

SINTESIS KITOSAN DARI LIMBAH CANGKANG KEPITING DENGAN VARIASI SUHU DAN WAKTU PADA PROSES DEASETILASI

Rusma Yanti¹, Drastinawati², Yusnimar²

¹Mahasiswa Jurusan Teknik Kimia S1, ²Dosen Jurusan Teknik Kimia

Fakultas Teknik, Universitas Riau

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

Rusma.yanti2933@student.unri.ac.id

ABSTRACT

Chitosan is a biopolymer produced from the chitin deacetylation process that is widely present in the outer skin of crustacean animals such as shrimp and crabs. This study aims to determine the effect of temperature and reaction time on the deacetylation process and chitosan characterization analysis (yield, moisture content, ash content, and deacetylation degree). Crab shell crab with size of 100 mesh. The chitin found in the crab shell powder was isolated by deproteinization and demineralization processes. The resulting chitin is then transformed into chitosan by deacetylation process under operating conditions at 100 °C, 110 °C and 120 °C, 50% NaOH concentration, chitin mass ratio and NaOH volume 1:20 (b / v), stirring rate 150 rpm, and reaction time of 1 hour, 2 hours and 3 hours. The results showed that the higher the temperature and the duration of reaction time caused an increase in the degree of deacetylation and a decrease in yield and ash content, while the water content had no effect. Chitosan obtained has a yield of 38.14 - 60.36%, moisture content of 1.78 - 3.57%, ash content 0.75-1.75% and deacetylation degree 72,47 – 86,75%.

Keywords: biopolymer, chitin, chitosan, deacetylation, deacetylation degree

1. Pendahuluan

Indonesia merupakan Negara yang mempunyai sumber daya alam yang melimpah. Salah satu potensi kekayaan sumber daya alam adalah dibidang perikanan yang berasal dari hasil tangkapan laut, seperti dari kelas *crustacea* yaitu jenis udang, rajungan dan kepiting (Younes dan Rinaudo, 2015).

Kepiting merupakan olahan makanan yang banyak digemari dikalangan masyarakat sehingga dapat menghasilkan limbah cangkang yang tidak diolah secara optimal yang dapat menimbulkan pencemaran lingkungan disekitar tempat pembuangan limbah. Salah satu alternatif upaya pemanfaatan limbah cangkang kepiting agar memiliki nilai ekonomis yang

tinggi dan gaya guna adalah mengolahnya menjadi kitin yang dapat diubah menjadi kitosan. Kitin yang terkandung didalam cangkang kepiting yaitu sebesar 18,70 – 32,20 % (Focher dkk, 1992).

Kitosan merupakan suatu biopolimer dari D-glukosamin yang dihasilkan dari proses deasetilasi kitin dengan alkali kuat (Mekawati, 2000). Sifat kitosan yang biokompatibel, *biodegradable* dan non toksik menyebabkan kitosan sangat cocok digunakan dalam industri ramah lingkungan. Kitosan digunakan dalam berbagai bidang seperti farmasi, kosmetika, biomedika, industri kertas, industri pangan, industri tekstil, lingkungan, pertanian dan lain-lain. Pemanfaatan tersebut didasarkan atas sifat-sifatnya yang dapat digunakan sebagai

pengemulsi, koagulan dan pengkelat (Margarono, 2003).

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah menentukan pengaruh variasi suhu dan waktu pada proses deasetilasi serta karakterisasi kitosan yaitu yield, kadar air, kadar abu dan derajat deasetilasi kitosan.

2. Metode Penelitian

Bahan baku dalam penelitian ini diantaranya adalah Limbah cangkang kepiting, NaOH (Merck, Jerman), HCl (Merck, Jerman), dan akuades (Brataco Chemical, Indonesia).

Sedangkan alat yang digunakan pada penelitian ini adalah blender, neraca analitik, ayakan 100 mesh, gelas ukur 100 mL, labu ukur 100 mL dan 1000 mL, hot plate, beaker glass, motor pengaduk, impeller, reaktor batch, kondensor, pH universal, termometer raksa, oven, furnace, cawan porselen, batang pengaduk, corong, kertas saring, pipet tetes, aluminium foil, statif dan klem dan spektrofotometer FTIR.

2.1 Prosedur Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan melalui beberapa proses tahapan diantaranya adalah tahapan persiapan, isolasi kitin, sintesa kitosan dari kitin dan analisa karakteristik kitosan.

2.1.1 Tahapan Persiapan

Persiapan bahan baku diawali dengan membersihkan cangkang kepiting dengan cara mengikis sisa daging atau kotoran yang menempel pada cangkang dan dicuci berkali-kali hingga kotorannya hilang. Kemudian dijemur dibawah terik sinar matahari beberapa hari hingga kering. Cangkang kepiting yang sudah kering diblender hingga halus kemudian diayak dengan ukuran partikel 100 mesh. Serbuk cangkang kepiting yang lolos ayakan 100 mesh dan tertahan di ayakan 200 mesh siap diisolasi menjadi kitin.

Tahap selanjutnya larutan NaOH 3,5% dibuat dengan melarutkan 35 gram NaOH didalam labu takar 1000 ml dan ditambahkan aquades sampai tanda batas. Untuk larutan HCl 1 N dibuat dengan cara mengencerkan larutan HCl 12 N serta membuat larutan NaOH 50% sebanyak 140 ml.

2.1.2 Tahap Penelitian

a. Deproteinasi

Penghilangan protein dilakukan dengan mereaksikan serbuk cangkang kepiting dengan NaOH 3,5 % pada rasio serbuk cangkang kepiting dengan volume larutan 1:10 (b/v), dipanaskan pada temperatur 65°C selama 2 jam dengan pengadukan 150 rpm. Hasil deproteinasi disaring dengan kertas saring, residu yang dihasilkan kemudian dicuci dengan akuades hingga pH residu menjadi netral dan dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 4 jam.

b. Demineralisasi

Proses demineralisasi dilakukan dengan mereaksikan crude kitin hasil proses deproteinasi dengan HCl 1 N dengan rasio massa crude kitin dengan volume larutan 1:15 (b/v) pada suhu 30°C selama 1 jam dengan pengadukan 150 rpm. Hasil demineralisasi disaring dengan kertas saring, residu yang dihasilkan dicuci menggunakan akuades sampai pH residu menjadi netral dan selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 4 jam. Kitin yang dihasilkan siap dikonversi menjadi kitosan.

c. Deasetilasi

Sebanyak 20 gram kitin direaksikan dengan 140 ml NaOH 50% dengan rasio massa kitin dan volume larutan NaOH 1:20 (b/v) pada suhu 100°C, 110°C dan 120°C. Campuran direaksikan selama 1 jam, 2 jam dan 3 jam dengan pengadukan konstan 150 rpm. Hasil deasetilasi lalu disaring dengan kertas saring, residu yang tersaring

kemudian dicuci dengan akuades hingga pH residu menjadi netral. Padatan yang telah netral disaring dan dikeringkan menggunakan oven dengan suhu 100 °C selama 4 jam.

2.1.3 Analisa Karakteristik Kitosan

Analisa karakteristik kitosan meliputi analisa yield, kadar air, kadar abu dan derajat deasetilasi.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Isolasi Kitin

Isolasi kitin dari cangkang kepiting pada prinsipnya adalah memisahkan kitin dari komponen-komponen protein dan kalsium karbonat melalui dua tahap yaitu deproteinasi dan demineralisasi. Yield proses deproteinasi dan demineralisasi ditampilkan pada Tabel 3.2.

Tabel 3.1 Yield Isolasi Kitin

Proses	Yield (%)
Deproteinasi	85,03
Demineralisasi	21,49

Dari Tabel 4.1 menunjukkan bahwa yield pada tahap deproteinasi 85,03%. Pada tahap demineralisasi diperoleh kitin dengan yield sebesar 21,49%. Yield kitin yang diperoleh pada penelitian ini tidak jauh berbeda dengan yield kitin pada penelitian Puspawati dan Simpen (2010) sebesar 20,91% dengan bahan baku yang sama yaitu cangkang kepiting dan lebih kecil dari yield kitin penelitian Agustina dkk (2015) 36,76% dan Alexander (2016) 26,31% dengan bahan baku kulit udang. Hal ini disebabkan perbedaan kandungan pada bahan dasar yang digunakan, semakin besar kandungan bahan yang dihilangkan dalam proses, maka yield yang didapatkan semakin kecil (Budiyono 2016).

Hasil proses demineralisasi yaitu kitin. Perbandingan karakteristik kitin hasil percobaan dengan kitin sesuai Standar Nasional Indonesia (BSN, 2013)

ditampilkan pada Tabel 3.2.

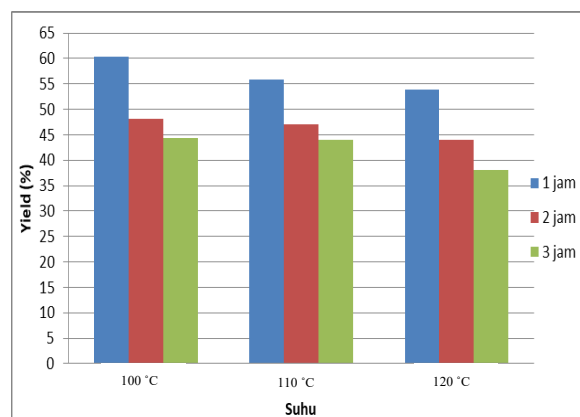
Tabel 3.2 Analisa Karakteristik Kitin

Spesifikasi	Kitin Standar *	Kitin Hasil Penelitian
Kadar Air	≤ 12%	5,36%
Kadar Abu	≤ 5%	2,5%
Derajat Deasetilasi	≤ 70%	68,44%
Warna	Coklat muda-putih	Kuning

* SNI 7948 (2013)

3.2 Yield

Yield merupakan salah satu parameter yang paling penting untuk mengetahui nilai ekonomis dan efektifitas suatu proses, produk atau bahan. Yield kitosan ditampilkan pada gambar 3.1.



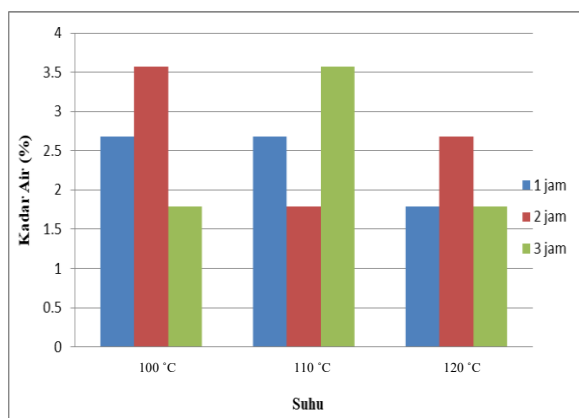
Gambar 3.1 Yield kitosan

Pada Gambar 3.1 menunjukkan bahwa berdasarkan analisa yield kitosan yang dihasilkan menunjukkan bahwa perlakuan variasi suhu dan waktu pada proses deasetilasi memiliki pengaruh. Semakin tinggi suhu dan semakin lama waktu reaksi semakin kecil yield yang di peroleh. Semakin lama waktu reaksi maka waktu kontak antara kitin dan larutan NaOH akan berlangsung semakin lama sehingga molekul NaOH yang teradisi ke molekul kitin semakin banyak sehingga produk kitosan yang dihasilkan semakin sedikit (Rokhati, 2006). Semakin tinggi suhu yang digunakan akan menyebabkan penurunan massa kitosan sehingga menyebabkan penurunan mutu kitosan yang dihasilkan. Penurunan mutu

kitosan ini disebabkan karena adanya proses pemecahan polimer (depolimerisasi) di dalam rantai molekul kitosan oleh suhu yang terlalu tinggi ($>100\text{ }^{\circ}\text{C}$) sehingga menyebabkan ikatan antara polimer di dalam kitosan menjadi terpisah satu dengan yang lain (Azhar, 2010; Rokhati, 2006).

3.3 Kadar Air

Kadar air merupakan salah satu parameter penting dalam menentukan mutu kitosan, kadar air yang rendah dapat menekan atau mengurangi kerusakan pada kitosan, misalnya terhindar dari adanya aktivitas mikroorganisme akibat kelembaban. Kadar air kitosan ditampilkan pada Gambar 3.2.



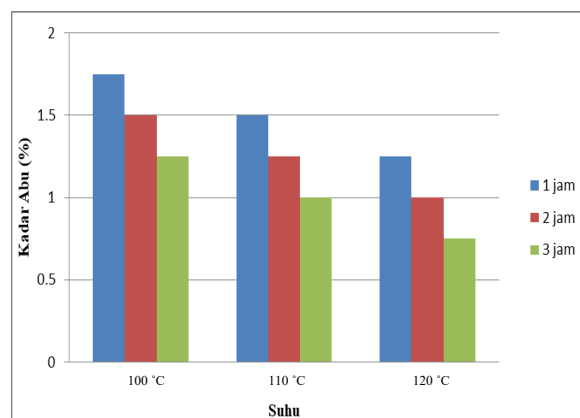
Gambar 3.2 Kadar air kitosan

Berdasarkan analisa kadar air yang dihasilkan menunjukkan bahwa kadar air yang dihasilkan tidak memiliki pengaruh signifikan terhadap perlakuan suhu dan waktu pada proses deasetilasi. Kadar air pada kitosan dipengaruhi oleh proses keberhasilan pada saat pengeringan, lama pengeringan yang dilakukan, jumlah kitosan yang dikeringkan dan luas permukaan tempat kitosan yang dikeringkan (Agustina dan Kurniasih, 2013).

3.4 Kadar Abu

Kadar abu merupakan salah satu parameter yang penting dalam menentukan mutu kitosan karena beberapa residu abu

dari kitosan dapat mempengaruhi karakteristik yang lebih penting lainnya dari produk akhir. Pengukuran kadar abu merupakan indikator efektivitas langkah demineralisasi untuk menghilangkan kalsium karbonat (Fernandez-kim dkk, 2004). Kadar abu kitosan ditampilkan pada Gambar 3.3.



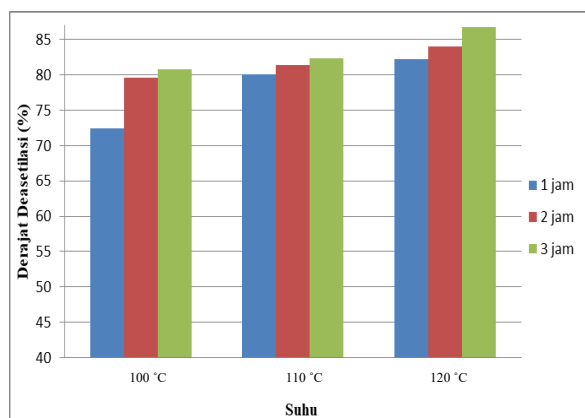
Gambar 3.3 Kadar abu kitosan

Pada Gambar 3.4 terlihat perbedaan % kadar abu kitosan oleh perlakuan suhu dan waktu reaksi pada proses deasetilasi. Kadar abu tertinggi yaitu 1,75% diperoleh pada suhu 100 °C dengan waktu reaksi 1 jam. Kadar abu terkecil yaitu 0,75% diperoleh pada suhu 120 °C dengan waktu reaksi 3 jam. Semakin tinggi suhu dan lamanya waktu deasetilasi maka kadar abu kitosan semakin berkurang. Hal tersebut dikarenakan semakin banyak mineral yang larut dalam larutan NaOH dan semakin banyak jumlah kitosan yang digunakan maka semakin lama pencucian yang dilakukan untuk menetralkan pH kitosan. Pada saat pencucian mineral-mineral yang tidak terlarut pada proses demineralisasi ikut terbawa oleh air pencucian (Siregar dkk, 2016).

3.5 Derajat Deasetilasi

Derajat deasetilasi merupakan parameter yang sangat penting untuk menentukan mutu kitosan. Derajat deasetilasi menunjukkan persentase gugus

asetil yang dapat dihilangkan dari kitin sehingga dihasilkan kitosan. Penggunaan derajat deasetilasi sebagai salah satu parameter mutu kitosan disebabkan karena adanya gugus asetil pada kitosan yang dapat menurunkan efektivitas kitosan (Knor, 1982). Derajat deasetilasi kitosan ditampilkan pada Gambar 3.4.



Gambar 3.4 Derajat deasetilasi kitosan

Berdasarkan Gambar 3.4 terlihat bahwa derajat deasetilasi tertinggi diperoleh pada perlakuan suhu 120 °C dengan waktu reaksi 3 jam yaitu 86,75%, sedangkan derajat deasetilasi terendah diperoleh yaitu 72,47% pada perlakuan suhu 100 °C dan waktu reaksi 1 jam. Hal ini menunjukkan bahwa kenaikan suhu dan waktu reaksi mempengaruhi banyaknya presentase molekul NaOH yang teradisi kitin sehingga menyebabkan gugus asetil yang terlepas pun semakin banyak (Rokhati, 2006). Menurut Mastuti (2005), Suhu proses deasetilasi yang semakin tinggi akan meningkatkan laju reaksi karena suhu dapat meningkatkan gerak antar molekul sehingga reaksi pemutusan gugus asetil akan berjalan semakin cepat.

3.6 Perbandingan Mutu Kitosan

Kitosan yang baik harus memiliki standar mutu dan pengukurannya dapat dilihat dari pengukuran parameter-parameter seperti kadar air, kadar abu dan derajat deasetilasi. Setelah dilakukan proses sintesis kitosan, kemudian dibandingkan dengan

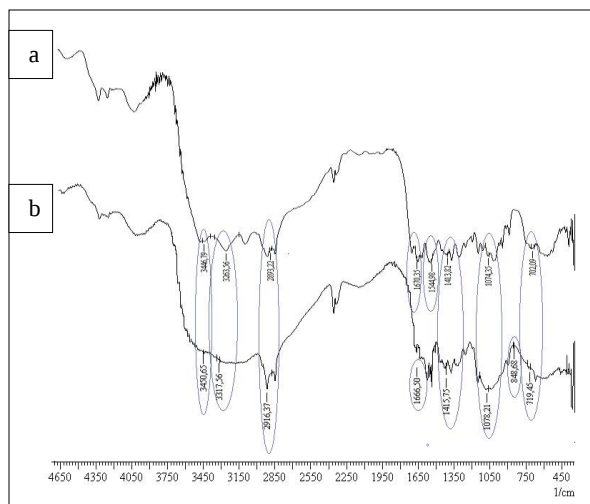
mutu kitosan standar. Perbandingan tersebut dapat dilihat pada Tabel 3.3

Tabel 3.3 Analisa karakteristik kitosan

Parameter	Kitosan SNI 7949: 2013	Kitosan Hasil Penelitian
Warna	Coklat muda sampai Putih	Coklat muda
Kadar Air	Maks. 12%	1,78 – 3,57%
Kadar Abu	Maks. 5%	0,75 – 1,75%
Derajat Deasetilasi	Min. 75%	72,47 – 86,75%

3.7 Analisa FTIR

Analisa terhadap Spektra IR menyajikan informasi tentang gugus fungsional dari produk yang dianalisis sehingga dapat disimpulkan bahwa senyawa yang dimaksud mempunyai gugus fungsional yang sama dengan senyawa yang diharapkan. Kitin dan kitosan yang diperoleh diidentifikasi dengan menggunakan spektroskopi inframerah. Identifikasi ini dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi kitin dan kitosan yang diperoleh dapat dilihat pada Gambar 3.5.



Gambar 3.5 Analisa FTIR kitosan

Pada gambar (a) menunjukkan spektrum FTIR kitin dan Gambar (b). menunjukkan Serapan spektrum FT-IR untuk kitosan. serapan vibrasi O-H menunjukkan pada bilangan gelombang

3446,97 cm^{-1} pada kitin dan 3450,65 cm^{-1} pada kitosan. kemudian vibrasi ulur N-H pada 3263,56 cm^{-1} pada kitin dan 3317,56 cm^{-1} pada kitosan, serapan lainnya adalah pada 2893,22 cm^{-1} dan 2916,37 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur dari C-H metilen pada kitin dan kitosan, kemudian adanya serapan CH_3 pada 1413,35 cm^{-1} pada kitin dan serapan CH_3 pada bilangan gelombang 1415,75 pada kitosan. serapan 1074,35 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi C-O-C dalam cincin kitin dan 1078,21 cm^{-1} pada kitosan. dan pada 702,09 cm^{-1} untuk serapan N-H kibanan pada kitin dan 719,45 cm^{-1} pada kitosan. Perbedaan gugus fungsi pada kitin dan kitosan dapat dilihat dari munculnya vibrasi ulur C=O dari gugus amida (-NHCO) pada 1670,35 cm^{-1} dan vibrasi untuk bengkokan N-H, C-N ulur pada 1544,98 cm^{-1} yang muncul pada spektrum kitin. Sedangkan pada spektrum kitosan terdapat Vibrasi guntingan NH_2 dan N-H bengkokan muncul pada bilangan gelombang 1666,50 cm^{-1} serta munculnya serapan pada 848,68 cm^{-1} yang merupakan vibrasi NH_2 kibanan dan pelitiran.

4. Kesimpulan

Suhu dan waktu reaksi berpengaruh terhadap derajat deasetilasi. Semakin tinggi suhu dan lamanya waktu reaksi maka nilai derajat deasetilasi semakin meningkat. Karakteristik kitosan yang diperoleh adalah kadar air 1,78%, kadar abu 0,75% dan derajat deasetilasi sebesar 86,75% pada suhu 120 °C dengan waktu reaksi 3 jam serta yield diperoleh sebesar 60,36% pada suhu 100 °C dengan waktu reaksi 1 jam.

Daftar Pustaka

Agustina, S dan Kurniasih, Y. 2013. Pembuatan Kitosan dari Cangkang Udang dan Aplikasinya sebagai Adsorben untuk Menurunkan Kadar Logam Cu. *Seminar Nasional FMIPA*

UNDIKSHA III. IKIP Mataram. Mataram. Indonesia

Azhar, M., Efendi, J., Syofyeni, E., Lesi, R.M dan Novalina, S. 2010. Pengaruh Konsentrasi NaOH dan KOH terhadap Derajat Deasetilasi Kitin dari Limbah Kulit Udang. *Jurnal Eksakta*. 1: 1-8.

Badan Standardisasi Nasional. 2013. SNI 7948-2013: *Kitin - Syarat Mutu dan Pengolahan*. Dewan Standardisasi Nasional. Jakarta (ID).

Badan Standardisasi Nasional. 2013. SNI 7949-2013: *Kitosan - Syarat Mutu dan Pengolahan*. Dewan Standardisasi Nasional. Jakarta (ID).

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 Dan 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*.

Knoor, D. 1982. Functional Properties of Chitin and Chitosan. *Journal of Food Science*. 47 : 593-595.

Marganof. 2003. Potensi Limbah Udang sebagai Penyerap Logam Berat (Timbal, Kadmium dan Tembaga) di Perairan. Program Pasca Sarjana (S3), Institut Pertanian Bogor. Bogor.

Mastuti, E.W. 2005. Pengaruh Konsentrasi NaOH dan Suhu pada Proses Deasetilasi Khitin dari Kulit Udang. *Jurnal Ekuilibrium*. 4(1) : 21-25.

Mekawati, F.E dan D. Sumardjo. 2000. Aplikasi Kitosan Hasil Transformasi Kitin Limbah Udang (*Penaeus Merquiensis*) untuk Adsorpsi Ion Logam Timbal. *Jurnal Sains and Matematika*. 8 (2): 51-54

- Rokhati, N. 2006. Pengaruh Derajat Deasetilasi Khitosan dari Kulit Udang terhadap Aplikasinya sebagai Pengawet Makanan. *Skripsi*. Universitas Diponegoro. Semarang.
- Siregar, E.C., Suryati dan Hakim, L. 2016. Pengaruh Suhu dan Waktu Reaksi pada Pembuatan Kitosan dari Tulang Sotong (*Sepia Officinalis*). *Jurnal Teknologi Kimia Unimal*. 5(2) : 37-44
- Younes, I dan Rinaudo, M. 2015. Chitin and chitosan preparation from marine sources. Structure, properties and applications. *Journal Marine Drugs*. 13 : 1133-117