

ISOLASI KITIN DARI LIMBAH CANGKANG KEPITING BAKAU (*SCYLLA OLIVACEA*) DENGAN VARIASI KONSENTRASI NATRIUM HIDROKSIDA DAN SUHU PADA PROSES PEMBUATAN SERBUK KITIN

Siti Darmiyati¹, Drastinawati², Yusnimar²

¹Mahasiswa Jurusan Teknik Kimia S1, ²Dosen Jurusan Teknik Kimia,
Fakultas Teknik, Universitas Riau
Kampus Binawidya Km 12,5 Simpang Baru Panam, Pekanbaru 28293
E-mail: sitidarmiyati@gmail.com

ABSTRACT

Chitin is poly (2-acetamido-2-deoxy- β (1,4)-D-glucopyranose). Chitin can be isolated through several stages of chitin powder production, demineralization stage and bleaching stage. The purpose of this study is to learn the effect of concentration of sodium hydroxide and temperature in the process of chitin powder production, analyze chitin by using FTIR (Fourier Transform Infrared) spectrophotometer and determining moisture content, ash content and yield. The research procedure begins with crab shell waste size reduction into a powder size. The process of chitin powder production was carried out using concentration of NaOH variations (2.5%, 3.5% and 4.5%) and temperature (55°C, 65°C dan 75°C), the ratio of 1:10 (w/v) for 2 hours and stirring speed 150 rpm, then demineralization process using HCl 1.5 N, the ratio of 1:15 (w/v) for 1 hour and stirring speed 150 rpm, then bleaching process using 4% NaOCl, the ratio of 1:15 (w/v) for 1 hour. The results showed that the higher concentration of NaOH and temperature, the yield, the water content and the resulting ash content were lower at 4.5% NaOH concentration and 75°C at 15.54%, 4.13% and 0.5%. Based on the results of the obtained FTIR showed that the residue from isolation was chitin.

Keywords: bleaching, crab shells, demineralization, FTIR, chitin.

1. PENDAHULUAN

Kepiting merupakan komoditas ekspor yang bisa dijadikan sebagai bahan baku terbarukan. Pada umumnya kepiting Indonesia diekspor dalam bentuk dagingnya saja yang telah dipasteurisasi. Hasil samping berupa limbah hanya digunakan sebagai pakan ternak dan sebagian besar dibuang. Kandungan dari cangkang kepiting terdiri dari protein sebesar 15,6%-23,9%, mineral sebesar 53,7%-78,4%, sedangkan kitin sebesar 18,7%-32,2% (Focher *et al*, 1992). Seiring dengan kemajuan ilmu pengetahuan, pemanfaatan limbah cangkang kepiting agar memiliki nilai ekonomis yang tinggi dan daya guna adalah mengolahnya menjadi kitin.

Kitin merupakan poli (2-asetamido-2-deoksi- β -(1,4)-D-glukopiranos). Kitin merupakan biopolimer dalam berbagai

bidang dan industri, contohnya di bidang biokimia, enzimologi, obat-obatan, pertanian, pangan, mikrobiologi, industri membran, tekstil, kosmetik dan lain-lain (Suhartono, 2006). Salah satu contohnya dibidang biomedis adalah sebagai material penyembuhan luka dan sebagai benang operasi yang mempunyai keunggulan dapat diuraikan dan diserap dalam jaringan tubuh, tidak toksik, dapat disterilkan dan dapat disimpan dalam jangka waktu lama.

Proses dalam pembuatan kitin terbagi menjadi 3 tahap yaitu penghilangan protein (deproteinasi), penghilangan kandungan mineral (demineralisasi) dan pemutihan (*bleaching*) (Rochima, 2007).

Dalam proses isolasi kitin ini akan menentukan pengaruh variasi konsentrasi natrium hidroksida dan suhu pada proses isolasi serbuk kitin. Mengidentifikasi kitin

dari hasil proses isolasi dengan cara menganalisa gugus fungsi menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*). Menentukan rendemen, kadar air dan kadar abu pada kitin hasil isolasi.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Bahan dan Alat

2.1.1 Bahan

Bahan baku dalam penelitian ini diantaranya adalah limbah cangkang kepiting yang diperoleh dari restoran-restoran di kota Pekanbaru, Riau. Bahan pendukung berupa NaOH, HCl, akuades, dan NaOCl.

2.1.2 Alat

Peralatan utama yang digunakan berupa timbangan analitik, ayakan (50 mesh), *magnetic stirrer* (Dragon lab, China), gelas ukur 100 mL, labu ukur 100 mL dan 1000 mL dan kertas indikator pH. Sedangkan alat pendukung diantaranya adalah termometer raksa, oven, cawan porselin, batang pengaduk, corong, kertas saring *whatman*, pipet tetes, *aluminium foil*, dan statif.

Variabel Penelitian terdiri dari variabel tetap dan variabel berubah. Variabel tetap pada penelitian ini lama proses pembuatan serbuk kitin 2 jam, HCl 1,5 N untuk proses demineralisasi, Kecepatan pengadukan 150 rpm, lama proses demineralisasi dan *bleaching* 1 jam pada suhu 30°C, pengeringan pada suhu 105°C selama 4 jam.

Variabel berubah pada penelitian ini adalah variasi konsentrasi NaOH untuk proses pembuatan serbuk kitin: 2,5%, 3,5% dan 4,5% dan variasi suhu pada proses pembuatan serbuk kitin : 55°C, 65°C dan 75°C.

2.2 Prosedur Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan melalui beberapa proses tahapan diantaranya adalah persiapan bahan baku limbah cangkang kepiting, persiapan larutan yang akan digunakan selama penelitian, isolasi kitin dari limbah cangkang kepiting, analisa

rendemen, kadar air, kadar abu dan FTIR dari kitin yang dihasilkan.

2.2.1 Tahap Persiapan

Persiapan bahan baku diawali dengan membersihkan limbah cangkang kepiting menggunakan akuades hingga bersih. Kemudian sampel dijemur dibawah sinar matahari sampai cangkang kepiting benar-benar kering. Cangkang kepiting yang sudah kering diblender hingga halus kemudian diayak dengan ayakan 50 mesh. Sampel yang didapat kemudian diambil dan dilanjutkan untuk proses selanjutnya.

Tahap selanjutnya adalah persiapan larutan NaOH 2,5% dibuat dengan cara melarutkan 25 gram NaOH didalam labu takar 1000 ml dan ditambahkan aquades sampai tanda batas. Begitu juga untuk larutan NaOH 3,5 % dan 4,5 % dengan cara melarutkan 35 gram dan 45 gram NaOH didalam labu takar 1000 ml dan ditambahkan aquades sampai tanda batas. Untuk larutan HCl 1,5 N dibuat dengan cara mengencerkan larutan HCl 12 N sebanyak 125 ml kemudian dimasukkan kedalam labu takar 1000 ml dan ditambahkan aquades sampai tanda batas.

2.2.2 Tahap Penelitian

a. Proses Pembuatan Serbuk Kitin

Pembuatan serbuk kitin dilakukan dengan mereaksikan serbuk cangkang kepiting dengan NaOH 2,5 % dengan rasio berat cangkang kepiting dengan volume larutan 1:10 (b/v), kemudian campuran dipanaskan pada suhu 55°C selama 2 jam dengan pengadukan 150 rpm. Kemudian didinginkan dan disaring dengan kertas saring *whatman* untuk diambil residunya dan dicuci menggunakan aquades sampai pH netral. Endapan hasil penyaringan dikeringkan dalam oven pada suhu 105 °C selama 4 jam (perlakuan yang sama dilakukan dengan menggunakan NaOH 3,5% dan 4,5% pada suhu 65°C dan 75°C).

b. Proses Demineralisasi

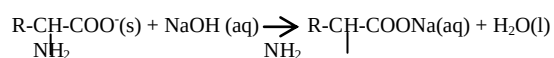
Proses demineralisasi dilakukan dengan mereaksikan serbuk cangkang kepiting hasil proses deproteinasi dengan HCl 1,5 N dengan rasio berat kulit kepiting

dengan volume larutan 1:15 (b/v) pada suhu 30°C selama 1 jam dengan pengadukan 150 rpm lalu kemudian disaring dengan kertas saring *whatman* untuk diambil residunya dan dicuci menggunakan akuades sampai pH netral. Endapan hasil penyaringan dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C selama 4 jam. Hasil demineralisasi di *bleaching* dengan menambahkan NaOCl 4 % dengan perbandingan 1 : 10 (b/v)..

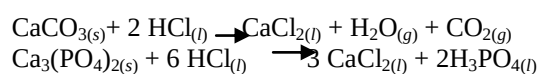
3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Hasil Isolasi Kitin

Isolasi kitin dari limbah cangkang kepiting bakau (*Scylla Olivacea*) melalui tiga tahapan yaitu pembuatan serbuk kitin, demineralisasi dan *bleaching*. Pada proses pembuatan serbuk kitin menghasilkan padatan kitin-mineral yang telah terbebas dari protein didalamnya. Ini ditandai dengan hasilnya yang berwarna merah muda pucat dikarenakan protein yang hilang. Reaksi proses pembuatan serbuk kitin dapat dilihat pada persamaan dibawah.



Pada proses demineralisasi menghasilkan padatan kitin yang terbebas dari mineral yang ditandai berwarna kuning kecoklatan. Mineral utama dalam cangkang kepiting bakau adalah CaCO_3 dan $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ dalam jumlah kecil dan lebih mudah dipisahkan dibandingkan dengan protein karena hanya terikat secara fisik (Marganov, 2003). Pada proses demineralisasi mengakibatkan kalsium karbonat dan kalsium fosfat bereaksi dengan asam klorida sehingga membentuk kalsium klorida, asam karbonat dan asam fosfat yang merupakan senyawa yang larut dengan air sedangkan residu yang tidak larut merupakan senyawa kitin. Reaksi pelarutan mineral yang terjadi dituliskan pada persamaan reaksi (1) dan (2).



Gambar 1. Kitin Hasil Demineralisasi

Selanjutnya tahap *bleaching* bertujuan untuk menghilangkan pigmen atau zat warna yang terdapat pada kitin. Menurut Fernandes (2004), kitin mengandung pigmen karotenoid yang sebagian besar dalam bentuk *astaxanthin*.

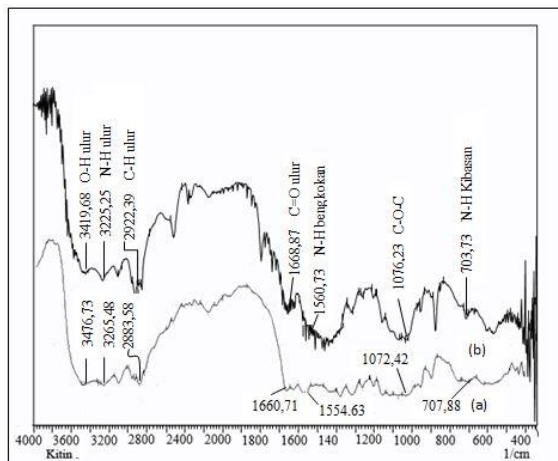


Gambar 2. Kitin Hasil Penelitian

Pada Gambar 2 dapat dilihat kitin yang dihasilkan setelah melalui proses *bleaching* yaitu berwarna putih. Perubahan warna ini disebabkan karena adanya pigmen karotenoid yang kembali berubah warna dan beberapa komponen yang terdapat didalam sampel limbah ebi seperti komponen *astacene*, *asthxantin*, *chataxanthin* dan *lutein* (Robert, 1992)

3.2 Hasil FTIR Kitin

Karakterisasi kimia kitin menggunakan analisa spektra FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus-gugus fungsional pembentuk suatu senyawa. Adapun gugus fungsional pembentuk dari kitin diantaranya adalah gugus OH, -C-O-, C-H₂, C-H₃, C=O dan N-H (Kusumaningsih *et al*, 2004).

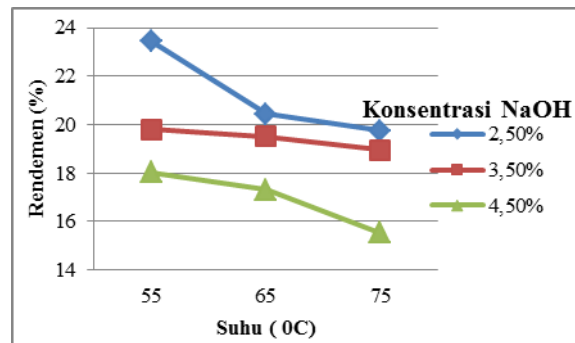


Gambar 3. Analisa FTIR

Spektrum FTIR kitin standar dan kitin hasil penelitian memberikan pola serapan yang mirip. Serapan pada daerah $3419,68 \text{ cm}^{-1}$ yang menandakan gugus OH . Pita serapan pada daerah $3225,25 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan N-H pada amida (NHCOCH_3) dan serapan ini diperkuat dengan munculnya serapan di daerah $1560,73 \text{ cm}^{-1}$. Pita serapan pada daerah $2922,39 \text{ cm}^{-1}$ merupakan karakteristik dari vibrasi ulur C-H alifatik. Daerah dengan bilangan gelombang $1668,87 \text{ cm}^{-1}$ adalah vibrasi ulur C=O. vibrasi untuk bengkokan N-H muncul pada bilangan gelombang $1560,73 \text{ cm}^{-1}$. Kemudian adanya serapan CH_3 pada $1416,58 \text{ cm}^{-1}$. Adanya pita serapan pada daerah $1076,23 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi C-O-C. Adanya pita serapan pada daerah $703,73 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi N-H kibasan. Serapan-serapan yang muncul menunjukkan bahwa residu hasil isolasi merupakan kitin.

3.3 Rendemen

Rendemen merupakan salah satu parameter yang paling penting untuk mengetahui nilai ekonomis dan efektifitas suatu proses produk atau bahan. Semakin besar rendemen maka semakin tinggi pula nilai efektifitas produk.

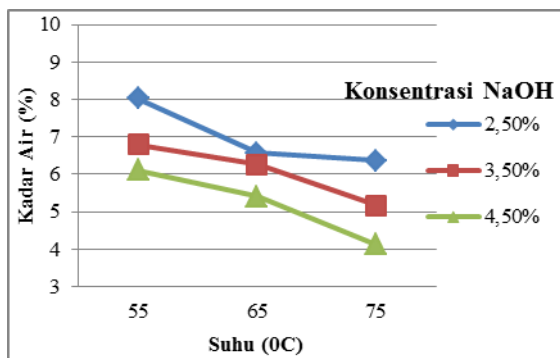


Gambar 4. Pengaruh Suhu dan Konsentrasi NaOH Terhadap Rendemen Kitin

Gambar 4. menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi NaOH dan suhu pada proses pembuatan serbuk kitin maka rendemen kitin yang dihasilkan semakin menurun. Rerata rendemen kitin yang diperoleh pada perlakuan antara 15,54% – 23,44%. Hal ini karena semakin banyak protein yang hilang selama perlakuan, sehingga semakin tinggi suhu maka daya tarik menarik antara molekul-molekul air semakin rendah. Molekul air ini dengan gugus polar molekul protein selanjutnya membentuk ikatan hidrogen sehingga protein menjadi larut. Semakin tinggi suhu maka semakin banyak protein yang larut yang dapat dihilangkan tetapi dapat menurunkan rendemen yang dihasilkan.

3.4 Kadar Air

Kadar air merupakan salah satu parameter penting dalam menentukan mutu kitin, kadar air yang rendah dapat menekan atau mengurangi kerusakan pada kitin, misalnya terhindar dari adanya aktivitas mikroorganisme akibat kelembaban. Hasil analisa kadar air cangkang kepiting bakau kering adalah 10,6%. Perlakuan kadar air pada berbagai suhu dan konsentrasi pembuatan serbuk kitin dapat dilihat pada Gambar 5.

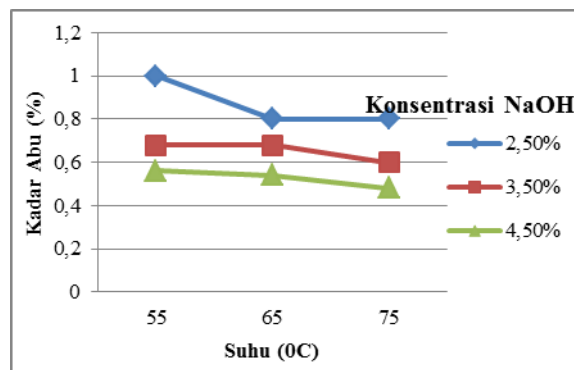


Gambar 5. Pengaruh Suhu dan Konsentrasi NaOH Terhadap Kadar Air Kitin

Gambar 5 menunjukkan hasil pengamatan kadar air kitin antara 4,13% - 8,03 %. Hal ini menunjukkan bahwa kitin yang dihasilkan telah memenuhi standar mutu kadar air yang telah ditetapkan yaitu $\leq 10\%$. Penurunan kadar air disebabkan karena penggunaan NaOH pada proses pembuatan serbuk kitin menyebabkan perubahan sifat fisik dinding sel yaitu terjadinya pelunakan dinding sel. Pelunakan dinding sel ini akan meningkatkan permeabilitas dinding sel sehingga mempermudah keluarnya air dari dalam dinding sel dan juga membantu proses pengeringan. Semakin tinggi konsentrasi NaOH dan suhu maka semakin banyak air yang keluar dan dalam proses pembuatan kitin kadar air banyak dipengaruhi oleh proses pengeringan.

3.5 Kadar abu

Abu adalah residu anorganik dari pembakaran komponen organik sedangkan mineral merupakan komponen penyusun abu yang terdapat dalam proporsi yang berbeda-beda tergantung jenis bahan organiknya. Hasil analisa kadar abu cangkang kepiting bakau kering adalah 56,67%. Sedangkan hasil pengamatan kadar abu kitin antara 0,48% - 1 %. Hal ini menunjukkan bahwa kitin yang dihasilkan telah memenuhi standar mutu kadar abu yang telah ditetapkan yaitu $\leq 10\%$. Penurunan kadar abu yang cukup besar ini terjadi karena proses demineralisasi. Perlakuan kadar abu pada berbagai suhu dan konsentrasi pembuatan serbuk kitin dapat dilihat pada Gambar 6.



Gambar 6. Pengaruh Suhu dan Konsentrasi NaOH Terhadap Kadar Abu Kitin

Dari Gambar 4.9 dapat dilihat bahwa semakin tinggi konsentrasi NaOH maka kadar abu yang diperoleh cenderung makin turun. Penghilangan mineral dipengaruhi oleh proses pengadukan selama proses demineralisasi dan konsentrasi HCl yang digunakan. Semakin tinggi konsentrasi HCl yang digunakan maka mineral-mineral yang terlarut semakin banyak sehingga dapat menurunkan kadar abu yang dihasilkan. Mineral yang terlepas dari sampel akan berikatan dengan pelarut dapat terbangun dan larut bersama air (Angka dan Suhartono, 2000).

4. KESIMPULAN

Semakin tinggi konsentrasi natrium hidroksida dan suhu maka rendemen, kadar air dan kadar abu semakin rendah yaitu pada konsentrasi NaOH 4,5% dan suhu 75⁰C sebesar 15,54%, 4,13% dan 0,48%. Berdasarkan hasil analisa dengan spektrofotometer FTIR dan dibandingkan pada kitin standar diperoleh serapan-serapan relatif sama yang menunjukkan residu hasil isolasi adalah kitin.

DAFTAR PUSTAKA

- Fernandez, O. 2004. Physicochemical and Functional Properties of Crawfish Chitosan as Affected by Different Processing Protocols. *Thesis*. Seoul National University. Seoul.
- Focher, B., A. Naggi. G., Tarri. A. Cossami. 1992. Structural Differences Between Chitin Polymorphs and Their Precipitates From Solution Evidence From CP-MASS BrC-

- NMR, FT-IR and FT-Rahman Spectroscopy. *Charbohidrat Polymer*. Kusumaningsih, T., Masykur, A dan Arief, U. 2004. Pembuatan Kitosan dari Kitin Cangkang Bekicot. *Biofarmasi*. 2 : 64-68.
- Marganof. 2003. *Potensi Limbah Udang sebagai Penyerap Logam Berat (Timbal, Kadmium dan Tembaga) di Perairan*. Program Pasca Sarjana (S3), Institut Pertanian Bogor.
- Robert, G. 1992. *Chitin Chemistry*. United Kingdom : The Macmillan Press.
- Suhartono, M.T. 2006. *Pemanfaatan Kitin, kitosan, kitooligosakarida*. Pusat antar Universitas Bioteknologi, IPB. Foodreview 1 (6): 30-33