

PENGARUH KONSENTRASI NaOH DAN SUHU PADA PROSES DEASETILASI KHITIN DARI KULIT UDANG

Endang Mastuti W.

Jur Teknik Kimia - Fak Teknik
Universitas Sebelas Maret Surakarta

Abstract: Shrimp shell from seafood restaurants and canned shrimp industries are potential source of chitosan. These materials contain 20-50% of chitin which could be converted in to chitosan by deproteination, demineralization and deacetylation processes. The deacetylation process of the research was carried out in a three neck glass equipped with a thermometer, mixer, heater and water cooler. The solution of 20-80 % NaOH and 90-130 °C of temperature range were used in this process. The degree of the deacetylation increased with increasing caustics concentration and temperature. The result of the experiment showed that : The degree of deacetylation was 72,74% for 80% caustics solution and 100 °C of temperature and 65,67% for 130 °C of temperature and 60% caustics solution.

Key word: shrimp shell, chitin, chitosan, deacetylation.

PENDAHULUAN

Udang merupakan salah satu biota laut yang bernilai ekonomis tinggi. Udang di Indonesia pada umumnya diekspor dalam bentuk beku yang telah dibuang bagian kepala, kulit dan ekornya. Limbah yang dihasilkan dari proses pembekuan udang, pengalengan udang dan pengolahan kerupuk udang berkisar antara 30 – 70 % dari berat udang .

Saat ini di Indonesia sebagian kecil dari limbah udang sudah dimanfaatkan dalam hal pembuatan kerupuk udang, petis, terasi dan bahan pencampur pakan ternak. Sedangkan di negara maju seperti Amerika Serikat dan Jepang, limbah udang telah dimanfaatkan di dalam industri sebagai bahan dasar pembuatan khitin dan khitosan.

Manfaatnya diberbagai industri modern banyak sekali seperti industri farmasi, biokimia, bioteknologi, biomedical, pangan, kertas, tekstil, pertanian dan kesehatan.[8]

Khitin merupakan polisakarida glukosamin yang bersifat *non-toxic* (tidak beracun) dan *biodegradable*, dapat mengalami proses deasetilasi menghasilkan khitosan. Kualitas khitosan dapat diketahui dari derajat deasetilasinya. Derajat deasetilasi ini mempengaruhi dalam aplikasi khitosan, karena menentukan muatan gugus amino bebas serta digunakan dalam membedakan antara khitin dan khitosan. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui

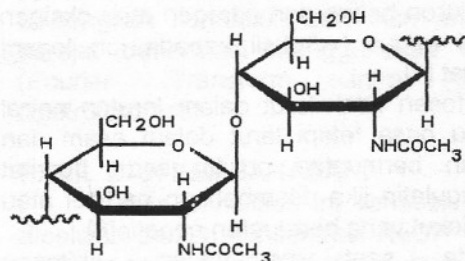
pengaruh konsentrasi NaOH dan suhu terhadap derajat deasetilasi khitosan.

TINJAUAN PUSTAKA

Udang merupakan hewan golongan avertebrata , termasuk dalam filum *arthropoda*, kelas *crustacea*. Badan udang terdiri dari ruas – ruas yang diliputi oleh kulit keras.. masing–masing ruas badan tertutup oleh kelopak khitin.[10]. Kulit udang mengandung protein 38,07%, lemak 4,07%, karbohidrat 3,74% dan abu 54,13% [9]

Khitin adalah golongan polisakarida yang mempunyai berat molekul tinggi dan merupakan molekul polimer berantai lurus dengan nama lain β -1(1-4)-2-asetamida-2-dioksi-D-glukosa(N-asetil-D-Glukosamin). [8].

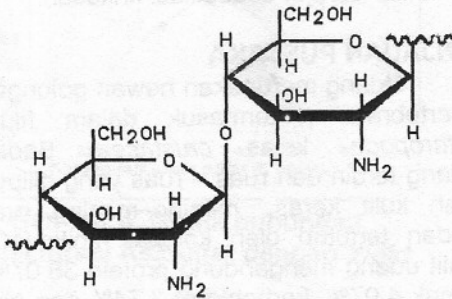
Khitin mempunyai rumus molekul $(C_8H_{13}NO_5)_n$ merupakan zat padat yang tak berbentuk (*amorphous*), tak larut dalam air, asam anorganik encer, alkali encer dan pekat, alkohol dan pelarut organik lainnya tetapi larut dalam asam -- asam mineral yang pekat. [8].



Gambar .1. Struktur Khitin

Khitin merupakan biopolymer terbanyak di alam sesudah selulosa. Khitin terdapat pada berbagai jenis fungi, algae, protozoa, moluska, serangga, dan biota lainnya. Sumber utama khitin yang praktis adalah cangkang binatang laut yang secara ekonomis potensial seperti udang, kepiting dan lobster. Cangkang udang mengandung khitin sebesar 20-50% dari berat keringnya. [9].

Khitosan dengan rumus molekul $(C_6H_{11}NO_2)_n$ adalah hasil hidrolisis kimiawi maupun enzimatis dari senyawa khitin. Khitosan merupakan khitin yang telah dihilangkan gugus asetilnya (gambar 2.) melalui proses deasetilasi. Jadi khitosan adalah suatu senyawa polimer dari glukosamin pada ikatan β -1-4 atau 2-amino-2-deoksi-D-glukosa [1].



Gambar .2. Struktur Khitosan

Adanya gugus hidroksil dan amina primer yang reaktif, khitosan mempunyai reaktivitas kimia yang tinggi dan menyebabkan sifat polielektrolit kation sehingga dapat berperan sebagai penukar ion ataupun sebagai adsorben terhadap logam berat dalam larutan atau air limbah [4]. Khitosan dengan sifat penukar ionnya dapat membentuk kompleks dengan berbagai logam transisi, peristiwa ini melibatkan donasi pasangan elektron bebas dari nitrogen atau oksigen dari gugus hidroksil kepada ion logam berat [1]. Khitosan tidak larut dalam larutan netral atau basa tetapi larut dalam asam dan akan bermuatan positif serta bersifat koagulatip jika ditambahkan partikel atau molekul yang bermuatan negatif [8]. Pada saat pemanasan, khitosan cenderung untuk terdekomposisi dari

pada meleleh sehingga polimer ini tidak memiliki titik leleh [1]. Spesifikasi khitosan dapat dilihat pada Tabel .1.

Tabel .1. Spesifikasi Khitosan

Spesifikasi	Keterangan
-Warna	Putih
-Bentuk	Kristal
-Berat Molekul	$1-5 \cdot 10^5$
-Derajat Deasetilasi	60% khitosan secara umum 90-100% untuk khitosan
-Kadar Air	deasetilasi penuh
-Kadar Abu	2-10%
-Nitrogen	< 1.0%
-Viskositas 1% larutan khitosan dalam 1% asam asetat	7.0 - 8.4 % 200 - 300 cps

(Suhardi, 1993)

Khitosan dapat dihasilkan melalui tahap-tahap :

1. Demineralisasi

Mineral dalam kulit udang dapat mencapai 40-50% berat bahan keringnya. Mineral ini terutama berupa $CaCO_3$, yang berikatan secara fisik dengan khitin. Kalsium karbonat dapat dihilangkan dengan perlakuan dalam asam klorida (HCl) encer pada suhu kamar. [9]

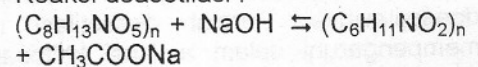
2. Deproteinasi

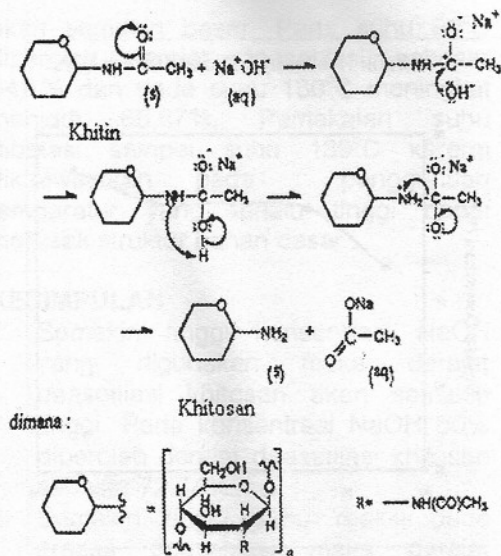
Pada prinsipnya deproteinasi adalah memisahkan antara protein dan khitin. Umumnya dilakukan dengan menggunakan larutan NaOH 2-3% suhu 63-65 °C dalam waktu 1-2 jam. [5]

3. Deasetilasi

Deasetilasi merupakan proses perubahan gugus asetil ($-NHCOCH_3$) pada khitin menjadi gugus amina (NH_2) pada khitosan dengan penambahan NaOH pekat, atau larutan basa kuat berkonsentrasi tinggi.

Reaksi deasetilasi :





Gambar .3. Mekanisme Reaksi Deasetilasi

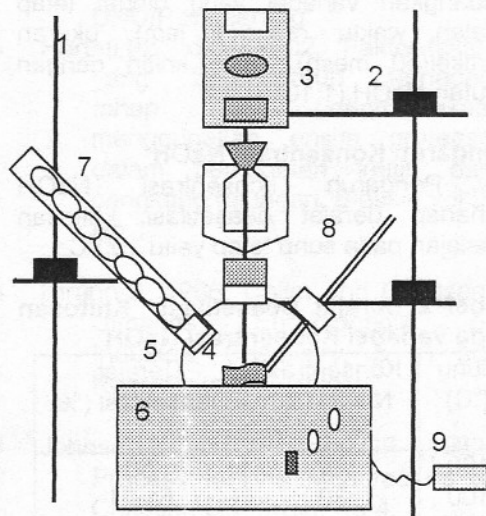
Laju reaksi pada proses deasetilasi dipengaruhi oleh konsentrasi basa, temperatur, waktu reaksi, perbandingan antara khitin dengan larutan alkali, ukuran partikel. Pada konsentrasi NaOH tinggi, semakin banyak gugus asetil yang terlepas dari khitin sehingga meningkatkan derajat deasetilasi khitosan yang dihasilkan. Pada temperatur rendah reaksi akan berjalan lambat, sedangkan jika temperatur terlalu tinggi dapat merusak struktur bahan dasar [9].

Secara umum kualitas khitosan yang digunakan mempunyai derajat deasetilasi sebesar 60%. Untuk kualitas teknis sekitar 85%, untuk kualitas makanan derajat deasetilasinya sekitar 90% sedangkan untuk kualitas farmasetis derajat deasetilasinya sekitar 95%. [6]

METODOLOGI PENELITIAN

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kulit udang, HCl dan NaOH.

Sedangkan alat proses yang digunakan terangkai seperti yang terlihat pada Gambar 4. Penelitian ini dikerjakan mengikuti tahap-tahap persiapan bahan, proses deasetilasi dan analisa hasil.



Keterangan :

1. Statif
2. Klem
3. Motor pengaduk
4. Pengaduk merkuri
5. Labu Leher tiga
6. Pemanas mantel
7. Pendingin bola
8. Termometer
9. Sumber arus

Gambar 4. Rangkaian Alat

Kulit udang dicuci dan dikeringkan dibawah sinar matahari kemudian dibuat serbuk ukuran 50 mesh. Serbuk ini dihilangkan kandungan mineralnya menggunakan larutan HCl encer selanjutnya dipanaskan menggunakan larutan NaOH untuk menghilangkan protein.

Proses deasetilasi dilaksanakan dengan cara melarutkan khitin dalam larutan NaOH pekat dalam waktu 60 menit pada suhu tertentu. Padatan hasil proses deasetilasi disaring, dicuci dan dikeringkan kemudian dilakukan analisa derajat deasetilasi menggunakan FTIR (Fourier Transform Infra Red) Spektrofotometri .

HASIL DAN PEMBAHASAN.

Dalam penelitian ini variabel yang dipelajari adalah konsentrasi NaOH yang berkisar antara 20 - 80% dan suhu reaksi yang berkisar antara 90 - 130°C.

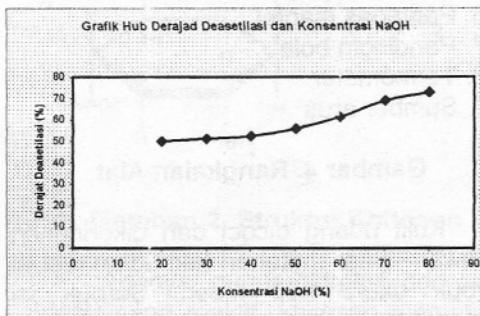
Sedangkan variabel yang dibuat tetap adalah waktu reaksi(1 jam), ukuran partikel(50 mesh), rasio khitin dengan larutan NaOH.(1:10)

Pengaruh Konsentrasi NaOH

Pengaruh konsentrasi NaOH terhadap derajat deasetilasi khitosan dipelajari pada suhu tetap yaitu 100°C.

Tabel 2 Derajat Deasetilasi Khitosan pada variabel Konsentrasi NaOH

Suhu (°C)	Konsentrasi NaOH (%)	Derajat Deasetilasi (%)
100	20	50
100	30	51,21
100	40	52,4
100	50	55,792
100	60	61,28
100	70	69,03
100	80	72,74



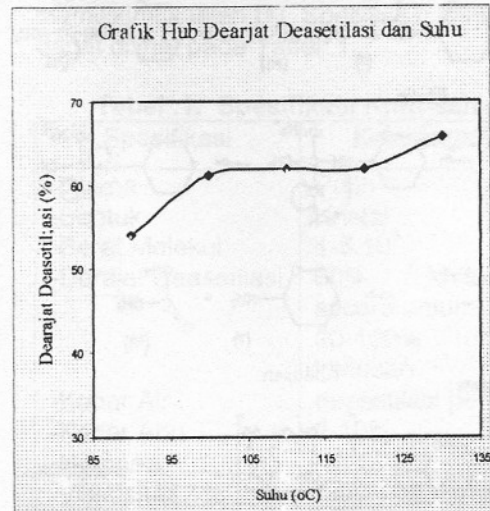
Gambar 5 Grafik Hub antara Derajat Deasetilasi dengan Konsentrasi NaOH

Pengaruh Suhu Reaksi

Pengaruh suhu reaksi terhadap derajat deasetilasi khitosan dipelajari pada konsentrasi NaOH tetap yaitu 60 %.

Tabel 3. Derajat Deasetilasi Khitosan pada Variable Suhu Reaksi

Suhu (°C)	Konsentrasi NaOH (%)	Derajat Deasetilasi (%)
90	60	54,1
100	60	61,28
110	60	61,97
120	60	62,015
130	60	65,67



Gambar 6. Grafik Hub antara Derajat Deasetilasi dengan Suhu Reaksi

Dari Tabel 2 dan Gambar 5 ditunjukkan bahwa derajat deasetilasi khitosan semakin tinggi dengan meningkatnya konsentrasi NaOH yang digunakan. Pada konsentrasi NaOH 20% diperoleh derajat deasetilasi khitosan sebesar 50% sedang pada konsentrasi NaOH 80% derajat deasetilasinya naik menjadi 72,74%. Dilihat dari mekanisme reaksi deasetilasi pada Gambar .3, NaOH memutus ikatan antara karbon pada gugus asetil dengan nitrogen pada khitin menjadi khitosan yang mengandung gugus amina. Dengan menggunakan basa konsentrasi tinggi maka pemutusan gugus asetil dengan gugus nitrogen akan terjadi karena gugus - gugus ini berada dalam unit sel dengan struktur kristalin. Sehingga semakin tinggi konsentrasi NaOH maka gugus asetil yang terlepas semakin banyak. Dengan demikian derajat deasetilasi khitosan semakin tinggi.

Reaksi pemutusan ikatan gugus asetil pada khitin menjadi khitosan memerlukan suhu yang tinggi. Dari Tabel 3. dan Gambar 6 dapat dilihat bahwa derajat deasetilasi khitosan semakin besar dengan naiknya suhu reaksi pada proses deasetilasi. Hal ini disebabkan karena dengan naiknya suhu reaksi maka gerakan molekul NaOH akan bertambah sehingga kecepatan pemutusan gugus asetil juga akan semakin cepat. Dengan demikian derajat deasetilasi khitosan

akan semakin besar. Pada suhu 90°C diperoleh derajat deasetilasi sebesar 54,1% dan pada suhu 130°C meningkat menjadi 65,67%. Pemakaian suhu dibatasi sampai suhu 130°C karena dikhawatirkan pada penggunaan temperatur yang terlalu tinggi dapat merusak struktur bahan dasar.

KESIMPULAN

1. Semakin tinggi konsentrasi NaOH yang digunakan maka derajat deasetilasi khitosan akan semakin tinggi. Pada konsentrasi NaOH 80% diperoleh derajat deasetilasi khitosan sebesar 72,74%.
2. Semakin tinggi suhu reaksi pada proses deasetilasi maka derajat deasetilasi khitosan yang dihasilkan akan semakin tinggi. Pada suhu reaksi deasetilasi 130°C diperoleh derajat deasetilasi khitosan sebesar 65,67%.
3. Khitosan yang dihasilkan dalam penelitian ini mempunyai kualitas yang sesuai untuk penggunaan umum yaitu derajat deasetilasi 60-85% [6].

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada saudara Sofia Nur Aini dan Ratih Putugani yang telah melaksanakan penelitian ini dengan baik.

DAFTAR PUSTAKA

1. Alistair, M.S, 1995, Food Polysacharides and their application, Department of Chemistry, University of Capetown, Rodenbosch.
2. Hargono, Djaeni, M, 2003, Pemanfaatan khitosan dari kulit udang sebagai pelarut lemak, Makalah Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia, FT UNDIP Semarang.
3. Hartati, FK, dkk, 2002, Faktor-faktor yang berpengaruh terhadap tahap deproteinisasi menggunakan enzim protease dalam pembuatan khitin dari cangkang rajungan, Biosain, vol 2, No 1.
4. Hirano, S, 1986, Chitin and Chitosan, Ulmanns Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5 th ed, Republicka of Germany.
5. Johnson, E and Peniston, QP, 1982, Process for the Manufacture of Chitosan, US Patent No 4.
6. Kusumaningsih, T, 2004, Karakterisasi Khitosan hasil deasetilasi Khitin dari cangkang kerang hijau, Jur Kimia FMIPA UNS.
7. Latisma, 2003, Khitin sebagai alternative solid support pada sintesis peptide, Saintek, vol VII, No 1.
8. Margano, 2003, Potensi limbah udang sebagai penjerap logam berat (timbal, kadmium dan tembaga) di perairan, Makalah Pengantar ke Falsafah Sains Program Pasca Sarjana, IPB, Bogor.
9. Suhardi, 1993, Khitin dan Khitosan, Pusat Antar Universitas Pangan dan Gizi, PAU UGM, Yogyakarta.
10. Wibowo, S.S, 1986, Pemeliharaan Udang Galah, Waca Utama Pramesti, Jakarta.