

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Garis Besar Penelitian

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimental yang dilakukan di Laboratorium Kimia Institut Teknologi Kalimantan (ITK) dan Laboratorium Kimia Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA), Institut teknologi Bandung (ITB). Penelitian ini terdiri dari beberapa tahap yaitu ekstraksi kitosan dari cangkang kepiting, persiapan silika dari sekam padi, modifikasi kitosan dengan Vanilin, dan pembuatan membran dan karakterisasi membran.

3.2. Prosedur Penelitian

3.2.1. Sintesis Kitosan

Langkah awal dalam pembuatan kitosan adalah cangkang kepiting dibersihkan dan dicuci secara menyeluruh untuk menghilangkan kotoran – kotoran yang menempel. Selanjutnya, cangkang kepiting di keringkan di bawah sinar matahari dan digiling hingga halus, serbuk cangkang kepiting yang telah dihaluskan diayak untuk memperoleh ukuran partikel 100 mesh. Ada 3 proses dalam pembuatan serbuk cangkang kepiting menjadi kitosan yaitu deproteinasi, demineralisasi dan deasetilasi.

- **Deproteinasi**

Serbuk cangkang kepiting yang sebelumnya telah disiapkan dari hasil proses pengayakan ditimbang dengan berat tertentu, kemudian pada proses deproteinasi, serbuk cangkang kepiting ditambahkan larutan NaOH 1 M dengan perbandingan berat serbuk cangkang kepiting dengan larutan NaOH 1:10 (gr serbuk/ml NaOH) pada suhu 65 °C dengan menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan konstan selama 2 jam. Campuran selanjutnya dipisahkan dengan cara disaring untuk memisahkan endapan dalam bentuk *slurry*. Hasil yang diperoleh dicuci dengan menggunakan aquades hingga pH netral. Endapan kemudian di oven pada suhu 105 °C selama 4 jam sehingga diperoleh serbuk kering. Serbuk kering yang diperoleh ditimbang dan dihitung presentase hasilnya dari berat awal.

- Demineralisasi

Pada proses demineralisasi ini ditambahkan larutan HCL 2 M pada suhu 65°C. Serbuk kering hasil deproteinasi dicampur dengan larutan HCL dengan perbandingan 1:10 (gr serbuk/ml HCL). campuran diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan konstan selama 30 menit. Setelah itu campuran disaring untuk memisahkan endapan yang kemudian dicuci dengan menggunakan aquadest hingga pH netral. Endapan yang diperoleh kemudian di oven pada suhu 105 °C selama 2 jam sehingga diperoleh serbuk kering kitin.

- Deasetilasi

Kitin kemudian ditambahkan larutan NaOH dengan konsentrasi 50% (w/v) dan dengan perbandingan kitin dan larutan NaOH 1:10 (gr kitin/ml NaOH) dengan diaduk konstan selama 4 jam pada suhu 90 - 100°C. Hasil yang berupa *slurry* disaring, lalu dicuci dengan aquades hingga pH netral lalu dikeringkan dalam dengan oven pada suhu 105 °C selama 4 jam .Hasil yang diperoleh disebut kitosan.

3.2.2. Sintesis Silika dari Sekam Padi

Ada dua tahap dalam pembuatan silika dari sekam padi yaitu :

a. Pengabuan Sekam Padi

Sintesis silika dari sekam padi dilakukan dengan menggunakan teknik pengabuan. Preparasi dilakukan dengan cara mencuci sekam padi menggunakan air bersih secara berulang hingga diperoleh sekam padi yang bersih. Pada tahap pencucian terakhir, sekam padi dibilas menggunakan akuades. Pencucian menggunakan akuades bertujuan untuk menghilangkan pengotor yang kemungkinan masih terdapat dalam sekam padi setelah dicuci menggunakan air bersih biasa. Sekam padi hasil pencucian kemudian dikeringkan. Pengeringan dilakukan dibawah bantuan sinar matahari. Pengeringan dengan cara ini lebih efektif dibandingkan dengan menggunakan oven. Pengeringan melalui penjemuran dengan sinar matahari menyebabkan penyebaran panas ke dalam sekam padi berlangsung secara bertahap dan menyeluruh sehingga penyerapan air ke udara lebih merata. Sekam padi yang telah kering kemudian dibakar dengan api hingga

menghasilkan abu sekam padi berwarna putih. Pengabuan dilakukan dengan cara difurnace pada suhu 600 °C selama 3 jam. Setelah itu abu dihaluskan menggunakan penggerus, kemudian abu yang telah dihaluskan diayak menggunakan ayakan 200 mesh. Kemudian pemurnian sampel dilakukan agar silika terpisah dari abu sekam padi.

b. Pemurnian Abu Sekam

Abu sekam padi yang telah lolos ayakan 200 mesh sebanyak 20 gram abu sekam padi dicuci dengan 150 mL HCl 6 M dan dipanaskan dengan hot plate selama 2 jam. Kemudian dicuci dengan aquades untuk dinetralkan aquades sampai pH netral. Hasil pencucian dikeringkan dalam oven pada suhu 105 °C selama 1 jam, kemudian dihaluskan menggunakan alu-mortar dan didapatkan silika berwarna putih.

3.2.3 Modifikasi Kitosan dengan Vanilin

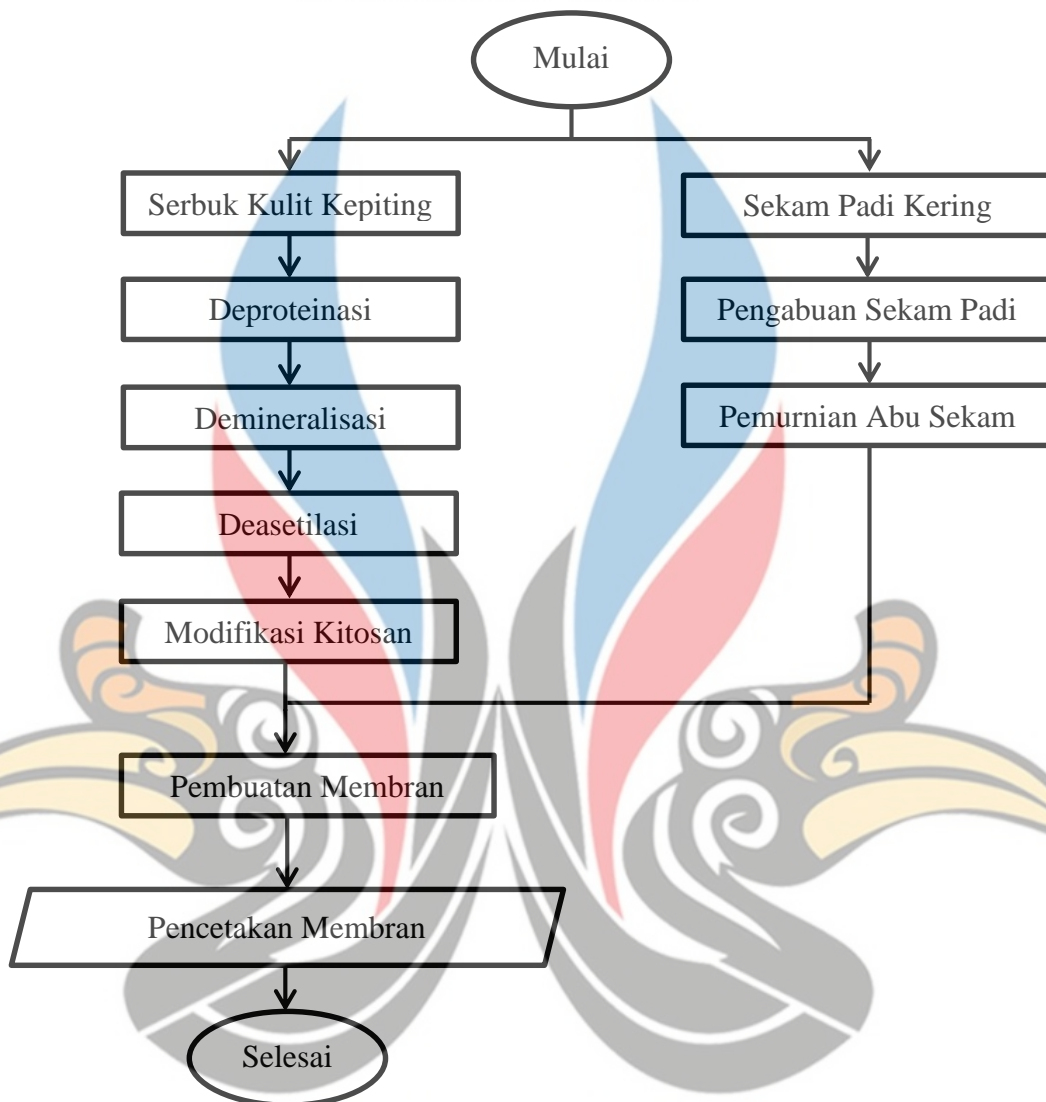
15 g vanilin dilarutkan dalam 50 mL etanol absolut dan ditambahkan 5 g kitosan (perbandingan kitosan : vanillin = 1:3). Pengadukan dilakukan selama 24 jam pada suhu ruang. Setelah itu, campuran disaring kemudian endapan dicuci dengan etanol. Kitosan-vanilin yang diperoleh dioven pada suhu 60 °C sampai kering.

3.2.4 Pembuatan Membran

Bubuk kitosan dilarutkan dalam 20 mL asam asetat 2%, dan diaduk pada 80°C dan 400 rpm. 20 mL asam asetat 2% lainnya digunakan untuk melarutkan bubuk silika dan disonifikasi selama 30 menit. Kemudian, kedua campuran dicampur bersama dan diaduk selama 30 menit pada 80°C. Setelah itu, campuran *ditreatment* dengan ultrasonik selama 30 menit, berhenti selama 30 menit, dan kemudian disonifikasi lagi selama 30 menit. Setelah itu, campuran tersebut kemudian dituang pada panel kaca dan dikeringkan pada suhu ruang hingga kering.

3.3. Diagram Alir Penelitian

Berikut adalah diagram alir penelitian :



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.4. Variabel Penelitian

Variabel komposisi membran kitosan-silika yang digunakan ditabulasi dalam

Tabel 3.1

Tabel 3.1. Variasi Penelitian

Variabel	Variasi Nilai
Silika	5% ; 10% ; 15%
Vanilin	0% ; 75%

3.5. Rencana Jadwal Penelitian

Adapun rencana jadwal penelitian yang akan dilakukan pada tabel 3.2 sebagai berikut :

Tabel 3.2. Rencana Jadwal Penelitian

Jadwal Kegiatan	Bulan Ke-												
	1				2				3				
Studi Literatur													
Pengumpulan Alat dan Bahan													
Desain Penelitian													
Pembuatan Membran													
Pengujian Model													
Analisa Data dan Pembahasan													
Evaluasi Kegiatan													
Penyusunan Laporan Akhir													
Konsultasi dengan Dosen Pembimbing													

