

Pengaruh Variasi Konsentrasi NaOH Terhadap Nilai Derajat Deasetilasi Kitosan dari Limbah Cangkang Kerang Hijau (*Perna viridis* L)

[The Effect of NaOH Concentration on The Value of The Deacetylation Degree of Chitosan from Green Mussels Shell Waste (*Perna viridis* L)]

Winda Trisna Wulandari*, Nurzaman, Anindita Tri Kusuma Pratita, Keni Idacahyati

Program Studi S1 Farmasi, Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Bakti Tunas Husada Tasikmalaya, Jalan Cilolohan No 36, Jawa Barat, Indonesia.

*Corresponding author: windatrisna@stikes-bth.ac.id

ABSTRACT. Chitin which is the result of processing from green conch shell waste can be transformed into chitosan through a deacetylation process using variations in the concentration of NaOH. This study aims to determine the optimum conditions of variations in base concentration to the value of the degree of deacetylation of chitosan. The types of bases used are NaOH with the concentration variations of 50%, 55%, and 60%. Chitosan obtained was calculated the yield and characterized using FTIR. The results showed the optimum condition of the value of chitosan deacetylation degree was achieved by using 60% NaOH which produced the highest deacetylation degree value of 76.5%.

Keywords: Green mussels shell, chitin, chitosan, deacetylation

ABSTRAK. Kitin hasil pengolahan dari limbah cangkang kerang hijau dapat ditransformasikan menjadi kitosan melalui proses deasetilasi menggunakan variasi konsentrasi NaOH. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum dari variasi konsentrasi basa terhadap nilai derajat deasetilasi kitosan. Jenis basa yang digunakan adalah NaOH dengan variasi konsentrasi yaitu 50%, 55% dan 60%. Kitosan yang diperoleh dihitung rendemennya dan dikarakterisasi menggunakan FTIR. Hasil penelitian menunjukkan kondisi optimum nilai derajat deasetilasi kitosan dicapai dengan menggunakan NaOH 60% yang menghasilkan nilai derajat deasetilasi tertinggi yaitu sebesar 76,5%.

Kata kunci: Cangkang kerang hijau, kitin, kitosan, deasetilasi

Riwayat artikel: Diterima 8 September 2020, Disetujui 2 November 2020

Cara sitasi: Wulandari, W T., Nurzaman., Pratita A T K., & Idacahyati, K. (2020). Pengaruh Variasi Konsentrasi NaOH Terhadap Nilai Derajat Deasetilasi Kitosan Dari Limbah Cangkang Kerang Hijau (*Perna viridis* L). *KOVALEN: Jurnal Riset Kimia*, 6(3): 171-176.

DOI: <https://doi.org/10.22487/kovalen.2020.v6.i3.15277>

LATAR BELAKANG

Kerang hijau merupakan salah satu jenis kerang yang sering dikonsumsi oleh masyarakat, Kerang jenis ini bukan hanya

disajikan di tempat makan *seafood* tapi akhir-akhir ini kerang hijau juga sering dijual dengan menggunakan roda dipinggir jalan. Hal ini menunjukkan bahwa tingkat konsumsi

masyarakat terhadap kerang hijau semakin meningkat. Akan tetapi limbah cangkang kerang hijau belum dimanfaatkan secara optimal di masyarakat dan hanya menjadi limbah. Padahal cangkang kerang hijau ini memiliki kandungan kitin yang dapat diolah menjadi kitosan yang sangat bermanfaat pada berbagai bidang baik bidang kesehatan, pangan, lingkungan, tekstil, kosmetik, dll (Wulandari *et al.*, 2020).

Kitosan merupakan polisakarida yang terdiri dari D-glukosamin dan N-asetil-D-glukosamin yang terhubung melalui ikatan β -(1,4). Kitosan memiliki sifat biologis yang sangat baik diantaranya adalah biokompatibel, *biodegradable*, non-toksik, antioksidan, dll (Huang *et al.*, 2020).

Kitosan berasal dari senyawa kitin yang dihasilkan dari proses deasetilasi. Transformasi kitin menjadi kitosan disebut tahap deasetilasi, yaitu dengan penambahan basa pada konsentrasi tinggi. Reaksi deasetilasi dengan menggunakan alkali pada suhu tinggi akan menyebabkan terlepasnya gugus asetil ($-\text{COCH}_3$) dari molekul kitin dan membentuk gugus amina bebas ($-\text{NH}_2$) yang merupakan ciri bahwa molekul kitosan sudah terbentuk (Victor *et al.*, 2016).

Hasil penelitian Moura *et al.* (2011) menunjukkan bahwa derajat deasetilasi dari kitosan mempengaruhi biofilm yang dihasilkan. Kitosan dengan derajat deasetilasi lebih tinggi memiliki *water vapor permeability*, *tensile strength* dan elongasi yang lebih baik dibandingkan dengan kitosan yang memiliki derajat deasetilasi yang rendah (Moura *et al.*, 2011). Oleh karena itu, dibutuhkan bahan dasar kitosan dengan nilai derajat deasetilasi yang tinggi agar dapat diaplikasikan pada berbagai bidang.

Terdapat beberapa faktor yang dapat mempengaruhi nilai derajat deasetilasi dari kitosan salah satunya adalah konsentrasi basa kuat yang digunakan. Hal ini sesuai dengan penelitian dari Azhar *et al.* (2010) yang 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 $72,42 \pm 1,23$ pada suhu 100°C (Citrowati *et al.*, 2019).

Sampai saat ini pengaruh konsentrasi NaOH terhadap nilai derajat deasetilasi kitosan dari limbah cangkang kerang hijau masih belum dilakukan, oleh karena itu penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi NaOH terhadap nilai derajat deasetilasi kitosan dari limbah cangkang kerang hijau (*Perna viridis* L). Variasi konsentrasi NaOH yang digunakan pada penelitian ini adalah 50, 55, dan 60%.

METODE PENELITIAN

Bahan dan Peralatan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah cangkang kerang hijau (*perna viridis* L), Natrium Hidroksida (NaOH), (Bratachem®), Asam Klorida (HCl) (Bratachem®), Asam Asetat (CH_3COOH) (Bratachem®), Aqua DM.

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah ayakan mesh 60, alat gelas (pyrex®), kertas saring, magnetik stirrer (MS20®), oven (Memmert®), neraca analitik (Mettler Toledo; AL-204 Analytical Balance®), pH indikator

universal, spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR) Simadzu, *hot plate*.

Prosedur Penelitian

Preparasi limbah cangkang kerang hijau

Cangkang kerang hijau (*Perna viridis* L) dibersihkan dengan air mengalir sampai bersih dan dikeringkan dibawah sinar matahari. Cangkang yang telah kering kemudian dihaluskan untuk mendapatkan serbuk cangkang kerang hijau dengan ukuran 60 mesh.

Deproteinasi

Sampel yang telah dihaluskan dimasukkan kedalam gelas kimia 500 mL, kemudian ditambahkan larutan NaOH 3% dengan perbandingan 3:1 (mL NaOH/g cangkang) dan dilakukan pengadukan dengan *magnetic stirrer* selama 1 jam. Setelah itu dilakukan pemanasan dengan *hot plate* pada suhu 80°C selama 30 menit. Larutan disaring dan dinetralkan hingga pH 7 dengan cara pencucian menggunakan aqua dm. Hasil rendemen proses deproteinasi kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C sampai kering (Wulandari *et al.*, 2020).

Demineralisasi

Serbuk cangkang kerang hijau (*Perna viridis* L) hasil deproteinasi ditambahkan HCl 1,25 N dengan perbandingan 3:1 (mL HCl/g cangkang). Kemudian dilakukan pemanasan dengan menggunakan *hot plate* pada suhu 75°C selama 1 jam. Setelah dilakukan pemanasan, larutan disaring dan dinetralkan dengan cara pencucian menggunakan aqua dm hingga pH larutan 7. Residu yang sudah netral tersebut kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C sampai kering (Wulandari *et al.*, 2020).

Deasetilasi

Pembuatan kitosan dilakukan melalui proses deasetilasi kitin dengan metode Knorr yaitu dengan larutan NaOH (50%, 55%, 60%) perbandingan yang digunakan adalah 20:1 (mL basa/g kitin) kemudian campuran dipanaskan pada suhu 95°C sambil diaduk selama 60 menit. Setelah dingin, disaring dan padatan yang diperoleh dinetralkan dengan cara pencucian dengan aqua dm hingga pH 7. Padatan kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C sampai kering.

Karakterisasi FTIR

Karakterisasi FTIR digunakan untuk menganalisis gugus fungsi dan penentuan derajat deasetilasi dari kitosan yang diperoleh. Sebanyak 1 mg kitosan dicampur dengan KBr 1% (b/b), campuran ini kemudian ditekan sehingga berbentuk pelet. Pelet KBr yang diperoleh dimasukkan ke tempat cuplikan dan direkam spektrum serapan infra merahnya pada bilangan gelombang 4000-400cm.

Analisis data

Kitosan yang telah dihasilkan dari proses deasetilasi kemudian ditimbang dan dicatat beratnya. Rendemen menggunakan persamaan sebagai berikut:

$$\text{Rendemen kitosan (\%)} = \frac{A}{B} \times 100\% \dots\dots(1)$$

Keterangan:

- A : massa kitosan kering (g)
B : massa kitin yang diperoleh (g)

Niai derajat deasetilasi kitosan dapat dihitung dengan rumus (Wulandari *et al.*, 2020) sebagai berikut:

$$DD = \left(1 - \frac{A_{1655}}{A_{3450}} \times \frac{1}{1,33}\right) \times 100\% \dots\dots\dots(2)$$

Keterangan:

- DD : Derajat deasetilasi.
A1655 : Absorbansi pada bilangan gelombang 1655. Bilangan

gelombang ini menunjukkan kandungan ikatan amina untuk perhitungan kandungan gugus N-asetil.

A3450 : Absorbansi pada bilangan gelombang 3450. Bilangan gelombang ini menunjukkan ikatan hidroksil sebagai faktor koreksi.

Faktor 1,33 : Nilai dari A1655/ A3450 untuk kitosan yang terdeasetilasi sempurna

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembentukan Kitin dan Kitosan

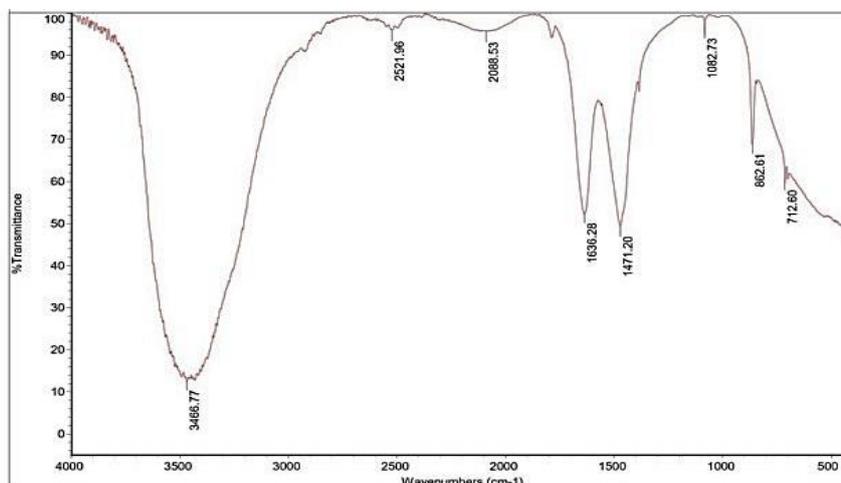
Kitin dihasilkan melalui tahapan demineralisasi dan deproteinasi yang ditandai dengan serbuk berwarna putih agak kecoklatan. Kitin yang diperoleh dari limbah cangkang kerang hijau adalah sebanyak 48,06%.



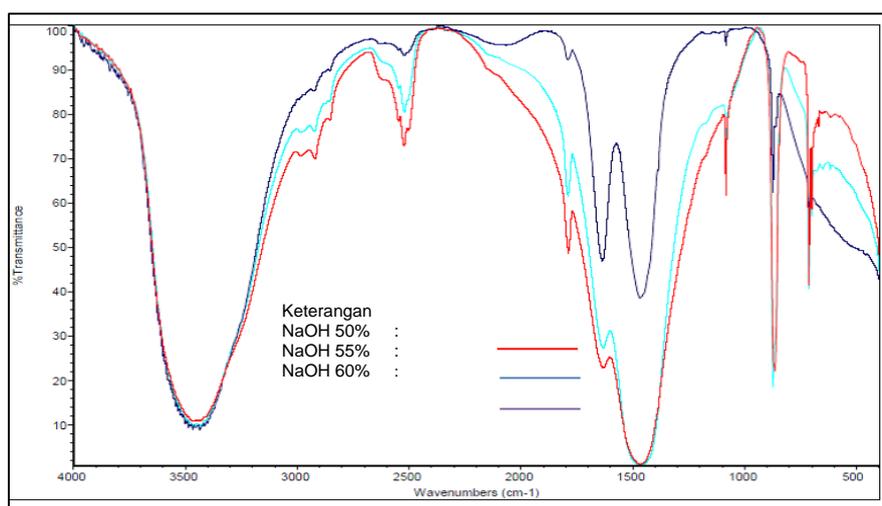
Gambar 1. Kitosan dari limbah cangkang kerang hijau

Kitosan dihasilkan melalui reaksi deasetilasi kitin menggunakan NaOH. Rendemen kitosan yang diperoleh adalah 44,8%; 15,9%; dan 31,24% berturut-turut untuk konsentrasi NaOH 50, 55, dan 60%. Kitosan yang dihasilkan berupa serbuk berwarna putih seperti yang terlihat pada Gambar 1. Spektrum FTIR untuk kitin dan kitosan masing-masing ditunjukkan pada Gambar 2 dan 3.

Pada spektrum FTIR kitin maupun kitosan dapat dilihat bahwa terjadi vibrasi pada bilangan gelombang sekitar 3400 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus -OH yang overlapping dengan gugus -NH . Pada spektra IR gugus fungsi C=O bilangan gelombang $1784,15\text{ cm}^{-1}$ (kitin) memiliki pita serapan kuat, yang menandakan adanya gugus amida, dan pada kitosanpun masih terdapat gugus C=O pada bilangan gelombang $1788,90\text{ cm}^{-1}$, hal ini disebabkan oleh tidak sempurnanya proses deasetilasi. Bilangan gelombang $700\text{-}800\text{ cm}^{-1}$ pada spektrum kitosan mengindikasikan adanya vibrasi tekuk N-H dari amina (-NH_2). Bilangan gelombang $1083,08\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur dari gugus -C-O (Cakasana *et al.*, 2014).



Gambar 2. Spektrum FTIR kitin



Gambar 3. Spektrum FTIR kitosan

Nilai Derajat Deasetilasi (DD)

Derajat deasetilasi kitosan dari cangkang kerang hijau (*Perna viridis* L) dilakukan merupakan suatu parameter yang menunjukkan presentase gugus asetil yang dapat dihilangkan. Nilai derajat deasetilasi Kitosan cangkang kerang hijau (*Perna viridis* L) ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Nilai derajat deasetilasi

Konsentrasi (NaOH)	Nilai (DD)
50%	51%
55%	59%
60%	76,5%

Nilai derajat deasetilasi kitosan dari limbah cangkang kerang hijau pada konsentrasi NaOH 60% telah memenuhi standar mutu kitosan dengan nilai derajat deasetilasi $\geq 70\%$ (Victor *et al.*, 2016) bahkan lebih tinggi apabila dibandingkan dengan kitosan dari sumber lain pada penggunaan konsentrasi NaOH yang sama diantaranya cangkang kerang kampak yang memiliki nilai Derajat Deasetilasi $72,42 \pm 1,23$ pada suhu 100°C dan $73,15 \pm 0,24$ pada suhu 130°C (Citrowati *et al.*, 2019), Cangkang Rajungan sebesar 74,85% (Tobing,

Basid, & Prasetya, 2011). Akan tetapi lebih rendah apabila dibandingkan dengan kitosan dari limbah kulit udang yaitu sebesar 83,25% (Dompeipen *et al.*, 2016) dan 84,85% (Agustina *et al.*, 2015). Hal ini karena limbah cangkang kerang lebih tebal apabila dibandingkan dengan cangkang atau kulit udang sehingga akan lebih sulit ditembus sehingga reaksi deasetilasi pun akan lebih sulit.

Nilai derajat deasetilasi kitosan cangkang kerang hijau yang paling besar adalah pada konsentrasi NaOH 60% yaitu sebesar 76,5%. Hasil penelitian dari Tobing., *et al.* (2011) mengenai peningkatan derajat deasetilasi dari cangkang rajungan dengan variasi konsentrasi NaOH 40, 50, 60 dan 70% menunjukkan bahwa konsentrasi NaOH terbesar yaitu 70% menghasilkan nilai derajat deasetilasi tertinggi dengan nilai sebesar 77% (Tobing *et al.*, 2011). Hasil yang sama juga ditunjukkan pada kitosan dari cangkang udang putih dengan variasi konsentrasi NaOH dari 30-70% menunjukkan nilai derajat deasetilasi tertinggi sebesar 87,5% pada konsentrasi NaOH 70% (Wibowo *et al.*, 2019).

Hal ini juga menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi basa maka semakin tinggi

pula nilai derajat deasetilasi dari kitosan. Konsentrasi NaOH yang semakin tinggi mengakibatkan semakin banyaknya gugus hidroksil yang dapat menyebabkan terjadinya reaksi adisi pada gugus karbonil kitin sehingga pembentukan amina semakin banyak dan derajat deasetilasi meningkat (Bahri *et al.*, 2015; Mursida *et al.*, 2018). Selain itu, penggunaan NaOH dengan konsentrasi yang tinggi dapat merubah konformasi kitin yang tebal dan rapat sehingga proses deasetilasi akan semakin mudah terjadi (Tobing *et al.*, 2011).

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian, semakin tinggi konsentrasi NaOH maka nilai DD semakin tinggi, pada penelitian ini nilai DD tertinggi dari cangkang kerang hijau ditunjukkan oleh konsentrasi NaOH 60%, yaitu 76,5%.

DAFTAR PUSTAKA

- Agustina, S., Swantara, I., & Suartha, I. (2015). Isolasi Kitin, Karakterisasi, dan Sintesis Kitosan dari Kulit Udang. *Jurnal Kimia*, 9(2): 271–278.
- Azhar, M., Efendi, J., Syofyeni, E., Lesi, RM., Novalina, S. (2010). Pengaruh Konsentrasi NaOH Dan KOH Terhadap Derajat Deasetilasi Kitin Dari Limbah Kulit Udang. *EKSAKTA*, 1: 1-8.
- Bahri, S., Rahim, E. A., Syarifuddin. (2015). Derajat Deasetilasi Kitosan dari Cangkang Kerang Darah Dengan Penambahan Naoh Secara Bertahap. *KOVALEN: Jurnal Riset Kimia*, 1(1): 36–42.
- Cakasana, N., Suprijanto, J., & Sabdon, A. (2014). Aktivitas Antioksidan Kitosan yang Diproduksi dari Cangkang Kerang Sumping (*Amusium sp*) dan Kerang Darah (*Anadara sp*). *Journal of Marine Research*. 3(4).
- Citrowati, A. N., Satyantini, W. H., & Mahasri, G. (2019). Pengaruh Kombinasi Naoh Dan Suhu Berbeda Terhadap Nilai Derajat Deasetilasi Kitosan Dari Cangkang Kerang Kampak (*Atrina pectinata*). *Journal of Aquaculture and Fish Health*, 6(2): 48. <https://doi.org/10.20473/jafh.v6i2.11279>
- Dompeipen, E. J., Kaimudin, M., Dewa, R. P., Riset, B., Ambon, I., Cengkeh, J. K., & Ambon, B. M. (2016). Isolasi kitin dan kitosan dari limbah kulit udang, *Majalah BIAM*, 12(1).
- Huang, L., Bi, S., Pang, J., Sun, M., Feng, C., & Chen, X. (2020). Preparation and characterization of chitosan from crab shell (*Portunus trituberculatus*) by NaOH/urea solution freeze-thaw pretreatment procedure. *International Journal of Biological Macromolecules*, 147: 931–936. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.10.059>
- Moura, C. M. de, Moura, J. M. de, Soares, N. M., & Pinto, L. A. de A. (2011). Evaluation of molar weight and deacetylation degree of chitosan during chitin deacetylation reaction: Used to produce biofilm. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 50(4): 351–355. <https://doi.org/10.1016/j.cep.2011.03.003>
- Mursida. T., Tasir., Sahriawati. (2018). Efektifitas Larutan Alkali Pada Proses Deasetilasi dari Berbagai Bahan Baku Kitosan. *JPHPI*, 21(2): 356–366.
- Tobing, M. T. L., Basid, N., & Prasetya, A. (2011). Peningkatan Derajat Deasetilasi Kitosan dari Cangkang Rajungan. *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi*, 14(3): 83–88.
- Victor M, S., Andhika, B., & Syaughiah, I. (2016). Pemanfaatan Kitosan Dari Limbah Cangkang Bekicot (Achatina). *Jurnal Konversi*, 5(1): 22–26.
- Wibowo, P., Bayu, R., Wijoyo, T., & Rezeki, S. (2019). Pengaruh Konsentrasi NaOH pada Deasetilasi Kitin dari Cangkang Udang Putih (*Litopenaeus vannamei*) dan Aktivasnya pada Air Gambut, 07(1): 37–43.
- Wulandari, W. T., Puspitasari, R., & Aprilia, A. Y. (2020). Antioxidant Activity of Chitosan from the Waste of Green Mussels Shell (*Perna viridis* L), 26: 33–35. <https://doi.org/10.2991/ahsr.k.200523.010>