam 42,07 campuran B yang telah diproteinasi.
3. Menginfleks masing-masing campuran A dan campuran B dengan suhu 80°C selama 24 jam.
4. Kemudian dicuci dengan aquades pH netral.

## **2. Karakterisasi Kitosan**

### **a. Identifikasi dengan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)**

Membuktikan terbentuknya kitin dan kitosan hasil isolasi dianalisis dengan dibuat pellet dengan Kalium Bromida (KBr) dan selanjutnya diamati spektrum *Transform Red* (TR)nya dengan *Fourier Transform Infra Red* (FITR), yang dilaksanakan di Laboratorium Kimia Organik Universitas Hasanudin Makassar.

### **b. Rendemen**

Rendemen merupakan salah satu parameter penting dalam pembuatan kitosan. Efisien dan efektifitasnya proses ekstraksi bahan baku untuk pembuatan kitosan dapat dilihat dari nilai rendemen yang dihasilkan<sup>2</sup>.

### **c. Kadar air**

Kadar air merupakan salah satu parameter yang dapat dijadikan sebagai standar penilaian mutu kitosan. Semakin tinggi kelarutan kitosan berarti kitosan yang dihasilkan banyak<sup>3</sup>. Kadar air di uji dengan memasukan hasil dari kitosan yang diperoleh dengan asam asetat 2%. Berat konstan yang dihasilkan melalui proses penyaringan dan pengeringan.

### **d. Derajat Deasetilasi**

Derajat deasetilasi kitosan diukur menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Spektrum diambil dengan *scanning* pada daerah bilangan gelombang. Pengukuran derajatdeasetilasi dengan menggunakan metode *baseline* pada hasilFTIR. Cara perhitungan dalam metode ini adalah dengan mengukur puncak tertinggi dan dicatat dari garis yang diperoleh<sup>4</sup>.

## **E. Analisis Data**

Analisis data dilakukan setelah kitosan diperoleh, menggunakan metode deskriptif kualitatif disajikan dalam bentuk tabel, serta penjelasannya. Hasil akan dilakukan dengan menentukan nilai :

---

<sup>2</sup>Bella Anjelika Laleno dan Eko Cahyono. "Karakterisasi Kitosan dari Limbah Cangkang Rajungan (*Portunuspelagicus*)". Politeknik Negeri Nusa Utara. 2017. Hal 31-32

<sup>3</sup>*Ibid*

<sup>4</sup>Beni Setha dkk. "karakteristik Kitosan dari Kulit Udang Vaname dengan Menggunakan Suhu dan Waktu yang Berbeda dalam Proses Deasetilasi". Masyarakat Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia. JPHPI 2019, Vol 22 no 3. Hal 500

### 1. Derajat Rendemen

Nilai rendemen dari kitosan yang dihasilkan dibagi dengan berat cangkang rajungan pada awal proses, dengan persamaan sebagai berikut<sup>5</sup>:

$$\text{Rendeman} = \frac{\text{Berat Kitosan yang dihasilkkan}}{\text{Berat Cangkang Rajungan}} \times 100$$

### 2. Derajat Deasetilasi

Deasetilasi dilakukan berdasarkan hasil uji *Fourier Transform Infra Red* (FITR). Dengan menggunakan persamaan sebagai berikut:

$$\text{Derajat Deasetilasi} = 100 - \frac{A_{1655}}{A_{3450}} \times \frac{100}{1,33}$$

Keterangan:  $A_{1655}$  adalah nilai pada pita amida

$A_{3450}$  pada hidroksil dan 1,33 nilai perbandingan rasio antara

### 3. Kelarutan

Nilai kelarutan diperoleh dengan menggunakan persamaan sebagai berikut<sup>6</sup>.

$$\text{Ketidak Larutan}(\%) = \frac{\text{Berat Akhir}}{\text{Berat Awal}} \times 100\%$$

Kelarutan (%) = 100% - Ketidak Larutan

---

<sup>5</sup> Ibid Izra Dewi Sartika dkk hal 103

<sup>6</sup> Izra Dewi Sartika, dkk, hlm 102