

**PENGARUH KECEPATAN PENGADUKAN DAN WAKTU  
PROSES DEASETILASI KITIN DARI CANGKANG KEPITING  
(*Portunus pelagicus*) TERHADAP KARAKTERISTIK KITOSAN**

**M. Frendy Ardiansyah<sup>1</sup>, Drastinawati<sup>2</sup>, Yusnimar<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Mahasiswa Jurusan Teknik Kimia S1, <sup>2</sup>Dosen Jurusan Teknik Kimia

Fakultas Teknik, Universitas Riau

Kampus Binawidya, Jl. HR. Subrantas KM 12,5 Pekanbaru 28293

mfrendyardiansyah@yahoo.co.id

***ABSTRACT***

*Chitosan synthesized from chitin that isolated from crab shell wastes (*Portunus pelagicus*). Chitosan synthesized from Chitin that isolated from crab shell wastes (*Portunus pelagicus*) by deacetylation process. The purpose of this research to study the effect of the time reaction of the stirring speed in the deacetylation process. Crab Shell in the puree with a size 100 mesh. Chitin in the crab shell powder are in isolation by process deproteination and demineralization. Chitin which has been synthesized and then transformed into chitosan by deacetylation process with NaOH 60%, the mass ratio chitin and NaOH 60% volume 1 : 20 (w/v), at 120 °C, stirring speed 50 rpm, 100 rpm, 200 rpm, and time reaction 60 minutes, 120 minutes, 180 minutes. The results showed that the degree of deacetylation and moisture content are increased during reaction time and speed stirring increasing. The Value of yield, moisture content, and degree of deacetylation respectively ranged from 53,6%-83%, 18%-70%, 36%-70%. Chitosan with the highest value of degree of deacetylation is obtained in the reaction time of 180 minutes and stirring speed of 200 rpm with the value of degree of deacetylation is 83%, the value of yield is 69%, the moisture content is 70%, and the ash content is 10,9%.*

**Keywords:** Chitin, Chitosan, Deacetylation Process, Degree of Deacetylation, Crab Shell, Characterization.

**1. PENDAHULUAN**

Cangkang kepiting yang merupakan sisa dari produk olahan kepiting, belum dimanfaatkan secara maksimal. Selama ini cangkang kepiting hanya berakhir sebagai sisa yang tidak dapat dimanfaatkan lagi. Menurut Ditjen Perikanan Budidaya KKP (2012), pada tahun 2008 saja, produksi kepiting di Indonesia sebesar 7.642 ton dengan kenaikan

rata-rata sebesar 21,13% dari 2008 hingga 2012. Produk olahan ini merupakan kepiting yang sudah dipisahkan dari cangkang dan kulitnya. Cangkang kepiting yang tidak terpakai ini akan menumpuk begitu saja. Oleh karena itu perlu adanya pemanfaatan dari cangkang kepiting sehingga dapat meningkatkan nilai ekonomis dari cangkang kepiting itu sendiri. Menurut Srijanto (2004), cangkang kepiting secara komposisi senyawa mengandung 30-40% protein, 30-50% mineral, dan 20-30% kitin. Kitin yang terkandung pada cangkang kepiting dapat dikonversi menjadi kitosan yang memiliki nilai ekonomis tinggi (Saputro, dkk., 2009).

Kitosan merupakan turunan dari kitin dengan struktur [ $\beta$ -(1,4)-2-amino-2-deoksi-Dglukosa) dengan rumus molekul  $(C_6H_{11}NO_4)_n$  (Sugita dkk., 2009). Kitosan berbentuk padatan amorf berwarna putih dengan struktur kristal tetap dari bentuk awal kitin murni. Sifat biologi kitosan yang menguntungkan yaitu alami, *biodegradable* atau mudah diuraikan oleh mikroba, *biokompatibel* yang artinya sebagai polimer alami sifatnya

tidak mempunyai efek samping dan non-toksik (Muzzarelli, 1996). Kitosan memiliki banyak manfaat diantaranya sebagai antimikroba, antijamur, dan pembuatan benang bedah yang akan menyatu dengan tubuh juga diterapkan di dalam bidang kedokteran (Sugita dkk., 2009).

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah untuk mempelajari pengaruh waktu proses dan kecepatan pengadukan pada tahapan proses deasetilasi kitin terhadap derajat deasetilasi kitosan yang dihasilkan serta melakukan karakterisasi kitosaan yang meliputi kadar air, kadar abu, persentase rendemen, persentase derajat deasetilasi, dan FTIR.

## 2. METODE PENELITIAN

### 2.1 Bahan Baku

Bahan yang akan digunakan pada penelitian ini adalah cangkang kepiting yang sudah dibersihkan dan dikeringkan kemudian digiling menjadi serbuk cangkang, air bersih, *aquadest*, NaOH (*Merck*, Jerman), dan HCl (*Merck*, Jerman).

## 2.2 Peralatan yang digunakan

Alat utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*, ayakan (100 mesh), *Impeller*, *hot plate*, *heidolph*, *beaker glass*, gelas ukur 100 mL, labu ukur (*Merck Pyrex*, 100 mL), corong, erlenmeyer, kertas indikator pH, termometer, oven, *furnace*, cawan porselin, batang pengaduk, corong, kertas saring *whatman 42*, pipet ukur (*Merck Iwaki*) dan *aluminium foil*.

## 2.3 Prosedur Penelitian

Pada tahap persiapan serbuk cangkang, cangkang kepiting dicuci dan dibersihkan dengan air bersih dari sisa-sisa daging yang masih menempel pada cangkang dengan menggunakan sikat. Kemudian cangkang dibilas dengan air bersih dan dijemur di bawah terik matahari sampai kering. Setelah cangkang kepiting kering, kemudian dilakukan penggerusan hingga cangkang menjadi serbuk cangkang kepiting yang lolos ayakan 100 mesh.

Proses selanjutnya adalah isolasi kitin dari serbuk cangkang kepiting yang dilakukan melalui proses deproteinasi menggunakan

larutan NaOH 3% dengan perbandingan 1: 10 pada temperatur 65°C selama 1 jam, lalu disaring dengan kertas saring *whatman 42* dan dicuci dengan menggunakan aquades hingga pH netral. Kemudian dikeringkan dengan menggunakan oven. Kitin hasil deproteinasi selanjutnya dilakukan proses demineralisasi menggunakan HCl 1 M dengan perbandingan 1 : 15. Pada temperatur 30°C selama 3 jam, serbuk kitin disaring menggunakan kertas saring *whatman 42* dan dicuci dengan menggunakan akuades hingga pH netral dan dikeringkan menggunakan oven hingga kering.

Pada proses deasetilasi kitin menjadi kitosan, digunakan larutan NaOH 60% dengan rasio berat sampel dengan larutan NaOH 60% yaitu 1 : 20. Suhu proses yang digunakan yaitu 120°C dengan variasi waktu proses deasetilasi selama 60 menit, 120 menit, dan 180 menit. Pada proses ini dilakukan dengan menggunakan pengadukan dengan kecepatan 50 rpm, 100 rpm, dan 200 rpm. Kitosan yang terbentuk disaring dengan menggunakan kertas saring *whatman* dan dicuci dengan menggunakan

aquades hingga pH netral. Kemudian kitosan dikeringkan menggunakan oven hingga kering.

## 2.4 Pengujian Karakteristik Kitosan

Pengujian Karakteristik kitosan yang dihasilkan meliputi pengujian kadar air, kadar abu, persentase rendemen, persentase derajat deasetilasi, dan FTIR.

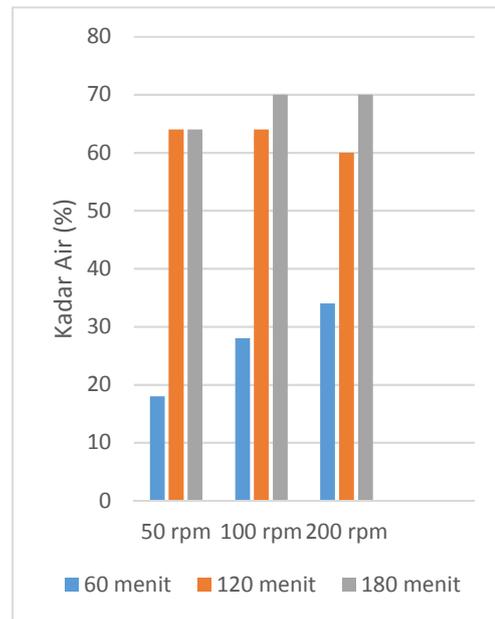
## 3. Hasil dan Pembahasan

Tabel 1 menunjukkan pengaruh waktu proses dan kecepatan pengadukan pada tahapan deasetilasi kitin terhadap rendemen kitosan yang dihasilkan.

**Tabel 1.** Persentase Rendemen Kitosan

Kecepatan Pengadukan	Persentase Rendemen		
	60 menit	120 menit	180 menit
50 rpm	52%	68%	70%
100 rpm	52,6%	56,8%	68%
200 rpm	36%	46,2%	68,8%

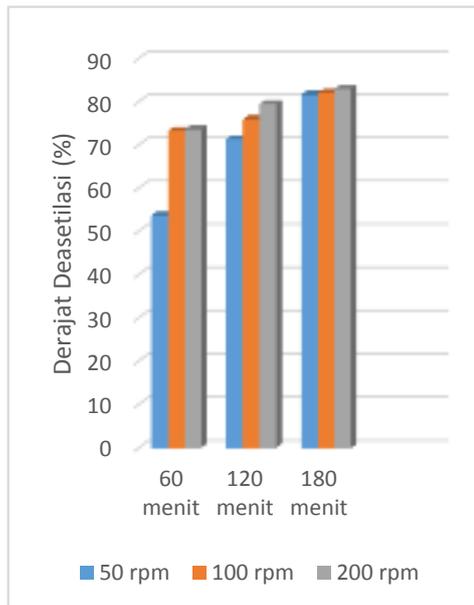
Pengaruh waktu proses dan kecepatan pengadukan pada proses deasetilasi kitin menjadi kitosan dapat dilihat pada gambar 1 berikut.



**Gambar 1.** Grafik Persentase Kadar Air Kitosan pada Setiap Perlakuan

Berdasarkan gambar 1 terlihat bahwa kadar air kitosan yang dihasilkan masih tergolong tinggi. Hal ini dikarenakan senyawa kitosan mempunyai gugus amina aktif yang dapat berikatan dengan molekul air melalui ikatan hidrogen sehingga tingkat kadar air kitosan yang dihasilkan menjadi tinggi.

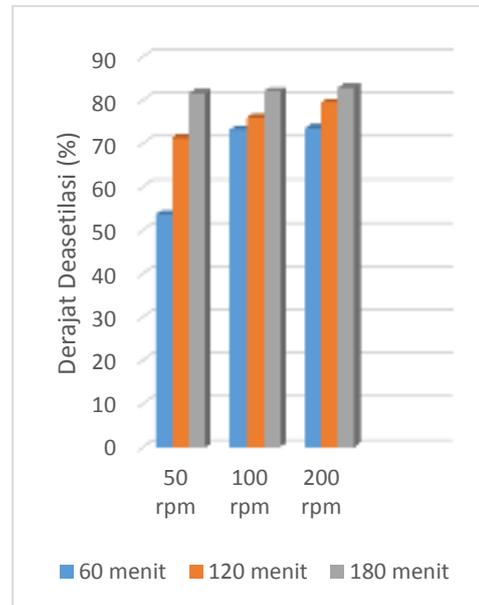
Pengaruh waktu proses terhadap persentase derajat deasetilasi kitosan yang dihasilkan dapat dilihat pada gambar 2 berikut.



**Gambar 2.** Grafik Pengaruh Waktu Proses Terhadap Persentase Derajat Deasetilasi Kitosan

Berdasarkan gambar 2 terlihat bahwa semakin lama waktu proses deasetilasi, maka semakin tinggi pula persentase derajat deasetilasi kitosan yang dihasilkan. Hal ini disebabkan karena semakin lama senyawa kitin yang direaksikan dengan basa kuat NaOH 60% pada tahap deasetilasi, maka semakin banyak pula gugus asetil yang dapat dieliminasi pada tahap tersebut, sehingga persentase derajat deasetilasinya semakin besar.

Pengaruh Kecepatan pengadukan terhadap persentase derajat deasetilasi kitosan yang dihasilkan dapat dilihat pada gambar 3 berikut.



**Gambar 3.** Grafik Pengaruh Kecepatan Pengadukan Terhadap Persentase Derajat Deasetilasi Kitosan

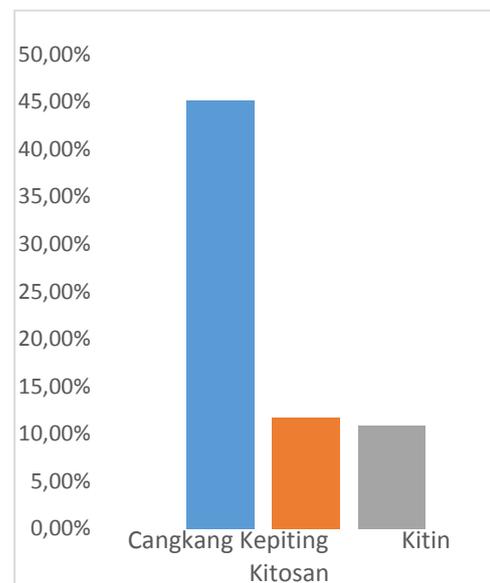
Berdasarkan gambar 3 terlihat bahwa semakin tinggi kecepatan pengadukan yang digunakan saat tahap deasetilasi senyawa kitin, maka persentase derajat deasetilasi produk kitosan yang dihasilkan akan meningkat pula. Hal ini dikarenakan kecepatan pengadukan berguna untuk mencegah serbuk kitin yang direaksikan mengendap pada dasar reaktor seiring waktu proses sehingga dapat menyebabkan proses pelepasan gugus asetil oleh adisi molekul NaOH menjadi tidak efektif. Kitosan dengan lama proses 60 menit, memiliki persentase derajat deasetilasi sebesar

53,6 % untuk kecepatan pengadukan 50 rpm, kemudian saat kecepatan *impeller* dinaikkan menjadi 100 rpm dengan waktu proses yang sama, persentase derajat deasetilasi kitosan meningkat menjadi 73,2% atau naik sebesar 19,6%, sedangkan pada kecepatan pengadukan maksimum yaitu 200 rpm dengan lama proses yang sama, persentase derajat deasetilasi kitosan menjadi 73,5% atau hanya naik sebesar 0,3%. Hal ini menunjukkan kecepatan pengadukan yang optimum pada waktu proses selama 60 menit yaitu pada kecepatan pengadukan 100 rpm karena pada kecepatan tersebut nilai derajat deasetilasi kitosan yang dihasilkan mengalami peningkatan yang signifikan yaitu 16,2% dari kecepatan pengadukan sebelumnya yaitu 50 rpm. Meskipun persentase derajat deasetilasi tertinggi untuk waktu proses deasetilasi selama 60 menit yaitu pada kecepatan pengadukan 200 rpm.

Kitosan dengan waktu proses selama 120 menit, memiliki persentase derajat deasetilasi sebesar 71,3% pada kecepatan pengadukan 50 rpm dan mengalami peningkatan

menjadi 75,88% saat kecepatan pengadukan dinaikkan menjadi 100 rpm, dan pada kecepatan maksimum, yaitu 200 rpm, persentase derajat deasetilasi meningkat menjadi 79,4%. Begitupula dengan kitosan untuk perlakuan selama 180 menit dengan kecepatan pengadukan 50 rpm awalnya memiliki persentase derajat deasetilasi sebesar 81,56%, lalu saat kecepatan *impeller* dinaikkan menjadi 100 rpm, nilai derajat deasetilasi meningkat menjadi 82%, dan pada kecepatan maksimum sebesar 200 rpm nilainya meningkat menjadi 83%.

Analisa kadar abu dapat dilihat pada gambar 4 berikut.



**Gambar 4.** Perbandingan Kadar Abu Cangkang Kepiting, Kitin, dan

Kitosan Perlakuan 180 Menit, 200 rpm.

Berdasarkan gambar 4 terlihat kadar abu serbuk cangkang kepiting yang belum diolah masih tinggi yaitu 45%. Hal ini dikarenakan pada cangkang kepiting terdapat komponen senyawa mineral kalsium karbonat dan kalsium fosfat yang tinggi. Hal itu dapat dilihat dari proses demineralisasi cangkang kepiting dengan penambahan HCl menimbulkan gelembung udara (CO<sub>2</sub>) yang cukup banyak. Kemudian pada sampel kitin diketahui kadar abunya sebesar 11,7%. Karena selama prosesnya sampel kitin melalui tahap penghilangan mineral, sehingga komponen senyawa anorganiknya berkurang. Sedangkan pada sampel kitosan diketahui kadar abunya sebesar 11%. Artinya sampel kitosan memiliki kadar abu yang lebih kecil daripada sampel kitinnya. Hal ini kemungkinan karena pada proses deasetilasi, sejumlah kecil komponen protein yang mengikat mineral Ca ikut larut, sehingga komponen senyawa anorganiknya menjadi semakin berkurang.

Berdasarkan hasil penelitian, nilai kadar abu kitosan hasil penelitian sangat tinggi dan masih jauh dari baku mutu standar produk kitosan yaitu harus dibawah 5%. Besarnya kadar abu memperlihatkan proses demineralisasi yang kurang sempurna dan mineral-mineral pada serbuk cangkang kepiting belum semuanya hilang. Faktor lama waktu pengadukan dan konsentrasi pelarut merupakan faktor yang mempengaruhi efektifitas kadar abu (Adiarto dkk, 2010).

#### **4. Kesimpulan**

Senyawa Kitosan dapat disintesis dari bahan baku cangkang kepiting (*Portunus pelagicus*). Waktu proses pada tahapan deasetilasi memberikan pengaruh terhadap karakteristik kitosan yang dihasilkan. Peningkatan waktu proses dapat menyebabkan meningkatnya persentase derajat deasetilasi dan tingkat kadar air kitosan yang disintesis. Selain itu kecepatan pengadukan yang digunakan pada saat tahapan deasetilasi juga memiliki pengaruh terhadap karakteristik kitosan yang dihasilkan. Peningkatan kecepatan pengadukan yang

digunakan dapat meningkatkan persentase derajat deasetilasi dan tingkat kadar air kitosan yang disintesis.

Kitosan dengan persentase derajat deasetilasi tertinggi yaitu sebesar 83% diperoleh pada perlakuan dengan waktu proses selama 180 menit dan kecepatan pengadukan 200 rpm. Selain itu tingkat kadar air tertinggi juga dimiliki kitosan dengan perlakuan waktu proses deasetilasi selama 180 menit dan kecepatan pengadukan 200 rpm yaitu sebesar 70%. Sedangkan persentase rendemen kitosan yang paling tinggi yaitu pada perlakuan waktu proses selama 180 menit dan kecepatan pengadukan 50 rpm yaitu sebesar 70%.

Berdasarkan hasil analisis kadar abu, diketahui kandungan mineral Ca pada cangkang kepiting sebesar 45,2%. Setelah melalui tahap penghilangan mineral, diperoleh senyawa kitin dengan kandungan mineral Ca yang masih tersisa sebesar 11,7%. Sedangkan kandungan mineral Ca pada senyawa kitosan dengan hasil terbaik yaitu sebesar 10,9%.

## Daftar Pustaka

- Adiarto, T., S. Emma, N. Soeseno. 2010. Sintesis Kitosan, Poli (2-amino-2-deoksi-D-Glukosa), Skala *Pilot Project* dari Limbah Kulit Udang sebagai Bahan Baku Alternatif Pembuatan Biopolimer. ISSN 1693-4393.
- Alexander, O. 2016. Konversi Kitin menjadi Kitosan dari Limbah Industri Ebi. *Jom Fteknik* 3(2).UNRI. Pekanbaru.
- Badan Standarisasi Nasional. 2013. Kitosan- Syarat Mutu dan Pengolahan. SNI. 7949-2013. BSN. Jakarta.
- Badan Standarisasi Nasional. 2006a. Penentuan Kadar Abu Produk Perikanan. SNI 01-2354.1-2006. BSN. Jakarta.
- Baxter, A. Dillon, M., Taylor, K.D.A, dan Robert, G.A.F. 1992. *Improved Method for i.r determination of the degree of N-Acylation of Chitosan. International Journal of Biological Macromolecules*.14. 166-169.
- Champagne, 2002. L. M., 2002. *The Syntesis of water soluble n-acyl chitosan derivatives for characterization as antibacterial agents. Dissertation. B.S. Xavier University of Louisiana*

- Ditjen Perikanan Budidaya KKP. 2012. Statistik Perikanan dan Kelautan Tahun 2012. Jakarta : Badan Pusat Statistik.
- Fernandez-Kim, S. -O., 2004. *Physicochemical and Functional Properties of Crawfish Chitosan as Affected by Different Processing Protocols. A Thesis in Department of Food Science. Seoul National University.* Seoul.
- Geankoplis, C. J. 1997. *Transport Processes and Unit Operations. Prentice-Hall International Edition 3.*
- Harianingsih. 2010. Pemanfaatan Limbah Cangkang Kepiting Menjadi Kitosan Sebagai Bahan Pelapis (Coater) Buah Stroberi. Tesis. Program Magister Teknik Kimia. Universitas Diponegoro.
- Hermanto, D. T. 2004. Studi Pertubuhan dan Beberapa Aspek Reproduksi Rajungan (*P. Pelagicus*) di Perairan Mayangan, Kabupaten Subang, Jawa Barat. Skripsi. Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Honarkar, H. dan Barikani, M. 2009. *Applications of Biopolymers I: Chitosan, Published Online : Springer Verlag.*
- Jia, Z. 2002. *Effect of Reaction Temperature and Reaction Time on the Preparation of Low-molecular-weight Chitosan Using H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>.* *Carbohydr Polym* 49.
- Liu, D., Y. Wei., P. Yao., L. Jiang. 2006. *Determination of the Degree of Acetylation of Chytosan by UV Spectrophotometry Using Dual Standards.* *Carbohydrate Research.* 341(6).
- Muzzarelli, R. A. 1996. *Chitosan-based dietary foods.* *Carbohydrate Polymers.*
- No. H., Lee, dan Mayers S. P. 2000. *Corelation Between Physicochemical Characteristics and Binding Capacities on Chitosan Product.* *Journal of Food Science.* Vol 65 no 7.1134-1137.
- Nontji A. 1993. Kepiting dan Kerabatnya di dalam Laut Nusantara. Penebar Djambatan. Jakarta.
- Pamungkas, F. H. 2015. Preparasi Kitosan dari Limbah Kulit Udang Vannamei (*Litopenaeus vannamei*) dan Optimasi Aplikasinya Sebagai Antimikroba. Skripsi. UNS. Semarang.
- Prianto, E. 2007. Peran Kepiting Sebagai Spesies Kunci (*Keystone Species*) pada Ekosistem *Mangrove*. Prosiding Forum Perairan Umum Indonesia IV. Balai

- Riset Perikanan Perairan Umum. Banyuasin.
- Saputro, A. N. C. 2009. Pengaruh Metode Isolasi Terhadap Sifat Karakterisasi Kitosan. Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia. ISBN : 979-498-467-1.
- Sugita, P., T. Wukirsari., A. Sjahriza dan D. Wahyono. 2009. Kitosan : Sumber Biomaterial Masa Depan. Bogor : Penerbit IPB Press.
- Suharjo dan Harini. 2005. Ekstraksi Chitosan dar Cangkang Udang Windu (*Penaeus sp.*) secara fisika-Kimia (Kajian Berdasarkan Ukuran Partikel Tepung Chitin dan Konsentrasi NaOH). Skripsi. UMM. Malang
- Sukma, S., Masruri, Suratmo. 2014. Kitosan dari Rajungan Lokal *Portunus Pelagicus* asal Probolinggo, Indonesia.
- Sulistiyoningrum, R. S., J. Suprijanto dan A. Sabdono. 2013. Aktivitas Anti Bakteri Kitosan dari Cangkang Kerang Simping Pada Kondisi Lingkungan yang Berbeda: Kajian Pemanfaatan Limbah Kerang Simping (*Amusium Sp.*). *Journal of Marine Research*.
- Suryakomara, A. 2013. Keragaman Reproduksi Rajungan (*Portunus Pelagicus*) di perairan lampung timur. IPB. Bogor.
- Wahyuni, A. Ridhay, dan Nurakhirawati. 2016. Pengaruh Waktu Proses Deasetilasi Kitin dari Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*) Terhadap Derajat Deasetilasi. *Kovalen Jurnal Riset Kimia*. ISSN 2477-5398.
- Weska, R. F. dan J. M. Moura. 2007. *Optimization of Deacetylation in the Production of Chitosan from Shrimp Wastes : Use of Response Surface Methodology*. *Journal of Food Engineering*. 80 (3).
- Zahiruddin, W., Ariesta, A., dan Salamah, E., 2008. Karakteristik Mutu dan Kelarutan Kitosan dari Ampas Silase Kepala Udang Windu (*Panaeus monodon*) *Buletin Teknologi Hasil Perikanan*, 11 (2).