



## PENGARUH WAKTU PEMANASAN PADA PROSES DEASETILASI TERHADAP YIELD CHITOSAN DARI LIMBAH KULIT UDANG SEBAGAI ALTERNATIF BAHAN PENGAWET MAKANAN

### The Effect Of Heating Time In The Deacetylation Process Of Chitosan Yield From Shrimp Shells Waste As An Preservatives Food Ingredients Alternative

**Budhi Indrawijaya\*, Satiani**

Program Studi Teknik Kimia, Universitas Pamulang Tangerang Selatan, 15417

\*Email: budhi.indawijaya@gmail.com

#### ABSTRAK

Solusi yang dapat dicapai agar harga dari alternatif bahan pengawet tersebut tidak mahal, yaitu dengan menggunakan limbah dari bahan organik. Sebagai contoh adalah chitosan dari limbah kulit kepiting atau limbah kulit udang. Chitosan memiliki nilai ekonomis yang tinggi. Sehingga dapat memberikan keuntungan kepada produsen ataupun penjual makanan dan juga memberikan rasa aman kepada masyarakat terhadap makanan yang akan mereka konsumsi. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh waktu pemanasan dalam proses deasetilasi terhadap yield chitosan pada pembuatan chitosan dari limbah kulit udang sebagai alternatif bahan pengawet makanan. Limbah kulit udang tersebut dibersihkan terlebih dahulu, kemudian diayak dengan ukuran 120 mesh. Setelah itu ditimbang dan ditambahkan larutan NaOH (proses deproteinasi yang terdiri atas air direaksikan dengan NaOH lalu dipanaskan pada suhu 100°C selama 2 jam kemudian disaring, setelah itu endapannya yang didapat dikeringkan. Endapan kering ditambahkan HCl (proses demineralisasi) kemudian dipanaskan dengan suhu 80°C selama 8 jam, kemudian disaring dan setelah itu endapannya yang diperoleh (chitin) dikeringkan. Chitin direaksikan dengan NaOH (deasetilasi) lalu dipanaskan pada temperatur 80°C dengan variasi waktu pemanasan 2 jam, 3 jam, 4 jam, 5 jam dan 6 jam, kemudian disaring setelah itu endapannya yang didapat (chitosan) dikeringkan. Berdasarkan hasil penelitian diperoleh waktu pemanasan optimum 4 jam pada suhu 80°C dengan yield chitosan 23,08%.

**Kata kunci:** chitosan, deasetilasi, deproteinasi, pengawet makanan, yield

#### ABSTRACT

*The solution can be reached from the alternative preservatives are not expensive using waste from organic materials. An example is chitosan from crab shell waste or waste shrimp shells. Chitosan has a high economic value. So that it can provide benefits to producers or sellers of food and also provides security to the people of the food they will consume. This research aimed to study the effect of heating time in the process of deacetylation, the yield of chitosan from shrimp shell waste as an alternative preservative. Shrimp shell waste is cleaned first, and then sieved with a 120 mesh size filter. After it was weighed, added a solution of NaOH (deproteination process) comprising water reacted with NaOH and then heated at 100 ° C for 2 hours and then filtered, after which the precipitate obtained is drained. Dried precipitate was added HCl (demineralization) then heated to a temperature of 80 ° C for 8 hours, then filtered and after the precipitate obtained (chitin) is dried. Chitin is reacted with NaOH (deacetylation) and then heated at 80 ° C with a variety of heating time 2 hours, 3 hours, 4 hours, 5 hours and 6 hours, and then filtered. The research showed the optimum heating time is 4 hours at 80 ° C at a yield of 23.08% chitosan.*

**Keywords:** chitosan, deacetylation, deproteination, preservatives, yield

#### PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara yang memiliki kekayaan bahari yang melimpah.

Lautan dan pantai merupakan sumber daya alam yang sesungguhnya memiliki peran yang sangat besar, dalam kehidupan masyarakat. Secara umum hasil yang dapat

*Indrawijaya dkk.*

diperoleh dari sumber daya alam ini adalah  
bermacam-macam ikan, udang, kepiting,

rumput laut, kerang-kerangan yang sebagian besar digunakan untuk dikonsumsi masyarakat. Hasil lain dari sumber daya alam ini yang juga dapat dimanfaatkan adalah terumbu karang, bintang laut, ikan hias, dan hewan laut lainnya yang memiliki nilai jual tinggi, sehingga dapat dijadikan sumber penghasilan bagi sebagian masyarakat yang bermata pencaharian sebagai nelayan.

Di Indonesia sudah mulai berkembang industri yang bergerak di bidang pengolahan hasil laut. Hasil laut yang sudah sering diolah dalam industri pengolahan makanan salah satunya adalah udang. Dengan berkembangnya industri ini, maka limbah dari industri pengolahan udang juga semakin bertambah. Hal ini menyesuaikan dengan meningkatnya permintaan pasar akan daging udang. Kandungan gizi dari hewan laut jenis ini cukup tinggi, sebagai contoh pada daging udang windu mengandung 90% protein [1]. Sehingga dapat dijadikan alternatif sumber protein selain daging sapi, ayam ataupun hewan lainnya yang bisa dikonsumsi masyarakat sebagai sumber protein.

Saat ini sedang beredar rumor di masyarakat bawah, banyak dari bahan makanan seperti tahu, ikan, mi basah yang diawetkan dengan menggunakan formalin. Para produsen ataupun penjual makanan itu menggunakan formalin sebagai bahan pengawet agar produk yang mereka buat atau mereka jual dapat bertahan lebih lama. Sebenarnya formalin sangat berbahaya jika dikonsumsi oleh manusia, tetapi karena keterbatasan informasi yang dimiliki oleh para produsen ataupun penjual, mereka tetap menggunakan formalin sebagai bahan pengawet.

Formalin adalah nama umum untuk larutan 33% formaldehid, yaitu suatu senyawa organik yang umumnya digunakan untuk mengawetkan tubuh organisme yang sudah mati. Jika digunakan untuk pengawetan makanan dan dikonsumsi manusia akan berakibat buruk bagi kesehatan. Formalin adalah bahan yang beracun. Menurut *US Environmental Protection Agency's, Integrated Risk Information System (IRIS)*, formalin

termasuk klasifikasi B1, yaitu *probable human carcinogen*, artinya kemungkinan dapat menyebabkan kanker pada manusia. Akibat lain jika tertelan formalin dapat menyebabkan iritasi membran mukosa mulut, kerongkongan dan saluran pencernaan. Apabila tertelan dalam jumlah besar maka dapat menimbulkan mual, muntah dan diare hebat. Hal ini sulit dihindari jika masih mengonsumsi bahan makanan yang mengandung formalin, karena kandungan formalin dalam bahan makanan tidak bisa dihilangkan walaupun sudah dipanaskan hingga 80<sup>0</sup>C (Sampurno, 2006). Karena itulah penggunaan formalin dalam pengawetan bahan makanan sangatlah berbahaya.

Pengawetan suatu bahan makanan adalah hal yang sangat penting bagi kelangsungan usaha produksi ataupun penjualan makanan. Karena jika tidak diawetkan maka produk mereka akan cepat busuk dan tentunya akan menyebabkan kerugian. Hal inilah yang menjadi perhatian untuk mencari alternatif pengawetan yang ekonomis, produk dapat tahan lebih lama tetapi tidak mengganggu kesehatan tubuh manusia yang mengkonsumsinya.

Alternatif pengawetan yang aman untuk konsumsi manusia dapat dilakukan dari bahan yang berifat alami. Selama ini pengawetan yang aman bagi kesehatan memang berasal dari alam, seperti garam yang berasal dari air laut ataupun dengan menggunakan es batu yang berasal dari air biasa melalui proses pendinginan. Tetapi bahan pengawet ini tidak ekonomis sehingga dapat menambah beban pengeluaran bagi produsen ataupun penjual makanan.

Solusi yang dapat dicapai agar harga dari alternatif bahan pengawet tersebut tidak mahal, yaitu dengan menggunakan limbah dari bahan organik. Sebagai contoh pembuatan chitin, chitosan dari limbah kulit kepiting atau limbah kulit udang [12]. Chitosan memiliki nilai ekonomis yang tinggi. Sehingga dapat memberikan keuntungan kepada produsen ataupun penjual makanan dan juga memberikan rasa aman kepada masyarakat terhadap makanan yang

akan mereka konsumsi. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan pengaruh waktu pemanasan optimum pada proses deasetilasi terhadap *yield* chitosan.

## BAHAN DAN METODE

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Limbah Udang, Natrium Hidroksida (NaOH), Asam Klorida (HCl), Aquadest. Sementara alat-alat yang digunakan adalah oven, timbangan, stirrer dengan pemanas, thermometer, erlenmeyer, gelas ukur, pH meter, penyaring vacuum, pipet, cawan, masker, tabung reaksi dan stop watch.

### Perlakuan dan Rancangan Penelitian

Untuk memperoleh hasil seperti yang diharapkan, penelitian akan dilaksanakan dengan tahapan kerja sebagai berikut :

#### 1. Pembentukan Chitin

Untuk mencapai pembentukan chitin yang maksimum, maka bahan baku berupa limbah harus melalui dua proses yaitu deproteinasi yang dilakukan dalam keadaan basa dan demineralisasi yang dilakukan pada keadaan asam. Tetapi sebelum melalui proses itu limbah terlebih dahulu dicuci dan dikeringkan. Proses pengeringan harus sebaik mungkin karena kandungan chitin dalam limbah kulit udang khususnya, cukup tinggi yaitu 10% - 60% dari berat keringnya.

#### 2. Pembentukan Chitosan

Proses yang dilakukan untuk pembentukan chitosan adalah deasetilasi. Proses ini dilakukan pada keadaan basa tinggi. Pada proses ini chitin yang masih mengandung gugus asetil diproses dengan dicampurkan larutan basa tinggi dan dipanaskan sehingga gugus asetilnya hilang.

### Prosedur Penelitian

Persiapan bahan baku limbah kulit udang dengan dibersihkan, kemudian dijemur secara langsung dengan menggunakan panas matahari. Selanjutnya bahan baku tersebut dihaluskan hingga ukurannya mencapai 120 mesh.

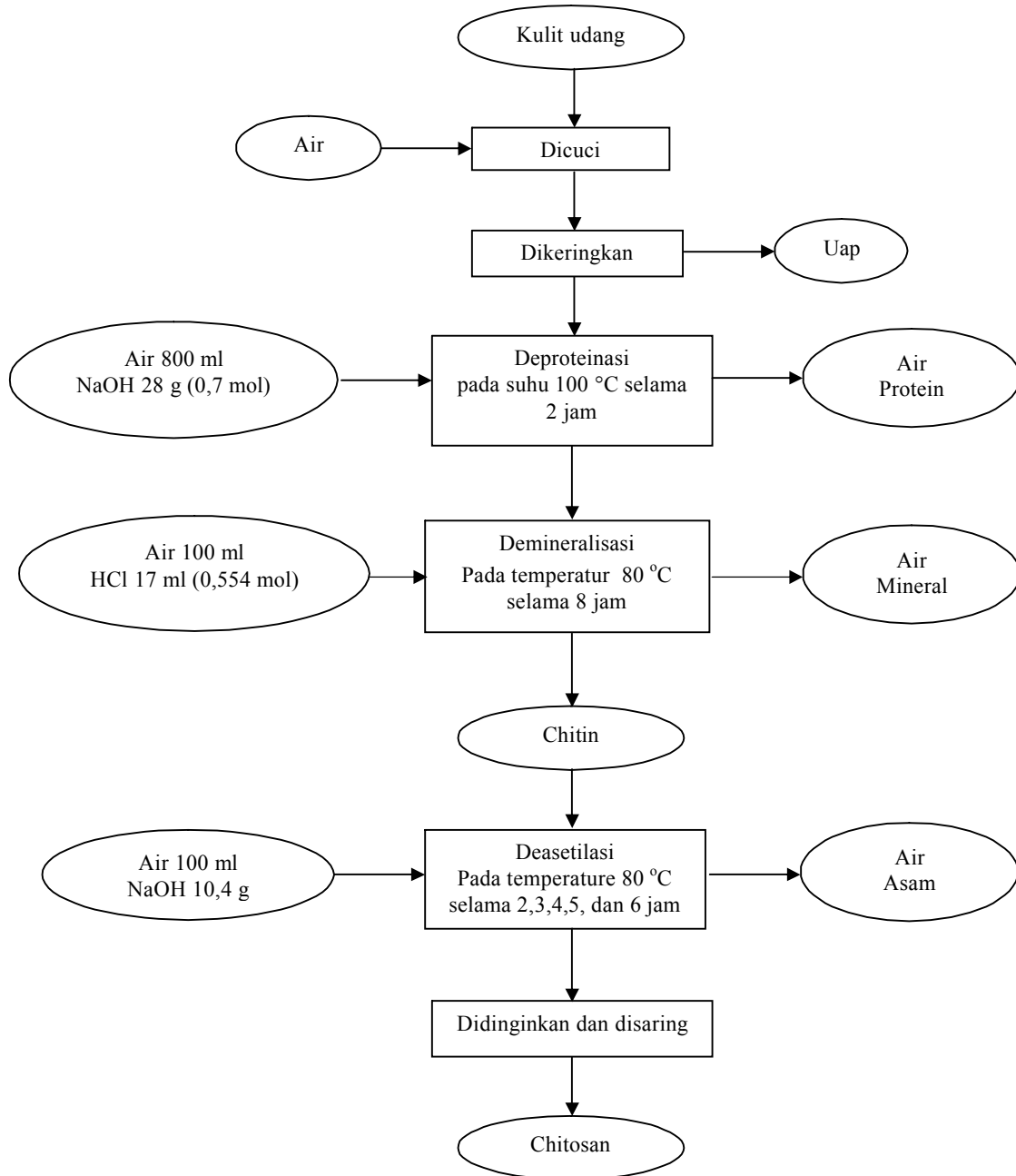
### Deproteinasi

Tahapan berikut yaitu proses Deproteinasi dengan cara menimbang limbah udang seberat 40,6 gram (berat sampel awal). Kemudian membuat larutan NaOH dengan 28 gram (0,7 mol) dalam 800 ml aquades. Selanjutnya masukkan ke dalam Erlenmeyer 800 ml, limbah udang dan larutan NaOH, aduk hingga rata. Kemudian larutan dipanaskan pada temperatur 100 °C selama 2 jam. Setelah 2 jam pemanasan, larutan disaring dengan menggunakan saringan vakum. Endapan yang tersisa dicuci hingga pH padatan tersebut netral. Berikutnya menimbang berat basah endapan untuk menghitung berat sampel awal dan kemudian endapan dikeringkan dengan menggunakan oven pada temperatur 100 °C selama 4 jam. Terakhir menimbang berat kering endapan, sehingga didapat berat protein yang hilang dengan cara menghitung sesuai persamaan berikut :

$$\begin{aligned} & \text{BBBBB BBBB} \text{ BBBB hBBBB} \\ & = \frac{\text{BBBBB BBB BBBB BB} - \text{BBBB BBBB BBBB}}{\text{BBBBBBBBBBBB}} \end{aligned}$$

### Demineralisasi

Tahapan berikutnya yaitu proses Demineralisasi dengan cara membuat larutan HCl dengan 17 ml (0,554 mol) dalam 100 ml aquades. Kemudian dimasukkan kedalam Erlenmeyer 250 ml endapan hasil deproteinasi dan larutan HCl, aduk hingga rata. Memanaskan larutan dengan temperatur 80 °C selama 8 jam. Setelah 8 jam pemanasan, larutan disaring dengan menggunakan saringan vakum. Endapan yang tersisa dicuci hingga pH padatan tersebut netral. Selanjutnya menimbang berat basah endapan untuk menghitung berat sampel awal. Kemudian endapan dikeringkan dengan menggunakan oven pada temperatur 100°C selama 4 jam dan kemudian menimbang berat kering endapan, sehingga didapat berat mineral yang hilang dengan cara :



**Gambar 1.** Diagram Alir Penelitian

BBBBB BBBBBBBBB hBBBB:

$$= \frac{BBBBBBB BBBBB BB- BBBBBBBBBB BBBBBBB}{B BBBBBBBBBBBBBB- B BBBBBB BBBBBBBBB}$$

**Deasetilasi**

Proses selanjutnya yaitu deasetilasi dengan membuat larutan NaOH 10,4 gram (0,26 mol) dalam 100 ml aquades. Kemudian

masukkan ke dalam Erlenmeyer 250 ml endapan hasil demineralisasi dan larutan NaOH, aduk hingga rata. Selanjutnya larutan dipanaskan pada temperatur 80 °C dengan variasi waktu pemanasan 2 jam, 3 jam, 4 jam, 5 jam, 6 jam. Setelah dilakukan pemanasan, larutan disaring dengan menggunakan saringan vakum. Endapan yang tersisa dicuci

hingga pH padatan tersebut netral. Menimbang berat basah endapan untuk menghitung berat sampel awal. Kemudian endapan dikeringkan dengan menggunakan oven pada temperatur 100 °C selama 4 jam. Terakhir menimbang berat kering endapan (chitosan).

**Parameter Penelitian**

Parameter uji dilakukan untuk uji fisik dan kimiawi. Untuk uji fisik yaitu uji warna. Sedangkan uji kimiawi, yaitu kadar abu, kadar mineral dan kadar protein. Untuk mengetahui bahwa chitosan dapat mengawetkan bahan makanan, maka dilakukan pengujian terhadap bahan makanan yaitu ikan. Ikan yang digunakan dalam penelitian ini adalah ikan mujaer dengan berat ikan 50 gram. Ikan tersebut direndam dalam larutan chitosan yang terdiri dari 4 gram chitosan yang dilarutkan dalam 500 ml larutan asam asetat selama 15-20 menit.

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

Penelitian ini dilakukan pada tahap proses demineralisasi dalam pembuatan chitosan dari limbah kulit udang. Adapun variabel yang diteliti yaitu, waktu pemanasan pada proses deasetilasi pada pembuatan chitosan. Penelitian dilakukan dengan menggunakan ketetapan sebagai berikut :

- Berat limbah kulit udang: 40,6 gram
- Ukuran partikel limbah kulit udang : 120 mesh
- Larutan NaOH untuk deproteinasi : 28 gram NaOH dalam 800 ml aquades
- Temperatur pemanasan untuk proses deproteinasi : 100 °C
- Waktu pemanasan untuk proses deproteinasi : 2 jam
- Larutan HCl untuk demineralisasi : 17 ml HCl dalam 100 ml aquades
- Temperatur pemanasan untuk proses demineralisasi : 80 °C
- Larutan NaOH untuk proses deasetilasi : 10,4 gram NaOH
- Temperatur pemanasan untuk proses deasetilasi : 80 °C
- Temperatur untuk pengeringan : 100 °C

- Waktu untuk pengeringan : 4 jam

Waktu pemanasan pada proses deasetilasi dilakukan pada kondisi 2 jam, 3 jam, 4 jam, 5 jam dan 6 jam. Variasi dari waktu pemanasan ini akan mempengaruhi yield chitosan. Hal ini dapat dilihat dalam Tabel 1. yang menampilkan data antara waktu pemanasan dengan berat chitosan.

**Tabel 1.** Pengaruh waktu pemanasan deasetilasi terhadap berat chitosan dari ekstraksi kulit udang

Waktu Pemanasan (jam)	Berat Chitosan (gram)
2	8,38
3	8,86
4	9,37
5	8,82
6	8,25

Dari Tabel 1 dapat dihitung *yield* chitosan dengan menggunakan rumus :

$$Yield = \frac{B}{B} B 100 \%$$

Sehingga akan didapat hasil *yield* chitosan sebagai berikut :

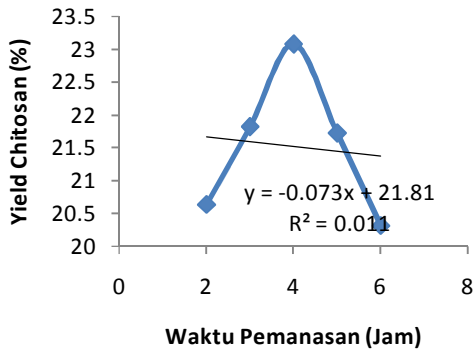
**Data sampel kulit udang**

Berat protein yang terkandung dalam setiap sampel : 16,046 gram

Berat mineral yang terkandung dalam setiap sampel : 12,833 gram

**Tabel 2.** Pengaruh waktu pemanasan deasetilasi terhadap yield chitosan

Waktu Pemanasan Deasetilasi (jam)	Yield Chitosan (%)
2	20,640
3	21,823
4	23,079
5	21,724
6	20,320



**Gambar 1.** Grafik korelasi waktu pemanasan pada proses deasetilasi pada Yield Chitosan

Berat chitin yang terkandung dalam setiap sampel: 11,721 gram

Dalam 11,721 gram chitin terkandung asam asetat dan chitosan dengan rincian sebagai berikut :

Berat asetat : 1,728

Berat chitosan :  $\frac{B, BBB BBBB}{BB, BBB BBBB}$

**Tabel 3.** Hasil Analisa Sample Kulit Udang dan Chitosan

Parameter	Kulit udang	Chitosan
Protein	39,52 %	24,71 %
Mineral	31,61 %	28,15 %

**Variabel Waktu Pemanasan pada Proses Deasetilasi**

Berdasarkan Gambar 1 dan Tabel 2 kolerasi waktu pemanasan (x) pada proses deasetilasi terhadap yield chitosan (y). Pada kondisi waktu pemanasan proses deasetilasi 4 jam yang didapat yield chitosan yang lebih besar yaitu 23,08% hal ini disebabkan pada titik ini telah mencapai kondisi maksimum, sehingga chitosan yang dihasilkan cukup banyak dibandingkan hasil-hasil chitosan yang lain.

Pada saat proses pemanasan 2 jam dan 3 jam didapatkan hasil yang lebih sedikit dibandingkan dengan hasil proses pemanasan 4 jam, hal ini disebabkan pada proses pemanasan 2 jam dan 3 jam, waktu yang

dibutuhkan untuk memisahkan asam asetat oleh larutan NaOH belum mencapai waktu optimum, sehingga chitosan yang terbentuk lebih sedikit.

Sedangkan pada saat proses pemanasan 5 jam dan 6 jam terjadi penurunan nilai produk, padahal pada proses pemanasan 2 jam, 3 jam, dan 4 jam terjadi kenaikan nilai produk, hal ini disebabkan pada proses pemanasan 5 jam dan 6 jam terjadi reaksi bolak-balik dimana chitosan yang sudah terbentuk bereaksi kembali dengan asam asetat menjadi chitin, dikarenakan pada pemanasan 5 jam dan 6 jam telah melewati waktu optimum, sehingga produk yang dihasilkan lebih sedikit.

**Penentuan Nilai Maksimum**

Dalam penentuan nilai maksimum dari kolerasi waktu pemanasan dan yield chitosan dilakukan dengan tiga cara yaitu :

1. Grafik

Menentukan nilai maksimum dengan menggunakan cara grafik yaitu dengan memasukan nilai 4 jam ke dalam persamaan kolerasi antara waktu pemanasan dan yield chitosan berupa fungsi

$$y = - 0,0739 x + 21,813$$

$$y = (- 0,0739 x 4) + 21,813$$

$$y = 21,5174$$

2. Pengamatan data

Menentukan nilai maksimum dengan menggunakan cara pengamatan data yaitu sama halnya dengan cara yang digunakan dalam Tabel 2. Sehingga dari tabel tersebut dapat diketahui nilai maksimumnya adalah 23,08.

3. Skala

Menentukan nilai maksimum dengan menggunakan cara skala yaitu :

$$8,86 - 8,82 = 0,04$$

$$21,823 - 21,274 = 0,099$$

$$0,099 : 0,04 = 2,475$$

$$9,37 - 8,86 = 0,51$$

$$0,51 x 2,475 = 1,26225$$

$$1,26225 + 21,823 = 23,08525$$

Dari perhitungan di atas didapat nilai maksimum dengan menggunakan cara skala yaitu 23,08525. Sehingga dapat ditarik kesimpulan bahwa nilai maksimum yield chitosan berada pada cara skala yaitu 23,08525.

### Koefisien Kolerasi (R)

Kolerasi antara waktu pemanasan pada proses deasetilasi terhadap yield chitosan positif, karena nilai R nya adalah 0,9578 dimana nilai ini lebih besar dari nilai R untuk 5 perlakuan yaitu 0,93%. Persen ralat yang didapat dari perhitungan regresi polynomial orde 2 dari perbandingan Y data dan Y hitung masih bisa diterima karena nilainya masih dibawah 5% yaitu 1,09%.

### KESIMPULAN

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan pengaruh waktu pemanasan optimum pada proses deasetilasi terhadap yield chitosan dan berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat ditarik kesimpulan antara lain sebagai berikut :

1. Ekstraksi mineral dari kulit udang dapat dilakukan dengan waktu pemanasan 2 jam, 3 jam, 4 jam, 5 jam dan 6 jam.
2. Waktu pemanasan optimum yang didapat adalah 4 jam dengan suhu 80<sup>0</sup>C dan yield yang dihasilkan 23,079 %.

### DAFTAR PUSTAKA

1. Amri, Khairul (2003) *Budidaya Udang Windu secara Intensif*. Agro Media Pustaka. Depok.
2. Asti (2006) *Kepiting dan Rajungan*. Mizan Media Utama. Bandung.
3. Eriyawan (2001) *Langsing dan Sehat Lewat Limbah Perikanan*. [http : //www.terranet.or.id](http://www.terranet.or.id). diakses 19 Juni 2016.
4. Ghufuran, M. *et al.* (1998) *Budidaya Kepiting dan Ikan Bandeng*. Dahara Prize. Jakarta.
5. Hawab, H.M. (2002) *Inspirasi (Perlu Berhati-hati Mengonsumsi Chitosan)*. <http://www.kompas.com>. Diakses 25 Juni 2016.
6. Lisnawati (2006) *Chitosan Lebih Awet dan Aman*. Nova. Jakarta.
7. Lisnawati (2006) *Chitosan dari Limbah Udang*. Republika. Jakarta.
8. Prawirohartono, Slamet (2000) *Sains Biologi – 1b*. Bumi Aksara. Jakarta.
9. Sampurno (2006) *Keterangan Pers Kepala BPOM RI. No. Kh. 00.01.1241.029 Tentang Hasil Tindak Lanjut Pengawasan Terhadap Penyalahgunaan Formalin sebagai Pengawet Tahu dan Mi Basah*. Jakarta.
10. Sudjadi, Bagod (2004) *Biologi Sains dalam Kehidupan*. Yudistira. Bogor.
11. Ulmann (2003) *Encyclopedia of Industrial Chemistry*. 6th Ed. Wiley-VCH. Weinheim.
12. Zailanie, Kartini (1997) *Studi Tentang Mutu Chitin, Chitosan yang Dihasilkan dari Limbah Kulit Kepiting (Scylla Serata)*. Surabaya, Universitas Brawijaya.



*Indrawijaya dkk.*