

PEMBUATAN KITOSAN DARI LIMBAH CANGKANG KULIT UDANG WINDU (*Penaeus monodon*) ASAL KABUPATEN MALAKA

Mikhael Rifantus Naisau*, Maria Magdalena Kolo dan Matius Stefanus Batu

Program Studi Kimia, Fakultas Pertanian, Sains dan Kesehatan, Universitas Timor, Kefamenanu, Indonesia

*Email: rivannaisau00@gmail.com

Received:
12th May 2023,
Accepted:
08th August 2023
Published:
15th September 2023

DOI: 10.32938/jcsa.v1i2.4417

Abstrak

Cangkang udang merupakan limbah yang dapat mencemari lingkungan. Bagian kepala dan cangkang udang dapat digunakan dalam proses pembuatan kitosan, mengandung kitin sebesar 20%-30%, protein 30%-40%, dan kalsium karbonat 30%-50%. Tujuan dari penelitian ini untuk mengetahui konsentrasi NaOH optimum pada proses deasetilasi kitin udang menjadi kitosan. Produksi kitin dilakukan melalui dua tahap yaitu demineralisasi dan deproteinasi. Proses deasetilasi dilakukan menggunakan larutan HCl 1 N, dengan perbandingan 1/15 (b/v). Reaksi deproteinasi dilakukan menggunakan larutan NaOH 3,5%, dengan perbandingan 1/10 (b/v). Reaksi deasetilasi kitin menjadi kitosan dilakukan dengan memvariasikan konsentrasi NaOH. Pada rentang 30%-70%, dengan perbandingan 1/10 (b/v), sambil dipanaskan selama 4 jam pada suhu 120°C dengan kecepatan 600 rpm. Derajat deasetilasi kitosan ditentukan menggunakan Spectroscopy FTIR (*Fourier Transform Infrared*). Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa konsentrasi NaOH optimum pada proses deasetilasi kitin limbah kulit cangkang udang windu menjadi kitosan yaitu 60% dengan perolehan rendemen sebesar 78,03%, kadar air 4%, kadar abu 0,04%, dan viskositas sebesar 3,5347±0,00 Cp.

Kata kunci: cangkang udang windu, kitosan, variasi konsentrasi NaOH.

1. Pendahuluan

Indonesia merupakan negara maritim yang mempunyai potensi cukup besar sebagai penghasil jenis ikan dan hewan laut seperti kepiting dan udang. Udang merupakan salah satu komoditi ekspor andalan, dan umumnya diekspor dalam bentuk daging yang sudah dipisahkan dari kepala, kulit dan ekornya¹. Udang windu adalah salah satu komoditas perikanan yang sangat digemari masyarakat karena rasa dagingnya yang lezat, namun pada umumnya cangkang dan kepala udang dibuang begitu saja dan menjadi limbah padat yang dapat mencemari dan merusak estetika lingkungan. Bagian kepala dan cangkang udang windu memiliki potensi menjadi sesuatu yang cukup berarti dan bernilai ekonomis sehingga dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku kitosan di industri².

Peneliti terdahulu telah menyatakan bahwa kulit udang dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan kitosan, karena mengandung kitin sebesar 20-30%, protein 30-40%, dan kalsium karbonat 30-50%³. Kitosan merupakan suatu amina polisakarida hasil proses deasetilasi kitin. Senyawa ini

merupakan biopolimer alam yang penting dan bersifat polikationik sehingga dapat diaplikasikan dalam berbagai bidang seperti adsorben logam, penyerap zat warna tekstil. Kitosan juga memiliki sifat biokompatibel, *biodegradable* dan nontoksik sehingga senyawa ini digunakan dalam industri ramah lingkungan¹. Penelitian tentang pembuatan kitosan dari limbah cangkang udang serta aplikasinya dalam mereduksi kolesterol lemak kambing telah dilakukan dan diperoleh derajat deasetilasi kitosan tertinggi sebesar 82,98% menggunakan konsentrasi NaOH 50%⁴.

Kitosan merupakan turunan dari kitin yang banyak terdapat pada kulit hewan golongan *crustaceae* seperti kepiting, udang dan lobster⁵. Produksi kitin biasanya dilakukan dalam tiga tahap, yaitu demineralisasi, deproteinasi, dan depigmentasi. Sedangkan kitosan diperoleh dengan deasetilasi kitin dengan larutan basa dengan konsentrasi tinggi. Kitosan dapat diperoleh dengan melarutkan kitin menggunakan pelarut alkali seperti NaOH melalui proses deasetilasi⁶. Secara teori, jika konsentrasi NaOH yang digunakan pada proses deasetilasi semakin tinggi maka derajat deasetilasi juga semakin tinggi sehingga mutu kitosan

juga tinggi. Pada konsentrasi NaOH 80 % diperoleh derajat deasetilasi sebesar 72,74%⁷.

Penelitian sebelumnya⁸ menunjukkan bahwa kitosan dari limbah kulit udang memiliki nilai derajat deasetilasi sebesar 57,318% dan 65,636% berturut-turut untuk penambahan NaOH 40 dan 50%. Hal yang sama juga diperoleh pada nilai derajat deasetilasi kitosan dari cangkang kerang kampak yang menunjukkan nilai derajat deasetilasi tertinggi pada penambahan NaOH 60% dibandingkan dengan 50 dan 55% yaitu sebesar 72,42 ± 1,23 pada suhu 100°C⁹. Peneliti lainnya telah mengisolasi kitosan dari limbah kulit udang. Kualitas kitosan yang dihasilkan adalah kadar air 9,28 %, kadar abu 1,49%, kadar protein ≤ 0,5% larut sempurna dengan asam asetat 2%, rendemen 63% dan derajat asetilasi 83,25%¹⁰.

Berdasarkan latar belakang tersebut maka dalam penelitian ini dilakukan pembuatan kitosan dari cangkang udang windu asal Kabupaten Malaka karena daerah tersebut merupakan daerah penghasil udang. Proses pembuatan kitosan dilakukan melalui proses deproteinasi menggunakan larutan basa (NaOH), demineralisasi menggunakan HCl, deasetilasi menggunakan NaOH dan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) digunakan untuk karakterisasi hasil kitosan.

2. Metodologi

2.1 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah cangkang kulit udang windu yang diambil dari Malaka, indikator pH universal, natrium hidroksida (NaOH), asam klorida (HCl), asam asetat (CH₃OOH), dan akuades.

2.2 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas beker, erlenmeyer, labu ukur, pengaduk magnetik, blender, kertas saring, oven, desikator, neraca analitik, corong, pengaduk kaca, gelas arloji, pipet volume, pipet tetes, *furnance*, dan spektrofotometer FTIR.

2.3 Prosedur Kerja

Preparasi Sampel

Sampel cangkang udang windu dipisahkan dari dagingnya, lalu dicuci dengan air bersih untuk membersihkan kotoran-kotoran yang masih menempel. Selanjutnya cangkang kulit udang dikeringkan di bawah sinar matahari hingga kering, kemudian dihaluskan menggunakan blender. Cangkang kulit udang yang telah dihaluskan kemudian diayak menggunakan ayakan 100 mesh.

Deproteinasi

Limbah cangkang kulit udang sebanyak 100 gram dilarutkan dalam larutan NaOH 3,5% (b/v) dengan perbandingan serbuk kulit udang: pelarut = 1: 10 (b/v), kemudian dipanaskan

selama 2 jam pada suhu 65 °C sambil terus diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer*. Selanjutnya campuran ini didinginkan dan disaring dengan kertas saring. Residu yang telah disaring, dicuci dengan akuades sampai pH netral. Residu netral yang didapat merupakan kitin kasar yang kemudian dikeringkan dalam oven dengan suhu 65 °C selama 24 jam dan ditimbang.

Demineralisasi

Endapan hasil deproteinasi dimasukkan ke dalam larutan HCl 1 N dengan perbandingan 1: 15 (b/v), kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 600 rpm selama 30 menit pada suhu ruang. Endapan lalu disaring dan dibilas dengan akuades hingga pH netral. Residu kemudian dikeringkan dalam oven 65 °C selama 24 jam dan ditimbang. Endapan akhir yang dihasilkan merupakan kitin kemudian dianalisis menggunakan Spektrofotometer FTIR.

Deasetilasi

Kitin yang dihasilkan dari proses demineralisasi dimasukkan ke dalam larutan NaOH 30% dengan perbandingan 1: 10 (b/v) sambil dipanaskan selama 4 jam pada suhu 120°C sambil diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 600 rpm. Campuran kemudian disaring menggunakan kertas saring dan dicuci dengan akuades sampai pH netral kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 65 °C selama 24 jam. Endapan yang dihasilkan merupakan kitosan dan dianalisis menggunakan Spektrofotometer FTIR. Langkah yang sama dilakukan untuk larutan NaOH 40%, 50%, 60%, dan 70%.

Karakterisasi Kitosan

Analisa Kadar Air (AOAC, 1995)

Sebanyak 1 g kitosan dimasukkan ke dalam cawan porselin yang telah diketahui beratnya. Cawan yang berisi kitosan dimasukan ke dalam oven dan dipanaskan pada suhu 105 °C selama 2 jam kemudian didinginkan dalam desikator lalu ditimbang.

Kadar air pada kitosan dihitung menggunakan rumus:

$$\text{Kadar Air (\%)} = \frac{(W_1 - W_0) - (W_2 - W_0)}{(W_1 - W_0)} \times 100\%$$

Keterangan:

W₀ = Berat cawan kosong (g)

W₁ = Berat cawan dan kitosan (g)

W₂ = Berat cawan dan kitosan setelah dipanaskan (g)

Analisa Kadar Abu (AOAC, 1995)

Sampel kitosan sebanyak 1 g ditimbang dalam cawan kosong yang telah diketahui beratnya, kemudian dimasukkan cawan yang berisi kitosan ke dalam *furnace* yang bersuhu 500°C selama 2 jam. Setelah itu didinginkan dalam desikator hingga mencapai suhu ruang lalu ditimbang.

Kadar abu dari sampel kitosan dapat hitung menggunakan rumus:

$$\text{Kadar Abu (\%)} = \frac{C - A}{B} \times 100\%$$

Keterangan:

A = Berat cawan kosong (g)

B = Berat cawan + kitosan (g)

C = Berat cawan + kitosan setelah pembakaran (g)

Penentuan Rendemen Kitosan¹¹

Penentuan Rendemen Kitosan berdasarkan pada perbandingan antara berat kitosan yang dihasilkan dengan berat limbah cangkang udang. Besarnya rendemen kitosan dapat dihitung menggunakan rumus.

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{\text{Berat Kitosan}}{\text{Berat Sampel}} \times 100\%$$

Penentuan Viskositas Kitosan¹²

Sampel kitosan ditimbang sebanyak 0,1 g kemudian dilarutkan dalam 100 mL larutan CH₃COOH 2% sehingga dihasilkan larutan kitosan. Larutan kitosan dipipet sebanyak 5 mL dan dimasukkan kedalam viskometer Ostwald yang telah dipasang dalam penangas air dengan suhu 30°C. Selanjutnya diukur waktu alir dari larutan kitosan dan dilakukan sebanyak tiga kali pengulangan. Nilai Viskositas dari kitosan yang diukur dengan viscometer Ostwald dapat dihitung menggunakan rumus:

$$\frac{\eta_1}{\eta_2} = \frac{t_1 \rho_1}{t_2 \rho_2}$$

Keterangan:

η_1 = Viskositas air (cP)

η_2 = Viskositas larutan kitosan (cP)

t_1 = Waktu alir air (detik)

t_2 = Waktu alir larutan kitosan (detik)

ρ_1 = Berat jenis air (g/mL)

ρ_2 = Berat jenis larutan kitosan (g/mL)

Penentuan Derajat Deasetilasi

Derajat deasetilasi diuji menggunakan spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dengan prosedur sebagai berikut:

Kitosan sebanyak 1 mg dicampurkan dengan 100 mg KBr. Kemudian dihaluskan menggunakan mortar dan dimasukkan ke dalam pallet serta ditekan hingga membentuk lapisan yang transparan. Selanjutnya pellet dimasukkan ke tempat sampel dan dianalisis dengan spektrofotometer FTIR.

Rumus untuk perhitungan base line:

$$DD = 100 - \left[\frac{A_{1655}}{A_{3450}} \right] \times \frac{100}{1,33}$$

Keterangan:

DD: Derajat Deasetilasi,

A₁₆₅₅: Absorbansi pada bilangan gelombang 1655 cm⁻¹ yang menunjukkan serapan karbonil dari amida.

A₃₄₅₀: Absorbansi bilangan gelombang 3450 cm⁻¹ yang menunjukkan serapan hidroksil dan digunakan sebagai standar internal.

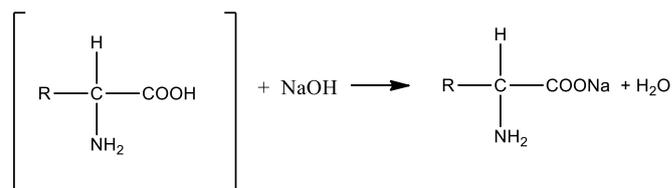
Faktor 1,33: Nilai perbandingan $\left[\frac{A_{1655}}{A_{3450}} \right]$ untuk kitosan yang terdeasetilasi 100%.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Isolasi Kitin Menjadi Kitosan dari Limbah Cangkang Kulit Udang Windu

Proses pembuatan kitosan dari limbah cangkang udang windu diawali dengan tahap preparasi sampel. Udang windu yang berasal dari Kabupaten Malaka dibersihkan dan dikeringkan di bawah sinar matahari untuk mengurangi kadar air pada cangkang¹³. Cangkang kulit udang windu kering dihaluskan menggunakan blender untuk mempermudah proses ekstraksi kitin menjadi kitosan¹⁴.

Proses ekstraksi kitin meliputi proses deproteinasi dan demineralisasi. Tahap deproteinasi menggunakan larutan NaOH untuk memisahkan atau memutuskan ikatan-ikatan protein pada kitin. Pada tahap deproteinasi, protein yang terkandung dalam cangkang udang akan larut dalam basa sehingga protein yang terikat secara kovalen pada gugus fungsi kitin akan terlepas¹⁵. Penelitian ini menggunakan larutan NaOH 3,5 % yang dipanaskan pada suhu 65 °C selama 2 jam. Proses pengadukan dan pemanasan bertujuan untuk mempercepat pengikatan ujung rantai protein dengan NaOH sehingga proses degradasi dan pengendapan protein berlangsung sempurna¹⁶. Pada saat proses deproteinasi larutan akan sedikit mengental dan berwarna kemerahan. Larutan mengental akibat adanya kandungan protein dari dalam *crude* kitin yang terlepas dan berikatan dengan ion Na⁺, membentuk natrium proteinat. Hasil tahap deproteinasi dicuci menggunakan aquades untuk menghilangkan sisa NaOH yang masih menempel pada *crude* kitin. Mekanisme reaksi deproteinasi¹⁷ ditunjukkan pada **Gambar 1**.



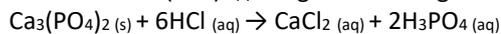
Gambar 1. Reaksi deproteinasi

Cangkang udang yang sudah bebas kandungan protein dilanjutkan dengan tahap demineralisasi. Proses demineralisasi bertujuan untuk menghilangkan mineral dan garam-garam anorganik yang terdapat pada kitin seperti kalsium, magnesium, fosfor, besi, mangan, kalium, tembaga, natrium, seng dan sulfur¹⁸. Mineral yang paling banyak terkandung dalam cangkang udang adalah CaCO₃¹⁹. Pada penelitian ini digunakan larutan HCl 1 N karena penggunaan larutan HCl dengan konsentrasi yang lebih tinggi tidak hanya melarutkan dan memisahkan mineral saja tetapi juga akan melarutkan kandungan kimia lainnya²⁰. Selain itu dalam melarutkan kalsium, HCl memiliki tingkat keefektifan yang lebih tinggi 10% daripada H₂SO₄²¹. Proses pemisahan mineral

ditunjukkan melalui pembentukan gas CO_2 berupa gelembung udara pada saat larutan HCl ditambahkan dalam sampel. Reaksi yang terbentuk dari proses demineralisasi sebagai berikut ²²:



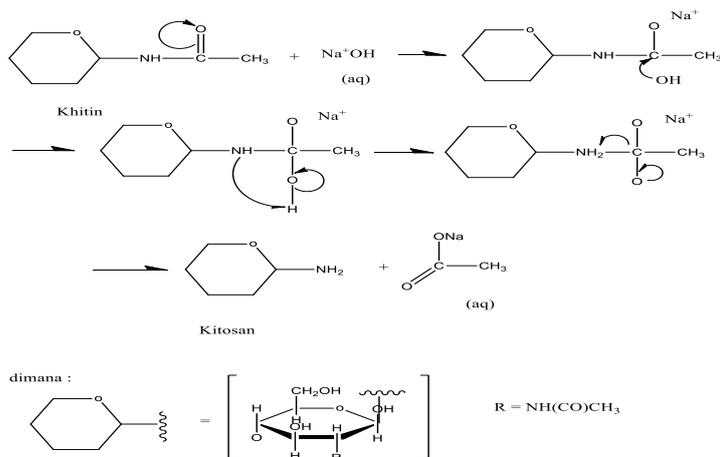
Dan reaksi $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2(\text{s})$ dengan HCl sebagai berikut:



Proses pengadukan juga diperlukan untuk menghindari meluapnya gas CO_2 selama proses demineralisasi berlangsung. Pencucian dilakukan untuk menetralkan pH residu dan untuk melarutkan CaCl_2 dan H_3PO_4 ²³.

3.2. Deasetilasi kitin menjadi kitosan

Proses deasetilasi bertujuan untuk menghilangkan gugus asetil dari kitin sehingga menjadi kitosan. Hal ini karena kitosan merupakan kitin yang kehilangan gugus asetil, dimana terjadi perubahan gugus asetil ($-\text{HCOCH}_3$) menjadi gugus amina ($-\text{NH}_2$) ²⁴. Proses deasetilasi kitin menggunakan basa berkonsentrasi tinggi. Penggunaan larutan alkali tinggi dan suhu yang tinggi selama proses deasetilasi mempengaruhi besar derajat deasetilasi yang dihasilkan ²⁵. Mekanisme reaksi hidrolisis kitin menjadi kitosan dengan menggunakan larutan NaOH ditunjukkan pada **Gambar 2** berikut.



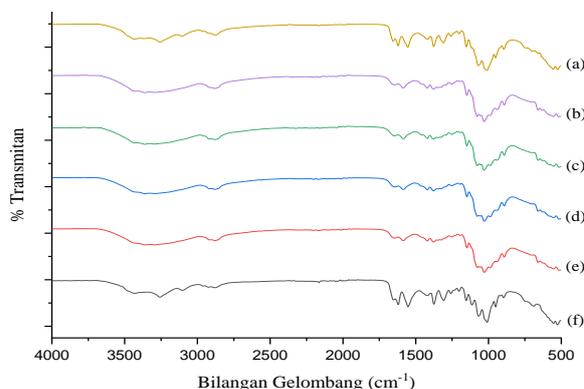
Gambar 2. Mekanisme reaksi deasetilasi

Pada penelitian ini digunakan larutan NaOH dengan variasi 30%, 40%, 50%, 60%, 70% yang dipanaskan pada suhu 120°C selama 4 jam. Penambahan NaOH menyumbangkan gugus hidroksil yang tersedia untuk terjadinya proses hidrolisis, sehingga memperbesar kemungkinan terjadinya eliminasi pada gugus karbonil yang disebabkan adisi oleh hidroksil dan terbentuklah gugus amina ²³. Konsentrasi NaOH dan suhu tinggi yang digunakan pada proses deasetilasi dapat menyebabkan derajat deasetilasi kitosan semakin tinggi. Konsentrasi NaOH yang tinggi menyebabkan reaksi substitusi gugus asetil menjadi optimum, dan penggunaan suhu yang tinggi menyebabkan gugus asetil terlepas dari struktur tinggi

sehingga menyisakan gugus amina bebas yang akan berikatan dengan hidrogen.

3.3. Karakterisasi kitosan

Karakterisasi kitosan meliputi analisis gugus fungsi, penentuan derajat deasetilasi, kadar air, kadar abu, rendemen kitosan, dan viskositas kitosan. Analisis gugus fungsi spektrum FTIR dilakukan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat pada sampel kitin dan kitosan seperti yang terlihat seperti pada **Gambar 3** berikut.



Gambar 3. Spektra FTIR kitosan 30% (a), 40% (b), 50% (c), 60% (d), 70% (e) dan kitin (f)

Spektra FTIR kitin diperlihatkan pada **Gambar 3** (f), bilangan gelombang $3448,5 \text{ cm}^{-1}$ sebagai akibat vibrasi ulur gugus $-\text{OH}$. Adanya pita serapan pada bilangan gelombang $1082,0 \text{ cm}^{-1}$ dan $1043,4 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur gugus $-\text{C}-\text{O}-$. Serapan pada bilangan gelombang $2987,5 \text{ cm}^{-1}$, $2918,1 \text{ cm}^{-1}$, dan $2852,5 \text{ cm}^{-1}$ muncul disebabkan oleh vibrasi ulur gugus $\text{C}-\text{H}$ dari alkana. Serapan uluran $-\text{CH}_3$ dan $-\text{CH}_2-$ terletak didaerah $2960-2850 \text{ cm}^{-1}$, sehingga pita yang terdapat pada bilangan gelombang $2819, 1 \text{ cm}^{-1}$ dan $2852,5 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan serapan uluran gugus $-\text{CH}_3$ dan $-\text{CH}_2-$ ²⁶. Pita serapan $\text{C}=\text{O}$ ulur terlihat pada panjang gelombang $1640,2$.

Transformasi kitin menjadi kitosan pada proses deasetilasi diperlihatkan pada **Gambar 3** (a)-(e) dengan munculnya beberapa puncak absorpsi pada bilangan gelombang $3446,79 \text{ cm}^{-1}$, menunjukkan gugus $-\text{OH}$ dengan intensitas yang kuat. Puncak absorpsi pada bilangan gelombang $1651,07 \text{ cm}^{-1}$ dan $1597,06 \text{ cm}^{-1}$, menunjukkan adanya gugus $-\text{NH}_2$. Pada kitosan gugus karbonil amida (NHCOCH_3) pada bilangan gelombang $1651,07 \text{ cm}^{-1}$, intensitasnya menurun dibandingkan dengan kitin karena telah terhidrolisis oleh bantuan basa kuat NaOH ²⁷. Bilangan gelombang $700-800 \text{ cm}^{-1}$ pada spektrum kitosan mengindikasikan adanya vibrasi tekuk $\text{N}-\text{H}$ dari amina (NH_2). Bilangan gelombang $1083,08 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur gugus $-\text{C}-\text{O}-$. Perhitungan rendemen menunjukkan banyaknya kitosan yang dihasilkan dari sampel. Rendemen kitosan dapat dihitung dari perbandingan bobot kitosan dengan bobot bahan baku kering. Rendemen kitosan yang dihasilkan pada penelitian ini dapat dilihat pada **Tabel 1**.

Tabel 1. Rendemen kitosan dari cangkang kulit udang windu

No	Konsentrasi NaOH (%)	Rendemen kitosan (%)
----	----------------------	----------------------

1.	30	82,00
2.	40	75,00
3.	50	72,75
4.	60	65,75
5.	70	62,25

Tabel 1 menunjukkan rendemen kitosan tertinggi pada konsentrasi NaOH 30% yaitu sebesar 81,05%, sedangkan rendemen kitosan terendah pada konsentrasi 70% yaitu sebesar 62,25%. Hasil rendemen yang mengalami penurunan dipengaruhi oleh konsentrasi NaOH. Semakin tinggi konsentrasi NaOH yang digunakan, maka semakin rendah rendemen kitosan. Hal ini disebabkan dari proses demineralisasi, deproteinasi, dan deasetilasi yang dilakukan dalam proses pembuatan kitosan yang menyebabkan kandungan mineral, protein, dan asetil berkurang. Selain konsentrasi NaOH, faktor suhu juga mempengaruhi rendemen kitosan. Suhu dapat mempercepat reaksi deasetilasi, tetapi suhu yang terlalu tinggi dapat menyebabkan pelepasan rantai asetilasi yang berlebihan pada kitin sehingga terbentuk partikel-partikel kitosan yang halus kemudian ikut terlarut dalam larutan NaOH selama proses deasetilasi berlangsung dan menyebabkan penurunan massa kitosan.

Karakteristik kitosan yang dianalisis meliputi kadar air, kadar abu, derajat deasetilasi dan viskositas. Hasilnya ditampilkan pada **Tabel 2** berikut:

Tabel 2. Karakteristik kitosan cangkang kulit udang windu

No	Konsentrasi NaOH (%)	Kadar air (%)	Kadar Abu (%)	Derajat Deasetilasi (%)	Viskositas (cP)
1.	30	4	0,63	67,79	0,9190 ± 0,01
2.	40	6	0,21	72,58	3,5347 ± 0,00
3.	50	7	0,13	76,57	3,2550 ± 0,02
4.	60	9	0,10	78,03	2,5340 ± 0,01
5.	70	10	0,04	74,40	2,2032 ± 0,00

Analisis kadar air bertujuan untuk mengetahui jumlah kandungan air yang ada pada kitosan dimana dapat diketahui dari banyaknya air yang menguap saat proses pemanasan. Berdasarkan data SNI 7949:2013, standar maksimal kadar air yang terkandung pada kitosan sebesar 12%. Kadar air yang tinggi akan menyebabkan kesegaran dan daya simpan kitosan menjadi singkat.

Kadar air kitosan yang dihasilkan pada penelitian ini berkisar antara 4 %-10 %. Nilai ini memenuhi mutu berdasarkan standar SNI 7949: 2013 yaitu maksimal 12 %. Nilai kadar air mengalami penurunan seiring bertambahnya konsentrasi NaOH. Kitosan mudah menyerap udara dan uap air

disekitarnya dimana gugus amina, N-asetil dan hidroksil pada kitosan akan berikatan hidrogen dengan H₂O di udara. Kadar air kitosan dipengaruhi oleh kelembapan relatif udara pada sekeliling tempat penyimpanan²¹. Faktor lain yang mempengaruhi kadar air yaitu proses pengeringan, lama pengeringan yang dilakukan, jumlah kitosan yang dikeringkan dan luas permukaan tempat kitosan dikeringkan.

Penentuan kadar abu bertujuan untuk mengetahui kandungan mineral yang terdapat pada cangkang kulit udang windu. Kadar abu juga dapat digunakan untuk mengukur kelarutan dari kitosan di dalam pelarut. Jika kadar abu tinggi, maka mineral yang terkandung masih tinggi dan jika kadar abu rendah, maka mineral yang terkandung pada kitosan berjumlah sedikit²³. Dari **Tabel 2** terlihat bahwa semakin besar konsentrasi NaOH yang digunakan maka semakin kecil nilai kadar abu pada kitosan. Makin besarnya konsentrasi NaOH yang digunakan pada proses deasetilasi, maka makin banyak gugus asetil pada kitin yang tereduksi dan mampu mengurangi sisa-sisa mineral yang terikat pada polimer, meskipun sudah dilakukan penghilangan mineral pada proses demineralisasi²⁸. Proses pencucian yang baik untuk mencapai pH netral juga mempengaruhi kadar abu. Mineral yang terpisah dari bahan dan terikat pada pelarut dapat dihilangkan dan dilarutkan menggunakan air. Pencucian yang tidak sempurna dapat menyebabkan mineral yang dilepaskan akan menempel kembali ke permukaan molekul kitin atau kitosan. Kadar abu kitosan dari masing-masing konsentrasi NaOH pada proses deasetilasi telah memenuhi standar mutu yang ditetapkan oleh *Proton Laboratory* dimana kadar abu kitosan yang diperoleh sebesar ≤2%²².

Derajat deasetilasi adalah suatu parameter mutu yang menunjukkan gugus asetil yang dapat dihilangkan dari kitin. Semakin tinggi derajat deasetilasi kitosan, maka gugus asetil yang terdapat dalam kitosan semakin sedikit. Deasetilasi adalah proses pengubahan gugus asetil (-NHCOCH₃) dari rantai molekuler kitin menjadi gugus amina lengkap (-NH₂) yang dilakukan dengan penambahan NaOH berkonsentrasi tinggi²⁸. **Tabel 2** menunjukkan bahwa derajat deasetilasi tertinggi sebesar 78,03% diperoleh pada konsentrasi NaOH 60%. Derajat deasetilasi kitosan dipengaruhi oleh konsentrasi NaOH. Konsentrasi NaOH yang tinggi menghasilkan gugus OH⁻ yang tinggi sehingga gugus CH₃COO⁻ yang terlepas semakin banyak dan menghasilkan gugus amida yang semakin banyak²⁹. Telah dinyatakan bahwa semakin tinggi konsentrasi NaOH, derajat deasetilasi (DD) semakin besar, namun hal ini tidak selalu memberikan kenaikan DD yang signifikan⁴. Pada konsentrasi NaOH 70%, nilai derajat deasetilasi mengalami penurunan. Hal ini disebabkan

pada konsentrasi 70% larutan menjadi lebih kental, akibatnya proses pengadukan menjadi tidak sempurna artinya ada bagian kitin tidak bereaksi dengan larutan NaOH sehingga gugus amino yang terbentuk sedikit atau nilai derajat deasetilasi mengalami penurunan. Hasil perhitungan derajat deasetilasi pada penelitian ini sesuai dengan nilai standar menurut proton laboratory yang menyatakan bahwa derajat deasetilasi kitin menjadi kitosan yaitu $\geq 70\%$.

Nilai viskositas kitosan yang paling tertinggi diperoleh pada konsentrasi 40% yaitu sebesar $3,5347 \pm 0,00$ cP dan terendah pada konsentrasi 30% yaitu sebesar $0,9190 \pm 0,01$ cP. Penurunan nilai viskositas pada konsentrasi 40%-70% yaitu sebesar $3,5347 \pm 0,00$ sampai $2,2032 \pm 0,00$, dipengaruhi oleh tahap deasetilasi pada saat proses pembuatan kitosan. Lamanya proses deasetilasi dan penggunaan konsentrasi NaOH yang tinggi akan menurunkan viskositas dan berat molekul³⁰. Nilai viskositas yang tinggi dipengaruhi oleh distribusi molekul kitosan dalam larutan serta berat molekul dari kitosan. Proses deasetilasi menggunakan suhu tinggi menyebabkan suatu polimer mengalami depolimerisasi yang selanjutnya menyebabkan pemecahan rantai molekul polimer, sehingga menyebabkan menurunkan viskositas. Kadar abu merupakan parameter penting yang juga berpengaruh pada viskositas. Semakin tinggi kadar abu dapat mempengaruhi tingkat kelarutan dan dapat menurunkan viskositas²⁹.

4. Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa konsentrasi optimum pada proses deasetilasi dalam pembuatan kitosan dari limbah cangkang kulit udang windu asal kabupaten malaka yaitu konsentrasi NaOH 60% sebesar 78,03%. Derajat deasetilasi yang didapatkan sebesar 78,03% telah memenuhi standar menurut proton laboratory yang menyatakan derajat deasetilasi kitin menjadi kitosan yaitu $\geq 70\%$.

Referensi

- (1) Ergantara, R. I.; Atmono, A.; Praja, T. T. Perbandingan Kitosan Dari Limbah Udang Windu Dan Kitosan Murni Terhadap Penurunan Kadar Besi (Fe) Pada Air Sumur Gali. *J. Rekayasa Teknol. Dan Sains* **2018**, *2* (2).
- (2) Amin, A.; Khairi, N.; Allo, E. Sintesis Dan Karakterisasi Kitosan Dari Limbah Cangkang Udang Sebagai Stabilizer Terhadap Ag Nanopartikel. *Fuller. J. Chem.* **2019**, *4* (2), 86. <https://doi.org/10.37033/fjc.v4i2.100>.
- (3) Meicahayanti, I., Marwah, M., Setiawan, Y., 2018. Efektifitas Kitosan Limbah Kulit Udang Dan Alum Sebagai Koagulan Dalam Penurunan TSS Limbah Cair Tekstil. *J. Chemurgy* **2**: 1–5.
- (4) Hargono., Abdullah., Sumantri, I., 2008. Pembuatan Kitosan Dari Limbah Cangkang Udang Serta Aplikasinya Dalam Mereduksi Kolesterol Lemak Kambing. *J. Teknik Kimia.* **12**: 53-57.
- (5) Kusumaningsih, T.; Masykur, A.; Arief, U. Pembuatan Kitosan Dari Kitin Cangkang Bekicot (*Achatina Fulica*). *Biofarmasi* **2004**, *2* (2), 64–68.
- (6) Tanasale, M., 2010. Kitosan Berderajat Deasetilasi Tinggi: Proses Dan Karakterisasi. Presented at the Seminar Nasional Basic Science. 187–193.
- (7) Mastuti., E. 2005. Pengaruh Konsentrasi NaOH Dan Suhu Pada Proses Deasetilasi Kitin Dari Kulit Udang. *Jurnal Teknik Kimia.Fak. Teknik Universitas Sebelas Maret Surakarta.* **4**(1): 21-25.
- (8) Azhar, M.; Efendi, J.; Sofyeni, E.; Lesi, R. F.; Novalina, S. Pengaruh Konsentrasi NaOH Dan KOH Terhadap Derajat Deasetilasi Kitin Dari Limbah Kulit Udang. *Eksakta* **2010**, *1*.
- (9) Citrowati, A. N.; Satyantini, W. H.; Mahasri, G. Pengaruh Kombinasi NaOH Dan Suhu Berbeda Terhadap Nilai Derajat Deasetilasi Kitosan Dari Cangkang Kerang Kampak (*Atrina Pectinata*). *J. Aquac. Fish Health* **2017**, *6* (2), 48–56.
- (10) Dompeipen, E.J., Kaimudin, M. Dan Dewa, R. P. 2016. Isolasi Kitin Dan Kitosan Limbah Kulit Udang. *Majalah Biam.* **12**(1): 32-38.
- (11) Setha, B.; Rumata, F. Characteristics of Chitosan from White Leg Shrimp Shells Extracted Using Different Temperature and Time of the Deasetilation Process. *J. Pengolah. Has. Perikan. Indones.* **2019**, *22* (3), 498–507.
- (12) Setha, B.; Rumata, F.; Br., S. B. Karakteristik Kitosan Dari Kulit Udang Vaname Dengan Menggunakan Suhu Dan Waktu Yang Berbeda Dalam Proses Deasetilasi. *J. Pengolah. Has. Perikan. Indones.* **2019**, *22* (3), 498–507.
- (13) Rochima, E., 2014. Kajian Pemanfaatan Limbah Rajungan Dan Aplikasinya Untuk Bahan Minuman Kesehatan Berbasis Kitosan. *J. Akuatika Indones.* **5**: 244-874.
- (14) Joris, L.A., Rieuwpassa, F., Kaya, A.O.W., 2021. Karakteristik Fisiko-Kimia Dan Antioksidan Kitosan Yang Diproduksi Dari Sisik Ikan Kakatua (*Scarpus Sp.*). Program Studi Teknologi Hasil Perikanan Fakultas Perikanan Dan Ilmu Kelautan Universitas Pattimura. **1**(2):49-58.
- (15) Agustina, S., Kurniasih, Y., 2013. Pembuatan Kitosan Dari Cangkang Udang Dan Aplikasinya Sebagai Adsorben Untuk Menurunkan Kadar Logam Cu. Seminar Nasional FMIPA UNDIKSHA.PP. **3**:365-372.

- (16) Agustina, S., Swantara, I.M.D., Suartha, I.N., 2015. Isolasi Kitin, Karakterisasi, Dan Sintesis Kitosan Dari Kulit Udang. *Jurnal Kimia*, 9: 271–278.
- (17) Tobing, M.T.L., Prasetya, N.B.A., Khabibi., 2011. Peningkatan Derajat Deasetilasi Kitosan Dari Cangkang Rajungan Dengan Variasi Konsentrasi NaOH Dan Lama Perendaman. *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi*. 14:83-88.
- (18) Hardani, P.T., Sugijanto, N.E.N., Kartosentono, S., 2021. Heavy Metals Bioremediation By Shells Dust and Chitosan Derived from *Belamya Javanica* Snail, an Eco-Friendly Biosorbent. *Research Journal of Pharmacy and Technology*.14:1555-1560.
- (19) Rachmania, Desie., 2011. Karakteristik Nano Kitosan Cangkang Udang *Vannanei* (*Litopenaeus Vannmei*) Dengan Metode Gelas Ionik. Skripsi. Bogor:IPB.
- (20) Jousa, V.O., Edison., Karnila, R., 2017. Pengaruh Konsentrasi Asam Hidroklorida Terhadap Karakterisasi Kitin Teripang Hitam (*Holothuria Edulis*). *Jurnal Online Mahasiswa (JOM) Bidang Perikanan Dan Ilmu Kelautan*.4(1):1-12.
- (21) Mahatmanti, F., 2001. Study Adsorben Logam Seng (II) Dan Timbal (II) Pada Kitosan Dan Kitosan Sulfat Dari Kulit Udang Windu (*Phenaeus Monodon*). [Thesis]. Universitas Gadjah Mada Yogyakarta.
- (22) Mursal, I.L.P., Fikayuniar, L., Gunarti, N.S., Sugiharta, S., Empon, R., 2021. Pengaruh Waktu Deasetilasi Terhadap Hasil Preparasi Dan Karakterisasi Kitosan Dari Limbah Tulang Sotong (*Sepiella Inermis*). *Jurnal Buana Farma*.3(1):47-57.
- (23) Mardiana, U., 2021. Isolasi Dan Karakterisasi Kitosan Pada Kerang Darah (*Anadara Granosa*). *Journal Of BTH Medical Laboratory Technology*.1:1-9.
- (24) Yuniarti, D.P., Hatina, S., 2021. Pemanfaatan Kitosan Dari Cangkang Bekicot (*Achatina Fullica*) Sebagai Pengawet Alami Pada Ikan Nila Segar. Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Tamansiswa Palembang.127-138.
- (25) Yulianis, Sanuddin, M., Annisaq, N., 2020. Pembuatan Kitosan Dari Kitin Limbah Tulang Dalam Cumi-Cumi. *Journal of Healthcare Technology and Medicine*. 6:62-69.
- (26) Kusumaningsih, T., Masykur, A., Arief, U., 2004. Pembuatan Kitosan Dari Kitin Cangkang Bekicot (*Achatina Fullica*). *Biofarmasi* 2: 64–68.
- (27) Amin, A., Khairi, N., Allo, E., 2019. Sintesis Dan Karakterisasi Kitosan Dari Limbah Cangkang Udang Sebagai Stabilizer Terhadap Ag Nanopartikel. Fuller. *J. Chem.* 4: 86-91.
- (28) Fadli, A., Drastinawati., Alexander, O., & Huda, F., 2017. Pengaruh Rasio Massa Kitin/NaOH Dan Waktu Reaksi Terhadap Karakteristik Kitosan Yang Disintesis Dari Limbah Industri Udang Kering. *Jurnal Sains Indonesia*. 18(2): 61-67.
- (29) Cahyono, E., 2018. Karakteristik Kitosan Dari Limbah Cangkang Udang Windu (*Panaeus Monodon*). *Akuatika Indonesia*. 3: 96–102.
- (30) Nadia, L.M.H., Huli, L.O., Nadia, L.A.R., 2018. Pembuatan Dan Karakterisasi Kitosan Dari Limbah Cangkang Rajungan (*Portunus Pelagicus*) Untuk Adsorben Ion Logam Merkuri. *Reaktor*. 11(1):45-49.