

LAMPIRAN

LAMPIRAN A

ANALISA KULIT UDANG

A.1. Kadar Abu [28]

Cara Kerja :

1. Ditimbang berat krus kosong.
2. Ditimbang kulit udang sebanyak 2 g dengan neraca analitis.
3. Kulit udang dimasukkan ke dalam krus.
4. Krus dipanaskan di dalam *muffle furnace* dengan suhu 500 °C selama ± 2 jam, kemudian didinginkan di dalam desikator selama ± 15 menit.
5. Kulit udang dan krus ditimbang.

Perhitungan :

Berat kulit udang setelah diabukan = 0,1684 g

Berat kulit udang mula-mula = 2,0005 g

$$\text{Kadar abu} = \frac{0,1648}{2,0005} \times 100 \% = 8,418 \%$$

A.2. Kadar Air [28]

Cara kerja :

1. Kulit udang kering ditimbang sebanyak 2 g dengan neraca analitis.
2. Kulit udang dimasukkan ke dalam oven dengan suhu 100 °C.
3. Kulit udang ditimbang tiap waktu tertentu sampai beratnya konstan.

Perhitungan :

Berat kulit udang mula-mula = 2,0000 g

Berat kulit udang setelah dikeringkan = 1,8960 g

$$\text{Kadar air} = \frac{2,0000 - 1,8960}{2,0000} \times 100 \% = 5,2 \%$$

A.3. Kadar Protein [28]

Kadar protein ditentukan dengan menggunakan metode Kjeldahl.

Cara kerja :

1. Kulit udang ditimbang sebanyak 1 g lalu dimasukkan ke dalam labu Kjeldahl.
2. Ditimbang tablet Kjeldahl sebanyak 2,5 g lalu dihancurkan dan ditambahkan ke dalam labu Kjeldahl.
3. H₂SO₄ sebanyak 10 mL ditambahkan ke dalam labu Kjeldahl.
4. Campuran tersebut dipanaskan sampai jernih.
5. Larutan kemudian didinginkan pada suhu ruang kemudian ditambahkan 25 ml larutan NaOH 25 % secara perlahan-lahan.
6. Kemudian sampel didistilasi dengan pendingin balik dan hasil distilat ditampung di dalam Erlenmeyer yang telah berisi 50 mL HCl ± 0,1 N dan 2 tetes indikator phenolphthalein (pp) sampai volume distilat ± 75 mL.
7. Distilat dititrasi dengan larutan NaOH ± 0,25 N sampai berwarna kuning jernih.
8. Dilakukan blangko untuk cara no. 1 – 7 dengan menggunakan aquades sebagai pengganti sampel.

Perhitungan :

$$\text{Volume blanko } (v_1) = 21,8 \text{ mL}$$

$$\text{Volume sampel } (v_2) = 7,2 \text{ mL}$$

$$\text{Berat sampel } (y) = 1,0000 \text{ g}$$

$$\text{Normalitas NaOH} = 0,245 \text{ N}$$

$$\text{Faktor perkalian dari kulit udang} = 6,25$$

$$\% \text{ N pada kulit udang} = \frac{(v_1 - v_2)}{y \times 1000} \times 100 \times 14,008 \times N_{\text{NaOH}} \quad (\text{A.1})$$

$$= \frac{(21,8 - 7,2)}{1,0000 \times 1000} \times 100 \times 14,008 \times 0,245 = 5,0107 \%$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Protein pada kulit udang} &= \% \text{ N pada kulit udang} \times \text{faktor perkalian} \\ &= 5,0107 \% \times 6,25 = 31,317 \% \end{aligned}$$

A.4. Kadar Lemak [28]

Cara kerja :

1. Kulit udang yang sudah dihaluskan ditimbang sebanyak 2 g (besar kulit udang sebaiknya yang lolos saringan 40/50 mesh).
2. Dicampur dengan pasir yang telah dipijarkan sebanyak 8 g.
3. Kedua bahan tersebut diatas dimasukkan ke dalam timble, kemudian dimasukkan ke dalam soxhlet (gambar A.1).
4. Air pendingin dialirkan melalui kondensor.
5. Tabung ekstraksi dipasang pada alat destilasi soxhlet dengan pelarut petroleum ether secukupnya selama 4 jam. Setelah residu dalam tabung ekstraksi diaduk, ekstraksi dilanjutkan lagi selama 2 jam dengan pelarut yang sama.

6. Petroleum ether yang telah mengandung ekstrak lemak dan minyak dipindahkan ke dalam botol timbang yang bersih dan diketahui beratnya kemudian diuapkan dengan penangas air sampai agak pekat. Diteruskan pengeringan dalam oven 100 °C sampai berat konstan.
7. Berat residu dalam botol timbang dinyatakan sebagai berat lemak.

Perhitungan :

$$\text{Berat sampel} = 2,0000 \text{ g}$$

$$\text{Berat lemak} = 0,03 \text{ g}$$

$$\text{Kadar lemak} = \frac{0,03}{2,00} \times 100 \% = 1,5 \%$$

LAMPIRAN B

ANALISA MINYAK

B.1. Asam Lemak Bebas (*Free Fatty Acid*, FFA) [28]

Cara kerja :

1. Sampel minyak ditimbang ± 10 g, kemudian dimasukkan ke dalam erlenmeyer 200 mL dan ditambahkan 50 mL alkohol netral 95%.
2. Setelah itu, campuran dipanaskan selama 10 menit dalam penangas air sambil diaduk.
3. Campuran dititrasikan dengan KOH $\pm 0,1$ N menggunakan indikator phenolphthalein (pp) sampai terjadi perubahan warna larutan menjadi merah muda.
4. Cara kerja no. 1 – 3 diulang sebanyak dua kali.
5. FFA pada *crude palm oil* dihitung dengan menggunakan rumus :

$$\% \text{ FFA} = \frac{\text{mL KOH} \times \text{N KOH} \times \text{BM asam lemak}}{\text{Berat sampel (g)} \times 1000} \times 100\% \quad (\text{B.1})$$

Keterangan : BM asam lemak = 263 untuk *crude palm oil*.

Perhitungan :

$$\begin{aligned} \% \text{ FFA} &= \frac{0,4 \text{ mL} \times 0,0921 \times 263}{10,0040 \text{ g} \times 1000} \times 100 \% \\ &= 0,0969 \% \end{aligned}$$

B.2. Bilangan Peroksida (*Peroxide Value, PV*) [28]

Cara kerja :

1. Sampel minyak ditimbang sebanyak ± 5 g, kemudian dimasukkan ke dalam *iodine flask*, dan dilarutkan dalam 30 mL campuran asam asetat dan kloroform (asam asetat : kloroform = 3 : 2).
2. Ke dalam *iodine flask* ditambahkan 0,5 mL KI jenuh, kemudian dikocok selama 1 menit. Setelah itu ditambahkan 30 mL aquades.
3. Sampel tersebut dititrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \pm 0,01$ N sampai berwarna kuning muda.
4. Setelah warna kuning muda terbentuk, ke dalam larutan ditambahkan 0,5 mL indikator amilum sehingga terbentuk kompleks berwarna biru tua.
5. Titrasi dilanjutkan hingga warna biru tua tepat hilang.
6. Cara kerja no. 1 – 6 dilakukan sebanyak dua kali.
7. PV dari *crude palm oil* dapat dihitung dengan menggunakan rumus :

$$\text{PV (meq H}_2\text{O}_2\text{/kg minyak)} = \frac{\text{mL Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times \text{N Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 1000}{\text{Berat sampel (g)}} \quad (\text{B.2})$$

Perhitungan :

$$\begin{aligned} \text{PV (meq H}_2\text{O}_2\text{/kg minyak)} &= \frac{0,95 \text{ mL} \times 0,0096 \times 1000}{5,0217 \text{ g}} \\ &= 1,816 \end{aligned}$$

B.3. Bilangan Iod [28]

Cara kerja :

1. Minyak yang telah disaring ditimbang sebanyak 0,1 – 0,5 g di dalam erlenmeyer 500 mL yang bertutup.

2. Ditambahkan 20 mL kloroform.
3. Ditambahkan 25 mL larutan wijs dengan menggunakan pipet.
4. Dengan cara yang sama dibuat juga larutan blangko.
5. Erlenmeyer disimpan di tempat gelap pada suhu 25 °C selama 30 menit.
6. Ditambahkan 20 ml larutan kalium iodida 15 % dan 100 ml air.
7. Botol ditutup dan dikocok dengan hati-hati.
8. Dilakukan titrasi dengan larutan natrium thiosulfat 0,1 N dengan menggunakan indikator amylum.
9. Bilangan iod dihitung dengan rumus :

$$\text{Bilangan iod} = \frac{(B - S) \times N \times 12,69}{G}$$

(B.3)

B = jumlah ml $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ untuk titrasi blangko

S = jumlah ml $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ untuk titrasi sampel

N = normalitas larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

G = berat sampel (g)

Pembuatan Larutan Wijs :

Dilarutkan 16 g iod monoklorida dalam 1000 ml asam asetat glasial.

Perhitungan :

$$\text{Bilangan iod} = \frac{(42,90 - 32,30) \times 0,115 \times 12,69}{0,3018}$$

$$= 51,74 \text{ (g iod/100 g minyak)}$$

LAMPIRAN C

ANALISA KONSENTRASI ASTAXANTHIN DALAM MINYAK

C.1. Penentuan Kurva Baku Larutan Astaxanthin dalam Minyak

Cara kerja :

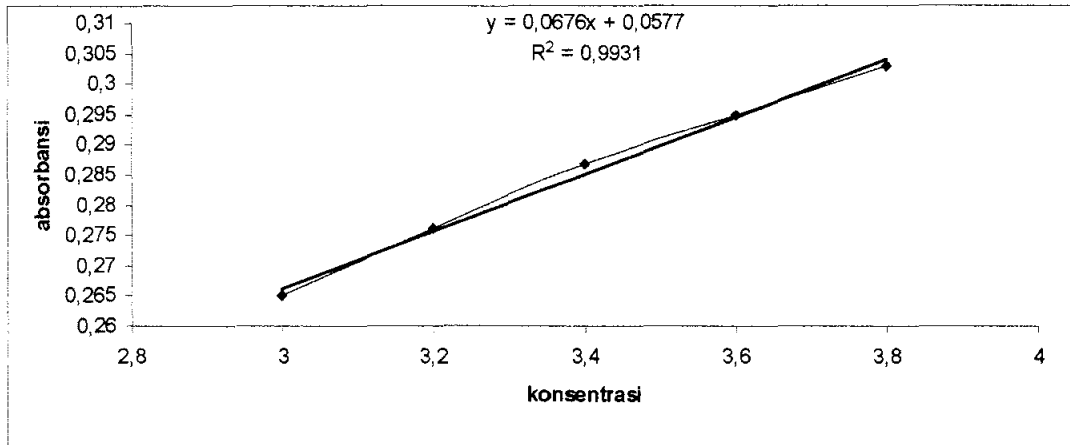
1. Dibuat larutan induk astaxanthin dengan cara melarutkan astaxanthin p.a sebanyak 2,5 mg ke dalam 500 mL minyak kelapa sawit.
2. Larutan standar astaxanthin dibuat dari larutan induk sebanyak 50 mL yang masing-masing berkonsentrasi 3,00 mg/L; 3,20 mg/L; 3,40 mg/L; 3,60 mg/L; 3,80 mg/L.
3. Panjang gelombang maksimum (λ max) ditentukan dengan cara mengukur absorbansi larutan standar astaxanthin 3,40 mg/L mulai dari panjang gelombang 450 – 488 nm.

Tabel C.1. Penentuan panjang gelombang maksimum untuk larutan standar astaxanthin 3,4 mg/L

Panjang Gelombang (nm)	Absorbansi
450	0,12
452	0,125
454	0,134
456	0,146
458	0,152
460	0,168
462	0,174
464	0,187
466	0,191
468	0,196

Panjang Gelombang (nm)	Absorbansi
470	0,201
472	0,213
474	0,215
476	0,229
478	0,232
480	0,239
482	0,242
484	0,236
486	0,225
488	0,218

4. Kurva baku dibuat dari larutan standar pada λ max (482 nm) yang dapat dilihat pada gambar C.1 dan persamaan (C.1).



Gambar C.1. Hubungan antara absorbansi dan konsentrasi karotenoid

C.2. Penentuan Konsentrasi Karotenoid dalam Sampel

1. Larutan sampel diukur absorbansinya pada λ max = 482 nm.
2. Konsentrasi karotenoid dalam minyak dinyatakan sebagai astaxanthin dan ditentukan dengan persamaan C.1.

Dari kurva baku di atas didapatkan persamaan :

$$A = 0,0577 + 0,0676 C \quad (C.1)$$

dengan $R^2 = 0,9915$, dimana

C = konsentrasi karotenoid dalam minyak (dinyatakan sebagai mg astaxanthin/L)

A = absorbansi

LAMPIRAN D

ANALISA KADAR ASTAXANTHIN

DALAM ACETON

D.1. Penentuan Kurva Baku Larutan Astaxanthin dalam Aceton

Cara kerja :

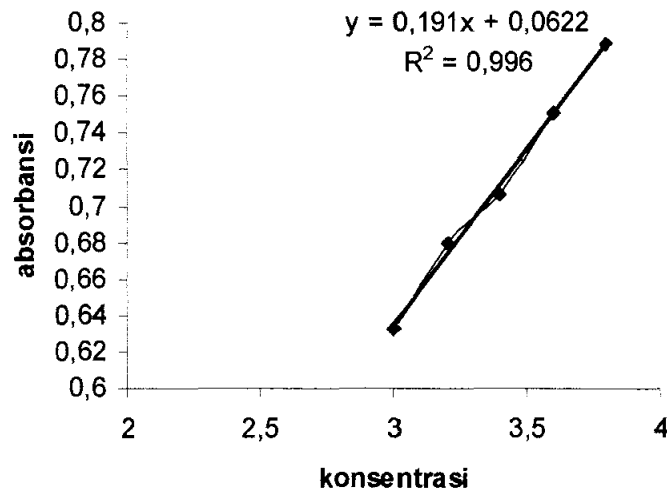
1. Dibuat larutan induk astaxanthin dengan cara melarutkan astaxanthin p.a sebanyak 2,5 mg ke dalam 500 mL aceton.
2. Larutan standar astaxanthin dibuat dari larutan induk sebanyak 50 mL yang masing-masing berkonsentrasi 3,00 mg/L; 3,20 mg/L; 3,40 mg/L; 3,60 mg/L; 3,80 mg/L.
3. Panjang gelombang maksimum (λ max) ditentukan dengan cara mengukur absorbansi larutan standar astaxanthin 3,40 mg/L mulai dari panjang gelombang 450 – 488 nm.

Tabel D.1. Penentuan panjang gelombang maksimum untuk larutan standar astaxanthin 3,4 mg/L

Panjang Gelombang (nm)	Absorbansi
450	0,492
452	0,506
454	0,522
456	0,535
458	0,547
460	0,558
462	0,564
464	0,577
466	0,581
468	0,596
470	0,621

Panjang Gelombang (nm)	Absorbansi
472	0,633
474	0,645
476	0,659
478	0,707
480	0,629
482	0,612
484	0,596
486	0,585
488	0,568

4. Kurva baku dibuat dari larutan standar pada λ max (478 nm) yang dapat dilihat pada gambar D.1.

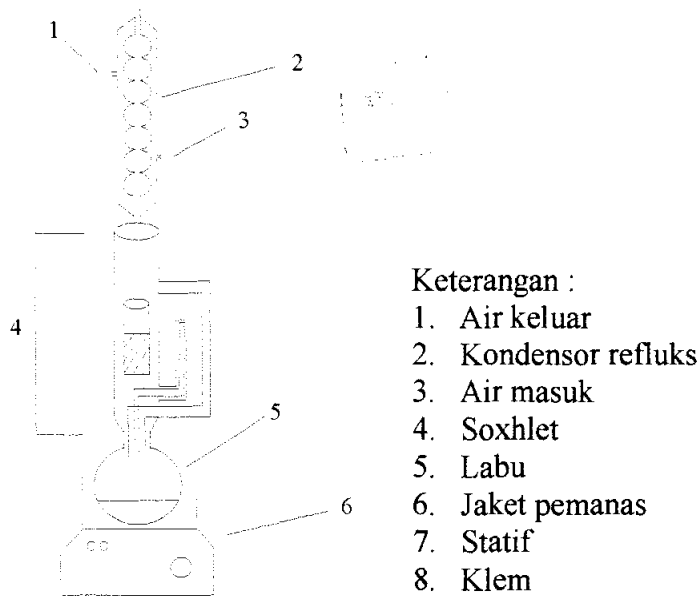


Gambar D.1. Hubungan antara absorbansi dan konsentrasi karotenoid

D.2. Penentuan Kadar Karotenoid dalam Kulit Udang mula – mula

Cara kerja :

1. Serbuk kulit udang ditimbang sebanyak 50 g, lalu dibungkus dengan kertas saring dan dimasukkan ke dalam sokhlet.
2. Aceton sebanyak 250 mL dituangkan ke dalam labu (gambar D.2).
3. Labu dipanaskan dengan jaket pemanas sampai ekstraksi sempurna. Hal ini dapat diketahui dengan mengukur absorbansi karotenoid yang terlarut dalam pelarut dengan spektrofotometer pada $\lambda = 478$ nm sampai diperoleh absorbansi yang konstan.



Gambar D.2. Rangkaian alat penentuan kadar karotenoid dalam kulit udang

Perhitungan :

Absorbansi (A) yang didapatkan sebesar 0,643. Dari persamaan kurva baku larutan astaxanthin dalam acetone (persamaan D.1) :

$$A = 0,191 C + 0,0622 \quad (D.1)$$

dimana,

A = absorbansi

C = konsentrasi astaxanthin (mg/L)

didapatkan nilai konsentrasi (C) = 3,04 mg/L. Konsentrasi yang didapatkan dikalikan dengan faktor pengenceran 10 kali sehingga konsentrasi karotenoid dalam larutan adalah 30,4 mg/L .

Massa karotenoid = konsentrasi karotenoid \times volume sampel

$$= 30,4 \text{ mg/L} \times 0,25 \text{ L}$$

$$= 7,602 \text{ mg} = 7602 \text{ } \mu\text{g}$$

$$\begin{aligned}\text{Kadar karotenoid dalam kulit udang} &= \frac{\text{massa karotenoid}}{\text{massa kulit udang}} && \text{(D.2)} \\ &= \frac{7602 \mu\text{g}}{50 \text{ g}} = 152,041 \mu\text{g/g} \\ &= 152,041 \times 10^{-6} \frac{\text{g karotenoid}}{\text{g kulit udang}} \times 100 \% \\ &= 0,0152 \%\end{aligned}$$

LAMPIRAN E

ANALISA DATA

E.1. Perhitungan *Yield* Karotenoid untuk Setiap Waktu

Contoh perhitungan untuk ukuran 40/60 mesh :

a. Pada waktu 15 menit

Absorbansi (A) yang didapatkan dari pembacaan spektrofotometer sebesar 0,352. Dengan persamaan (C.1), didapatkan harga konsentrasi karotenoid (C) dalam sampel 1 = 4,353 mg/L.

Massa karotenoid yang terekstrak = konsentrasi karotenoid × (V larutan mula-mula)

$$= 4,353 \text{ mg/L} \times 0,3 \text{ L} = 1,306 \text{ mg}$$
$$= 1306 \text{ } \mu\text{g}$$

$$\text{Yield karotenoid} = \frac{\text{massa karotenoid}}{\text{massa kulit udang}} \quad (\text{D.2})$$

$$= \frac{1306 \text{ } \mu\text{g}}{50 \text{ g}} = 26,12 \text{ } \mu\text{g/g}$$

$$= 26,12 \times 10^{-6} \frac{\text{g karotenoid}}{\text{g kulit udang}} \times 100 \%$$

$$= 0,0026 \%$$

b. Pada waktu 30 menit

Absorbansi (A) yang didapatkan dari pembacaan spektrofotometer sebesar 0,409. Dengan persamaan (C.1), didapatkan harga konsentrasi karotenoid (C) dalam sampel 2 = 5,1967 mg/L.

$$\begin{aligned} \text{Massa karotenoid} &= \text{konsentrasi karotenoid} \times (\text{V larutan} - \text{V sampel 1}) + \\ &\quad \text{massa karotenoid 10 mL sampel 1} \\ &= 5,1967 \text{ mg/L} \times (0,3 \text{ L} - 0,01 \text{ L}) + (0,01 \text{ L} \times 4,353 \text{ mg/L}) \\ &= 1,55 \text{ mg} = 1550 \text{ } \mu\text{g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Yield karotenoid} &= \frac{\text{massa karotenoid}}{\text{massa kulit udang}} \\ &= \frac{1550 \text{ } \mu\text{g}}{50 \text{ g}} = 31,01 \text{ } \mu\text{g/g} \\ &= 31,01 \times 10^{-6} \frac{\text{g karotenoid}}{\text{g kulit udang}} \times 100 \% \\ &= 0,0031 \% \end{aligned}$$

Untuk waktu selanjutnya dilakukan dengan cara yang sama. Perbedaannya hanya pada perhitungan massa karotenoid, yaitu massa karotenoid yang didapat ditambahkan dengan massa karotenoid dalam 10 mL sampel sebelumnya yang telah dianalisa dengan spektrofotometer. Sampel yang diambil tidak dikembalikan ke labu ekstraksi karena untuk analisa dengan spektrofotometer telah dilakukan pengenceran sampel. Hasil perhitungan dari data percobaan untuk semua ukuran partikel dan suhu ekstraksi dapat dilihat pada tabel E.1.

Tabel E.1. Yield karotenoid untuk ukuran partikel 40/60, 60/80 dan 80/100 mesh

Ukuran Partikel	Waktu Pemanasan (menit)	Yield ($\mu\text{g/g}$ limbah udang)				
		50 °C	60 °C	70 °C	80 °C	90 °C
40/60 mesh	0	0	0	0	0	0
	15	26,121	31,713	35,530	24,080	18,311
	30	31,012	29,825	36,388	25,538	18,568
	45	31,923	32,559	38,210	25,290	19,479
	60	36,796	38,071	41,086	28,805	21,157
	75	37,796	41,763	43,317	29,343	23,157
	90	37,204	44,204	46,793	30,896	23,379
	105	39,618	45,340	47,006	32,388	23,734
	120	42,000	44,660	48,095	33,136	25,095
	135	40,893	45,311	48,420	33,266	25,550
	150	40,956	45,373	48,482	33,328	25,675
	165	41,015	45,432	48,541	33,388	25,734
180	41,071	45,488	48,541	33,444	25,790	
60/80 mesh	0	0	0	0	0	0
	15	42,417	45,612	62,920	32,893	27,568
	30	45,763	59,254	65,494	35,124	29,799
	45	48,000	61,740	68,228	35,953	31,290
	60	51,355	64,855	69,426	38,189	31,929
	75	52,740	67,163	75,426	39,112	32,852
	90	53,849	69,382	78,311	39,852	33,592
	105	57,683	73,216	80,228	40,704	34,728
	120	58,092	75,257	82,882	41,657	35,953
	135	58,287	75,648	83,077	43,740	36,083
	150	58,473	75,648	83,263	43,864	36,207
	165	58,651	75,825	83,441	43,864	36,325
180	58,651	75,825	83,441	43,976	36,325	
80/100 mesh	0	0	0	0	0	0
	15	65,317	106,589	111,382	52,536	41,352
	30	84,364	111,473	120,686	54,080	45,127
	45	85,607	110,609	119,769	56,814	46,899
	60	89,920	114,204	120,728	59,689	50,254
	75	95,228	115,589	123,266	63,151	50,716
	90	97,447	116,920	126,595	64,926	54,488
	105	98,725	120,115	129,151	65,991	55,979
	120	100,562	121,544	131,192	67,420	57,204
	135	100,953	124,083	131,388	67,811	57,399
	150	101,139	124,269	131,574	67,997	57,772
	165	101,317	124,269	131,574	68,175	58,127
180	101,317	124,269	131,743	68,175	58,127	

E.2. Penentuan Besaran Termodinamika

a. Penentuan ΔH dan ΔS

Sebagai contoh perhitungan, digunakan data dari tabel E.1 untuk ukuran partikel 40/60 mesh, suhu ekstraksi 50 °C dan waktu ekstraksi 180 menit (waktu kesetimbangan).

Kadar karotenoid dalam kulit udang mula-mula sebelum diekstraksi, yaitu

$$0,0152 \% \left(152,041 \frac{\mu\text{g astaxanthin}}{\text{g kulit udang}} \right) \text{ (dari lampiran D)}$$

Pada keadaan kesetimbangan :

$$\text{Yield karotenoid yang terekstrak, } Y_e = 41,071 \frac{\mu\text{g astaxanthin}}{\text{g kulit udang}} \text{ (Tabel E.1)}$$

Kadar karotenoid yang belum terekstrak, $q_e = 152,041 - 41,071$

$$= 110,97 \frac{\mu\text{g astaxanthin}}{\text{g kulit udang}}$$

K dihitung dari data Y_T dan q_T dengan menggunakan persamaan (2.4)

$$K = \frac{Y_e}{q_e} = \frac{41,071 \frac{\mu\text{g astaxanthin}}{\text{g kulit udang}}}{110,97 \frac{\mu\text{g astaxanthin}}{\text{g kulit udang}}} = 0,37$$

Nilai K untuk berbagai suhu dapat dilihat pada tabel IV.5. Kemudian dengan persamaan (2.3) dilakukan regresi linear antara $\ln K$ dan $1/T$ sehingga didapatkan nilai ΔH dan ΔS untuk berbagai ukuran partikel yang dapat dilihat pada tabel IV.6.

b. Penentuan ΔG

Sebagai contoh perhitungan, digunakan data dari tabel IV.5 untuk ukuran partikel 40/60 mesh, suhu ekstraksi 50 °C (323 K) dan waktu ekstraksi 180 menit (waktu kesetimbangan).

Nilai $K = 0,370$ (tabel IV.5)

$$\Delta G = R \times T \times \ln K \quad (2.3)$$

$$\Delta G = 8,14 \times 323 \times \ln (0,37)$$

$$\Delta G = -2669,378 \text{ kJ/mol}$$

LAMPIRAN F

PEMBAKUAN LARUTAN

F.1. Pembakuan Larutan KOH $\pm 0,1$ N dengan Larutan Standar H₂C₂O₄ $\pm 0,1$ N

1. Dibuat larutan standar H₂C₂O₄ $\pm 0,1$ N dengan teliti sebanyak 100 mL.
2. Dibuat larutan KOH $\pm 0,1$ N sebanyak 200 mL.
3. Larutan standar H₂C₂O₄ $\pm 0,1$ N dipipet sebanyak 10 mL dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer.
4. Diberi 2 tetes indikator phenolphthalein.
5. Dititrasi dengan larutan KOH $\pm 0,1$ N sampai larutan berwarna merah muda.
6. Cara kerja no. 3 – 5 dilakukan sebanyak 2 kali.
7. Dihitung normalitas larutan KOH

$$\begin{aligned} \text{meq KOH} &= \text{meq H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \\ (V \times N) \text{ KOH} &= (V \times N) \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \\ N \text{ KOH} &= \frac{(V \times N) \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4}{V \text{ KOH}} \end{aligned}$$

Keterangan :

- V = Volume (mL)
- N = Normalitas

Dari hasil percobaan diperoleh normalitas larutan KOH :

$$\begin{aligned} (10,75 \times N) \text{ KOH} &= (0,099 \times 10) \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \\ N \text{ KOH} &= 0,0921 \text{ N} \end{aligned}$$

F.2. Pembakuan Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \pm 0,01 \text{ N}$ dengan Larutan Standar $\text{KIO}_3 \pm 0,01 \text{ N}$

1. Dibuat larutan standar $\text{KIO}_3 \pm 0,01 \text{ N}$ dengan teliti sebanyak 100 mL.
2. Dibuat larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \pm 0,01 \text{ N}$ sebanyak 200 mL.
3. Dibuat larutan amilum 1 % sebanyak 25 mL.
4. Dibuat larutan H_2SO_4 2 N sebanyak 10 mL.
5. Dibuat larutan KI 10 % sebanyak 25 mL.
6. Dipipet 10 mL larutan $\text{KIO}_3 \pm 0,01 \text{ N}$ dan dimasukkan ke dalam iodine flask.
7. Diberi 2 mL larutan H_2SO_4 dan 8 mL larutan KI 10 %.
8. Dititrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \pm 0,01 \text{ N}$ sampai warna kuning muda.
9. Ditambahkan 3 mL larutan amilum 1 %.
10. Titrasi dilanjutkan sampai warna biru tua tepat hilang.
11. Cara kerja no. 6 – 10 dilakukan sebanyak 2 kali.
12. Dihitung normalitas larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

$$\begin{aligned} \text{meq Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 &= \text{meq KIO}_3 \\ (V \times N) \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 &= (V \times N) \text{KIO}_3 \\ N \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 &= \frac{(V \times N) \text{KIO}_3}{V \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \end{aligned}$$

Keterangan :

- V = Volume (mL)
- N = Normalitas

Dari hasil percobaan diperoleh normalitas larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$:

$$\begin{aligned} (10,85 \times N) \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 &= (10 \times 0,0104) \text{KIO}_3 \\ N \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 &= 0,0096 \text{ N} \end{aligned}$$

F.3. Pembakuan Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \pm 0,1 \text{ N}$ dengan Larutan Standar $\text{KIO}_3 \pm 0,1 \text{ N}$

1. Dibuat larutan standar $\text{KIO}_3 \pm 0,1 \text{ N}$ dengan teliti sebanyak 100 mL.
2. Dibuat larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \pm 0,1 \text{ N}$ sebanyak 200 mL.
3. Dibuat larutan amilum 1 % sebanyak 25 mL.
4. Dibuat larutan H_2SO_4 2 N sebanyak 10 mL.
5. Dibuat larutan KI 10 % sebanyak 25 mL.
6. Dipipet 10 mL larutan $\text{KIO}_3 \pm 0,1 \text{ N}$ dan dimasukkan ke dalam iodine flask.
7. Diberi 2 mL larutan H_2SO_4 dan 8 mL larutan KI 10 %.
8. Dititrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \pm 0,1 \text{ N}$ sampai warna kuning muda.
9. Ditambahkan 3 mL larutan amilum 1 %.
10. Titrasi dilanjutkan sampai warna biru tua tepat hilang.
11. Cara kerja no. 6 – 10 dilakukan sebanyak 2 kali.
12. Dihitung normalitas larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

$$\begin{aligned} \text{meq Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 &= \text{meq KIO}_3 \\ (V \times N) \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 &= (V \times N) \text{KIO}_3 \\ N \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 &= \frac{(V \times N) \text{KIO}_3}{V \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \end{aligned}$$

Keterangan :

- V = Volume (mL)
- N = Normalitas

Dari hasil percobaan diperoleh normalitas larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$:

$$\begin{aligned} (9,9 \times N) \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 &= (10 \times 0,104) \text{KIO}_3 \\ N \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 &= 0,105 \text{ N} \end{aligned}$$

F.4. Pembakuan Larutan NaOH $\pm 0,25$ N dengan Larutan Standar H₂C₂O₄ $\pm 0,25$ N

1. Dibuat larutan standar H₂C₂O₄ $\pm 0,25$ N dengan teliti sebanyak 100 mL.
2. Dibuat larutan NaOH $\pm 0,25$ N sebanyak 500 mL.
3. Larutan standar H₂C₂O₄ $\pm 0,25$ N dipipet sebanyak 10 mL dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer.
4. Diberi 2 tetes indikator phenolphthalein.
5. Dititrasi dengan larutan NaOH $\pm 0,25$ N sampai larutan berwarna merah muda.
6. Cara kerja no. 3 – 5 dilakukan sebanyak 2 kali.
7. Dihitung normalitas larutan NaOH

$$\begin{aligned} \text{meq NaOH} &= \text{meq H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \\ (V \times N) \text{ NaOH} &= (V \times N) \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \\ N \text{ NaOH} &= \frac{(V \times N) \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4}{V \text{ NaOH}} \end{aligned}$$

Keterangan :

- V = Volume (mL)
- N = Normalitas

Dari hasil percobaan diperoleh normalitas larutan NaOH :

$$\begin{aligned} (10,25 \times N) \text{ NaOH} &= (0,251 \times 10) \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \\ N \text{ NaOH} &= 0,245 \text{ N} \end{aligned}$$

LAMPIRAN G

PEMBUATAN LARUTAN

G.1. Larutan Standart $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \pm 0,1 \text{ N}$ sebanyak 100 mL

1. Asam Oksalat ditimbang sebanyak 0,6241 g menggunakan botol timbang dengan neraca analitis.
2. Hasil penimbangan dilarutkan dengan aquades dalam *beaker glass* (sampai volume kurang dari 100 mL).
3. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam labu ukur, ditambahkan aquades sampai volume larutan tepat 100 mL.
4. Labu dikocok hingga larutan tercampur merata.

G.2. Larutan Standar $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \pm 0,25 \text{ N}$ sebanyak 100 mL

1. Asam Oksalat ditimbang sebanyak 1,5831 g menggunakan botol timbang dengan neraca analitis.
2. Hasil penimbangan dilarutkan dengan aquades dalam *beaker glass* (sampai volume kurang dari 100 mL).
3. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam labu ukur, ditambahkan aquades sampai volume larutan tepat 100 mL.
4. Labu dikocok hingga larutan tercampur merata.

G.3. Larutan Standar $\text{KIO}_3 \pm 0,01 \text{ N}$ sebanyak 100 mL

1. Ditimbang 0,0372 g KIO_3 menggunakan botol timbang dengan neraca analitis.

2. Hasil penimbangan dimasukkan ke dalam beaker glass, lalu dilarutkan dengan sedikit aquades.
3. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur ditambahkan aquades sampai volume larutan tepat 100 mL.
4. Labu dikocok hingga larutan tercampur merata.

G.4. Larutan Standar $\text{KIO}_3 \pm 0,1 \text{ N}$ sebanyak 100 mL

1. Ditimbang 0,3709 g KIO_3 menggunakan botol timbang dengan neraca analitis.
2. Hasil penimbangan dimasukkan ke dalam beaker glass, lalu dilarutkan dengan sedikit aquades.
3. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur ditambahkan aquades sampai volume larutan tepat 100 mL.
4. Labu dikocok hingga larutan tercampur merata.

G.5. Larutan $\text{KOH} \pm 0,1 \text{ N}$ sebanyak 200 mL

1. KOH ditimbang sebanyak 1,1 g menggunakan kaca arloji dengan neraca kasar.
2. Hasil penimbangan dimasukkan ke dalam beaker glass dilarutkan dengan sedikit aquades.
3. Aquades ditambahkan hingga volume larutan 200 mL.
4. Larutan diaduk hingga tercampur merata.

G.6. Larutan NaOH \pm 0,25 N sebanyak 500 mL

1. NaOH ditimbang sebanyak 5,0 g menggunakan kaca arloji dengan neraca kasar.
2. Hasil penimbangan dimasukkan ke dalam beaker glass dilarutkan dengan sedikit aquades.
3. Aquades ditambahkan hingga volume larutan 500 mL.
4. Larutan diaduk hingga tercampur merata.

G.7. Larutan Na₂S₂O₃ \pm 0,01 N sebanyak 200 mL

1. Na₂S₂O₃ ditimbang sebanyak 0,5 g menggunakan kaca arloji dengan neraca kasar.
2. Hasil penimbangan dimasukkan ke dalam beaker glass dilarutkan dengan sedikit aquades.
3. Aquades ditambahkan hingga volume larutan 200 mL.
4. Larutan diaduk hingga tercampur merata.

G.8. Larutan Na₂S₂O₃ \pm 0,1 N sebanyak 500 mL

1. Na₂S₂O₃ ditimbang sebanyak 12,4 g menggunakan kaca arloji dengan neraca kasar.
2. Hasil penimbangan dimasukkan ke dalam beaker glass dilarutkan dengan sedikit aquades.
3. Aquades ditambahkan hingga volume larutan 500 mL.
4. Larutan diaduk hingga tercampur merata.

G.9. Larutan amilum 1% sebanyak 25 mL

1. Amilum ditimbang sebanyak 0,3 g menggunakan kaca arloji dengan neraca kasar.
2. Hasil penimbangan dimasukkan ke dalam beaker glass lalu dilarutkan dengan sedikit aquades.
3. Aquades ditambahkan hingga volume larutan 25 mL.
4. Larutan diaduk sambil dipanaskan hingga tercampur merata dan tampak jernih.

G.10. Larutan H₂SO₄ 2 N sebanyak 20 mL

1. H₂SO₄ pekat sebanyak 1,1 mL dimasukkan ke dalam beaker glass.
2. Kemudian ditambahkan aquades hingga volumenya mencapai 20 mL.
3. Larutan diaduk hingga tercampur merata.

G.11. Larutan KI 10 % sebanyak 50 mL

1. KI ditimbang sebanyak 5 g menggunakan kaca arloji dengan neraca kasar.
2. Hasil penimbangan dimasukkan ke dalam beaker glass dilarutkan dengan sedikit aquades.
3. Aquades ditambahkan hingga volume larutan 50 mL.
4. Larutan diaduk hingga tercampur merata.

G.12. Alkohol netral sebanyak 50 mL

1. Diambil 50 mL alkohol 95 % dengan gelas ukur dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer.

2. Kemudian ditambahkan 2 tetes indikator pp.
3. Selanjutnya dititrasi dengan larutan KOH \pm 0,1 N sampai bewarna merah muda.

G.13. Indikator pp sebanyak 10 mL

Dilarutkan 0,02 g pp kedalam 10 ml etanol 95 %.

G.14. Larutan NaOH 25 % sebanyak 150 mL

1. NaOH ditimbang sebanyak 50 g menggunakan kaca arloji dengan neraca kasar.
1. Hasil penimbangan dimasukkan ke dalam beaker glass dilarutkan dengan sedikit aquades.
2. Aquades ditambahkan hingga volume larutan 150 mL.
3. Larutan diaduk hingga tercampur merata.

G.15. Larutan HCl 0,1 N sebanyak 250 mL

1. HCl pekat dipipet sebanyak 2,1 mL menggunakan pipet volume.
2. Kemudian dimasukkan ke dalam beaker glass dilarutkan dengan sedikit aquades.
3. Aquades ditambahkan hingga volume larutan 250 mL.
4. Larutan diaduk hingga tercampur merata.

LAMPIRAN H

PENJABARAN PERSAMAAN

KINETIKA EKSTRAKSI

H.1. Persamaan Orde 1

$$\frac{dC_A}{dt} = k_L \cdot a [C_{Ae} - C_A] \quad (4.3)$$

dimana,

$k_L \cdot a$ = koefisien transfer massa volumetrik

Dengan kondisi batas :

- a. Pada saat awal ekstraksi ($t = 0$) belum ada astaxanthin yang terekstrak sehingga konsentrasi astaxanthin dalam larutan = 0
- b. Pada setiap saat t , konsentrasi astaxanthin dalam larutan = C_A

Integrasi persamaan (4.3) akan diperoleh :

$$\int_0^{C_A} \frac{dC_A}{[C_{Ae} - C_A]} = \int_0^t k_L \cdot a dt$$

$$-\ln [C_{Ae} - C_A]_0^{C_A} = k_L \cdot a \cdot t$$

$$\ln [C_{Ae} - C_A]_0^{C_A} = -k_L \cdot a \cdot t$$

$$\ln \frac{C_{Ae} - C_A}{C_{Ae}} = -k_L \cdot a \cdot t$$

$$\frac{C_{Ae} - C_A}{C_{Ae}} = \exp(-k_L \cdot a \cdot t)$$

$$C_{Ae} - C_A = C_{Ae} \cdot \exp(-k_L \cdot a \cdot t)$$

$$C_A = C_{Ae} [1 - \exp(-k_L \cdot a \cdot t)] \quad (4.4)$$

Persamaan (4.4) dikalikan dengan $\frac{V}{G_0}$ dimana,

V = volume larutan (L)

G_0 = berat kulit udang mula-mula (g)

sehingga menjadi :

$$Y = Y_e [1 - \exp(-k_L \cdot a \cdot t)] \quad (4.5)$$

H.2. Persamaan Orde 2

$$\frac{dC_A}{dt} = k [C_{Ae} - C_A]^2 \quad (4.7)$$

Dengan kondisi batas :

- Pada saat awal ekstraksi ($t = 0$) belum ada astaxanthin yang terekstrak sehingga konsentrasi astaxanthin dalam larutan = 0
- Pada setiap saat t , konsentrasi astaxanthin dalam larutan = C_A

Integrasi persamaan (4.7) akan diperoleh :

$$\frac{dC_A}{dt} = k [C_{Ae} - C_A]^2$$

$$\int_0^Y \frac{dC_A}{[C_{Ae} - C_A]^2} = \int_0^t k dt$$

$$\left[\frac{1}{C_{Ae} - C_A} \right]_0^{C_A} = k \cdot t$$

$$\frac{1}{C_{Ae} - C_A} - \frac{1}{C_{Ae}} = k \cdot t$$

$$\frac{C_{Ae} - (C_{Ae} - C_A)}{C_{Ae}(C_{Ae} - C_A)} = k.t$$

$$\frac{C_A}{C_{Ae}(C_{Ae} - C_A)} = k.t \quad (4.7.a)$$

$$C_A = C_{Ae}^2 \cdot k.t - C_{Ae} \cdot C_A \cdot k.t$$

$$C_A + C_{Ae} \cdot C_A \cdot k.t = C_{Ae}^2 \cdot k.t$$

$$C_A(1 + C_{Ae} \cdot k.t) = C_{Ae}^2 \cdot k.t$$

$$C_A = \frac{C_{Ae}^2 \cdot k.t}{(1 + C_{Ae} \cdot k.t)} \quad (4.8)$$

Persamaan (4.7.a) dikalikan dengan $\frac{V^2}{G_0}$ dimana,

V = volume larutan (L)

G_0 = berat kulit udang mula-mula (g)

sehingga menjadi :

$$\frac{C_A \frac{V^2}{G_0}}{C_{Ae}(C_{Ae} - C_A) \frac{V^2}{G_0}} = k.t$$

$$\frac{Y V}{Y_e(Y_e - Y)} = k.t$$

$$\frac{Y}{Y_e(Y_e - Y)} = \frac{k}{V} t$$

$$\frac{Y}{Y_e(Y_e - Y)} = k_A t, \text{ dengan } k_A = \frac{k}{v}$$

$$Y = Y_e(Y_e - Y) k_A t$$

$$Y = Y_e^2 k_A t - Y_e Y k_A t$$

$$Y + Y_e Y k_A t = Y_e^2 k_A t$$

$$Y(1 + Y_e k_A t) = Y_e^2 k_A t$$

$$Y = \frac{Y_e^2 k_A t}{(1 + Y_e k_A t)} \quad (4.9)$$

LAMPIRAN I

PENENTUAN DEGRADASI KAROTENOID

I.1. Cara Kerja

1. Diambil 300 mL minyak kelapa sawit kemudian dimasukkan ke dalam labu leher tiga.
2. Larutan dipanaskan menggunakan jaket pemanas yang dilengkapi dengan pengontrol suhu dan dijaga konstan pada suhu 70 °C.
3. Ditambahkan 50 g serbuk kulit udang dengan ukuran partikel 80/100 mesh dan diaduk dengan kecepatan konstan.
4. Setelah 180 menit (waktu kesetimbangan) campuran minyak dan serbuk kulit udang dipisahkan dengan cara disaring.
5. Kemudian serbuk kulit udang dicuci dengan etanol.
6. Serbuk kulit udang dibungkus dengan kertas saring dan dimasukkan ke dalam soxhlet.
7. Aceton sebanyak 250 mL dituangkan ke dalam labu (gambar D.2).
8. Labu dipanaskan dengan jaket pemanas pada suhu didih aseton (56,5 °C) sampai ekstraksi sempurna. Hal ini dapat diketahui dengan mengukur absorbansi karotenoid yang terlarut dalam campuran pelarut sampai konstan.
9. Langkah 1-8 diulangi dengan variasi suhu 80 °C dan 90 °C pada langkah no 2.

I.2. Perhitungan

Absorbansi (A) yang didapatkan dari pembacaan spektrofotometer sebesar 0,609. Dengan persamaan (D.1), didapatkan konsentrasi karotenoid (C) = 2,86

mg/L. Konsentrasi yang didapatkan dikalikan dengan faktor pengenceran 2 kali sehingga konsentrasi karotenoid yang dinyatakan dalam astaxanthin yang terdapat dalam larutan adalah 5,73 mg/L.

Massa karotenoid = konsentrasi karotenoid \times (volume sampel)

$$= 5,73 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,25 \text{ L} = 1,43 \text{ mg} = 1430 \mu\text{g}$$

$$\text{Yield karotenoid} = \frac{\text{massa karotenoid}}{\text{massa kulit udang}} \quad (\text{D.2})$$

$$= \frac{1430 \mu\text{g}}{50 \text{ g}} = 28,62 \mu\text{g/g}$$

Hasil perhitungan dapat dilihat pada tabel I.1.

Tabel I.1. Kadar karotenoid yang tertinggal dalam kulit udang sesudah diekstraksi pada suhu 70, 80 dan 90 °C

Suhu Ekstraksi (°C)	Absorbansi	Konsentrasi (mg astaxanthin/L)	Massa (mg astaxanthin)	Kadar karotenoid dalam kulit udang sesudah ekstraksi (μg astaxanthin / g kulit udang)
70	0,609	5,725	1,431	28,63
80	0,378	3,307	0,827	16,53
90	0,247	1,935	0,484	9,68

Tabel I.2. Kadar karotenoid dalam kulit udang sesudah diekstraksi

Kadar karotenoid dalam kulit udang mula-mula ($\mu\text{g/g}$)	Suhu Ekstraksi (°C)	Y_e ($\mu\text{g/g}$)	Kadar karotenoid dalam kulit udang sesudah ekstraksi ($\mu\text{g/g}$)
152,0419	70	131,743	28,63
	80	68,175	16,53
	90	58,127	9,68

Tabel I.3. Yield karotenoid pada kesetimbangan untuk percobaan tanpa pengambilan sampel setiap waktu dan dengan pengambilan sampel setiap waktu

Suhu Ekstraksi (°C)	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)	Massa (mg)	Y_e tanpa pengambilan sampel setiap waktu ($\mu\text{g/g}$)	Y_e dengan pengambilan sampel setiap waktu ($\mu\text{g/g}$)	Ralat (%)
70	0,562	22,380	6,714	134,281	131,743	1,927
80	0,317	11,507	3,452	69,044	68,175	1,276
90	0,281	9,900	2,973	59,459	58,127	2,29

Absorbansi (A) yang didapatkan dari pembacaan spektrofotometer sebesar 0,562. Dengan persamaan (D.1), didapatkan konsentrasi karotenoid (C) = 7,46 mg/L. Konsentrasi yang didapatkan dikalikan dengan faktor pengenceran 3 kali sehingga konsentrasi karotenoid yang dinyatakan dalam astaxanthin yang terdapat dalam larutan adalah 22,380 mg/L.

Massa karotenoid = konsentrasi karotenoid \times (volume sampel)

$$= 22,38 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,3 \text{ L} = 6,714 \text{ mg} = 6714 \mu\text{g}$$

$$\text{Yield karotenoid} = \frac{\text{massa karotenoid}}{\text{massa kulit udang}} \quad (\text{D.2})$$

$$= \frac{6714 \mu\text{g}}{50 \text{ g}} = 131,743 \mu\text{g/g}$$

