

BAB III METODE PENELITIAN

A. Jenis penelitian

Jenis penelitian ini adalah deskriptif kualitatif dengan pendekatan eksperimen laboratorium (*laboratory eksperiment*), dengan tujuan mengetahui kandungan kitosan pada limbah cangkang rajungan jantan dan betina.

B. Lokasi Dan Waktu Penelitian

a. Lokasi

Untuk pengambilan sampel dilakukan di Teluk Ambon sedangkan untuk pengolahan kitosan dari limbah cangkang rajungan dilakukan di laboratorium MIPA IAIN Ambon dan karakterisasi kitosan di labotarium Kimia Organik Universitas Makasar.

b. Waktu

Penelitian ini di laksanakan pada 20 Februari hingga 06 Juni 2023.

C. Objek Penelitian

Objek dalam penelitian ini adalah kitosan dari limbah cangkang rajungan jantan dan betina.

D. Alat dan Bahan

Tabel 3.1 : Alat dan kegunaannya

NO	ALAT	KEGUNAAN
1	Neraca Analitik	Untuk menimbang berat sampel.
2	Mortar	Untuk menghaluskan sampel.
3	Ayakan 100 mesh	Untuk menyaring sampel yang telah dihaluskan.
4	Magnetic Stirer	Untuk mengaduk bahan.
5	Spatula	Untuk mengambil zat-zat kimia dan mengaduk bahan.
6	Gelas ukur	Sebagai wadah untuk menyimpan dan membuat larutan.
7	Labu Ukur	Untuk mengukur larutan dan sebagai wadah untuk mengencerkan larutan.
8	Oven	Untuk mengeringkan bahan
9	Hot Plate	Untuk memanaskan larutan
10	Desikator	Untuk mendinginkan bahan
11	Kertas Label	Untuk memberikan informasi pada sampel.

Tabel 3.2 : Bahan Dan kegunaannya

No	Bahan	Kegunaan
1	NaOH	Untuk memutuskan ikatan antara kitin dan protein yang terkandung didalam bahan.
3	HCL	Untuk menghilangkan minera- mineral yang terkandung didalam bahan.
4	Aquades	Untuk menetralkan pH.
5	Kertas saring	Untuk memisahkan padatan dan larutan.
6	pH indicator	Untuk mengukur Ph
7	Serbuk Cangkang rajungan jantan dan betina	Sampel Penelitian

E. Prosedur Penelitian

Sampel limbah cangkang rajungan diperoleh di Teluk Ambon.

A. Isolasi

Tahap awal dalam proses isolasi yaitu melakukan preparasi pada sampel cangkang rajungan dengan cara memisahkan rajungan jantan dan betina lalu mencuci cangkang rajungan dibawah air mengalir dan disikat hingga bersih dari sisa kotoran yang menempel lalu tiriskan, kemudian jemur dibawah sinar matahari langsung selama 7 hari guna menghilangkan kandungan air pada cangkang rajungan. Cangkang rajungan yang telah kering selanjutnya digiling hingga halus menjadi serbuk dan di saring menggunakan ayakan 100 Mesh.

1. Demineralisasi

Tahap Demineralisasi dilakukan dengan cara:

- a. Menimbang serbuk cangkang rajungan jantan sebanyak 118,49 gram dan betina sebanyak 73,73 gram.
- b. Menambahkan 473,96 ml HCL 2 N kedalam wadah yang telah berisi serbuk cangkang rajungan jantan dan 294,92 ml HCL 2N kedalam wadah yang telah berisi serbuk cangkang rajungan betina.
- c. Mengaduk campuran HCL dan bubuk cangkang rajungan menggunakan magnetic stirrer selama 24 jam
- d. Mencuci padatan yang diperoleh menggunakan aquades hingga pH netral
- e. Mengeringkan padatan yang diperoleh pada oven dengan suhu 100° C selama 24 jam

2. Deproteinasi

Tahap Deproteinasi dilakukan dengan cara:

- a. Menimbang padatan hasil proses demineralisasi untuk jantan sebanyak 67,49 gram dan betina sebanyak 42,04 gram.
- b. Menambahkan 674,9 ml NaOH 4 % kedalam wadah yang telah berisi serbuk jantan dan 420.4 ml NaOH 4% kedalam wadah yang telah berisi serbuk betina.
- c. Memanaskan padatan pada suhu 100°C sambil diaduk dengan menggunakan magnetic stirer selama 12 jam
- d. mencuci padatan yang telah dipanaskan menggunakan aquades hingga pH netral
- e. Mengeringkan padatan pada oven dengan suhu 100°C selama 24 jam
- f. Kemudian padatan didinginkan dalam desikator dan ditimbang.

3. Deasetilasi

Tahap Deasetilasi dilakukan dengan cara :

- a. Menimbang hasil deproteinasi untuk jantan sebanyak 58,88 gram dan betina sebanyak 36,00 gram.
- b. Menambahkan 88,72 ml NaOH 45% kedalam 58,88 gram kitin dari hasil proses deproteinasi rajungan jantan dan 85,63 ml NaOH 45% kedalam 36,00 gram kitin dari hasil proses deproteinasi rajungan betina.
- c. Menginflaks campuran dengan suhu 100°C selama 24 jam
- d. Kemudian dicuci dengan aquades hingga pH netral.

B. Karakterisasi Kitosan

1. Identifikasi dengan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*)

Membuktikan terbentuknya kitin dan kitosan, Hasil isolasi dianalisa dengan dibuat pellet dengan KBr dan selanjutnya diamati spektrum IR nya Dengan FTIR .

2. Rendemen

Rendemen merupakan salah satu parameter penting dalam pembuatan kitosan, efisien dan efektivitasnya proses ekstraksi bahan baku untuk pembuatan kitosan dapat dilihat dari nilai rendemen yang dihasilkan.¹

3. Kadar Air

Merupakan salah satu parameter yang dijadikan sebagai standar penilaian mutu kitosan. Semakin tinggi kadar air kitosan berarti kitosan yang dihasilkan banyak.² Kadar air di uji dengan memasukkan hasil dari kitosan yang diperoleh dengan asam asetat 2%. Berat konstan dihasilkan melalui proses penyaringan dan pengeringan.

F. Analisis Data

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

¹ Bella Anjelika Laleno dan Eko cahyono. “Karakterisasi Kitosan dari Limbah cangkang rajungan (*Portunus pelagicus*). Politeknik Negeri Nusa Utara. 2017. Hal 31-32

² *Ibid*

i. Derajat Rendemen

Nilai rendemen dari kitosan yang dihasilkan dibagi dengan berat cangkang rajungan pada awal proses, dengan menggunakan persamaan berikut :

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

ii. Derajat Deasetilasi

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

$$DD = 100 - \left[\frac{A_{1655}}{A_{3450}} \times \frac{100}{1,33} \right]$$

$$A_{1655} = \log \left[\frac{DF}{DE} \right]$$

$$A_{3450} = \log \left[\frac{AC}{AB} \right]$$

Keterangan :

A_{1655} = Absorbansi panjang gelombang 1655 cm^{-1} untuk serapan gugus hidroksi/amin (-OH, -NH₂)

A_{3450} = Absorbansi panjang gelombang 3450 cm^{-1} untuk serapan gugus asetamida (CH₃COONH)

DE = Titik pertemuan antara kurva dengan garis A_{1655} ketika ditarik garis secara *vertikal*.

DF₂ = Titik pertemuan antara garis A_{1655} dengan garis diagonal yang ditarik dari titik peak terendah menuju peak tertinggi pada area gugus hidroksi/amin (- OH, -NH₂)

AB = Titik pertemuan antara kurva dengan garis A_{3450} ketika ditarik garis secara *vertikal*.

AC = Titik pertemuan antara garis A_{3450} dengan garis diagonal yang ditarik dari titik peak terendah menuju peak tertinggi pada area gugus asetamida (CH₃COONH)

iii. Kadar Air

Nilai kadar air diperoleh dengan menggunakan persamaan sebagai berikut:

$$\text{Kadar Air (\% bb)} = \frac{b-a}{a} \times 100\%$$

$$\text{Kadar Air (\% bk)} = \frac{a-b}{b} \times 100\%$$

$$\text{Kadar Total Padatan (\%)} = \frac{b}{a} \times 100\%$$

Keterangan :

a = Berat Awal

b = Berat Akhir