

SINTESIS KITOSAN DARI LIMBAH CANGKANG KEPITING DENGAN VARIASI KONSENTRASI NAOH DAN KECEPATAN PENGADUKAN

Aisyah Rani¹⁾, Drastinawati²⁾, Yusnimar²⁾

¹⁾Mahasiswa Program Studi Teknik Kimia, ²⁾Dosen Teknik Kimia
Laboratorium Material dan Korosi

Program Studi Teknik Kimia S1, Fakultas Teknik Universitas Riau
Kampus Binawidya Jl. HR Subrantas Km 12,5 Simpang Baru, Panam,
Pekanbaru 28293

Email: aisyah.rani3021@student.unri.ac.id

ABSTRACT

One parameter that determines the quality of chitosan is the value of deacetylation degree. The degree of deacetylation is influenced by the concentration of NaOH and the stirring speed used in the deacetylation process. The combination of NaOH concentration and the right stirring speed will produce chitosan with a high degree of deacetylation and good quality. The purpose of this study was to determine the effect of using NaOH concentration and the speed of stirring on the characteristics of chitosan produced from crab shells. Crab shells was deproteinated with 3.5% NaOH at 65°C for 2 hours, the result of deproteination process is crude chitin. Crude chitin was demineralized with 1 N HCl at 30°C for 1 hour, the result of the demineralization process is chitin. Chitin was deacetylated with NaOH concentration of 40%, 60% and 80%, the deacetylation process took place at a temperature of 120°C for 3 hours with a stirring speed of 100 rpm, 150 rpm and 200 rpm, the deacetylation process was carried out with two replications. Chitosan obtained was tested by Fourier Transform Infra-Red Spectrophotometer (FTIR). The obtained deacetylation degree of chitosan produced ranged from 70.88% - 85.39%. The chitosan yield produced ranged from 64.5% - 72.3%. The levels of chitosan ash produced ranged from 1.45% - 2%, while the water content of chitosan produced ranged from 1.45% - 2%.

Keywords : crab shell, deacetylation, chitosan, FTIR, deacetylation degree

1. Pendahuluan

Kitosan merupakan senyawa dengan rumus kimia poli(2-amino-2-dioksi-β-D-Glukosa) yang dapat dihasilkan dengan proses hidrolisis kitin menggunakan basa kuat. Saat ini terdapat lebih dari 200 aplikasi dari kitin dan kitosan serta turunannya di industri makanan, bioteknologi, pertanian, farmasi, kesehatan, dan lingkungan (Hargono, 2008). Kitin merupakan komponen utama eksoskeleton arthropoda, seperti kepiting (Khoushab, 2010).

Kepiting merupakan salah satu komoditi ekspor non migas yang menghasilkan limbah berbentuk cangkang,

dan dapat dimanfaatkan dalam pembuatan kitin dan kitosan. Menurut data BPS, nilai ekspor kepiting pada tahun 2015 mencapai 109.624 ton dalam bentuk tanpa kepala dan kulit, sedangkan yang diproduksi dalam negeri diperkirakan jauh lebih banyak (Badan Pusat Statistik, 2016). Sukardjo (2011) dalam penelitiannya melaporkan, cangkang kepiting dari berbagai rumah makan *seafood* hanya dibuang begitu saja sehingga dapat menimbulkan pencemaran di sekitar tempat pembuangan limbah cangkang kepiting.

Jumlah hasil samping produksi budidaya kepiting sangat melimpah. Hasil

samping produksi kepiting berupa kepala, kulit, ekor maupun kaki kepiting yang umumnya 25-70% dari berat kepiting. Hasil samping ini belum banyak digunakan di Indonesia, sehingga hanya menjadi limbah yang mengganggu lingkungan, terutama pengaruh pada bau yang tidak sedap dan pencemaran air. Dengan sumber bahan baku yang tersedia, Indonesia berpeluang untuk memproduksi kitin dan kitosan (Trisnawati, 2013).

Kitosan dapat disintesis dengan metode kimiawi. Metode kimiawi adalah metode yang paling sering digunakan, dimana bubuk kitin direaksikan dengan larutan alkali pada temperatur tertentu. Proses deproteinasi adalah tahap penghilangan protein didalam cangkang kepiting. Proses yang terjadi yaitu pemutusan ikatan kimia antara kitin dan protein. Senyawa yang digunakan untuk memutuskan ikatan kimia adalah larutan alkali. Proses demineralisasi merupakan proses untuk menghilangkan kadar mineral yang terdapat dalam limbah cangkang kepiting terutama mineral CaCO_3 . Demineralisasi dapat dilakukan dengan menggunakan larutan asam. Proses deasetilasi merupakan proses untuk menghilangkan gugus asetil yang ada pada kitin dengan menggunakan basa kuat.

Derajat deasetilasi kitosan dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya konsentrasi NaOH, temperatur proses dan kecepatan pengadukan serta waktu reaksi. Konsentrasi NaOH yang tinggi menyebabkan gugus fungsional amino ($-\text{NH}_3^+$) yang mensubstitusi gugus asetil kitin didalam sistem larutan semakin aktif, maka semakin sempurna proses deasetilasi (Arlus, 1991). Penggunaan kecepatan pengadukan yang sesuai dapat menghasilkan energi sehingga reaksi dapat berlangsung lebih cepat untuk mencapai kesetimbangan reaksi. Suatu zat dapat bereaksi dengan zat lain jika partikel-

partikelnya saling bertumbukan, sehingga tumbukan yang terjadi akan menghasilkan energi untuk memulai terjadinya reaksi. (Nugroho, 2011).

2. Metode Penelitian

Bahan baku dalam penelitian ini diantaranya cangkang kepiting, Natrium Hidroksida (NaOH), Asam Klorida (HCl), Aquades.

Adapun Alat yang digunakan adalah blender, ayakan, timbangan analitik, *hot plate*, reaktor batch, kondensor, *beaker glass*, termometer raksa, klem statif, labu ukur, gelas ukur, *oven*, corong, buret, pipet tetes, kertas indikator pH, kertas saring *whatman*, cawan porselen.

Deproteinasi

Deproteinasi dilakukan dengan mereaksikan serbuk cangkang kepiting dan larutan NaOH 3.5%. Proses penghilangan protein ini dilakukan selama 2 jam pada temperatur 65°C dan pengadukan 150 rpm. Hasil deproteinasi di saring dengan kertas saring *whatman*, residu yang dihasilkan kemudian dicuci dengan akuades hingga pH residu menjadi netral, selanjutnya residu dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 4 jam.

Demineralisasi

Demineralisasi dilakukan dengan mereaksikan serbuk cangkang kepiting hasil deproteinasi dengan HCl 1 N. Proses demineralisasi dilakukan pada temperatur 30°C selama 1 jam dan pengadukan 150 rpm. Hasil demineralisasi di saring dengan kertas saring *whatman*, residu yang dihasilkan kitin kemudian dicuci dengan akuades hingga pH residu menjadi netral, selanjutnya dikeringkan pada temperatur 100°C selama 4 jam.

Deasetilasi

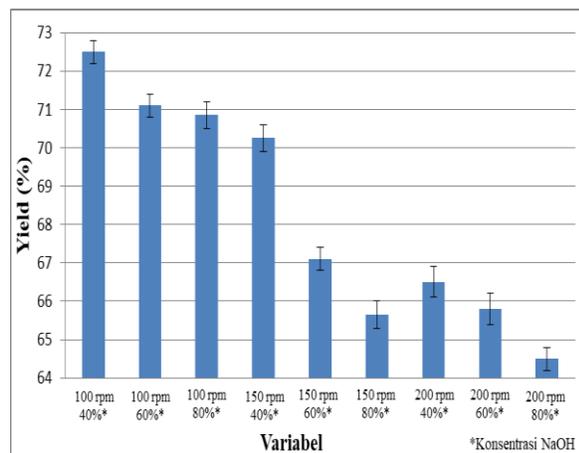
Deasetilasi atau penghilangan gugus asetil dilakukan dengan mereaksikan kitin

dengan larutan NaOH 40%. Proses deasetilasi dilakukan pada temperatur 120°C selama 3 jam dan pengadukan 100 rpm. Hasil deasetilasi disaring, residu yang tersaring dicuci dengan akuades hingga pH residu menjadi netral, selanjutnya dikeringkan pada temperatur 100°C selama 4 jam. Sampel yang telah kering kemudian dianalisa dengan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi dan derajat deasetilasi kitosan. Kemudian langkah tersebut diulang untuk proses deasetilasi pada konsentrasi larutan NaOH 60%, 80% dan kecepatan pengaduk 150 rpm dan 200 rpm.

3. Hasil dan Pembahasan

Yield Kitosan

Perolehan yield kitosan tertinggi diperoleh pada konsentrasi NaOH 40% dan kecepatan pengadukan 100 rpm, yaitu sebesar 72.35%. Adapun perolehan yield kitosan terendah diperoleh pada konsentrasi NaOH 80 % dan kecepatan pengadukan 200 rpm, yaitu sebesar 60.5%.



Gambar 3.1 Diagram perolehan yield kitosan

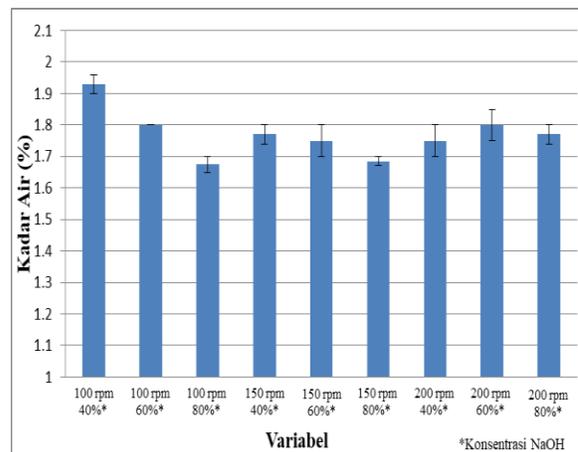
Pada gambar 3.1 menunjukkan bahwa perlakuan variasi konsentrasi NaOH dan kecepatan pengadukan berpengaruh terhadap yield kitosan.

Semakin besar konsentrasi NaOH dan kecepatan pengadukan pada proses

deasetilasi, maka semakin kecil yield kitosan yang dihasilkan.

Kadar Air Kitosan

Penentuan kadar air bertujuan untuk mengetahui kemurnian kitosan per satuan berat kitosan. Kadar air yang rendah dapat menekan atau mengurangi kerusakan pada kitosan, misalnya terhindar dari adanya aktivitas mikroorganisme akibat kelembaban. Nilai rata-rata kadar air kitosan yang diperoleh pada penelitian ini berkisar antara 2%-1,45%. Nilai kadar ini sudah memenuhi SNI 7949 (2013), yaitu $\leq 12\%$.



Gambar 3.2 Perolehan Kadar Air Kitosan

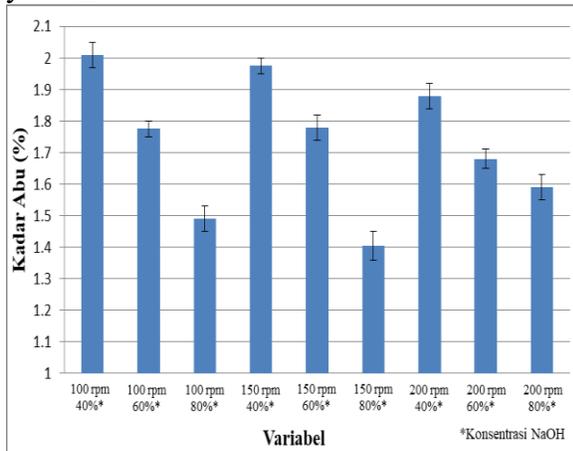
Kadar air pada dasarnya dipengaruhi oleh proses pada saat pengeringan, lama pengeringan, jumlah kitosan yang dikeringkan dan luas permukaan tempat kitosan dikeringkan (Agustina, 2015).

Kadar Abu Kitosan

Lesbani (2011) melaporkan bahwa kadar abu menunjukkan oksida logam dan mineral yang terdapat pada suatu bahan. Tingginya kadar abu suatu bahan mengindikasikan tingginya kandungan oksida logam dan mineral yang terdapat dalam bahan tersebut. Abu yang terbentuk merupakan oksida-oksida logam atau logam yang terbakar.

Nilai rata-rata kadar abu kitosan yang diperoleh pada penelitian ini berkisar

antara 1,4%-2%. SNI 7949 (2013) menetapkan kadar abu kitosan komersial, yaitu $\leq 5\%$.

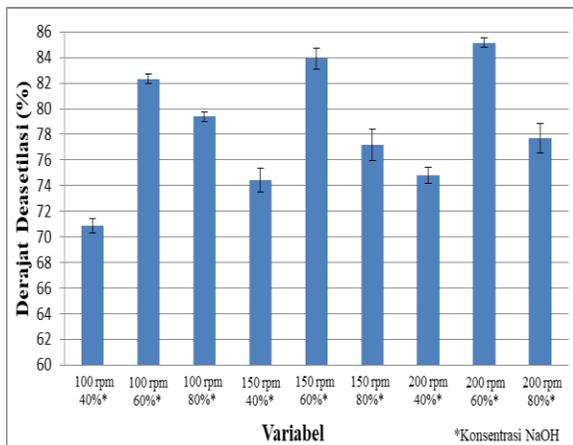


Gambar 3.3 Kadar Abu Kitosan

Gambar 3.3 menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi NaOH dan kecepatan pengadukan, maka semakin kecil kadar abu kitosan yang dihasilkan. Konsentrasi NaOH yang tinggi mampu mengurangi sisa-sisa mineral yang terikat pada polimer (Alexander, 2016).

Derajat Deasetilasi Kitosan

Gambar 3.4 menunjukkan bahwa derajat deasetilasi kitosan tertinggi dihasilkan pada konsentrasi NaOH 60% dan kecepatan pengadukan 200 rpm, yaitu 85.39%. Perolehan derajat deasetilasi kitosan telah sesuai dengan SNI 7949, (2013), yaitu sebesar $\geq 75\%$.



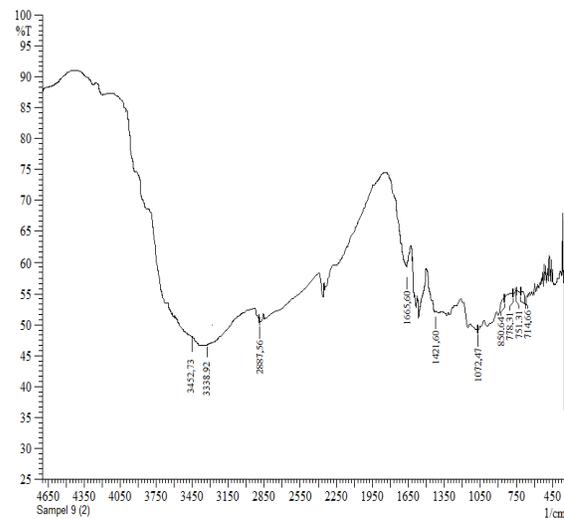
Gambar 3.4 Derajat Deasetilasi Kitosan

Menurut Mastuti (2005), konsentrasi NaOH merupakan faktor penting yang dapat mempengaruhi nilai derajat deasetilasi kitosan karena NaOH dapat memutus ikatan antar karbon pada gugus asetil dengan atom N yang ada pada kitin. Penggunaan konsentrasi NaOH 60% menghasilkan nilai derajat deasetilasi tertinggi dibandingkan dengan konsentrasi NaOH yang lain.

Menurut Azhar (2010), konsentrasi ion OH⁻ yang semakin tinggi akan semakin meningkatkan interaksi ion dengan gugus asetamida sehingga semakin banyak gugus asetil yang tereliminasi. Akan tetapi, konsentrasi alkali dan suhu yang terlalu tinggi dapat menurunkan derajat deasetilasi kitosan serta menyebabkan depolimerisasi dan degradasi polimer, hal ini terbukti pada kitosan yang diperoleh dari konsentrasi NaOH 80%.

Analisa Gugus Fungsi Kitosan

Kitosan yang diperoleh diidentifikasi dengan menggunakan spektroskopi inframerah. Identifikasi ini dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi kitosan yang diperoleh. Spektra kitosan ditampilkan pada gambar 3.5.



Gambar 3.5 Spektra Kitosan

Serapan vibrasi OH melebar, yaitu pada 3452.73 cm^{-1} , kemudian vibrasi ulur N-

H pada 3338.92 cm^{-1} . Serapan lainnya adalah pada 2887.56 cm^{-1} merupakan uluran dari C-H. Vibrasi ulur untuk NH_2 guntingan pada 1665.60 cm^{-1} , kemudian adanya serapan CH_3 pada 1421.60 cm^{-1} . Serapan $1072,47\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi C-O-C dalam cincin kitin, serapan 850.64 cm^{-1} menunjukkan adanya NH_2 kibasan, dan pada 714.66 cm^{-1} untuk serapan N-H kibasan.

4. Kesimpulan dan Saran

Perlakuan variasi konsentrasi NaOH dan kecepatan pengadukan mempengaruhi perolehan derajat deasetilasi. Derajat deasetilasi tertinggi diperoleh pada konsentrasi NaOH 60% dan kecepatan pengadukan 200 rpm.

Karakteristik kitosan yang dihasilkan pada penelitian ini yaitu, derajat deasetilasi kitosan sebesar 85.39%, perolehan yield kitosan sebesar 64.5%, perolehan kadar abu sebesar 1.65% dan perolehan kadar air sebesar 1.8%.

Daftar Pustaka

Agustina, S., Swantara, M. D., dan Suartha, I. N. (2015). Isolasi Kitin, Karakterisasi, dan Sintesis Kitosan Dari Kulit Udang. *Jurnal Kimia*. 9(2): 271-278.

Alexander, O. (2016). Konversi Kitin Menjadi Kitosan dari Limbah Industri Ebi. *Skripsi*. Universitas Riau. Pekanbaru.

Arlius. (1991). Mempelajari Ekstraksi Kitosan dari Kulit Udang dan Pemanfaatannya sebagai Bahan Koagulasi Protein Limbah Pengolahan Pindang Tongkol (*Euthynus Offines sp*). *Tesis*. Institut Pertanian Bogor. Bogor.

Azhar, M., Efendi, J., Syofendi, E., Lesi, R. M., dan Novalina, S. (2010). Pengaruh Konsentrasi NaOH dan KOH

terhadap Derajat Deasetilasi Kitin dari Limbah Kulit Udang. *Eksakta*. 1 : 1-8.

Badan Pusat Statistik Indonesia. (2016). <http://www.bps.go.id/index.php/publikasi>. Diakses pada 1 November 2017.

Hargono., Abdullah dan Sumantri, I. (2008). Pembuatan Kitosan dari Limbah Cangkang Udang Serta Aplikasinya Dalam Mereduksi Kolesterol Lemak Kambing. *Reaktor*. 12(1) : 53-57.

Khoushab, F dan Yamabhai, M. (2010). Chitin Research Revisited. *Marine Drugs*. Vol. 8: 1988-2012.

Lesbani, A., Yusuf, S. dan Melviana, M. (2011). Karakterisasi Kitin dan Kitosan dari Cangkang Kepiting Bakau. *Jurnal Penelitian Sains*. 14(3): 32-36.

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

Nugroho., Irdoni dan Nirwana. (2011). Pengaruh Komposisi Katalis Zeolit Alam dan Kecepatan Pengadukan pada Proses Pembuatan Isobutil Oleat dari Asam Oleat dengan Isobutanol. *Skripsi*. Universitas Riau. Pekanbaru.

Standar Nasional Indonesia 7949. 2013. Kitosan- Syarat Mutu dan Pengolahan. *Dewan Standarisasi Nasional*. Jakarta.

Sukardjo dan Mawarni, N. G. (2011). Sintesis Kitosan dari Cangkang Kepiting dan Kitosan yang Dimodifikasi Melalui Pembentukan Bead Kitosan Berikatan Silang dengan Asetaldehid Sebagai Agen Pengikat Silang Untuk Adsorpsi Ion Logam Cr (Vi). *Jurnal EKOSAINS*. 3(3): 1-13.

Trisnawati, E., Andesti, D dan Saleh, A. (2013). Pembuatan Kitosan dari Limbah Cangkang Kepiting Sebagai Bahan Pengawet Buah Duku dengan Variasi Lama Pengawetan. *Jurnal Teknik Kimia*. 2(19) : 17-26.