

TINGKATAN KUALITAS KITOSAN HASIL MODIFIKASI PROSES PRODUKSI

Pipih suptijah^{*)}

Abstrak

Kitosan adalah turunan dari kitin yang merupakan polimer alam terdapat pada karapas/limbah udang sekitar 10 % - 25%. Proses pembuatan kitin dan kitosan meliputi beberapa tahapan utama, yaitu demineralisasi, deproteinasi dan deasetilasi, yang membutuhkan kondisi tepat agar diperoleh mutu produk yang baik. Tujuan penelitian ini adalah desain proses kitosan untuk memperoleh mutu produk yang bervariasi, adapun metode yang digunakan meliputi modifikasi proses pembuatan kitosan dengan perlakuan konsentrasi reagen, suhu dan waktu disetiap tahapan prosesnya. Adapun hasil yang diperoleh merupakan metode pembuatan kitosan yang cepat, sederhana dan murah (efisien) dengan perlakuan konsentrasi HCl 1 N dan 1,5 N, suhu 90°C dan waktu proses 1 jam yang menghasilkan produk dengan mutu bervariasi, yaitu grade farmasi, kosmetik, pangan sehat dan industri lainnya misal industri cat, tekstil, pupuk dll, sehingga lebih sesuai dengan aplikasinya.

Kata kunci : Deasetilasi, Grade mutu, Kitosan,

PENDAHULUAN

Pada umumnya udang yang dimanfaatkan secara komersil dalam bentuk utuh tanpa kepala, tanpa kulit atau tanpa kulit dan kepala, baik dalam keadaan segar, beku ataupun dikalengkan. Oleh karena itu limbahnya pun bervariasi, dimana limbah padat yang berasal dari pengolahan udang berkisar antara 40-65% (Ornum, 1992).

Sampai saat ini limbah padat udang terbesar dimanfaatkan untuk campuran pakan ternak disamping terasi, silase, petis dan kerupuk yang presentasinya hanya sedikit.

Karapas udang merupakan biopolimer selulosa yang disebut kitin (Lower, 1984). Dalam limbah pengolahan udang terdapat sekitar 30% kitin, disamping protein dan mineral, sedangkan turunan dari kitin disebut kitosan, keduanya dapat diperoleh dengan cara isolasi dan dilanjutkan dengan deasetilasi untuk kitosan .

Sifat dan fungsi kitin dan kitosan sangat beragam kitin sangat menonjol dalam kemampuannya sebagai absorben, sedangkan kitosan menonjol dalam kemampuannya sebagai pengikat atau pengkelat dalam proses koagulasi dan

^{*)} Staf Pengajar Departemen THP FPIK-IPB

flokulasi, disamping itu juga berfungsi sebagai penstabil, pengental, pengisi, pen-jel, film pembungkus dan lain-lain, sehingga sangat dibutuhkan dalam industri obat-obatan, kosmetik, pangan, cat, perekat, kertas, pengolahan limbah, pupuk dan lain-lain (Knorr, 1991)

Proses produksi kitin dan kitosan terdiri dari beberapa tahapan yang berbeda-beda yang akan berdampak pada mutu produk akhir, maka perlakuan setiap tahapan pun akan mempengaruhi mutu produk akhir. Oleh karena itu untuk memperoleh mutu produk akhir yang sesuai dengan yang diinginkan, maka dalam penelitian ini dilakukan modifikasi berbagai perlakuan konsentrasi reagen, suhu, waktu, serta ukuran partikel (size) disetiap tahapannya, sehingga modifikasi proses tersebut dapat dijadikan suatu kondisi proses yang dapat menghasilkan produk dengan mutu tertentu (Muzzarelli, 1977).

Semakin tinggi mutu kitosan atau kitin berarti semakin tinggi pula kemurniannya, salah satu parameter mutu kitin atau kitosan yang cukup penting adalah derajat deasetilasinya. Semakin tinggi derajat deasetilasinya semakin tinggi kemurniannya artinya kitin dan kitosan sudah murni dari pengotornya yaitu protein, mineral dan pigmen serta gugus asetil untuk kitosan yang disertai kelarutannya yang sempurna dalam asam asetat 1%.

Sehubungan dengan kebutuhan setiap industri akan kitosan yang bermutu tertentu maka perlu didesain kondisi proses pembuatan kitosan yang akan menghasilkan produk dengan mutu beragam.

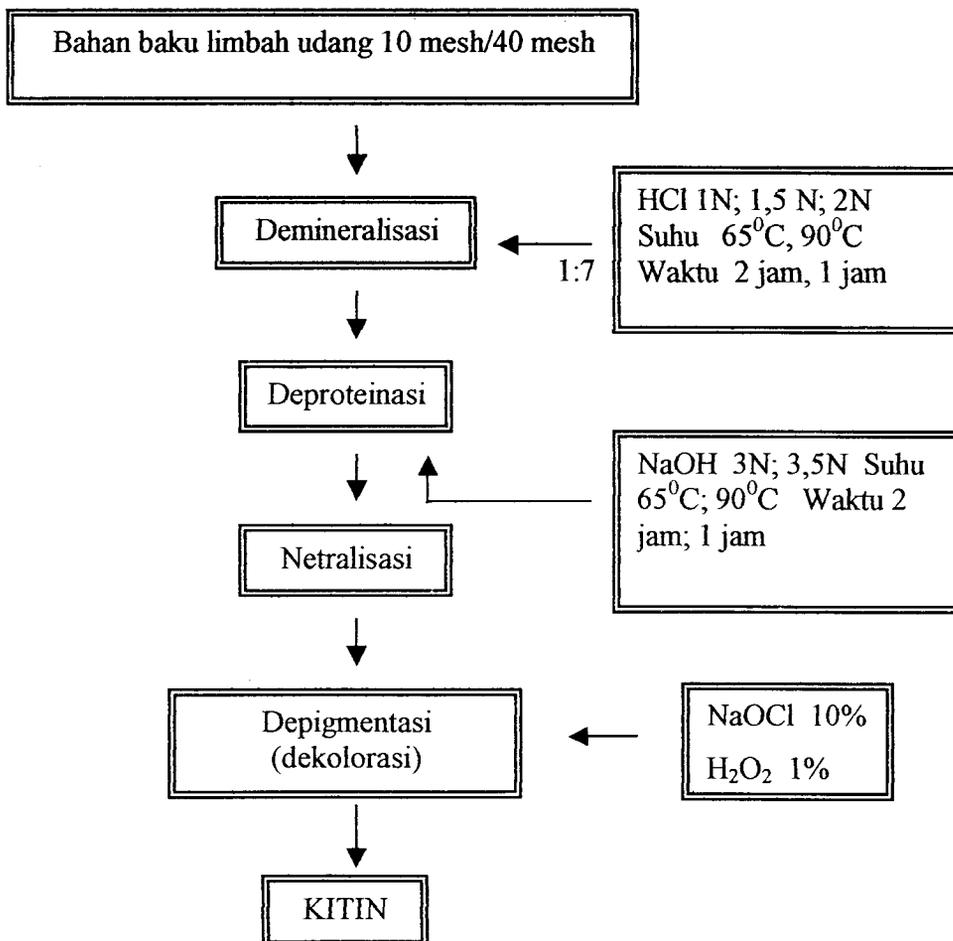
METODOLOGI

Bahan dan Alat

Limbah udang , HCl, NaOH, Asam asetat, Aquades, Bahan uji Proksimat, KBr, pH indikator, *Beaker-glass*, *Hot plate*, Pengaduk, Saringan, Termometer, Alat uji proksimate dan IR Spectrofotometer

Metode

Penelitian ini dilakukan dalam 2 tahap, yaitu tahap pendahuluan dan tahap lanjutan. Pada tahap pendahuluan diuji coba berbagai perlakuan konsentrasi reagen (Tabel 1) pada proses pembuatan kitin sebagai produk setengah jadi yang merupakan bahan baku bagi proses selanjutnya (tahap lanjutan). Berdasarkan uji mutu produk pada tahap pendahuluan, dipilih produk kitin yang terbaik dengan rendemen tertinggi untuk diproses lebih lanjut. Adapun skema proses pembuatan kitin dapat dilihat pada Gambar 1.



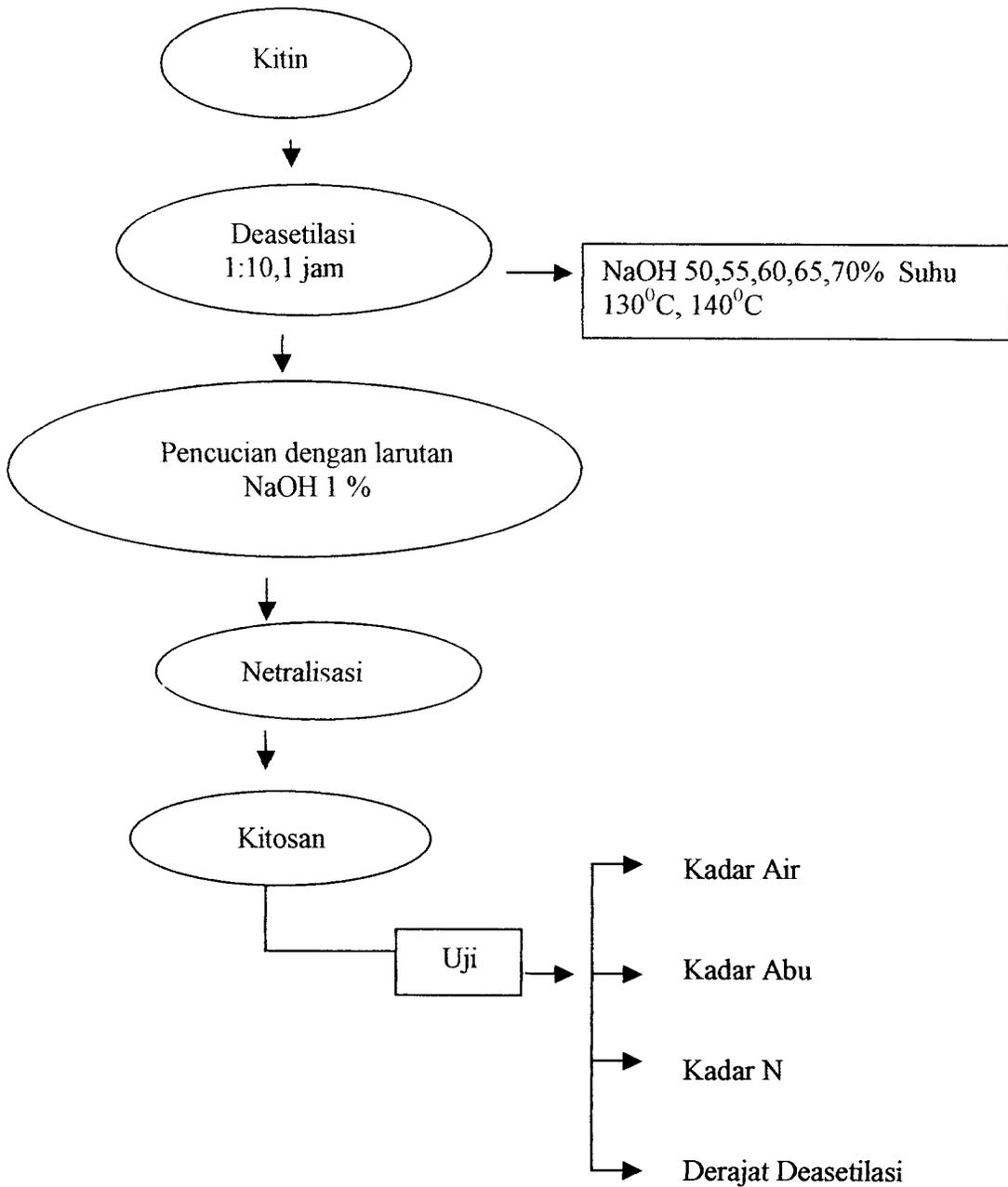
Gambar 1. Skema proses pembuatan kitin

Tabel 1. Perlakuan tahap pendahuluan

Perlakuan	HCl (N)	Suhu ($^{\circ}$ C)	Waktu (Jam)
H ₁ S ₁ W ₁	1	65	2
H ₂ S ₁ W ₁	1.5	65	2
H ₃ S ₁ W ₁	2	65	2
H ₁ S ₂ W ₂	1	90	1
H ₂ S ₂ W ₂	1.5	90	1
H ₃ S ₂ W ₃	2	90	1
NaOH (N)			
N ₁ S ₁ W ₁	3	65	2
N ₂ S ₁ W ₁	3.5	65	2
N ₁ S ₂ W ₂	3	90	1
N ₂ S ₂ W ₂	3.5	90	1

Tahap lanjutan merupakan tahap pembuatan kitosan dari hasil tahap pendahuluan, proses pembuatan kitosan dengan perlakuan variasi konsentrasi larutan NaOH (R) adalah : 50%;55%;60%; dan 70%.

Sedangkan variasi suhu dengan perlakuan (S): 130 $^{\circ}$ C dan 140 $^{\circ}$ C (Tabel 2) waktu proses dipilih atau ditentukan satu jam saja dengan tujuan untuk menyingkat waktu agar lebih efisien karena waktu proses sangat berkorelasi dengan kebutuhan energi yang dalam hal ini adalah bahan bakar. Skema proses pembuatan kitosan dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Skema proses pembuatan kitosan (Suptijah et al., 1992)

Tabel 2. Perlakuan konsentrasi NaOH dan suhu pada proses pembuatan kitosan.

Suhu NaOH %	130 ⁰ C	140 ⁰ C
50	R ₁ S ₁	R ₁ S ₂
55	R ₂ S ₁	R ₂ S ₂
60	R ₃ S ₁	R ₃ S ₂
65	R ₄ S ₁	R ₄ S ₂
70	R ₅ S ₁	R ₅ S ₂

HASIL DAN PEMBAHASAN

Tahap pendahuluan menghasilkan karakteristik kitin yang diperoleh dengan berbagai perlakuan pada proses pembuatannya adapun hasil disajikan dalam Tabel 3.

Tabel 3. Karakteristik kitin pada berbagai perlakuan proses.

	Kadar air (%)	Kadar abu (%)	Kadar N (%)	Derajat Deasetilasi (%)
H ₁ S ₁ W ₁	11.01	11.21	21.05	
H ₂ S ₁ W ₁	10.81	8.85	19.72	
H ₃ S ₁ W ₂	11.65	3.41	17.95	
H ₁ S ₂ W ₂	10.01	3.05	13.42	
H ₂ S ₂ W ₃	9.81	0.55	11.12	
H ₃ S ₂ W ₃	9.90	0.62	11.76	
N ₁ S ₁ W ₁	11.25	0.96	7.21	65.28
N ₂ S ₁ W ₁	10.89	0.42	7.01	70.01
N ₁ S ₂ W ₂	10.06	0.39	4.15	71.86
N ₃ S ₂ W ₂	9.85	0.34	2.43	78.16

Tabel 3 menggambarkan perlakuan reagen, suhu dan waktu pada tahap demineralisasi dan deproteinasi. Hasil tahap demineralisasi memberikan analisis kadar air, kadar abu dan kadar N, dari hasil analisis tahap demineralisasi dipilih yang

mempunyai kadar abu terkecil, mengingat proses demineralisasi merupakan tahap penghilangan komponen-komponen mineral. Diperoleh kadar abu terkecil dari semua perlakuan adalah 0.55 % yaitu pada perlakuan H₂S₂W₂; HCl 15 N; suhu 90°C waktu 1 jam dengan rasio tetap 1:7. Hal ini diduga oleh adanya kesempurnaan reaksi pelepasan

$$\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$$

Larutan HCl 1,5 N bereaksi optimum pada suhu 90°C (kurang optimum pada suhu 65°C). Sedangkan asam yang terlalu kuat akan bereaksi pula dengan protein yang akan mengakibatkan sasaran reaksi menjadi 2 sisi akibatnya reaksi terbagi pada 2 gugus yang berbeda. Hal ini ditandai dengan timbulnya bau amoniak akibat terdegradasinya sebagian protein sederhana menjadi amoniak.

Tabel 4. Hasil analisis mutu produk kitin

	Kadar Air %	Kadar Abu %	Kadar N %	Der Deasetilasi	Rendemen
H ₁ S ₁ W ₁	10	5,7	40,1		50
H ₂ S ₁ W ₁	9,8	4,1	32,2		49
H ₃ S ₁ W ₁	10,2	1,6	29,4		45
H ₁ S ₂ W ₂	8,9	1,4	28,0		46
H ₂ S ₂ W ₂	9,1	0,5	25,5		42
H ₃ S ₂ W ₂	11	0,62	25,1		43
N ₁ S ₁ W ₁	10,3	4,2	25,1	65,0	31,5
N ₂ S ₁ W ₁	10,1	3,15	9,6	62,0	31,0
N ₁ S ₂ W ₂	11,0	0,67	7,1	69,6	30,1
N ₂ S ₂ W ₂	8,5	0,31	3,7	78,1	27,1

Berdasarkan Tabel 4 diketahui bahwa produk terbaik diperoleh dari kondisi proses H₂S₂W₂ sebagai berikut :

- Demineralisasi dengan HCl 1,5 N, rasio 1:7, Suhu 90°C waktu 1 jam
- Deproteinasi dengan NaOH 3,5 N, rasio 1:10, suhu 90°C waktu 1 jam

- Warna : putih
- Ukuran : 10 mesh/serpih
- Rendemen : 27%

Diperoleh hasil kitin terbaik dari perlakuan $N_2S_2W_2$ dengan rendemen 27% dan dengan karakteristik sebagai berikut.

Tabel 5. Hasil analisis karakteristik kitin terbaik

Parameter	Nilai (%)	Standar
Kadar Air	0.85	10
Kadar Abu	0.31	2
Kadar N	2.40	5
Derajat destilasi	78.10	< 70

Tabel 5 memperlihatkan bahwa Kitin yang dihasilkan dari perlakuan $N_2S_2W_2$ sudah memenuhi standar mutu kitin sesuai parameter ujinya. Hal ini dikarenakan pada kondisi tersebut reaksi penghilangan komponen mineral, protein dan pigmen sudah mencapai maksimal yang dicirikan oleh produknya yang berwarna putih, ringan dan kering, dari temuan tersebut dapat dikatakan bahwa perlakuan $H_2S_2W_2$ merupakan perlakuan terpilih yang dapat menghasilkan mutu kitin terbaik (Tabel 5) artinya kondisi proses pembuatan kitin dapat dijadikan acuan dalam memperoleh kitin yang baik, cepat, sederhana dan mudah.

Dalam tahap demineralisasi diperlukan konsentrasi larutan HCl yang optimum adalah 1,5 N, hal ini diduga pada konsentrasi tersebut pelepasan mineral



belum sempurna yang ditandai dengan terjadinya pelepasan gas CO_2 yang banyak sekali berupa gelembung udara dalam bentuk gas. Sedangkan pada konsentrasi tinggi reaksi berjalan terlalu cepat sehingga asam klorida bereaksi juga dengan protein dan

ditandai dengan munculnya bau amoniak, padahal komponen mineralnya belum terlepas secara sempurna. Begitu juga dengan konsentrasi larutan NaOH yang tepat pada deproteinasi adalah 3,5 N dengan suhu pemanasan 90⁰C. Apabila konsentrasinya kecil/kurang maka reduksi gugus protein kurang sempurna, sedangkan pada konsentrasi tinggi dapat terjadi degradasi struktur protein.

Tabel 6. Hasil analisis derajat deasetilasi kitosan

Perlakuan	Derajat Deasetilasi (%)		
R ₁ S ₁	78,10		
R ₁ S ₂	89,68		
R ₂ S ₁	94,79		
R ₂ S ₂	84,81	Standar Mutu	
R ₃ S ₁	89,37	Derajat Deasetilasi	Standar/Grade
R ₃ S ₂	90,93	95	Farmasi
R ₄ S ₁	87,79	90	Pangan/kosmetik
R ₄ S ₂	93,61	85	Industri
R ₅ S ₁	81,76		
R ₅ S ₂	95,77		

Berdasarkan tahap lanjutan diperoleh produk kitosan dengan berbagai derajat deasetilasi yang berkisar antara: 78,10% sampai dengan 95,77% (Tabel 6). Berdasarkan standar protein biopolimer 1984 maka produk kitosan tersebut telah memenuhi kriteria standar mutu (>70%). Dari hasil analisis derajat deasetilasi menunjukkan bahwa konsentrasi larutan NaOH dan suhu proses sangat berperan dalam menghasilkan derajat deasetilasi produk kitosan. Semakin tinggi konsentrasi NaOH dan suhu proses, semakin tinggi pula derajat deasetilasi yang dihasilkan hal ini sangat berhubungan dengan kemampuan lepasnya gugus asetil oleh NaOH yang

didukung oleh suhu, yang juga ditunjukkan dengan kemampuannya melarut dalam asam asetat 1%. Secara keseluruhan semua kitosan yang dihasilkan dengan berbagai Derajat Deasetilasi dapat digunakan dalam aplikasinya, sesuai dengan grade keperluannya, diantaranya dapat diklasifikasikan ke dalam 3 grade aplikasi : 1 grade farmasi, 2. Grade pangan atau kosmetik, 3. Grade industri. misal untuk industri : cat, sabun, textil, pertanian (pestisida) atau pupuk, dan lain-lain (Tabel 7).

Tabel 7. Klasifikasi aplikasi kitosan sesuai dengan derajat deasetilasi.

Perlakuan	NaOH(%)	Suhu (°C)	Derajat Deasetilasi	Grade
R ₅ S ₂	70	140	95,77	farmasi
R ₂ S ₁	55	130	94,79	
R ₁ S ₂	50	140	89,66	Pangan &
R ₅ S ₁	60	130	89,33	Kosmetik
R ₅ S ₂	60	140	90,93	
R ₄ S ₂	65	140	83,81	
R ₁ S ₂	50	130	78,10	
R ₂ S ₂	55	140	84,81	Industri
R ₄ S ₂	65	130	87,75	
R ₅ S ₂	70	130	88,76	

Pengklasifikasi mutu produk masih mungkin dikaji proses yang lebih efisien dari berbagai perlakuan tersebut diatas, hal ini berarti masih memungkinkan lagi proses yang lebih mudah, murah, cepat, sederhana diantaranya perlakuan sebagai berikut

- Grade I dengan perlakuan NaOH 55% Suhu 130°C waktu 1 jam
 Grade II dengan perlakuan NaOH 50% Suhu 140°C waktu 1 jam
 Grade III dengan perlakuan NaOH 50% Suhu 130°C waktu 1 jam

KESIMPULAN

Dari penelitian ini dapat disimpulkan,

- Pada tahap demineralisasi terpilih $H_2S_2W_2$ yaitu larutan HCl 1,5 N, Suhu $90^\circ C$ dan waktu proses 1 jam, maka kondisi ini dijadikan kondisi demineralisasi terbaik dengan hasil kadar abu = 0,31%
- Pada tahap deproteinasi terpilih perlakuan $N_2S_2W_2$ yaitu larutan 3,5 N suhu $90^\circ C$ dan waktu proses 1 jam sehingga kondisi ini dijadikan kondisi deproteinasi terbaik dengan hasil kadar nitrogen = 2,4%.
- Dari kondisi tersebut diatas diperoleh mutu produk kitin, kadar air = 0,85% , kadar abu =0,31 %, kadar Nitrogen = 2,4%, dan derajat deasetilasi = 78,10% .
- Dari tahap lanjutan terpilih proses deasetilasi yaitu larutan NaOH 50-55%, suhu $130-140^\circ C$ dan waktu proses 1 jam yang menghasilkan berbagai variasi mutu kitosan sebagai berikut:

Grade Farmasi dengan perlakuan NaOH 55% Suhu $130^\circ C$ waktu 1 jam

Grade Pangan dan kosmetik dengan perlakuan NaOH 50% Suhu $140^\circ C$ waktu 1 jam

Grade Industri dengan perlakuan NaOH 50% Suhu $130^\circ C$ waktu 1 jam

SARAN

- mencari metode sizing yang mudah dalam menyiapkan bahan baku
- mencoba metode isolasi dengan elektroda (elektro kimia)
- mencoba metode lain dalam menentukan derajat deasetilasi metode spektrofotometri visibil dengan pewarnaan khusus dan juga dengan ultra violet.

DAFTAR PUSTAKA

- Knorr, D. (1991). Recovery and Utilization of Chitin and Chitosan in Food Processing Waste Management in *Food Technology* 45, 114-122
- Lower, SE. (1984). Polymer from The Sea Chitin and Chitosan I 'in' *Manufacturing Chemist* 55, 73-75.
- Muzzarelli, RAA.(1977). Chitin. Pergamon Press, Oxford. UK.
- Ornum, VJ. (1992). Shrimp Waste-Must it be Wasted. In *INFOFISH International* 6, 48-52.
- Suptijah P, Ella Salamah, Heru Sumaryanto, Joko Santoso. 1992. Pengaruh Berbagai Isolasi Kitin Kulit Udang Terhadap Mutunya. Laporan Penelitian. Jurusan Pengolahan Hasil Perikanan. Fakultas Perikanan. Institut Pertanian Bogor. Bogor.