UJI POTENSI 4,4'-DIHIDROKSI-3'-METOKSIKALKON DAN SINTESIS KOMPOSIT KITOSAN SEBAGAI KEMOSENSOR ION BESI (III)

SKRIPSI

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai
gelar Sarjana Sains (S.Si.) Program Studi Kimia
pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia



diajukan oleh :

KHOFIFAH

NIM. 19612027

PROGRAM STUDI KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

YOGYAKARTA

2023

UJI POTENSI 4,4'-DIHIDROKSI-3'-METOKSIKALKON DAN SINTESIS KOMPOSIT KITOSAN SEBAGAI KEMOSENSOR ION BESI (III)

SKRIPSI

yang diajukan oleh :

KHOFIFAH

NIM. 19612027

telah disetujui oleh :

Dosen Pembimbing 1

Amri Setyawati, S.Si., M.Sc. tanggal : 30 Maret 2023

Dosen pembimbing 2

Gani Purwiandono, S.Si., M.Sc., Ph.D. tanggal : 30 Maret 2023

Mengetahui,

Ketua Program Studi Kimia

FMIPA – UII

Gani Purwiandono, S.Si., M.Sc., Ph.D.

UJI POTENSI 4,4'-DIHIDROKSI-3'-METOKSIKALKON DAN SINTESIS KOMPOSIT KITOSAN SEBAGAI KEMOSENSOR ION BESI (III)

SKRIPSI

yang diajukan oleh :

KHOFIFAH
NIM. 19612027

Telah dipertahankan dihadapan Panitia Penguji Skripsi
Prodi Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia

Tanggal : 10 April 2023

Dewan Penguji :	**Tanda Tangan**
1. Amri Setyawati, S.Si., M.Sc.	.....
2. Gani Purwiandono, M.Sc., Ph.D.	.....
3. Nurcahyo Iman Prakoso, M.Sc., Ph.D.	.....
4. Dr. Maisari Utami, S.Si	.....

Mengetahui,
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia

Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Khofifah

Nim : 19612027

Program studi : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Dengan ini menyatakan bahwa skripsi dengan judul **"Uji Potensi 4,4'-Dihidroksi-3'-Metoksikalkon dan Sintesis Komposit Kitosan Sebagai Kemosensor Ion Besi (III)"** bersifat asli dan tidak berisi materi yang telah diterbitkan sebelumnya, kecuali yang disebutkan di dalam naskah skripsi ini. Apabila terdapat kontribusi dari penulis lain, maka penulis tersebut secara eksplisit telah disebutkan dalam skripsi ini.

Apabila di kemudian hari ditemukan ketidaksesuaian dengan pernyataan ini, maka saya bersedia dituntut dan diproses sesuai dengan ketentuan yang berlaku.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan sesungguhnya dan penuh tanggung jawab.

Yogyakarta, 30 Maret 2023

Penulis,



Khofifah

NIM. 19612027

PERSEMBAHAN

"Tidak ada kesulitan yang tidak ada ujungnya,

sesudah sulit pasti akan ada kebahagiaan"

(Q.S. Al-Insyirah: 5-6)

"Tidak ada sesuatu yang mustahil untuk dicapai,
tidak ada sesuatu yang mustahil untuk diselesaikan"

(Q.S. At-Thalaq: 3)

"... Barang siapa menempuh jalan untuk menuntut ilmu,
maka Allah memudahkan bagi orang itu karena ilmu tersebut jalan menuju surga..."

(H.R. Muslim)

Alhamdulillahirabbilalamin,, aku persembahkan karya sederhanaku ini untuk orang-orang yang aku sayangi :

- ♥ Mamaku tercinta… Terkadang aku sangat rindu untuk pulang ke rumah, rindu masakan mama, dan rindu berkumpul keluarga. Karena bagaimanapun aku akan tetap menjadi anak kecil mama yang selalu minta dimanja walaupun sudah dewasa. Terima kasih atas semua doa, lelah dan telah menjadi suport sistem terbaikku hingga saat ini, I LOVE YOU MAM…
- ♥ Ayahku tercinta… Teringat dulu aku sering diantar jemput oleh ayah dari SMP hingga pendaftaran kuliah, ayah selalu bilang kalau aku harus berani untuk terus melangkah ke depan. Terima kasih telah mendidikku untuk menjadi anak perempuan bungsu yang mandiri serta sederhana. Hingga tulisan ini aku buat, rindu lah yang memintaku untuk menjadi kuat dan hebat. Terima kasih atas semua doa, kerja keras, serta pengorbananmu tak akan ku sia-siakan. I LOVE YOU AYAH…
- ♥ My sister, Farida Eka Kusuma Dewi serta my brother Frans Wibowo yang telah mendukungku hingga saat ini.

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT, yang telah memberikan rahmat dan hidayat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penyusunan Skripsi dengan judul **"Uji Potensi 4,4'-Dihidroksi-3'-Metoksikalkon dan Sintesis Komposit Kitosan Sebagai Kemosensor Ion Besi (III)"**. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat dalam mencapai Gelar Sarjana Sains (S.Si.) pada Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta. Dalam penyusunan Skripsi ini banyak hambatan serta rintangan yang penulis hadapi namun pada akhirnya dapat terselesaikan penelitian ini. Oleh karena itu, dengan seegala kerendahan hati penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
2. Ibu Prof. Is Fatimah, S.Si., M.Si., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
3. Bapak Gani Purwiandono, S.Si., M.Sc., Ph.D., selaku Ketua Prodi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
4. Ibu Amri Setyawati, S.Si., M.Sc., selaku dosen pembimbing I yang telah sabar membimbing, memberi saran, dan motivasi selama pelaksanaan penelitian hingga penyusunan skripsi ini.
5. Seluruh staf Laboratorium Riset Kimia UII atas bantuan yang dibeikan selama pelaksanaan penelitian Skripsi ini.
6. Kedua orang tua beserta kedua saudara penulis yang selalu memberikan doa dan dukungan.
7. Teman-teman seperjuangan yang selalu memberikan motivasi dalam menyelesaikan Skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam penyusunan Skripsi ini. Oleh karena itu, kritik dan saran yang bersifat membangun sangat diharapkan dalam rangka perbaikan. Semoga naskah Skripsi ini dapat bermanfaat bagi penulis maupun pembaca, serta bagi peneliti selanjutnya.

Yogyakarta, 30 Maret 2023

Penulis

UJI POTENSI 4,4'-DIHIDROKSI-3'-METOKSIKALKON DAN SINTESIS KOMPOSIT KITOSAN SEBAGAI KEMOSENSOR ION BESI (III)

INTISARI

Khofifah
NIM. 19612027

Logam transisi seperti ion besi (III) merupakan ion yang sangat dibutuhkan untuk bertahan hidup manusia, hewan, maupun tumbuhan. Oleh karena itu kadarnya dalam lingkungan maupun tubuh harus selalu dikontrol. Pengecekan kadar zat besi pada darah juga sebaiknya rutin dilakukan dan wajib dilakukan pada sediaan darah transfusi. Penelitian ini bertujuan untuk memanfaatkan limbah cangkang kepiting sebagai bahan sintesis komposit kitosan – kalkon dan mengujinya sebagai sensor ion besi (III) dalam media berair. Penelitian ini terdiri dari lima tahapan, yakni isolasi kitin dari limbah cangkang kepiting dengan cara demineralisasi menggunakan HCl 1M dan deproteinasi menggunakan NaOH 1M, sintesis kitosan dengan cara refluks menggunakan NaOH 60 %, sintesis komposit kitosan – kalkon, pelapisan ke kertas saring selulosa, deteksi ion besi (III) dengan cara kolorimetri. Hasil dari penelitian ini diantaranya, serbuk kitin berwarna putih kecoklatan dengan rendemen 11,26 % dan nilai DD 71,98 %, serbuk kitosan berwarna putih kecoklatan dengan rendemen 60,28 % dan nilai DD 73,93 %, hasil larutan komposit kitosan kalkon berwarna kuning kehijauan, paper strip kitosan – kalkon tidak terjadi perubahan warna dikarenakan gugus fungsi C=C senyawa kalkon telah hilang sehingga tidak dapat terkomposit pada kitosan, senyawa kalkon berpotensi sebagai pendeteksi ion besi (III) dengan range konsentrasi 0 mg/L – 300 mg/L serta pada pH 2 – 4.

Kata kunci : kitin, kitosan, kalkon, kemosensor, ion besi (III)

POTENTIAL TEST OF 4,4'-DIHYDROXY-3'-METHOXYCHYCHALCONE AND SYNTHESIS OF CHITOSAN COMPOSITES AS CHEMOSENSORS OF IRON IONS (III)

ABSTRACT

Khofifah
NIM. 19612027

Transition metal ions such as iron (III) ions are ions that are needed for the survival of humans, animals, and plants. Therefore, its levels in the environment and the body must always be controlled. Checking iron levels in blood should also be routinely carried out and must be carried out on blood transfusion preparations. This study aims to utilize crab shell waste as a material for the synthesis of chitosan-chalcone composites and to test it as a sensor for iron (III) ions in aqueous media. This research consisted of five stages, namely: isolation of chitin from crab shell waste by demineralization using 1M HCl and deproteination using 1M NaOH, synthesis of chitosan by reflux using 60% NaOH, chitosan-chalcone composite synthesis, coating onto cellulose filter paper, and detection of iron (III) ions by colorimetry. The results of this study include: white-brown chitin powder with a yield of 11.26% and a DD value of 71.98%, white-brown chitosan powder with a yield of 60.28% and a DD value of 73.93%, the results of the chalcone chitosan composite solution were greenish yellow, paper strip chitosan-chalcone did not change color because the functional group C=C in the chalcone compound had been lost, so it cannot be composited into chitosan, the chalcone compound had the potential to detect iron (III) ions with a concentration range of 0 to 300 mg/L and at a pH of 2–4.

Keywords : *chitin, chitosan, chalcone, chemosensors, iron (III) ions*

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....i
HALAMAN PERSETUJUAN PEMBIMBING.....ii
HALAMAN PENGESAHAN.....iii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN.....iv
HALAMAN PERSEMBAHAN.....v
KATA PENGANTAR.....vi
INTISARI.....viii
ABSTRACT.....ix
DAFTAR ISI.....x
DAFTAR TABEL.....xiii
DAFTAR GAMBAR.....xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....xvi
BAB 1 PENDAHULUAN 1
1.1. Latar Belakang 1
1.2. Perumusan Masalah 4
1.3. Tujuan Penelitian 4
1.4. Manfaat Penelitian 4
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA 5
2.1. Kalkon Sebagai Kemosensor 5
2.2. Isolasi dan Sintesis Kitosan 6
BAB 3 DASAR TEORI 10
3.1. Logam Fe (III) 10
3.2. Senyawa Kalkon 11
3.3. Kitin 12

3.4. Kitosan 13
3.5. Metode Sintesis Kitosan 15
3.6. Spektroskopi Infra Merah (*Fourier Transform Infra Red*/FTIR) 16
3.7. Uji Mekanik 16
3.7.1. Kuat Tarik (*Tensile Strength*) 16
3.7.2. Pemanjangan (*Elongation*) 17
3.8. *Scanning Electron Microscope* (SEM) 17
3.9. Spektrofotometer UV-Vis 18
3.10. Hipotesis 19
BAB 4 METODOLOGI PENELITIAN 21
4.1. Peralatan Penelitian 21
4.2. Bahan Penelitian 21
4.3. Prosedur Penelitian 21
4.3.1. Isolasi Kitin Dari Cangkang Kepiting 21
a. Demineralisasi 22
b. Deproteinasi 22
4.3.2. Sintesis Kitosan 22
4.3.3. Sintesis Komposit Kitosan - Kalkon 23
4.3.4. Pelapisan Ke Kertas Saring/ Kertas Selulosa 23
4.3.5. Aplikasi (Deteksi Ion Fe^{3+} Dengan Cara Kolorimetri) 23
a. Uji Selektifitas 23
b. Variasi Konsentrasi Fe 24
c. Variasi pH 24
BAB 5 HASIL DAN PEMBAHASAN 26
5.1. Isolasi Kitin 26

5.1.1. Demineralisasi 26
5.1.2. Deproteinasi 27
5.2. Sintesis Kitosan 29
5.3. Pengujian Kalkon Sebagai Senyawa Sensor 33
5.3.1. Uji Selektivitas 33
5.3.2. Uji Variasi pH 36
5.3.3. Uji Limit Deteksi Fe^{3+} 38
5.4. Sintesis Komposit Kitosan – Kalkon 42
5.4.1. Spektrum Inframerah Komposit 42
5.4.2. Hasil Uji *Tensile Strength* Paper Strip 46
5.4.3. Hasil Uji *Elongation* Paper Strip 48
5.4.4. Hasil Uji SEM Paper Stip Kitosan – Kalkon 10 mg 49
5.4.5. Pengujian Paper Strip Kitosan - Kalkon Dalam Deteksi Ion Fe^{3+} Dengan Cara Kolorimetri 50
BAB 6 PENUTUP 54
6.1. Kesimpulan 54
6.2. Saran 54
DAFTAR PUSTAKA 56
LAMPIRAN 66

DAFTAR TABEL

Tabel 5.1 Puncak serapan FTIR kitin 28
Tabel 5.2 Puncak serapan FTIR kitosan 31
Tabel 5.3 Data absorbansi larutan Fe diberbagai pH pada λ 242 nm 36
Tabel 5.4 Hasil absorbansi larutan variasi Fe^{3+} pada λ maksimum 242 nm 40
Tabel 5.5 Hasil penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantifikasi (LOQ).... 41
Tabel 5.6 Puncak serapan kalkon 43
Tabel 5.7 Puncak serapan selulosa atau kertas saring 43
Tabel 5.8 Puncak serapan paper strip kitosan – kalkon 44
Tabel 5.9 Hasil uji kuat tarik 47
Tabel 5.10 Hasil uji % pemanjangan 48

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1 Struktur 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon.....2

Gambar 3.1 Struktur dasar senyawa kalkon 11

Gambar 3.2 Struktur kimia kitin 12

Gambar 3.3 Struktur kimia dari kitosan 14

Gambar 3.4 Diagram skematik spektrofotometer UV-Vis 19

Gambar 4.1 Reaksi pembentukkan kitosan dari kitin 22

Gambar 4.2 Diagram penelitian.....25

Gambar 5.1 Tepung kepiting 100 mesh 26

Gambar 5.2 Tahap demineralisasi cangkang kepiting 27

Gambar 5.3 Spektra inframerah kitin 28

Gambar 5.4 Mekanisme reaksi deasetilasi 30

Gambar 5.5 Spektra inframerah kitosan 31

Gambar 5.6 Spektra gabungan kitin dan kitosan.....32

Gambar 5.7 Senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon hasil sintesis metode MAOS.....33

Gambar 5.8 Larutan kation Na^{+}, Mg^{2+}, Fe^{3+}, K^{+}, Ba^{2+} 33

Gambar 5.9 Larutan kation-kalkon dalam reaktor (a) UV-light (b) 254 nm dan (c) 365 nm.....34

Gambar 5.10 Spektra UV-Vis uji selektivitas larutan kation 34

Gambar 5.11 Interaksi senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon dengan kation Fe^{3+}.....35

Gambar 5.12 Larutan Fe^{3+} 400 mg/L diberbagai pH 36

Gambar 5.13 Kurva uji variasi pH pada λ 242 nm 36

Gambar 5.14 Larutan variasi Fe^{3+} dalam reaktor (a) UV-light (b) 254 nm dan (c) 365 nm.....38

Gambar 5.15 Spektra UV-Vis uji limit deteksi Fe^{3+} 39

Gambar 5.16 Kurva linearitas larutan variasi konsentrasi Fe^{3+} 40

Gambar 5.17 Spektra inframerah komposit 42

Gambar 5.18 Spektra kalkon 42

Gambar 5.19 Spektra selulosa atau kertas saring 43
Gambar 5.20 Spektra paper strip kitosan – kalkon 44
Gambar 5.21 Struktur senyawa (a) kitosan (b) selulosa kertas saring.....45
Gambar 5.22 Interaksi kitosan dengan 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon.....45
Gambar 5.23 Kurva hasil uji kuat tarik.....47
Gambar 5.24 Kurva hasil uji % pemanjangan.....49
Gambar 5.25 Hasil SEM paper strip kitosan – kalkon 10 mg dengan perbesaran (a) 10.000X (b) 500X.....50
Gambar 5.26 Uji selektivitas paper strip kitosan – kalkon.....51
Gambar 5.27 Uji variasi pH paper strip kitosan – kalkon.....52
Gambar 5.28 Uji limit deteksi Fe^{3+} paper strip kitosan – kalkon.....52

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Tahap Demineralisasi 66
Lampiran 2 Tahap Deproteinasi..... 66
Lampiran 3 Spektra FTIR Kitin dan Kitosan..... 66
Lampiran 4 Perhitungan Rendemen Kitin dan Kitosan 67
Lampiran 5 Perhitungan Derajat Deasetilasi Dengan Metode Base Line..... 67
Lampiran 6 Perhitungan Pembuatan Larutan Kation 400 mg/L 68
Lampiran 7 Perhitungan Pembuatan Larutan HCl 1 M dan NaOH 1 M..... 70
Lampiran 8 Perhitungan Pembuatan Larutan Buffer Fosfat 1 M pH 7..... 71
Lampiran 9 Perhitungan Pembuatan Larutan Fe^{3+} dengan Variasi Konsentrasi 0; 50; 100; 150; 200; 250; 300; 400; dan 500 mg/L mg/L……....72
Lampiran 10 Kalkon Sebagai Senyawa Sensor……76
Lampiran 11 Perhitungan Larutan Kitosan 0,2 % dalam CH_3COOH 1 %.....79
Lampiran 12 Sintesis Komposit Kitosan – Kalkon……80
Lampiran 13 Pengujian Paper Strip Kitosan - Kalkon Dalam Deteksi Ion Fe (III) Dengan Cara Kolorimetri……..82
Lampiran 14 Hasil Data *Tensile Strength* Paper Strip Kitosan – Kalkon…….85
Lampian 15 Hasil Analisis 4,4'-Dihidroksi-3'-Metoksikalkon Menggunakan LC-MS……94

BAB 1
PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Logam transisi seperti ion besi (III) merupakan komponen dari hemoglobin yaitu sekitar 75% yang memungkinkan sel darah merah membawa oksigen dan transfer elektron, serta berfungsi sebagai katalis dalam proses biologis oksida reduktase. Hal ini menjadikannya komponen penting bagi tubuh manusia. Hemoglobin, transformasi metabolisme seluler dan berbagai enzim, serta produksi dan perbaikan RNA dan DNA semuanya bergantung pada besi (H.Yu *et al*., 2016). Dengan demikian, zat besi merupakan kebutuhan untuk bertahan hidup, akan tetapi zat besi dalam tubuh harus diseimbangkan secara hati-hati karena menimbulkan resiko yang tinggi.

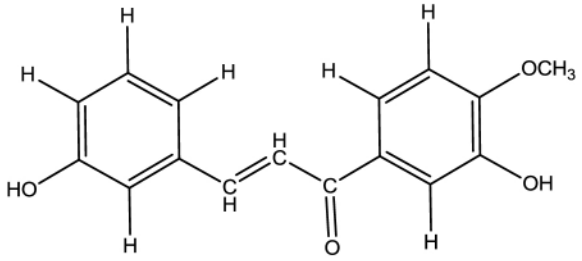
Dampak dari kelebihan zat besi (III) antara lain menyebabkan kanker, hepatitis, kegagalan organ di hati, pankreas dan jantung. Dampak dari kekurangan zat besi (III) diantaranya yaitu penyakit anemia defisiensi besi, transfer oksigen ke sel-sel hidup terhambat, merasa kelelahan, kemampuan motorik yang lambat, kekebalan tubuh yang lemah, menyebabkan diabetes, kerusakan ginjal, penyakit jantung, kerusakan hati, serta dapat menyebabkan kematian (Pereira *et al*., 2020). Selain pada manusia, kekurangan zat besi juga akan berdampak pada tumbuhan seperti klorosis defisiensi besi (terjadinya penguningan pada daun) karena pH tinggi pada tanah atau kandungan kapur. Sehingga tanaman akan terhambat pertumbuhannya serta berpotensi menghasilkan hasil panen yang rendah. Jika terjadi bioakumulasi zat besi dalam tanah dan perairan, maka akan menyebabkan zat besi yang berlebih masuk ke dalam tubuh manusia melalui sistem rantai makanan.

Pada saat ini, kemosensor telah digunakan untuk mendeteksi ion besi (III) menggunakan nanopartikel kitosan (Khattab *et al*., 2022). Senyawa sensor merupakan senyawa yang digunakan untuk mendeteksi keberadaan spesies lain. Senyawa yang dapat mendeteksi adanya spesies bermuatan negatif secara khusus dikenal sebagai sensor anion. Sedangkan senyawa yang dapat mendeteksi adanya

spesies bermuatan positif secara khusus dikenal sebagai sensor kation. Penggunaan sensor memberikan berbagai keuntungan diantaranya sensitivitas yang tinggi serta mudah dalam penggunaan (Armunanto *et al.*, 2018).

Salah satu senyawa yang memiliki kemampuan sebagai sensor adalah senyawa kalkon. Senyawa kalkon merupakan senyawa yang sangat menarik karena banyak dimanfaatkan berbagai aktivitas biologisnya (Wang *et al*., 2015). Senyawa kalkon berpotensi sebagai sensor kimia karena strukturnya dapat dimodifikasi dengan menambahkan berbagai gugus substitusi sehingga dapat berinteraksi dengan anion maupun kation membentuk ikatan hidrogen (Shan *et al*., 2014).

Pada penelitian ini digunakan senyawa turunan kalkon yaitu 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1.1. Pada struktur tersebut diketahui gugus hidroksil (OH) terletak pada posisi 4 serta 4' dan gugus metoksil (OCH_3) terletak pada posisi 3'. Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa konfigurasi substituen dari senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon ini adalah cis karena gugus hidroksil (OH) berada pada sisi yang sama dari ikatan rangkap antara karbon (C=C).



Gambar 1.1 Struktur 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon

Indonesia memiliki kawasan perairan yang sangat luas dan merupakan salah satu negara pengekspor produk perikanan. Golongan *Crustacea* yang paling digemari dan melimpah adalah kepiting rajungan (*Portunus sanginolentus*). Kepiting rajungan tersebut diekspor dalam bentuk beku, dimana bagian kepala dan cangkang dipisahkan yang pada akhirnya menyisakan limbah cangkang sehingga bepotensi mencemarkan lingkungan serta ekosistem laut jika tidak dikelola dengan baik. Tahun 2011 Indonesia mengekspor kepiting dan rajungan mencapai 250 juta

dollar AS, meningkat 10 -20 % dari tahun 2010 yaitu sebesar 208,4 juta dollar AS (Supriyantini *et al*., 2018). Peningkatan produksi akan diikuti dengan peningkatan jumlah limbah yang dihasilkan, baik limbah padat berupa cangkang atau kulit dan limbah cair berupa air rebusan (Hastuti *et al*., 2012).

Limbah cangkang memiliki potensi pemanfaatan yang sangat besar, sejalan dengan penelitian dahulu bahwa limbah cangkang dapat dimanfaatkan antara lain sebagai bahan pencampur atau suplemen pakan, pupuk, kitin, kitosan, produk pangan dan lainnya (Azizi *et al*., 2020; Faruqi *et al*., 2020). Berdasarkan data Badan Pusat Statistik (BPS), rata-rata kitosan yang diekspor sebesar 341 ton dengan nilai ekspor yang cenderung meningkat pada tahun 2012 hingga 2014. Selain Jepang dan Amerika, kitin dan kitosan juga diproduksi secara komersial di India, Polandia, Norwegia, Australia, dan China yang merupakan produsen kitin terbesar di dunia. Secara global, permintaan kitin dan produk turunannya meningkat cukup signifikan (Sismaraini, 2015).

Tingginya produksi kitosan disebabkan karena pemanfaatan kitosan yang sangat luas, salah satunya yaitu sebagai agen pendeteksi ion-ion logam khususnya besi (III). Selain di dalam air, ion besi (III) juga terdapat dalam tanah laterit atau disebut juga dengan tanah merah. Deteksi ion besi (III) sangat diperlukan, di karenakan sifatnya yang beracun sehingga menyebabkan keracunan atau bahkan kematian pada tumbuhan dan hewan air (Ding *et al*., 2019).

Oleh karenanya, dalam penelitian ini penulis tertarik untuk melakukan pembaharuan dari penelitian Khattab *et al* (2022) mengenai kemosensor ekstrak antosianin dari kubis merah yang digunakan sebagai agen pendeteksi ion besi (III) menggunakan kitosan. Dimana pada penelitian ini senyawa sensor yang digunakan yaitu senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon yang dikompositkan pada larutan kitosan, selanjutnya larutan komposit kitosan kalkon dicetak dengan paper strip lalu diaplikasikan sebagai strip sensor guna mendeteksi ion besi (III) dalam media berair. Dengan demikian ion besi (III) dalam media berair menjadi mudah dideteksi serta meminimalisasi jumlah limbah cangkang kepiting di lingkungan.

1.2. Perumusan Masalah

a. Bagaimana potensi 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon sebagai pendeteksi ion Fe (III)?
b. Bagaimana proses sintesis kitosan dari limbah cangkang kepiting?
c. Bagaimana proses sintesis komposit kitosan kalkon?
d. Bagaimana hasil strip sensor kalkon kitosan dalam mendeteksi ion Fe (III) dalam media berair?

1.3. Tujuan Penelitian

a. Mengetahui potensi 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon sebagai pendeteksi ion Fe (III).
b. Melakukan sintesis kitosan dari limbah cangkang kepiting.
c. Melakukan sintesis komposit kitosan kalkon.
d. Mengetahui hasil deteksi ion Fe (III) dalam media berair melalui strip sensor kalkon kitosan.

1.4. Manfaat Penelitian

Penelitian yang dilakukan diharapkan dapat memberikan manfaat:

a. Mengurangi pencemaran lingkungan akibat limbah cangkang kepiting.
b. Meningkatkan nilai guna serta nilai ekonomis dari limbah cangkang kepiting.
c. Menghasilkan metode baru untuk mendeteksi ion besi (III) dalam media berair menggunakan senyawa 4,4’-dihidroksi-3’-metoksikalkon.

BAB 2
TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Kalkon Sebagai Kemosensor

Senyawa kalkon merupakan salah satu senyawa yang digunakan sebagai bahan dasar untuk sintesis kemosensor lanjutan. Hal ini dikarenakan gugus OH pada kalkon sangat dibutuhkan sebagai bagian penting dari molekul sensor, sehingga sintesis kalkon harus dilakukan secara langsung dari vanillin (Sofia, 2022). Pada penelitian Arfiani *et al* (2015) mengenai sintesis 4-(2,6-difenil-piridin-4-il)-2-metoksi-fenol dan 4-(2-amino-6-fenil-pirimidin-4-il)-2-metoksi-fenol, senyawa tersebut disintesis melalui senyawa intermediet kalkon yang dapat digunakan sebagai senyawa kemosensor kolorimetri terhadap anion sianida dalam media air dengan perubahan warna dari tidak berwarna menjadi kuning. Selain itu, senyawa tersebut juga berfungsi sebagai kemosensor fluoresen dengan sistem "On-Off".

Singh and Chandra (2021) melakukan penelitian pada senyawa scaffold kalkon untuk pembuatan kemosensor deteksi ion Cu^{2+} dan S^{2-} dalam larutan semi-air. Hasil penelitian kemosensor pada deteksi ion Cu^{2+} dan S^{2-} menunjukkan waktu respons yang cepat dan perubahan warna dari tidak berwarna menjadi merah muda pada penambahan ion Cu^{2+}. Selanjutnya kompleks Cu^{2+} tersebut dapat digunakan sebagai deteksi ion S^{2-} melalui reaksi kompleksasi S^{2-} menjadi ion Cu^{2+}. Kemosensor tersebut terikat secara reversibel dengan kation Cu^{2+} dan perubahan UV-vis yang diinduksi oleh Cu^{2+} dapat dikembalikan dengan mereaksikan kompleks Cu^{2+} dengan ligan koordinasi EDTA. Kemosensor kolorimetri tersebut digunakan sebagai probe yang efisien untuk deteksi kuantitatif ion Cu^{2+} dalam sampel air lingkungan.

Wang *et al* (2014) melakukan penelitian mengenai kemosensor fluoresen berbasis rhodamin N-stablisasi untuk Fe^{3+} dalam larutan air dan penerapannya dalam bioimaging. Pada deteksi ion Fe^{3+} menggunakan rentang pH yang luas yaitu pH 4-8 dimana hasil tersebut menunjukkan selektivitas dan sensitivitas yang tinggi untuk Fe^{3+} dibandingkan ion logam lain yang ada di dalam air. Hasil penelitian kemosensor tersebut terjadi perubahan warna menjadi merah dengan penambahan

10 ekuivalen Fe^{3+} ke dalam larutan sehingga menghasilkan peningkatan absorbansi yang signifikan pada sekitar 562 nm. Perubahan signifikan dalam warna fluoresensi tersebut dapat digunakan untuk deteksi mata telanjang, serta diterapkan untuk pencitraan fluoresensi ion Fe^{3+} dalam sel MGC803 untuk mengkonfirmasi bahwa dapat digunakan sebagai sensor fluoresen dan memantau Fe^{3+} dalam kehidupan sel.

Metode deteksi ion besi (III) telah berhasil dikembangkan dengan cara menggunakan strip sensor kertas berbasis nanopartikel kitosan yang diendapkan dan dicetak dengan biomolekul sianidin. Strip sensor menunjukkan perubahan warna yang terlihat dari putih menjadi merah muda terang menjadi merah muda tua sebagai fungsi dari konsentrasi Fe (III). Fenolik sianidin kromofor sebagai bahan pengkelat selektif yang dicetak pada substrat inang nanokitosan, dimana penelitian ini berfokus pada perangkat kolorimetri mata telanjang yang sederhana dan ramah lingkungan untuk mengukur ion besi dalam air (Khattab *et al*., 2022).

2.2. Isolasi dan Sintesis Kitosan

Ayang Nurmala *et al* (2018) melakukan penelitian mengenai sintesis kitosan dari cangkang rajungan terkomposit lilin lebah dan aplikasinya sebagai *edible coating* pada buah stroberi. Kitosan merupakan *barrier* yang baik terhadap O_2 dan CO_2, sedangkan lilin lebah merupakan komponen lipid bersifat hidrofobik yang mampu memberikan kontribusi dalam menahan uap air. Kitosan disintesis dari cangkang rajungan melalui tahap demineralisasi, deproteinasi, dan deasetilasi. Kitin dan kitosan hasil sintesis selanjutnya dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi serta derajat deasetilasi. Derajat deasetilasi kitin dan kitosan dihitung menggunakan metode *baseline*, dimana derajat deasetilasi yang dihasilkan yaitu 62,56 % untuk kitin dan 72,30 % untuk kitosan.

Pitriani (2010) melakukan penelitian mengenai sintesis dan aplikasi kitosan dari cangkang rajungan *(portunus pelagicus)* sebagai penyerap ion logam besi (Fe) dan mangan (Mn) untuk pemurnian natrium silikat. Penelitian ini dilakukan menggunakan metode batch. Penentuan kondisi optimum meliputi massa adsorben, waktu kontak, pH, dan suhu. Karakterisasi kitosan dilakukan dengan menggunakan FTIR, sedangkan hasil adsorpsi ion logam dalam natrium silikat dianalisis dengan AAS. Sintesis kitosan dari limbah cangkang rajungan terjadi melalui tahap

demineralisasi, deproteinasi dan deasetilasi. Kitosan yang dihasilkan pada penelitian ini yaitu sebesar 34,89 gram berasal dari 200 gram cangkang rajungan. Derajat deasetilasi yang diperoleh pada kitosan hasil sintesis cangkang rajungan sebesar 75,99 %. Massa yang paling optimum dari kitosan adalah 0,5 gram untuk dapat mengadsorpsi ion Fe sebesar 59,09 % dan Mn sebesar 51,69 %. Waktu kontak optimum adsorpsi ion Fe sebesar 72,07 % dan Mn sebesar 52,50 % dalam 30 menit. pH optimum adsorpsi ion Fe sebesar 77,68 % dan Mn sebesar 58,67 % pada pH 3. Suhu optimum adsorpsi ion Fe 85,39 % adalah 70 ˚C, sedangkan Mn 65,72 % adalah 60 ˚C.

Pada penelitian Wulandari *et al* (2020) mengenai pengaruh variasi konsentrasi NaOH terhadap nilai derajat deasetilasi kitosan dari limbah cangkang kerang hijau (*perna viridis* L) menyatakan bahwa kitin hasil pengolahan limbah cangkang kerang hijau dapat ditransformasikan menjadi kitosan melalui proses deasetilasi menggunakan variasi konsentrasi NaOH. Jenis basa yang digunakan adalah NaOH dengan variasi konsentrasi yaitu 50 %, 55 % dan 60 %. Kitosan yang diperoleh dihitung rendemennya dan dikarakterisasi menggunakan FTIR. Pada penelitian ini dihasilkan nilai derajat deasetilasi tertinggi yaitu pada konsentrasi NaOH 60 % sebesar 76,5 %. Dimana semakin tinggi konsentrasi NaOH maka nilai derajat deasetilasi semakin tinggi pula. Hal ini sesuai dengan penelitian Bahri *et al* (2015) yang menyatakan bahwa konsentrasi NaOH yang semakin tinggi mengakibatkan semakin banyaknya gugus hidroksil yang dapat menyebabkan terjadinya reaksi adisi pada gugus karbonil kitin sehingga pembentukkan amina semakin banyak dan derajat deasetilasi meningkat.

Penelitian yang telah dilakukan oleh Tobing *et al* (2011) mengenai derajat deasetilasi kitosan dari cangkang rajungan. Penelitian ini dimulai dengan mengisolasi kitin melalui tahap deproteinasi menggunakan NaOH 1 M, tahap demineralisasi menggunakan HCl 1 M, dan tahap depigmentasi menggunakan H_2O_2 3 %. Selanjutnya kitin yang dihasilkan dianalisis dengan FTIR. Produksi kitosan dilakukan dengan cara deasetilasi kitin dengan melakukan dua variasi yaitu waktu perendaman selama 2, 4, 6, dan 8 jam. Serta variasi konsentrasi NaOH dengan konsentrasi 40, 50, 60, dan 70 %. Selanjutnya kitosan yang diperoleh dianalisis

menggunakan metode FTIR. Hasil penelitian menunjukkan bahwa derajat deasetilasi terbesar terjadi pada kondisi perendaman selama 8 jam dengan nilai DD sebesar 77,99 % dan konsentrasi NaOH 70 % dengan nilai DD sebesar 77 %. Dengan demikian kenaikan derajat deasetilasi dipengaruhi oleh kenaikan perpanjangan waktu perendaman, sedangkan lama perendaman dan konsentrasi NaOH juga berpengaruh terhadap pemecahan rantai molekul.

Penelitian oleh Setyawati (2013) berhasil melakukan sintesis kitosan termediasi gelombang mikro sebagai bahan film kaboksimetil kitosan antibakteri. Kitosan dibuat melalui proses deasetilasi kitin dengan larutan NaOH 60 %, dimana metode yang digunakan yaitu metode konvensional melalui cara refluks selama 90 menit dengan daya 1035 Watt. Dihasilkan kitosan dengan nilai DD sebesar 79,5 %, nilai rendemen sebesar 72,6 % dan berat molekul sebesar 6051 g/mol. Metode gelombang mikro dapat mendeasetilasi kitin lebih efektif, hemat energi dan lebih singkat daripada metode refluks. Pada metode radiasi gelombang mikro hanya diperlukan waktu 2 menit serta daya 800 Watt untuk menghasilkan nilai DD sebesar 81,5 %. DD kitosan meningkat seiring dengan naiknya waktu dan daya radiasi gelombang mikro, sedangkan berat molekul kitosan yang dihasilkan menurun berbanding terbalik dengan daya radiasi gelombang mikro. Kondisi optimum yang diperoleh untuk sintesis kitosan dengan gelombang mikro yaitu 5 menit dengan daya 800 Watt menghasilkan DD sebesar 86,3 % dan rendemen 77 %.

Kitosan merupakan modifikasi dari senyawa kitin yang banyak terdapat dalam kulit luar hewan golongan *crustaceae* seperti udang dan kepiting. Tahapan isolasi kitin meliputi proses demineralisasi dengan HCl 1,5 M dan deproteinasi dengan NaOH 3,5 %. Transformasi kitin menjadi kitosan melalui tahap deasetilasi dengan NaOH 60 %. Hasil penelitian diperoleh karakteristik kitosan yaitu rendemen transformasi kitin menjadi kitosan sebesar 67,08 %, memiliki tekstur serbuk berwarna putih, tidak berbau, memiliki kadar air sebesar 1,55 %, larut dalam asam asetat 2 %, dan menghasilkan DD sebesar 84,85 % (Sry dkk., 2015). Berdasarkan hasil tersebut, menunjukkan bahwa kitin belum seluruhnya terdeasetilasi sempurna menjadi kitosan. Kitosan dikatakan telah terdeasetilasi sempurna jika DD > 90 % (Srijanto, 2003). Rendahnya DD kitosan ini disebabkan

beberapa faktor yaitu faktor pengadukan, suhu serta jenis habitat atau pemeliharaan udang yang digunakan.

Khairi *et al* (2019) telah berhasil melakukan penelitian mengenai pengaruh konsentrasi NaOH pada deasetilasi kitin dari cangkang udang putih (*litopenaeus vannamei*) dan aktivitasnya pada air gambut. Kitin sebagai prekursor dari kitosan diekstrak dari kulit udang putih melalui dua tahap yaitu deproteinasi dan demineralisasi. Tahap deproteinasi dilakukan menggunakan NaOH 3,5 % pada suhu 65 ˚C selama 4 jam. Tahap demineralisasi dilakukan menggunakan HCl 1,5 M dengan suhu dan waktu yang sama. Variasi konsentrasi basa NaOH sebesar 30 – 70 % dilakukan pada proses deasetilasi kitin menjadi kitosan guna mendapatkan informasi pengaruh konsentrasi basa terhadap derajat deasetilasi kitosan. Semakin tinggi konsentrasi basa yang digunakan maka semakin tinggi nilai derajat deasetilasi kitosan. Pada variasi konsentrasi NaOH 30 – 70 %, derajat deasetilasi kitosan tertinggi diperoleh ketika menggunakan NaOH 70 % yaitu sebesar 87,5 %.

BAB 3
DASAR TEORI

3.1. Logam Fe (III)

Limbah logam berat merupakan ancaman bagi lingkungan hidup dan kesehatan masyarakat karena semakin banyak jumlah logam yang terlepas kelingkungan sebagai hasil dari aktivitas kegiatan manusia. (Ceribasi *et al*., 2013). Limbah yang biasa mengandung logam berat berasal dari pabrik kimia, listrik dan elektronik, logam dan penyepuhan elektro (electroplating), kulit, metalurgi dan cat serta bahan pewarna (Karim dkk., 2018).

Logam besi (Fe) adalah logam transisi yang dibutuhkan oleh tubuh terdapat pada buah, sayuran, serta suplemen makanan. Fe memiliki nomor atom 26 serta memiliki bilangan oksidasi +3 dan +2 (Aditya dkk., 2012). Besi esensial terdapat dalam hemoglobin, kira-kira 5 % terdapat dalam otot (mioglobin), dan kurang dari 1 % terdapat dalam sel tubuh sebagai bagian dari enzim oksido-reduktase (Pramesti and Khabibi, 2012).

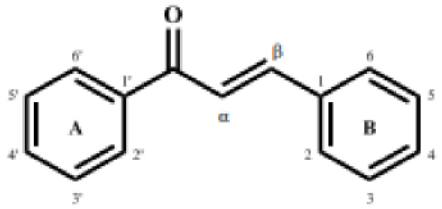
Zat besi merupakan kebutuhan untuk bertahan hidup, tetapi distribusi zat besi dalam tubuh manusia harus diseimbangkan secara hati-hati karena menimbulkan resiko yang tinggi. Terlalu banyak dan terlalu sedikit zat besi dalam tubuh dapat menyebabkan berbagai macam gangguan berbahaya (Pete Cadmus *et al*., 2018). Kelebihan zat besi dapat menyebabkan kanker, hepatitis, kegagalan organ di hati, pankreas dan jantung. Kekurangan zat besi atau disebut anemia defisiensi besi mengakibatkan kelelahan, kemampuan motorik yang lamban, dan kekebalan yang melemah. Selain itu, kekurangan zat besi (III) menyebabkan diabetes, kerusakan ginjal, penyakit jantung, dan kerusakan hati (Aryelle *et al*., 2020).

Ion besi dapat dideteksi menggunakan berbagai teknik analisis yang berbeda, termasuk spektrometri massa plasma berpasangan induktif, penyerapan atom, dan prosedur elektroanalitik. Namun, metode tersebut memerlukan penghancuran sampel atau sulit untuk diterapkan karena peralatan yang mahal, biaya yang tinggi, prosedur yang memakan waktu, dan diperlukan operator yang terampil (Karl *et al.*, 2018). Kolorimetri merupakan metode deteksi mata telanjang

sederhana yang memiliki kapasitas khelasi cukup besar dari ion logam transisi dalam pelarut organik sehingga membuat besi (III) mudah dideteksi (Gao *et al*., 2018).

3.2. Senyawa Kalkon

Kalkon merupakan senyawa yang berada dalam jumlah melimpah di tanaman yang dapat dimakan dan dianggap sebagai prekursor flavonoid dan isoflavonoid (Ahmad *et al*., 2016;Bui *et al*., 2016). Senyawa kalkon dan turunannya merupakan salah satu bahan alam yang memiliki banyak aktivitas farmakologis diantaranya sebagai antibakteri (Sepvianti dan Kusumaningrum, 2019); antiinflamasi (Ur Rashid *et al*., 2019); antimalaria (Syahri *et al*., 2017); antikanker (Sepvianti *et al*., 2016); antifungal dan antioksidan (Gasque *et al*., 2018).



Gambar 3.1 Struktur dasar senyawa kalkon (Zhuang *et al*., 2017)

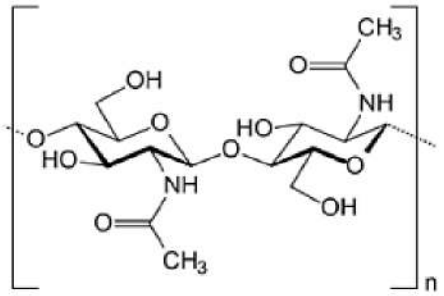
Senyawa turunan kalkon adalah salah satu senyawa yang berpotensi sebagai sensor. Senyawa kalkon merupakan senyawa yang sangat menarik karena banyak dimanfaatkan berbagai aktivitas biologisnya (Wang *et al*., 2015). Senyawa turunan kalkon berpotensi sebagai sensor kimia karena strukturnya dapat dimodifikasi dengan menambahkan berbagai gugus substitusi sehingga dapat berinteraksi dengan anion maupun kation membentuk ikatan hidrogen serta menghasilkan perubahan warna (Shan *et al*., 2014).

Senyawa turunan kalkon dapat disintesis menggunakan metode *Microwave Assisted Organic Synthesis* (MAOS) yaitu salah satu metode berdasarkan bantuan radiasi gelombang mikro pada reaksi kimia. Penelitian Fajar (2022) berhasil melakukan sintesis senyawa turunan kalkon 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon menggunakan metode MAOS melalui jalur reaksi kondensasi *Claisen-Schmidt* vanillin dan 4-hidroksiasetofenon dengan katalis basa NaOH 40% (b/v), hasil yang diperoleh yaitu serbuk kalkon berwarna kuning dengan berat sebesar 0,4652 gram.

3.3. Kitin

Kitin merupakan polisakarida kedua terbanyak di alam setelah selulosa dimana memiliki gugus hidoksil pada posisi C-2 digantikan deengan satu gugus asetamida (Ali-Komi and Hamblin, 2016). Kitin dapat didegradasi dengan enzim kitinase, seperti halnya selulosa fungsi alami kitin juga sebagai struktur polisakarida. Kitin memilikii sifat kristalinitas tinggi, sehingga kitin tidak larut dalam air, dan pelarut organik (Sartika dkk., 2016). Unit monomer kitin memiliki rumus molekul $C_8H_{12}NO_5$ dengan kadar C 47 %, H 6 %, N 7 % dan O 40 % (Aji, 2012).

Kitin terdapat pada cangkang kepiting, udang dan lobster yang merupakan sumber komersial utama kitin selama ini. Sebanyak 50 - 60 % kitin terkandung pada cangkang kepiting, 42 -57 % pada cangkang udang dan 40 % pada cumi-cumi serta kerang 14 – 35 % (New *et al*., 2014). Sumber laut lain seperti cumi-cumi, tiram, dan sotong juga digunakan. Hampir 1012 kg kitin disintesis dan terdegradasi per tahun. Menurut perkiraan sebelumnya, lebih dari 80.000 ton kitin diperoleh per tahun dari produk sampingan laut. Di India, produksi kitin dan kitosan terutama didapatkan dari lobster, kepiting dan serangga (Ghormade *et al*., 2017).



Gambar 3.2 Struktur kimia kitin (Dinira *et al*., 2022).

Kitin mempunyai sifat daya serap yang baik, sehingga dapat digunakan untuk menangani cemaran logam beracun dan zat pewarna tekstil yang terakumulasi dalam peraian, dapat menyerap bahan berprotein yang terdapat dalam air limbah industri pengolahan pangan, serta sebagai komoditas dibidang industri (aditif pada industri kertas, tekstil, dan industri makanan) (Yuliandri and Syawaalz, 2017).

3.4. Kitosan

Kitosan merupakan modifikasi dari senyawa kitin yang banyak terdapat dalam kulit hewan luar golongan *crustaceae* seperti udang dan kepiting (Sry Agustina, I Made Dira Swantara, 2015). Kitosan [poli-(2-amino-2-deoksi-β-(1-4)-D-glukopiranosa)] adalah senyawa poli aminosakarida yang disentesis melalui penghilangan sebagian gugus 2-asetil dari kitin [poli(2-asetamido-2-deoksi- β-(1-4)-D-glukopiranosa)], biopolimer linear dengan 2000-5000 unit monomer, saling terikat dengan ikatan glikosidik β-(1-4) (Dompeipen, 2017).

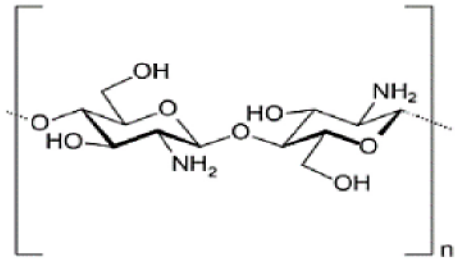
Kitosan merupakan senyawa yang didapatkan dari proses deasetilasi kitin, yang umumnya banyak terdapat pada eksoskeleton artropoda seperti pada famili krustasea yaitu kepiting, rajungan, udang dan lobster. (Hardani dkk., 2021). Kitosan adalah polisakarida yang terdiri dari monomer N-asetilglukosamin dan D-glukosamin dengan rumus umum $(C_6H_{11}NO_4)n$ atau β-(1-4)-2-amino-2-deoksi-D-glucopyranosa (Trisnawati *et al*., 2013).

Kitosan berasal dari senyawa kitin yang dihasilkan dari proses deasetilasi. Transformasi kitin menjadi kitosan disebut tahap deasetilasi, yaitu dengan penambahan basa pada konsentrasi tinggi. Reaksi deasetilasi dengan menggunakan alkali pada suhu tinggi akan menyebabkan terlepasnya gugus asetil (- $COCH_3$) dari molekul kitin dan membentuk gugus amina bebas (–NH_2) yang merupakan ciri bahwa molekul kitosan sudah terbentuk (Victor *et al*., 2016).

Kitin dan kitosan memiliki unsur-unsur yang hampir sama yaitu 47 % C, 6 % H, 7 % N, 40 % O dan unsur-unsur lainnya, yang membedakan keduanya yaitu nilai derajat deasetilasi dan kadar nitrogennya. Kitin memiliki nilai derajat deasetilasi 10 % dengan kadar nitrogen kurang dari 7 %, sedangkan kitosan memiliki nilai derajat deasetilasi lebih dari 70 % dengan kadar nitrogen lebih dari 7 % (Panggalo *et al*., 2016).

Derajat deasetilasi (DD) adalah suatu parameter yang menggambarkan kualitas dari kitosan. Semakin tinggi nilai DD maka semakin banyak gugus fungsi asetil yang hilang atau terkonversi menjadi amina, dimana semakin baik kualitas kitosan (Khairi *et al*., 2019). Derajat deasetilasi (DD) sangat dipengaruhi oleh konsentrasi NaOH dimana konsentrasi NaOH (> 40 %) akan memutuskan ikatan

gugus asetil dengan atom nitrogen dari kitin. Semakin tinggi konsentrasi NaOH maka proses deasetilasi semakin baik. Selain itu, derajat deasetilasi (DD) juga dipengaruhi oleh lama perendaman dalam NaOH yang mengakibatkan terjadinya depolimerisasi yaitu memutusukan ikatan antara gugus karboksil dengan atom nitrogen, sehingga semakin lama waktu perendaman maka semakin maksimal nilai DD yang dihasilkan (Tobing dkk., 2011).



Gambar 3.3 Struktur kimia dari kitosan (Dinira *et al*., 2022).

Kitosan merupakan padatan amorf berwarna putih kitin murni, memiliki sifat biologi dan mekanik yang tinggi. Kitosan mempunyai sifat polielektrolit, berbentuk padatan amorf dan memiliki warna putih kekuningan. Kitosan pada umumnya larut dalam pelarut asam organik pada kisaran pH 4 - 6,5. Kitosan memiliki bobot molekul dan derajat deasetilasi yang berpengaruh terhadap kelarutan kitosan. Selain itu, kitosan memiliki ikatan kimia lebih pendek dibandingkan dengan kitin (EJ, 2017). Kitosan memiliki sifat biologis yang sangat baik diantaranya adalah biokompatibel, biodegradable, non-toksik, antioksidan, dan lain-lain (Huang *et al*., 2020).

Kitosan dimanfaatkan dalam berbagai bidang seperti bidang farmasi, pangan, mikrobiologi, pertanian, kesehatan, kosmetika dan lain-lain (Kurniasih *et al*., 2018). Secara biologi, kitosan aman karena memiliki sifat biokompatibel, biodegradable, dan non-toksik sehingga aman digunakan serta diaplikasikan dalam industri ramah lingkungan. Di bidang kesehatan bermanfaat sebagai penyembuhan luka, regenerasi jaringan, bahan hemostatik, dan kapsul obat (Yanti *et al*., 2018).

Kitosan juga dapat dimanfaatkan sebagai adsorben logam berat Pb pada limbah praktikum kimia farmasi (Ani dan nurhayati, 2020); sebagai koagulan penjernihan air (Mustafiah *et al*., 2018); sebagai adsorban logam Cu (Rudi Firyanto

et al., 2016); sebagai bahan dasar kapsul obat (Mashunia *et al*., 2021); serta sebagai bahan pengawet buah duku (Trisnawati *et al*., 2013).

3.5. Metode Sintesis Kitosan

Preparasi kitosan berlangsung melalui tahapan demineralisasi, deproteinasi, dan deasetilasi. Kitin yang diperoleh dapat diubah menjadi kitosan dengan cara merubah gugus asetamida (-NHCOCH) pada kitin menjadi gugus amina (-NH) (Mursida *et al*., 2018). Cangkang kepiting yang diperoleh kemudian dikumpulkan dan dicuci hingga bersih. Cangkang tersebut selanjutnya dikeringkan dibawah sinar matahari selama 2 hari. Cangkang yang telah kering dihaluskan menggunakan *blender* dan diayak dengan ukuran 100 mesh, sehingga diperoleh tepung kepiting.

Demineralisasi bertujuan untuk menghilangkan mineral yang terkandung dalam cangkang kepiting. Proses ini dilakukan pada suhu 25 – 30 ˚C. Mula-mula tepung kepiting sebanyak 20 gram ditambahkan HCl 1M sebanyak 300 mL, kemudian diaduk dengan pengaduk magnet selama 3 jam. Campuran tersebut kemudian disaring dengan cara dekantasi. Hasil demineralisasi dicuci dengan akuades hingga pH netral. Endapan yang diperoleh kemudian dikeringkan selama 24 jam dalam oven pada suhu 45 ˚C (Pitriani, 2010).

Deproteinasi bertujuan untuk memisahkan atau melepaskan ikatan antara protein dan kitin. Sebanyak 10 gram endapan hasil demineralisasi ditambahkan 150 mL NaOH 1M. Campuran dimasukkan ke dalam gelas beaker kemudian dipanaskan pada suhu 80 – 90 ˚C selama 3 jam sambil dilakukan pengadukan dengan pengaduk magnet. Padatan hasil deproteinasi dicuci dengan akuades hingga pH netral kemudian disaring. Endapan yang diperoleh kemudian dikeringkan selama 24 jam dalam oven pada suhu 45 ˚C. Serbuk kitin yang dihasilkan kemudian diidentifikasi menggunakan FTIR untuk mengkonfirmasi strukturnya sebelum disintesis menjadi kitosan (Sry *et al*., 2015).

Deasetilasi bertujuan untuk mengubah kitin menjadi kitosan. Sebanyak 2 gram kitin yang telah dihasilkan kemudian ditambahkan 30 mL larutan NaOH 60% ke dalam labu leher tiga ukuran 250 mL. Campuran tersebut direfluks selama 1 jam. Hasil refluks didinginkan pada suhu kamar lalu dicuci dengan akuades hingga pH netral kemudian disaring. Endapan yang diperoleh kemudian dikeringkan selama

24 jam dalam oven pada suhu 45 ˚C. Kitosan yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi serta menghitung derajat deasetilasi (Setyawati, 2013).

3.6. Spektroskopi Infra Merah (*Fourier Transform Infra Red*/FTIR)

Fourier transform infrared (FT-IR) adalah salah satu instrumen yang banyak digunakan untuk mengetahui vibrasi molekul yang dapat digunakan untuk memprediksi struktur senyawa kimia (Sulistyani dan Huda, 2018). *Fourier Transformed Infrared* (FTIR) merupakan salah satu alat yang dapat digunakan untuk mendeteksi gugus fungsi, mengidentifikasi senyawa dan menganalisis campuran dari sampel yang dianalisis tanpa merusak sampel. Daerah inframerah pada spektrum gelombang elektromagnetik dimulai dari panjang gelombang 14000 cm^{-1} hingga 10 cm^{-1} (Sari dan Fajri, 2018).

Wilayah IR terletak di antara ujung daerah *visible* dan gelombang mikro dari spektrum radiasi elektromagnetik. Daerah inframerah dibagi menjadi tiga bagian utama, yaitu IR dekat (14000-4000 cm^{-1}) merupakan daerah peka terhadap vibrasi *overtone*, IR sedang (4000-400 cm^{-1}) berkaitan dengan transisi energi vibrasi dari molekul yang memberikan informasi mengenai gugus fungsi, dan IR jauh (400-10 cm^{-1}) untuk menganalisis molekul yang mengandung atom-atom berat seperti senyawa anorganik tetapi membutuhkan teknik khusus (Peak, 2013).

FTIR menggunakan sistem optik dengan laser yang berfungsi sebagai sumber radiasi yang kemudian diinterferensikan oleh radiasi infra merah agar sinyal radiasi yang diterima oleh detektor memiliki kualitas yang baik dan bersifat utuh. Prinsip kerja FTIR yaitu infrared yang melewati celah ke sampel, dimana celah tersebut berfungsi mengontrol jumlah energi yang disampaikan kepada sampel. Kemudian beberapa infrared diserap oleh sampel dan yang lainnya ditransmisikan melalui permukaan sampel sehingga sinar infrared lolos ke detektor dan sinyal yang terukur kemudian dikirim ke komputer (Maulana, 2019).

3.7. Uji Mekanik

3.7.1. Kuat Tarik (*Tensile Strength*)

Tensile strength berasal dari kata *tensile* yang artinya ketahanan suatu material terhadap kuat tekan atau tegangan, sedangkan *strength* artinya tegangan

(Fathanah *et al*., 2015). Sehingga kuat tarik (*tensile strength*) dapat diartikan sebagai kekuatan material yang dikatitkan dengan beban maksimum yang dapat dipikul oleh material. Sedangkan kekuatan luluh (*yield strength*) dan laju regangan mengalami penurunan terkait dengan tegangan-regangan (*stress-strain*) dan penurunan laju regangan memiliki efek yang sama pada sifat tegangan-regangan seperti peningkatan suhu. Perbandingan tegangan dan regangan disebut modulus elastisitas (*modulus young*), yang juga dipengaruhi oleh nilai regangan sebelum putus (*strain at break*). Nilai *tensile strength* sangat dipengaruhi oleh filler yang ditambahkan pada liner. Filler memegang peran penting dalam penguat komposit, sehingga disebut penguat material. Sedangkan liner adalah material elastomer yang digunakan sebagai perekat dan insulator (penahan panas) termal. Liner harus memiliki syarat ketahanan termal, serta memiliki sifat mekanik yang baik (Erryani and Utami Dewi, 2012).

Indriyanto *et al* (2014) mengatakan bahwa semakin besar konsentrasi kitosan maka semakin besar pula kuat tarik yang dihasilkan dari suatu material. Besarnya konsentrasi kitosan menyebabkan semakin banyak jumlah ikatan hidrogen sehingga ikatan kimianya semakin besar serta energi yang dibutuhkan juga semakin besar untuk memutuskan ikatan tersebut.

3.7.2. Pemanjangan (*Elongation*)

Elongasi atau persen pemanjangan merupakan besaran perubahan panjang maksimum yang dicapai film setelah penerapan gaya tarik sampai film putus (Fathanah *et al*., 2015). Pemanjangan atau elongasi menunjukkan elastisitas suatu edibel film, pengujian ini bertujuan untuk mengetahui persen pemanjangan atau renggangan dari film yang diuji. Semakin tinggi nilai rentangnya, maka edibel film yang dihasilkan semakin baik (Ningsih, 2015).

3.8. *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Scanning Electron Microscope (SEM) merupakan mikroskop elektron yang bisa menampilkan gambaran permukaan dan rincian suatu spesimen dengan resolusi yang tinggi (Diansari *et al*., 2018). SEM adalah salah satu metode umum untuk melihat struktur mikro dan morfologi bahan (Kumar, 2013).

Scanning Electron Microscope (SEM) yaitu sebuah mikroskop elektron yang digunakan untuk menyelidiki permukaan dari objek solid secara langsung. SEM memiliki perbesaran 10 – 3000000x, depth of field 4 – 0,4 mm dan resolusi sebesar 1 – 10 nm. Kombinasi dari perbesaran yang tinggi, depth of field yang besar, resolusi yang baik, kemampuan untuk mengetahui komposisi dan informasi kristalografi membuat SEM banyak digunakan untuk keperluan penelitian dan industri. Fungsi utama dari SEM diantaranya sebagai topografi yaitu ciri-ciri permukaan dan teksturnya (kekerasan, sifat memantulkan cahaya, dan sebagainya), sebagai morfologi yaitu bentuk dan ukuran dari partikel penyusun objek (kekuatan, cacat pada Integrated Circuit (IC) dan chip, dan sebagainya), sebagai komposisi yaitu data semi kuantitatif unsur dan senyawa yang terkandung di dalam objek (titik lebur, kereaktifan, kekerasan, dan sebagainya), sebagai informasi kristalografi yaitu informasi mengenai bagaimana susunan dari butir-butir di dalam objek yang diamati (kondukfitas, sifat elektrik, kekuatan, dan sebagainya) (Walewangko *et al*., 2021).

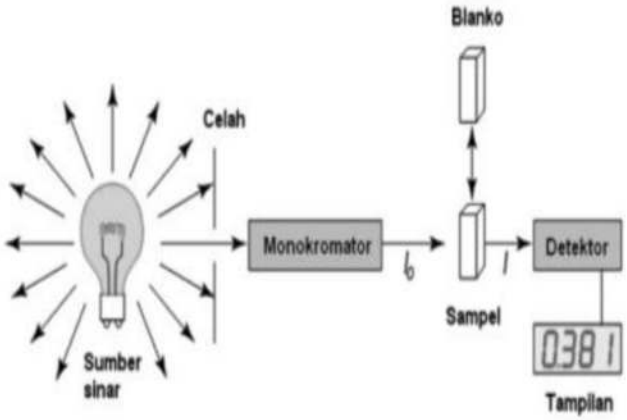
Prinsip kerja SEM yaitu menembak permukaan sampel dengan berkas elektron yang dihasilkan oleh elektron gun. Ketika sampai pada permukaan spesimen, berkas elektron bekerja memindai permukaan seperti gerakan menyapu atau menscan permukaan spesimen tersebut. Tembakan berkas elektron menimbulkan reaksi berupa refleksi elektron sekunder (Secondary Electron, SE) dan Back Scatter Electron (BSE). Pantulan berkas elektron SE atau BSE ini ditangkap oleh detektor sehingga struktur mikro daerah permukaan sampel akan muncul. Selain untuk mendapatkan gambar struktur mikro. SEM bisa juga digunakan untuk menentukan komposisi kimia daerah yang dipindai. Hal ini bisa dilakukan bila SEM dilengkapi dengan detektor penangkap sinar-X yakni EDS (Gunawarman, 2013).

3.9. Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis merupakan suatu instrumen kimia untuk analisis senyawa menggunakan panjang gelombang UV dan Visibel sebagai area serapan untuk mendeteksi senyawa. Pada umumnya senyawa yang dapat dideteksi menggunakan spektrofotometer UV-Vis adalah senyawa yang memiliki gugus

kromofor dan gugus ausokrom (Handoyo *et al*., 2020). Prinsip kerja dari spektrofotometer UV-Vis pada umumnya yaitu beradasarkan korelasi antara radiasi elektromagnetik dengan materi. Radiasi elektromagnetik adalah energi yang ditransfer pada kecepatan tinggi, sedangkan materi dapat berupa ion atau molekul atau atom (Gulo, 2016). Spektrofotometer UV-Vis juga didasarkan pada hukum Lambert-Beer yaitu jika sinar monokromatik melewati suatu senyawa maka sebagian sinar akan diserap, sebagian dipantulkan dan sebagian lagi dipancarkan (Sembiring *et al*., 2019).

Pada spektrum UV dan Visibel spektrofotometer diperoleh cahaya monokromatis yaitu dengan panjang gelombang 200 nm – 800 nm. Dimana untuk panjang gelombang daerah UV adalah 180 nm – 380 nm, dan untuk panjang geloombang daerah Visibel adalah 380 nm – 800 nm (Syamsudin, 2013). Secara sederhana komponen spektrofotometer UV-Vis antara lain sumber sinar, monokromator, kuvet dan sisitem optik (Gandjar *et al*., 2018).



Gambar 3.4 Diagram skematik spektrofotometer UV-Vis (Gandjar *et al*., 2018)

3.10. Hipotesis

Berdasarkan berbagai teori yang telah dipaparkan maka dapat disusun hipotesis sebagai berikut :

1. Jika senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon berpotensi sebagai pendeteksi ion Fe (III) secara kolorimetri maka dapat diketahui dengan uji menggunakan instrument spektrofotometer *UV-Visible.*

2. Jika senyawa kitin terkandung dalam cangkang kepiting maka dapat diisolasi dengan proses demineralisasi menggunakan asam (HCl) dan deproteinasi menggunakan natrium hidroksida (NaOH).
3. Jika senyawa kitosan dapat disintesis maka dilakukan dengan cara proses deasetilasi menggunakan penambahan basa kuat yaitu natrium hidroksida (NaOH) 60 %.
4. Jika senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon dan senyawa kitosan dapat larut dalam pelarut yang sama, maka dapat dilapiskan pada selulosa sebagai sensor paper strip.
5. Dengan kadar komposit yang sesuai, maka paper strip kitosan - kalkon dapat cukup kuat dan cukup elastis untuk diaplikasikan.
6. Jika senyawa kitosan tidak menutupi situs aktif senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon, maka sensitifitas senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon terhadap ion besi (III) tetap terjaga.

BAB 4
METODOLOGI PENELITIAN

4.1. Peralatan Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya alat gelas laboratorium, neraca analitik (OHAUS PA214), oven listrik (Memmert UN30), desikator, cawan porselen, *hotplate stirrer* (C-MAG HS-7), pengaduk magnet, spatula, seperangkat alat refluks, termometer, pH meter, penjepit, *blender*, ayakan 100 mesh. Sedangkan instrumen analisa yang digunakan diantaranya adalah *ultrasonic cleaner* (BK-2000), tenso lab (alat uji mekanik), *Scanning Electron Microscope* (SEM), spektrofotemeter *UV-Visible double beam* (UV-Vis, HITACHI UH5300), spektrofotemeter *UV-Visible single beam* (Thermo SCIENTIFIC GENESYS 20) serta spektofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR, Perkin Elmer Spectrum Version 10.5.1).

4.2. Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah cangkang kepiting, natrium hidroksida p.a (Merck), asam klorida 37% (Merck), akuades, kertas pH universal, asam asetat glasial 100% (Merck), kalkon, tripolifosfat (TPP 1%, Merck), kertas saring Whatman (Grade 1), kertas saring biasa, besi (III) klorida 400 mg/L (Merck), natrium klorida 400 mg/L (Merck), magnesium klorida 400 mg/L (Merck), kalium klorida 400 mg/L (Merck), barium klorida 400 mg/L (Merck), buffer fosfat (0,01 M), serta buffer asetat (0,01 M).

4.3. Prosedur Penelitian

4.3.1. Isolasi Kitin Dari Cangkang Kepiting

Cangkang kepiting yang diperoleh kemudian dikumpulkan dan dicuci hingga bersih. Cangkang tersebut selanjutnya dikeringkan dibawah sinar matahari selama 2 hari. Cangkang yang telah kering dihaluskan menggunakan *blender* dan diayak dengan ukuran 100 mesh, sehingga diperoleh tepung kepiting. Tepung kepiting selanjutnya dioven pada suhu 45 ˚C selama 24 jam. Setelah itu, tepung kepiting disimpan untuk dilakukan proses:

a. Demineralisasi

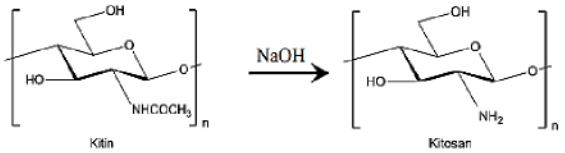
Tahapan ini bertujuan untuk menghilangkan mineral yang terkandung dalam cangkang kepiting. Proses ini dilakukan pada suhu 25 – 30 ˚C. Mula-mula tepung kepiting sebanyak 20 gram ditambahkan HCl 1M sebanyak 300 mL, kemudian diaduk dengan pengaduk magnet selama 3 jam. Campuran tersebut kemudian disaring dengan cara dekantasi. Hasil demineralisasi dicuci dengan akuades hingga pH netral. Endapan yang diperoleh kemudian dikeringkan selama 24 jam dalam oven pada suhu 45 ˚C (Pitriani, 2010).

b. Deproteinasi

Tahapan ini bertujuan untuk memisahkan atau melepaskan ikatan antara protein dan kitin. Sebanyak 10 gram endapan hasil demineralisasi ditambahkan 150 mL NaOH 1M. Campuran dimasukkan ke dalam gelas beaker kemudian dipanaskan pada suhu 70 ˚C selama 3 jam sambil dilakukan pengadukan dengan pengaduk magnet. Padatan hasil deproteinasi dicuci dengan akuades hingga pH netral kemudian disaring. Endapan yang diperoleh kemudian dikeringkan selama 24 jam dalam oven pada suhu 45 ˚C. Serbuk kitin yang dihasilkan kemudian diidentifikasi menggunakan FTIR untuk mengkonfirmasi strukturnya sebelum disintesis menjadi kitosan (Sry *et al*., 2015).

4.3.2. Sintesis Kitosan

Tahapan ini disebut deasetilasi yang bertujuan untuk mengubah kitin menjadi kitosan. Sebanyak 1 gram kitin yang telah dihasilkan kemudian ditambahkan 15 mL larutan NaOH 60% ke dalam labu leher dua ukuran 250 mL. Campuran tersebut direfluks selama 90 menit. Hasil refluks didinginkan pada suhu kamar lalu dicuci dengan akuades hingga pH netral kemudian disaring. Endapan yang diperoleh kemudian dikeringkan selama 24 jam dalam oven pada suhu 45 ˚C. Kitosan yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi serta menghitung derajat deasetilasi (Setyawati, 2013).



Gambar 4.1 Reaksi pembentukkan kitosan dari kitin (Khairi *et al*., 2019)

4.3.3. Sintesis Komposit Kitosan - Kalkon

Sintesis komposit kitosan – kalkon, dilakukan dengan mengacu pada metode sintesis sebelumnya yang dilakukan oleh Khattab *et al.*, (2022) dengan memodifikasi kalkon sebagai pengganti kromofor sianidin. Larutan kitosan 0,2% dibuat dalam asam asetat 1%, sebanyak 0,2 gram kitosan ditambahkan 100 mL asam asetat 1 % kemudian diaduk hingga homogen. Larutan kitosan dibuat sebanyak 9 Beaker dengan masing-masing diberi label K0, K1, K2, K4, K6, K8, K10, K12, K14. Selanjutnya kalkon dimasukkan ke dalam masing-masing larutan kitosan dengan variasi berat yaitu 0, 1, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14 mg, lalu diaduk selama 15 menit. Larutan TPP 1% sebanyak 2 mL dimasukkan ke dalam larutan di atas sambil diaduk. Sonikasi dilakukan selama 10 menit kemudian campuran diaduk kembali selama 35 menit.

4.3.4. Pelapisan Ke Kertas Saring/ Kertas Selulosa

Metode pelapisan ke kertas saring/ ketas selulosa dilakukan dengan mengacu pada metode coating sebelumnya yang dilakukan oleh Khattab et al., (2022). Kertas saring Whatman disiapkan dengan ukuran 2 x 10 cm, kemudian dijepit dan dicelupkan selama 5 menit dalam larutan kalkon kitosan nanopartikel. Selanjutnya dikeringkan dengan cara dianginkan selama 2 jam, kertas Whatman yang dihasilkan diletakkan dalam desikator.

Hasil coating yang diperoleh kemudian dilakukan pengujian mekanis dan pengujian dengan menggunakan instrumen SEM. Pertama pengujian mekanis, dilakukan dengan cara kedua ujung paper strip dijepit pada alat kemuluran. Selanjutnya paper strip diamati hingga putus dan dicatat perubahan panjang (mm) berdasarkan besar kecepatan 20 mm/menit. Paper strip hasil uji mekanis yang paling baik kemudian dilakukan pengujian menggunakan instrumen SEM untuk mengetahui kalkon kitosan nanopartikel sudah terembankan atau belum terembankan dalam paper strip.

4.3.5. Aplikasi (Deteksi Ion Fe^{3+} Dengan Cara Kolorimetri)

a. Uji Selektifitas

Berbagai larutan kation Na^+, Mg^{2+}, Fe^{3+}, K^+, dan Ba^{2+} disiapkan dengan konsentrasi 400 mg/L menggunakan pelarut akuades dalam labu 50 mL. Masing-masing larutan kation dibuat 2 botol yaitu 1 botol larutan kation ditambah 10 mg kalkon dan 1 botol larutan kation tanpa penambahan kalkon. Larutan kation tanpa penambahan kalkon dicelupkan paper strip kitosan kalkon sekitar 3 – 5 detik, kemudian diamati perubahan warna yang terjadi. Sebagai pembanding, larutan kation ditambah kalkon 10 mg kemudian masing-masing diberi label dan diuji menggunakan spektrofotometer UV-Vis *double beam* untuk mengetahui panjang gelombang maksimum. Masing – masing larutan kation sisa hasil uji UV-Vis kemudian diamati di dalam reaktor dengan lampu UV-light, 254 nm, dan 365 nm.

b. Variasi Konsentrasi Fe

Deteksi ion Fe (III) dengan cara kolorimetri dilakukan dengan mengacu pada metode aplikasi deteksi kolorimetri ion besi sebelumnya yang dilakukan oleh Khattab et al., (2022). Strip sensor kalkon-kitosan digunakan untuk mendeteksi besi (III) pada konsentrasi yang berbeda dalam media berair. Larutan kation Fe^{3+} dibuat dengan variasi konsentasi 0 – 500 mg/L, kemudian ditambahkan buffer fosfat (0,01 M) untuk mengontrol pH (4 – 6). Setelah itu, paper dimasukkan ke dalam larutan sekitar 3 – 5 detik, hasilnya difoto pada saat sebelum dan sesudah dicelupkan. Sebagai pembanding, disiapkan larutan Fe^{3+} variasi konsentrasi 0 – 500 mg/L dengan penambahan kalkon 10 mg/L. Masing-masing larutan ditambah buffer fosfat (0,01M) kemudian diuji menggunakan spektrofotometer UV-Vis *double beam* untuk mengetahui panjang gelombang maksimum. Masing – masing larutan sisa hasil uji UV-Vis kemudian diamati di dalam reaktor dengan lampu UV-light, 254 nm, dan 365 nm.

c. Variasi pH

Dampak kondisi asam basa dilakukan dengan mengacu pada metode yang dilakukan oleh Khattab et al., (2022). Mengingat bahwa pH mempengaruhi kinerja $FeCl_3$ (aq) dan aktivitas penginderaan dari probe spektroskopi kalkon, larutan standar Fe^{3+} 400 mg/L disiapkan dan ditambahkan kalkon sebesar 10 mg. Campuran kemudian ditambahkan larutan HCl (1M) dan NaOH (1M) untuk mencapai range pH (1 – 8) untuk mengetahui nilai pH yang tepat untuk reseptor.

Larutan kemudian dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis *single beam* dan dicatat untuk masing-masing absorbansi yang dihasilkan dengan panjang gelombang maksimum 242 nm. Hasil yang diperoleh dibandingkan dengan metode kolorimetri menggunakan paper strip kitosan - kalkon. Paper dimasukkan ke dalam larutan pH 2 sekitar 3 – 5 detik, hasilnya difoto pada saat sebelum dan sesudah dicelupkan.

Adapun runtutan penelitian ini disederhanakan dalam Gambar 4.2.



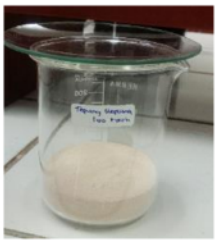
Gambar 4.2 Diagram penelitian

BAB 5
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada bab ini akan disajikan dan dibahas data hasil penelitian mulai dari proses isolasi kitin dari cangkang kepiting yang meliputi demineralisasi dan deproteinasi kemudian dilakukan karakterisasi menggunakan FTIR, sintesis kitosan menggunakan metode refluks dan karakterisasinya dengan FTIR, sintesis komposit kitosan-kalkon yang kemudian dilapiskan ke kertas saring atau kertas selulosa, hasil lapisan kertas saring dilakukan pengujian mekanis (*tensile strength)*, FTIR, kemudian pengujian SEM. Paper strip kitosan-kalkon diaplikasikan sebagai kemosensor kation besi (III) dengan cara kolorimetri meliputi uji selektifitas, variasi konsentrasi Fe, dan variasi pH.

5.1. Isolasi Kitin

Tahap pertama pada penelitian ini adalah isolasi kitin dari cangkang kepiting bakau (*Scylla*) yang diperoleh dari limbah restoran *seafood* di Lampung. Limbah cangkang kepiting bakau dicuci hingga bersih kemudian dikeringkan dibawah sinar matahari selama 2 hari. Cangkang yang telah kering dihaluskan menggunakan blender dan diayak dengan ukuran 100 mesh, sehingga diperoleh tepung kepiting.



Gambar 5.1 Tepung kepiting 100 mesh

Tepung kepiting selanjutnya dioven pada suhu 45 ˚C selama 24 jam. Setelah itu, tepung kepiting disimpan untuk dilakukan proses:

5.1.1. Demineralisasi

Demineralisasi bertujuan untuk menghilangkan garam mineral $CaCO_3$ dan $Ca_3(PO_4)_2$ yang terkandung dalam cangkang kepiting. Mineral tersebut dapat dihilangkan dengan mencampurkan tepung kepiting dan larutan HCl 1 M dengan

perbandingan (w/v) 1:15. Pada awal proses pencampuran terjadi reaksi yang sangat cepat dengan terbentuknya buih CO_2 dan gelembung-gelembung udara dengan volume yang sangat besar sehingga memenuhi gelas Beaker seperti yang ditunjukkan pada Gambar 5.2 dan hal ini berlangsung ± 5 menit. Reaksi yang terjadi pada proses demineralisasi adalah sebagai berikut:

$$CaCO_{3(s)} + 2\ HCl_{(l)} \rightarrow CaCl_{2(l)} + H_2O_{(g)} + CO_{2(g)}$$

$$Ca_3(PO_4)_{2(s)} + 6\ HCl_{(l)} \rightarrow 3\ CaCl_{2(l)} + 2\ H_3PO_{4(l)}$$

Proses demineralisasi mengakibatkan garam kalsium karbonat dan kalsium fosfat bereaksi dengan asam klorida membentuk kalsium klorida. Asam karbonat dan asam fosfat merupakan senyawa larut dalam air, sedangkan residu yang tidak larut merupakan senyawa kitin (Frederika *et al*., 2018). Dihasilkan residu demineralisasi berwarna coklat dengan rendemen sebesar 32 %.



Gambar 5.2 Tahap demineralisasi cangkang kepiting

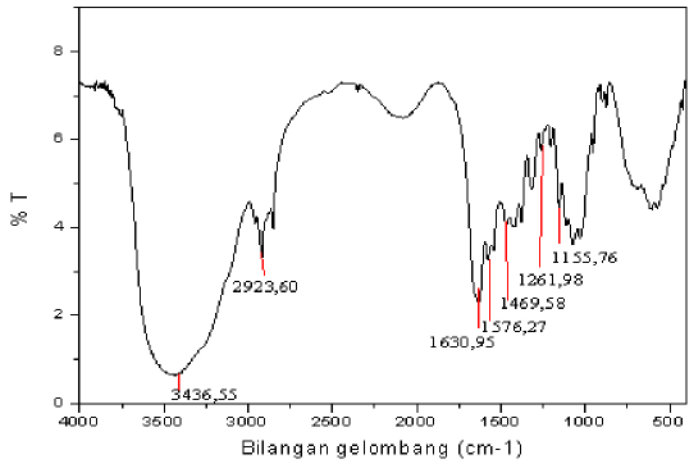
5.1.2. Deproteinasi

Deproteinasi bertujuan untuk memisahkan atau melepaskan ikatan antara protein dan kitin. Proses pemutusan ikatan tersebut dapat dilakukan dengan mencampurkan residu demineralisasi menggunakan basa kuat NaOH 1 M dengan perbandingan (w/v) 1:15 pada suhu 70 ˚C selama 3 jam. Ketika proses pencampuran terjadi, protein akan terlepas kemudian membentuk natrium proteinat yang larut dalam air (Setyawati, 2013). Hal ini terlihat jelas ketika larutan menjadi semakin mengental yang mengindikasikan bahwa adanya protein dari dalam larutan, kemudian terlepas pada saat pencucian menggunakan akuades. Hasil proses deproteinasi ditunjukkan dengan filtrat yang berwarna jingga, berbuih dan licin serta endapan kitin berwarna putih kecoklatan dengan rendemen kitin sebesar 11,26 %. Terjadi sedikit perbedaan rendemen kitin hasil isolasi dengan penelitian Salmahaminati (2022) yang menyatakan bahwa rendemen kitin dalam cangkang

kepiting sebesar 14,43 %. Perbedaan rendemen tersebut kemungkinan terjadi karena sebagian sampel hilang pada saat pencucian berulang tahap demineralisasi dan deproteinasi. Reaksi yang terjadi pada proses deproteinasi sebagai berikut :

$$\text{Protein} + \text{NaOH} \rightarrow \text{Na-proteinat} + H_2O$$

Kitin yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengkonfirmasi strukturnya sebelum disintesis menjadi kitosan, serta untuk mengetahui derajat deasetilasi dari kitin. Spektra inframerah kitin ditunjukkan pada Gambar 5.3.



Gambar 5.3 Spektra inframerah kitin

Tabel 5.1 Puncak serapan FTIR kitin

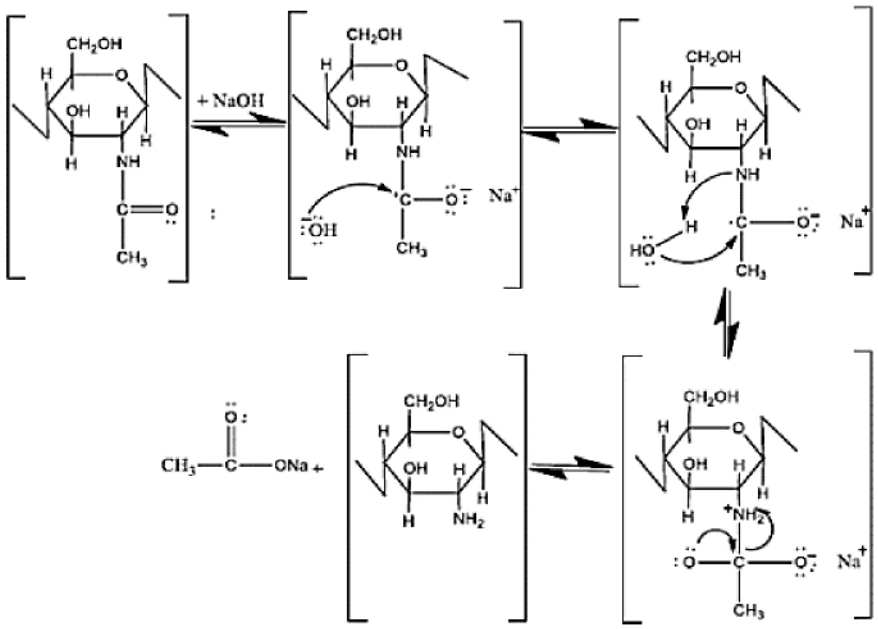
Bilangan Gelombang (cm^{-1})	Gugus fungsi
3436	Vibrasi ulur –OH
2923	Vibrasi ulur C-Hsp^3
1630	Vibrasi tekuk C=O (amida sekunder)
1261	Vibrasi tekuk C-N
1155	Vibrasi ulur C-O-C
1469	Vibrasi tekuk $–CH_2$

Berdasarkan spektra IR kitin (Gambar 5.3) diperoleh bilangan gelombang 3436 cm^{-1} yaitu terdapat vibrasi ulur –OH yang terletak pada (CH_2OH), pada bilangan gelombang 2923 cm^{-1} yaitu terdapat vibrasi ulur C-Hsp^3 atau (CH_3), pada

bilangan gelombang 1630 cm^{-1} yaitu terdapat vibrasi ulur C=O amida sekunder atau ($CONH_2$). Bilangan gelombang 1261 cm^{-1} terdapat vibrasi tekuk C-N yang terletak pada daerah *fingerprint*, dimana gugus C-N sendiri akan ikut terdeteksi pada gugus fungsi C=O amida sekunder. Bilangan gelombang 1155 cm^{-1} terdapat vibrasi ulur C-O-C, dan bilangan gelombang 1469 cm^{-1} terdapat vibrasi tekuk dari $–CH_2$ yang terletak pada (CH_2OH). Dari spektra di atas dapat disimpulkan bahwa gugus fungsi tersebut merupakan gugus fungsi dari senyawa kitin yang ditandai dengan masih terdapatnya gugus asetil kemudian akan hilang dan digantikan dengan gugus amida pada saat proses sintesis kitosan.

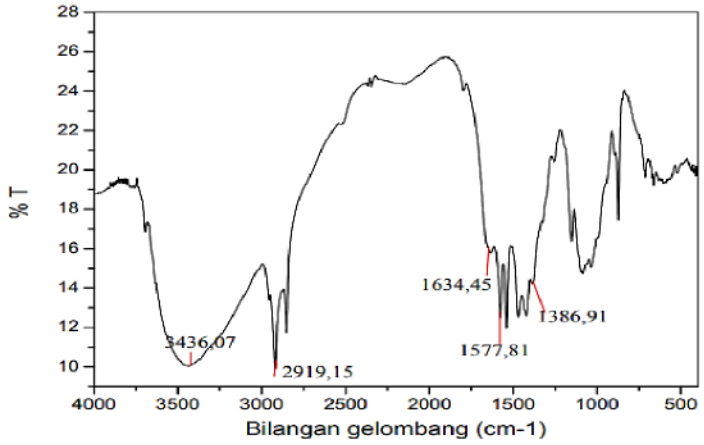
5.2. Sintesis Kitosan

Sintesis kitosan atau disebut juga deasetilasi bertujuan untuk mengubah kitin menjadi kitosan melalui reaksi hidolisis amida dengan basa. Amida dalam proses ini yaitu kitin dan NaOH bertindak sebagai basa, larutan NaOH yang digunakan yaitu NaOH 60 % dimana pada kondisi tersebut terjadi proses transfomasi gugus asetil berikatan dengan atom nitrogen membentuk gugus amina berlangsung secara efektif. NaOH konsentrasi tinggi digunakan karena kitin memiliki struktur yang tebal dan pada ikatan hidrogen mempunyai gugus karboksil pada rantai berikutnya sehingga ikatan antara gugus karboksil dengan atom nitrogen dapat terputus dan menghasilkan gugus amida pada kitosan (Tobing *et al*., 2011). Gambar 5.4 mula-mula terjadi reaksi adisi dimana ikatan rangkap C dan O pada kitin akan terlepas sehingga C akan bermuatan positif dan O akan bermuatan negatif. Gugus OH^- dari pelarut NaOH memiliki sifat elektronegatif sehingga dengan mudah dapat menyerang C yang memiliki sifat elektropositif, selanjutnya gugus Na^+ akan berikatan dengan O dari $NHCOCH_3$. Gugus NH memiliki pasangan elektron bebas yang akan berikatan dengan H dari gugus OH, sehingga hanya tersisa O yang kemudian akan berikatan dengan C. Gugus asetil pada $NH_2CH_3CO^-$ akan mengalami reaksi eliminasi dimana ikatan antara amida dengan asetil akan terputus sehingga terbentuk kitosan. Pada reaksi deasetilasi, menyisakan natrium asetat yang dapat dihilangkan dengan cara dicuci dengan akuades hingga pH netral dikarenakan garam ini bersifat larut dalam air.



Gambar 5.4 Mekanisme reaksi deasetilasi (Zainal *et al*., 2020)

Kitosan yang dihasilkan berbentuk serbuk berwarna putih kecoklatan dengan rendemen sebesar 60,28 %. Rendemen kitosan hasil sintesis dibandingkan dengan penelitian lain dimana metode yang digunakan sama yaitu metode konvensional refluks dengan pelarut NaOH 60 %. Setyawati (2013) menyatakan bahwa memiliki rendemen kitosan sebesar 72,6 %, hal ini berbeda jauh dengan rendemen kitosan hasil sintesis yaitu 60,28 %. Perbedaan ini disebabkan karena bahan baku yang digunakan, penelitian Setyawati (2013) menggunakan limbah cangkang kepiting yang berasal dari Yogyakarta sedangkan pada penelitian ini menggunakan limbah cangkang kepiting yang berasal dari Lampung. Kitosan hasil sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi serta menghitung derajat deasetilasinya. Spektra inframerah kitosan disajikan dalam Gambar 5.5.



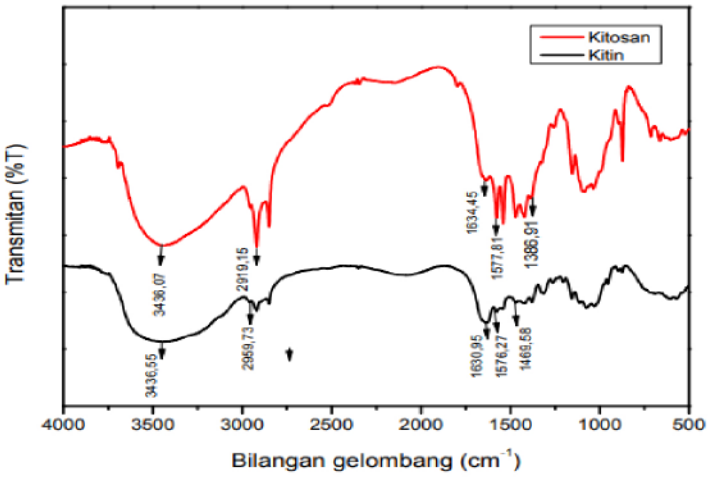
Gambar 5.5 Spektra inframerah kitosan

Tabel 5.2 Puncak serapan FTIR kitosan

Bilangan Gelombang (cm^{-1})	Gugus fungsi
3436	Vibrasi ulur –OH
2919	Vibrasi ulur C-Hsp^3
1634	Vibrasi tekuk C=O (amida sekunder)
1577	Vibrasi tekuk -NH_2
1386	Vibrasi tekuk -CH (-CH_2)

Berdasarkan spektra inframerah kitosan (Gambar 5.5) masih terdapat serapan C=O amida (-$NHCOCH_3$), hal ini disebabkan sintesis kitosan yang dihasilkan belum terasetilasi secara sempurna sehingga masih mengandung gugus asetamida. Hilangnya gugus asetamida (asetil) serta terbentuknya gugus amina pada proses deasetilasi disebut sebagai nilai derajat deasetilasi (Citrowati, 2017).

Dari spektra inframerah kitin dan kitosan dapat dibuat spektra gabungan seperti yang ditunjukkan pada Gambar 5.6.



Gambar 5.6 Spektra gabungan kitin dan kitosan

Nilai DD dapat dihitung menggunakan persamaan (Wulandari *et al*., 2020) sebagai berikut:

$$DD = (1-\frac{A1655}{A3450} \times \frac{1}{1,33}) \times 100\%$$, dimana:

DD : Derajat deasetilasi

A1655 : Absorbansi dari bilangan gelombang gugus amina

A3450 : Absorbansi dari bilangan gelombang gugus hidroksil

1,33 : Nilai dari A1655/ A3450 untuk kitosan yang terdeasetilasi sempurna

Nilai DD yang dihasilkan pada penelitian ini sebesar 71,98 % untuk kitin dan 73,93 % untuk kitosan. Nilai derajat deasetilasi kitosan dari limbah cangkang kepiting tersebut telah memenuhi standar mutu kitosan dengan nilai derajat deasetilasi ≥ 70 % (Victor *et al*., 2016). Jika dibandingkan dengan penelitian lain menggunakan konsentrasi NaOH 60 %, maka hasil nilai DD penelitian ini lebih tinggi dibandingkan penelitian Ayang Nurmala *et al* (2018) sebesar 62,56 % untuk kitin dan 72,30 % untuk kitosan. Akan tetapi lebih rendah dibandingkan dengan kitosan dari limbah kulit udang yaitu 83,25 % pada penelitian (Dompeipen, 2017) dan 84,85 % pada penelitian (Agustina *et al*., 2015). Hal ini karena limbah cangkang kepiting lebih tebal apabila dibandingkan dengan limbah kulit udang, sehingga reaksi deasetilasi pun akan lebih sulit.

5.3. Pengujian Kalkon Sebagai Senyawa Sensor

Pada penelitian ini digunakan senyawa turunan kalkon 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon hasil sintesis penelitian sebelumnya melalui metode MAOS dimana senyawa ini berwarna kuning muda seperti yang terlihat pada Gambar 5.7.



Gambar 5.7 Senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon hasil sintesis metode MAOS

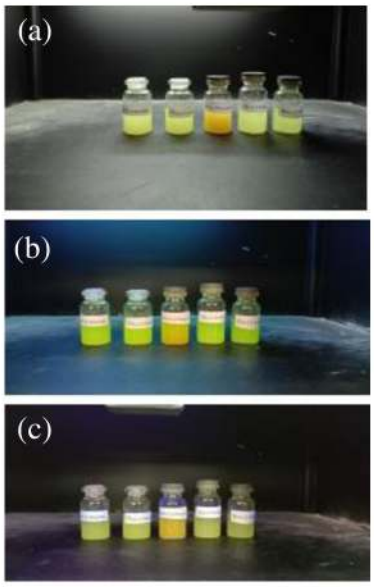
5.3.1. Uji Selektivitas

Uji selektivitas digunakan beberapa larutan kation dengan konsentrasi 400 mg/L diantaranya yaitu: Na^{+}, Mg^{2+}, Fe^{3+}, K^{+}, dan Ba^{2+}. Larutan kation ditunjukkan pada Gambar 5.8.



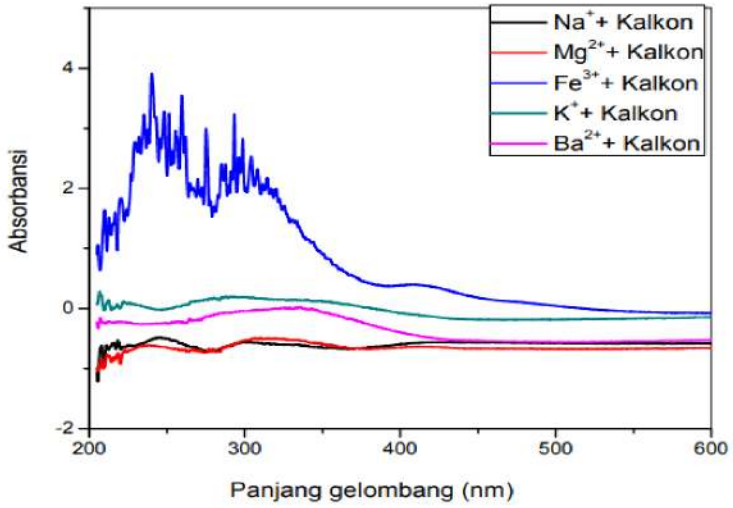
Gambar 5.8 Larutan kation Na^{+}, Mg^{2+}, Fe^{3+}, K^{+}, Ba^{2+}

Masing-masing larutan kation kemudian ditambahkan senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon untuk mengetahui selektivitas sensor dari kalkon tersebut terhadap larutan kation. Pada Gambar 5.9 menunjukkan bahwa senyawa turunan kalkon berpotensi sebagai sensor kation, hal ini terlihat jelas ketika larutan terjadi perubahan warna dari tidak berwarna menjadi kuning kehijauan kecuali larutan kation Fe^{3+}. Perubahan warna tersebut akan terlihat semakin jelas jika diamati di dalam reaktor UV-light, 254 nm, dan 365 nm.



Gambar 5.9 Larutan kation-kalkon dalam reaktor (a) UV-light (b) 254 nm dan (c) 365 nm

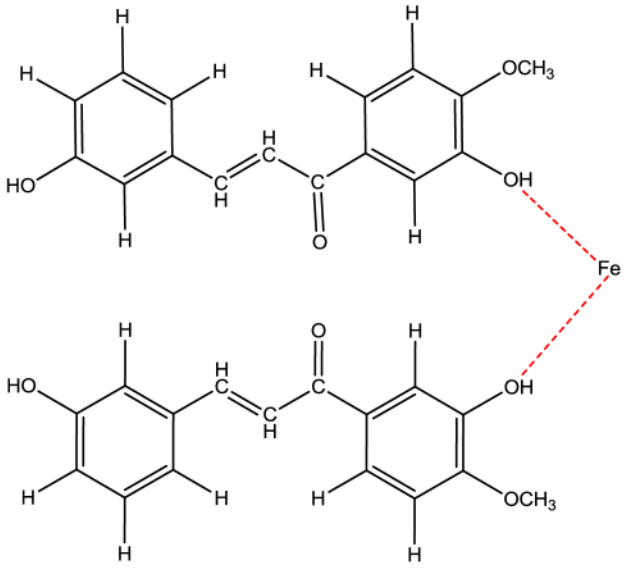
Selektivitas sensor kalkon terhadap kation dapat diketahui dengan identifikasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis *double beam* yang bertujuan untuk mengetahui panjang gelombang dari masing-masing larutan kation tersebut. Hasil spektra UV-Vis uji selektivitas larutan kation dengan penambahan kalkon disajikan pada Gambar 5.10.



Gambar 5.10 Spektra UV-Vis uji selektivitas larutan kation

Berdasarkan spektra tersebut (Gambar 5.10) dapat disimpulkan bahwa senyawa turunan kalkon 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon mampu membedakan interaksinya antara kation-kation Na^{+}, Mg^{2+}, Fe^{3+}, K^{+}, Ba^{2+} serta hanya selektif terhadap kation Fe^{3+} dengan intensitas paling tinggi. Senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon hanya bisa menempel pada kation Fe^{3+} sedangkan untuk kation Na^{+}, Mg^{2+}, K^{+}, Ba^{2+} memiliki absorbansi yang kecil dan berkumpul diabsorbansi yang sama sehingga puncak yang dihasilkan tidak naik secara signifikan. Panjang gelombang maksimum yang dihasilkan pada kation Fe^{3+} adalah sebesar 242 nm.

Interaksi senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon dengan kation Fe^{3+} dapat dilihat pada Gambar 5.11.

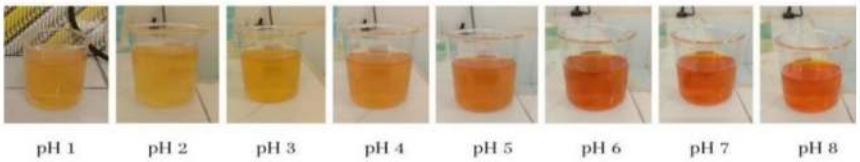


Gambar 5.11 Interaksi senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon dengan kation Fe^{3+}

Interaksi tersebut (Gambar 5.11) merupakan reaksi kompleksasi yaitu kation Fe^{3+} akan berikatan dengan gugus hidroksil pada senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon, dimana kation Fe^{3+} akan menjadi atom pusatnya. Hal ini dikarenakan kation Fe^{3+} memiliki kecenderungan untuk membentuk kompleks dengan gugus – gugus donor elektron seperti gugus hidroksil dan oksigen dalam senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon, sehingga menghasilkan perubahan warna pada kation Fe^{3+} tersebut.

5.3.2. Uji Variasi pH

Uji variasi pH dilakukan dengan mencampurkan larutan Fe^{3+} 400 mg/L dan kalkon 10 mg. Campuran kemudian ditambahkan NaOH 1M dan HCl 1 M untuk mengontrol pH direntang (1-8). Larutan Fe (III) pH 1-8 disajikan pada Gambar 5.12.



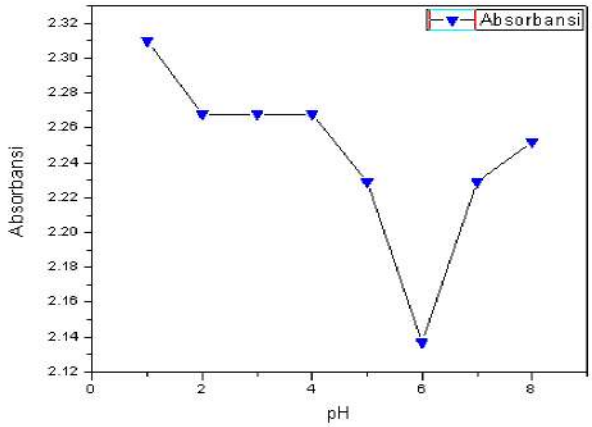
Gambar 5.12 Larutan Fe^{3+} 400 mg/L diberbagai pH

Masing-masing larutan kemudian dilakukan uji menggunakan spektrofotometer UV-Vis *double beam* untuk mengetahui nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum Fe^{3+} yaitu 242 nm. Dihasilkan data absorbansi dari masing-masing larutan Fe^{3+} diberbagai pH seperti pada Tabel 5.3.

Tabel 5.3 Data absorbansi larutan Fe^{3+} diberbagai pH pada λ 242 nm

pH	Absorbansi
1	2,31
2	2,268
3	2,268
4	2,268
5	2,229
6	2,137
7	2,229
8	2,252

Dari tabel di atas dapat dibuat kurva hubungan antara pH dengan absorbansi, dimana sumbu x adalah pH dan sumbu y adalah absorbansinya.



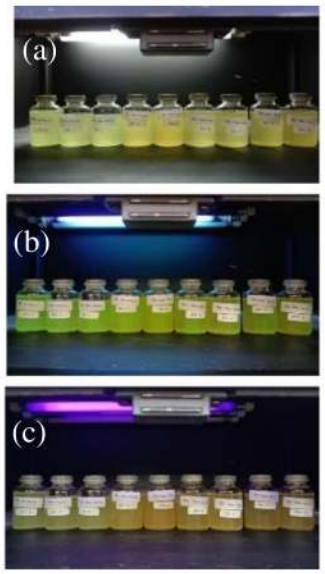
Gambar 5.13 Kurva uji variasi pH pada λ 242 nm

Gambar 5.13 menunjukkan bahwa terjadi penurunan yang signifikan dari pH 1 hingga pH 8. Hal ini tidak sesuai dengan larutan Fe^{3+} pH (1-8) (Gambar 5.12) yang mana semakin tinggi pH pada larutan Fe^{3+} maka akan menghasilkan warna yang lebih pekat sehingga intensitas absorbansinya semakin besar. Pada pH 1 kemungkinan senyawa kalkonnya mengendap dalam larutan sehingga yang terbaca pada spektrofotometer UV-Vis hanya Fe^{3+}, pH 2 – 4 adalah pH yang terbaik untuk uji deteksi kation Fe^{3+} karena pada pH tersebut kurva yang dihasilkan stabil, pH 5 – 6 terjadi penurunan kurva secara signifikan hal ini menunjukkan bahwa terjadi reaksi di dalam larutan sehingga mengakibatkan Fe^{3+} mengendap dan membentuk Fe^{2+}. Berikut beberapa bukti untuk mendukung hal ini diantaranya, bukti pertama yaitu adanya kurva yang menurun pada pH 5 dan pH 6, ini menandakan bahwa terdapat perubahan dalam sifat larutan pada pH tersebut. Pengendapan Fe^{3+} dapat menunjukkan adanya reaksi reduksi oksidasi (redoks) yang terjadi. Bukti kedua yaitu perubahan warna pada larutan, pada pH rendah (pH 1 - 4) larutan Fe^{3+} cenderung memiliki warna kuning atau coklat. Namun, ketika terjadi pengendapan Fe^{3+} dan terbentuk Fe^{2+}, larutan dapat mengalami perubahan warna menjadi hijau atau biru. Perubahan warna ini merupakan bukti visual bahwa terjadi perubahan oksidasi dari Fe^{3+} menjadi Fe^{2+}. Bukti ketiga yaitu reaksi antara Fe^{3+} dan senyawa kalkon, dimana kalkon adalah senyawa reduktor yang mampu mereduksi ion Fe^{3+} menjadi ion Fe^{2+}. Pada pH rendah, senyawa kalkon akan bereaksi dengan ion Fe^{3+} menghasilkan Fe^{2+} yang mengendap. Reaksi reduksi oksidasi (redoks) ini merupakan bukti bahwa terjadi perubahan oksidasi dan pengendapan larutan Fe^{3+} pada pH 5 dan pH 6. Sementara itu, pada pH 7 – 8 terjadi kenaikan kurva yang mengindikasikan bahwa konsentrasi Fe^{3+} dalam larutan meningkat pada pH tersebut. Hal ini dikarenakan ion Fe^{3+} lebih stabil pada pH yang tinggi. Pada kondisi lingkungan basa ini, ion Fe^{3+} menjadi lebih stabil dan tidak mengendap sehingga dapat menyebabkan kenaikan pada kurva. Selain itu, senyawa kalkon tidak bereaksi dengan Fe^{3+} pada pH yang tinggi (pH 7 dan pH 8), hal ini dikarenakan pada pH tersebut senyawa kalkon tidak cukup efektif dalam mereduksi Fe^{3+} sehingga Fe^{3+} tetap dalam bentuknya yang teroksidasi dan tidak mengendap sebagai Fe^{2+}.

5.3.3. Uji Limit Deteksi Fe^{3+}

Uji limit deteksi Fe^{3+} dilakukan menggunakan variasi larutan Fe^{3+} konsentrasi 0, 50, 100, 150, 200, 250,300, 400, 500 mg/L. Larutan variasi Fe^{3+} kemudian ditambahkan senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon sebanyak 10 mg, lalu ditambahkan buffer fosfat 0,01 M untuk mengontrol pH supaya direntang (4-6). Jika pH < 4 maka Fe^{3+} bersifat asam yang sangat pekat sehingga akan membentuk kompleks dengan senyawa organik. Namun jika pH > 6 maka Fe^{3+} bersifat stabil sehingga akan membentuk kompleks dengan senyawa anorganik. Oleh karena itu digunakan pH dengan range (4-6) dikarenakan pada pH tersebut Fe^{3+} mengalami oksidasi sehingga akan membentuk kompleks dengan asam organik yaitu kalkon (kalkon memiliki bentuk asam organik pada pH < 7). Hal ini telah sesuai dengan hasil penelitian pada saat uji vaiasi pH, dimana pH terbaik senyawa kalkon untuk uji deteksi larutan Fe^{3+} adalah pH 2-4.

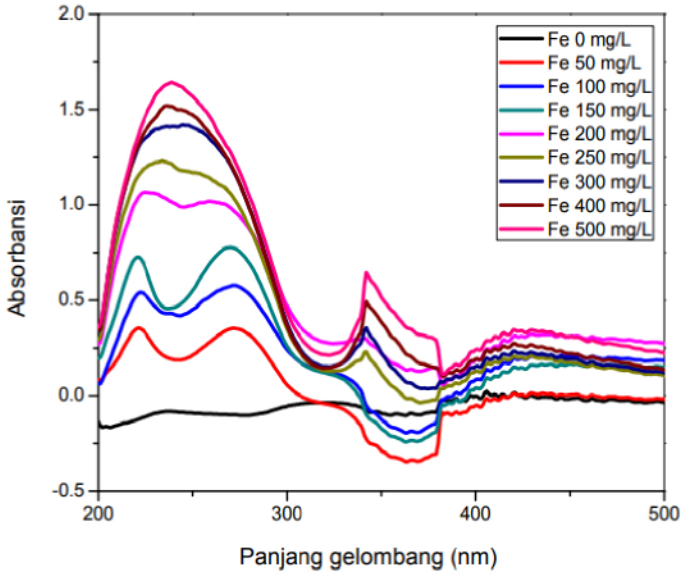
Larutan variasi Fe^{3+} kemudian diamati perubahan warnanya ke dalam reaktor UV-light, 254 nm dan 365 nm seperti yang ditunjukkan pada Gambar 5.14.



Gambar 5.14 Larutan variasi Fe^{3+} dalam reaktor (a) UV-light (b) 254 nm dan (c) 365 nm

Berdasarkan (Gambar 5.14) diketahui bahwa terjadi perubahan warna dari kuning kehijauan menjadi jingga. Hal tersebut dikarenakan semakin tinggi konsentrasi dari Fe^{3+} maka larutan akan semakin pekat warnanya. Masing-masing

larutan Fe^{3+} kemudian diuji menggunakan spektrofotometer UV-Vis *double beam* untuk mengetahui panjang gelombang maksimumnya. Hasil spektra UV-Vis uji limit deteksi Fe^{3+} disajikan pada Gambar 5.15.



Gambar 5.15 Spektra UV-Vis uji limit deteksi Fe^{3+}

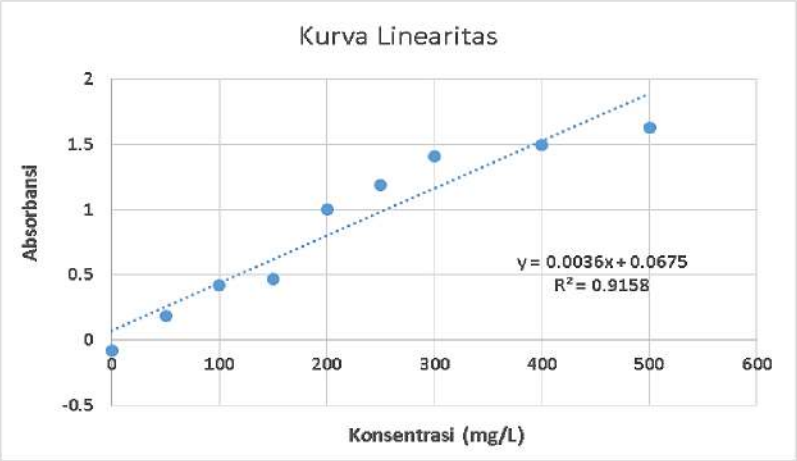
Dari spektra di atas (Gambar 5.15) menunjukkan bahwa terjadi kenaikan puncak secara signifikan seiring bertambah besarnya konsentrasi dari Fe^{3+}. Hasil tersebut sudah sesuai dengan teori, dikarenakan pada saat proses *running* spektrofotometer UV-Vis *double beam* instrument lama, hanya terdiri dua kuvet yaitu satu kuvet untuk blanko dan satu kuvet untuk sampel. Sehingga tidak akan terjadi pengendapan kembali senyawa turunan kalkon dalam kuvet.

Dilakukan uji linearitas pada masing-masing konsentrasi larutan Fe^{3+} yang bertujuan untuk mengetahui tingkat sensitivitas senyawa turunan kalkon 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon terhadap konsentrasi kation Fe^{3+}. Pada (Tabel 5.4) merupakan hasil absorbansi dari masing-masing larutan variasi konsentrasi Fe^{3+} dengan panjang gelombang maksimum Fe^{3+} yaitu 242 nm.

Tabel 5.4 Hasil absorbansi larutan variasi Fe^{3+} pada λ maksimum 242 nm

Konsentrasi	Absorbansi
0	-0.085
50	0.187
100	0.421
150	0.469
200	1
250	1.189
300	1.408
400	1.499
500	1.631

Dari Tabel 5.4 kemudian dihasilkan kurva linearitas seperti yang terlihat pada Gambar 5.16.



Gambar 5.16 Kurva linearitas larutan variasi konsentrasi Fe^{3+}

Kurva linearitas tersebut (Gambar 5.16) menunjukkan bahwa senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon memiliki sensitivitas terhadap konsentrasi Fe pada range 0 - 300 mg/L. Namun pada konsentrasi 150 mg/L terjadi penurunan puncak, hal ini kemungkinan akibat terkontaminasinya larutan Fe^{3+} karena penyimpanan larutan selama sekitar dua hari.

Dari kurva tersebut dapat diketahui batasan deteksi (LOD) dan batasan kuantifikasi (LOQ) menggunakan persamaan garis regresi Y = 0.0036X + 0.0675 dan nilai R^2 = 0.9158. Berikut adalah tabel hasil penentuan batasan deteksi (LOD) dan batasan kuantifikasi (LOQ).

Tabel 5.5 Hasil penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantifikasi (LOQ)

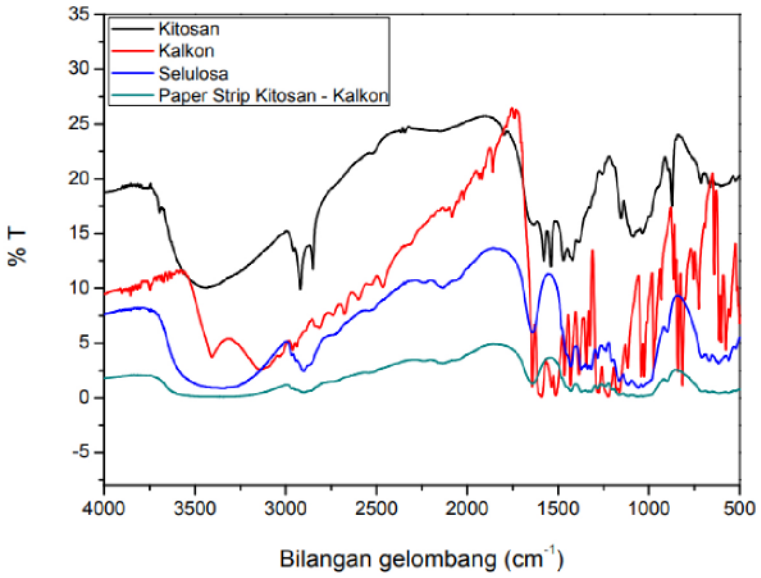
No	Konsenterasi Larutan Fe 3+ (mg/L)	Absorbansi (y)	Yi	y – yi	$(y-yi)^2$
1	0	-0.085	-0.0675	-0.0175	0.00030625
2	50	0.187	0.1125	0.0745	0.00555025
3	100	0.421	0.2925	0.1285	0.01651225
4	150	0.469	0.4725	-0.0035	1.225E-05
5	200	1	0.6525	0.3475	0.12075625
6	250	1.189	0.8325	0.3565	0.12709225
7	300	1.408	1.0125	0.3955	0.15642025
8	400	1.499	1.3725	0.1265	0.01600225
9	500	1.631	1.7325	-0.1015	0.01030225
				Total	0.45295425
			S(y/x)2=∑(y-yi)2/n-2	dibagi 7	0.06470775
			S(y/x)	Akar	0.254377181
			3.S(y/x)/slope	LOD	211.9809838
			10. S(y/x)/slope	LOQ	706.6032794

LOD merupakan nilai konsentrasi analit terkecil dalam sampel yang masih terdeteksi oleh instrument meskipun tidak selalu dapat dikuantifikasi, sedangkan LOQ adalah nilai konsentrasi analit terendah dalam sampel yang dapat ditentukan presisi dan akurasinya dengan baik dan dapat diterima pada kondisi operasional metode yang digunakan (Rohman, 2019). LOD dan LOQ dapat dihitung menggunakan persamaan dari Riyanto (2013) yaitu LOD = 3(S(y/x)/slope) dan LOQ = 10(S(y/x)/slope) dimana S(y/x) adalah nilai standar deviasi. Nilai LOD hasil perhitungan yaitu sebesar 211.9809838 mg/L, yang artinya batas deteksi terkecil yang dimiliki oleh suatu instrument spektrofotometer *UV-Visible* untuk mengukur analit Fe dengan senyawa sensor kalkon sebesar 211.9809838. Jika nilai LOD kurang dari 211.9809838 mg/L maka analit Fe tidak dapat terdeteksi oleh instrument. Nilai LOQ yang diperoleh sebesar 706.6032794 mg/L, yang artinya jumlah analit Fe terkecil dalam sampel yang dapat diukur dengan akurat dan presisi oleh instrument spektrofotometer *UV-Visible* dengan bantuan senyawa sensor

kalkon sebesar 706.6032794 mg/L. Jika nilai LOQ lebih kecil dari 706.6032794 mg/L maka kemungkinan hasil presisinya tidak baik.

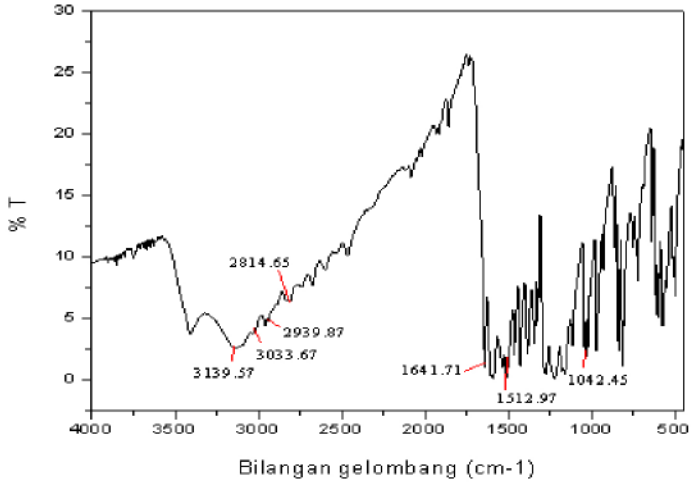
5.4. Sintesis Komposit Kitosan – Kalkon

5.4.1. Spektrum Inframerah Komposit



Gambar 5.17 Spektra gabungan inframerah komposit

Spektra di atas (Gambar 5.17) merupakan spektra gabungan dari kitosan (hitam), kalkon (merah), selulosa kertas saring (biru) dan paper strip kitosan – kalkon (hijau). Spektra inframerah dan gugus fungsi senyawa kalkon ditunjukkan pada Gambar 5.18 dan Tabel 5.6.

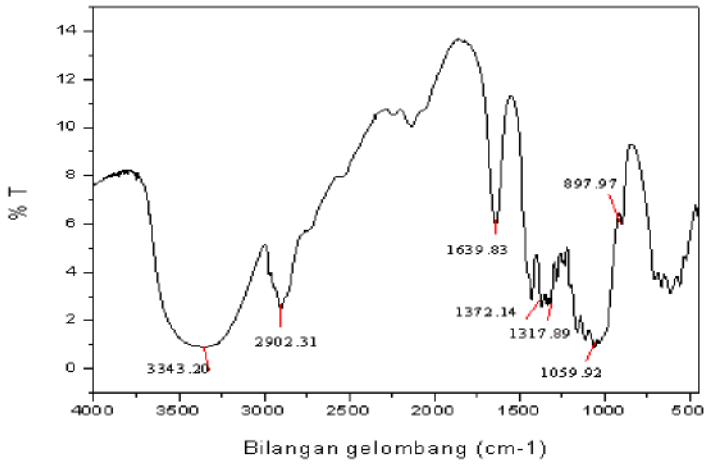


Gambar 5.18 Spektra inframerah kalkon

Tabel 5.6 Puncak serapan kalkon

Bilangan Gelombang (cm^{-1})	Gugus fungsi
3139	Vibrasi ulur –OH
3033	Vibrasi tekuk CH aromatik
2939	Vibrasi tekuk CH alifatik
2814	Vibrasi ulur -CH_3
1641	Vibrasi tekuk C=O
1512	Vibrasi tekuk C=C
1042	Vibrasi tekuk C-O

Selulosa kertas saring memiliki spektra inframerah dan gugus fungsi seperti yang disajikan pada Gambar 5.19 dan Tabel 5.7.

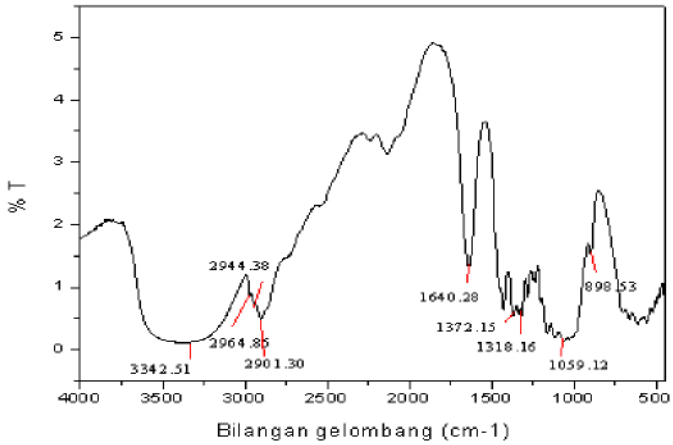


Gambar 5.19 Spektra inframerah selulosa atau kertas saring

Tabel 5.7 Puncak serapan selulosa atau kertas saring

Bilangan Gelombang (cm^{-1})	Gugus fungsi
3343	Vibrasi ulur –OH
2902	Vibrasi ulur CH alifatik
1639	Vibrasi tekuk C=O
1372 & 1317	Vibrasi tekuk –CH alifatik
1059	Vibrasi ulur C-O
897	Vibrasi ulur C-C

Spektra inframerah dan gugus fungsi paper strip kitosan – kalkon ditunjukkan pada Gambar 5.20 dan Tabel 5.8.



Gambar 5.20 Spektra inframerah paper strip kitosan – kalkon

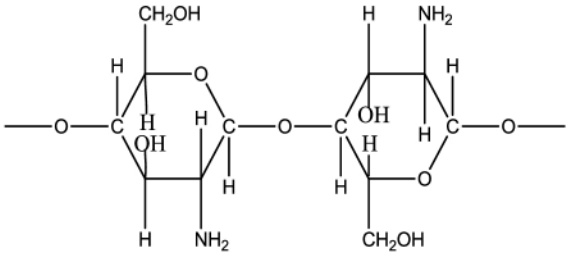
Tabel 5.8 Puncak serapan paper strip kitosan – kalkon

Bilangan Gelombang (cm^{-1})	Gugus fungsi
3342	Vibrasi ulur –OH
2964 – 2944	Vibrasi ulur NH_2
2901	Vibrasi tekuk $–CH_2$
1640	Vibrasi tekuk C=O
1372	Vibrasi ulur $–CH_3$
1318	Vibrasi tekuk CH alifatik
1059	Vibrasi tekuk C-O
896	Vibrasi tekuk C-C

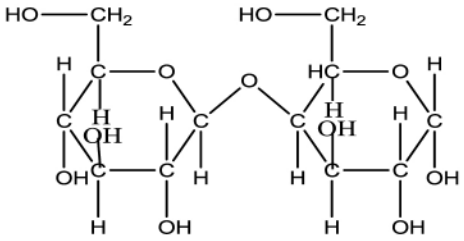
Dari keempat gabungan spektra inframerah komposit (Gambar 5.17) menunjukkan bahwa gugus fungsi C=C pada senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon tidak muncul ke dalam spektra inframerah tersebut. Hal ini terlihat semakin jelas jika diamati pada spektra inframerah paper strip kitosan – kalkon (Gambar 5.20) dimana tidak terdapatnya puncak serapan gugus fungsi C=C senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon dengan bilangan gelombang sebesar 1512,97 cm^{-1}. Berdasarkan hal tersebut dapat disimpulkan bahwa senyawa 4,4'-

dihidroksi-3'-metoksikalkon tidak dapat terkomposit ke dalam paper strip kitosan – kalkon.

Struktur dari senyawa kimia kitosan, serta selulosa kertas saring disajikan pada Gambar 5.21.



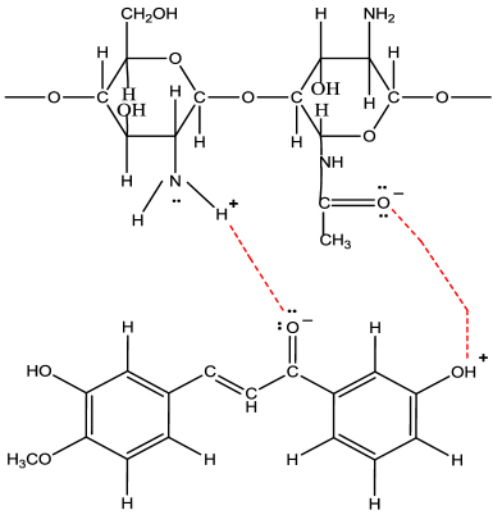
(a) struktur kitosan



(b) struktur selulosa kertas saring

Gambar 5.21 Struktur senyawa (a) kitosan (b) selulosa kertas saring

Berdasarkan struktur di atas dapat dihasilkan kemungkinan interaksi yang terjadi antara senyawa kitosan dengan senyawa 4,4'-dihidroksi-3'- metoksikalkon seperti yang ditunjukkan pada Gambar 5.22.



Gambar 5.22 Interaksi kitosan dengan 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon

Dari Gambar 5.22 diketahui bahwa gugus fungsi –OH dan C=O pada 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon dapat berinteraksi dengan kitosan melalui ikatan hidrogen dan ikatan *van der waals*. Ikatan hidrogen terjadi antara gugus hidroksil (-OH) pada senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon dengan (C=O) dari gugus asetil senyawa kitosan. Ikatan *van der waals* terjadi antara gugus karbonil (C=O) pada senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon dengan gugus amina (-NH_2) pada senyawa kitosan, dimana ikatan ini merupakan gaya dipol permanen yaitu molekul kovalen polar berikatan dengan molekul kovalen polar. Berdasarkan interaksi tersebut menunjukkan bahwa gugus asetil pada senyawa kitosan telah menutupi situs aktif (-OH) pada senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon, hal ini dikarenakan gugus asetil pada senyawa kitosan memiliki afinitas yang tinggi terhadap gugus hidroksil. Ketika gugus asetil pada senyawa kitosan menutupi situs aktif (-OH) pada senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon, maka menyebabkan interaksi senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon dengan kation Fe^{3+} menjadi terganggu. Hal ini dikarenakan biasanya kation Fe^{3+} akan berinteraksi dengan gugus hidroksil yang memungkinkan senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon berfungsi sebagai sensor untuk kation Fe^{3+} secara kolorimetri. Namun, karena situs aktif (-OH) pada senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon ditutupi oleh gugus asetil pada senyawa kitosan, maka interaksinya menjadi terganggu. Akibatnya senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon kurang mampu berfungsi sebagai sensor kation Fe^{3+} secara kolorimetri karena interaksi antara keduanya menjadi terhambat, sehingga paper strip kitosan – kalkon tidak mengalami perubahan warna.

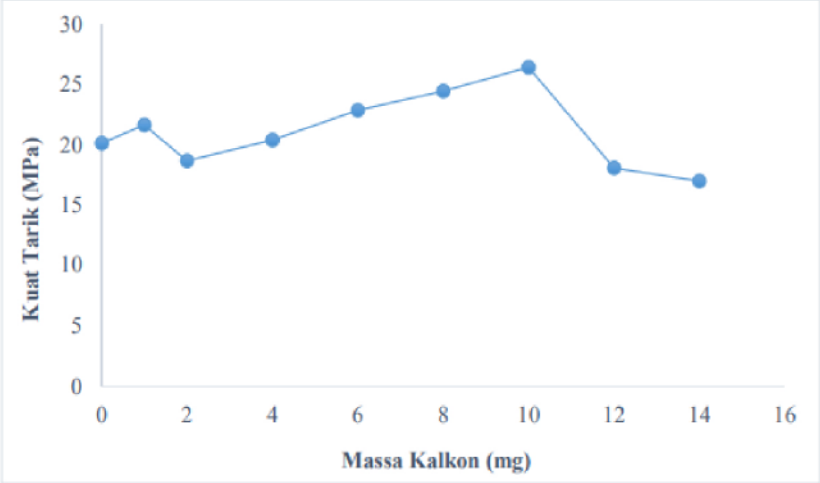
5.4.2. Hasil Uji *Tensile Strength* Paper Strip

Uji *tensile strength* (kuat tarik) dilakukan di laboratorium teknologi pertanian UGM. Uji ini bertujuan untuk melihat kualitas dan ketahanan dari paper strip kitosan – kalkon tehadap tarikan. Sampel yang diuji yaitu paper strip kitosan dengan penambahan senyawa kalkon sebanyak 0, 1, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14 mg. Hasil uji kuat tarik paper strip kitosan – kalkon disajikan dalam Tabel 5.9.

Tabel 5.9 Hasil uji kuat tarik

Massa Kitosan (g)	Massa Kalkon (mg)	Tensile Strength (MPa)
0,2	0	20,1438
0,2	1	21,6600
0,2	2	18,6885
0,2	4	20,4218
0,2	6	22,8804
0,2	8	24,4714
0,2	10	26,4326
0,2	12	18,1001
0,2	14	17,0154

Dari hasil uji (Tabel 5.9) dapat dibuat kurva yaitu ditunjukkan pada Gambar 5.23.



Gambar 5.23 Kurva hasil uji kuat tarik

Uji kuat tarik paper strip kitosan – kalkon penting dilakukan tujuannya untuk memastikan bahwa strip sensor memiliki kekuatan serta sensitivitas yang cukup baik pada saat deteksi ion besi (III) dalam media berair sehingga pengukuran yang dihasilkan lebih akurat. Jika penambahan kalkon terlalu sedikit, maka paper strip akan mengandung lebih banyak kitosan dibandingkan kalkon. Hal ini menghasilkan paper strip yang lebih lembut dan kurang tahan terhadap gaya tarik

atau tekanan. Jika penambahan kalkon terlalu banyak, maka paper strip akan mengandung lebih banyak kalkon dibandingkan kitosan. Hal ini menghasilkan paper strip yang lebih kaku dan kurang elastis sehingga lebih mudah putus pada saat ditarik. Oleh karena itu, uji kuat tarik terbaik strip sensor kitosan – kalkon adalah pada saat penambahan kalkon sebanyak 10 mg dengan nilai kuat tarik tertinggi sebesar 26,4326 MPa.

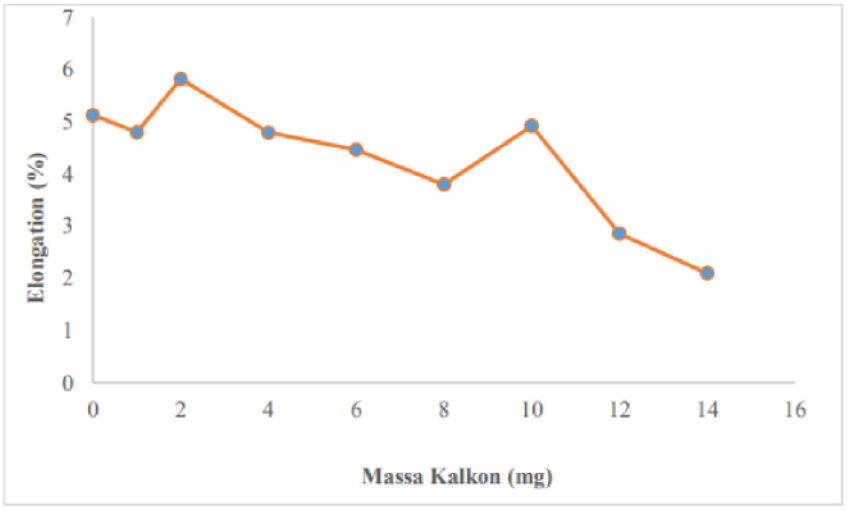
5.4.3. Hasil Uji *Elongation* Paper Strip

Uji persen pemanjangan atau % *Elongation* adalah sifat mekanik yang menunjukkan sifat elastisitas dari paper strip kitosan – kalkon yang dihasilkan.
Uji pemanjangan atau *elongation* merupakan serangkaian uji yang berkaitan langsung dengan uji kuat tarik atau *tensile strength*. Hasil uji elongation disajikan dalam Tabel 5.10.

Tabel 5.10 Hasil uji % pemanjangan

Massa Kitosan (g)	Massa Kalkon (mg)	Elongation (%)
0,2	0	5.1291
0,2	1	4.8006
0,2	2	5.8213
0,2	4	4.7956
0,2	6	4.4655
0,2	8	3.8017
0,2	10	4.9234
0,2	12	2.8574
0,2	14	2.0982

Berdasarkan hasil tersebut dapat dibuat kurva hubungan antara massa kalkon (mg) dengan *elongation* (%) yakni disajikan dalam Gambar 5.24.

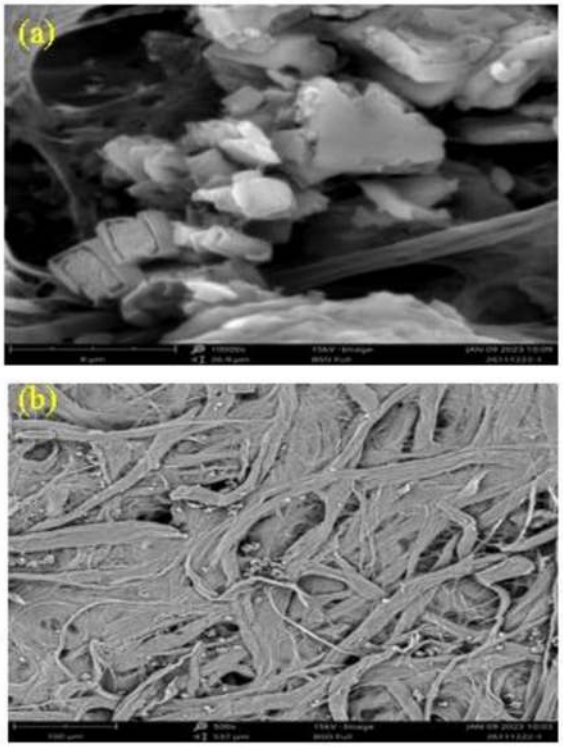


Gambar 5.24 Kurva hasil uji % pemanjangan

Dari kurva di atas dapat diamati bahwa hasil uji % pemanjangan terbaik paper strip kitosan – kalkon yaitu pada saat penambahan kalkon sebesar 2 mg karena memiliki nilai % pemanjangan tertinggi sebesar 5,8213 %. Jika penambahan kalkon terlalu sedikit, maka dapat menghasilkan paper strip yang kurang sensitif dan kurang mampu untuk mengukur perubahan dimensi atau gaya dengan akurat. Jika penambahan kalkon terlalu banyak, maka paper strip dapat kehilangan sensitifitasnya sehingga paper strip tidak dapat memberikan pengukuran yang akurat.

5.4.4. Hasil Uji SEM Paper Stip Kitosan – Kalkon 10 mg

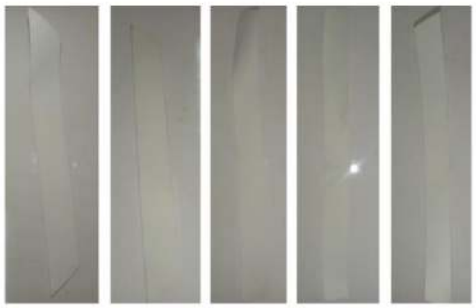
Pengujian SEM dilakukan untuk mengetahui bentuk permukaan (morfologi) dari selulosa kertas saring serta senyawa kitosan yang telah dikompositkan kedalam paper strip kitosan – kalkon 10 mg. Selulosa kertas saring memiliki morfologi berupa serat – serat panjang yang tidak beraturan. Pada Gambar 5.25 (a) menunjukkan perbesaran pengujian sebesar 10.000 kali dengan ukuran rata - rata senyawa kitosan sebesar 2 µm, dihasilkan morfologi senyawa kitosan berbentuk gumpalan putih dengan tekstur kasar dan tidak beraturan. Gambar 5.25 (b) menunjukkan perbesaran pengujian sebesar 500 kali dimana senyawa kitosan telah tersebar secara merata pada paper strip kitosan – kalkon.



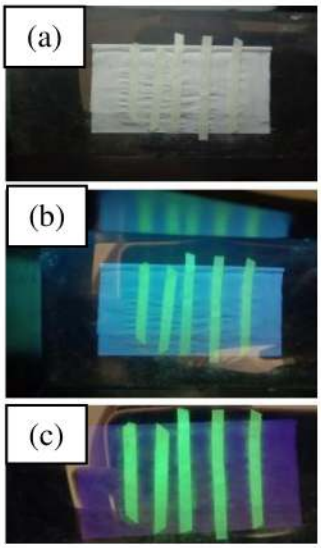
Gambar 5.25 Hasil SEM paper strip kitosan – kalkon 10 mg dengan perbesaran (a) 10.000X (b) 500X

5.4.5. Pengujian Paper Strip Kitosan - Kalkon Dalam Deteksi Ion Fe (III) Dengan Cara Kolorimetri

Pengujian paper strip dilakukan menggunakan kertas saring Whatman (Grade 1) yang telah dicelupkan kedalam larutan komposit kitosan – kalkon dan kemudian dikeringkan dalam desikator selama 2 jam. Deteksi ion besi (III) menggunakan paper strip kitosan – kalkon dilakukan dengan berbagai variasi diantaranya, uji selektivitas, uji variasi pH, dan uji limit deteksi Fe. Uji selektivitas paper strip kitosan – kalkon disajikan pada Gambar 5.26.



Sebelum tercelup larutan kation Na^{+}, Mg^{2+}, Fe^{3+}, K^{+}, Ba^{2+}



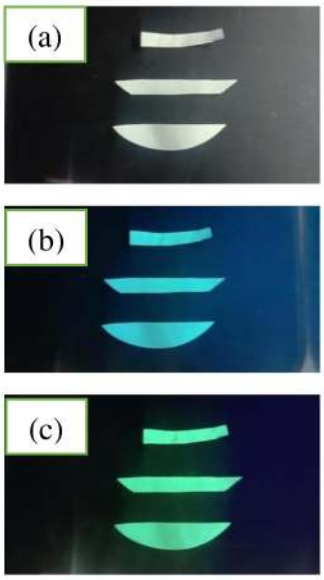
Setelah tercelup larutan kation Na^{+}, Mg^{2+},Fe^{3+},K^{+}, Ba^{2+} yang diamati dalam reaktor (a) UV-light (b) 254 nm dan (c) 365 nm

Gambar 5.26 Uji selektivitas paper strip kitosan – kalkon

Uji variasi pH paper strip kitosan – kalkon ditunjukkan pada Gambar 5.26.



Setelah (kiri) dan sebelum (kanan) tercelup larutan Fe 400 mg/L pada pH 2



Setelah tercelup larutan Fe 400 mg/L pada pH 2 yang diamati dalam reaktor (a) UV-light (b) 254 nm dan (c) 365 nm

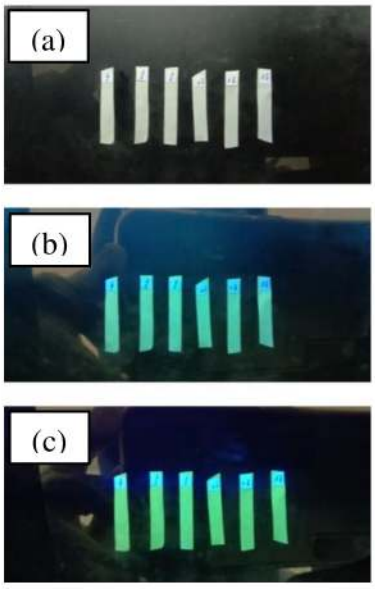
Gambar 5.27 Uji variasi pH paper strip kitosan – kalkon

Uji variasi pH dilakukan kedalam larutan Fe 400 mg/L pH 2 dikarenakan pada hasil perbandingan UV-Vis larutan campuan Fe^{3+} dan senyawa kalkon menunjukkan bahwa pH terbaik senyawa kalkon untuk deteksi ion Fe^{3+} dalam media berair adalah pada rentang pH 2 – 4.

Uji limit deteksi Fe paper strip kitosan – kalkon disajikan pada Gambar 5.28.



Sebelum tercelup larutan Fe^{3+} konsentrasi 0, 100, 200,300, 400, 500 mg/L



Setelah tercelup larutan Fe^{3+} konsentrasi 0, 100, 200, 300, 400, dan 500 mg/L yang diamati dalam reaktor (a) UV-light (b) 254 nm (c) 365 nm

Gambar 5.28 Uji limit deteksi Fe^{3+} paper strip kitosan – kalkon

Berdasarkan hasil uji selektivitas, variasi pH, serta uji limit deteksi Fe dapat disimpulkan bahwa paper strip kitosan – kalkon tidak mengalami perubahan warna baik sebelum maupun setelah tercelup larutan yang diamati dalam reaktor lampu UV-light, 254 nm, maupun 365 nm. Hal ini disebabkan karena tidak terdapatnya puncak serapan gugus fungsi C=C senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon pada spektra inframerah paper strip kitosan – kalkon, sehingga senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon tidak dapat tekomposit dengan senyawa kitosan kedalam selulosa kertas saring (paper strip kitosan - kalkon).

BAB 6
PENUTUP

6.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan beberapa hal, diantaranya adalah.

a. Senyawa turunan kalkon 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon dapat berpotensi sebagai pendeteksi ion Fe (III) dengan rentang pH 2 - 4 serta rentang konsentrasi yaitu 0 - 300 mg/L
b. Kitosan dari limbah cangkang kepiting berhasil disintesis dengan metode konvensional refluks menggunakan NaOH 60 %. Dihasilkan serbuk kitosan berwarna putih kecoklatan, memiliki rendemen sebesar 60,28 %, serta nilai DD sebesar 73,93 %
c. Berdasarkan hasil penelitian larutan komposit kitosan – kalkon mengalami perubahan warna dari tidak berwarna menjadi kuning kehijauan setelah penambahan senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon sebanyak 10 mg
d. Dari hasil penelitian strip sensor kalkon kitosan tidak mengalami perubahan warna, hal ini disebabkan karena tidak terdapatnya puncak serapan gugus fungsi C=C senyawa 4,4’-dihidroksi-3’-metoksikalkon pada spektra inframerah strip sensor kalkon kitosan sehingga senyawa 4,4’-dihidroksi-3’-metoksikalkon tidak dapat terkomposit dengan senyawa kitosan kedalam selulosa kertas saring (strip sensor kalkon kitosan)

6.2. Saran

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, terdapat beberapa saran yang mungkin dapat diterapkan pada penelitian selanjutnya, yakni.

a. Perlu dilakukan sintesis senyawa 4,4'-dihidroksi-3'-metoksikalkon secara langsung dari vanillin untuk mendapatkan hasil uji deteksi ion Fe (III) yang lebih optimal
b. Perlu dilakukan pengolahan limbah cangkang kepiting secara cepat untuk diisolasi dan disintesis, agar mendapatkan rendemen dan nilai DD yang lebih optimal

c. Perlu dilakukan pengujian paper strip kitosan – kalkon kedalam larutan kalkon, agar dapat mengetahui perubahan warna dari paper strip kitosan - kalkon
d. Perlu dilakukan pengujian paper strip kalkon kedalam larutan kation Fe (III) agar dapat mengetahui perubahan warna dari paper strip kalkon

DAFTAR PUSTAKA

Ahmad, M. R., Sastry, V. G., Bano, N., & Anwar, S., 2016, Synthesis of Novel Chalcone Derivatives by Conventional and Microwave Irradiation Methods and Their Pharmacological Activities, *Arabian Journal of Chemistry*, 9(1), 931–935.

Aji, A., 2012, *Jurnal Teknologi Kimia Unimal*, lim(November), 79–90.

Ali-Komi, D.E., and Hamblin, M. R., 2016, Chitin and Chitosan: Production and Application of Versatile Biomedical Nanomaterials, *Int. J. Adv. Res. (Indore).*, 4(3), 411– 427.

Ani Riani Kusmiati, N., 2020, Pemanfaatan Kitosan Dari Cangkang Udang sebagai Adsorben Logam Berat Pbpada Limbah Praktikum Kimia Farmasi, *Indonesian Journal Of Laboratory*, 3(1), 6–14.

Arfiani Nur, Drs. Bambang Purwono, M.Sc., Ph.D. Prof. Drs. Jumina, P., 2015, *Sintesis 4-(2,6-Difenil-Piridin-4-Il)-2-Metoksi-Fenol Dan 4-(2-Amino-6-Fenil-Pirimidin-4-Il)-2-Metoksi Fenol Dari Vanilin Sebagai Senyawa Kemosensor Anion*, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.

Aryelle Canedo Pereira, Bruno Bastos Gonçalves, Rafaella da Silva Brito, Lucélia Gonçalves Vieira, Emília Celma de Oliveira Lima, T. L. R., 2020, Comparative developmental toxicity of iron oxide nanoparticles and ferric chloride to zebrafish (Danio rerio) after static and semi-static exposure, *Chemosphere*, 254(126792).

Ayang Nurmala, Novera, Eko Budi Susatyo, Fransisca Widhi Mahatmanti, 2018, Sintesis Kitosan dari Cangkang Rajungan Terkomposit Lilin Lebah dan Aplikasinya Sebagai Edible Coating Pada Buah Stroberi, *J. Chem. Sci*, 7(3), 278 - 284.

Azizi A, Fairus S, M. E., 2020, Pemanfaatan Limbah Cangkang Rajungan Sebagai Bahan Kitin Dan Kitosan Di Purchasing Crap Unit Eretan "Atul Gemilang" Indramayu, *Jurnal Solma*, 9(2), 411 - 419.

Bahri, S., Rahim, E. A., S., 2015, Derajat Deasetilasi Kitosan dari Cangkang Kerang Darah Dengan Penambahan Naoh Secara Bertahap, *Kovalen: Jurnal Riset Kimia*, 1(1), 36– 42.

Bui, T. H., Nguyen, N. T., Dang, P. H., Nguyen, H. X., Nguyen, M. T., 2016, Design and Synthesis of Chalcone Derivatives as Potential Non-Purine Xanthine Oxidase Inhibitors, *Springer Plus*, 5, 1789.

Ceribasi, H. dan Yetis, U., 2013, Biosorption of Ni (II) and Pb (II) by Phanerochaete chrysosporium from a Binary System-Kinetic, *Water Research*, 27(1), 15–20.

Citrowati, A. N., W. H. S. dan G. M., 2017, Pengaruh Kombinasi NaOH Dan Suhu Berbeda Terhadap Nilai Derajat Deasetilasi Kitosan Dari Cangkang Kerang Kampak (*Atrina Pectinata*), *Journal of Aquaculture and Fish Health*, 6(2), 48-56.

Diansari, V., Sundari i., Deswitri N., 2018, Gambaran Scanning electron Microscope (SEM) Mikrostruktur Permukaan Resin Komposit nanofiler Setelah perendaman dalam Kopi Arabika Gayo, *Cakradonya Dental Journal*, 10(2), 96–101.

Ding, X. et al., 2019, Effects of Fe^{3+} on Acute Toxicity and Regeneration of Planarian (*Dugesia japonica*) at Different Temperatures, *BioMed Research International*, 10, 1155.

Dinira, L. et al., 2022, Modifikasi Kitosan sebagai Komposit Biopolimer untuk Pemisahan Pb (II) dan Cd (II) secara Simultan pada Sistem Multikomponen, *Systemmatic Review*, 27–37.

Dompeipen EJ., 2017, Isolasi Dan Identifikasi Kitin Dan Kitosan Dari Kulit Udang Windu (*Penaeus Monodon*) Dengan Spektroskopi Inframerah, *Majalah Biam*, 13(1), 31–41.

EJ, D., 2017, Isolasi Dan Identifikasi Kitin Dan Kitosan Dari Kulit Udang Windu (*Penaeus Monodon*) Dengan Spektroskopi Inframerah, *Majalah BIAM*,

13(1), 31–41.

Erryani, A. and Utami Dewi, W., 2012, Analisis Nilai Tensile Strength Material Linier Menggunakan Fillter Carbon Blak SiO_2 dan TiO_2, *Prosiding SIPTEKGAN XV*, 1(4), 27–35.

Fajar, F.R.P., 2022, Perbandingan Metode Sintesis Senyawa Turunan Kalkon 4,4'-Dihidroksi-3'-Metoksikalkon Secara Refluks Dan *Microwave Assisted Organic Synthesis* (MAOS) Serta Uji Aktivitasnya Sebagai Antioksidan, *Skripsi*, Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta.

Fathanah, U., Lubis, M. R. and Moulana, R., 2015, Biopolymer From Starch and Chitosan As Bioplastic Material for Food Packaging, *Proceedings of the 5th Annual International Conference Syiah Kuala University (AIC Unsyah),* 44–49.

Frederika Mawarni Adilasari Nduru, Drastinawati, S. R. Y., 2018, Isolasi Kitin Dari Limbah Cangkang Kepiting (*Scylla SP*) Dengan Variasi Pelarut Pada Proses Bleaching, *Jom FTEKNIK*, 5(1), 1–6.

Gandjar, Ibnu Gholib dan Rohman, A., 2018, *Spektroskopi Molekuler untuk Analisis Farmasi*, Gadjah Mada University, Yogyakarta.

Gao, X. Zhou, Y.F. Ma, C.P. Wang, F. X. C., 2018, A Fluorometric And Colorimetric Dual-Mode Sensor Based On Nitrogen And Iron Co-Doped Graphene Quantum Dots For Detection Of Ferric Ions In Biological Fluids And Cellular Imaging, *New J. Chem*, 42, 14751–14756.

Gasque, L., Álvarez-Idaboy, J. R., FloresÁlamo, M., Guzmán-Méndez, Ó., & Campos-Cerón, J. M., 2018, Theoretical And Experimental Study Demonstrates Kinetic Control In Chalcone Flavanone Transformation Of Naphthalene Derivatives, *Journal of Molecular Structure*, 1157, 631–637.

Ghormade, V., Pathan, E. K., & Deshpande, M. V., 2017, Can Fungi Compete With Marine Sources For Chitosan Production, *International Journal of*

Biological Macromolecules, 104, 1415–1421.

Gulo, E. S. F., 2016, *Aplikasi Spektrofotometri UV dan Kalibrasi Multivariat untuk Analisis Parasetamol, Guaifenesin dan Klorfeniramin Maleat dalam Sirup,* Universitas Sanata Dharma, Yogyakarta.

Gunawarman, 2013, *Konsep dan Teori Metalurgi Fisik*, Andi Offset, Yogyakarta.

H. Yu, B. Wu, X.-X. Zhang, S. Liu, J. Yu, S. Cheng, H. Ren, L. Y., 2016, Metabolisme dan Toksisitas Arsenik Dipengaruhi oleh Besi Ferri dalam Simulasi Saluran Gastrointestinal dan Peran Mikrobiota Usus, *Lingkungan. Sci. teknologi*, 50, 7189–7197.

Handoyo Sahumena, M. et al*.,* 2020, Identifikasi Jamu Yang Beredar Di Kota Kendari Menggunakan Metode Spektrofotometri Uv-Vis, *Journal Syifa Sciences and Clinical Research*, 2(2), 65–72.

Hardani, P. T., Perwito, D. and Mayzika, N. A., 2021, Review Artikel : Isolasi Kitin Dan Kitosan Dari Berbagai Sumber Bahan Alam, *Jurnal Sains Farmasi*, 469–475.

Hastuti, S., Arifin, S.&Hidayati, D., 2012, Pemanfaatan Limbah Cangkang Rajungan (*Portunus pelagicus*) sebagai Perisa Makanan Alami, *Agrointek*, 6(2), 88–96.

Huang, L., Bi, S., Pang, J., Sun, M., Feng, C., & Chen, X., 2020, Preparation and characterization of chitosan from crab shell (Portunus trituberculatus) by NaOH/urea solution freeze-thaw pretreatment procedure, *International Journal of Biological Macromolecules*, 147, 931–936.

Indriyanto, I., Wahyuni, S. and Pratjojo, W., 2014, Pengaruh Penambahan Kitosan Terhadap Karakteristik Plastik Biodegradable Pektin Lidah Buaya, *Indonesian Journal of Chemical Science*, 3(2), 168–173.

Karim, M. A., Juniar, H. and Ambarsari, M. F. P., 2018, Adsorpsi Ion Logam Fe Dalam Limbah Tekstil Sintesis Dengan Menggunakan Metode Batch,

Jurnal Distilasi, 2(2), 68.

Karl J. Wallace, Ashley D. G. Johnson, W. S. J. & E. M., 2018, Chemodosimeters and chemoreactands for sensing ferric ions, *Supramolecular Chemistry*, 30(5–6), 353–383.

Khairi, S. et al., 2019, Pengaruh Konsentrasi NaOH pada Deasetilasi Kitin dari Cangkang Udang Putih (*Litopenaeus vannamei*) dan Aktivitasnya pada Air Gambut, *Jurnal Teknologi Lingkungan Lahan Basah*, 7(1), 037.

Khattab, T. A. et al., 2022, Green metallochromic cellulose dipstick for Fe (III) using chitosan nanoparticles and cyanidin-based natural anthocyanins red-cabbage extract, *International Journal of Biological Macromolecules*, 202, 269–277.

Kumar, S. T. S., 2013, *Physical and Chemical Characterization od Biomaterials, in: Bandyopadhyay, A.,Bose, S., Characterization of Biomterials*, Academic Press, Oxford.

Kurniasih, M., Purwati, Dewi, R.S., and Fatimah, S., 2018, Uji Aktivitas Antioksidan N-Metil Kitosan Berkelarutan Tinggi, *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, 14(1), 107–118.

Mashunia, Mashuni Natsira, Muhammad Lestaria, Wahyuni Mia Hamida, Fitri Handayani Hamid, M. jahiding, 2021, Pemanfaatan Kitosan dari Cangkang Kepiting Bakau (*Scylla serrata*) dengan Metode Microwave sebagai Bahan Dasar Kapsul Obat, *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, 17(01), 74–82.

Maulana, F., 2019, *Pengaruh Lama Waktu Lucutan Listrik Terhadap Nanomaterial rGO Berbahan Dasar Kertas Buram Bekas Yang Disintesis Menggunakan Liquid Phase Exfoliation Dengan Penambahan Asam Basa Kuat*, Universitas Negeri Yogyakarta, Yogyakarta.

MU, F., 2020, Pemanfaatan Limbah Cangkang Rajungan (*Portunus Pelagicus*) Sebagai Produk Pangan Di Kabupaten Cirebon, *Jurnal Pusat Inovasi*

Masyarakat., 2(1), 12–17.

Mursida., Tasir, S., 2018, *Efektifitas larutan Alkali Pada Proses Deasetilasi Dari Berbagai Bahan Baku Kitosan*, Politeknik Pertanian Negri, Pangkep.

Mustafiah, D Darnengsih, Zakir Sabara, R. A. M., 2018, Pemanfaatan Kitosan Dari Limbah Kulit Udang Sebagai Koagulan Penjernihan Air, *Journal Of Chemical Process Engineering*, 03(01), 27–32.

Ningsih, S. H., 2015, Pengaruh Penambahan Kitosan Terhadap Sifat Fisik Dan Mekanik Film Biopolimer Dari Patibatang Kelapa Sawit (*Elaeis Guineensis Jack*) Dengan Plasticizer Sorbitol, *Thesis*, 5(December), 118–138.

Nwe, N., Furuike, T., & Tamura, H., 2014, Isolation and Characterization of Chitin and Chitosan from Marine Origin, *In Advances in Food and Nutrition Research*, 72, 1–15.

Panggalo, D., Bahri, S., & Sumarni, N. K., 2016, Pemanfaatan Kitosan Cangkang Keong Bakau (*Telescopium Sp*) Sebagai Pengikat Ion Logam Timbal (Pb) Dalam Larutan. Kovalen, *Kovalen*, 2(1).

Perdana, F., Wijaya, K. and Armunanto, R., 2019, Studi Teoritis Senyawa Turunan Kalkon Hidroksi Sebagai Sensor Kimia Berbagai Anion, *Jurnal Kimia Riset*, 3(2), 95.

Pereira, A. C. et al., 2020, Comparative Developmental Toxicity Of Iron Oxide Nanoparticles And Ferric Chloride To Zebrafish (*Danio Rerio*) After Static And Semi-Static Exposure, *Chemosphere*, 254.

Pete Cadmus, Stephen F. Brinkman, M. K. M., 2018, Chronic Toxicity of Ferric Iron for North American Aquatic Organisms: Derivation of a Chronic Water Quality Criterion Using Single Species and Mesocosm Data, *Archives of Environmental Contamination and Toxicology*, 74, 605–615.

Pitriani, P., 2010, Sintesis Dan Aplikasi Kitosan Dari Cangkang Rajungan, *Skripsi*, 1–99.

Pramesti, S. T. and Khabibi, N. B. A. P., 2012, Pemanfaatan Kitosan Termodifikasi Asam Askorbat sebagai Adsorben Ion Logam Besi (III) dan Kromium (III), *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 15(2), 70 – 75.

R, M. A., Yuliandri, R. and Syawaalz, A., 2017, Isolasi Dan Karakterisasi Kitin Dari Limbah Udang, *Jurnal Sains Natural*, 1(2), 166.

Riyanto, P. D., 2013, Validasi dan Verifikasi Metode Uji, *Journal of Chemical Information and Modeling*, 53(9), 34–32.

Rohman, 2019, *Validasi dan Penjaminan Mutu Metode Analisis Kimia*, Gajah University Press, Yogyakarta.

Rudi Firyanto, Soebiyono, M. R., 2016, Pemanfaatan Kitosan Dari Limbah Cangkang Kerang Hijau (*Perna Viridis*) Sebagai Adsorban Logam Cu, *Jurnal Teknik Kimia*, 23(1–6).

Salmahaminati, 2022, Sintesis Kitosan dari Cangkang Kepiting Dengan Metode Pemanasan Microwave, *Journal of Chemical Research*, 7(1), 27–36.

Sari, N. W. and Fajri, M. Y., 2018, Analisis Fitokimia dan Gugus Fungsi Dari Ekstrak Etanol Pisang Goroho Merah (*Musa Acuminate L*), *Indonesian Journal of Biotechnology and Biodiversity*, 2(1), 30–34.

Sartika, I. D., Alamsjah, M.. Amin., Sugijanto, N. E. N., 2016, Isolasi dan Karakterisasi Kitosan dari Cangkang Rajungan (*Portunus pelagicus*), *J. Biosains*, 18(2), 1–15.

Sembiring Timbangen, Dayana Indri, R. M., 2019, *Alat Penguji Material*, Guepedia, Bogor.

Sepvianti, W., & Kusumaningrum, S. B. C., 2019, Antibacterial Assay of 2'-Hydroxy4',6',4 Trimethoxychalcone and 4- Methoxychalcone Against Gram Positive and Gram Negative Bacteria, *Jurnal Riset Kesehatan*, 8(2), 17–20.

Sepvianti, W., Matsjeh, S., & Purwono, B., 2016, *Sintesis dan Uji Sitotoksisitas*

Turunan Kalkon terhadap Sel Kanker T47D, HeLa dan WiDr Secara In Vitro, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.

Setyawati, Amri, 2013, Sintesis Kitosan Termediasi Gelombang Mikro Sebagai Bahan Film Karboksimetil Kitosan Antibakteri, *Skripsi*, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.

Shan Y, Liu Z, Cao D, Sun Y, W. K. C. H., 2014, Nitro Substituted Chalcone Derivatives as QuickResponse Chemosensors for Cyanide Anions Sensors and Actuators B, *Chemical*, 198, 15–19.

Singh, N. and Chandra, R., 2021, A Naked-Eye Colorimetric Sensor Based On Chalcone For The Sequential Recognition Of Copper (II) And Sulfide Ions In Semi-Aqueous Solution: Spectroscopic And Theoretical Approaches, *New Journal of Chemistry*, 45(23), 10340–10348.

Sismaraini, D., 2015, *Strategi Pengembangan Industri Kitin dan Kitosan di Indonesia*, Institut Pertanian Bogor, Bogor.

Sofia, R. R. & B. F. D., 2022, Katalis Heterogen Allumina Pada Sintesis Kalkon Dari Vanilin, *Jurnal Kimia & Pendidikan Kimia*, 4(100), 79–85.

Srijanto, B., 2003, Kajian Pengembangan Teknologi Proses Produksi Kitin dan Kitosan secara Kimiawi, *Prosiding Semnas Teknik Kimia Indonesia*, 1, 1–5.

Sry Agustina, I Made Dira Swantara, dan I. N. S., 2015, Isolasi Kitin, Karakterisasi, Dan Sintesis Kitosan Dari Kulit Udang, *Jurnal Kimia*, 9(2), 271–278.

Sulistyani, M. and Huda, N., 2018, Perbandingan Metode Transmisi dan Reflektansi Pada Pengukuran Polistirena Menggunakan Instrumentasi Spektroskopi Fourier Transform Infra Red, *Indonesian Journal of Chemical Science*, 7(2), 195–198.

Supriyantini, E. et al., 2018, Pemanfaatan Chitosan Dari Limbah Cangkang Rajungan (*Portunus pelagicus*) sebagai Adsorben Logam Timbal (Pb),

Jurnal Kelautan Tropis, 21(1), 23.

Syahri, J., Yuanita, E., Nurohmah, B. A. Armunanto, R., & Purwono, B., 2017, Chalcone analogue as potent antimalarial compounds against Plasmodium falciparum: Synthesis, biological evaluation, and docking simulation study, *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*, 7(8), 675–679.

Syamsudin., W. D., 2013, Unjuk Kerja Spektrofotometer Untuk Analisa Zat Aktif Ketoprofen, *Jurnal Konversi 2*.

Tobing, M. T. L., Prasetya, N. B. A. and Khabibi, K., 2011, Peningkatan Derajat Deasetilasi Kitosan dari Cangkang Rajungan dengan Variasi Konsentrasi NaOH dan Lama Perendaman, *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 14(3), 83–88.

Trisnawati, E., Andesti, D., and Saleh, A. (2013) 'Pembuatan Kitosan dari Limbah Cangkang Kepiting sebagai Bahan Pengawet Buah Duku dengan Variasi Lama Pengawetan', *Jurnal Teknik Kimia*, 19(2), pp. 17–26.

Ur Rashid, H., Xu, Y., Ahmad, N., Muhammad Y., & Wang, L., 2019, Promising Antiinflammatory Effects Of Chalcones Via Inhibition Of Cyclooxygenase, Prostaglandin E 2 , Inducible NO Synthase And Nuclear Factor Kb Activities, *Bioorganic Chemistry*, 87, 335–365.

Victor M, S., Andhika, B., & Syauqiah, I., 2016, Pemanfaatan Kitosan Dari Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina*) , *Jurnal Konversi*, 5(1), 22–26.

Walewangko, Y., Bujung, C. A. N. and Rende, J. C., 2021, Analisis Komposisi Unsur Dan Jenis Mineral Batuan Gunungapi Soputan Menggunakan Sem-Edx Dan Ftir, *Chemosphere*, 2(April).

Wang G, Xue Y, An L, Zheng Y, Dou Y Zhang L, L. Y., 2015, Theoretical Study on The Structural and Antioxidant Properties of Some Recently Synthesised 2,4,5-Trimethoxy Chalcones, *Food Chem*, 171, 89–97.

Wang, J. et al., 2014, A N-stablization rhodamine-based fluorescent chemosensor

for Fe^{3+} in aqueous solution and its application in bioimaging, Sensors and Actuators*, B: Chemical*, 191, 344–350.

Wulandari, W. T. et al., 2020, Pengaruh Variasi Konsentrasi NaOH Terhadap Nilai Derajat Deasetilasi Kitosan dari Limbah Cangkang Kerang Hijau (*Perna viridis L*), *New Chem*, 6(3), 171–176.

Yanti, R., Drastinawati Y., 2018, Sintesis Kitosan dari Limbah Cangkang Kepiting dengan Variasi Suhu dan Waktu pada Proses Deasetilas, *Jom FTEKNIK*, 5(2), 1–7.

Zainal Arifin, Dedy Irawan, Muhammad Satrio Fattahillah, M., 2020, Produksi Kitosan Dari Kitin Kulit Udang Dalam Reaktor Bertekanan, *Prosiding 4th Seminar Nasional Penelitian & Pengabdian Kepada Masyarakat*, 978-602–60, 13–16.

Zhuang, C., Zhang, W., Miao, Z., 2017, Chalcone : A Privileged Structure in Medicinal Chemistry, *Chem. Rev.*, 117(12), 7762-7810.

LAMPIRAN

Lampiran 1 Tahap Demineralisasi

Larutan HCl 1 M sebanyak 300 mL dibuat dengan pengenceran HCl 37 % dengan akuades. Rumus pengenceran yang digunakan sebagai berikut :

$$M_1 = \frac{P \text{ x } \% \text{ x } 1000 \text{ mL}}{BM} = \frac{1{,}18\frac{g}{ml} \text{x } 0{,}37 \text{ x } 1000 \text{ mL}}{36{,}5 \text{ gr/mol}} = 11{,}96 \text{ M.}$$

$$M_1 \text{ x } V_1 = M_2 \text{ x } V_2 \Rightarrow V_1 = \frac{M2 \text{ x } V2}{M1} = \frac{1 \text{ M x } 300 \text{ mL}}{11{,}96 \text{ M}} = 25 \text{ mL.}$$

Sebanyak 25 mL HCl 37 % diencerkan hingga volume larutan 300 mL.

Lampiran 2 Tahap Deproteinasi

Larutan NaOH 1 M sebanyak 150 mL dibuat dengan pelarutan padatan NaOH dalam akuades. Jumlah NaOH yang dibutuhkan adalah berdasarkan rumus berikut :

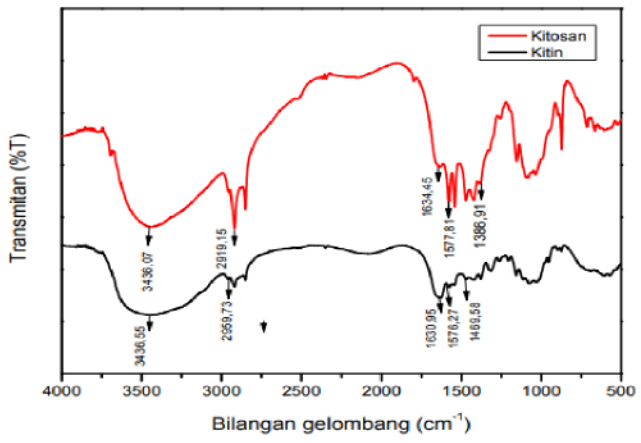
NaOH 1 M = NaOH 1 N

Mr NaOH = 40 gr/mol

$$N = \frac{\text{Massa x n}}{\text{Mr x volum (L)}} \Rightarrow 1 = \frac{\text{Massa x } 1}{40\frac{gr}{mol} \text{x } 0{,}15 \text{ L}} \Rightarrow \text{Massa} = 1 \text{ x } 40 \text{ x } 0{,}15 = 6 \text{ gram.}$$

Sebanyak 6 gram padatan NaOH dibuat larutan hingga volume 150 mL.

Lampiran 3 Spektra FTIR Kitin dan Kitosan



Lampiran 4 Perhitungan Rendemen Kitin dan Kitosan

- Rendemen kitin $= \frac{\text{berat kitin}}{\text{berat cangkang}}$ x 100 %

$= \frac{1{,}1265\ \text{g}}{10{,}0001\ \text{g}}$ x 100 % = 11,26 %

- Rendemen kitosan $= \frac{\text{berat kitosan}}{\text{berat kitin}}$ x 100 %

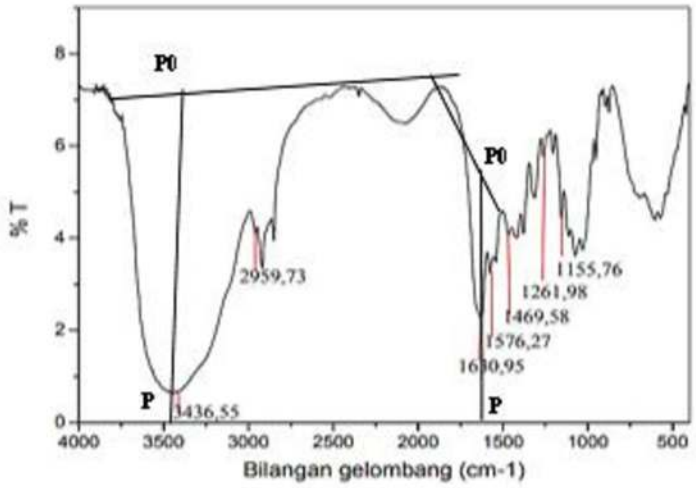
$= \frac{0{,}6033\ \text{g}}{1{,}0008\ \text{g}}$ x 100 % = 60,28 %

Lampiran 5 Perhitungan Derajat Deasetilasi Dengan Metode *Base Line*

Nilai DD dapat dihitung menggunakan persamaan (Wulandari *et al*., 2020) sebagai berikut:

$$DD = (1-\frac{A1655}{A3450} \text{ x } \frac{1}{1{,}33}) \text{ x } 100$$

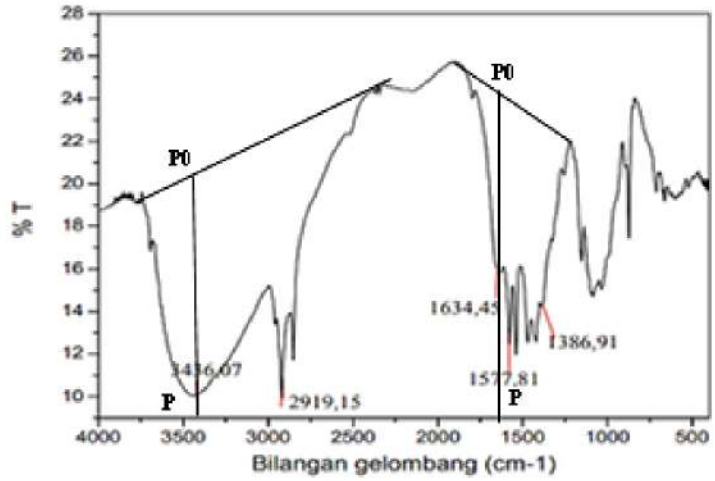
a. Kitin



- A1655 = log $\frac{P0}{P}$ = log $\frac{8{,}9}{3{,}7}$ = 0,38
- A3450 = log $\frac{P0}{P}$ = log $\frac{11{,}6}{1{,}1}$ = 1,02

➢ Maka : DD = (1- $\frac{0{,}38}{1{,}02}$ x $\frac{1}{1{,}33}$) x 100 % = 71,98 %

b. Kitosan



- A1655 = $\log \frac{P0}{P} = \log \frac{11,6}{5,2} = 0,34$
- A3450 = $\log \frac{P0}{P} = \log \frac{9,1}{0,9} = 1,00$

➢ Maka : DD = $(1- \frac{0,34}{1,00} \times \frac{1}{1,33}) \times 100\ \% = 73,93\ \%$

Lampiran 6 Perhitungan Pembuatan Larutan Kation 400 mg/L

a. Larutan kation Na^+

Diketahui : Mr NaCl = 58,44 g/mol

- M = $\frac{\text{mol (n)}}{\text{Volume (L)}}$, mol (n) = $\frac{\text{massa (g)}}{\text{Mr}}$ => $\frac{0,4\ g}{58,44\ \text{g/mol}}$ => 0,0068 mol

  M = $\frac{0,0068\ \text{mol}}{1\ \text{L}}$

  M= 0,0068 mol/L

- M = $\frac{\text{Massa (g)}\ x\ 1000}{\text{Mr x Volume (mL)}}$

  0,0068 mol/L = $\frac{\text{massa (g)} x\ 1000}{58,44 \frac{\text{g}}{\text{mol}} x\ 50\ \text{mL}}$

  Massa (g) = $\frac{58,44 \frac{\text{g}}{\text{mol}} x\ 50\ \text{mL} \times 0,0068 \frac{\text{mol}}{\text{L}}}{1000}$

➢ Massa NaCl = 0,0198 g ≈ 0,02 g = 20 mg

b. Larutan Kation Mg^{2+}

Diketahui : Mr $MgCl_2$ = 203,30 g/mol

- $M = \frac{\text{mol (n)}}{\text{Volume (L)}}$, $\text{mol (n)} = \frac{\text{massa (g)}}{\text{Mr}} => \frac{0{,}4\ g}{203{,}30\ \text{g/mol}} => 0{,}0019$ mol

  $M = \frac{0{,}0019\ \text{mol}}{1\ \text{L}}$

  M = 0,0019 mol/L

- $M = \frac{\text{Massa (g)}\ x\ 1000}{\text{Mr x Volume (mL)}}$

  $0{,}0019\ \text{mol/L} = \frac{\text{Massa (g)}\ x\ 1000}{203{,}30 \frac{\text{g}}{\text{mol}}\ \text{x}\ 50\ \text{mL}}$

  $\text{Massa (g)} = \frac{203{,}30 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \text{x}\ 50\ \text{mL x}\ 0{,}0019 \frac{\text{mol}}{\text{L}}}{1000}$

➢ Massa $MgCl_2$ = 0,0193 g ≈ 0,02 g = 20 mg

c. Larutan Kation Fe^{3+}

Diketahui : Mr $FeCl_3$ = 270,33 g/mol

- $M = \frac{\text{Massa (g)}\ x\ 1000}{\text{Mr x Volume (mL)}}$, $\text{mol (n)} = \frac{\text{massa (g)}}{\text{Mr}} => \frac{0{,}4\ g}{270{,}33\ \text{g/mol}} => 0{,}0014$ mol

  $M = \frac{0{,}0014\ \text{mol}}{1\ \text{L}}$

  M = 0,0014 mol/L

- $M = \frac{\text{Massa (g)}\ x\ 1000}{\text{Mr x Volume (mL)}}$

  $0{,}0014\ \text{mol/L} = \frac{\text{massa (g)x}\ 1000}{270{,}33 \frac{\text{g}}{\text{mol}}\ \text{x}\ 50\ \text{mL}}$

  $\text{Massa (g)} = \frac{270{,}33 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \text{x}\ 50\ \text{mL x}\ 0{,}0014 \frac{\text{mol}}{\text{L}}}{1000}$

➢ Massa $FeCl_3$ = 0,0189 g ≈ 0,02 g = 20 mg

d. Larutan Kation K^+

Diketahui : Mr KCl = 74,55 g/mol

- $M = \frac{\text{mol (n)}}{\text{Volume (L)}}$, $\text{mol (n)} = \frac{\text{massa (g)}}{\text{Mr}} => \frac{0{,}4\ g}{74{,}55\ \text{g/mol}} => 0{,}0053$ mol

  $M = \frac{0{,}0053\ \text{mol}}{1\ \text{L}}$

  M = 0,0053 mol/L

- $M = \frac{\text{Massa (g)}\ x\ 1000}{\text{Mr x Volume (mL)}}$

  $0{,}0053\ \text{mol/L} = \frac{\text{massa (g)x}\ 1000}{74{,}55\ \frac{\text{g}}{\text{mol}}\ \text{x}\ 50\ \text{mL}}$

  $\text{Massa (g)} = \frac{74{,}55\ \frac{\text{g}}{\text{mol}} \text{x}\ 50\ \text{mL x}\ 0{,}0053\ \frac{\text{mol}}{\text{L}}}{1000}$

- Massa KCl = 0,0197 g ≈ 0,02 g = 20 mg

e. Larutan Kation Ba^{2+}

Diketahui : Mr $BaCl_2$ = 244,28 g/mol

- $M = \frac{\text{mol (n)}}{\text{Volume (L)}}$, $\text{mol (n)} = \frac{\text{massa (g)}}{\text{Mr}} => \frac{0{,}4\ g}{244{,}28\ \text{g/mol}} => 0{,}0016$ mol

  $M = \frac{0{,}0016\ \text{mol}}{1\ \text{L}}$

  M = 0,0016 mol/L

- $M = \frac{\text{Massa (g)}\ x\ 1000}{\text{Mr x Volume (mL)}}$

  $0{,}0016\ \text{mol/L} = \frac{\text{massa (g)x } 1000}{244{,}28\ \frac{\text{g}}{\text{mol}}\ \text{x } 50\ \text{mL}}$

  $\text{Massa (g)} = \frac{244{,}28\ \frac{\text{g}}{\text{mol}}\text{x } 50\ \text{mL x } 0{,}0016\ \frac{\text{mol}}{\text{L}}}{1000}$

- Massa $BaCl_2$ = 0,0195 g ≈ 0,02 g = 20 mg

Lampiran 7 Perhitungan Pembuatan Larutan HCl 1 M dan NaOH 1 M

a. HCl 1 M 100 mL

Diketahui :Densitas HCl (*p*) = 1,19 g/mL

% HCl = 37 % = 0,37

Mr = 36,5 g/mol

- Molaritas HCl pekat :

  $M_1 = \frac{(10\ \text{x}\ \%\ \text{x}\ p)}{\text{Mr}}$

  $= \frac{(10\ \text{x } 37\ \%\ \text{x } 1{,}19\ \frac{g}{ml})}{36{,}5\ \frac{\text{g}}{\text{mol}}}$

  M_1 = 12,06 M

- $M_1\ \text{x}\ V_1 = M_2\ \text{x}\ V_2 => V_1 = \frac{\text{M2 x V2}}{\text{M1}} = \frac{1\ \text{M x } 100\ \text{mL}}{12{,}06\ \text{M}} = 8{,}3$ mL

Sebanyak 8,3 mL HCl 37 % diencerkan menggunakan akuades hingga volume 100 mL.

b. NaOH 1 M 100 mL

Diketahui : NaOH 1 N ≈ NaOH 1 M

Mr = 40 g/mol

- N $= \frac{\text{Massa x n}}{\text{Mr x Volume (L)}}$

  $1 = \frac{\text{Massa x 1}}{40\frac{\text{g}}{\text{mol}} x\ 0{,}1\ \text{L}}$

  - Massa = 1 x 40 g/mol x 0,1 L = 4 gram

Sebanyak 4 gram padatan NaOH dilarutkan ke dalam akuades hingga volume 100 mL.

Lampiran 8 Perhitungan Pembuatan Larutan Buffer Fosfat 1 M pH 7

Berikut adalah persamaan Henderson – Hasselbalch :

- pH = pKa + log ($[A^-]$ / [AH])
- pOH = pKb + log ($[HB^+$ / [B])

keterangan :

$[A^-]$: basa konjugat

[AH] : asam lemah

$[HB^+]$: asam konjugat

[B] : basa lemah

Diketahui :

Bahan – bahan : Monosodium fosfat (NaH_2PO_4), Mr = 137,99 g/mol

Dinatrium fosfat (Na_2HPO_4), Mr = 177,99 g/mol

Akuades (H_2O)

pKa : 6,9

Rasio [basa] / [asam] = 1,096

[asam] + [basa] = 1

[basa] = 1- [asam]

0.523 M = 1- [asam]

[asam] = 0,477 M

Jadi [basa] (Na_2HPO_4) adalah 0,523 M sedangkan [asam] (NaH_2PO_4) adalah 0,477 M.

- **Massa [asam] (NaH_2PO_4)**

  $M = \frac{\text{Massa (g)}\ x\ 1000}{\text{Mr x Volume (mL)}}$

$$0{,}477\ \text{M} = \frac{\text{Massa (g)}\ x\ 1000}{137{,}99\frac{\text{g}}{\text{mol}}\ \text{x}\ 50\ \text{mL}}$$

$$\text{Massa} = \frac{137{,}99\frac{\text{g}}{\text{mol}}\ x\ 50\ \text{mL x}\ 0{,}477\ \text{M}}{1000}$$

- Massa = 3,30 gram

- **Massa [basa] (Na_2HPO_4)**

$$\text{M} = \frac{\text{Massa (g)}\ x\ 1000}{\text{Mr x Volume (mL)}}$$

$$0{,}523\ \text{M} = \frac{\text{Massa (g)}\ x\ 1000}{177{,}99\frac{\text{g}}{\text{mol}}\text{x}\ 50\ \text{mL}}$$

$$\text{Massa} = \frac{177{,}99\frac{\text{g}}{\text{mol}}\ x\ 50\ \text{mL x}\ 0{,}523\ \text{M}}{1000}$$

- Massa = 4,65 gram

Jadi untuk membuat larutan buffer fosfat 1 M dengan cara mencampurkan kedua larutan di atas. Kemudian dilakukan pengenceran untuk membuat larutan buffer fosfat 0,01 M, persamaan pengenceran sebagai berikut :

$$M_1\ \text{x}\ V_1 = M_2\ \text{x}\ V_2 \Rightarrow V_1 = \frac{\text{M2 x V2}}{\text{M1}} = \frac{0{,}01\ \text{M x}\ 100\ \text{mL}}{1\ \text{M}} = 1\ \text{mL}$$

Sebanyak 1 mL larutan buffer fosfat 1 M diencerkan menggunakan akuades hingga volume 100 mL.

Lampiran 9 Perhitungan Pembuatan Larutan Fe (III) dengan Variasi Konsentrasi : 0; 50; 100; 150; 200; 250; 300; 400; dan 500 mg/L

a. Fe (III) 0 mg/L

Diketahui Mr : 270,33 g/mol

- $\text{M} = \frac{\text{mol (n)}}{\text{Volume (L)}}$, $\text{mol (n)} = \frac{\text{massa (g)}}{\text{Mr}} \Rightarrow \frac{0\ g}{270{,}33\ \text{g/mol}} \Rightarrow 0$ mol

$$\text{M} = \frac{0\ \text{mol}}{1\ \text{L}}$$

M = 0 mol/L

- $\text{M} = \frac{\text{Massa (g)}\ x\ 1000}{\text{Mr x Volume (mL)}}$

$$0\ \text{mol/L} = \frac{\text{Massa (g)}\ x\ 1000}{270{,}33\frac{\text{g}}{\text{mol}}\ \text{x}\ 50\ \text{mL}}$$

$$\text{Massa} = \frac{270{,}33\frac{\text{g}}{\text{mol}} x\ 50\ \text{mL x}\ 0\ \text{mol/L}}{1000}$$

➢ Massa = 0 gram

b. Fe (III) 50 mg/L

Diketahui Mr : 270,33 g/mol

- $M = \frac{\text{mol (n)}}{\text{Volume (L)}}$, $\text{mol (n)} = \frac{\text{massa (g)}}{\text{Mr}} => \frac{0{,}05\ g}{270{,}33\ \text{g/mol}} => 0{,}00018$ mol

$M = \frac{0{,}00018\ \text{mol}}{1\ \text{L}}$

M = 0,00018 mol/L

- $M = \frac{\text{Massa (g)}\ x\ 1000}{\text{Mr x Volume (mL)}}$

$0{,}00018\ \text{mol/L} = \frac{\text{Massa (g)}\ x\ 1000}{270{,}33 \frac{\text{g}}{\text{mol}}\ \text{x}\ 50\ \text{mL}}$

$\text{Massa} = \frac{270{,}33 \frac{\text{g}}{\text{mol}}\ x\ 50\ \text{mL x}\ 0{,}00018\ \text{mol/L}}{1000}$

➢ Massa = 0,0024 gram

c. Fe (III) 100 mg/L

Diketahui Mr : 270,33 g/mol

- $M = \frac{\text{mol (n)}}{\text{Volume (L)}}$, $\text{mol (n)} = \frac{\text{massa (g)}}{\text{Mr}} => \frac{0{,}1\ g}{270{,}33\ \text{g/mol}} => 0{,}0003$ mol

$M = \frac{0{,}0003\ \text{mol}}{1\ \text{L}}$

M = 0,0003 mol/L

- $M = \frac{\text{Massa (g)}\ x\ 1000}{\text{Mr x Volume (mL)}}$

$0{,}0003\ \text{mol/L} = \frac{\text{Massa (g)}\ x\ 1000}{270{,}33 \frac{\text{g}}{\text{mol}}\ \text{x}\ 50\ \text{mL}}$

$\text{Massa} = \frac{270{,}33 \frac{\text{g}}{\text{mol}} x\ 50\ \text{mL x}\ 0{,}0003\ \text{mol/L}}{1000}$

➢ Massa = 0,0040 gram

d. Fe (III) 150 mg/L

Diketahui Mr : 270,33 g/mol

- $M = \frac{\text{mol (n)}}{\text{Volume (L)}}$, $\text{mol (n)} = \frac{\text{massa (g)}}{\text{Mr}} => \frac{0{,}15\ \text{g}}{270{,}33\ \text{g/mol}} => 0{,}00055$ mol

$M = \frac{0{,}00055\ \text{mol}}{1\ \text{L}}$

M = 0,00055 mol/L

- $M = \frac{\text{Massa (g)}\ x\ 1000}{\text{Mr x Volume (mL)}}$

$$0{,}00055 \text{ mol/L} = \frac{\text{Massa (g)} \; x \; 1000}{270{,}33 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \text{ x } 50 \text{ mL}}$$

$$\text{Massa} = \frac{270{,}33 \frac{\text{g}}{\text{mol}} x \text{ 50 mL x } 0{,}00055 \text{ mol/L}}{1000}$$

➢ Massa = 0,0074 gram

e. Fe (III) 200 mg/L

Diketahui Mr : 270,33 g/mol

- $\text{M} = \frac{\text{mol (n)}}{\text{Volume (L)}}$, $\text{mol (n)} = \frac{\text{massa (g)}}{\text{Mr}} => \frac{0{,}2 \text{ g}}{270{,}33 \text{ g/mol}} => 0{,}0007$ mol

$$\text{M} = \frac{0{,}0007 \text{ mol}}{1 \text{ L}}$$

M = 0,0007 mol/L

- $\text{M} = \frac{\text{Massa (g)} \; x \; 1000}{\text{Mr x Volume (mL)}}$

$$0{,}0007 \text{ mol/L} = \frac{\text{Massa (g)} \; x \; 1000}{270{,}33 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \text{ x } 50 \text{ mL}}$$

$$\text{Massa} = \frac{270{,}33 \frac{\text{g}}{\text{mol}} x \text{ 50 mL x } 0{,}0007 \text{ mol/L}}{1000}$$

➢ Massa = 0,0094 gram

f. Fe (III) 250 mg/L

Diketahui Mr : 270,33 g/mol

- $\text{M} = \frac{\text{mol (n)}}{\text{Volume (L)}}$, $\text{mol (n)} = \frac{\text{massa (g)}}{\text{Mr}} => \frac{0{,}25 \text{ g}}{270{,}33 \text{ g/mol}} => 0{,}00092$ mol

$$\text{M} = \frac{0{,}00092 \text{ mol}}{1 \text{ L}}$$

M = 0,00092 mol/L

- $\text{M} = \frac{\text{Massa (g)} \; x \; 1000}{\text{Mr x Volume (mL)}}$

$$0{,}00092 \text{ mol/L} = \frac{\text{Massa (g)} \; x \; 1000}{270{,}33 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \text{ x } 50 \text{ mL}}$$

$$\text{Massa} = \frac{270{,}33 \frac{\text{g}}{\text{mol}} x \text{ 50 mL x } 0{,}00092 \text{ mol/L}}{1000}$$

➢ Massa = 0,0124 gram

g. Fe (III) 300 mg/L

Diketahui Mr : 270,33 g/mol

- $\text{M} = \frac{\text{mol (n)}}{\text{Volume (L)}}$, $\text{mol (n)} = \frac{\text{massa (g)}}{\text{Mr}} => \frac{0{,}3 \text{ g}}{270{,}33 \text{ g/mol}} => 0{,}0011$ mol

$$M = \frac{0{,}0011 \text{ mol}}{1 \text{ L}}$$

$$M = 0{,}0011 \text{ mol/L}$$

- $M = \frac{\text{Massa (g)} \; x \; 1000}{\text{Mr x Volume (mL)}}$

$$0{,}0011 \text{ mol/L} = \frac{\text{Massa (g)} \; x \; 1000}{270{,}33 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \text{ x } 50 \text{ mL}}$$

$$\text{Massa} = \frac{270{,}33 \frac{\text{g}}{\text{mol}} x \text{ } 50 \text{ mL x } 0{,}0011 \text{ mol/L}}{1000}$$

➢ Massa = 0,0148 gram

h. Fe (III) 400 mg/L

Diketahui Mr : 270,33 g/mol

- $M = \frac{\text{mol (n)}}{\text{Volume (L)}}$, $\text{mol (n)} = \frac{\text{massa (g)}}{\text{Mr}} => \frac{0{,}4 \text{ g}}{270{,}33 \text{ g/mol}} => 0{,}0014 \text{ mol}$

$$M = \frac{0{,}0014 \text{ mol}}{1 \text{ L}}$$

$$M = 0{,}0014 \text{ mol/L}$$

- $M = \frac{\text{Massa (g)} \; x \; 1000}{\text{Mr x Volume (mL)}}$

$$0{,}0014 \text{ mol/L} = \frac{\text{Massa (g)} \; x \; 1000}{270{,}33 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \text{ x } 50 \text{ mL}}$$

$$\text{Massa} = \frac{270{,}33 \frac{\text{g}}{\text{mol}} x \text{ } 50 \text{ mL x } 0{,}0014 \text{ mol/L}}{1000}$$

➢ Massa = 0,0189 gram

i. Fe (III) 500 mg/L

Diketahui Mr : 270,33 g/mol

- $M = \frac{\text{mol (n)}}{\text{Volume (L)}}$, $\text{mol (n)} = \frac{\text{massa (g)}}{\text{Mr}} => \frac{0{,}5 \text{ g}}{270{,}33 \text{ g/mol}} => 0{,}0018 \text{ mol}$

$$M = \frac{0{,}0018 \text{ mol}}{1 \text{ L}}$$

$$M = 0{,}0018 \text{ mol/L}$$

- $M = \frac{\text{Massa (g)} \; x \; 1000}{\text{Mr x Volume (mL)}}$

$$0{,}0018 \text{ mol/L} = \frac{\text{Massa (g)} \; x \; 1000}{270{,}33 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \text{ x } 50 \text{ mL}}$$

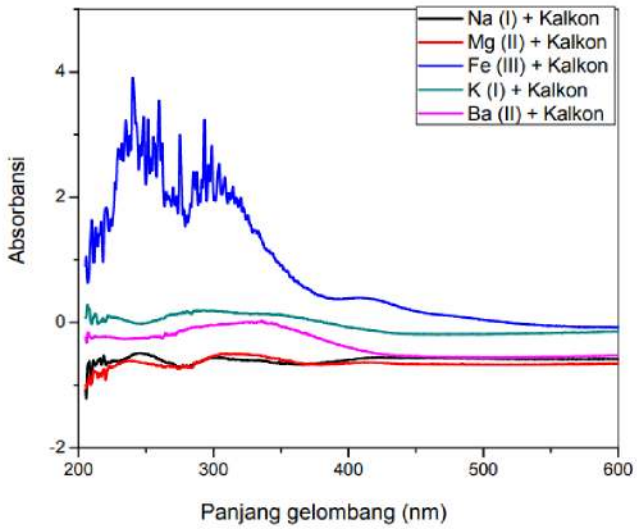
$$\text{Massa} = \frac{270{,}33 \frac{\text{g}}{\text{mol}} x \text{ } 50 \text{ mL x } 0{,}0018 \text{ mol/L}}{1000}$$

➢ Massa = 0,0243 gram

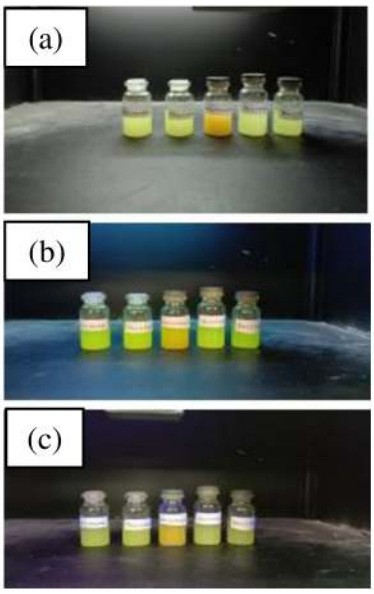
Lampiran 10 Kalkon Sebagai Senyawa Sensor

a. Uji selektivitas

λ max Fe = 242 nm

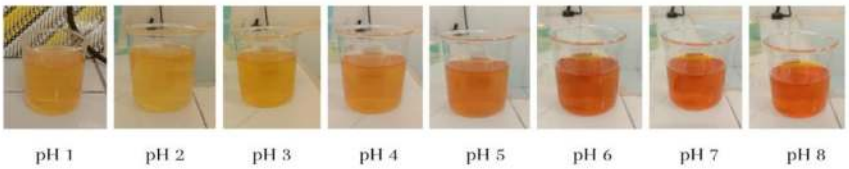


Spektra uji selektivitas larutan kation + kalkon



Larutan kation – kalkon dalam reaktor (a) UV-light (b) 254 nm (c) 365 nm

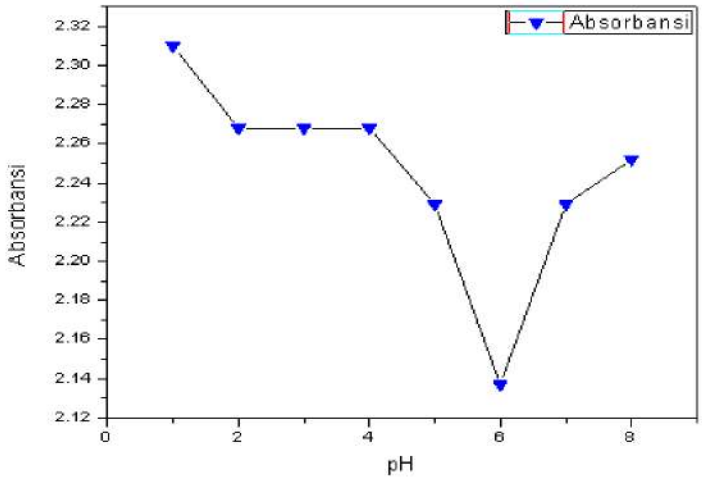
b. Uji variasi pH



Larutan Fe (III) 400 mg/L diberbagai pH

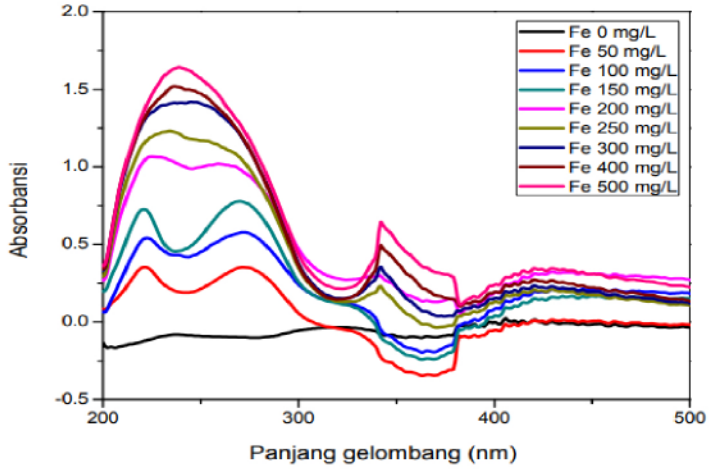
Tabel data absorbansi larutan Fe diberbagai pH pada λ 242 nm

pH	Absorbansi
1	2,31
2	2,268
3	2,268
4	2,268
5	2,229
6	2,137
7	2,229
8	2,252



Kurva uji variasi pH pada λ 242 nm

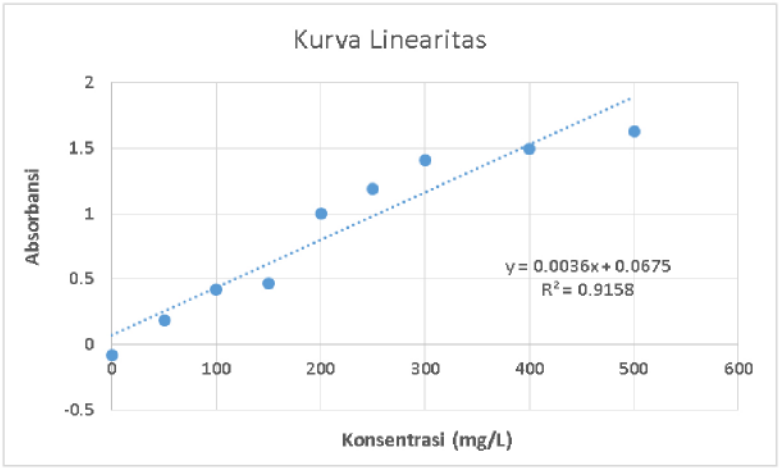
c. Uji limit deteksi Fe



Spektra UV-Vis uji limit deteksi Fe (III)

Konsentrasi	Absorbansi
0	-0.085
50	0.187
100	0.421
150	0.469
200	1
250	1.189
300	1.408
400	1.499
500	1.631

Tabel Hasil absorbansi larutan variasi Fe (III) pada ƛ maksimum 242 nm



Kurva linearitas larutan variasi konsentrasi Fe (III)

- **Perhitungan LOD dan LOQ**

No	Konsenterasi Larutan Fe 3+ (mg/L)	Absorbansi (y)	yi	y – yi	$(y-yi)^2$
1	0	-0.085	-0.0675	-0.0175	0.00030625
2	50	0.187	0.1125	0.0745	0.00555025
3	100	0.421	0.2925	0.1285	0.01651225
4	150	0.469	0.4725	-0.0035	1.225E-05
5	200	1	0.6525	0.3475	0.12075625
6	250	1.189	0.8325	0.3565	0.12709225
7	300	1.408	1.0125	0.3955	0.15642025
8	400	1.499	1.3725	0.1265	0.01600225
9	500	1.631	1.7325	-0.1015	0.01030225
				Total	0.45295425
			S(y/x)2=∑(y-yi)2/n-2	dibagi 7	0.06470775
			S(y/x)	Akar	0.254377181
			3.S(y/x)/slope	LOD	211.9809838
			10. S(y/x)/slope	LOQ	706.6032794

Lampiran 11 Perhitungan Larutan Kitosan 0,2 % dalam CH_3COOH 1 %

a. Larutan asam asetat (CH_3COOH) 1 %

Larutan CH_3COOH 1 % sebanyak 100 mL dibuat dengan pengenceran asam asetat glasial 100 % dengan akuades. Rumus pengenceran yang digunakan sebagai berikut :

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2 \Rightarrow V_1 = \frac{M2 \times V2}{M1} = \frac{1\ \% \times 100\ mL}{100\ \%} = 1\ mL.$$

Sebanyak 1 mL asam asetat glasial 100 % diencerkan hingga volume larutan 100 mL.

b. Lautan kitosan 0,2 %

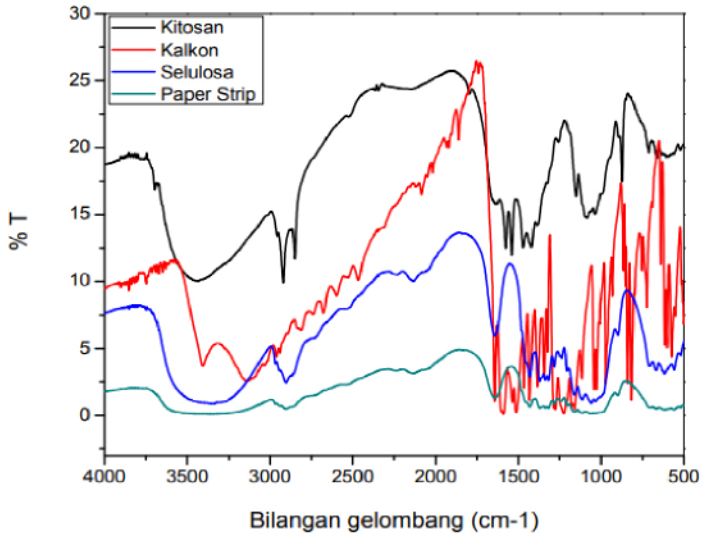
Larutan kitosan 0,2 % dibuat dengan menimbang kitosan 0,2 gram kemudian dilarutkan asam asetat 1 % sebanyak 100 mL.

c. Larutan TPP 1 %

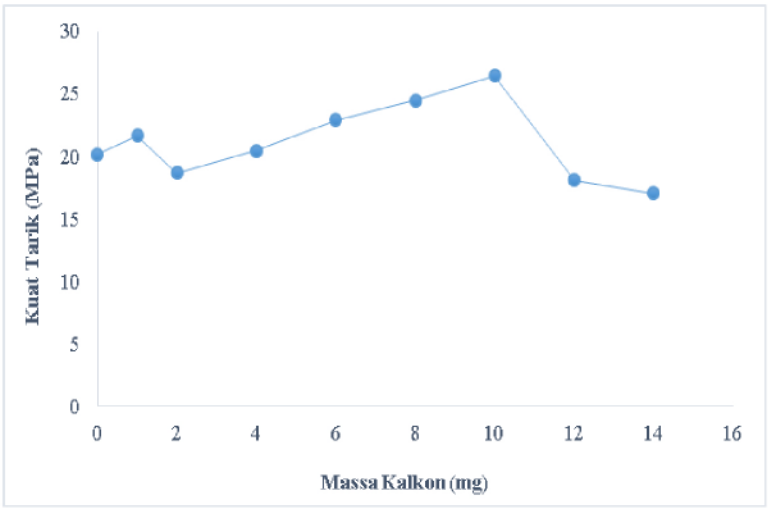
Larutan TPP 1 % dibuat dengan menimbang TPP 1 gram kemudian dilarutkan akuades sebanyak 100 mL.

Lampiran 12 Sintesis Komposit Kitosan – Kalkon

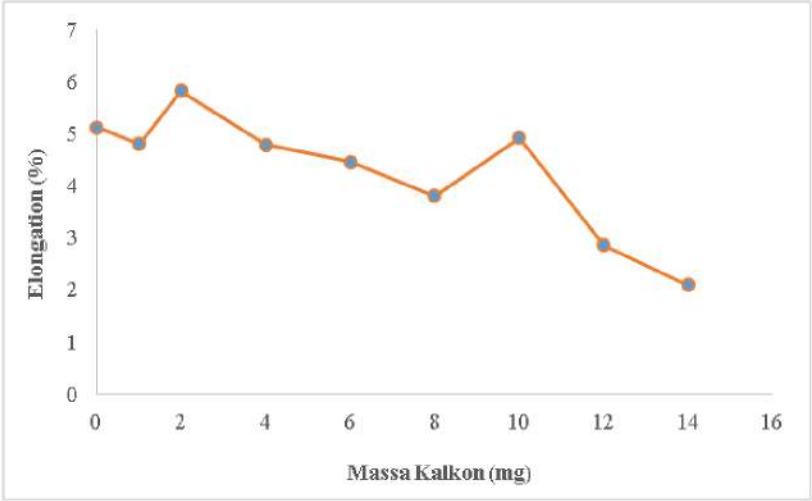
➢ **Spektra inframerah komposit**



- ***Tensile Strength* Paper Strip**

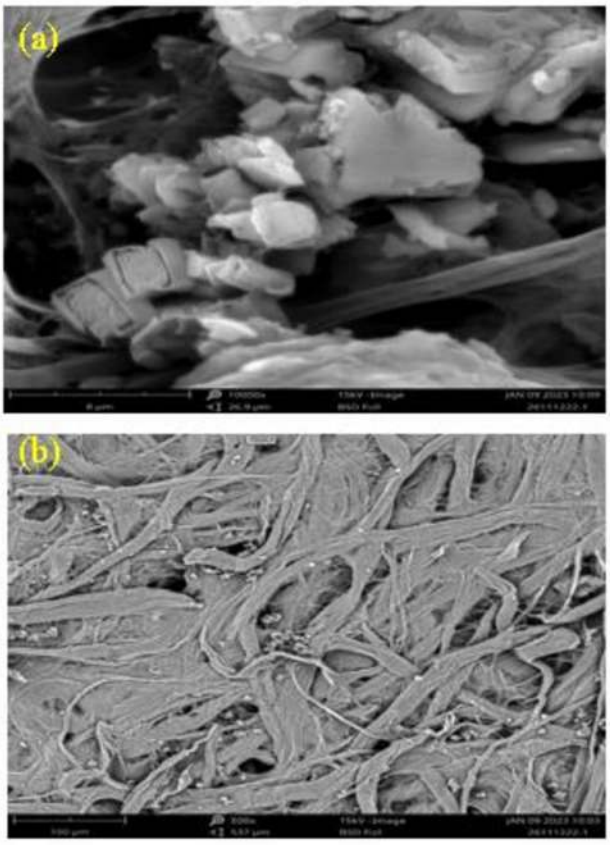


Kurva hasil uji kuat tarik



Kurva hasil uji % pemanjangan

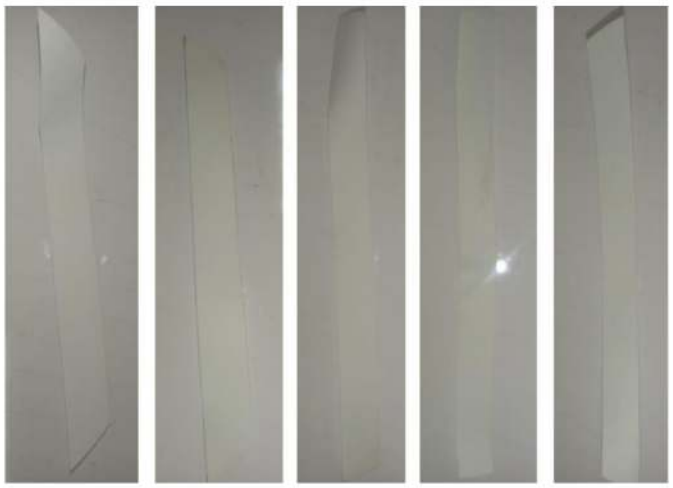
- **SEM Paper Strip K-10 Pada Perbesaran 10.000X dan 500X**



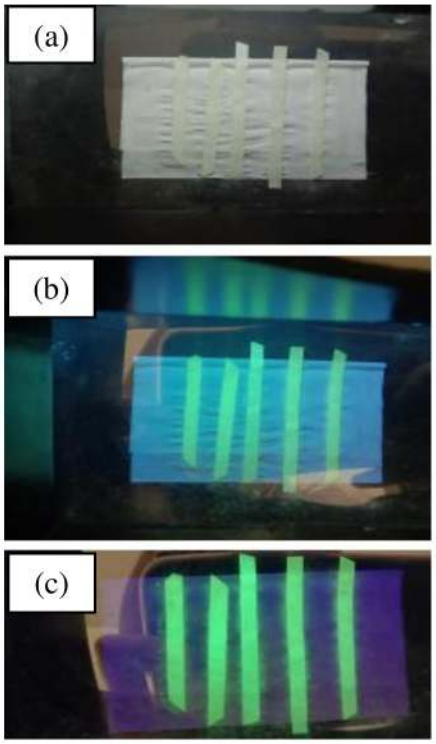
Hasil SEM paper strip kitosan – kalkon 10 mg dengan perbesaran (a) 10.000X dan (b) 500X

Lampiran 13 Pengujian Paper Strip Kitosan - Kalkon Dalam Deteksi Ion Fe (III) Dengan Cara Kolorimetri

a. Uji selektivitas



Sebelum tercelup larutan kation Na (I), Mg (II), Fe (III), K (I), Ba (II)

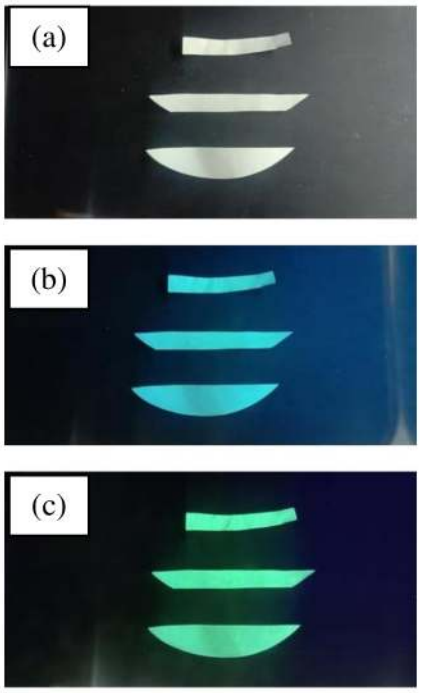


Setelah tercelup larutan kation Na (I), Mg (II),Fe (III),K (I), Ba (II) yang diamati dalam reaktor (a) UV-light (b) 254 nm dan (c) 365 nm

b. Uji variasi pH



Setelah (kiri) dan sebelum (kanan) tercelup larutan Fe 400 mg/L pada pH 2

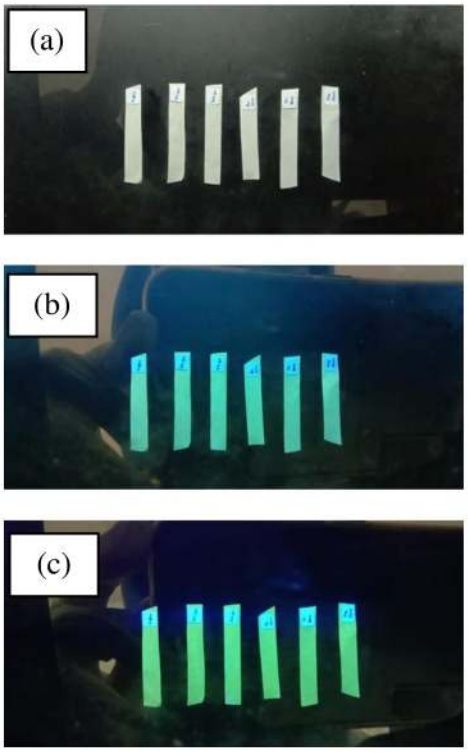


Setelah tercelup larutan Fe 400 mg/L pada pH 2 yang diamati dalam reaktor (a) UV-light (b) 254 nm dan (c) 365 nm

c. Uji limit deteksi Fe



Sebelum tercelup larutan Fe (III) konsentrasi 0, 100, 200,300, 400, 500 mg/L



Setelah tercelup larutan Fe (III) konsentrasi 0, 100, 200, 300, 400, dan 500 mg/L yang diamati dalam reaktor (a) UV-light (b) 254 nm (c) 365 nm

Lampiran 14 Hasil Data Tensile Strength Paper Strip Kitosan – Kalkon

777/PS/11.22 22.11.2022

Fakultas Teknologi Pertanian
Universitas Gadjah Mada

Parameter table:

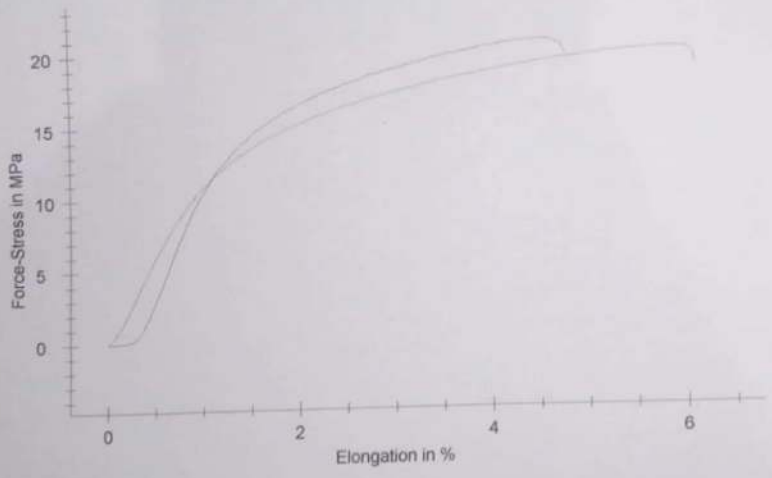
Company name: 777/PS/11.22
Customer : Rachmat
Tester : Khofifah
Test speed: 10 mm/min

Test standard : Tensile strength
Material : Kalkon 0 mg

Results:

Nr	a0 mm	b0 mm	Lc mm	FMax N	Tensile Strength MPa	Strain at Fmax. %
1	0.19	5	50	19.4990	20.5252	4.5127
2	0.193	5	50	19.0708	19.7625	5.7456

Series graphics:



Statistics:

Series n = 2	a0 mm	b0 mm	Lc mm	FMax N	Tensile Strength MPa	Strain at Fmax. %
x̄	0.1915	5	50	19.2849	20.1438	5.1291
s	0.002121	0.000	0.000	0.3028	0.5393	0.8718
v	1.11	0.00	0.00	1.57	2.68	17.00

Page 1/1

777/PS/11.22 22.11.2022

Fakultas Teknologi Pertanian
Universitas Gadjah Mada

Parameter table:

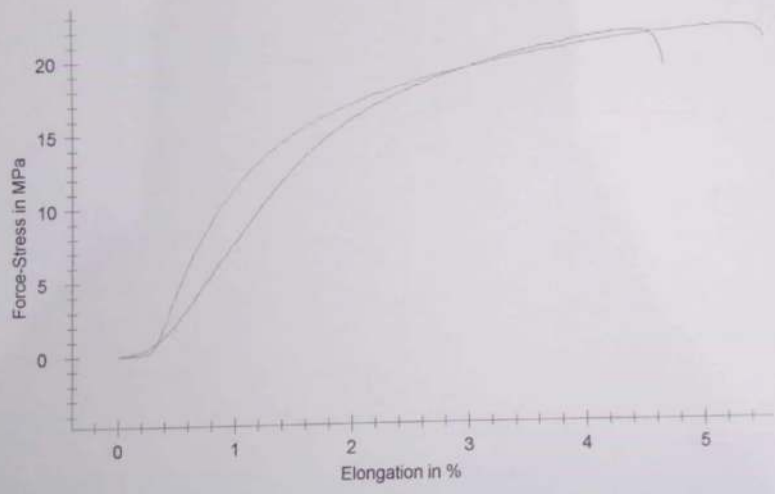
Company name: 777/PS/11.22
Customer : Rachmat
Tester : Khofifah
Test speed: 10 mm/min

Test standard : Tensile strength
Material : Kalkon 1 mg

Results:

Nr	a0 mm	b0 mm	Lc mm	FMax N	Tensile Strength MPa	Strain at Fmax. %
1	0.183	5	50	19.6954	21.5251	4.4352
2	0.181	5	50	19.7245	21.7950	5.1661

Series graphics:



Statistics:

Series n = 2	a0 mm	b0 mm	Lc mm	FMax N	Tensile Strength MPa	Strain at Fmax. %
x	0.182	5	50	19.7100	21.6600	4.8006
s	0.001414	0.000	0.000	0.0206	0.1909	0.5168
v	0.78	0.00	0.00	0.10	0.88	10.77

777/PS/11.22 22.11.2022

Fakultas Teknologi Pertanian
Universitas Gadjah Mada

Parameter table:

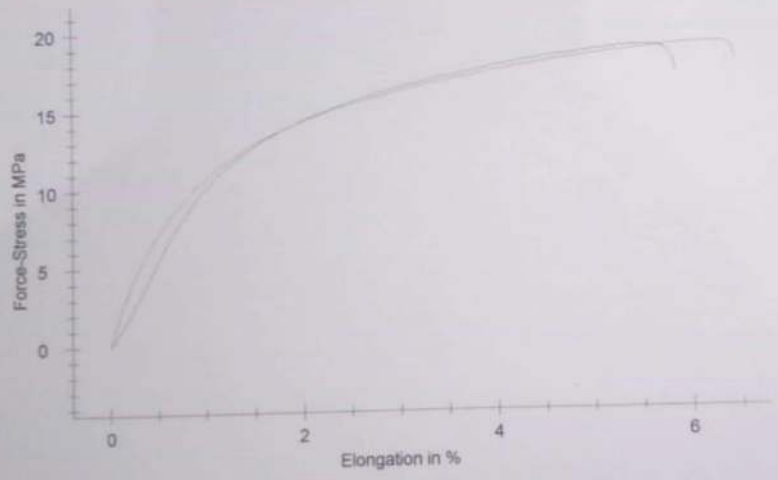
Company name: 777/PS/11.22
Customer : Rachmat
Tester : Khofifah
Test speed: 10 mm/min

Test standard : Tensile strength
Material : Kalkon 2 mg

Results:

Nr	a0 mm	b0 mm	Lc mm	FMax N	Tensile Strength MPa	Strain at Fmax. %
1	0.182	5	50	16.9607	18.6381	5.4869
2	0.182	5	50	17.0523	18.7388	6.1557

Series graphics:



Statistics:

Series n = 2	a0 mm	b0 mm	Lc mm	FMax N	Tensile Strength MPa	Strain at Fmax. %
x	0.182	5	50	17.0065	18.6885	5.8213
s	0.000	0.000	0.000	0.0648	0.0712	0.4729
v	0.00	0.00	0.00	0.38	0.38	8.12

777/PS/11.22 22.11.2022

Fakultas Teknologi Pertanian
Universitas Gadjah Mada

Parameter table:

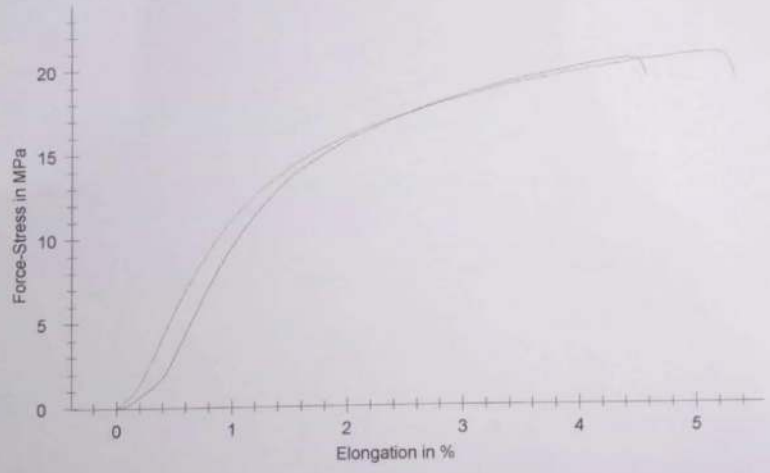
Company name: 777/PS/11.22
Customer : Rachmat
Tester : Khofifah
Test speed: 10 mm/min

Test standard : Tensile strength
Material : Kalkon 4 mg

Results:

Nr	a0 mm	b0 mm	Lc mm	FMax N	Tensile Strength MPa	Strain at Fmax. %
1	0.182	5	50	18.4576	20.2831	4.4225
2	0.184	5	50	18.9157	20.5606	5.1688

Series graphics:



Statistics:

Series n = 2	a0 mm	b0 mm	Lc mm	FMax N	Tensile Strength MPa	Strain at Fmax. %
x	0.183	5	50	18.6866	20.4218	4.7956
s	0.001414	0.000	0.000	0.3240	0.1962	0.5277
v	0.77	0.00	0.00	1.73	0.96	11.00

777/PS/11.22 22.11.2022

Fakultas Teknologi Pertanian
Universitas Gadjah Mada

Parameter table:

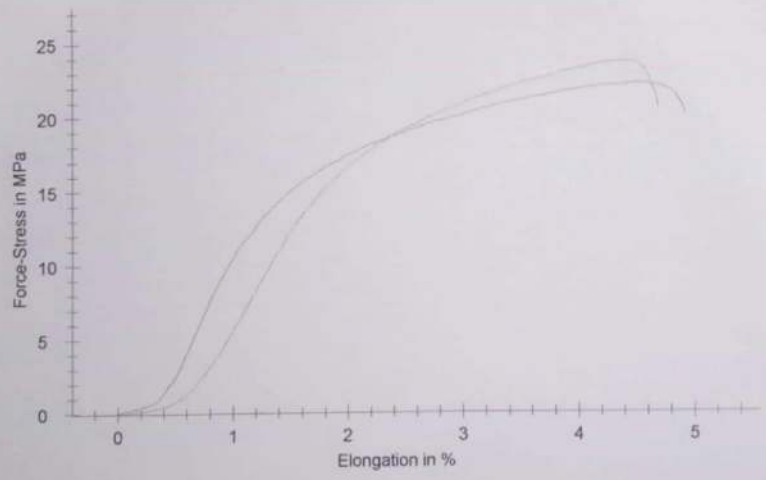
Company name : 777/PS/11.22
Customer : Rachmat
Tester : Khofifah
Test speed : 10 mm/min

Test standard : Tensile strength
Material : Kalkon 6 mg

Results:

Nr	a0 mm	b0 mm	Lc mm	FMax N	Tensile Strength MPa	Strain at Fmax. %
1	0.184	5	50	20.3668	22.1378	4.5081
2	0.185	5	50	21.8513	23.6230	4.4229

Series graphics:



Statistics:

Series n = 2	a0 mm	b0 mm	Lc mm	FMax N	Tensile Strength MPa	Strain at Fmax. %
x	0.1845	5	50	21.1090	22.8804	4.4655
s	0.0007071	0.000	0.000	1.0497	1.0502	0.0602
v	0.38	0.00	0.00	4.97	4.59	1.35

777/PS/11.22 22.11.2022

Fakultas Teknologi Pertanian
Universitas Gadjah Mada

Parameter table:

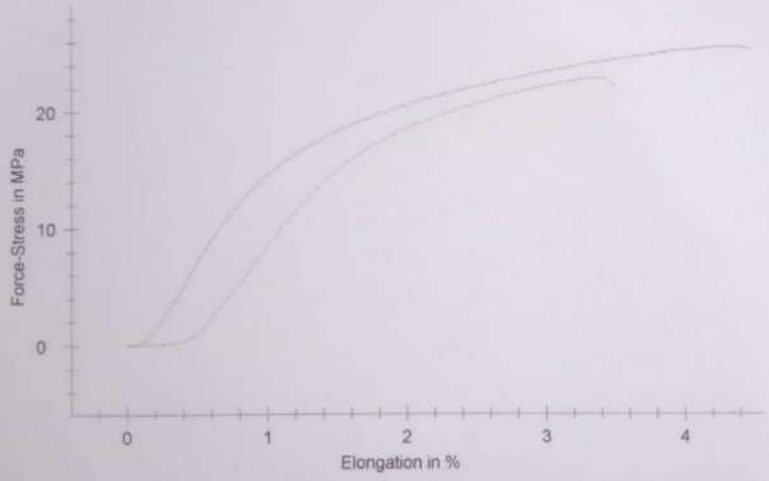
Company name: 777/PS/11.22
Customer : Rachmat
Tester : Khofifah
Test speed : 10 mm/min

Test standard : Tensile strength
Material : Kalkon 8 mg

Results:

Nr	a0 mm	b0 mm	Lc mm	FMax N	Tensile Strength MPa	Strain at Fmax. %
1	0.191	5	50	24.6732	25.8359	4.2603
2	0.191	5	50	22.0672	23.1070	3.3431

Series graphics:



Statistics:

Series n = 2	a0 mm	b0 mm	Lc mm	FMax N	Tensile Strength MPa	Strain at Fmax. %
x	0.191	5	50	23.3702	24.4714	3.8017
s	0.000	0.000	0.000	1.8428	1.9296	0.6485
v	0.00	0.00	0.00	7.89	7.89	17.06

777/PS/11.22 22.11.2022

Fakultas Teknologi Pertanian
Universitas Gadjah Mada

Parameter table:

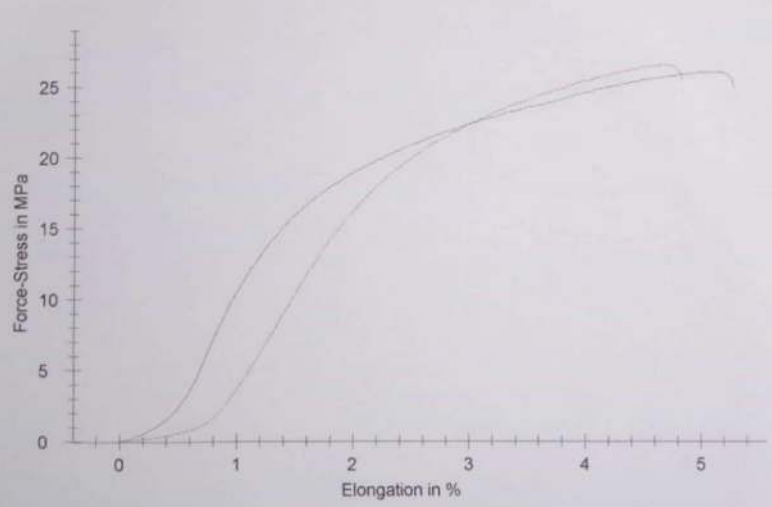
Company name: 777/PS/11.22
Customer : Rachmat
Tester : Khofifah
Test speed: 10 mm/min

Test standard : Tensile strength
Material : Kalkon 10 mg

Results:

Nr	a0 mm	b0 mm	Lc mm	FMax N	Tensile Strength MPa	Strain at Fmax. %
1	0.185	5	50	24.2063	26.1690	5.1697
2	0.184	5	50	24.5605	26.6962	4.6771

Series graphics:



Statistics:

Series n = 2	a0 mm	b0 mm	Lc mm	FMax N	Tensile Strength MPa	Strain at Fmax. %
x	0.1845	5	50	24.3834	26.4326	4.9234
s	0.0007071	0.000	0.000	0.2504	0.3728	0.3483
v	0.38	0.00	0.00	1.03	1.41	7.07

777/PS/11.22 22.11.2022

Fakultas Teknologi Pertanian
Universitas Gadjah Mada

Parameter table:

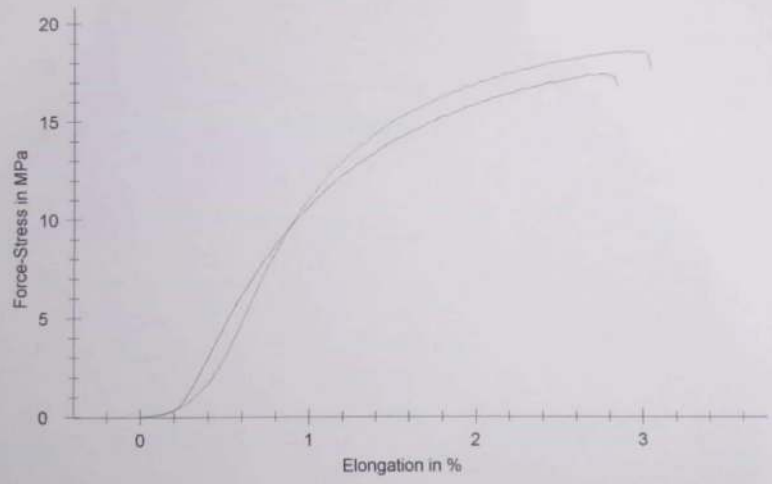
Company name: 777/PS/11.22
Customer : Rachmat
Tester : Khofifah
Test speed: 10 mm/min

Test standard : Tensile strength
Material : Kalkon 12 mg

Results:

Nr	a0 mm	b0 mm	Lc mm	FMax N	Tensile Strength MPa	Strain at Fmax. %
1	0.192	5	50	16.8197	17.5206	2.7736
2	0.191	5	50	17.8391	18.6797	2.9412

Series graphics:



Statistics:

Series n = 2	a0 mm	b0 mm	Lc mm	FMax N	Tensile Strength MPa	Strain at Fmax. %
x	0.1915	5	50	17.3294	18.1001	2.8574
s	0.0007071	0.000	0.000	0.7208	0.8196	0.1186
v	0.37	0.00	0.00	4.16	4.53	4.15

777/PS/11.22 22.11.2022

Fakultas Teknologi Pertanian
Universitas Gadjah Mada

Parameter table:

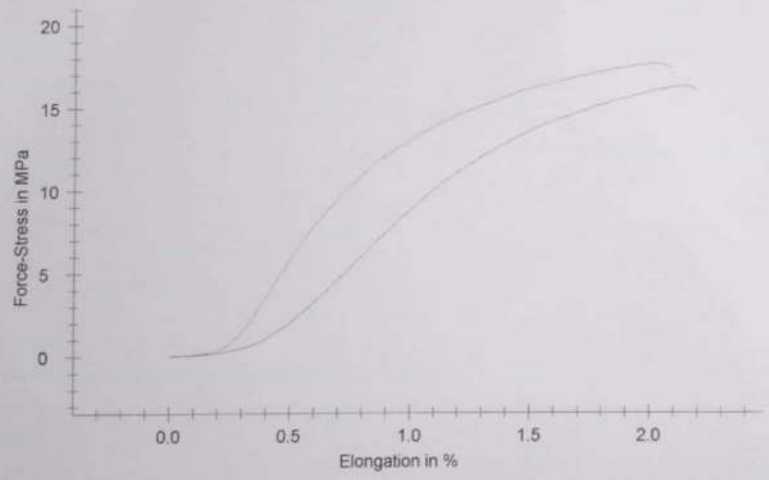
Company name: 777/PS/11.22
Customer : Rachmat
Tester : Khofifah
Test speed: 10 mm/min

Test standard : Tensile strength
Material : Kalkon 14 mg

Results:

Nr	a0 mm	b0 mm	Lc mm	FMax N	Tensile Strength MPa	Strain at Fmax. %
1	0.192	5	50	15.6629	16.3156	2.1632
2	0.19	5	50	16.8294	17.7152	2.0332

Series graphics:

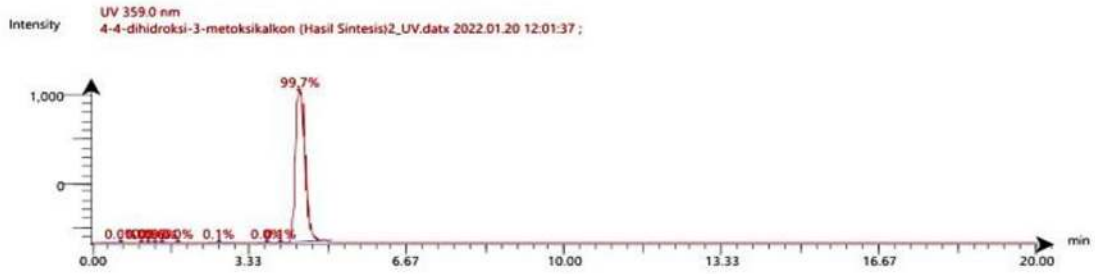


Statistics:

Series n = 2	a0 mm	b0 mm	Lc mm	FMax N	Tensile Strength MPa	Strain at Fmax. %
x	0.191	5	50	16.2462	17.0154	2.0982
s	0.001414	0.000	0.000	0.8248	0.9897	0.0920
v	0.74	0.00	0.00	5.08	5.82	4.38

Lampiran 15 Hasil Analisis 4,4'-Dihidroksi-3'-Metoksikalkon Menggunakan LC-MS

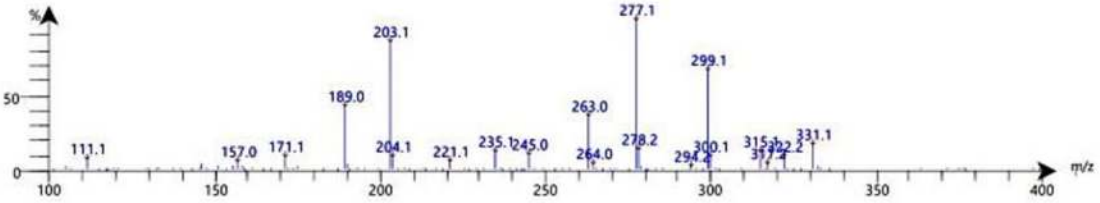
Kromatogram LC produk hasil sintesis



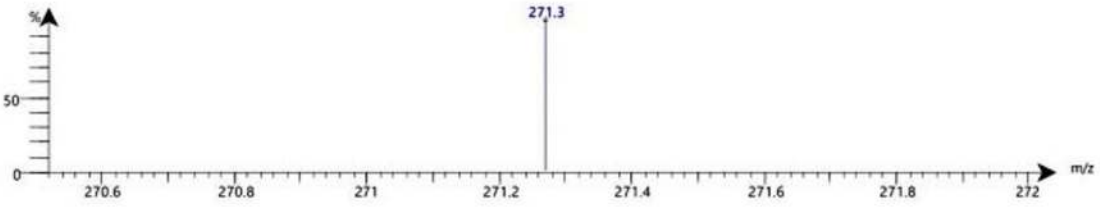
Time (Peak Maximum M:S/Minutes)	Maximum Intensity (c/s)	Time (Peak Centroid M:S/Minutes)	Peak Area	% Peak Area	Peak Resolution Label
0.58	3.1E-1	0.59	9.3E0	0.0	28.0
0.73	1.3E-1	0.73	5.1E-1	0.0	3.8
0.88	1.8E-1	0.88	7.3E-1	0.0	4.3
1.03	2.5E-1	1.04	1E0	0.0	4.1
1.18	3.5E-1	1.19	1.5E0	0.0	4.5
1.35	3.7E-1	1.34	1.7E0	0.0	4.5
1.48	3.2E-1	1.49	1.4E0	0.0	4.5
1.78	3E-1	1.79	1.4E0	0.0	4.7
1.92	7.5E-2	1.92	2.7E-1	0.0	5.0
2.22	1.8E-1	2.22	7.2E-1	0.0	4.0
2.37	2.1E-1	2.37	8.4E-1	0.0	4.2
2.65	1.8E0	2.66	1.8E1	0.1	8.0
3.10	1.9E-1	3.10	7.5E-1	0.0	4.0
3.25	2.2E-1	3.24	9.2E-1	0.0	4.3
3.38	1.8E-1	3.39	7.5E-1	0.0	4.2
3.72	1.4E0	3.71	8.8E0	0.0	5.4
3.98	2.5E0	3.98	1.5E1	0.1	6.1
4.40	1.7E3	4.39	2.5E4	99.7	13.8
5.08	6.9E-3	5.08	5.9E-1	0.0	5.0
5.78	1.5E-1	5.78	4.6E-1	0.0	4.0
6.03	9.1E-2	6.03	3.3E-1	0.0	5.0
6.30	1.7E-1	6.30	5.9E-1	0.0	6.0
6.67	7.5E-2	6.67	2E-1	0.0	4.0
6.92	1.5E-1	6.92	5.6E-1	0.0	3.7
7.17	7.3E-2	7.16	1.7E-1	0.0	4.0
7.28	4.6E-2	7.28	9.2E-2	0.0	3.0
7.52	5.7E-2	7.52	1.5E-1	0.0	4.0
7.75	5.1E-2	7.75	1.4E-1	0.0	4.0
8.00	6.7E-2	7.99	4.1E-1	0.0	11.0
8.22	6.1E-2	8.22	1.7E-1	0.0	4.0
8.33	5.6E-2	8.33	1.3E-1	0.0	4.0
8.55	3E-2	8.55	9E-2	0.0	4.0
8.78	4.7E-2	8.78	1.2E-1	0.0	2.9

Spektrum massa produk hasil sintesis

Spectrum 0
4-4-dihidroksi-3-metoksikalkon (Hasil Sintesis)2_Scan1.datx 2022.01.20 12:01:38 ;
Intensity ESI + Max: 4.7E7



Spectrum 0
4-4-dihidroksi-3-metoksikalkon (Hasil Sintesis)2_SIM2.datx 2022.01.20 12:01:38 ;
Intensity ESI + Max: 3.2E5



Spectrum 0
4-4-dihidroksi-3-metoksikalkon (Hasil Sintesis)2_UV.datx 2022.01.20 12:01:37 ;
Absorption Max: 4.9E-324

