

## EKSTRAKSI KITOSAN DARI LIMBAH KULIT UDANG DENGAN PROSES DEASETILASI

**Ignatius Agusta**

Petronas Carigali Ketapang II Ltd, Jl. Sigma, Maspion Industrial Estate Manyar Kab. Gresik

E-mail: ignatiusagusta@gmail.com

---

### Abstract

Based on Government Regulation (PP) No. 18/1999 Jo PP 85/1999, waste is defined as "waste / waste from a business and / or human activity". Shrimp shells include waste generated by human industrial activities, which so far have only been used for disposal, shrimp paste industry material, and become export waste. Shrimp shell waste decomposes easily, creates unpleasant odors and is difficult to degrade so that it can cause environmental pollution. One alternative to using shrimp waste in order to have more useful value is to change the chitin content which is generally present in shrimp shells into chitosan. In general, shrimp shells contain 27.6% minerals, 34.9% protein, 18.1% chitin, and 19.4% other components such as solutes, fat and digestible protein (Suhardi, 1992). Therefore, to obtain (isolate) chitin from shrimp shells involves processes of mineral separation (demineralization) and protein separation (deproteination). Chitin obtained from the demineralization and deproteination processes is converted into chitosan by a deacetylation process. Qualitative analysis using the FTIR method was carried out to determine the degree of deacetylation which determines the quality of the chitosan product. From the research results, it was found that among the three variables changed, namely the length of time at the deacetylation stage, NaOH concentration, and temperature variations, it was found that the variable that had the most take effect on chitosan production was the concentration of NaOH. The optimum conditions during the deacetylation process were obtained in variables with NaOH concentration 70%, temperature 80°C, and within 1.5 hours with the yield equation  $y = -0.0036x^2 + 0.6131x + 17.106$ .

**Keywords:** Chitosan; Deacetylation; Shrimp shells

---

### Abstrak

Berdasarkan Peraturan Pemerintah (PP) No. 18/1999 Jo PP 85/1999, limbah didefinisikan sebagai "sisa/buangan dari suatu usaha dan/atau kegiatan manusia". Kulit udang termasuk limbah yang dihasilkan oleh kegiatan industri manusia yang selama ini pemanfaatannya hanya dibuang, bahan industri terasi, dan menjadi limbah ekspor. Limbah kulit udang mudah membusuk, menimbulkan bau tidak sedap dan sukar terdegradasi sehingga dapat menimbulkan pencemaran lingkungan. Salah satu alternatif pemanfaatan limbah udang agar memiliki nilai daya guna lebih adalah dengan mengubah kandungan kitin yang pada umumnya ada di dalam cangkang kulit udang menjadi kitosan. Secara umum, cangkang kulit udang mengandung 27,6% mineral, 34,9% protein, 18,1% kitin, dan komponen lain seperti zat terlarut, lemak dan

protein tercerna sebesar 19.4 % (Suhardi, 1992). Oleh karena itu untuk memperoleh (isolasi) kitin dari cangkang udang melibatkan proses-proses pemisahan mineral (dem mineralisasi) dan pemisahan protein (deproteinasi). Kitin yang diperoleh dari proses dem mineralisasi dan deproteinasi diubah menjadi kitosan dengan proses deasetilasi. Analisa kualitatif dengan metode FTIR dilakukan untuk mengetahui derajat deasetilasi yang menentukan kualitas dari produk kitosan. Dari hasil penelitian didapatkan bahwa diantara tiga variabel berubah yaitu lamanya waktu pada tahap deasetilasi, konsentrasi NaOH, dan variasi suhu, diperoleh bahwa variabel yang paling berpengaruh terhadap hasil produksi kitosan adalah konsentrasi NaOH. Kondisi optimum saat proses deasetilasi didapat pada variabel dengan konsentrasi NaOH 70%, suhu 80°C, dan dalam waktu 1,5 jam dengan persamaan  $yield = -0.0036x^2 + 0.6131x + 17.106$ .

**Kata Kunci:** Deasetilasi; Kitosan; Kulit udang

---

## 1. Pendahuluan

Kitosan merupakan senyawa hasil deasetilasi kitin, terdiri dari unit N-asetil glukosamin dan N glukosamin. Adanya gugus reaktif amino pada atom C-2 dan gugus hidroksil pada atom C-3 dan C-6 pada kitosan bermanfaat dalam aplikasinya yang luas yaitu sebagai pengawet hasil perikanan dan penstabil warna produk pangan, sebagai flokulan dan membantu proses *reverse osmosis* dalam penjernihan air, aditif untuk produk agrokimia dan pengawet benih (Muzzarelli et al, 1997; Shahidi et al, 1999) [1] [2]. Kitosan adalah produk terdeasetilasi dari kitin yang merupakan biopolimer alami kedua terbanyak di alam setelah selulosa, yang banyak terdapat pada serangga, krustasea, dan fungi (Sanford and Hutchings, 1987) [3].

Berdasarkan Peraturan Pemerintah (PP) No. 18/1999 Jo PP 85/1999, limbah didefinisikan sebagai "sisa/buangan dari suatu usaha dan/atau kegiatan manusia". Kulit udang termasuk limbah yang dihasilkan oleh kegiatan industri manusia yang selama ini pemanfaatannya hanya dibuang, bahan industri terasi, dan menjadi limbah ekspor. Limbah kulit udang mudah membusuk dan sukar terdegradasi sehingga dapat menimbulkan pencemaran lingkungan. Salah satu alternatif pemanfaatan limbah udang agar memiliki nilai daya guna lebih adalah dengan mengubah kitin menjadi kitosan.

Secara umum, cangkang kulit udang mengandung 27,6% mineral, 34,9% protein, 18,1% kitin, dan komponen lain seperti zat terlarut, lemak dan protein tercerna sebesar 19.4 % (Suhardi, 1992) [2]. Oleh karena itu untuk memperoleh (isolasi) kitin dari cangkang udang melibatkan proses-proses pemisahan mineral (dem mineralisasi) dan pemisahan protein (deproteinasi). Proses deproteinasi untuk menghilangkan kandungan protein dalam bahan baku yang pada mulanya protein ini berikatan kovalen dengan khitin, menggunakan larutan basa NaOH panas dalam waktu yang relatif lama. Proses dem mineralisasi untuk menghilangkan garam-garam inorganik atau kandungan mineral yang ada pada kitin terutama CaCO<sub>3</sub> menggunakan larutan asam HCl encer pada suhu kamar. Kitin yang diperoleh dari proses dem mineralisasi dan deproteinasi diubah menjadi kitosan dengan proses deasetilasi. Analisa kualitatif dengan metode FTIR dilakukan untuk mengetahui derajat deasetilasi yang menentukan kualitas dari produk kitosan.

## 2. Metode Penelitian

Pada suatu bagian *treatment* yang memiliki kombinasi dari  $n$  factor yang masing – masing dapat ditulis sebagai  $2^n$  factorial. Pemilihan dua level yang masing – masing factor digunakan untuk memilih atau menyaring percobaan – percobaan yang dilakukan. Dalam memilih  $2^n$  factorial maksudnya  $n = 3$  faktor yang memiliki level jadi  $2^3 = 8$  pengamatan. Yang dimaksud dua level adalah bahwa untuk tiap variabel digunakan dua nilai, satu memiliki angka rendah (*low level*) dan satu lagi memiliki angka tinggi (*high level*). Pada *low level* diberi simbol (-) sedangkan *high level* diberi simbol (+).

**Tabel 1.** Variabel Berubah dan Level (*Experimental Design*)

Variabel	Low level (-)	High Level (+)	Satuan
Konsentrasi NaOH (%)	30	80	%
Suhu (°C)	50	110	°C
Waktu (Jam)	0,5	1,5	jam

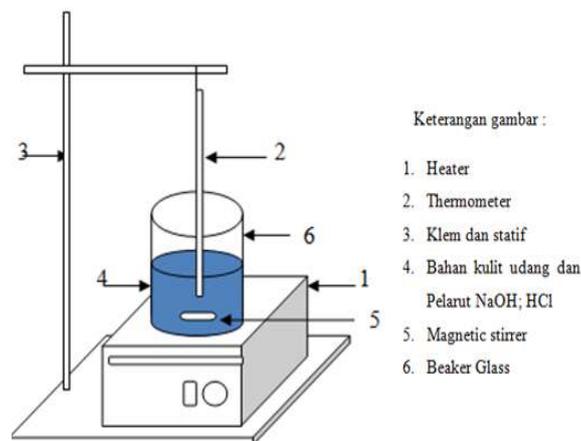
### Variabel Tetap

- Berat Kulit Udang 20 gram/*running* (total bahan termasuk *spare* : 300 gr)  
(ukuran bahan >50 mesh)  
( kadar air <10%)
- Konsentrasi HCl 1 N
- Rasio Sampel

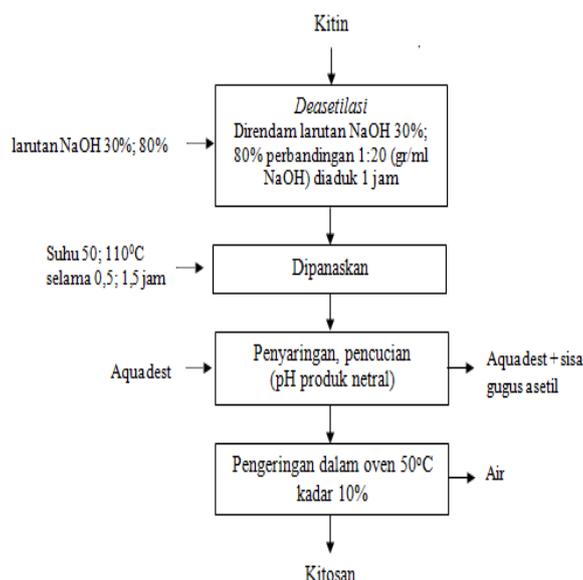
Rasio 1:4 (gr/ml) berat kulit udang dengan larutan NaOH 3,5% (deproteinasi)

Rasio 1:4 (gr/ml) berat kulit udang dengan larutan HCl 1 N (demineralisasi)

Rasio 1:25 (gr/ml) berat kitin dengan larutan NaOH 30%; 80%(deasetilasi)



**Gambar 1.** Rancangan Alat



Gambar 2. Diagram Alir Proses Deasetilasi

### 3. Hasil dan Pembahasan

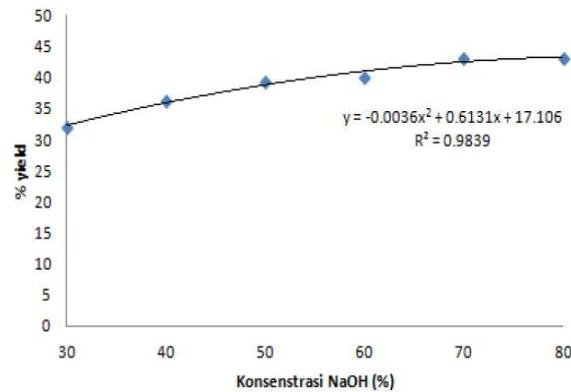
Kitosan yang dihasilkan dari proses deasetilasi zat kitin dengan menggunakan variabel berubah waktu, konsentrasi pelarut NaOH, dan suhu dengan menggunakan metode *experimental design* disajikan pada tabel berikut ini :

Tabel 2. Hasil Deasetilasi Kitosan

No	Suhu (°C)	Konsentrasi NaOH (%)	Waktu (jam)	Hasil Kitosan (gr)	%DD	Yield (%)
1	50	30	0,5	4,80	92,06	38,40
2	110	30	0,5	5,40	56,12	39,20
3	50	80	0,5	4,90	95,24	50,40
4	110	80	0,5	5,21	94,32	41,76
5	50	30	1,5	6,30	96,45	43,20
6	110	30	1,5	5,27	77,30	41,68
7	50	80	1,5	5,22	98,15	42,16
8	110	80	1,5	5,38	93,18	43,04

Berdasarkan grafik % P vs Z dan % P vs I variabel dominan adalah I<sub>c</sub> (variabel konsentrasi NaOH). Hal ini dapat dilihat dari grafik % P vs I dimana merupakan titik terjauh dari diagonal garis. Diketahui identitas efek yang letaknya paling jauh adalah I<sub>c</sub>. Dengan demikian, variabel yang paling berpengaruh adalah tingkat konsentrasi NaOH. Dengan persamaan yield yang didapatkan, maka untuk optimasi diambil kondisi sebagai berikut :

Waktu : 1,5 jam  
 Suhu : 80°C  
 NaOH (%) : 30 40 50 60 70 80



**Gambar 3.** Kurva Hasil Optimasi

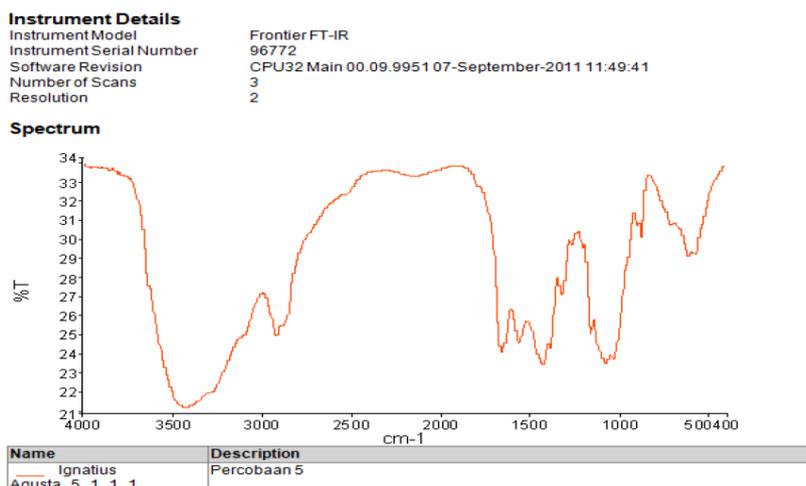
Dari hasil optimasi dapat disimpulkan bahwa kondisi optimum untuk proses deasetilasi zat kitin menjadi kitosan adalah sebagai berikut :

Waktu : 1,5 jam  
 Suhu : 80°C  
 Konsentrasi NaOH : 70%

Hasil pengamatan pada Gambar 3. terlihat bahwa semakin besar konsentrasi NaOH, maka % yield yang diperoleh akan mengalami peningkatan signifikan ketika diberlakukan konsentrasi NaOH sebesar 70%. Peningkatan yield pada konsentrasi NaOH sebesar 80% tidak terlalu tinggi dimana pada konsentrasi NaOH 70% yang merupakan titik optimumnya sudah mendapatkan nilai yield sebesar 43,1% dan beberapa percobaan yang telah diuji dengan FTIR menunjukkan nilai derajat deasetilasi/ %DD yang merupakan kadar kualitas kitosan sudah diatas 70 %DD (standar dari kitosan) apabila merujuk dari sumber referensi Protan Laboratory. Dari segi ekonomis, penggunaan konsentrasi NaOH 70% akan lebih efisien untuk dipakai dalam pembuatan kitosan karena dengan konsentrasi yang lebih rendah dapat menghasilkan nilai derajat deasetilasi yang tinggi. Proses deasetilasi (penghilangan gugus asetil) kitin berlangsung dalam kondisi basa karena gugus N-asetil tidak dapat dihilangkan dengan reagensia asam tanpa hidrolisis polisakaridanya. Mula-mula terjadi reaksi adisi, dimana gugus OH- masuk ke dalam gugus NHCOCH<sub>3</sub> kemudian terjadi eliminasi gugus CH<sub>3</sub>COO<sup>-</sup> sehingga dihasilkan suatu amida yaitu kitosan. Ikatan-ikatan amida lebih sulit membuka di bawah kondisi basa daripada gugus-gugus ester. Di bawah kondisi basa yang kuat, gugus asetat yang berdekatan dengan gugus hidroksil cis dapat mengalami N-deasetilasi, tetapi gugus yang trans lebih resistansi (Suhardi, 1992) [2]. Konsentrasi NaOH yang semakin tinggi, menyumbangkan gugus -OH yang semakin banyak, sehingga gugus CH<sub>3</sub>COO<sup>-</sup> yang tereliminasi juga semakin banyak dan menghasilkan gugus amida yang semakin banyak. Hal ini diindikasikan dengan kenaikan derajat deasetilasi.

**Tabel 3.** Hasil Analisa Mutu Kitosan

Spesifikasi	Protan Lab	Sample							
		1	2	3	4	5	6	7	8
%DD	≥ 70%	92,06	56,12	95,24	94,32	96,45	77,30	98,15	93,18
Kadar Air	≤ 10%	3,17	7,69	6,89	4	7,14	4,18	5,09	5,61



Gambar 4. Kurva FTIR Hasil Penelitian

#### 4. Kesimpulan

Diantara tiga variabel berubah yaitu lamanya waktu pada tahap deasetilasi, konsentrasi NaOH, dan variasi suhu, diperoleh bahwa variabel yang paling berpengaruh terhadap hasil produksi kitosan adalah konsentrasi NaOH ( $I_c$ ). Nilai optimum untuk hasil kitosan didapat pada variabel dengan konsentrasi NaOH 70%, suhu 80°C, dan dalam waktu 1,5 jam dengan persamaan  $y = -0.0036x^2 + 0.6131x + 17.106$ .

Hasil ekstraksi produk kitosan hasil penelitian didapatkan persentase yield 38,4% - 50,4% dengan tingkat kemurnian (%DD) sebesar 56,12% - 98,15% dan kadar air 3,17% - 7,69%. Sedangkan menurut penelitian [4] dihasilkan kitosan dengan persentase rendemen 45,83%; memiliki kadar air 1,55%; dan derajat deasetilasi sebesar 71,17%. Hasil ekstraksi kitosan memenuhi standar SNI 7949:2013 [5] dengan syarat sebagai berikut, warna coklat muda sampai putih; kadar air maks 12%; dan derajat deasetilasi min 75%.

#### Referensi

- [1]Muzarelli. 1997. Chitin Handbook. European Chitin Society.
- [2]Suhardi. 1992. Khitin dan Khitosan. Buku Monograf Pusat Antar Universitas Pangan dan Gizi: Yogyakarta.
- [3]Sanford, P.A. 1989. Chitosan: Commercial Uses and Potential Applications, ed by Skjak-Braek, G., Anthonsen., Sandford, P., London and New York, Elsevier Applied Science.
- [4]Indra Jaya dkk. 2017. Pembuatan Kitosan dari Cangkang Udang sebagai Adsorben Emas (Au). Lensa : Jurnal Kependidikan Fisika. IKIP Mataram.
- [5]Badan Standardisasi Nasional. 2013. Kitosan : Syarat Mutu dan Pengolahan. SNI 7949:2013. BSN : Jakarta.