



## PENGARUH WAKTU PROSES DEASETILASI KITIN DARI CANGKANG BEKICOT (*Achatina fulica*) TERHADAP DERAJAT DEASETILASI

### [EFFECT OF CHITIN DEACETYLATION PROCESSING TIMES FROM SHELLS OF SNAILS (*Achatina fulica*) TO DEGREE OF DEACETYLATION]

Wahyuni<sup>1\*</sup>, Ahmad Ridhay<sup>1</sup>, Nurakhirawati<sup>1</sup>

<sup>1)</sup> Jurusan Kimia FMIPA Universitas Tadulako, Palu

Diterima 11 Agustus 2015, Disetujui 27 November 2015

#### ABSTRACT

Research on the effect of chitin deacetylation processing times from shells of snails on the degree of deacetylation has conducted with a variations of 60 minutes, 90 minutes, 120 minutes and 150 minutes. The purpose of this study was to determine the effect of times improvement in the chitin deacetylation process of the degree of deacetylation. The degree of deacetylation is determined using Fourier Transform Infrared spectroscopy (FTIR). The results show the degree of deacetylation increases with the length of time the process of deacetylation that is 60 minutes to produce the degree of deacetylation of 55.6%, a degree of deacetylation of 90 minutes produces 62.4%, 120 minutes produces 70.3% degree of deacetylation, and time 150 minutes to produce the degree of deacetylation of 84.3%. So that, the length of time spent on the process of deacetylation of chitin from a snail shells, can increase the degree of deacetylation.

**Keywords:** Snail Shells, Times, Degree of Deacetylation, Chitin, Chitosan.

#### ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian pengaruh waktu proses deasetilasi kitin dari cangkang bekicot terhadap derajat deasetilasi dengan variasi waktu 60 menit, 90 menit, 120 menit dan 150 menit. Tujuan penelitian ini untuk mengetahui pengaruh peningkatan waktu dalam proses deasetilasi kitin terhadap derajat deasetilasi. Derajat deasetilasi ditentukan dengan menggunakan spektroskopi Fourier Transform Infrared (FTIR). Hasil penelitian menunjukkan derajat deasetilasi meningkat seiring dengan semakin lamanya waktu proses deasetilasi yaitu pada waktu 60 menit menghasilkan derajat deasetilasi 55,6 %, waktu 90 menit menghasilkan derajat deasetilasi 62,4 %, waktu 120 menit menghasilkan derajat deasetilasi 70,3 %, dan waktu 150 menit menghasilkan derajat deasetilasi sebesar 84,3 %. Sehingga, makin lamanya waktu yang digunakan pada proses deasetilasi kitin dari cangkang bekicot, dapat meningkatkan derajat deasetilasi.

**Kata Kunci:** Cangkang Bekicot, Waktu, Derajat Deasetilasi, Kitin, Kitosan.

\*) Corresponding Author : wahyunni12@gmail.com

## PENDAHULUAN

Wilayah perairan Indonesia kaya akan sumber daya laut yang melimpah. Salah satunya adalah keanekaragaman Gastropoda. Siput atau bekicot (*Achatina fullica*) merupakan salah satu kelompok Gastropoda di Indonesia yang dagingnya banyak dimanfaatkan sebagai sumber protein dan menjadi komoditas ekspor, sementara cangkangnya menjadi limbah dalam jumlah yang cukup besar. Limbah cangkang bekicot belum diolah secara optimal, biasanya hanya dimanfaatkan sebagai campuran makanan ternak karena mempunyai kandungan kalsium tinggi. Melihat kandungan kitin pada cangkang bekicot yang mencapai 70% – 80% (Srijanto, 2003 dalam Susanti, dkk, 2011) maka cangkang bekicot tersebut dapat dimanfaatkan sebagai salah satu penghasil kitin.

Kitin merupakan biopolimer alam paling melimpah kedua setelah selulosa. Senyawa kitin atau (1-4)-N-asetil-D-glukosamin) merupakan suatu senyawa turunan selulosa, dimana gugus hidroksil pada atom C-2 digantikan oleh gugus asetamida (Pujiastuti, 2001 dalam Kusumaningsih, dkk, 2004).

Deasetilasi merupakan proses perubahan gugus asetamida ( $\text{NHCOCH}_3$ ) pada kitin menjadi gugus amina ( $\text{NH}_2$ ) pada kitosan dengan penambahan NaOH pekat atau larutan basa kuat berkonsentrasi tinggi (Srijanto dkk., 2006).

Derajat deasetilasi dipengaruhi oleh berbagai faktor, seperti konsentrasi basa,

temperatur, waktu reaksi, perbandingan antara kitin dengan larutan alkali, serta ukuran partikel.

Menurut Sugita dkk., (2009), bahwa penggunaan waktu yang panjang dengan suhu yang tinggi pada proses deasetilasi menyebabkan penurunan rendemen dan bobot molekul, namun dapat meningkatkan derajat deasetilasi. Puspawati dan Simpen (2010) telah melakukan penelitian tentang optimasi deasetilasi kitin dari kulit udang dan cangkang kepiting dengan suhu deasetilasi  $120^\circ\text{C}$  selama 4 jam menghasilkan derajat deasetilasi sebesar 88,04 %. Azhar, dkk (2010) melakukan penelitian terhadap kitin dari limbah kulit udang dengan menggunakan waktu deasetilasi selama 5 jam dengan suhu  $100^\circ\text{C}$ , menghasilkan derajat deasetilasi 65,63%. Rizqiyah (2007) melakukan penelitian tentang isolasi kitin dan kitosan dari cangkang hewan mimi dengan waktu deasetilasi 2,5 jam pada suhu  $140^\circ\text{C}$  hanya menghasilkan derajat deasetilasi sebesar 50,5 %. Sementara Suharjo dan Harini (2005) melakukan ekstraksi kitosan dari cangkang udang windu dengan suhu deasetilasi  $120^\circ\text{C}$  dengan waktu deasetilasi hanya 1 jam dapat menghasilkan derajat deasetilasi yang cukup besar yakni 82,51 %.

Berdasarkan dari data penelitian tersebut, maka penelitian ini dilakukan untuk mengetahui bagaimana pengaruh waktu pada proses deasetilasi kitin dari cangkang bekicot terhadap derajat deasetilasi.

## METODE PENELITIAN

### Bahan dan Peralatan

Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini adalah Cangkang Bekicot, NaOH, HCl 1 M, NaOCl, Aquadest, kertas pH dan kertas saring whatmann 42. Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, hot plate, alat refluks, oven, FTIR dan alat-alat gelas yang umum digunakan dalam laboratorium

### Prosedur Kerja

#### *Persiapan cangkang bekicot*

Cangkang bekicot yang akan digunakan, terlebih dahulu dihancurkan, dikeluarkan isinya dan dicuci dengan air hingga bersih, kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari. Cangkang yang telah bersih dan kering direduksi ukurannya dengan lumpang alu kemudian diayak dengan ayakan 60 mesh.

#### *Deproteinasi*

Serbuk cangkang bekicot ditambahkan dengan NaOH 3,5% (1:10 b/v). Campuran dipanaskan pada suhu 65°C selama 2 jam. Setelah itu dinetralkan pH-nya dengan aquadest dan sedikit HCl dicuci, dan disaring. Kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C.

#### *Demineralisasi*

Cangkang bekicot yang sudah bebas protein direaksikan dengan larutan HCl 1 M (1:15 b/v). Campuran diaduk dengan pengaduk magnetik selama 1 jam pada suhu ruang. Setelah itu disaring menggunakan penghisap vakum, dicuci dengan air hingga pH netral, dan

dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C sampai kering.

#### *Depigmentasi*

Residu kitin hasil demineralisasi ditambahkan NaOCl 0,315% (1:10 b/v). Campuran diaduk selama 1 jam pada suhu ruang. Lalu disaring kemudian dicuci dengan aquadest sampai pH netral. Setelah itu dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C.

#### *Deasetilasi*

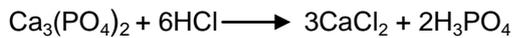
Kitin yang diperoleh kemudian di deasetilasi dengan menambahkan NaOH 50% dengan perbandingan 1:10 (b/v) lalu diaduk pada suhu 120°C dengan variasi waktu 60 menit, 90 menit, 120 menit dan 150 menit. Residu hasil deasetilasi disaring dan dicuci menggunakan akuades hingga pH netral. Selanjutnya hasil deasetilasi dianalisis menggunakan FTIR untuk menentukan derajat deasetilasi.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### *Rendemen kitin dari cangkang bekicot*

Proses isolasi kitin dari cangkang bekicot (*Achatina fullica*) terdiri dari tiga tahap, pada tahap deproteinasi dilakukan penambahan NaOH untuk menghilangkan protein yang terkandung dalam cangkang bekicot, baik yang berikatan kovalen dengan kitin maupun yang berikatan secara fisik. Protein akan lepas dengan membentuk Na-Proteinat yang larut dalam air. Selanjutnya yaitu tahap demineralisasi, dimana penambahan HCl pada proses ini dimaksudkan untuk

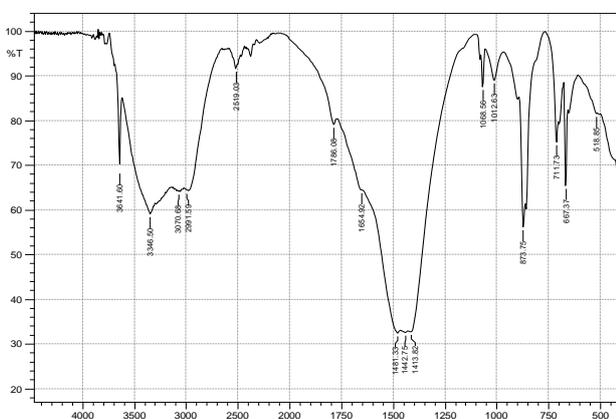
menghilangkan mineral - mineral yang terkandung dalam cangkang bekicot seperti kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) dan  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  menurut reaksi seperti yang ditampilkan dalam persamaan berikut :



Dari proses demineralisasi dihasilkan serbuk cangkang bekicot berwarna kecoklatan, sehingga perlu dilakukan proses depigmentasi untuk menghilangkan zat warna yang terdapat pada cangkang bekicot dengan penambahan  $\text{NaOCl}$ . Pada proses ini terjadi oksidasi antara kitin dengan larutan  $\text{NaOCl}$  sehingga mampu mendegradasi pigmen (Whisler, 1992 dalam Sugihartini 2001). Hasil dari proses depigmentasi yaitu serbuk kitin cangkang bekicot berwarna putih kecoklatan dengan rendemen kitin sebesar 34,63% dari 600 g tepung cangkang bekicot.

### **Gugus fungsional kitosan cangkang bekicot**

Identifikasi gugus fungsional kitosan dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer infra merah.



Gambar 1. Spektrum Kitosan Waktu Deasetilasi 150 menit

Pada gambar spektra kitosan cangkang bekicot, terlihat adanya pita serapan pada bilangan gelombang  $3346.50 \text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan gugus fungsi OH ulur dan NH ulur. Pita serapan pada bilangan gelombang  $2991.59 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus fungsi  $\text{CH}_2$  ulur, pita serapan pada bilangan gelombang  $1654.92 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus  $\text{C}=\text{O}$  amida, pita serapan pada bilangan gelombang  $1012.63 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus fungsi C-O-C dan pita serapan pada bilangan gelombang  $873.75 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan masih adanya mineral silika.

### **Kitosan hasil deasetilasi kitin cangkang bekicot**

Pembuatan kitosan dari kitin cangkang bekicot dilakukan dengan proses deasetilasi, penggunaan larutan  $\text{NaOH}$  50% (b/v) pada proses deasetilasi kitin dimaksudkan untuk memutus ikatan antara karbon pada gugus asetil dengan atom nitrogen pada kitin, sehingga berubah menjadi gugus amina ( $-\text{NH}_2$ ). Kitin tahan terhadap larutan basa konsentrasi tinggi, karena unit sel kitin berstruktur kristalin dan adanya ikatan hidrogen yang meluas antar atom nitrogen dan gugus karboksil tetangganya (Karmas, 1992 dalam Savitri, dkk, 2010).

Transformasi kitin menjadi kitosan merupakan reaksi hidrolisis. Dimana mekanisme reaksinya diawali dengan masuknya gugus hidroksil ( $\text{OH}^-$ ) dari  $\text{NaOH}$  ke atom C karbonil. Hal ini disebabkan

karena gugus hidroksil memiliki pasangan elektron bebas yang bersifat nukleofilik. Masuknya gugus hidroksil terjadi pada atom C karbonil disebabkan karena adanya efek induksi sehingga elektron pada atom C karbonil mengarah ke atom O yang menyebabkan atom C karbonil sangat elektropositif. Hasil yang ditimbulkan akibat masuknya gugus hidroksil ke atom C karbonil menyebabkan putusannya ikatan  $\pi$  pada  $C=O$  karbonil. Atom O pada hidroksil (OH) mampu menarik elektron pada H sehingga menyebabkan terbentuknya proton. Atom N yang memiliki satu pasang elektron bebas dapat menarik proton sehingga membentuk ion ammonium. Untuk menstabilkan atom N maka terjadi pemutusan ikatan N-C yang disertai pembentukan ikatan  $C=O$  sehingga terbentuk kitosan.

Tabel 1. Hasil Perhitungan Rendemen Kitosan

Waktu Deasetilasi Kitin (menit)	Berat Kitin (g)	Berat Kitosan (g)		Rata-rata (g)	Rendemen (%)
		I	II		
60	5	0,680	0,593	0,637	12,74
90	5	0,508	0,604	0,556	11,12
120	5	0,481	0,402	0,442	8,84
150	5	0,384	0,258	0,321	6,42

Dari hasil perhitungan rendemen kitosan, terlihat bahwa perlakuan waktu 60 menit memiliki kadar rendemen kitosan tertinggi dibandingkan dengan perlakuan waktu yang lainnya. Sedangkan perlakuan waktu 150 menit memiliki kadar kitosan yang paling rendah. Berdasarkan hal tersebut, maka dapat diketahui bahwa

semakin lama waktu yang digunakan dalam proses deasetilasi maka rendemen kitosan yang dihasilkan semakin sedikit.

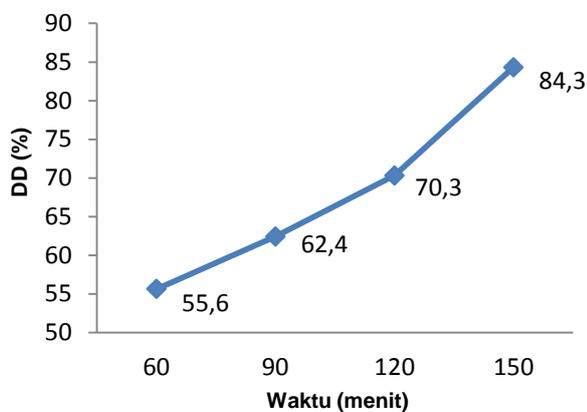
Semakin lama waktu yang digunakan dalam proses deasetilasi, maka semakin lama proses reaksi NaOH, yang menyebabkan semakin banyak gugus asetil pada kitin yang tereduksi, sehingga rendemen kitosan yang diperoleh semakin sedikit, tetapi kualitas kitosan menjadi lebih baik (murni) (Suharjo dan Harini, 2005).

### **Derajat deasetilasi kitosan cangkang bekicot**

Derajat deasetilasi menunjukkan berkurangnya gugus asetil dari kitin menjadi gugus amina pada kitosan. Derajat deasetilasi dapat ditentukan dari hasil spektrum spektroskopi IR dengan metode garis dasar (*base line*) yang dikemukakan oleh Domszy dan Roberts, dengan mencatat puncak tertinggi dan mengukur pita dasar yang dipilih (Sugita dkk, 2009). Berdasarkan hasil spektrum FTIR yang diperoleh dari kitosan hasil isolasi yang dioptimasi pada berbagai waktu, diperoleh derajat deasetilasi untuk waktu 60 menit, 90 menit, 120 menit dan 150 menit seperti dalam Gambar 2.

Dari Gambar 2 menunjukkan bahwa semakin lama waktu yang dibutuhkan dalam proses deasetilasi maka semakin besar pula derajat deasetilasi yang dihasilkan. Pada waktu deasetilasi 60 menit dihasilkan derajat deasetilasi 55,6%, berdasarkan ketentuan derajat deasetilasi kitin (<60%) dan kitosan (>60%), maka

pada waktu 60 menit proses deasetilasi kitin belum sempurna, sehingga belum terbentuk kitosan. Sementara untuk waktu 90 dan 120 menit dihasilkan derajat deasetilasi secara berurutan yaitu 62,4% dan 70,3%. Derajat deasetilasi terbaik diperoleh pada waktu deasetilasi 150 menit sebesar 84,3%. Kitosan yang dihasilkan sesuai untuk penggunaan umum berdasarkan kualitas kitosan dengan derajat deasetilasi 65% - 85%.



Gambar 2. Hubungan Waktu Proses Deasetilasi terhadap Derajat Deasetilasi Kitosan

Waktu proses yang terlalu singkat menyebabkan proses deasetilasi tidak berlangsung sempurna, dimana adisi hidrosil dari NaOH tidak memiliki waktu yang cukup untuk dapat mengeliminasi gugus asetil, sehingga pembentukan amina tidak banyak, karena masih banyak gugus asetil ( $-\text{COCH}_3$ ) pada kitin yang belum tereduksi.

Peningkatan waktu pemanasan pada proses deasetilasi menyebabkan semakin lama reaksi antar molekul NaOH dengan kitin, maka proses adisi dan eliminasi dari reaksi juga semakin meningkat sehingga

derajat deasetilasi yang dihasilkan juga semakin besar (Rokhati N, 2006). Semakin lama waktu proses maka reaksi akan berlangsung semakin lama, sehingga molekul NaOH yang teradisi ke molekul kitin semakin banyak, menyebabkan gugus asetil yang terlepas pun semakin banyak, sehingga derajat deasetilasi semakin meningkat.

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh, maka dapat disimpulkan bahwa derajat deasetilasi meningkat seiring dengan semakin lamanya waktu proses deasetilasi. Derajat deasetilasi terbaik diperoleh pada waktu deasetilasi 150 menit sebesar 84,3%.

Perlu penelitian lebih lanjut mengenai pengaruh waktu proses deasetilasi dengan perlakuan waktu di atas 150 menit, dengan *range* yang lebih lama yaitu 1 jam, 2 jam dan seterusnya.

## DAFTAR PUSTAKA

- Azhar, M., Efendi J., Syofyeni E., Lesi R. M., Novalina S., 2010. Pengaruh Konsentrasi NaOH dan KOH Terhadap Derajat Deasetilasi Kitin dari Limbah Kulit Udang. *EKSAKTA*. 1(11): 1-8.
- Kusumaningsih, T., Abu M & Usman, A., 2004. Pembuatan Kitosan dari Kitin Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*). *Biofarmasi*. 2 (2): 64-68.
- Srijanto. B, Imam. P, Masduki & Purwantiningsih. 2006. Pengaruh Derajat Deasetilasi Bahan Baku

- pada Depolimerisasi Kitosan. *Akta Kimindo*. 1 : 67-72.
- Sugita P., Wukirsan, T., Sjahriza, A & Wahyono, D., 2009. *Kitosan Sumber Biomaterial Masa Depan*. Bogor: IPB Press.
- Puspawati, N. M dan Simpen, I. N., 2010. Optimasi Deasetilasi Khitin dari Kulit Udang dan Cangkang Kepiting Limbah Restoran Seafood Menjadi Khitosan Melalui Variasi Konsentrasi NaOH. *JURNAL KIMIA* 4 (1): 79-90.
- Rizqiyah, R. D. N., 2007. *Isolasi dan Identifikasi Kitin, Kitosan dari Cangkang Hewan Mimi (Horseshoe Crab) Menggunakan Spektrofotometri Infra Merah*. [Skripsi]. Malang: Jur Kimia FST UIN Malang.
- Rokhati. N. 2006. Pengaruh Derajat Deasetilasi Kitosan Dari Kulit Udang Terhadap Aplikasinya Sebagai Pengawet Makanan. *Reaktor*. 10(2): 54-58.
- Savitri, E., Soeseno, N & Adiarto, T., 2010. Sintesis Kitosan, Poli(2-amino-2-deoksi-D-Glukosa), Skala Pilot Project dari Limbah Kulit Udang sebagai Bahan Baku Alternatif Pembuatan Biopolimer. *Pengembangan Teknologi Kimia untuk Pengolahan Sumber Daya Alam Indonesia*. Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia "Kejuangan". Yogyakarta, 26 Januari 2010. Yogyakarta: Program Studi Teknik Kimia FTI UPN "Veteran". Hlm 1-10.
- Sugihartini, L. 2001. *Pengaruh Konsentrasi Asam Klorida dan Waktu Demineralisasi Khitin Terhadap Mutu Khitosan dari Cangkang Rajungan*, [Tesis]. Bogor: Prodi Teknologi Hasil Perikanan FPIK IPB.
- Suharjo dan Harini, N., 2005. *Ekstraksi Chitosan dari Cangkang Udang Windu (Penaeus monodon Sp.) Secara Fisika-Kimia (Kajian Berdasarkan Ukuran Partikel Tepung Khitin dan Konsentrasi NaOH)*. *GAMMA*. 1(1): 7-15.
- Susanti, R. D., Soripada, T. A & Silaban, R., 2011. Pemanfaatan Kitosan dari Limbah Cangkang Bekicot Sebagai Adsorban Logam Tembaga. ([digilib.unimed.ac.id/611/1/Pemanfaatan%2520kitosan%2520dari%2520Olimbah%2520cangkang%2520bekicot.pdf](http://digilib.unimed.ac.id/611/1/Pemanfaatan%2520kitosan%2520dari%2520Olimbah%2520cangkang%2520bekicot.pdf)), diakses pada 3 Agustus 2015.