

## BAB III METODOLOGI PENELITIAN

### 3.1 Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Riset dan Laboratorium Kimia Lingkungan Jurusan Pendidikan Kimia Universitas Pendidikan Indonesia, sedangkan laboratorium yang digunakan untuk keperluan analisis adalah Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia Universitas Pendidikan Indonesia dan Laboratorium Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi kelautan.

### 3.2 Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan selama  $\pm$  10 bulan yaitu dari bulan Maret 2008 sampai Januari 2009.

### 3.3 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah cangkang udang, Kalsium Hipoklorit (kaporit) padatan, Natrium Hidroksida (NaOH), Asam Klorida (HCl), Asam Asetat (CH<sub>3</sub>COOH), Polietilen Glikol (PEG) BM 4000 p.a dan Akuades.

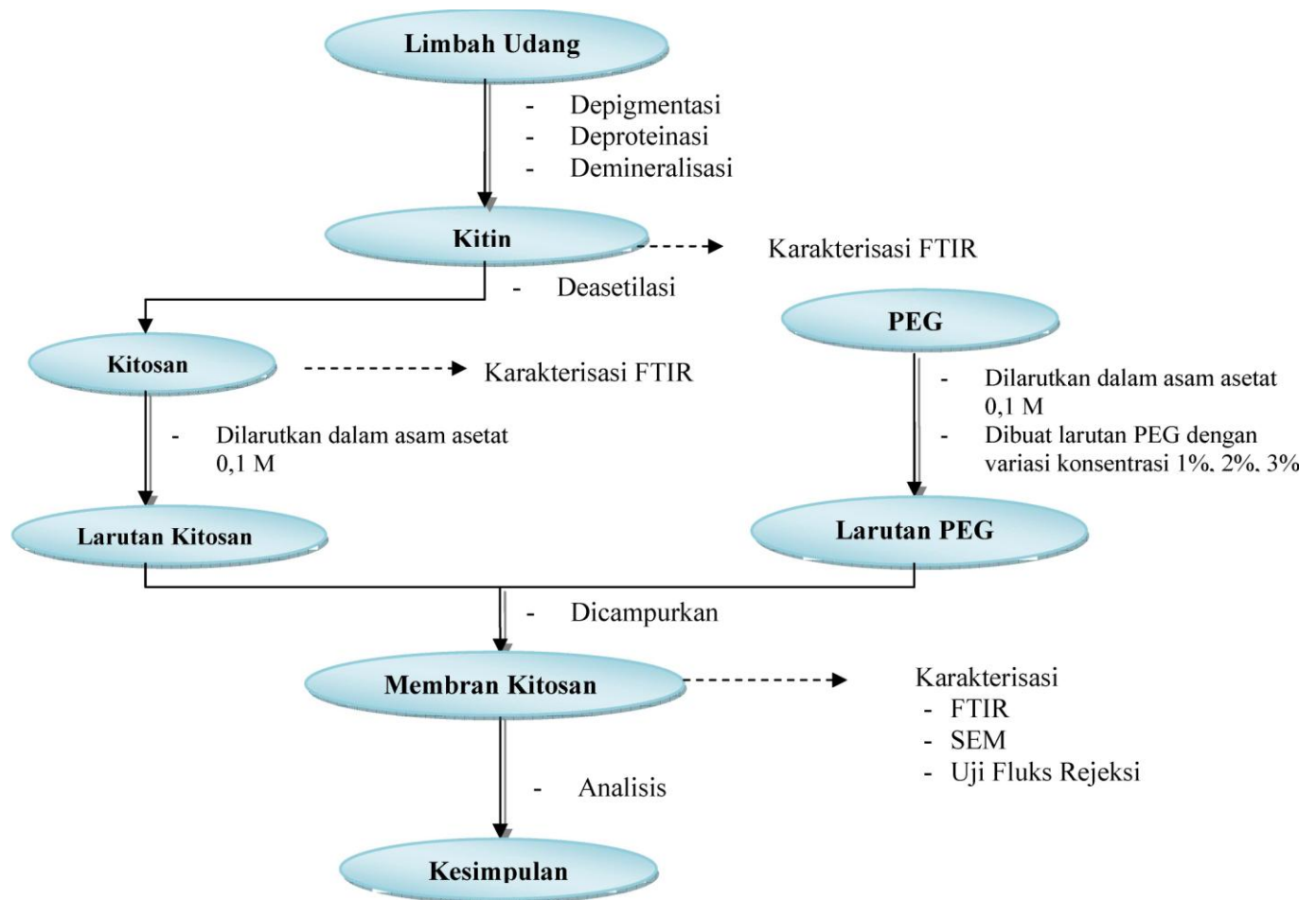
### 3.4 Peralatan Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah: Spektrofotometer FT-IR Shimadzu 8400, *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *Multishaker*, pH meter, *Magnetic stirrer*, Oven, Alat-alat gelas standar, Botol penyemprot, Kertas saring, Corong *Buchner*, Set alat *refluks*, Neraca Analitis dan Ayakan ukuran 180 mesh.

Dian Puspitasari, 2009

### 3.5 Bagan Alir Penelitian

Tahapan penelitian diawali dengan pengolahan cangkang udang, cangkang udang dibersihkan kemudian direbus dengan air mendidih. Kitosan dipreparasi dari cangkang udang melalui tahapan depigmentasi menggunakan larutan kaporit, kemudian deproteinasi menggunakan NaOH dan demineralisasi menggunakan HCl sehingga diperoleh kitin. Selanjutnya kitin dideasetilasi dengan basa NaOH menjadi kitosan. Tahapan pembuatan membran diawali dengan kitosan dan polietilen glikol masing-masing dilarutkan dalam larutan asam asetat 0,1 M secara terpisah, kemudian dicampurkan sampai membentuk larutan homogen dan dituangkan ke dalam cetakan. Membran yang diperoleh selanjutnya dikarakterisasi. Dalam bentuk bagan alir tahap penelitian ini disajikan pada Gambar 3.1 berikut ini :



**Gambar 3.1** Bagan Alir Penelitian

### 3.6 Pembuatan Material Kitosan

Untuk mengisolasi kitin dari cangkang udang, pada kulit udang yang sudah dicuci dan dikeringkan dilakukan tiga proses secara berturut-turut yaitu depigmentasi, deproteinasi, dan demineralisasi. Pada proses depigmentasi, cangkang udang direndam dalam larutan kaporit selama 24 jam dengan perbandingan padatan dan larutan 1:10 (b/v). Selanjutnya dilakukan proses deproteinasi yaitu penghilangan protein, cangkang udang direfluks dengan menggunakan larutan NaOH 1 % selama 2 jam pada temperatur 65 °C dengan pengadukan konstan dan perbandingan padatan dengan pelarut adalah 1:10 (b/v). Tahap selanjutnya adalah demineralisasi yaitu

Dian Puspitasari, 2009

penghilangan mineral, demineralisasi dilakukan dengan pengadukan konstan pada cangkang udang yang mengendap dengan HCl selama kurang lebih 30 menit pada suhu kamar dan perbandingan antara padatan dan larutan adalah 1:10 (b/v) (Muzzarelli dalam wandi, 2007).

Pengubahan kitin menjadi kitosan dilakukan dengan cara deasetilasi atau penghilangan gugus asetil pada kitin. Deasetilasi dilakukan dengan menggunakan NaOH 50 % pada suhu  $\pm 120^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam dan dilakukan sebanyak 2 kali.

### **3.7 Pembuatan Membran Kitosan-PEG**

Kitosan sebanyak 2 gram dilarutkan dalam 100 mL larutan asam asetat 0,1 M pada suhu ruangan selama 8 jam. Kemudian ditambahkan larutan PEG BM 4000 dengan variasi konsentrasi 1%, 2%, dan 3% dengan perbandingan kitosan-PEG 2:1. Larutan ini selanjutnya dicetak pada media plastik dengan ketebalan tetap, lalu dikeringkan pada suhu ruangan. Setelah kering membran yang telah terbentuk dilepaskan dari media plastik, lalu direndam dengan NaOH 1 M selama beberapa jam selanjutnya dicuci dengan aquades hingga netral lalu membran dikeringkan.

### **3.8 Karakterisasi Membran Kitosan-PEG**

#### **3.8.1 Analisis FTIR**

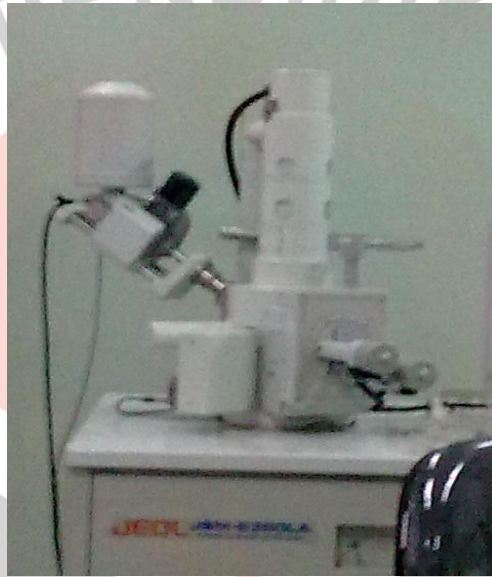
Sebanyak 1 mg kitin dicampur dengan KBr sebanyak 10 mg. Campuran ini kemudian digerus dengan mortar sampai halus dan dibentuk pelet. Pelet kemudian dimasukkan ke dalam tempat cuplikan dan direkam dengan spektra infra merah pada bilangan gelombang  $450\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ .

#### **3.8.2 Pengujian Morfologi Membran**

Sebelum dilakukan pemotretan menggunakan SEM, sampel membran terlebih dahulu dikeringkan dan direndam selama beberapa detik dalam nitrogen cair sampai mengeras. Lalu, sampel

**Dian Puspitasari, 2009**

yang telah mengering diangkat dan dipatahkan dengan pinset di kedua ujungnya. Potongan sampel membran tersebut kemudian dilapisi emas yang berfungsi sebagai penghantar. Penampang lintang dan permukaan membran difoto dengan pembesaran tertentu. Gambar alat SEM ditunjukkan pada Gambar 3.2



### **3.8.3 Penentuan Permeabilitas Membran**

Pada penentuan permeabilitas membran digunakan sel filtrasi berpengaduk seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.3. Pada sel filtrasi ditempatkan membran dengan lapisan pendukung berupa kertas saring. Sel filtrasi diisi air sampai penuh kemudian ditutup rapat dan diberi tekanan sebesar 1,5 atm. Sebelum pengukuran dimulai, dilakukan kompaksi terhadap membran selama 45-60 menit. Waktu filtrasi ditentukan 60 menit. Volume air yang keluar (filtrat) dicatat.



**Gambar 3.3** Alat Sel Filtrasi

#### **3.8.4 Penentuan Permselectivitas Membran**

Pada penentuan selektivitas membran digunakan larutan pewarna tekstil berwarna biru. Larutan pewarna tekstil berwarna biru dengan konsentrasi 300 ppm dimasukkan ke dalam sel filtrasi berpengaduk yang di dalamnya telah ditempatkan membran dengan lapisan pendukung berupa kertas saring, kemudian diberi tekanan sebesar 1,5 atm dan hasil filtrasi (permeat) ditampung. Konsentrat dan permeat diukur absorbansinya dengan alat UV-VIS Mini pada panjang gelombang 639,5 nm.