

C/PHP
2000
0267

**PENGARUH KONSENTRASI HIDROGEN PEROKSIDA (H₂O₂)
DAN LAMA PERENDAMAN
TERHADAP WARNA KHITOSAN**

Oleh :
R U S T O N O
C03495040

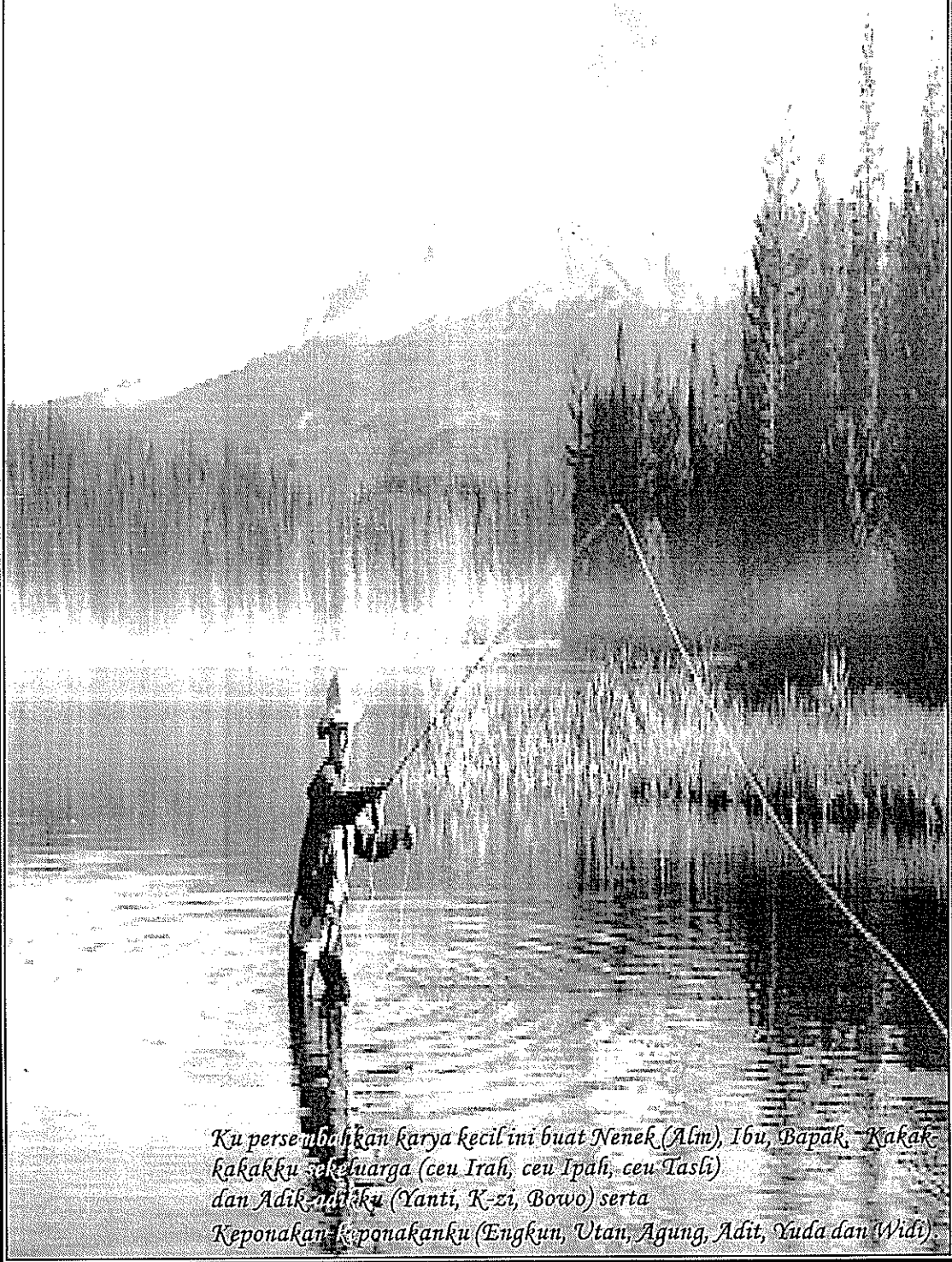
SKRIPSI

Sebagai Salah Satu Syarat untuk Memperoleh Gelar Sarjana
pada Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan,
Institut Pertanian Bogor



**PROGRAM STUDI TEKNOLOGI HASIL PERIKANAN
FAKULTAS PERIKANAN DAN ILMU KELAUTAN
INSTITUT PERTANIAN BOGOR
2000**

*"Ya Tuhanku ! Ampunilah aku, ibu bapakku, orang yang masuk kerumahku
dengan beriman dan semua orang yang beriman laki-laki dan perempuan.
Dan janganlah Engkau tambahkan bagi orang-orang yang zalim itu
selain kebinasaan (QS. Nuh : 28)*



*Ku perse ubahhkan karya kecil ini buat Nenek (Alm), Ibu, Bapak, Kakak,
kakakku dan keluarga (ceu Irah, ceu Ipah, ceu Tasli)
dan Adik-adikku (Yanti, K-z, Bowo) serta
Keponakan-keponakanku (Engkun, Utan, Agung, Adit, Yuda dan Widi).*

RINGKASAN

RUSTONO. C03495040. Pengaruh Konsentrasi Hidrogen Peroksida (H_2O_2) dan Lama Perendaman terhadap Warna Khitosan. (Dibawah bimbingan Pipih Suptijah dan Sugeng Heri Suseno).

Limbah udang dari hasil pengolahan udang mencapai 50 – 60 %. Namun pemanfaatannya belum dilakukan secara maksimal dan masih berupa industri rumah tangga. Untuk meningkatkan nilai tambah tersebut perlu dilakukan pengembangan dan penelitian secara berkesinambungan. Dewasa ini pemanfaatan limbah udang yang mempunyai nilai ekonomis tinggi adalah dengan dibuat produk khitosan. Manfaat khitosan diantaranya adalah sebagai bahan penstabil, pengemulsi, *structur agent*, *edible film* dan lain-lain.

Penelitian ini bertujuan untuk memperbaiki penampakan atau warna khitosan dengan menggunakan H_2O_2 sebagai bahan pemutih dan mencari konsentrasi H_2O_2 serta lama perendaman yang tepat. Penelitian ini dilakukan sejak bulan Juni sampai Juli 2000, di Laboratorium Fisika Kimia Hasil Perikanan, Jurusan Pengolahan Hasil Perikanan, Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Institut Pertanian Bogor.

Penelitian ini dilakukan dalam dua tahap yaitu penelitian pendahuluan dan penelitian utama. Penelitian pendahuluan dilakukan untuk membuat khitosan tanpa pemutihan kemudian dilakukan pengujian derajat putih. Sedangkan penelitian utama dilakukan dengan cara merendam khitin dan khitosan dalam larutan H_2O_2 pada konsentrasi 0,1 %, 0,5 % dan 1 % dengan waktu perendaman 6 dan 12 jam. Pada tahap akhir dilakukan pengujian yang meliputi analisis kadar air, kadar abu, nitrogen, derajat deasetilasi dan derajat putih.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa khitosan tanpa pemutihan memiliki nilai derajat putih sebesar 32,75 %. Sedangkan khitosan yang diberikan perlakuan pemutihan memiliki nilai derajat putih 21,53 – 87,94 % lebih baik dari khitosan tanpa pemutihan. Perlakuan perendaman dengan larutan H_2O_2 pada saat khitin menghasilkan khitosan dengan nilai derajat putih yang lebih baik dibandingkan dengan perlakuan perendaman setelah menjadi khitosan. Pada penelitian ini menunjukkan bahwa perlakuan konsentrasi H_2O_2 1 % dengan lama perendaman 6 jam pada khitin menghasilkan nilai derajat putih paling baik yaitu 61,55 % atau mengalami peningkatan sebesar 87,94 %. Kadar air, abu dan nitrogen khitosan yang dihasilkan persentasinya cukup rendah sedangkan derajat deasetilasinya tinggi. Parameter tersebut telah memenuhi standar mutu khitosan secara komersial.

SKRIPSI

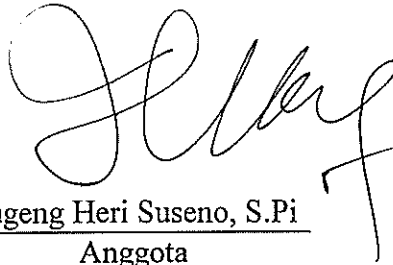
Judul Penelitian : **Pengaruh Konsentrasi Hidrogen Peroksida (H₂O₂) dan Lama Perendaman terhadap Warna Khitosan**
Nama Mahasiswa : **R u s t o n o**
Nomor Pokok : C03495040
Program Studi : **Teknologi Hasil Perikanan**

Menyetujui,

I. Komisi Pembimbing :



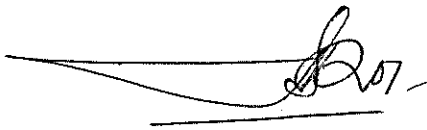
Dra. Pipih Suptijah, MBA
Ketua



Sugeng Heri Suseno, S.Pi
Anggota

Mengetahui,

II. Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan



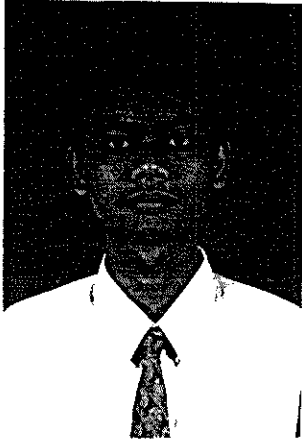
Ir. Ruddy Suwandi, MS, M.Phil
Ketua Program Studi



Dr. Ir. Indrajaya, M.Sc
Pembantu Dekan I

Tanggal Lulus : 12 Desember 2000

RIWAYAT HIDUP



Rustono. Lahir di Brebes, 12 Juli 1976 dari pasangan Bapak Karyo dan Ibu Turinah, merupakan anak keempat dari tujuh bersaudara. Pendidikan formal penulis dimulai pada tahun 1982 di SD Negeri 2 Pende dan lulus pada tahun 1988. Penulis melanjutkan pendidikan di SMP Negeri 2 Banjarharja dan lulus pada tahun 1991.

Kemudian penulis melanjutkan pendidikan di SMA Negeri 2 Brebes dan lulus pada tahun 1994. Pada tahun 1995 penulis diterima di Institut Pertanian Bogor melalui Ujian Masuk Perguruan Tinggi Negeri (UMPTN) pada Program Studi Teknologi Hasil Perikanan, Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan.

Selama kuliah penulis aktif sebagai pengurus Himpunan Profesi Jurusan Teknologi Hasil perikanan (HIMASILKAN) dan pernah menjadi ketua Masa Perkenalan Jurusan (MPJ) THP dan AHP pada tahun 1997. Selain itu penulis juga aktif sebagai asisten praktikum Avertebrata Air dan Ekologi Perikanan.

Dalam menyelesaikan tugas akhir penulis melakukan Praktek Lapang di PT. Surya Alam Tunggal, Sidoarjo, Jawa Timur selama satu bulan. Penulis juga melakukan penelitian dengan judul : **Pengaruh Konsentrasi Hidrogen Peroksida (H₂O₂) dan Lama Perendaman Terhadap Warna Khitosan** dan dinyatakan lulus ujian sarjana pada tanggal 12 Desember 2000.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT, karena berkat rahmat dan hidayahnya, penulis dapat menyelesaikan laporan penelitian ini yang berjudul Pengaruh Konsentrasi Hidrogen Peroksida (H_2O_2) dan Lama Perendaman Terhadap Warna Khitosan. Penelitian ini merupakan salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana pada Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Institut Pertanian Bogor.

Penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak dan Ibu tecinta yang senantiasa memberikan do'a restu dan kasih sayangnya pada penulis.
2. Ibu Dra. Pipih Suptijah dan Bapak Sugeng Heri Suseno, SPi selaku dosen pembimbing yang telah dengan sabar membimbing penulis serta bantuannya baik moril maupun materil sejak awal penelitian sampai terselesaikannya laporan penelitian ini.
3. Ibu Dra. Ella Salamah selaku dosen penguji yang telah memberikan koreksi, masukan dan saran sehingga laporan ini mnejadi lebih baik.
4. Dekan beserta Staf Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan dan Ketua Jurusan Teknologi Hasil Perikanan beserta staf Pengajar dan staf Tata Usaha atas bantuannya.
5. Nenekku (Alm.) atas kasih sayangnya, kakak-kakaku (Ceu Irah & keluarga, Ceu Ipah & keluarga, Ceu Tasli & keluarga) atas bantuan dan dorongan semangatnya, adik-adiku (Unyil, K-Zi, dan Bowo) dan keponakan-keponakan tersayang (Engkun, Utan, Agung, Adit, Yuda, Widi).

6. Uci *matur nuwun sanget*.
7. Anton, Zay, Fery, Sigit, Rinto dan seluruh anggota THP'32 atas kebersamaannya.
8. Ibu Emma dan Bibi yang banyak membantu penulis selama penelitian.
9. Warga "WOW HOUSE DAN GRAHA MATRA" : Mas Yell, Utam, Anton, Ja'i, EGE, Path-kay, Asum, Oman, Toto, Agung, Gemblung, Aris, Jack, Den Mas Adi, Broer, Gus Dur, Hu-Huk, Wowo, Faisal, Tunas dan Mas Budi atas dorongan, semangat dan bantuannya.

Penulis menyadari bahwa laporan penelitian ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu kritik dan saran sangat penulis harapkan. Penulis berharap semoga laporan penelitian ini bermanfaat bagi semua pihak yang membutuhkan.

Bogor, Januari 2001

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR TABEL.....	iii
DAFTAR GAMBAR	iv
DAFTAR LAMPIRAN	v
1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Tujuan	2
1.3 Waktu dan Tempat	2
2. TINJAUAN PUSTAKA	3
2.1 Sumber Khitin dan Khitosan.....	3
2.2 Sifat Fisika-Kimia Khitin dan Khitosan	3
2.3 Pembuatan Khitin dan Khitosan	6
2.4 Pigmen Karotenoid	8
2.5 Bleaching (Pemucatan/Pemutihan)	9
2.6 Hidrogen Peroksida (H ₂ O ₂)	10
2.7 Pemanfaatan Khitin dan Khitosan	10
3. METODE PENELITIAN	12
3.1 Bahan dan Alat	12
3.2 Metode Penelitian	12
3.2.1 Penelitian pendahuluan	14
3.2.2 Penelitian utama	14
3.3 Analisis	15
3.3.1 Kadar nitrogen (Fitrial, 1996)	15
3.3.2 Kadar abu (Apriyantono, 1989)	16
3.3.3 Kadar air dengan metode oven (Apriyantono, 1989)	17
3.3.4 Derajat deasetilasi (Suptijah <i>et al.</i> , 1992)	17
3.4 Derajat Putih	18
3.5 Rancangan Percobaan	19

4. HASIL DAN PEMBAHASAN	20
4.1 Penelitian Pendahuluan	20
4.2 Rendemen	21
4.3 Penelitian Utama	22
4.3.1 Derajat putih	22
4.3.2 Kadar air	25
4.3.3 Kadar abu	26
4.3.4 Kadar nitrogen	27
4.3.5 Derajat deasetilasi	28
5. KESIMPULAN DAN SARAN	30
5.1 Kesimpulan	30
5.2 Saran	31
DAFTAR PUSTAKA	32
LAMPIRAN	35

DAFTAR TABEL

Nomor	<i>Teks</i>	Halaman
1.	Standar Mutu Khitin	5
2.	Standar Mutu Khitosan	6

DAFTAR GAMBAR

Nomor	Teks	Halaman
1.	Struktur berulang selulosa (Bought, 1975)	4
2.	Struktur berulang khitin (Bought, 1975)	4
3.	Struktur berulang khitosan (Bought, 1975)	5
4.	Skema pembuatan khitin dan khitosan dari kulit udang (Suptijah <i>et al.</i> , 1992)	7
5.	Struktur dasar pigmen karotenoid (Mappiratu, 1990)	8
6.	Skema penelitian	13
7.	Histogram hasil pengukuran derajat putih khitosan	23
8.	Histogram hasil analisis kadar air khitosan	25
9.	Histogram hasil analisis kadar abu khitosan	26
10.	Histogram hasil analisis kadar nitrogen khitosan	28

DAFTAR LAMPIRAN

Nomor		Halaman
1.	Gambar Khitosan Hasil Penelitian	35
2.	Data Hasil Analisis Derajat Putih, Kadar Air, Kadar Abu dan Kadar Nitrogen Khitosan	37
3.	Spektrum Infra Merah Khitosan (H1T1) pada Spektrofotometer Infra Merah IR-408	38
4.	Spektrum Infra Merah Khitosan (H3T1) pada Spektrofotometer Infra Merah IR-408	39
5.	Contoh Perhitungan	40
6.	Tabel Sidik Ragam dan Uji Lanjut BNT Derajat Putih Khitosan.	42

1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Industri pengolahan udang di Indonesia sudah berkembang dengan baik. Hal ini dapat dilihat dengan banyaknya industri-industri pengolahan udang, terutama pengolahan udang beku untuk skala ekspor. Tetapi pengolahan udang ini baru sebatas pada daging udangnya saja. Sedangkan pemanfaatan limbah udang belum diproduksi untuk skala ekspor.

Pemanfaatan limbah udang belum dilakukan secara maksimal, hanya digunakan sebagai bahan pembuat flavour atau rasa pada industri-industri rumah tangga. Misalnya pada pembuatan krupuk udang, terasi dan pakan. Padahal limbah udang (berupa kulit udang) dari hasil pengolahan udang kupas mencapai 50 – 60 % (Johnson and Paniston, 1982). Untuk meningkatkan nilai tambah limbah udang (kulit udang) perlu dilakukan upaya pengembangan dan penelitian secara berkesinambungan. Menurut Brzeski (1987), limbah udang dapat dimanfaatkan untuk bahan baku khitin dan khitosan yang memiliki nilai tambah lebih besar.

Khitosan mempunyai manfaat yang cukup banyak pada berbagai bidang kehidupan. Misalnya untuk pembentuk struktur tertentu pada makanan, obat-obatan, pengemulsi dan lain-lain (Brzeski, 1987). Dalam industri pangan, khitosan dapat dimanfaatkan sebagai bahan penstabil, pengemulsi, *coating*, *edible film* dan lain-lain. Karena banyaknya manfaat khitosan tersebut, terutama dalam industri pangan maka perlu dilakukan berbagai uji coba untuk mendapatkan produk khitosan yang mempunyai kualitas yang baik dari segi mutu maupun organoleptik.

Mutu khitosan akan mempengaruhi bahan pangan yang mendapat perlakuan penambahan khitosan. Salah satu mutu khitosan yang berpengaruh terhadap mutu bahan pangan adalah warna dari khitosan (derajat putih) karena akan berpengaruh terhadap penampakan dari bahan pangan tersebut.

1.2 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mengetahui pengaruh bahan pemutih (H_2O_2) terhadap warna khitosan yang dihasilkan.
2. Mencari konsentrasi terbaik dari bahan pemutih (H_2O_2) dan lamanya perendaman terhadap warna khitosan.

1.3 Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Juni sampai Juli 2000. Penelitian dilakukan di Laboratorium Fisika Kimia Hasil Perikanan, Jurusan Pengolahan Hasil Perikanan, Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Institut Pertanian Bogor, Bogor.

2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sumber Khitin dan Khitosan

Khitin banyak ditemukan pada kulit dan kepala hewan kelompok avertebrata berkulit keras (Crustacea), serangga dan beberapa mikroorganisme (Rha, 1984). Khitin merupakan biopolimer terbanyak kedua setelah selulosa. Khitin merupakan komponen organik penting penyusun kerangka lobster (12 %), kepiting (13 %), *antarctic krill* (2,3 – 6,7 %), dinding sel kapang (14 %) dan 44 % pada dinding sel jamur (Knorr, 1982). Knorr (1984), juga mengatakan bahwa dari sekian banyak sumber khitin udang dan rajungan yang sudah dimanfaatkan secara komersil.

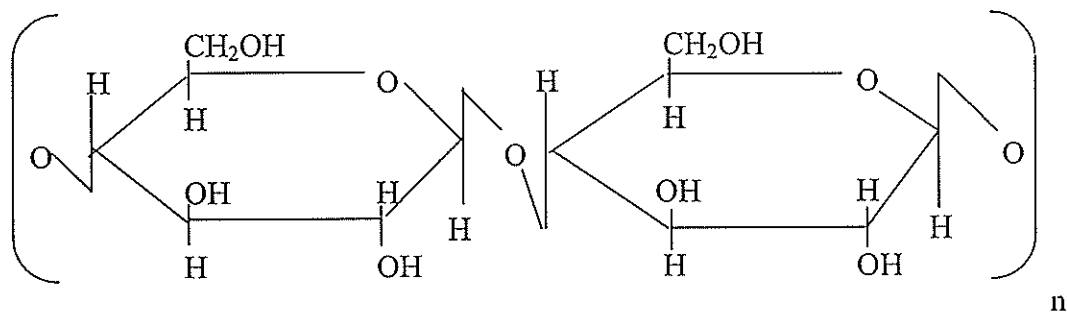
Menurut Johnson dan Peniston (1982), kulit udang mengandung khitin sekitar 12 – 30 % (% berat kering kulit udang). Sedangkan pada kepiting kandungan khitinnya hanya sekitar 13 – 15%. Keberadaan khitin relatif stabil, karena terdapat bersamaan dengan protein, zat warna dan mineral. Pemrosesan khitin dengan alkali menghasilkan khitosan yang merupakan substansi heterogen dari proses deasetilasi khitin (Nisperoscarriedo, 1995).

2.2 Sifat Fisika Kimia Khitin dan Khitosan

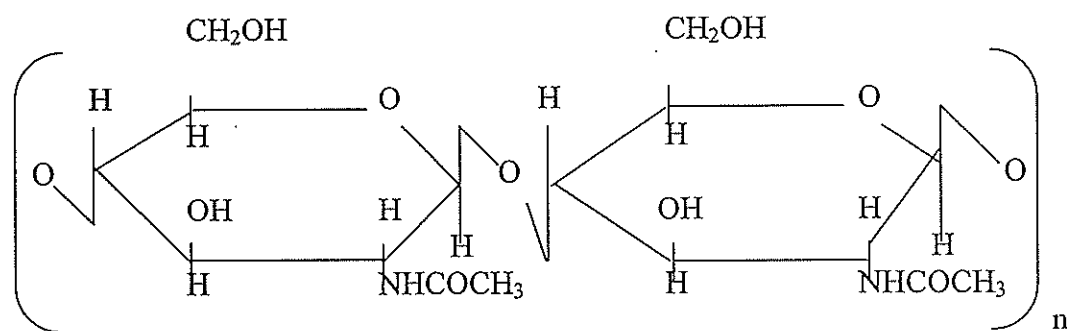
Menurut Brzeski (1987), khitin mempunyai bentuk yang hampir sama dengan selulosa yaitu suatu polisakarida yang dibentuk dari molekul-molekul gula sederhana yang identik. Sedangkan Ornum (1992), menjelaskan bahwa struktur kimia khitin menyerupai struktur kimia selulosa yaitu suatu polisakarida. Selulosa mengandung monomer glukosa dalam bentuk β (1 – 4), sedangkan khitin mengandung monomer N-asetil D-glukosamin. Nama lain untuk khitin adalah

2 asetamida, 2 deoksi D-glukopiranos. Struktur berulang selulosa, khitin dan khitosan dapat dilihat pada Gambar 1, 2 dan 3.

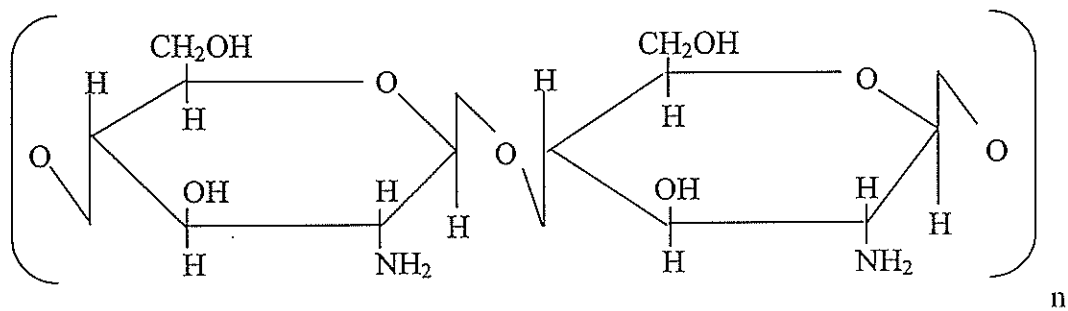
Menurut Chandkrachang (1991), khitin merupakan produk alami yang tidak beracun, demikian pula dengan khitosan, disamping tidak beracun juga merupakan biopolimer kationik yang dapat didegradasi. Sifat-sifat demikian sangat penting bagi dunia industri, biomedikal dan berbagai aplikasi lainnya, diantaranya sebagai pengental, pengkelat, absorban, *coating* dan sebagai bahan pembentuk dalam produk pertanian, kimia, farmasi, kosmetika, makanan serta industri tekstil sebagai pengolah limbah.



Gambar 1. Struktur berulang selulosa (Bought, 1975)



Gambar 2. Struktur berulang khitin (Bought, 1975)



Gambar 3. Struktur berulang khitosan (Bought, 1975)

Perbedaan kondisi seperti jenis pelarut, konsentrasi, waktu dan suhu proses ekstraksi dapat mempengaruhi sifat dan penampilan akhir produk khitosan. Pelarut yang digunakan dalam ekstraksi khitosan misalnya adalah NaOH dan HCl (Sophanodora dan Benjakula, 1993). Mutu produk akhir khitin dan khitosan disajikan pada Tabel 1 dan 2.

Tabel 1. Standar Mutu Khitin

Parameter	Nilai
Ukuran Partikel	Serpihan Bubuk
Kadar Air (% berat kering)	≤ 10
Kadar Abu (% berat kering)	≤ 2
Derajat Deasetilasi	$\geq 15,0$
Kelarutan :	
- Pelarut Organik	Tidak larut
- Pelarut Anorganik	Tidak Larut
- Asam Encer	Tidak Larut
- LiCl_2	Larut Sebagian
Biodegradasi "Enzimprofil"	Lisosin atau Khitinase

Sumber : Protan dalam Harahap (1995)

Tabel 2. Standar Mutu Khitosan

Parameter	Nilai
Kadar Air (% berat kering)	$\leq 10\%$
Kadar Abu (% berat kering)	$\leq 1,5\%$
Derajat Deasetilasi	$\geq 70\%$
Warna Larutan	Jernih
Ketidaklarutan	$\leq 2\%$
Viskositas (cps)	≥ 200

Sumber : Protan *dalam* Chandkrachang (1991)

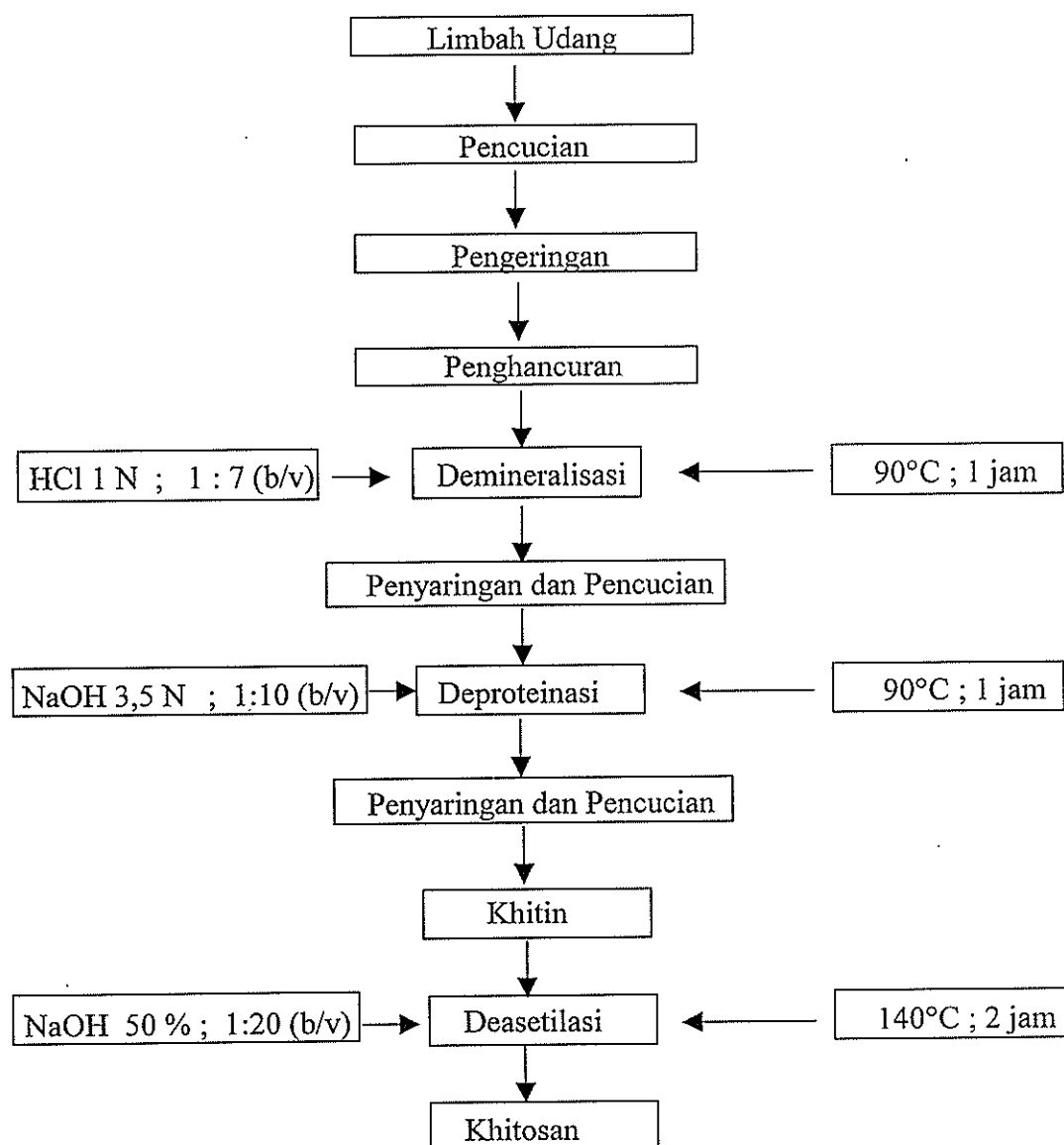
2.3 Pembuatan Khitin dan Khitosan

Ekstraksi khitin dari kulit udang dilakukan dalam dua tahap, yaitu tahap pemisahan mineral (deminalisasi) dan tahap pemisahan protein (deproteinasi). Sedangkan khitosan dapat diperoleh dari ekstraksi khitin melalui proses deasetilasi (Suptijah *et al.*,1992)

Menurut Suptijah *et al.* (1992), proses demineralisasi dengan penambahan HCl 1N dapat dilakukan dengan perbandingan bobot bahan dengan volume HCl 1N sebanyak 1: 7 (b/v) dengan pemanasan selama 1 jam pada suhu 90° C. Pemisahan mineral bertujuan untuk memisahkan senyawa organik yang ada pada limbah tersebut. Mineral utama yang terdapat pada limbah udang adalah CaCO_3 dan sedikit $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_3$ (Purwatiningsih, 1992). Selain kandungan mineralnya yang tinggi limbah udang mempunyai kandungan protein yang tinggi pula yaitu sekitar $\pm 48\%$ yang juga harus dihilangkan dengan cara deproteinasi. Proses deproteinasi yang dilakukan untuk menghilangkan protein dari limbah udang adalah dengan larutan basa yang dalam hal ini adalah larutan NaOH. Keefektifan proses tersebut tergantung dari kekuatan basa dan tingginya suhu yang digunakan. Pada penelitian ini deproteinasi

dilakukan dengan penambahan larutan NaOH 3,5 % dengan pemanasan 90° C selama 1 jam (Suptijah *et al.*, 1992).

Khitosan diperoleh dari khitin melalui proses deasetilasi dengan larutan NaOH pekat dengan perbandingan 1 : 20 selama 1 jam pada suhu 120 – 140°C (Suptijah *et al.*, 1992). Proses pembuatan khitosan dapat dilihat pada Gambar 5.



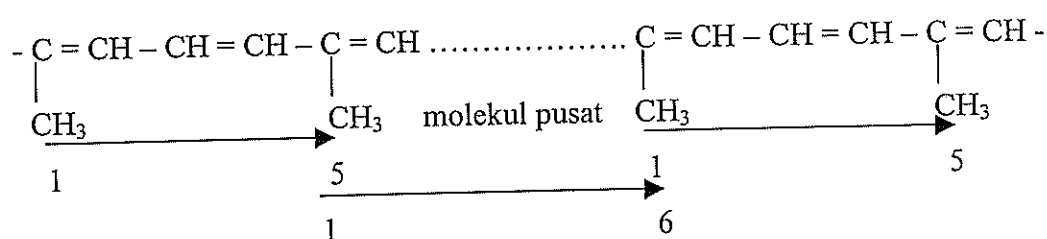
Gambar 4. Skema pembuatan khitin dan khitosan dari kulit udang (Suptijah *et al.*, 1992).

2.4 Pigmen Karotenoid

Udang mengandung tiga jenis pigmen, yaitu haemosianin, melanin dan karotenoid. Haemosianin merupakan pigmen pembawa oksigen dalam darah udang. Melanin terdapat pada mata dan dalam bentuk *black spot* terjadi pada udang selama pendinginan dan pengesan yang cukup lama. Karotenoid terdapat pada cangkang, epidermis, hipodermis dan telur udang (Stern dan Solomon, 1937).

Menurut Wistler dalam Harnentis (1992), pigmen yang terdapat pada kulit udang yaitu karoten, menyebabkan khitin berwarna merah muda atau pink. Pigmen ini dapat dihilangkan dengan cara oksidasi dengan menggunakan larutan H_2O_2 yang direndam selama 6 – 7 jam pada suhu kamar.

Karotenoid adalah suatu kelompok pigmen yang berwarna kuning, oranye atau merah oranye, mempunyai sifat larut dalam lemak atau pelarut organik tetapi tidak larut dalam air. Berdasarkan daya larutnya dalam pelarut organik, karotenoid dapat dikelompokkan dalam dua kelompok yaitu karoten dan xanthopil. Karoten sangat larut dalam petroleum eter dan kurang larut dalam larutan etanol, sedangkan xanthopil sebaliknya. Karoten mempunyai susunan kimia yang terdiri dari atom-atom C dan H, sedangkan xanthopil terdiri dari atom-atom C, H dan O (Winarno dan Laksmi, 1973).



Gambar 5. Struktur dasar pigmen karotenoid (Mappiratu, 1990)

Karotenoid mempunyai ciri-ciri tertentu dan dari ciri-ciri tersebut dapat terbaca fungsi serta sifat-sifatnya yang mendasar. Karotenoid bersifat tidak larut dalam air, larut sedikit dalam lemak, larut dalam hidrokarbon alifatik dan aromatik seperti heksana dan benzena serta larut baik dalam hidrokarbon terklorinasi seperti kloroform dan metilen klorida (Renggana, 1979).

2.5 Bleaching (Pemucatan/Pemutihan)

Tekstur dan warna selalu memegang peranan penting dalam sifat-sifat organoleptik secara keseluruhan. *Bleaching agent* yang digunakan pada daging ikan adalah larutan hidrogen peroksida (H_2O_2). Larutan tersebut mempunyai efek pemutihan yang cukup baik bila konsentrasi yang digunakan tepat (James *dalam* Young *et al.*, 1980). Warna merupakan karakteristik pertama yang dicatat untuk konsumsi dan secara langsung berhubungan dengan penerimaan atau penolakan terhadap suatu produk (Simpson, 1982).

Pada pembuatan FPC (*Fish Protein Concentrat*) penggunaan H_2O_2 0.6 % merupakan konsentrasi yang optimum karena pada konsentrasi tersebut warna sampel dapat diperbaiki tanpa menurunkan nilai nutrisi. Penggunaan H_2O_2 ternyata hanya sedikit mengubah protein dan nilai gizi dari keju yang dibuat dari susu yang diberi perlakuan H_2O_2 (Tepley *et al. dalam* Rasekh *et al.*, 1972). H_2O_2 dapat dihilangkan dengan menggunakan air, enzim katalase dengan pH 7,5 – 8, menggunakan Na_2SO_3 , pemanasan pada suhu 100^0 C dan akan lebih baik bila dilakukan kombinasi dari keempat perlakuan diatas (Karmas, 1982).

2.6 Hidrogen Peroksida (H_2O_2)

Hidrogen peroksida (H_2O_2) adalah cairan tidak berwarna dengan titik didih $152,1^{\circ}C$ dan titik beku $-0,41^{\circ}C$. Ia mirip dengan air dalam sifat fisika bahkan jauh lebih banyak bergabung melalui ikatan hidrogen dan 40% lebih padat daripada air. Ia memiliki tetapan dielektrik yang lebih tinggi, namun pemanfaatannya sebagai pelarut penganon dibatasi oleh sifat pengoksidanya yang kuat dan kemudahannya terdekomposisi. H_2O_2 berperilaku sebagai suatu zat pereduksi hanya terhadap pengoksidasi yang sangat kuat seperti MnO_4^- . Larutan H_2O_2 encer atau 30% digunakan secara luas sebagai oksidator. Dalam larutan asam oksidasi dengan H_2O_2 lambat, sedangkan dalam larutan basa biasanya cepat. Dekomposisi menjadi H_2O dan O_2 yang mungkin dianggap sebagai oksidasi terjadi paling cepat dalam larutan basa. Meskipun demikian, H_2O_2 paling baik dihancurkan dengan panas dalam larutan basa (Cotton dan Wilkinson, 1989).

H_2O_2 bersifat oksidator dan akan merusak ikatan rangkap pigmen menjadi komponen yang tidak berwarna. Aktivitas ini meningkat dengan semakin meningkatnya konsentrasi H_2O_2 (Young *et al.*, 1980).

2.7 Pemanfaatan Khitin dan Khitosan

Senyawa kompleks mikrokristalin khitin (MCC) adalah salah satu turunan khitin yang banyak digunakan dalam industri pangan sebagai bahan pengental atau pembentuk gel yang sangat baik dan juga bermanfaat sebagai pengikat, penstabil dan pembentuk tekstur (Brzeski, 1987). Disamping itu khitosan juga mampu memurnikan bir, *juice*, anggur dan sebagainya (Knorr, 1984).

Penggunaan khitosan sudah meluas dan sangat mapan dalam pengolahan air limbah. Melalui reaksi pengikatan, khitin mampu menarik limbah beracun dari logam berat, seperti Cu, Zn, Ni dan Mn (Mitani, 1992). Selain sebagai pengkelat, khitin dan khitosan telah dimanfaatkan dalam berbagai keperluan industri (Suptijah *et al.*, 1992) seperti :

1. Industri kertas dan tekstil sebagai zat aditif
2. Industri pembungkusan makanan berupa film khusus
3. Industri metalurgi sebagai absorban untuk ion-ion metal
4. Kulit untuk perekat
5. Fotografi
6. Industri cat sebagai koagulan, pensuspensi serta flokulasi
7. Industri makanan sebagai aditif dan penghasil protein sel tunggal

3. METODE PENELITIAN

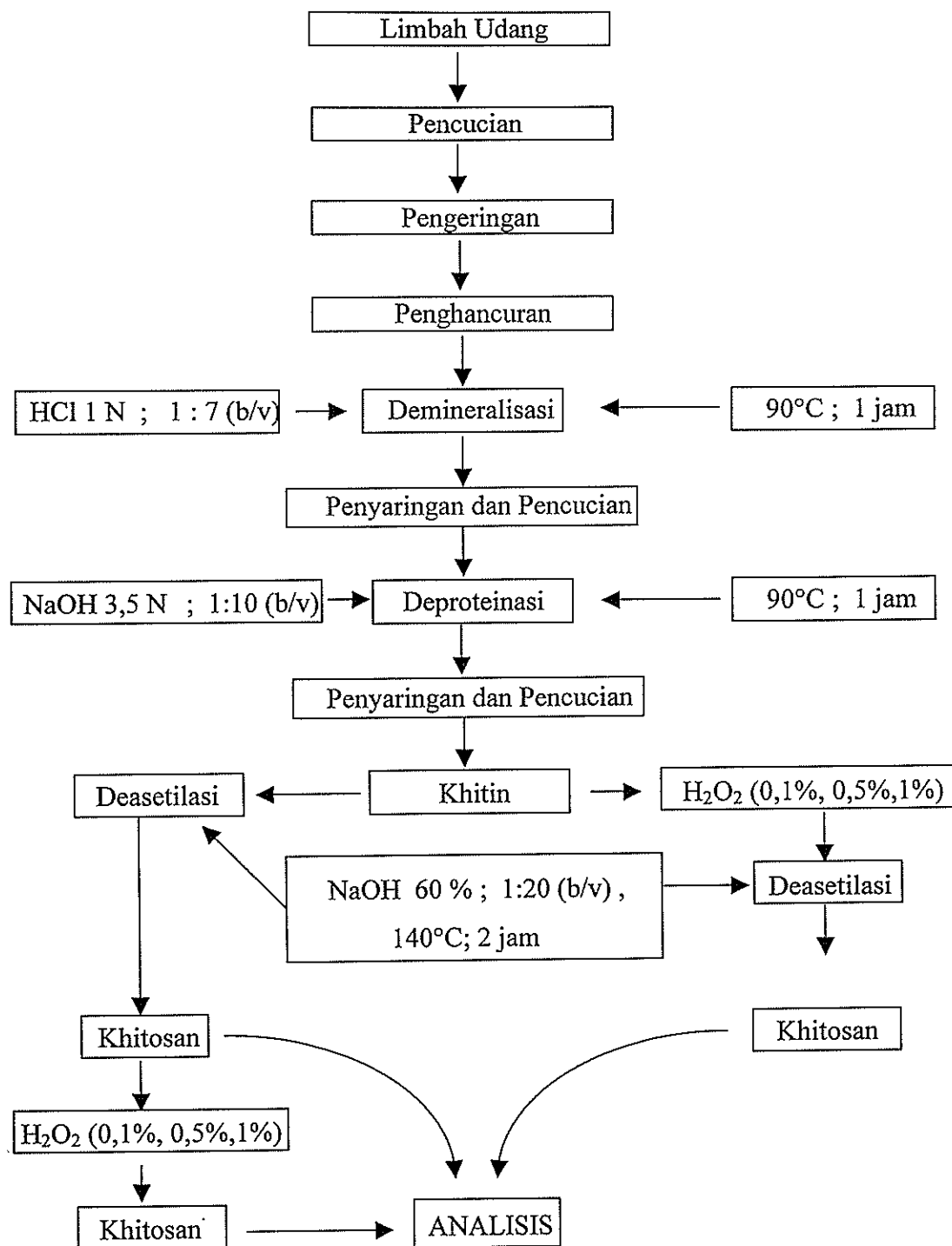
3.1 Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan adalah limbah kulit udang yang diperoleh dari unit industri pembekuan udang di Jakarta. Bahan kimia yang digunakan adalah NaOH, HCl, asam borat, asam asetat, sodium hidroksida, H_2SO_4 dan $NaCO_3$.

Peralatan yang digunakan adalah ketel uap; gelas piala, timbangan analitik, cawan porselen, oven, desikator, tanur, pemanas, erlenmeyer 250 ml, Kjeltex system, buret 25 ml, pipet, gelas ukur dan spektrofotometer IR-408.

3.2 Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam dua tahap, yaitu penelitian pendahuluan dan penelitian utama. Penelitian pendahuluan dilakukan untuk mendapatkan khitin dan khitosan tanpa pemutihan yang akan digunakan pada penelitian utama dan sebagai pembanding. Penelitian utama dilakukan untuk mencari warna (derajat putih) terbaik dari khitin dan khitosan dengan berbagai perlakuan konsentrasi H_2O_2 dan lamanya perendaman. Khitosan dan khitin yang memiliki warna paling baik (derajat putih paling tinggi) kemudian dianalisis kadar abu, kadar air, kadar nitrogen dan derajat deasetilasinya untuk mengetahui parameter mutunya. Prosedur penelitian yang dilakukan disajikan pada Gambar 6.



Gambar 6. Skema penelitian.

3.2.1 Penelitian pendahuluan

Penelitian pendahuluan untuk mendapatkan khitin dilakukan dalam dua tahap, yaitu : demineralisasi dan deproteinasi. Sedangkan khitosan dihasilkan melalui proses deasetilasi dari khitin.

Proses demineralisasi dilakukan dengan cara melarutkan kulit udang yang telah dihancurkan dengan blender ke dalam HCl 1,5 N dengan perbandingan 1:7 (b/v) dan dipanaskan pada suhu 90 °C selama 1 jam. Kemudian dilakukan pemisahan dengan saringan dan pencucian dengan air sampai pH netral.

Proses deproteinasi dilakukan dengan cara memproses hasil demineralisasi dengan NaOH 3,5 N dalam perbandingan 1:10 (b/v) dan dipanaskan pada suhu 90 °C selama 1 jam. Kemudian dilakukan pemisahan padatan dan pencucian sampai pH netral menggunakan air. Hasil dari proses demineralisasi dan deproteinasi ini disebut khitin.

Proses deasetilasi dilakukan dengan cara memproses khitin dengan larutan NaOH dalam konsentrasi 60% dengan perbandingan 1:20 (b/v), kemudian dipanaskan sampai mencapai suhu 140 °C.

Dari ketiga proses tersebut didapatkan rendemen khitosan, kemudian dilakukan analisis kadar abu, kadar air, kadar nitrogen dan derajat deasetilasi khitosan yang dihasilkan tersebut untuk diketahui mutunya.

3.2.2 Penelitian utama

Penelitian utama dilakukan untuk mengetahui warna khitosan melalui proses perendaman dengan H₂O₂ dan waktu perendaman yang efektif untuk mendapatkan

khitosan dengan kualitas warna lebih baik dari yang didapatkan pada penelitian pendahuluan. Penelitian utama ini menggunakan dua perlakuan, yaitu perendaman dengan konsentrasi H_2O_2 dan lamanya waktu perendaman. Konsentrasi H_2O_2 yang digunakan untuk pemutihan pada saat khitin dan pada saat khitosan terdiri dari tiga taraf, yaitu : H1 = 0,1 %, H2 = 0,5 % dan H3 = 1 %. Perlakuan lama pencucian terdiri dari 2 taraf, yaitu : T1 = 6 jam dan T2 = 12 jam. Penentuan derajat putih dilakukan dengan menggunakan *whiteness meter* dengan filter biru dan natrium karbonat (Na_2CO_3) sebagai standar yang memiliki nilai 100.

Kondisi optimal perlakuan dicari dengan menggunakan analisis Rancangan Acak Lengkap (RAL) dengan pola faktorial. Taraf perlakuan yang memberikan pengaruh yang nyata terhadap derajat putih khitin dan khitosan, diuji lanjut dengan Uji Duncan (Steel and Torrie, 1992). Selain itu dianalisis juga kadar air, kadar abu dan kadar nitrogen dari perlakuan yang memberikan pengaruh nyata terhadap derajat putih khitin dan khitosan untuk mengetahui parameter mutu lainnya.

3.3 Analisis

Analisis kimiawi terhadap mutu khitin didasarkan pada kadar air, kadar abu dan kadar nitrogen. Sedangkan analisis kimiawi terhadap mutu khitosan didasarkan pada derajat deasetilasi ditambah dengan kadar air, kadar abu dan kadar nitrogen.

3.3.1 Kadar nitrogen (Fitrial, 1996)

Langkah-langkah pengukuran kadar nitrogen adalah sebagai berikut : sampel sebanyak 5 gram dan satu buah tablet *kjeltec* dimasukkan ke dalam tabung *kjeltec*, kemudian ditambahkan 10 ml asam sulfat pekat. Selanjutnya bahan didestruksi pada

suhu 430 °C sampai warna larutan menjadi bening, kemudian dilakukan tahap destilasi dengan menggunakan *kjeltec system*. Hasil proses destilasi ini dititrasi dengan HCl 0,1%. Kadar nitrogen dihitung dengan menggunakan persamaan :

$$\text{Nitrogen (\%)} = \frac{[(14,01 \times (A-B) \times C] \times 100\%}{(D \times 10)}$$

Keterangan :

- A = ml titrasi sampel
- B = ml titrasi blanko
- C = molaritas asam standar
- D = gram sample

3.3.2 Kadar abu (Apriyantono, 1989)

Analisis kadar abu khitin dan khitosan dilakukan dengan langkah-langkah sebagai berikut : cawan porselin kosong dipanaskan dalam oven selama 30 menit. Kemudian didinginkan dalam desikator, setelah dingin ditimbang beratnya (A gram). Dilanjutkan dengan penimbangan sampel dan cawan secara bersama-sama (B gram) dan setelah ditimbang dimasukkan kedalam tanur sampai beratnya tetap.

Pengabuan dilakukan dalam dua tahap, tahap pertama dilakukan pada suhu 400 °C dan tahap kedua pada suhu 550 °C. Setelah proses pengabuan selesai, sampel beserta cawan didinginkan kembali dalam desikator, kemudian ditimbang beratnya (C gram). Kadar abu dihitung dengan persamaan :

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

3.3.3 Kadar air dengan metode oven (Apriyantono, 1989)

Cawan porselen kosong dipanaskan dalam oven pada suhu 105 °C selama 12 jam. Kemudian cawan tersebut didinginkan dalam desikator dan ditimbang beratnya (A gram). Cawan yang telah ditimbang tersebut diisi dengan sampel sebanyak 5 gram dan ditimbang beratnya (B gram). Setelah itu cawan dan sampel tersebut dimasukkan ke dalam oven sampai beratnya konstan pada suhu 105 °C, kemudian didinginkan kembali dalam desikator dan setelah dingin ditimbang beratnya (C gram). Perhitungan kadar airnya menggunakan persamaan :

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

3.3.4 Derajat deasetilasi (Suptijah *et al.*, 1992)

Spektrum infra merah khitin dan khitosan dapat dibuat dengan menggunakan spektrofotometer inframerah IR-408. Frekuensi yang digunakan berkisar antara 4000 Cm^{-1} sampai dengan 400 Cm^{-1} .

Derajat deasetilasi khitosan ditentukan dengan metode *base line* yang ditemukan oleh Moore dan Robert. Langkah-langkah pengukurannya sebagai berikut :

Khitosan sebanyak 2 gram dilarutkan dalam 200 ml asam asetat 2 %. Larutan dikeringkan pada suhu kamar di atas *glass plate*, kemudian ditambahkan sodium hidroksida 1 N untuk menetralkan asam asetat yang telah ditambahkan sebelumnya. Larutan netral yang telah terbentuk di atas *glass plate* dicuci dengan air bersih.

Setelah persiapan sampel selesai, derajat deasetilasi khitosan selanjutnya diukur menggunakan spektrofotometer inframerah.

Pengukuran derajat deasetilasi berdasarkan kurva yang tergambar oleh spektrofotometer. Puncak tertinggi dicatat dan diukur dari garis dasar yang dipilih.

Nilai absorbansi dapat dihitung dengan menggunakan rumus :

$$\text{Absorbansi} = \text{Log} \frac{P_0}{P}$$

Keterangan :

- P_0 = Jarak antara garis dasar dengan garis singgung antara dua puncak tertinggi dengan panjang gelombang 1655 Cm^{-1} dan atau 3450 Cm^{-1}
 P = Jarak antara garis dasar dengan lembah terendah pada panjang gelombang 1655 Cm^{-1} dan atau 3450 Cm^{-1}

Perbandingan absorbansi dilakukan pada panjang gelombang 1655 Cm^{-1} dengan panjang gelombang 3450 Cm^{-1} . Selanjutnya derajat deasetilasi dihitung menggunakan rumus :

$$\text{Derajat Deasetilasi (\%)} = \left[1 - \left(\frac{A_{1655}}{A_{3450}} \times \frac{1}{1,33} \right) \right] \times 100\%$$

Keterangan :

- A_{1655} = absorbansi pada panjang gelombang 1655 Cm^{-1}
 A_{3450} = absorbansi pada panjang gelombang 3450 Cm^{-1}
 1,33 = Konstanta untuk derajat deasetilasi yang sempurna

3.4 Derajat Putih

Penentuan derajat keputihan menggunakan alat *Whitness metter* dengan filter biru dan natrium karbonat (Na_2CO_3) sebagai standar yang memiliki nilai 100. Skala berkisar antara 0 sampai dengan 100. Semakin besar skala yang diperoleh maka warna bahan semakin putih (Kett Electric Laboratory, 1981).

3.5 Rancangan Percobaan

Rancangan percobaan yang digunakan pada penelitian utama adalah Rancangan Acak Lengkap (RAL) pola faktorial. Adapun faktor-faktornya adalah :

1. Konsentrasi H_2O_2 (Faktor H) dengan 3 taraf perlakuan, yaitu : $H_1 = 0,1 \%$, $H_2 = 0,5 \%$, $H_3 = 1 \%$.
2. Waktu perendaman (Faktor T), terdiri dari 2 taraf perlakuan, yaitu : $T_1 = 6$ jam dan $T_2 = 12$ jam

Kombinasi dengan 2 kali ulangan, model regresinya menurut Steel dan Torrie (1992), adalah :

$$Y_{ijk} = \mu + A_i + B_j + (AB)_{ij} + \varepsilon_{ijk}$$

Keterangan :

Y_{ijk} = Nilai pengamatan pada taraf ke-i konsentrasi H_2O_2 dan taraf ke-j waktu perendaman pada ulangan ke-k.

μ = Nilai tengah

H_i = Pengaruh faktor konsentrasi H_2O_2 pada taraf ke-i

T_j = Pengaruh faktor waktu perendaman pada taraf ke-j

ε_{ijk} = Pengaruh sisa dari ulangan ke-k dalam kombinasi faktor konsentrasi H_2O_2 dan faktor waktu perendaman.

Analisis data dilakukan dengan menggunakan analisis ragam dengan uji F_{tabel} . Suatu perlakuan memberikan pengaruh nyata pada derajat keputihan khitin dan khitosan apabila nilai F_{hitung} lebih besar daripada F_{tabel} dengan derajat bebas tertentu pada taraf 5 % dan berpengaruh sangat nyata apabila nilai $F_{hitung} > F_{tabel}$ dengan derajat bebas tertentu pada taraf 1 %. Uji lanjut yang digunakan untuk mengetahui taraf terbaik masing-masing perlakuan adalah Uji Duncan.

4. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Penelitian Pendahuluan

Penelitian pendahuluan dilakukan untuk mengetahui derajat putih khitosan tanpa melalui proses pemutihan dengan perendaman H_2O_2 . Proses pembuatan khitosan ini terdiri dari beberapa tahap yaitu : tahap persiapan bahan, tahap ekstraksi khitin dan tahap ekstraksi khitosan.

Bahan yang digunakan adalah kulit udang yang telah digiling kemudian dilakukan penyaringan/pengayakan untuk memperoleh bahan yang seragam yaitu antara 1,77 – 3,25 mm. Kemudian dilakukan pencucian dan pengeringan untuk mendapatkan bahan yang bersih dari kotoran.

Proses ekstraksi khitin dilakukan melalui dua tahap yaitu tahap demineralisasi dan kemudian dilanjutkan dengan tahap deproteinasi. Pada penelitian ini metode yang digunakan adalah menurut Suptijah dkk (1992), yaitu untuk proses demineralisasi menggunakan larutan HCl 1N dengan nisbah bahan 1:7 b/v selama satu jam pada suhu $90^{\circ}C$. Sedangkan proses deproteinasi menggunakan larutan NaOH 3,5 N dengan nisbah bahan 1:10 b/v yang dipanaskan pada suhu $90^{\circ}C$ selama satu jam.

Proses demineralisasi akan lebih sempurna dengan penggunaan konsentrasi asam yang serendah mungkin dan disertai dengan pengadukan yang konstan. Pengadukan yang konstan menyebabkan asam dalam konsentrasi rendah dapat bereaksi sempurna dengan bahan baku (Karmas, 1984). Sehingga khitin yang dihasilkan mengandung mineral yang sangat rendah.

Proses deproteinasi bertujuan untuk menurunkan kandungan protein limbah udang. Keefektifan proses tersebut tergantung dari kekuatan basa dan tingginya suhu yang digunakan (Suptijah dkk, 1992).

Khitosan dibentuk dari khitin melalui proses deasetilasi dengan larutan NaOH pekat dengan perbandingan 1:20 b/v selama 1 jam pada suhu 120 – 140°C (Suptijah dkk, 1992). Proses ini dimaksudkan untuk menghilangkan gugus asetil yang terdapat pada khitin.

Setelah dihasilkan khitosan peneliti kemudian dilanjutkan dengan mengukur derajat putih untuk mengetahui berapa persen derajat putih khitosan yang dihasilkan tanpa melalui proses pemutihan dan dijadikan pembanding pada penelitian utama nantinya.

4.2 Rendemen

Rendemen yang diharapkan dari setiap proses pembuatan produk adalah yang menghasilkan prosentase yang besar. Dari hasil penelitian ini rendemen yang dihasilkan adalah 25 %. Hasil percobaan Suptijah (1992) memperlihatkan bahwa kadar khitin yang diperoleh dari limbah udang berkisar antara 20 – 30 %. Sedangkan hasil percobaan Altschel dalam Purwatiningsih (1993) memperlihatkan kandungan khitin adalah 15 – 20 %. Rendemen yang rendah dapat disebabkan karena proses demineralisasi dan deproteinasi kurang hati-hati terutama pada tahap pemisahan dan pencucian karena pada saat pencucian serbuk khitosan yang sangat halus akan lolos dari saringan sehingga banyak bahan yang terbuang atau ikut pada larutan pereaksi.

Tl → Rendemen ↓



4.3 Penelitian Utama

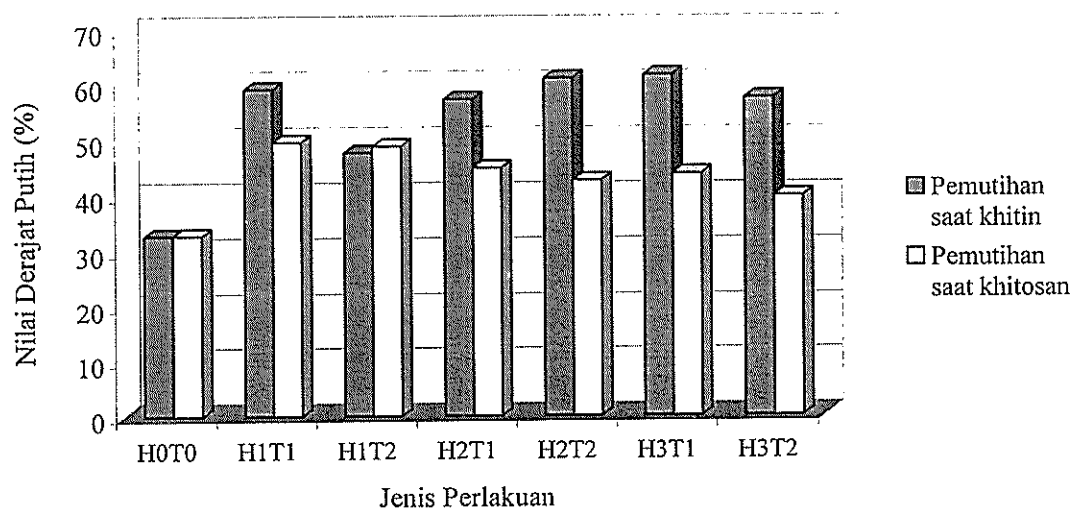
Penelitian utama dilakukan untuk mengetahui derajat putih produk akhir khitosan yang diberi perlakuan perendaman dalam larutan H_2O_2 dengan konsentrasi sebesar 0,1 %, 0,5 %, dan 1 % pada khitin dan khitosan yang tidak melalui proses pemutihan sebelumnya. Waktu yang digunakan untuk perendaman yaitu selama 6 dan 12 jam. Kode yang digunakan untuk masing-masing perlakuan adalah sebagai berikut : H_1T_1 adalah perendaman dengan konsentrasi H_2O_2 0,1% selama 6 jam, H_1T_2 dengan konsentrasi H_2O_2 0,1% selama 12 jam, H_2T_1 dengan konsentrasi H_2O_2 0,5% selama 6 jam, H_2T_2 dengan konsentrasi H_2O_2 0,5% selama 12 jam, H_3T_1 dengan konsentrasi H_2O_2 1% selama 6 jam, H_3T_2 dengan konsentrasi H_2O_2 1% selama 12 jam. Kemudian dilakukan analisis kadar air, kadar abu, kadar nitrogen dan pengukuran derajat putih. Sedangkan untuk pengukuran derajat deasetilasi dipilih konsentrasi H_2O_2 yang menghasilkan derajat putih terbaik.

4.3.1 Derajat putih

Penampakan dan warna merupakan faktor utama suatu produk yang dapat mempengaruhi penerimaan konsumen. Penampakan dan warna yang baik akan dapat menarik minat konsumen. Umumnya warna putih tidak akan terlalu mempengaruhi warna produk akhir yang akan dihasilkan, jika bahan tersebut digunakan.

Dari hasil penelitian ini diketahui bahwa pemutihan dengan menggunakan H_2O_2 cukup efektif terhadap warna produk yang dihasilkan. Hal ini dapat dilihat dimana khitosan yang diputihkan dengan H_2O_2 memiliki nilai derajat putih 21.53 - 87,94 % lebih baik dari khitosan tanpa pemutihan.

Derajat putih paling baik diperoleh pada perlakuan konsentrasi H_2O_2 1 % dengan waktu perendaman 6 jam terhadap khitosan yang diputihkan pada saat khitin. Nilai derajat putih untuk perlakuan ini sebesar 61,55 % atau lebih baik 87,94 % daripada khitosan tanpa pemutihan. Sedangkan derajat putih terendah diperoleh pada perlakuan konsentrasi H_2O_2 1 % dengan waktu perendaman 12 jam terhadap khitosan yang diputihkan. Derajat putih khitosan pada perlakuan ini adalah 39,80 % yang berarti masih meningkat sebesar 21,53 % dari derajat putih khitosan tanpa pemutihan. Hasil pengukuran derajat putih khitosan yang dihasilkan dapat dilihat pada Gambar 7 di bawah ini.



Gambar 7. Histogram hasil pengukuran derajat putih khitosan

Dari gambar di atas dapat dilihat secara umum bahwa semua perlakuan konsentrasi dan waktu perendaman memberikan hasil derajat putih yang lebih baik pada khitosan yang diputihkan pada saat khitin. Hal ini dapat terjadi karena pada saat khitin masih banyak terdapat zat warna yang belum terdegradasi sehingga H_2O_2 dapat bekerja lebih optimal dalam mendegradasi zat warna bahan, dimana zat warna yang

sudah terpecah-pecah akan terlepas saat pemanasan pada proses deasetilasi. Pada khitosan zat warna bahan lebih sedikit sebagai akibat proses deasetilasi yang juga berpengaruh terhadap warna bahan sehingga pada perendaman khitosan, H_2O_2 tidak hanya mendegradasi zat warna bahan tetapi juga senyawa lain, selain itu zat warna yang sudah terpecah tapi masih terdapat pada pori-pori tidak dapat terlepas karena tidak ada perlakuan pemanasan lagi (deasetilasi) sehingga menyebabkan warna yang lebih kusam atau kekuning-kuningan.

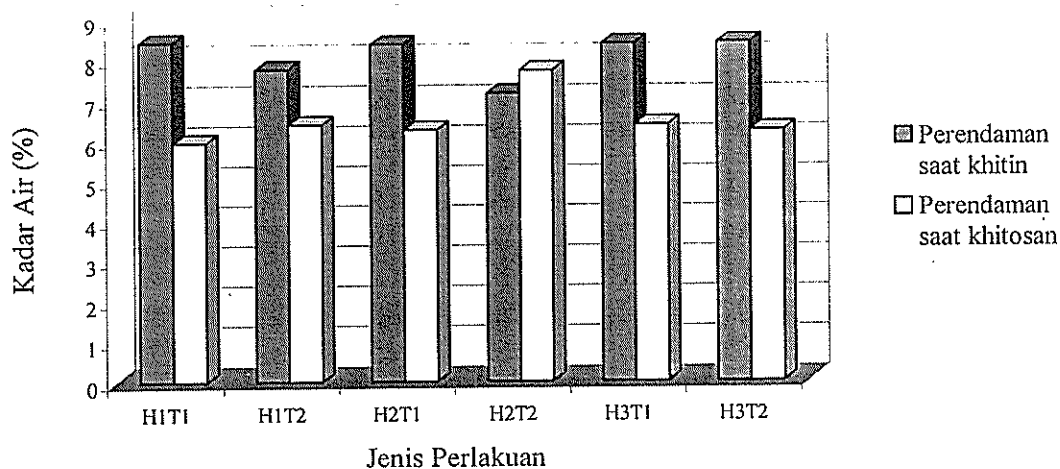
Berdasarkan hasil analisa sidik ragam didapatkan bahwa konsentrasi zat pemutih yang digunakan akan berpengaruh nyata terhadap proses pemutihan dimana semakin tinggi konsentrasi akan berdampak pada semakin banyaknya zat warna yang dapat didegradasi. Namun pada perendaman khitosan hal ini malah berlaku sebaliknya dimana konsentrasi terendah menghasilkan derajat putih yang lebih baik. Selain konsentrasi, lama perendaman pun berpengaruh terhadap proses pemutihan. Hal ini berkaitan dengan ketersediaan zat warna dalam bahan yang akan didegradasi.

Dari uji lanjut diketahui bahwa untuk khitosan yang diputihkan pada saat khitin, perlakuan dengan konsentrasi H_2O_2 0,5 % dengan lama perendaman 6 jam menghasilkan warna yang tidak berbeda nyata dengan perlakuan konsentrasi H_2O_2 1 % dengan lama perendaman 12 jam. Begitu juga dengan perlakuan konsentrasi H_2O_2 0,5 % lama 12 jam dan konsentrasi 1 % lama 6 jam. Sedangkan untuk perlakuan lainnya memberikan pengaruh derajat putih yang berbeda satu dengan yang lain. Demikian pula halnya dengan pemutihan khitosan dimana setiap perlakuan yang diberikan memberikan pengaruh yang berbeda-beda.

4.3.2 Kadar air

Khitosan bersifat mudah menyerap air (higroskopis) sehingga kadar air khitosan bergantung pada kelembaban relatif udara sekeliling tempat penyimpanannya. Kadar air tidak dipengaruhi oleh jumlah bahan yang diekstrak, nisbah bahan dan waktu ekstraksi, tetapi dipengaruhi oleh lama pengeringan terhadap khitosan yang dihasilkan (Sophanodora dan Benjakula, 1993).

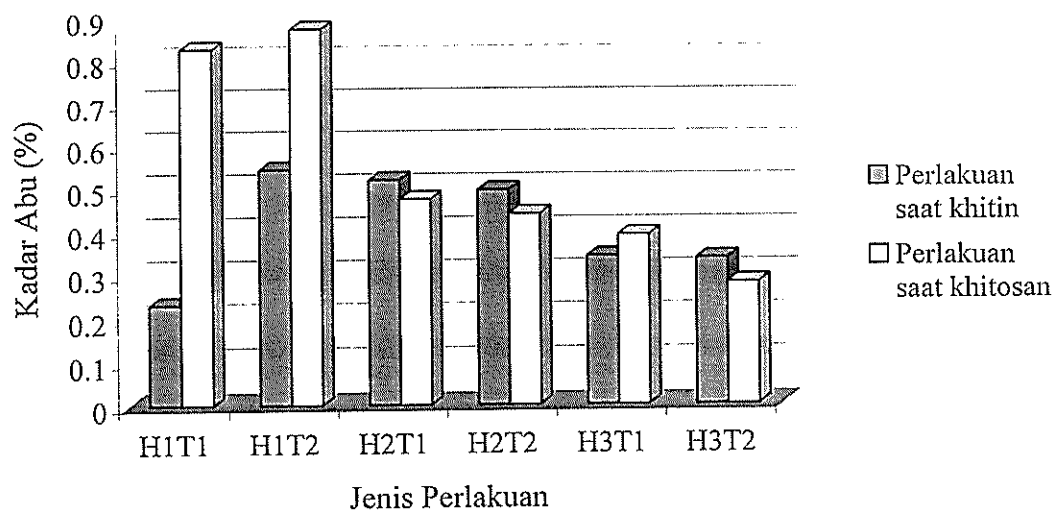
Kadar air khitosan merupakan parameter yang penting dalam menentukan mutu khitosan, standar kadar air khitosan menurut laboratorium Protan dalam Bastaman maksimal 10 %. Sedangkan pada penelitian ini kadar air yang dihasilkan berkisar antara 5,95 % - 8.42 %, dengan demikian kadar air yang dihasilkan pada penelitian ini memenuhi standar yang berlaku. Untuk menjaga kadar air tetap rendah maka perlu diperhatikan cara pengemasan khitosan dengan baik. Gambar 8 berikut ini menunjukkan hasil analisis kadar air khitosan.



Gambar 8. Histogram hasil analisis kadar air khitosan

4.3.3 Kadar abu

Kadar abu mutlak diperlukan sebagai standar mutu khitosan, karena mineral dalam bentuk kapur dari kepala maupun kulit udang relatif tinggi. Oleh karena itu berhasilnya proses demineralisasi dapat ditentukan dengan melihat kadar abu pada produk. Kadar abu khitosan pada penelitian ini berkisar antara 0,23 % - 0,87 % jauh dibawah standar kadar abu khitosan yang disyaratkan dalam perdagangan yaitu sebesar 1,5 %. Hasil analisis kadar abu tersebut dapat dilihat pada Gambar 9.



Gambar 9. Histogram hasil analisis kadar abu khitosan

Kadar abu yang diperoleh pada penelitian ini cukup baik. Hal ini dimungkinkan karena bahan-bahan sebelum diekstraksi terlebih dahulu direndam dalam HCl 1,5N sekitar 12 jam sebelum dipanaskan pada suhu 90°C. Pengadukan oleh uap panas yang keluar dari ketel saat demineralisasi juga bisa menjadi penyebab rendahnya kadar abu yang dihasilkan. Saat kulit udang direndam dalam larutan HCl, kalsium karbonat (CaCO_3) bereaksi dengan asam klorida (HCl) membentuk kalsium

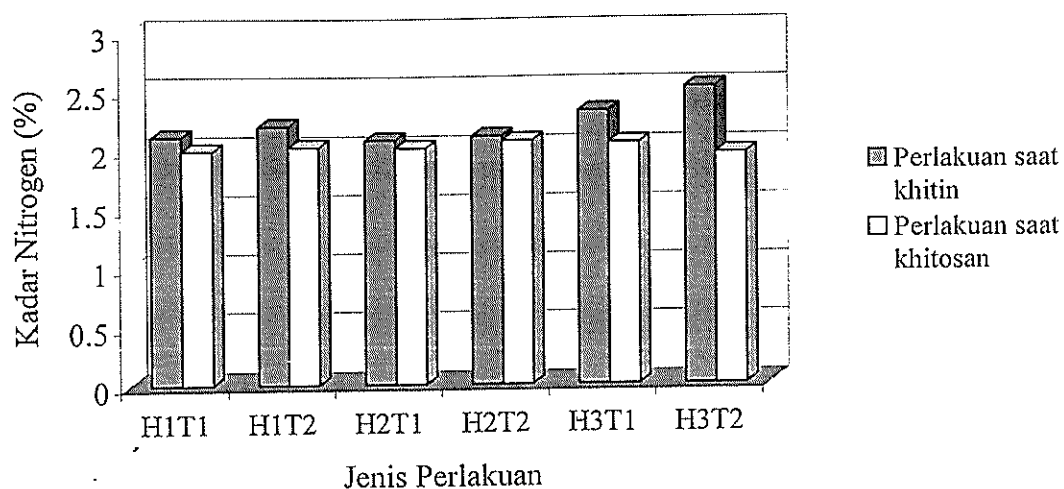
klorida (CaCl_2), karbon dioksida (CO_2) dan air (H_2O), seperti terlihat pada persamaan reaksi berikut ini :



Kalsium klorida yang terbentuk akan mengendap dan terpisah dari khitin. Pemanasan yang diberikan saat demineralisasi hanya bersifat mempercepat proses ekstraksi. Hong *et al.*, (1989) menyatakan bahwa saat demineralisasi pemanasan tidak perlu dilakukan. Demineralisasi cukup dengan memberikan HCl 1,5N, nisbah bahan 1:10 b/v pada suhu kamar selama 30 menit. Sehingga dengan adanya pemanasan proses demineralisasi menjadi lebih sempurna.

4.3.4 Kadar nitrogen

Penghilangan kadar nitrogen berupa protein dari kulit udang pada pembuatan khitin sangat dipengaruhi oleh konsentrasi NaOH, waktu ekstraksi dan suhu ekstraksi (Sophanodora dan Benjakula, 1993). Hasil dari penelitian ini menunjukkan bahwa kadar nitrogen khitosan berkisar antara 1,96 – 2,52 %. Kadar nitrogen ini termasuk rendah, hal ini menunjukkan bahwa proses deproteinasi berjalan dengan baik. Gambar 10 dibawah ini menunjukkan hasil analisis kadar nitrogen khitosan.



Gambar 10. Histogram hasil analisis kadar nitrogen khitosan

Hong *et al.*, (1989), menyatakan bahwa kadar total nitrogen yang tersisa dalam proses deproteinasi dapat dijadikan sebagai parameter efektivitas proses deproteinasi. Cara yang dapat digunakan untuk mengurangi kadar nitrogen dari khitosan adalah dengan melakukan proses deproteinasi sebanyak dua kali (Muzi, 1990).

4.3.5 Derajat deasetilasi

Deasetilasi adalah proses yang dilakukan terhadap khitin hasil ekstraksi dari kulit udang untuk menghilangkan gugus asetil. Derajat deasetilasi menyatakan presentasi banyaknya gugus asetil yang dapat dihilangkan dari khitin. Secara alami khitin sudah mengalami proses deasetilasi dengan nilai derajat deasetilasi lebih kecil dari 36,45% (Bastaman, 1989).

Pada penelitian ini derajat deasetilasi yang diukur hanya dua sampel yaitu sampel yang mempunyai derajat putih paling baik yaitu sampel dengan konsentrasi H_2O_2 0,1 %, 6 jam dengan derajat deasetilasi sebesar 83 %, dan sampel dengan

konsentrasi H_2O_2 1 %, 6 jam dengan derajat deasetilasi sebesar 87,94 %. Dengan nilai sebesar ini maka khitosan yang dihasilkan telah memenuhi standar komersial yang dikeluarkan Protan, dimana syarat derajat deasetilasi khitosan untuk komersial yaitu >70 %.

5. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Penggunaan hidrogen peroksida (H_2O_2) sebagai bahan pemutih ternyata cukup efektif. Khitosan yang dihasilkan setelah melalui proses pemutihan dengan perendaman H_2O_2 pada penelitian ini menunjukkan nilai derajat putih 21,53 % - 87,94 % lebih baik daripada khitosan tanpa pemutihan. Derajat putih paling baik diperoleh pada perlakuan konsentrasi H_2O_2 1% dengan waktu perendaman khitin 6 jam, diperoleh derajat putih khitosan yang berasal dari khitin diputihkan yaitu sebesar 61,55 % atau meningkat sebesar 87,94 %.

Hasil penelitian ini juga menunjukkan bahwa perendaman menggunakan H_2O_2 lebih baik dilakukan pada khitin dengan lama perendaman 6 jam pada suhu ruang. Selain itu dari uji lanjut diketahui bahwa perlakuan konsentrasi H_2O_2 0,5 % dengan lama perendaman 6 jam tidak berbeda nyata dengan perlakuan konsentrasi H_2O_2 1 % dengan lama perendaman 12 jam. Begitu juga antara perlakuan konsentrasi H_2O_2 0,5 % , 12 jam dengan perlakuan konsentrasi H_2O_2 1 %, 6 jam hasilnya tidak berbeda nyata. Sehingga diperoleh hasil bahwa perlakuan pemutihan terbaik untuk memperoleh khitosan yang putih adalah dengan larutan H_2O_2 0,5% dengan lama perendaman 6 jam pada khitin

Penggunaan H_2O_2 sebagai pemutih tidak banyak berpengaruh terhadap mutu akhir khitosan. Mutu khitosan yang dihasilkan pada penelitian ini sudah memenuhi standar yang dikeluarkan oleh laboratorium Protan dengan sifat-sifat sebagai berikut :

warna putih, bentuk serpihan sampai serbuk, persentase kadar air, kadar abu dan kadar nitrogen yang rendah dengan derajat deasetilasi yang tinggi.

5.2 Saran

Penelitian ini menggunakan hidrogen peroksida (H_2O_2) yang digunakan khusus untuk analisa (PA), sehingga perlu dicoba pemutihan dengan menggunakan H_2O_2 teknis yang secara ekonomis lebih murah atau menggunakan bahan pemutih lain sebagai pembanding. Selain itu perlu juga dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai residu bahan pemutih dalam khitosan serta pengaruh warna khitosan terhadap produk yang mendapat penambahan khitosan.

DAFTAR PUSTAKA

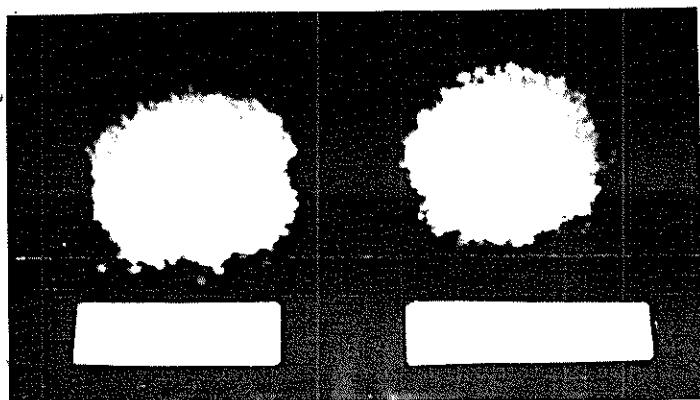
- Apriyantono, A., D. Fardiaz, Niluh Puspitasari, Sedarnawati dan Slamet Budiono Budiyo. 1989. *Analisa Pangan*. PAU-IPB. Bogor.
- Bastaman, S. 1989. *Studies on Degradation and Extraction of Chitin and Chitosan from Prawn Shells*. The Departement of Mechanical Manufacturing. The Queen's University of Belfast.
- Brzeski, M. M. 1987. *Chitin and Chitosan Putting Waste to Good Use*. *Info Fish*, 5/87. 31-33.
- Bought, W. A. 1975. *Coagulation with Chitosan an Aid Recovery of By-Product from Egg Breaking Waste*. *Polutry Sci* 54 : 1904 – 1911.
- Chandrkrachang S, U. Chinadit, P. Chandayot dan T. Supasiri. 1991. *Profitable Spin-offs from Shrimp-Seaweed Polyculture*. *Info Fish* 6/91.
- Cotton, F.A. dan G. Wilcinson. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Terjemahan Sahati Sukarto. Penerbit Universitas Indonesia. Jakarta.
- Fitrial, Yusphihana. 1996. *Penuntun Praktikum Biokimia Hasil Perikanan*. Lembaga Pengabdian Masyarakat. IPB. Bogor.
- Harahap, V. U. 1995. *Optimasi Pembuatan Khitosan dari Limbah Udang*. Jurusan Teknologi Industri Pertanian. Fakultas Teknologi Pertanian. Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Harnentis. 1992. *Mempelajari Mutu Protein yang Dihasilkan dari Hasil Samping Pengolahan Limbah Udang dengan Menggunakan Khitosan sebagai Koagulan*. Thesis. IPB. Bogor.
- Hong, H. No. K. Meyers, S. P. and Lee, K. S. 1989. *Isolation and Characterization of Chitin from Crawfish Shell Waste*. *J. Agric. Food Chem.* 375 – 579p.
- Johnson, E. L. dan Q. P. Peniston. 1982. *Utilization of Shellfish Wastes for Production of Chitin and Chitosan Production*. *Chemistry and Biochemistry of Marine Food Product*. The AVI Publishing. Westport, Connecticut.
- Karmas, E. 1982. *Meat, Poutry, and Sea Food Technology*. Noyes Data Corporation. Park Ridge, New Jersy, USA.
- Kett Electric Laboratory, 1981. *Instruction Manual Photo. Electric Tube Whiteness Metter Model : C1*. Kett Electric Laboratory. Tokyo, Jepang.

- Knorr, D. 1982. *Function Properties of Chitin and Chitosan*. Journal of Food Science. Volume 47 : 593 – 595.
- _____. 1984. *The Use of Chitinous Polymers in Food*. Food Tech, 38 : 85-97 p.
- Mappiratu. 1990. Produksi Beta-Karoten pada Limbah Cair Tapioka dengan Kapang Oncom Merah. Thesis. IPB. Bogor.
- Mitani, T., A. Moriyama and H. Ishii. 1992. *Heavy Metal Uptake by Swollen Chitosan Breads*. Bioschi. Biotech. Biochem., 56 (6)/1992.
- Muzi, A. 1990. Isolasi Kimiawi dan Karakteristik Khitin Kulit Udang Windu. Thesis. Jurusan Pengolahan Hasil Pertanian. Fakultas Teknologi Pertanian. UGM. Yogyakarta.
- Nisperoscarriedo, M. O. 1995. Edible Coating and Film Based on Polysaccharides *dalam* Edible Coating and Film to Improv Food Quality. Tecnominc. Publ. Co. Inc.
- Ornum, J. V. 1992. *Shrimp Waste Must it be Wasted?*. Info Fish 6/92 : 48 – 52.
- Purwatiningsih. 1992. *Isolasi Khitin dan Senyawaan Kimia dari Limbah Udang Windu (Penaeus monodon)*. Buletin Kimia No. 8 Th. 1992. FMIPA. IPB. Bogor.
- Rasekh, J., B.R. Stillings and V. Sidwell. 1972. Effect of H₂O₂ on The Colour, Composition, and Nutritive Quality of FPC (Fish Protein Concentrate). *in* Journal of Food Science, Vol. 37. USDC National Oceano and Atmospheric Adm. National Marine Fisheries Service. Hal : 423 – 425.
- Renggana, S. 1979. *Mannual of Analysis of Fruit and Vegatable Products*. Tata Mc Craw-Hill. New Delhi.
- Rha, C. 1984. *Chitosan as Biomaterial*. *In* R. R. Colwell, A. J. Sinsley dan I. R. Poriser (Ed.). *Biotechnology in The Marine Science*, John Willey and Sons. New York.
- Simpson, K.L. 1982. Carotenoid Pigments in Seafood *In* *Chemistry and Biochemistry of Marine Products*. Martin, R.E., George J. Felik, Chicks E. Hebard and Donn R. Ward (eds.). AVI Publishing Company. Connecticut.
- Sophanodora, S. and S. Benjakula. 1993. *Chitosan Production from Carapace and Sheel of Black Tiger Shrimp (Penaeus monodon)*. Asean Food Journal.

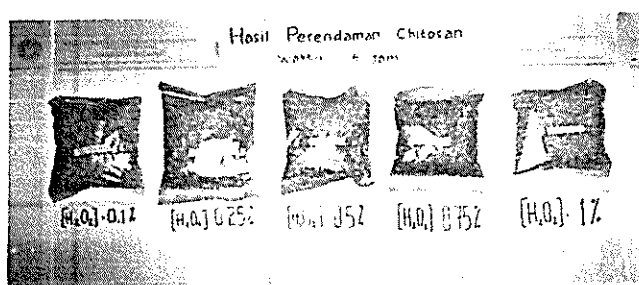
- Steel, Robert B. D. dan James H. Torrie. 1992. Prinsip Statistika. PT. Gramedia Pustaka Utama. Jakarta.
- Stern, K. G. and K. Solomon. 1937. Ovoverdin, a Pigment Chemically Related to Visual Purple Science. 86 : 310 - 311.
- Suptijah, P., E. Salamah, H. Sumaryanto, S. Purwaningsih dan Joko Santoso. 1992. Pengaruh Berbagai Metode Isolasi Chitin Kulit Udang Terhadap Mutunya. Laporan Penelitian. Jurusan Pengolahan Hasil Perikanan. Fakultas Perikanan. IPB. Bogor.
- Sutomo, 1997. Studi Pembuatan Khitosan dari Kulit Udang Menggunakan Pemanas Uap Air. Skripsi. Program Studi Teknologi Hasil Perikanan. Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan. Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Winarno, F.G. dan S. Laksmi. 1973. Pigmen dalam Pengolahan Pangan. Departemen Teknologi Hasil Pertanian. Fatemeta IPB. Bogor.
- Young, K. W., S. I. Newman, A. S. Mc. Gill and R. Hardy. 1980. The Use of Dilute Solutions of H_2O_2 of White Fish Flesh. In J. J. Connel (ED). Advances in Fish Science and Technology. Feshing New Book, Ltd. Farnham, Surray England.

LAMPIRAN

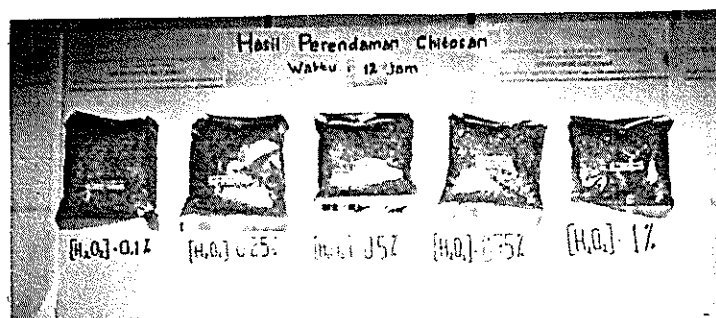
Lampiran 1. Gambar Khitosan Hasil Penelitian



a. Khitin dan Khitosan sebelum diputihkan

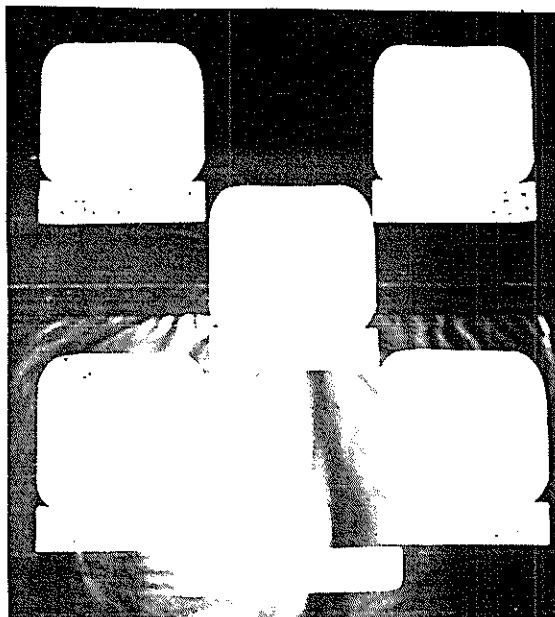


b. Khitosan yang Diputihkan Saat Khitosan (6 Jam)

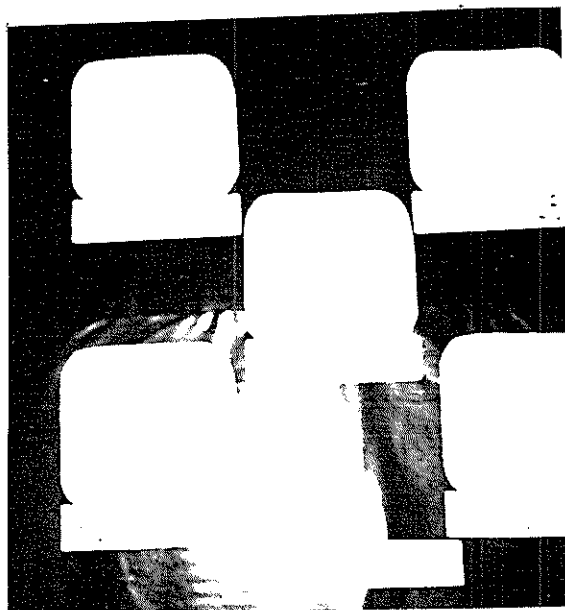


c. Khitosan yang Diputihkan Saat Khitosan (12 Jam)

Lanjutan Lampiran 1.



d. Khitosan yang Diputihkan Saat Khitin (6 jam)

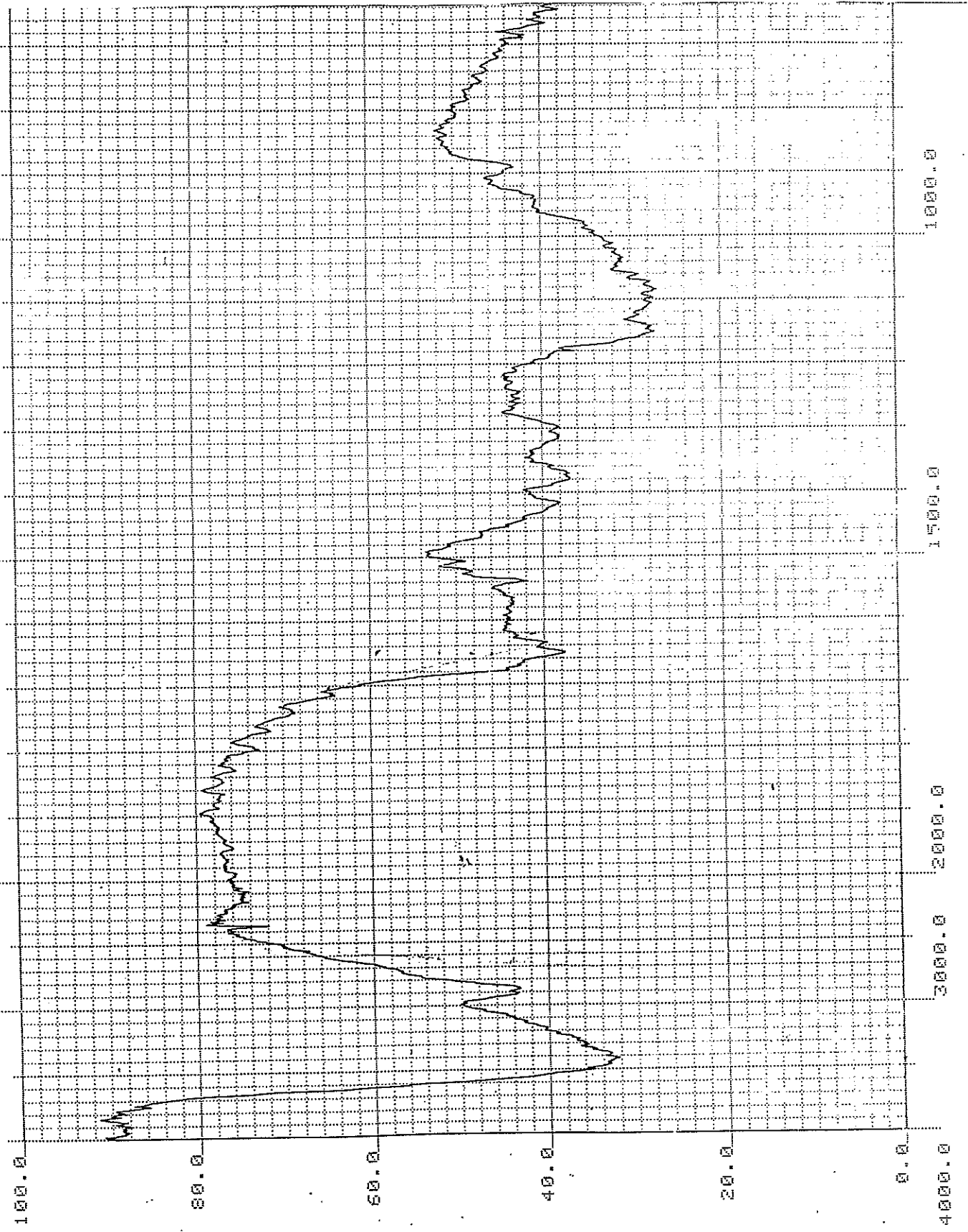


e. Khitosan yang Diputihkan Saat Khitin (12 Jam)

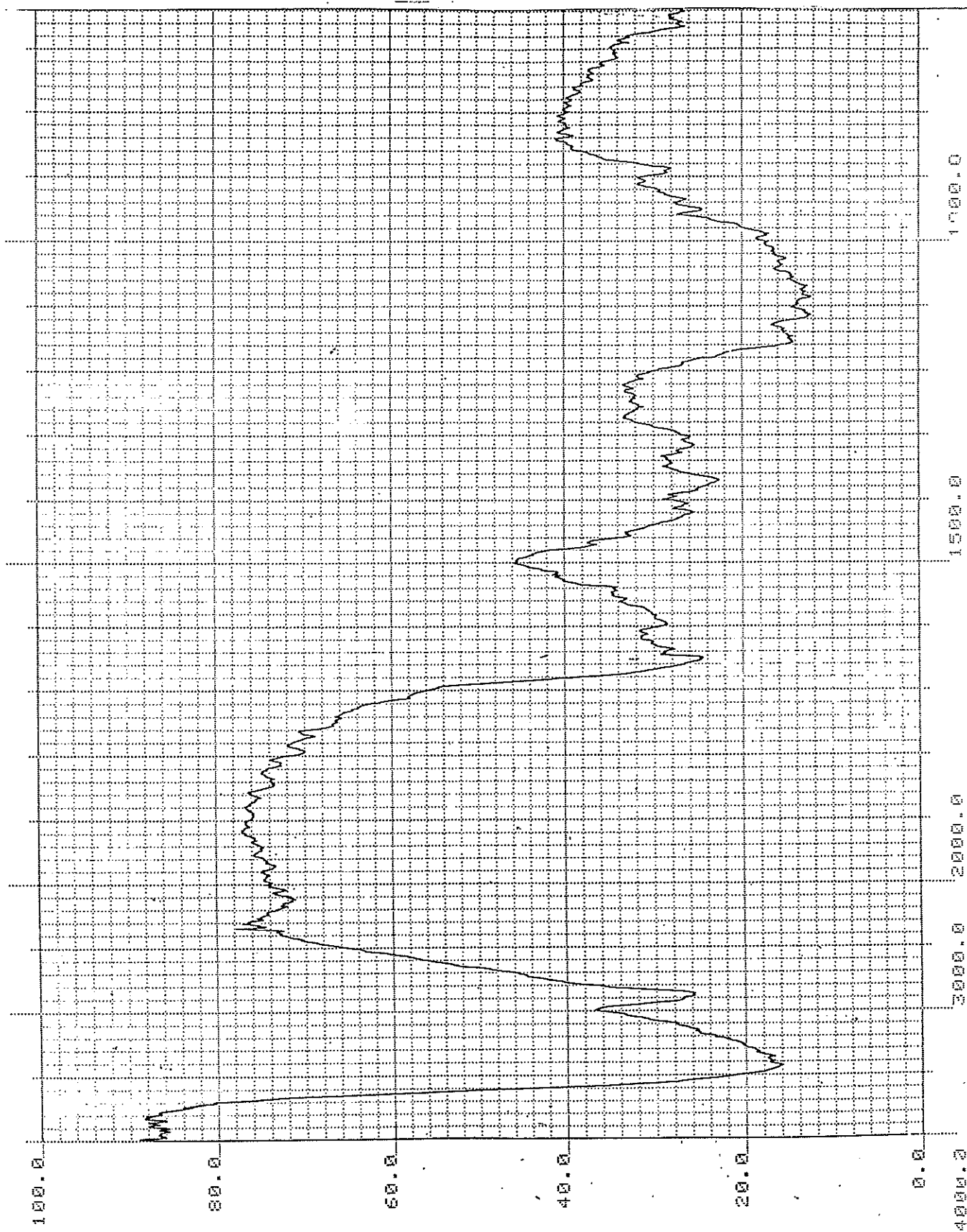
Lampiran 2. Data Hasil Analisis Derajat Putih, Kadar Air, Kadar Abu dan Kadar Nitrogen Khitosan

Sampel	Derajat putih (%)		Kadar air (%)		Kadar abu (%)		Kadar N (%)
	1	2	1	2	1	2	
H1T1	59,2	59,0	8,391	8,458	0,252	0,205	2,112
H1T2	47,9	47,5	7,721	7,784	0,555	0,531	2,198
H2T1	57,4	57,1	8,172	8,553	0,520	0,517	2,08
H2T2	61,0	60,9	7,182	7,143	0,495	0,494	2,112
H3T1	61,5	61,6	8,386	8,362	0,343	0,338	2,32
H3T2	56,9	58,0	8,360	8,445	0,322	0,348	2,52
R1T1	49,5	49,7	6,195	5,707	0,836	0,815	1,99
R1T2	48,8	48,9	6,390	6,386	0,878	0,868	2,02
R2T1	45,0	44,9	6,349	6,169	0,496	0,451	2,01
R2T2	42,8	42,5	7,844	7,579	0,448	0,429	2,07
R3T1	43,8	43,9	6,614	6,149	0,395	0,384	2,05
R3T2	39,9	39,7	6,055	6,419	0,266	0,292	1,96

Lampiran 3. Spektrum Infra Merah Khitosan (H1T1) pada Spektrofotometer Infra Merah IR – 408



Lampiran 4. Spektrum Infra Merah Khitosan (H3T1) pada Spektrofotometer Infra Merah IR - 408



Lampiran 5. Contoh Perhitungan

a. Kadar air

$$\begin{aligned} \text{Kadar air} &= \frac{(\text{Berat cawan + sampel}) - \text{Berat setelah dioven}}{\text{Berat sampel}} \times 100 \% \\ &= \frac{24,696 - 24,57}{2,034} \times 100 \% \\ &= 6,195 \% \end{aligned}$$

b. Kadar abu

$$\begin{aligned} \text{Kadar abu} &= \frac{(\text{Berat cawan + abu}) - \text{Berat cawan kosong}}{\text{Berat sampel}} \times 100 \% \\ &= \frac{22,679 - 22,662}{2,034} \times 100 \% \\ &= 0,836 \% \end{aligned}$$

c. Derajat Deasetilasi

Pada panjang gelombang 1655 cm^{-1} dengan $P_o = 5,5 \text{ cm}$ dan $P = 4,2 \text{ cm}$

$$\begin{aligned} A_{1655} &= \log \frac{P_o}{P} \\ &= \log \frac{5,5}{4,2} \\ &= 0,117 \end{aligned}$$

Pada panjang gelombang 3450 cm^{-1} dengan $P_o = 14,5 \text{ cm}$ dan $P = 2,7 \text{ cm}$

$$\begin{aligned} A_{3450} &= \log \frac{P_o}{P} \\ &= \log \frac{14,5}{2,7} \\ &= 0,73 \end{aligned}$$

Lanjutan Lampiran 5.

$$\text{Derajat deasetilasi} = \left[1 - \left(\frac{A_{1655}}{A_{3450}} \times \frac{1}{1,33} \right) \right] \times 100 \%$$

$$= \left[1 - \left(\frac{0,117}{0,73} \times \frac{1}{1,33} \right) \right] \times 100 \%$$

$$= 87,94\%$$

Lampiran 6. Tabel Sidik Ragam dan Uji Lanjut BNT Derajat Putih Khitosan

a. Tabel Sidik Ragam Derajat Putih Khitosan yang Diputihkan Saat Khitin

Sumber Keragaman	db	JK	KT	F _{Hitung}	F _{Tabel}
Perlakuan	5	253,607	50,721	400,432*	4,39
Konsentrasi (K)	2	93,147	46,573	367,684*	5,14
Waktu (W)	1	46,413	46,413	366,421*	5,99
K+W	2	114,047	57,023	450,184*	5,14
Galat	6	0,760	0,127		
Total	11	254,367			

Keterangan : * = berbeda nyata

b. Uji Lanjut dengan Uji BNT

$$\begin{aligned}
 \text{bnt} &= t_{(\alpha/2, \text{dbs})} \times \sqrt{\frac{2 \text{ KTS}}{r}} \\
 &= 2,447 \times \sqrt{\frac{2 \times 0,127}{2}} \\
 &= 0,872
 \end{aligned}$$

$\underline{H_1T_2}$ $\underline{H_2T_1}$ $\underline{H_3T_2}$ $\underline{H_1T_1}$ $\underline{H_2T_2}$ $\underline{H_3T_1}$

Keterangan : _____ = perlakuan yang tidak berbeda nyata

Lanjutan Lampiran 6.

c. Tabel Sidik Ragam Derajat Putih Khitosan yang Diputihkan Saat Khitosan

Sumber Keragaman	db	JK	KT	F _{Hitung}	F _{Tabel}
Perlakuan	5	139,71	27,942	1676,52*	4,39
Konsentrasi (K)	2	117,455	58,727	3523,65*	5,14
Waktu (W)	1	16,803	16,803	1008,20*	5,99
K+W	2	5,452	2,726	163,558*	5,14
Galat	6	0,100	0,017		
Total	11	139,810			

Keterangan : * = berbeda nyata

d. Uji Lanjut dengan Uji BNT

$$\begin{aligned}
 \text{bnt} &= t_{(\alpha/2, \text{dbs})} \times \sqrt{\frac{2 \text{ KTS}}{r}} \\
 &= 2,447 \times \sqrt{\frac{2 \times 0,017}{2}} \\
 &= 0,32
 \end{aligned}$$

R₃T₂ R₂T₂ R₃T₁ R₂T₁ R₁T₂ R₁T₁

Keterangan : semua perlakuan berbeda nyata