

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Tempat dan Waktu Penelitian**

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya. Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret 2017 hingga Juli 2017.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat Penelitian**

Alat yang digunakan pada penelitian ini meliputi peralatan gelas (gelas kimia, erlenmeyer, labu takar, dan gelas ukur), Spektrofotometer UV-Vis single beam, motoratory, shaker, pH meter, ayakan 60 mesh dan 90 mesh, pipet ukur, pipet volume, pengaduk gelas, corong gelas, pipet tetes, dan botol semprot.

##### **3.2.2 Bahan Penelitian**

Bahan yang digunakan pada penelitian adalah kitosan, glutaraldehid 50 %, asam asetat glasial 99,7 %, asam klorida 37 %, asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) pekat, monosodium glutamat, kalium iodida (KI), merkuri (II) klorida ( $\text{HgCl}_2$ ), natrium hidroksida (NaOH), dikalium fosfat ( $\text{K}_2\text{HPO}_4$ ), monokalium fosfat ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) dan akuades.

#### **3.3 Tahapan Penelitian**

Penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahap kegiatan, antara lain:

1. Pembuatan MIP kitosan-glutaraldehid
  - 1.1 Pembuatan MIP kitosan-glutaraldehid jenis A
  - 1.2 Pembuatan MIP kitosan-glutaraldehid jenis B
2. Pembuatan kurva baku monosodium glutamat
3. Penentuan waktu kontak optimum
4. Pengaruh pH terhadap efisiensi ekstraksi
5. Penentuan kapasitas adsorpsi optimum
6. Analisis data (terlampir)

#### **3.4 Prosedur Kerja**

##### **3.4.1 Pembuatan MIP Kitosan Glutaraldehid jenis A**

10,0 g kitosan dilarutkan dalam 500 mL larutan asam asetat 2 % pada temperatur  $60^\circ\text{C}$  sambil diaduk hingga larut. Kemudian larutan monosodium glutamat 0,5 M sebanyak 50 mL dimasukkan ke

dalam larutan kitosan , campuran diaduk dengan magnetik stirrer selama 2 jam. Selanjutnya ditambahkan larutan glutaraldehid 1 % sebanyak 25 mL dan diaduk selama 1 jam. Setelah itu didiamkan selama 2 x 24 jam sehingga terbentuklah gel. Gel yang dihasilkan dicuci dengan 500 mL larutan HCl 0,01 M. Kemudian di letakkan dalam cetakan kaca dan dikeringkan dalam oven pada temperatur 60 °C selama 24 jam sehingga diperoleh suatu membran padat. Membran padat yang dihasilkan dilepas dari cetakan kaca dan membran padat dikeringkan kembali pada temperatur 60 °C. Selanjutnya 3 g padatan yang dicuci dalam 1000 mL HCl 0,1 M sambil diaduk selama 24 jam (dilakukan perlakuan pengulangan 3-4 kali). Kemudian hasil pencucian dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C selama 24 jam. Setelah itu padatan MIP yang diperoleh digerus dan diayak menggunakan ayakan 60 dan 90 mesh.

#### **3.4.2 Pembuatan MIP Kitosan Glutaraldehid Jenis B**

5,0 g Kitosan dilarutkan dalam 250 mL asam asetat 2 % pada temperatur 60 °C sambil diaduk hingga larut. Kemudian larutan monosodium glutamat 0,5 M sebanyak 25 mL ditambahkan ke dalam larutan kitosan , campuran diaduk dengan magnetik stirrer selama 2 jam. Selanjutnya ditambahkan larutan glutaraldehid 1 % sebanyak 5,0 mL dan diaduk selama 1 jam. Setelah itu campuran dimasukkan ke dalam syringe 20 mL dengan jarum ukuran 24 dan diteteskan ke dalam larutan NaOH 1 M dengan bantuan pompa syringe. Butiran yang dihasilkan dicuci dengan aquades hingga pH sama dengan aquades. Kemudian direndam ke dalam larutan glutaraldehid 0,02 % selama 24 jam sambil di shaker dengan kecepatan 125 rpm. Setelah itu dilakukan pencucian dengan larutan HCl 0,1 M selama 8 jam. Selanjutnya dicuci dengan aquades hingga pH sama dengan aquades. Kemudian direndam ke dalam larutan NaOH 0,1 M dan dicuci lagi dengan aquades hingga pH sama dengan aquades. Butiran yang dihasilkan dikeringkan pada temperatur 60 °C selama 30 menit.

### **3.4.3 Penentuan waktu kontak optimum adsorpsi**

Larutan monosodium glutamat dengan konsentrasi 150 ppm dengan pelarut buffer fosfat pH 7 diambil sebanyak 25,0 mL dimasukkan ke dalam erlenmeyer 50 mL yang sudah berisi 0,1 g MIP jenis A, lalu dikocok dengan menggunakan pengocok elektrik pada kecepatan 125 rpm selama 30, 60, 90 dan 120 menit. Setelah itu, larutan disaring dengan menggunakan kertas saring, Filtrat yang diperoleh didestruksi dengan 0,5 mL larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat. Kemudian larutan hasil destruksi dan dimasukkan dalam labu takar 25 mL. Setelah itu ditambahkan 3,0 mL larutan NaOH 6 M dan reagen nessler sebanyak 1,0 mL. Kemudian ditambahkan aquades hingga tanda batas. Selanjutnya, di tunggu selama 10 menit dan filtrat diukur menggunakan Spektrofotometer sinar tampak pada panjang gelombang 425 nm. Diperoleh kurva hubungan waktu terhadap konsentrasi MSG yang teradsorpsi.

### **3.4.4 Pembuatan Kurva Baku Monosodium Glutamat**

Larutan Monosodium glutamat 1000 ppm diambil sebanyak 2,50 mL, 3,75 mL, 5,00 mL, 6,25 mL, dan 7,50 mL dan masing-masing dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL, lalu ditambah aquades hingga tanda batas. Sehingga masing-masing konsentrasi 100, 150, 200, 250, dan 300 ppm. Kemudian, larutan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 50 mL dan dilakukan tahapan destruksi dengan penambahan 0,5 mL larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat yang dilakukan pemanasan pada temperatur 200 °C selama 90 menit. Kemudian larutan hasil destruksi dimasukkan dalam labu takar 25 mL. Setelah itu ditambahkan 3,0 mL larutan NaOH 6 M dan reagen nessler sebanyak 1,0 mL. Kemudian ditambahkan aquades hingga tanda batas. Selanjutnya, di tunggu selama 10 menit dan filtrat diukur menggunakan Spektrofotometer sinar tampak pada panjang gelombang 425 nm. Diperoleh kurva hubungan konsentrasi terhadap absorbansi sehingga akan didapatkan persamaan  $A = \epsilon bC + c$ .

### **3.4.5 Pengaruh pH terhadap Efisiensi Ekstraksi MSG**

Larutan monosodium glutamat dengan konsentrasi 150 ppm yang diatur pH 6 dengan penambahan pelarut buffer pH 6. Kemudian,

dipipet 10 mL dan dimasukkan ke erlenmeyer 50 mL yang telah berisi 0,05 g MIP, lalu dikocok dengan menggunakan pengocok elektrik pada kecepatan 125 rpm selama 90 menit. Selanjutnya, disaring menggunakan kertas saring. Filtrat yang diperoleh didestruksi dengan 0,5 mL larutan  $H_2SO_4$  pekat. Kemudian larutan hasil destruksi dan dimasukkan dalam labu takar 10 mL dan ditambahkan pelarut hingga tanda batas. Setelah itu larutan dipindahkan ke dalam botol vial 20 mL dan diambil 1,0 mL larutan dan dimasukkan ke dalam labu takar 10 mL. Selanjutnya ditambahkan 3,0 mL larutan NaOH 6 M dan reagen nessler sebanyak 1,0 mL. Kemudian ditambahkan aquades hingga tanda batas. Selanjutnya, di tunggu selama 10 menit dan filtrat diukur menggunakan Spektrofotometer sinar tampak pada panjang gelombang 425 nm. Apabila adsorbansi lebih dari 1 maka dilakukan pengenceran sampai 10,0 mL. Prosedur tersebut dilakukan secara triplo dan perlakuan yang sama dilakukan pada pH 7 dan 8.

#### **3.4.6 Penentuan Kapasitas Adsorpsi**

Larutan Monosodium glutamat 150 dan 200 ppm yang sudah diatur pada pH 8 diambil sebanyak 10 mL dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 50 mL yang telah berisi 0,05 g MIP. Campuran bahan tersebut diaduk selama 90 menit menggunakan *shaker* dengan kecepatan 125 rpm. Larutan disaring menggunakan kertas saring. Filtrat yang diperoleh didestruksi dengan 0,5 mL larutan  $H_2SO_4$  pekat. Kemudian larutan hasil destruksi dan dimasukkan dalam labu takar 10 mL dan ditambahkan pelarut hingga tanda batas. Setelah itu larutan dipindahkan ke dalam botol vial 20 mL dan diambil 1,0 mL larutan dan dimasukkan ke dalam labu takar 10 mL. Selanjutnya ditambahkan 3 mL larutan NaOH 6 M dan reagen nessler sebanyak 1,0 mL. Kemudian ditambahkan aquades hingga tanda batas. Selanjutnya, di tunggu selama 10 menit dan filtrat diukur menggunakan Spektrofotometer sinar tampak pada panjang gelombang 425 nm. Apabila adsorbansi lebih dari 1 maka dilakukan pengenceran sampai 10 mL.