

# EVALUASI PROSES PENGOLAHAN LIMBAH KULIT UDANG UNTUK MENINGKATKAN MUTU KITOSAN YANG DIHASILKAN

Ani Purwanti<sup>1</sup>, Muhammad Yusuf<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Teknik Kimia, Institut Sains & Teknologi AKPRIND Yogyakarta

<sup>2</sup>Jurusan Teknik Industri, Institut Sains & Teknologi AKPRIND Yogyakarta

e-mail : ani4wanti@gmail.com

## ABSTRACT

*Shrimp industries produce waste in the form of the tail, head, and skin. These materials can be further processed into chitin by demineralization and deproteinization processes. By removing the acetyl group of chitin, chitosan was obtained. Both characteristics of products are influenced by degree of deacetylation, solubility, viscosity, and molecular weight. To obtain high quality of chitosan, the quality of chitin is improved by optimizing demineralization and deproteinization processes. In this research, before demineralization and deproteinization processes the boiling process was conducted. In addition, the sequence of those processes was randomized, such as demineralization-deproteinization and deproteinization-demineralization processes. The study was conducted by treating the dried shrimp shell waste through the boiling process, the deproteinization process using NaOH solution, demineralization process using HCl solution, and followed by deacetylation process using NaOH solution. The entire processes were carried out in a series of three-neck flask apparatus equipped with a stirrer, heater, and cooler. The final product, chitosan, was neutralized and dried for characterization. The results showed that the process of boiling the shrimp shells can improve the overall quality of chitosan. The process sequence of demineralization and deproteinization from shrimp waste is not so indicate significant differences on making chitosan. Boiling shrimp shells can improve the solubility of chitosan in 1% acetic acid solution significantly.*

**Keywords:** chitosan, demineralization, deproteinization

## INTISARI

Udang merupakan hasil perikanan yang bernilai ekonomis tinggi. Dalam pengolahannya menghasilkan limbah yang berupa kepala, kulit, dan ekor udang yang dapat didayagunakan sebagai bahan baku penghasil kitin, kitosan, dan turunannya yang bernilai tinggi. Kitosan banyak digunakan dalam industri kosmetik, pelarut lemak, pengawet makanan, dan juga sebagai *edible film*. Untuk menghasilkan kitosan dilakukan proses ekstraksi kitin yang kemudian dilanjutkan dengan proses deasetilasi kitin. Pengolahan limbah kulit udang untuk menghasilkan kitin melalui beberapa tahapan proses yaitu proses demineralisasi dan deproteinasi. Mutu kitin yang dipakai untuk menghasilkan kitosan juga sangat mempengaruhi karakteristik kitosan yang digunakan. Aplikasi kitin dan kitosan sangat dipengaruhi oleh karakteristik keduanya, yaitu karakter derajat deasetilasi, kelarutan, viskositas, dan berat molekulnya. Dalam penelitian ini dilakukan peningkatan karakteristik kitin dengan mengoptimalkan proses demineralisasi dan deproteinasi untuk meningkatkan mutu kitosan yang dihasilkan yang ditinjau dari karakter rendemen yang dihasilkan, kelarutan, derajat deasetilasi, viskositas, dan berat molekulnya dengan cara melakukan proses perebusan pendahuluan sebelum dilakukan proses demineralisasi dan deproteinasi dan juga melakukan pengacakan urutan proses pembuatan kitin yaitu proses demineralisasi kemudian diikuti proses deproteinasi dan juga proses deproteinasi yang diikuti dengan proses demineralisasi.

Penelitian dilakukan dengan mengolah limbah kulit udang kering melalui proses perebusan, proses deproteinasi menggunakan larutan NaOH, proses demineralisasi menggunakan larutan HCl, dan dilanjutkan dengan proses deasetilasi menggunakan larutan NaOH. Keseluruhan proses dijalankan dalam rangkaian alat labu leher tiga yang dilengkapi dengan pengaduk, pemanas, dan pendingin balik. Hasil reaksi yang berupa kitosan dinetralkan dan dikeringkan yang selanjutnya dilakukan analisa untuk menentukan karakter kitosan yang dihasilkan.

Hasil penelitian yang diperoleh memperlihatkan bahwa proses perebusan kulit udang secara keseluruhan dapat meningkatkan kualitas kitosan yang dihasilkan. Urutan proses demineralisasi, deproteinasi pada pembuatan kitosan dari limbah udang tidak begitu menunjukkan perbedaan signifikan dilihat dari kitosan yang dihasilkan. Proses perebusan mampu meningkatkan kelarutan kitosan dalam larutan asam asetat 1% secara signifikan.

**Kata kunci:** kitosan, demineralisasi, deproteinasi

## PENDAHULUAN

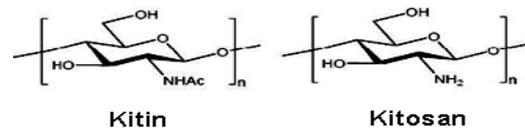
Udang sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 1 termasuk ke dalam anggota filum *Arthropoda* dan termasuk kelas *Crustacea*. Kerangka luar udang tersusun atas kitin dan diperkuat oleh bahan kalsium karbonat. Kandungan kitin dari limbah udang (kepala, kulit, dan ekor) mencapai sekitar 50% dari berat udang (Widodo dkk., 2005) sehingga limbah udang ini dapat digunakan sebagai bahan baku penghasil kitin, kitosan, dan turunannya yang bernilai tinggi (Rachmania, 2011).



Gambar 1. Udang

Kitin adalah polimer polimer linier dengan rantai panjang tanpa rantai samping yang tersusun dari 2-asetamido-2-deoksi- $\beta$ -D-glukosa yang berikatan glikosidik 1-4. Secara kimia kitin diidentifikasi mempunyai kemiripan dengan selulosa, persamaannya adalah adanya ikatan monomer yaitu ikatan glikosida pada posisi  $\beta$ (1-4). Perbedaan keduanya adalah gugus hidroksil pada atom karbon alfa pada molekul selulosa digantikan dengan gugus asetamida pada molekul kitin, pada atom C nomor 2 pada setiap monomer pada selulosa terikat gugus hidroksil (-OH), sedangkan pada kitin berupa gugus asetamida (-NHCOCH) (Nadarajah, 2005). Kitin mempunyai sifat hidrofob, tidak larut dalam air dan beberapa pelarut organik (Fernandez-Kim, 2004), merupakan suatu polisakarida yang dapat terdegradasi dan bersifat tidak beracun sehingga banyak dimanfaatkan pada berbagai bidang (Hargono dan Djaeni, 2003).

Kitosan sebagai polimer yang tersusun dari 2-amino-2-deoksi- $\beta$ -D-glukosa dapat diperoleh dengan cara mengolah kitin. Perubahan molekul kitin menjadi kitosan diperoleh dengan cara mengubah gugus asetamida (-NHCOCH) pada kitin menjadi gugus amina (-NH<sub>3</sub>) pada kitosan. Proses penghilangan gugus asetil pada kitin untuk mengubah kitin menjadi kitosan dapat dilakukan dengan menggunakan larutan basa pekat (Yoshida *et al.*, 2009). Ukuran yang menyatakan besarnya penghilangan gugus asetil pada gugus asetamida dinyatakan dengan parameter derajat deasetilasi (DD). Gambar 2 menunjukkan struktur kimia dari kitin dan kitosan.



Gambar 2. Struktur molekul kitin dan kitosan

Proses pembuatan kitin dari kulit udang diawali dengan pengecilan ukuran kulit udang, yang dilanjutkan dengan proses penghilangan mineral (proses demineralisasi). Proses penghilangan mineral ini dilakukan dengan melarutkan kulit udang ke dalam asam klorida. Karena protein dalam kulit udang berikatan dengan kitin yang akan diambil, maka untuk mendapatkan kitin selanjutnya dilakukan proses penghilangan protein yaitu proses untuk memisahkan ikatan kitin dengan protein yang terdapat di dalam kulit udang (proses deproteinasi). Mineral dalam kulit udang berkisar antara 30-40% sedangkan kandungan proteinnya kurang lebih sekitar 35% (Prasetyaningrum dkk., 2007).

Menurut Fernandez-Kim (2004), proses demineralisasi dapat dijalankan dengan melakukan ekstraksi memakai larutan asam klorida 1N pada suhu ruangan selama 30 menit dengan perbandingan antara kulit atau cangkang yang diproses dengan larutan HCl adalah 1:15 (gram/mL). Efektivitas penghilangan mineral pada proses demineralisasi ini dapat dilihat menggunakan parameter kadar abu. Pada penelitiannya, proses demineralisasi menghasilkan produk dengan kadar abu 31 – 36%.

Menurut No and Meyers (1995), proses untuk menghilangkan protein di cangkang hewan *Crustacea* dapat dilakukan dengan melarutkannya ke dalam larutan NaOH dengan konsentrasi 1–10% pada suhu proses antara 65–100°C selama 0,5–12 jam. Perbandingan antara cangkang yang diproses dengan larutan basa yang digunakan diperoleh nilai optimum pada 1:10 (g/mL) atau 1:15-10 (g/mL). Proses tersebut dilakukan dengan pengadukan yang cukup sehingga dapat memaksimalkan proses deproteinasi. Sedangkan dari hasil penelitian yang diperoleh Fernandez-Kim (2004), larutan NaOH 3% dapat digunakan untuk melakukan proses penghilangan protein (deproteinasi).

Secara umum, urutan proses demineralisasi dan deproteinasi dapat dilakukan secara berurutan ataupun tidak, yaitu proses deproteinasi dilakukan terlebih dahulu dan kemudian diikuti dengan proses demineralisasi menggunakan prosedur *acidic decalcification*, maupun proses dengan urutan proses demineralisasi yang diikuti dengan proses deproteinasi. Perbedaan urutan

proses ini dapat menghasilkan kitosan yang berbeda (Fernandez-Kim, 2004; No *et al.*, 2000).

Untuk memperoleh kitosan dilakukan proses ekstraksi kitin yang kemudian dilanjutkan dengan proses deasetilasi kitin (Suptijah, 2004). Proses deasetilasi kitin ini bertujuan untuk menghilangkan gugus asetil. Proses deasetilasi dilakukan dengan cara mencampur kitin dengan larutan natrium hidroksida dengan konsentrasi 40 – 50% dengan perbandingan kitin dan pelarut yang digunakan sebesar 1:10 (g/mL). Proses tersebut dilakukan selama 30 menit atau lebih. Hasil kitosan yang didapatkan kemudian dinetralkan dengan cara mencuci dengan menggunakan air sampai netral kemudian disaring dan dikeringkan menggunakan oven pada suhu 60°C selama 24 jam untuk mendapatkan kitosan kering. Karakteristik kitosan dapat dilihat dari derajat deasetilasi, viskositas, berat molekul, maupun kelarutannya (Fernandez-Kim, 2004).

Derajat deasetilasi menunjukkan kandungan gugus amino bebas dalam polisakarida. Proses deasetilasi akan menyebabkan penghilangan gugus asetil dari molekul kitin sehingga menghasilkan kitosan dengan derajat kereaktifan kimia dari gugus amino yang tinggi. Derajat deasetilasi antara kitin dan kitosan berbeda, kitin dengan derajat deasetilasi di atas 75% disebut kitosan.

Dari hasil penelitian yang dilakukan No and Meyers (1995), diperoleh kitosan dengan derajat deasetilasi rata-rata sebesar 80%, hal ini tergantung dari cara pengolahannya serta jenis cangkang yang digunakan. Sedangkan menurut (Fernandez-Kim, 2004), variabel proses yang dapat mempengaruhi kualitas kitosan yang dihasilkan antara lain waktu serta suhu proses deasetilasi, konsentrasi larutan basa yang digunakan, ukuran partikel bahan yang diproses, serta kondisi proses demineralisasi dan deproteinasi yang digunakan untuk mengisolasi kitin dari kulit udang.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk meningkatkan karakteristik kitin dengan mengoptimalkan proses demineralisasi dan deproteinasi untuk meningkatkan mutu kitosan yang dihasilkan yang ditinjau dari karakter rendemen yang dihasilkan, kelarutan, derajat deasetilasi, viskositas, dan berat molekulnya dengan cara melakukan proses perebusan pendahuluan sebelum dilakukan proses demineralisasi dan deproteinasi dan juga melakukan pengacakan urutan proses pembuatan kitin yaitu proses demineralisasi kemudian diikuti proses deproteinasi dan juga

proses deproteinasi yang diikuti dengan proses demineralisasi.

Dalam penelitian ini digunakan bahan baku kulit udang (kepala, ekor, dan kulit) yang sebelumnya dicuci sampai bersih, kemudian dikeringkan dengan menggunakan oven yang dilengkapi dengan aliran udara. Selanjutnya dilakukan pengayakan untuk mendapatkan bahan berupa serbuk dengan ukuran yang lolos ayakan 60 mesh dan tertahan ayakan dengan ukuran 80 mesh. Bahan baku kering tersebut kemudian dianalisa kadar air dan kadar abu.

Untuk mendapatkan kitin dilakukan beberapa tahapan proses, yaitu proses perlakuan awal bahan baku, proses deproteinasi, dan proses demineralisasi. Proses perlakuan awal dilakukan dengan merebus serbuk limbah udang di dalam air dengan perbandingan tertentu pada suhu dan waktu tertentu. Kemudian dilanjutkan dengan proses deproteinasi yang dilakukan dengan cara mencampur serbuk limbah udang dengan berat tertentu (gram) dengan larutan NaOH (4%, 5%, dan 6%) dengan volume tertentu selama 2 jam pada suhu 100°C. Hasil proses deproteinasi kemudian dinetralkan dengan cara mencuci menggunakan air dan dikeringkan dalam oven.

Langkah selanjutnya adalah proses demineralisasi dengan larutan HCl. Padatan dari hasil proses sebelumnya diekstraksi pada suhu 80°C selama 1 jam dengan larutan HCl (0,9N; 1N; dan 1,1N) dengan volume tertentu. Padatan hasil proses demineralisasi yang telah dikeringkan disebut kitin. Kitin tersebut kemudian diolah lebih lanjut dengan proses deasetilasi dengan larutan NaOH untuk menjadi kitosan. Kitin dengan jumlah tertentu dimasukkan ke dalam labu leher tiga dengan penambahan NaOH (40%; 45%; 50%) dengan volume tertentu. Proses ekstraksi dilakukan pada suhu 110°C selama 2 jam. Padatan hasil proses deasetilasi yang disebut kitosan kemudian dicuci menggunakan air sampai pH netral dan dikeringkan dalam oven dengan aliran udara panas.

Percobaan juga dilakukan dengan urutan proses yang berbeda, yaitu proses perebusan, proses demineralisasi, proses deproteinasi, dan proses deasetilasi. Untuk mengetahui mutu kitosan selanjutnya dianalisis rendemen yang dihasilkan, kelarutan, derajat deasetilasi, viskositas, dan berat molekulnya. Rendemen hasil didefinisikan sebagai banyaknya kitosan kering (massa, g) yang diperoleh dari kulit udang kering yang diproses. Rendemen

dihitung berdasarkan persamaan sebagai berikut:

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{\text{massa kitosan kering (gram)}}{\text{massa kulit udang kering (gram)}} \times 100\% \quad (1)$$

Sedangkan derajat deasetilasi ditentukan menggunakan metode titrasi asam basa (Domard and Rinaudo, 1983). Sebanyak 0,3 gram kitosan dilarutkan ke dalam 30mL larutan HCl 0,1M. Sebanyak 2 tetes indikator metil oranye ditambahkan ke dalam larutan tersebut. Sampel kemudian dititrasi menggunakan larutan NaOH 0,1M sampai terjadi perubahan warna. Perhitungan derajat deasetilasi dapat dilakukan dengan menggunakan Persamaan 2, sebagai berikut:

$$\text{DDA (\%)} = \frac{(C_1 V_1 - C_2 V_2)}{M \times 0,0994} \times 0,016 \quad (2)$$

dengan:

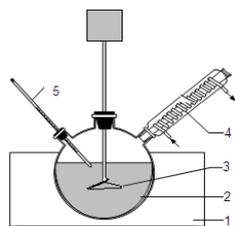
- $C_1$  : konsentrasi larutan standar HCl
- $C_2$  : konsentrasi larutan standar NaOH
- $V_1$  : volume larutan HCl yang digunakan
- $V_2$  : volume larutan NaOH untuk titrasi
- $M$  : massa kitosan

Kelarutan kitosan merupakan banyaknya kitosan yang terlarut dalam larutan asam asetat 1%. Kitosan dengan berat tertentu dilarutkan dalam asam asetat 1% dengan volume tertentu, kemudian campuran disaring untuk mengetahui jumlah kitosan yang tidak larut. Kelarutan kitosan dihitung berdasarkan Persamaan 3.

$$\text{Kelarutan (\%)} = \frac{\text{massa kitosan tidak larut (gram)}}{\text{massa kitosan awal (gram)}} \times 100\% \quad (3)$$

Kitosan hasil yang diperoleh dari beberapa proses kemudian dievaluasi untuk mendapatkan kondisi yang paling baik untuk mendapatkan kitosan dengan karakter yang optimal.

Rangkaian peralatan yang digunakan untuk demineralisasi, deproteinasi, dan deasetilasi berupa labu leher tiga, pengaduk, penangas, termometer, dan pendingin balik (Gambar 3).



Keterangan:

1. Penangas
2. Labu leher tiga
3. Pengaduk
4. Pendingin balik
5. Termometer

Gambar 3. Rangkaian alat proses pengolahan limbah udang menjadi kitosan.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam penelitian ini dilakukan proses isolasi kitosan dari limbah udang dengan dua

rangkain proses dengan urutan yang berbeda, yaitu proses demineralisasi, deproteinasi, dan deasetilasi serta proses dengan urutan proses deproteinasi, demineralisasi, dan deasetilasi. Proses deproteinasi dan deasetilasi menggunakan jenis larutan yang sama yaitu larutan NaOH dengan konsentrasi yang berbeda. Proses deproteinasi memerlukan larutan NaOH dengan konsentrasi rendah sedangkan proses deasetilasi dilakukan dengan larutan NaOH konsentrasi tinggi. Walaupun kedua proses ini menggunakan larutan basa, kedua proses ini harus dijalankan terpisah karena jika dilakukan sekaligus dapat menyebabkan proses deasetilasi tidak dapat maksimal karena pada saat yang bersamaan protein dari bahan baku belum dihilangkan.

Proses demineralisasi dengan bahan baku kulit udang kering sebanyak 30 gram dilakukan selama 1 jam pada suhu 80°C dengan penambahan HCl (0,9N; 1N; 1,1N) dengan volume tetap yaitu 300mL, proses deproteinasi dilakukan pada suhu 100°C dengan pengadukan konstan selama 2 jam dengan penambahan larutan NaOH (4%; 5%; 6%) dengan volume tertentu sehingga perbandingan bahan kering hasil demineralisasi dengan larutan sebesar 1:10 (g/mL), sedangkan proses deasetilasi dilakukan pada suhu 100°C selama 2 jam dengan penambahan larutan NaOH dengan konsentrasi (40%; 45%; 50%) dengan volume tertentu sehingga perbandingan antara bahan kering hasil deproteinasi (kitin) dengan larutan sebesar 1:10 (g/mL). Adapun hasil yang telah diperoleh dengan urutan proses demineralisasi, deproteinasi, dan deasetilasi adalah sebagai berikut:

Tabel 1. Data hasil penelitian isolasi kitosan dengan urutan proses demineralisasi (dengan konsentrasi HCl 0,9 N; volume 300mL), deproteinasi, dan deasetilasi.

Konsentrasi NaOH proses deproteinasi (%)	Konsentrasi NaOH proses deasetilasi (N)	Rendemen (%)	Derajat Deasetilasi (%)	Kelarutan (%)
4	40	14,50	75,56	72,63
4	45	15,43	77,76	73,08
4	50	13,77	78,33	73,71
5	40	16,10	77,67	74,43
5	45	16,11	78,89	74,61
5	50	13,94	79,8	75,33
6	40	15,43	77,9	75,87
6	45	16,37	78	77,13
6	50	14,98	78,3	77,49

Tabel 2. Data hasil penelitian isolasi kitosan dengan urutan proses demineralisasi (konsentrasi HCl 1 N), deproteinasi, dan deasetilasi.

Konsentra-si NaOH proses deproteinasi, %	Konsentra-si NaOH proses deasetilasi, N	Rendemen, %	Derajat Deasetilasi, %	Kelaru-tan, %
4	40	17,88	78,1	77,13
4	45	19,04	78,3	78,48
4	50	18,28	78,34	81
5	40	20,70	79	77,22
5	45	18,28	79,1	77,31
5	50	18,11	79,6	77,49
6	40	19,89	80,3	77,49
6	45	18,45	81,9	77,49
6	50	18,87	82,5	77,49

Tabel 3. Data hasil penelitian isolasi kitosan dengan urutan proses demineralisasi (dengan konsentrasi HCl 1,1 N), deproteinasi, dan deasetilasi.

Konsentrasi NaOH deproteinasi, %	Konsentrasi NaOH proses deasetilasi, N	Rendemen, %	Derajat Deasetilasi, %	Kelaru-tan, %
4	40	18,11	82	79,2
4	45	18,45	82,6	79,38
4	50	17,94	83,29	80,1
5	40	17,72	83,39	82,53
5	45	16,77	83,71	82,89
5	50	17,98	84,17	83,52
6	40	18,19	84,46	83,34
6	45	19,51	85,21	83,7
6	50	19,81	85,33	84,33

Dari data di Tabel 1, 2, dan 3 terlihat bahwa semakin tinggi konsentrasi HCl yang digunakan semakin tinggi derajat deasetilasi dan kelarutan kitosan. Pada proses ini terlihat kondisi proses yang baik dijalankan dengan konsentrasi HCl 1,1N. Untuk proses dengan konsentrasi HCl di atas 1,1N, dimungkinkan penghilangan mineral dapat semakin baik, tetapi hal ini berpengaruh terhadap proses penetralan yang semakin lama serta limbah cair yang dihasilkan semakin banyak. Sedapat mungkin hal ini dihindari.

Sedangkan untuk hasil yang telah diperoleh untuk percobaan dengan urutan proses deproteinasi, demineralisasi, dan deasetilasi tercantum pada Tabel 4, 5, 6, dan 7 di bawah ini. Proses deproteinasi 3 gram kulit udang kering dilakukan pada suhu 100°C dengan pengadukan konstan selama 2 jam dengan penambahan larutan NaOH (4%; 5%; 6%) dengan volume 300mL, proses demineralisasi dilakukan selama 1 jam pada suhu 80°C dengan penambahan HCl (0,9N; 1N; 1,1N) dengan perbandingan bahan kering hasil proses deproteinasi dengan larutan HCl

adalah 1:15 (g/mL), sedangkan proses deasetilasi dilakukan pada suhu 100°C selama 2 jam menggunakan larutan NaOH dengan konsentrasi (40%; 45%; 50%) dengan perbandingan bahan kering hasil proses deasetilasi dengan larutan NaOH 1:10 (g/mL).

Tabel 4. Data hasil penelitian isolasi kitosan dengan urutan proses deproteinasi (dengan konsentrasi NaOH 4%), demineralisasi, dan deasetilasi.

Konsentrasi HCl proses demineralisasi, N	Konsentrasi NaOH proses deasetilasi, N	Rendemen, %	Derajat Deasetilasi, (%)	Kelaru-tan, %
0,9	40	14,84	75,77	72,72
0,9	45	15,79	77,7	72,81
0,9	50	14,09	77,86	73,44
1	40	16,48	77,97	73,53
1	45	16,75	78,9	73,98
1	50	16,18	79,9	77,4
1,1	40	18,49	78,1	73,71
1,1	45	16,76	78,3	73,71
1,1	50	15,33	78,5	74,25

Tabel 5. Data hasil penelitian isolasi kitosan dengan urutan proses deproteinasi (dengan konsentrasi NaOH 5 %), demineralisasi, dan deasetilasi.

Konsentrasi HCl proses demineralisasi, N	Konsentrasi NaOH proses deasetilasi, N	Rendemen, %	Derajat Deasetilasi, (%)	Kelaru-tan, %
0,9	40	18,30	78,3	73,71
0,9	45	19,49	78,5	74,52
0,9	50	18,71	78,8	74,52
1	40	21,18	79,4	74,7
1	45	18,53	79,6	75,24
1	50	19,49	79,9	78,03
1,1	40	17,66	80,9	78,93
1,1	45	18,88	82,4	79,11
1,1	50	19,31	83,1	80,46

Tabel 6. Data hasil penelitian isolasi kitosan dengan urutan proses deproteinasi (dengan konsentrasi NaOH 6 %), demineralisasi, dan deasetilasi.

Konsentrasi HCl proses demineralisasi, N	Konsentrasi NaOH proses deasetilasi, N	Rendemen, %	Derajat Deasetilasi, (%)	Kelaru-tan, %
0,9	40	18,53	82,4	80,64
0,9	45	18,88	82,9	80,64
0,9	50	18,36	83,9	81,63
1	40	21,01	83,77	80,82
1	45	19,78	83,89	80,91
1	50	18,31	84,77	82,44
1,1	40	19,31	84,64	81,72
1,1	45	21,10	85,55	82,89
1,1	50	20,27	85,2	81,99

Dari data yang diperoleh seperti yang tercantum pada Tabel 4, 5, dan 6, kitosan hasil dari proses dengan konsentrasi NaOH yang digunakan saat deproteinasi 6% memiliki nilai derajat deasetilasi dan kelarutan yang paling bagus dibanding dengan hasil dari proses yang menggunakan konsentrasi NaOH 4% maupun 5%, nilai derajat deasetilasi dan kelarutan di atas 80%.

Dari hasil percobaan dengan variabel perebusan kulit udang kering sebanyak 30gram dengan menggunakan air sebanyak 1 liter selama 30 menit sebelum proses demineralisasi diperoleh hasil seperti terlihat pada Tabel 7, Tabel 8, dan Tabel 9. Pada percobaan ini, untuk proses demineralisasi dengan bahan baku kulit udang kering yang sudah direbus dilakukan selama 1 jam pada suhu 80°C dengan penambahan HCl (0,9N; 1N; 1,1N) dengan volume tertentu sehingga perbandingan antara bahan kering yang telah direbus dengan larutan sebesar 1:10 (g/mL). Sedangkan proses deproteinasi dilakukan pada suhu 100°C dengan pengadukan konstan selama 2 jam dengan penambahan larutan NaOH (4%; 5%; 6%) dengan volume tertentu sehingga perbandingan bahan kering hasil demineralisasi dengan larutan sebesar 1:10 (g/mL), sedangkan proses deasetilasi dilakukan pada suhu 100°C selama 2 jam dengan penambahan larutan NaOH dengan konsentrasi (40%; 45%; 50%) dengan volume tertentu sehingga perbandingan antara bahan kering hasil deproteinasi dengan larutan sebesar 1:10 (g/mL).

Tabel 7. Data hasil penelitian isolasi kitosan dengan urutan proses perebusan kulit udang (30g), demineralisasi (dengan konsentrasi HCl 0,9N), deproteinasi, dan deasetilasi.

Konsentrasi NaOH deproteinasi, %	Konsentrasi NaOH proses deasetilasi, N	Rendemen, %	Derajat Deasetilasi, %	Kelarutan, %
4	40	11,46	76,0	86,1
4	45	11,65	78,3	85,9
4	50	11,7	78,9	86,9
5	40	12,44	78,6	87,5
5	45	12,55	80,7	88,7
5	50	13	82,5	90,6
6	40	12,55	81,8	85,8
6	45	12,76	82,7	85,9
6	50	13,12	84,3	87,6

Tabel 8. Data hasil penelitian isolasi kitosan dengan urutan proses perebusan kulit udang (30g), demineralisasi (dengan konsentrasi HCl 1N), deproteinasi, dan deasetilasi.

Konsentrasi NaOH deproteinasi, %	Konsentrasi NaOH proses deasetilasi, N	Rendemen, %	Derajat deasetilasi, %	Kelarutan, %
4	40	14,54	85,5	88,9
4	45	14,6	86,0	90,2
4	50	14,7	84,0	91,2
5	40	14,55	84,7	89,7
5	45	14,8	83,2	88,9
5	50	15,7	83,7	92,8
6	40	14,7	82,0	93,4
6	45	15,2	84,0	94,4
6	50	15,5	84,6	94,7

Pada proses dengan menggunakan HCl berkonsentrasi 1N; dan 1,1N dapat menghasilkan kitosan dengan derajat deasetilasi di atas 80% untuk semua konsentrasi NaOH yang digunakan untuk proses deproteinasi. Kelarutan kitosan dalam asam asetat encer juga menunjukkan hasil yang memuaskan, dengan nilai kelarutan di atas 88,9%. Sedangkan untuk proses dengan HCl berkonsentrasi 0,9N dengan konsentrasi NaOH proses deproteinasi sebesar 5% dan dengan konsentrasi NaOH proses deasetilasi 4,5N diperoleh kitosan dengan derajat deasetilasi 80,7% dan kelarutan 88,7%.

Tabel 9. Data hasil penelitian isolasi kitosan dengan urutan proses perebusan kulit udang, demineralisasi (dengan konsentrasi HCl 1,1N), deproteinasi, dan deasetilasi.

Konsentrasi NaOH proses deproteinasi, %	Konsentrasi NaOH proses deasetilasi, N	Rendemen, %	Derajat Deasetilasi, %	Kelarutan, %
4	40	14,8	84,1	93,9
4	45	15	85,4	93,4
4	50	15,5	85,3	93,7
5	40	15,45	85,4	94,2
5	45	16,23	85,8	94,6
5	50	16,55	85,4	94,8
6	40	15,7	86,6	94,8
6	45	16,45	86,3	95,1
6	50	16,9	87,5	95,8

Sedangkan data hasil penelitian isolasi kitosan dari kulit udang dengan urutan proses perebusan kulit udang, deproteinasi (dengan konsentrasi NaOH 4 %), demineralisasi, dan deasetilasi dan variasi konsentrasi HCl pada proses demineralisasi, konsentrasi NaOH pada proses deasetilasi terlihat pada Tabel 10, Tabel 11, dan Tabel 12.

Tabel 10. Data hasil penelitian isolasi kitosan dengan urutan proses perebusan kulit udang (30g), deproteinasi (dengan konsentrasi NaOH 4%), demineralisasi, dan deasetilasi.

Konsentrasi HCl proses demineralisasi, N	Konsentrasi NaOH proses deasetilasi, N	Rendemen, %	Derajat Deasetilasi, %	Kelaruatan, %
0,9	40	11,56	76,18	85,16
0,9	45	11,95	78,22	86,32
0,9	50	11,78	78,43	87,44
1	40	12,88	78,91	86,11
1	45	12,67	80,71	87,71
1	50	13,2	85,62	92,16
1,1	40	12,75	82,13	86,32
1,1	45	12,86	82,34	87,39
1,1	50	13,33	80,18	88,41

Dari data yang diperoleh terlihat bahwa untuk proses dengan urutan proses yang berbeda yaitu dengan mendahulukan proses deproteinasi daripada demineralisasi menghasilkan kitosan dengan derajat deasetilasi yang tidak jauh berbeda dari proses yang mendahulukan proses demineralisasi dari deproteinasi. Kitosan dengan derajat deasetilasi di atas 80%, untuk proses dengan urutan proses perebusan kulit udang, deproteinasi (dengan konsentrasi NaOH 4 %), demineralisasi, dan deasetilasi diperoleh pada kondisi konsentrasi HCl proses demineralisasi 1N dan konsentrasi NaOH yang digunakan pada proses deasetilasi sebesar 45%.

Tabel 11. Data hasil penelitian isolasi kitosan dengan urutan proses perebusan kulit udang, deproteinasi (dengan konsentrasi NaOH 5 %), demineralisasi, dan deasetilasi.

Konsentrasi HCl proses demineralisasi, N	Konsentrasi NaOH proses deasetilasi, N	Rendemen, %	Derajat Deasetilasi, %	Kelaruatan, %
0,9	40	14,66	85,74	86,32
0,9	45	14,68	86,25	88,35
0,9	50	14,76	84,49	88,73
1	40	14,46	85,09	88,94
1	45	14,99	83,71	89,59
1	50	15,99	84,02	91,17
1,1	40	14,65	82,63	89,57
1,1	45	15,65	84,47	90,11
1,1	50	15,76	89,05	95,80

Tabel 12. Data hasil penelitian isolasi kitosan dengan urutan proses perebusan kulit udang, deproteinasi (dengan konsentrasi NaOH 6 %), demineralisasi, dan deasetilasi.

Konsentrasi HCl proses demineralisasi, N	Konsentrasi NaOH proses deasetilasi, N	Rendemen, %	Derajat Deasetilasi, (%)	Kelaruatan, %
0,9	40	15,1	86,65	94,22
0,9	45	15,7	87,18	91,85
0,9	50	15,9	85,69	92,64
1	40	15,6	85,79	91,96
1	45	16,26	86,00	92,16
1	50	16,75	86,06	96,33
1,1	40	15,78	86,80	93,19
1,1	45	16,66	86,63	94,53
1,1	50	17,01	87,34	95,80

## KESIMPULAN

Dari data penelitian yang sudah diperoleh, maka dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

1. Urutan proses, baik proses demineralisasi lebih dahulu atau proses deproteinasi lebih dahulu pada pembuatan kitosan dari limbah udang tidak begitu menunjukkan perbedaan signifikan dilihat dari kitosan yang dihasilkan.
2. Proses perebusan serbuk limbah udang mampu meningkatkan kelarutan kitosan dalam larutan asam asetat 1% secara signifikan.
3. Penggunaan konsentrasi NaOH yang berbeda (40% - 50%) pada pembuatan kitosan dari limbah udang tidak menunjukkan perbedaan signifikan dilihat dari jumlah (rendemen) kitosan yang dihasilkan.
4. Proses deasetilasi dengan konsentrasi NaOH minimal 40% dengan urutan proses demineralisasi, deproteinasi, dan deasetilasi memberikan hasil kitosan dengan kelarutan dalam asam asetat 1% sebesar 72,63%.

Untuk penyempurnaan hasil penelitian selanjutnya, perlu ditinjau upaya untuk pengurangan limbah kimia yang digunakan untuk proses pembuatan kitosan dari limbah kulit udang dengan memanfaatkan dan mengoptimalkan proses perebusan menggunakan air di awal atau di tengah-tengah proses pembuatan kitosan.

## DAFTAR PUSTAKA

Fernandez-Kim, S.-O., 2004, *Physicochemical and Functional Properties of Crawfish*

- Chitosan as Affected by Different Processing Protocols*, A Thesis in Department of Food Science, Seoul National University, Seoul.
- Hargono dan Djaeni, M., 2003, Pemanfaatan Khitosan dari Kulit Udang sebagai Pelarut Lemak, *Prosiding Teknik Kimia Indonesia*, Yogyakarta, hal.MB 11.1 - MB 11.5
- Nadarajah, K., 2005, *Development and Characterization of Antimicrobial Edible Film from Crawfish Chitosan*, Dissertation in Department of Food Science, University of Paradeniya, Paradeniya.
- No, H.K., Cho, Y.I., Kim, H.R., Meyers, S.P., 2000, *Effective Deacetylation of Chitin under Conditions of 15 psi/121°C*, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48(6), pp.2625-2627.
- No, H.K. and Meyers, S.P., 1995, *Preparation and Characterization of Chitin and Chitosan-A Review*, *Journal of Aquatic Food Product Technology*, 4(2), pp. 27-52.
- Prasetyaningrum, A., Rokhati, N., dan Purwintarsi, S., 2007, *Optimasi Derajat Deasetilasi pada Proses Pembuatan Chitosan dan Pengaruhnya sebagai Pengawet Pangan*, *Riptek*, Vol.1, No.1, Hal. 39-46.
- Rachmania, D., 2011, *Karakteristik Nano Kitosan Cangkang Udang Vannamei (Litopenaeus vannamei) dengan Metode Gelas Ionik*, Skripsi, Departemen Teknologi Hasil Perairan, Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Suptijah, P., 2004, *Tingkat Kualitas Kitosan Hasil Modifikasi Proses Produksi*, *Buletin Teknologi Hasil Pertanian IPB*, Volume VIII No.1.
- Widodo, A., Mardiah, dan Prasetyo, A., 2005, *Potensi Kitosan dari Sisa Udang sebagai Koagulan Logam Berat Limbah Cair Industri*, Jurusan Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh November, Surabaya.
- Yoshida, C.M.P., Junior, E.N.O., and Franco, T.T., 2009, *Chitosan Tailor-Made Films: The Effects of Additives on Barrier and Mechanical Properties*, *Packaging Technology and Science*, 22, pp. 161 – 170.