

SINTESIS KITOSAN DARI LIMBAH CANGKANG KEPITING SEBAGAI PENJERNIH AIR

Tuty Alawiyah^{1,2}, Taufikul Hadi²

^{1,2}, Universitas Nahdlatul Ulama NTB

¹ Email : tutyalawiyah@unu-ntb.ac.id,

Abstract: In this research, the synthesis of chitosan from crab shell waste can then be applied for water purification. Crab shells have a chitin compound of around 70%. Chitin can be deacetylated into a compound called chitosan. The process of obtaining chitin substances can be done in three stages, namely demineralization, deproteination, and depigmentation, while chitosan is obtained from the deacetylation process of chitin with a high concentration alkaline solution. In this study the demineralization stage was carried out using 1N HCl then the deproteination stage was carried out using a base solution with a concentration of 3.5% at 65 ° C for 2 hours. Then the chitin deacetylation into chitosan was carried out using a high concentration base solution of 50% at 100 ° C for 6 hours. The results obtained were characterized by using an Infrared Spectrophotometer to determine the degree of deacetylation with a wavelength of 4000 cm⁻¹ to 450 cm⁻¹

Abstrak: Pada penelitian ini yang akan dilakukan adalah sintesis kitosan dari limbah cangkang kepiting selanjutnya dapat diaplikasikan untuk penjernihan air. Cangkang kepiting memiliki senyawa kitin sekitar 70%. Kitin tersebut dapat dideasetilasi menjadi senyawa yang disebut dengan kitosan. Proses untuk memperoleh zat kitin dapat dilakukan dengan tiga tahap yaitu demineralisasi, deproteinasi, dan depigmentasi, sedangkan kitosan diperoleh dari proses deasetilasi kitin dengan larutan basa konsentrasi tinggi. Pada penelitian ini tahap demineralisasi dilakukan dengan menggunakan HCl 1 N kemudian tahap deproteinasi dilakukan dengan menggunakan larutan basa dengan konsentrasi 3,5% pada suhu 65 °C selama 2 jam. Selanjutnya dilakukan tahap deasetilasi kitin menjadi kitosan dengan menggunakan larutan basa konsentrasi tinggi yaitu 50% pada suhu 100 °C selama 6 jam. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi dengan menggunakan Spektrofotometer Infra Merah untuk mengetahui derajat deasetilasi dengan panjang gelombang 4000 cm⁻¹ sampai 450 cm⁻¹

Kata Kunci : Cangkang Kepiting, Kitin, Kitosan

PENDAHULUAN

Kepiting tidak hanya dapat dimanfaatkan untuk dikonsumsi saja, akan tetapi limbah yang dihasilkan dari cangkang kulit kepiting juga dapat dimanfaatkan. Salah satu manfaat dari limbah cangkang kulit kepiting yaitu dapat diolah menjadi kitosan. Menurut (Shahidi *et al*, 1999) kepiting mengandung persentase kitin paling tinggi sekitar 70%. Zat kitin inilah yang dideasetilasi menjadi kitosan. Kitosan adalah suatu polisakarida berbentuk linier yang terdiri dari monomer N-asetilglukosamin (GlcNAc) dan D-glukosamin (GlcN). Bentukan derivat deasetilasi dari polimer ini adalah kitin. Kitosan yang

merupakan biopolymer yang banyak digunakan seperti sebagai koagulan dalam pengolahan air limbah, bahan pelembab, pelapis benih yang akan ditanam, adsorben ion logam, anti kanker/tumor, anti kolesterol, komponen tambahan pakan ternak, sebagai lensa kontak, pelarut lemak, dan pengawet makanan (Hargono dan Djaeni, 2003). Salah satu manfaat kitosan seperti yang telah diuraikan yaitu dapat digunakan sebagai koagulan penjernihan air karena adanya gugus amina dalam kitosan yang dapat meningkatkan aktifitasnya, sehingga kitosan menjadi suatu senyawa polikationik (Mu'minah, 2008). Berdasarkan uraian tersebut maka pada

proposol ini akan dilakukan penelitian pemanfaatan limbah cangkang kulit kepiting menjadi kitosan sebagai koagulan untuk penjernihan air.

METODE PENELITIAN

Penelitian ini akan dilaksanakan selama 3 (tiga) bulan yang akan dimulai pada bulan Januari. Tempat percobaan adalah di Laboratorium Kimia Dasar, Fakultas Teknik, Universitas Nahdhatul Ulama Nusa Tenggara Barat dan Laboratorium Kimia Analitik Fakultas MIPA Universitas Mataram.

Materi Penelitian

1. Alat-alat : Timbangan analitik, kompor listrik, spatula, beker gelas 500 mL, tabung reaksi, pipet ukur 10 mL, pipet tetes, labu takar 100 mL, Gelas ukur, kertas saring, Erlenmeyer, desikator, ayakan 40 mesh, pH meter, oven.
2. Bahan-bahan : cangkang kepiting, NaOH, HCl, Aquades, Asam asetat, Aseton

Cara Kerja dan Rancangan Percobaan

1. Persiapan sampel
Limbah cangkang kepiting dikupas dengan tangan dan dicuci dan dikeringkan di dalam oven pada suhu 80°C selama 2 jam lalu dihaluskan untuk mendapatkan partikel berukuran 40 mesh (Cahyaningrum dan Amaria, 2005)
2. Isolasi kitosan dari cangkang kulit kepiting
Prosedur isolasi kitosan dari kulit kepiting mengikuti metode No *et al* (1989) yang telah dimodifikasi . a. 100 g cangkang kulit kepiting ditambahkan larutan NaOH 3,5% dengan nisbah 1:10 (w/v) dan dipanaskan pada suhu 65°C selama 2 jam. Selanjutnya

campuran didinginkan, disaring, dan residu ditambahkan larutan HCl 1,0 N dengan nisbah 1:15 (w/v) dan dibiarkan selama 30 menit pada suhu kamar. Setelah itu campuran disaring, dicuci, dan dikeringkan pada suhu 60°C selama 4 jam. Tahap selanjutnya adalah depigmentasi, residu ditambahkan aseton secukupnya dan hasilnya diputihkan dengan menggunakan NaOCl 0.315% dengan nisbah 1:10 (w/v), dibiarkan selama 30 menit pada suhu kamar, dicuci, dan dikeringkan. Sampai tahap depigmentasi ini, residunya dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer IR. Selanjutnya melalui tahap deasetilasi, residu ditambahkan dengan larutan NaOH 50% pada suhu 100-150 °C selama 6 jam, didinginkan, disaring, dicuci, dikeringkan, dan dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer IR.

Aplikasi kitosan sebagai koagulan

1gram kitosan dilarutkan dalam 100 mL asam asetat 1%. Pengadukan dilakukan dengan menggunakan magnetik stirrer selama 6 jam untuk memastikan kitosan terlarut sempurna. Sebanyak 500 mL air keruh. Agitasi dilakukan pada 100 rpm selama 1 menit setelah penambahan koagulan, kemudian dilanjutkan dengan *slow mixing* pada 60 rpm selama 10 menit. Setelah proses flokulasi selesai, flok yang telah terbentuk dibiarkan mengendap selama 30 menit. Setelah terpisah dari flok. Sampel segera dianalisis

Rancangan Percobaan

1. Pengumpulan sampel
2. Persipan sampel
Sampel yang telah disiapkan di oven pada suhu 100°C selam 1

jam. Setelah itu di haluskan dan diayak untuk mendapatkan tepung chitosan yang benar-

benar halus. Ayakan yang digunakan 50 mesh

3. Sintesis kitosan dari zat kitin



HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengambilan Sampel

Pengambilan sampel dilakukan di beberapa rumah makan, restoran, lesehan yang ada disekitar mataram. Sampel yang diambil berupa limbah cangkang kepiting yang sudah direbus.

Preparasi Sampel

Pada tahap preparasi sampel yang dilakukan adalah membersihkan cangkang kepiting dari daging yang masih tersisa. Dilakukan proses pencucian sampai diperoleh cangkang kulit kepiting yang bersih. Selanjutnya cangkang kepiting dikeringkan pada suhu 80 °C selama 2 jam. Selanjutnya sampel cangkang kepiting dihaluskan





Gambar 1. Preparasi Sampel Limbah Cangkang Kepiting

Tahap Penghalusan Cangkang Kepiting

Penghalusan cangkang kepiting dilakukan dengan lumpang mortal akan tetapi pada proses ini diperoleh serbuk kasar, sehingga diperlukan metode lain untuk menghaluskan cangkang kulit

kepiting yaitu dengan menggunakan blender. Hasil penghalusan cangkang kepiting diayak dengan ayakan 40 mesh sehingga diperoleh serbuk cangkang kepiting yang sangat halus. Hal ini ditunjukkan pada gambar 2 berikut ini



Gambar 2. Penghalusan Cangkang Kepiting

Tahap Deproteinasi Cangkang Kepiting

Tahap deproteinasi dilakukan dengan menggunakan larutan NaOH 3,5% dengan perbandingan 1:10 (b/v) dengan pemanasan 65 °C . Proses deproteinasi bertujuan untuk menghilangkan protein dari cangkang

kepiting dengan menggunakan larutan basa, semakin kuat basa yang digunakan dan suhu pemanasannya semakin tinggi menyebabkan proses penghilangan protein akan semakin cepat. Hasil penelitian dapat dilihat pada gambar berikut ini :



Gambar 3. Tahap Deproteinasi

Tahap Demineralisasi

Tahap demineralisasi bertujuan untuk menghilangkan mineral yang terdapat pada sampel cangkang kepiting setelah mengalami

deproteinasi. Terdapat gelembung udara yang cukup banyak pada saat penambahan HCl sehingga prosesnya dilakukan secara bertahap agar tidak meluap.



Gambar 4. Tahap Demineralisasi

Tahap Deasetilasi

Tahap deasetilasi dilakukan dengan larutan basa konsentrasi tinggi, tujuannya untuk memutuskan ikatan

antara gugus asetil dengan atom nitrogen sehingga berubah menjadi gugus amina. Hasil penelitian dapat ditunjukkan pada gambar 5 berikut

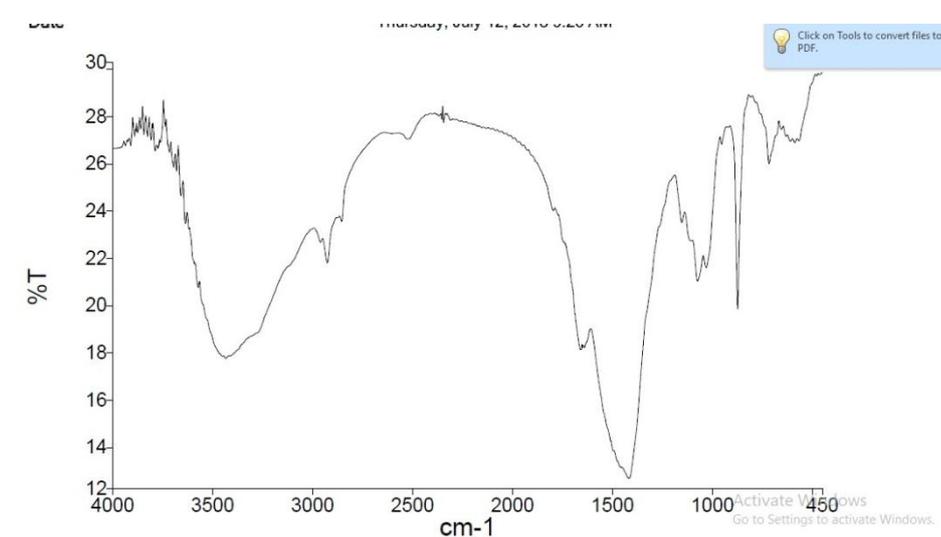


Gambar 5. Tahap Deasetilasi

Karakterisasi Kitin hasil isolasi dari cangkang kepiting dengan Spektrofotometer IR

Kitin yang diperoleh dari hasil isolasi cangkang kepiting dianalisis dengan spektrofotometer FTIR untuk

mengetahui gugus fungsi utama yang ada pada cangkang kepiting dan dibandingkan dengan spektra kitin literatur. Hasil karakterisasi kitin dari cangkang kepiting ditunjukkan pada gambar 6 berikut :



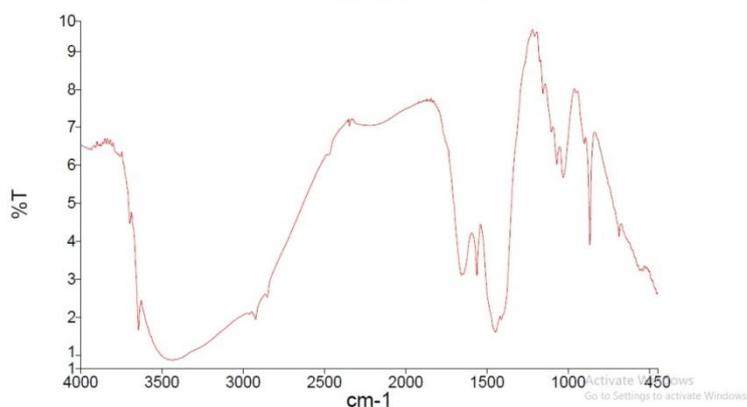
Gambar 6. Spektra Infra Merah Kitin Hasil Isolasi dari Cangkang Kepiting

Spektra infra merah kitin hasil isolasi dari cangkang kulit kepiting memperlihatkan pola serapan yang muncul pada bilangan gelombang 3415,41 cm^{-1} menunjukkan vibrasi OH intermolekuler. Vibrasi ulur N-H tidak terlihat pada spektra IR. Terdapat serapan pada 2926,6 yang

menunjukkan uluran C-H alifatik. Vibrasi ulur C=O pada 1658,89 cm^{-1} . Tidak terlihat vibrasi N-H. Terdapat serapan pada 1436,29 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi C-O-C. Vibrasi ikatan N-H pada 715,9 cm^{-1} pada cangkang kepiting.

Tabel 1 . Hasil analisis gugus fungsi kitin cangkang kepiting

Gugus Fungsi	Kitin literatur	Kitin Cangkang kepiting
OH	3448	3415
N-H Ulur	3300-3250	
C-H ulur	2891,1	2926,6
C=O ulur	1680-1660	1658,89
N-H bengkokan	1560-1530	1561
CH3	1419,5	1436,29
C-O-C	1072,3	1072,3
N-H Kibasan	750-650	715,9



Gambar 7. Spektra Infra Merah Kitosan Hasil Isolasi dari Cangkang Kepiting

Pada spektra Infra merah kitosan yang telah dibuat dari kitin menunjukkan adanya serapan pada panjang gelombang $3426,41 \text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi N-H Primer. Tidak terbentuk vibrasi ulur N-H pada hasil sintesis kitosan. Terdapat serapan pada $2923,59 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan munculnya vibrasi C-H alkana. Pada bilangan gelombang $2346,04$ merupakan rentangan N-H dari amina Vibrasi dari NH mida primer muncul pada serapan $1650,53 \text{ cm}^{-1}$. Vibrasi N-H amina sekunder memberikan serapan pada bilangan gelombang $1561,75 \text{ cm}^{-1}$. Vibrasi C-O-C pada serapan $1069,7$, serta N-H kibasan muncul pada serapan $687,77 \text{ cm}^{-1}$. Dilihat dari gugus yang diidentifikasi yaitu adanya gugus amina primer maka dapat disimpulkan bahwa bubuk serbuk yang diperoleh terdapat kitosan.

Dari hasil penelitian ini menunjukkan proses isolasi kitin dan sintesis kitin menjadi kitosan belum sempurna, oleh karena itu perlu dilakukan pengulangan satu kali untuk memperoleh hasil yang lebih baik. Tahap aplikasi kitosan belum dilakukan, sehingga persentase

penelitian mencapai 50% dari target yang dicapai.

Aplikasi Kitosan sebagai bahan penjernih air

Untuk mengetahui efektivitas kitosan sebagai bahan penjernih air dilakukan dengan mengaplikasikan kitosan ke dalam air yang memiliki kualitas rendah yaitu air limbah pH 5. Indikator untuk mengetahui efektivitas dari kitosan sebagai bahan penjernih air dilihat dari perubahan pH air yang diukur setelah terjadinya proses koagulasi-flokulasi. Adapaun proses yang dilakukan adalah 1gram kitosan dilarutkan dalam 100 mL asam asetat 1%. Pengadukan dilakukan dengan menggunakan magnetik stirrer selama 6 jam untuk memastikan kitosan terlarut sempurna. Sebanyak 500 mL air keruh. Agitasi dilakukan pada 100 rpm selama 1 menit setelah penambahan koagulan, kemudian dilanjutkan dengan *slow mixing* pada 60 rpm selama 10 menit. Setelah proses flokulasi selesai, flok yang telah terbentuk dibiarkan mengendap selama 30 menit. Setelah terpisah dari flok.



Gambar 8. Proses Koagulasi dan Flokulasi kitosan sebagai penjernih air

Hasil penelitian menunjukkan bahwa pada saat proses koagulasi-flokulasi terbentuk flok-flok yang berwarna putih melayang pada air yang mengindikasikan bahwa kitosan menyerap zat-zat yang dapat menyebabkan terjadinya kekeruhan. Proses ini berlangsung selama 30 menit setelah itu didiamkan untuk mengendapan flok yang terbentuk. pH air setelah dilakukan proses flokulasi menjadi pH 6 dari pH 5. Dilihat dari kasat mata terjadi perubahan dari keruh menjadi sedikit bening. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mengetahui rasio perbandingan antara air sampel dengan kitosan agar proses penjernihan menjadi lebih efektif

Kesimpulan

Hasil penelitian dapat disimpulkan beberapa hal :

1. Limbah cangkang kepiting dapat disintesis menjadi kitosan terlihat dari spektra infra merah yang diperoleh adanya gugus N-H pada panjang gelombang 1560 cm^{-1}
2. Efektivitas kitosan sebagai koagulan penjernih air dapat dilihat dari terjadi perubahan pH dari 5 menjadi 6 dan dilihat dari kasat mata terjadi perubahan dari keruh pekat menjadi agak jernih

DAFTAR PUSTAKA

- Agustina Sry, Kurniasih Yeti. 2013. Pembuatan Kitosan dari Cangkang Udang dan Aplikasinya Sebagai Adsorben Untuk Menurunkan Kadar Logam Cu. *Seminar Nasional FMIPA UNDIKSHA III*.
- Hargono dan M.Djaeni.2010. Pemanfaatan Kitosan dari Kulit Udang sebagai Pelarut Lemak, *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia*.
- Khan,T.A., Peh, K.K & Ching, H.S. 2002. Reporting degree of deacetylation values of chitosan : the influence of analytical methods. *J Pharm Pharmaceut Sci* **5** : 205-212.
- Mu'minah.2008.Aplikasi Kitosan Sebagai Koagulan Untuk Penjernihan Air Keruh (Skripsi). Bandung: Program Studi Kimia Institut Teknologi Bandung.
- Sinardi., Soewando P dan Notodarmojo S. 2013. Pembuatan, Karakterisasi dan Aplikasi Kitosan dari Cangkang Kerang Hijau (MYTULUS VIRDIS LINNEUS) sebagai Koagulan Penjernih Air. *Konferensi*

- Nasional Teknik Sipil.
Universitas Sebelas Maret.
- Suptijah Pipih., Zahiruddin W dan Firdaus D. 2008. Pemurnian Air Sumur dengan Kitosan Melalui Tahapan Koagulasi dan Filtrasi. *Buletin Teknologi Hasil Perikanan Vol XI*.
- Tanasale., Killay Amos dan Laratmase Marsela S. 2012. Kitosan dari Limbah Kulit Kepiting Rajungan (*Portunus sanguinolentus* L.) sebagai Adsorben Zat Warna Biru Metilena. *J Natur Indonesia* **14(2)** :165-171.
- Trisnawati E., Andesti D dan Saleh A. 2013. Pembuatan Kitosan dari Limbah Cangkang Kepiting Sebagai Bahan Pengawet Buah Duku dengan Variasi Lama Pengawetan. *J Teknik Kimia No 2, Vol 19* t7.