

## Pengaruh Konsentrasi NaOH pada Proses Deasetilasi Kitin terhadap Derajat Deasetilasi Kitosan

Herman Aldila<sup>1,\*</sup>, Atin Nuryadin<sup>2</sup>, & Desy Yuliana Dalimunthe<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Fisika, Universitas Bangka Belitung

Jl. Kampus Peradapan, Kampus Terpadu Balunijuk Gd. Dharma Penelitian Lt 1, Bangka, Kepulauan Bangka Belitung, Indonesia 33172

<sup>2</sup>Jurusan Pendidikan Fisika, Universitas Mulawarman

Jl. Muara Pahu, Kampus Gn. Kelua Gd. H, Samarinda, Kalimantan Timur, Indonesia 75123

<sup>3</sup>Jurusan Matematika, Universitas Bangka Belitung

Jl. Kampus Peradapan, Kampus Terpadu Balunijuk Gd. Babel IV Lt 2, Bangka, Kepulauan Bangka Belitung, Indonesia 33172

\*E-mail korespondensi: hermanaldilaubb@gmail.com

### Info Artikel:

Dikirim:  
30 Januari 2020  
Revisi:  
28 Februari 2021  
Diterima:  
3 Mei 2021

### Kata Kunci:

Kitin; kitosan;  
deasetilasi;  
derajat  
deasetilasi;

### Abstract

Shrimp shell waste contains chemical compounds including protein 30-40%, calcite ( $\text{CaCO}_3$ ) 30-50%, and chitin 20-30%. *The chitin contained in the shrimp shell can be further processed to produce chitosan which has many benefits in the industrial sector.* Extraction of chitosan was carried out in four steps: deproteinization, demineralization, decolorization and deacetylation of chitin. In this case, Extraction of chitosan studied of effect of NaOH concentration on deacetylation process and then used FTIR tipe Thermo Scientific Nicolet iS10 for characterization. The results shown that the increase of NaOH concentration from 20% to 60%, the chitosan DD increased. The diffusion rate of  $\text{OH}^-$  causes increment of  $\text{OH}^-$  attack to the amino group thus realizing the effective deacetylation of chitin. The highest chitosan DD was up to 69.49% is achieved under the optimized conditions of this process and the occurrence of deacetylation structurally demonstrated by the Fourier transform infrared (FTIR) characterization.

## PENDAHULUAN

Udang merupakan salah satu komoditas perikanan Indonesia khususnya di Provinsi Kepulauan Bangka Belitung. Umumnya masyarakat setempat menjual komoditas ini dalam bentuk mentah maupun setengah jadi. Produk setengah jadi yang dimaksud adalah mengolah udang dalam bentuk udang ebi. Salah satu sentra pengolahan udang ebi di Pulau Panjang Kabupaten Bangka Selatan. Bahan baku udang ebi adalah udang krosok (*Penaeus semisulcatus*) segar yang telah direbus dan dikupas kulitnya kemudian dijemur dibawah sinar matahari selama 1-2 hari. Berdasarkan hasil wawancara dan observasi diperoleh informasi bahwa dalam setiap 10 kg udang krosok segar hanya menghasilkan rata-rata 0,8-1 kg udang ebi kering. Tentu potensi limbah udang ebi berupa kulit menjadi sangat potensial untuk dikembangkan salah satunya sebagai bahan baku kitosan.

Limbah cangkang udang mengandung senyawa kimia diantaranya adalah protein 30-40%, kalsit ( $\text{CaCO}_3$ ) 30-50%, dan kitin 20-30% [1]. Kitin yang terkandung dalam cangkang udang

tersebut dapat diproses lebih lanjut menghasilkan kitosan yang mempunyai banyak manfaat di bidang industri. Kitosan merupakan biopolimer yang banyak digunakan diberbagai industri kimia, antara lain sebagai koagulan dalam pengolahan limbah air, bahan pelembab, pelapis benih, adsorben ion logam, anti kanker/tumor, anti kolestrol, komponen tambahan pakan ternak, sebagai lensa kotak, pelarut lemak, dan pengawet makanan [2-3]. Sumber kitin yang sangat potensial adalah karangka luar crustacea seperti udang, kepiting, rajungan, dan lobster. Selain itu kandungan kitosan juga dapat ditemukan pada serangga, ragi, jamur, serta cangkang molusca [2,4]. Kitin secara alami merupakan senyawa yang tidak berdiri sendiri tetapi bergabung dengan senyawa lain. Pada crustacea, kitin bergabung dengan protein, dan kalsit [5].

Kitosan adalah suatu biopolimer dari D-glukosamin yang dihasilkan dari proses deasetilasi kitin dengan menggunakan alkali kuat. Kitosan bersifat sebagai polimer kationik yang tidak larut dalam air, dan larutan alkali dengan pH diatas 6,5. Kitosan mudah larut dalam asam organik seperti asam formiat, asam asetat, dan asam sitrat [2]. Secara umum proses pembuatan kitosan meliputi 3 tahap, yaitu deproteinasi, demineralisasi, dan deasetilasi. Proses deproteinasi bertujuan mengurangi kadar protein dalam cangkang dengan menggunakan larutan alkali encer dan pemanasan. Proses demineralasi dimaksudkan untuk mengurangi kadar kalsit dengan menggunakan asam konsentrasi rendah untuk mendapatkan kitin, sedangkan proses deasetilasi bertujuan menghilangkan gugus asetil dari kitin melalui pemanasan dalam larutan alkali kuat dengan konsentrasi tinggi [6]. Kualitas kitosan salah satunya ditentukan dari seberapa besar derajat deasetilasinya. Derajat deasetilasi pada pembuatan kitosan bervariasi tergantung pada bahan dasar dan kondisi proses seperti konsentrasi larutan alkali, suhu, dan waktu [5].

Salah satu parameter kualitas kitosan adalah nilai derajat deasetilasi (DD). Nilai ini mendeskripsikan tingkat deasetilasi kitin menjadi kitosan dengan memutus rantai gugus asetil. Semakin besar nilai DD maka proses deasetilasi kitin semakin baik. Optimasi proses sintesis kitosan meliputi proses deproteinasi, demineralisasi, dan deasetilasi merupakan salah satu faktor utama yang dapat menentukan nilai DD pada kitosan selain dari bahan baku yang digunakan. Pada penelitian ini telah dikaji mengenai pengaruh variasi konsentrasi NaOH pada proses deasetilasi kitin terhadap nilai derajat deasetilasi kitosan cangkang udang limbah ebi (*Penaeus semisulcatus*).

## **METODE PENELITIAN**

Bahan yang digunakan adalah NaOH (pellets, 99%), HCl (37%), dan NaClO (14% klorin aktif) yang dibeli dari MERCK. Aquades digunakan dalam setiap pembuatan larutan maupun pengenceran. Dalam penelitian ini cangkang udang yang digunakan diperoleh dari limbah industri rumah tangga udang ebi (Bangka, Indonesia) dan berasal dari (*Penaeus semisulcatus*). Pada tahap preparasi, limbah udang dicuci beberapa kali menggunakan air mendidih untuk menghilangkan impuritas organik kemudian dicuci dengan air suling dan dikeringkan menggunakan sinar matahari (sekitar 27 °C) selama 4 jam. Untuk mendapatkan prekursor, cangkang udang yang telah kering dihaluskan lalu diayak menggunakan ayakan 100 mesh. Sebanyak masing-masing 30 gram prekursor dilarutkan dalam 180 mL larutan natrium hidroksida (NaOH) 2N pada temperatur 30°C dan di stirrer selama satu jam. Setelah dipisahkan dari larutannya, prekursor dicuci dengan aquadest hingga netral kemudian dikeringkan. Padatan kering hasil deproteinasi selanjutnya didemineralisasi dengan menggunakan larutan HCl 1,5 N dengan perbandingan 1:12 b/v dan diaduk pada suhu kamar selama 1 jam. Setelah disaring, padatan dicuci dengan aquadest hingga netral kemudian dikeringkan sehingga diperoleh kitin kering. Kitin yang diperoleh direaksikan dengan NaClO untuk memutihkannya dan selanjutnya

dideasetilasi menggunakan NaOH 40% lalu dicuci hingga netral. Kitosan yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan FTIR tipe Thermo Scientific Nicolet iS10.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis spektrum FT-IR kitosan dilakukan pada daerah gugus fungsi dan daerah sidik jari dengan frekuensi  $4000\text{ cm}^{-1}$  -  $600\text{ cm}^{-1}$ . Nilai derajat deasetilasi kitosan ditentukan dengan menggunakan metode *base line* [7] berdasarkan spektrum FT-IR, dengan persamaan:

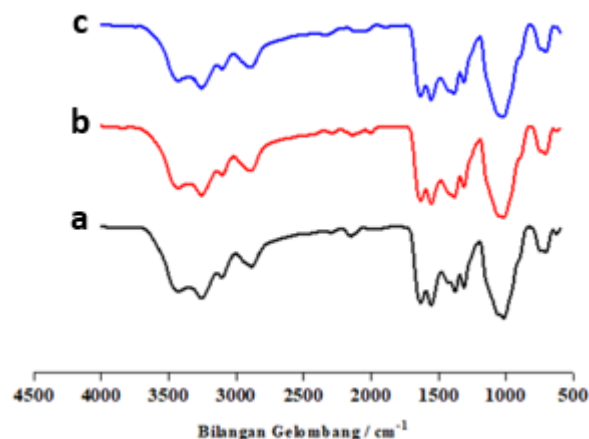
$$DD = \left(100 - \left(\frac{A_{1655}}{A_{3450}}\right) \times \frac{100}{1,33}\right) \quad (1)$$

Dimana,  $A_{1655}$  menunjukkan serapan pada pita amida,  $A_{3450}$  menunjukkan serapan pada pita hidroksil, dan faktor 1,33 menunjukkan nilai rasio  $A_{1655} / A_{3450}$  untuk deasetilasi kitin sempurna.

**Tabel 1.** Derajat deasetilasi kitosan

Sampel	Konsentrasi NaOH (%)	Derajat deasetilasi (%)
1	20	64,31
2	40	66.27
3	60	69.49

Seperti yang terlihat pada Tabel 1. dengan peningkatan konsentrasi NaOH dari 20% menjadi 60%, derajat deasetilasi kitosan meningkat dari 64,31% menjadi 69,49%. Nilai derajat deasetilasi kitosan tertinggi dicapai pada konsentrasi NaOH sebesar 60%. Reaksi deasetilasi kitin sebagian besar dipengaruhi oleh hambatan sterik dari struktur alami kitin [8]. Hambatan sterik yang dibentuk oleh struktur kompak alami kitin menghalangi serangan OH<sup>-</sup> ke gugus amino. Selanjutnya, laju difusi OH<sup>-</sup> ke permukaan dan bagian dalam partikel kitin akan sangat bergantung pada konsentrasi alkali. Oleh karena itu, peningkatan konsentrasi NaOH memfasilitasi OH<sup>-</sup> untuk mengatasi hambatan sterik dan mencapai deasetilasi kitin [9-10].



**Gambar 1.** Pengaruh konsentrasi NaOH (a) 20%, (b) 40% dan 60%

Pita lebar pada sekitar  $3450\text{ cm}^{-1}$  berhubungan dengan peregangan vibrasi OH. Pita hampir menghilang pada  $3260$  dan  $3107\text{ cm}^{-1}$  yang berasal dari peregangan N-H setelah deasetilasi. Hal ini menyebabkan ikatan hidrogen reguler N-H pada kitin yang tidak bereaksi mengganggu reaksi deasetilasi. Deasetilasi yang berhasil ditunjukkan dengan reduksi pita pada  $1655\text{ cm}^{-1}$  dan  $1310\text{ cm}^{-1}$  masing-masing ditugaskan untuk peregangan C = O dalam ikatan amida dan getaran tekuk

CO-NH [11-13]. Vibrasi regangan ikatan glikosidik struktur polisakarida kitosan pada 1021 dan 856  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan deasetilasi kitin yang efektif [14]. Puncak intens pada 1556  $\text{cm}^{-1}$  yang timbul dari deformasi N-H amida II dan pita pada 1430  $\text{cm}^{-1}$  yang berasal dari vibrasi ulur deformasi C-H alkana [15].

## KESIMPULAN

Kitosan telah berhasil diproduksi dari limbah industri rumah tangga udang kering (Bangka, Indonesia). Pengaruh konsentrasi NaOH pada proses deasetilasi telah dianalisis. Pada penelitian ini secara signifikan menunjukkan bahwa derajat deasetilasi kitosan meningkat seiring dengan peningkatan konsentrasi NaOH pada proses deasetilasi kitin. Laju difusi OH<sup>-</sup> menyebabkan peningkatan serangan OH<sup>-</sup> ke gugus amino sehingga mewujudkan deasetilasi kitin yang efektif. Derajat deasetilasi kitosan tertinggi tercapai sebesar 69,49% konsentrasi NaOH 60%.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Dalam kesempatan ini penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada universitas Bangka Belitung yang telah membiayai kegiatan penelitian melalui skema Penelitian Dosen Tingkat Universitas (PDTU) dengan Nomor DIPA-042.01.2.401021/2019 untuk Tahun Pelaksanaan 2019.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] El Knidri H, El Khalfaouy R, Laajeb A, Addaou A, and Lahsini A 2016 Eco-friendly extraction and characterization of chitin and chitosan from the shrimp shell waste via microwave irradiation process. *Saf. Environ. Prot.* 104 395-405.
- [2] Hamed I, Ozogul F, and Regenstein J M 2016 Industrial applications of crustacean by-products (chitin, chitosan, and chitooligosaccharides): A review. *Trends Food Sci. Technol.* 48 40-50.
- [3] Salah R, Michaud P, Mati F, Harrat Z, Lounici H, Abdi N, Drouiche N, and Mameri N 2013 Anticancer activity of chemically prepared shrimp low molecular weight chitin evaluation with the human monocyte leukaemia cell line, THP-1. *Int. J. Biol. Macromol* 52 333-9.
- [4] Kumirska J, Czerwicka M, Kaczynski Z, Bychowska A, Brzozowski K, Thoming P, and Stepnowski P 2010 *Application of spectroscopic methods for structural analysis of chitin and chitosan. Mar. Drug.* 8 (9) 1567-636.
- [5] Daraghme N H, Chowdhry B Z, Leharne S A, Al Omari M M, and Badwan A A 2011 *Chitin, profiles drug subst. excipients relat. methodol. 1st ed. Elsevier Inc.* 35- 102.
- [6] Younes I, Hajji S, Frachet V, Rinaudo M, Jelloulli K, and Nasri M 2014 *Chitin extraction from shrimp shell using enzymatic treatment. Antitumor, antioxidant and antimicrobial activities of chitosan. Int. J. Biol. Macromol.* 69 489- 98.
- [7] Khan, T., Peh, K. & Chang, H., 2002. Reporting Degree of Deacetylation Values of Chitosan; The Influence of Analytical Methods. *J.Pharm.Sci*, 5(3), pp. 205-212.
- [8] Methacanon P, Prasitsilp M, Pothsree T, and Pattaraarchachai J 2003 *Heterogeneous N-deacetylation of squid chitin in alkaline solution. Carbohydr. Polym.* 52 (2) 119-23.

- [9] Liu T G, Li B, Huang W, Lv B, Chen J, Zhang J X, and Zhu L P 2009 *Effects and kinetics of novel temperature cycling treatment on the N-deacetylation of chitin in alkaline solution. Carbohydr. Polym.* **77** (1) 110-7.
- [10] Chang K L B, Tsai G, Lee J, and Fu W 1997 *Heterogeneous N-deacetylation of chitin in alkaline solution. Carbohydr. Res.* **303** (3) 327-32.
- [11] Rashid T U, Rahman M M, Kabir S, Shamsuddin S M, and Khan M A A 2012 *A new Approach for the preparation of chitosan from  $\gamma$ -irradiation of prawn shell: effects of radiation on the characteristic of chitosan. Polym. Int.* **61** (8) 1302-8
- [12] Paulino A T, Simionato J I, Garcia J C, and Nozaki J 2006 *Characterization of chitosan and chitin produced from silkworm crysalides. Carbohydr. Polym.* **64** (1) 98-103.
- [13] Kumari S, Rath P, Kumar A S H, and Tiwari T 2015 *Extraction and characterization of chitin and chitosan from fishery waste by chemical method. Environ. Technol. Innov.* **3** 77-85.
- [14] Sivakami M, Gomathi T, Venkatesan J, Jeong H S, Kim S K, and Sudha P 2013 *Preparation and characterization of nano chitosan for treatment wastewaters. Int. J. Biol. Macromol.* **57** 204- 12.
- [15] Dompeipen E J 2017 *Isolation and identification of chitin and chitosan from windu shrimp (*Penaeus monodon*) with infrared spectroscopy. Majalah Biam* **13** (1) 31-41.