

Pengaruh Suhu Deasetilasi terhadap Karakteristik Biokoagulan Kitosan dari Cangkang Kepiting

Adhi Setiawan^{1*}, Novi Eka Mayangsari¹, Tarikh Azis Ramadani¹, Citra Eripramita Yunus¹
¹Program Studi Teknik Pengolahan Limbah, Politeknik Perkapalan Negeri Surabaya, Surabaya, Indonesia
adhstw23@gmail.com

Abstrak—Limbah cangkang hewan *Crustacea* seperti kepiting dapat digunakan kembali sebagai bahan baku untuk pembuatan biokoagulan. Cangkang kepiting mengandung kitosan yang mempunyai sifat tidak beracun, mudah diuraikan oleh lingkungan dan dapat mengolah partikel koloidal. Kitosan memiliki gugus amina (NH_2) yang kuat sehingga dapat digunakan sebagai polielektrolit yang bersifat multifungsi dan berperan dalam pembentukan flok. Derajat deasetilasi merupakan parameter yang digunakan untuk mengetahui karakteristik kitosan. Derajat deasetilasi merupakan jumlah persen kehilangan gugus asetil yang diubah menjadi amina (NH_2). Penelitian ini menggunakan variasi suhu deasetilasi dengan waktu kontak selama 6 jam. Dihasilkan suhu deasetilasi pada suhu 125°C menghasilkan persen derajat deasetilasi yang paling tinggi.

Kata kunci—Kitosan, Derajat Deasetilasi, Cangkang Kepiting, Biokoagulan.

I. PENDAHULUAN

Proses koagulasi-flokulasi dapat dijadikan salah satu alternatif dalam perbaikan kualitas limbah cair. Koagulasi-flokulasi merupakan suatu upaya pengolahan untuk menghilangkan kekeruhan dalam bentuk materi tersuspensi dan koloid [2]. Ferri klorida (FeCl_3) merupakan salah satu jenis koagulan kimia yang paling banyak digunakan selain PAC (*Poly Aluminum Chloride*) dan Tawas. Konsentrasi residu ion ferri atau aluminium dalam air dapat meningkat karena peningkatan dosis koagulan kimia. Hal ini dapat meningkatkan risiko penyakit Alzheimer.

Limbah dari cangkang hewan *crustacea* bisa menjadi salah satu alternatif untuk pembuatan biokoagulan dikarenakan di dalamnya terkandung kitosan yang merupakan turunan dari kitin. Cangkang kepiting memiliki kandungan kitin sebesar 71%, sedangkan udang memiliki kandungan kitin sebesar 20-30%. Kitosan memiliki gugus amina (NH_2) yang kuat sehingga dapat digunakan sebagai polielektrolit yang bersifat multifungsi dan berperan dalam pembentukan flok [5]. Keunggulan kitosan sebagai biokoagulan diantaranya yaitu tingginya efisiensi terhadap parameter COD, *zero pollutant* dan penanganan sludge yang lebih mudah. Limbah cangkang kepiting selama ini banyak ditemukan di rumah makan *seafood* dan belum dimanfaatkan, sedangkan nilai kegunaan kandungan kitosan di dalamnya sangatlah tinggi. Sehingga

perlu dibuat studi mengenai proses pembuatan kitosan yang nantinya akan digunakan sebagai bahan substitusi koagulan kimia dengan menggunakan variasi suhu deasetilasi guna mendapatkan suhu deasetilasi yang optimum.

II. TINJAUAN PUSTAKA

Kitosan adalah produk deasetilasi kitin yang merupakan polimer rantai panjang glukosamin (β -1,4-2 amino-2-dioksi-D-Glukosa), yang memiliki rumus molekul $[\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NO}_4]_n$ dengan bobot molekul $2,5 \times 10^5$ Dalton. Dalam proses pembuatan kitin terdapat 3 tahap, yaitu demineralisasi, deproteinasi dan deasetilasi. Tahap demineralisasi ini dilakukan dengan tujuan untuk memisahkan mineral organik dengan asam kuat seperti HCl atau H_2SO_4 yang ditambahkan dalam serbuk cangkang. Mineral kalsium akan berikatan dengan ion klorin dari asam klorida membentuk garam kalsium klorida (CaCl_2) dan menghasilkan hasil samping berupa gas karbon dioksida dan air [11]. Deproteinasi adalah pemisahan protein yang terdapat dalam cangkang dengan senyawa kitinnya. Salah satu logam golongan utama yang potensial untuk mengeleminasi protein adalah Natrium (Na) karena atom Na terdapat pada golongan satu yang merupakan atom alkali. Atom Natrium didapat dari ionisasi basa NaOH dalam air dimana ion Na^+ akan digunakan untuk mengikat protein yang terdapat dalam cangkang [11]. Proses deasetilasi dilakukan dengan memberikan basa dengan konsentrasi tinggi. Reaksi deasetilasi bertujuan untuk memutuskan gugus asetil yang terikat pada nitrogen dalam struktur senyawa kitin untuk memperbesar persentase gugus amina dalam kitosan [11]. Nilai derajat deasetilasi dapat diketahui setelah melewati proses deasetilasi. Proses deasetilasi menggunakan larutan yang bersifat basa dengan konsentrasi yang tinggi. Reaksi deasetilasi bertujuan untuk memutuskan gugus asetil yang terikat pada nitrogen dalam struktur senyawa kitin untuk memperbesar persentase gugus amina dalam kitosan [11].

III. METODOLOGI PENELITIAN

1. Pembuatan Kitin
 - a. Tahap Demineralisasi



HCl 1,5 M ditambahkan dengan serbuk cangkang kepiting kemudian dipanaskan dengan suhu 80°C sambil diaduk. Sampel disaring dan dicuci menggunakan *aquadest*. Sampel dikeringkan di oven hingga diperoleh cangkang kepiting tanpa mineral kemudian didinginkan.

b. Tahap Deproteinasi

NaOH 3,5% ditambahkan dengan sampel tahap demineralisasi kemudian dipanaskan dengan suhu 70°C sambil diaduk. Sampel disaring dan dicuci menggunakan *aquadest* hingga pH netral. Filtrat yang diperoleh diuji dengan pereaksi biuret. Kitin yang sudah dicuci ditambahkan etanol 70% dan dilanjutkan dengan penyaringan, pencucian kembali dengan aseton dan *aquadest* panas. Sampel dikeringkan di oven dan didinginkan menggunakan desikator.

c. Tahap Deasetilasi

Kitin dideasetilasi dengan menambahkan NaOH pekat dengan konsentrasi 60%. Campuran diaduk dan dipanaskan pada variasi suhu 120°C, 125°C dan 130°C selama 6 jam. Larutan dipisahkan dan disaring melalui kertas saring. Padatan dikeringkan pada 80°C selama 6 jam.

2. Karakterisasi Kitin

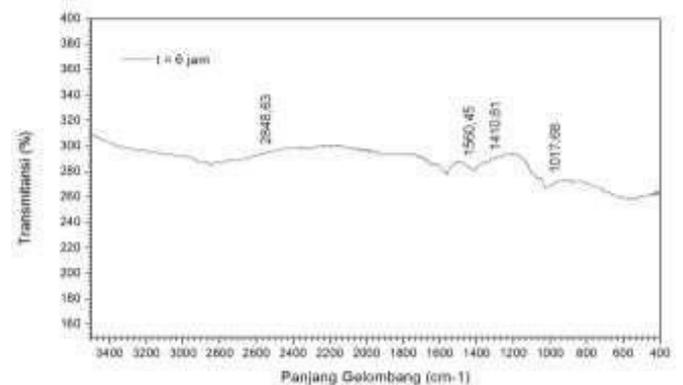
Metode FT-IR digunakan untuk menentukan derajat deasetilasi dengan menganalisa gugus fungsi pada kitosan, yaitu gugus hidroksil dan amida. Kedua gugus ini berperan dalam pembentukan flok pada proses koagulasi. Gugus hidroksil berada pada panjang gelombang 3450 cm^{-1} dan gugus amida berada pada panjang gelombang 1655 cm^{-1} .

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

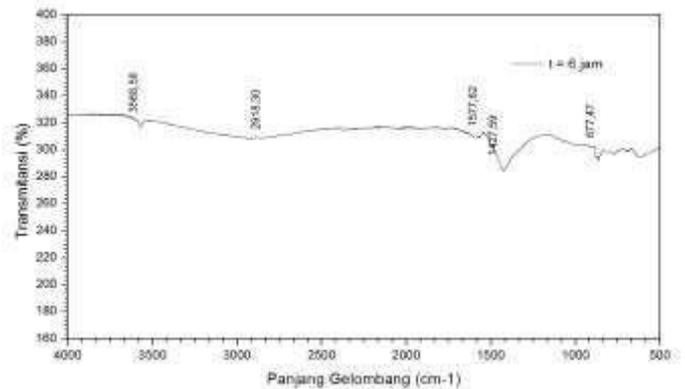
Penelitian ini dilakukan untuk menganalisis kualitas dari kitosan cangkang kepiting dengan mengidentifikasi suhu deasetilasi terhadap nilai derajat deasetilasi melalui karakterisasi dengan FT-IR. Derajat deasetilasi (DD) merupakan salah satu parameter utama dalam proses karakterisasi kitosan cangkang kepiting.

Berdasarkan hasil analisis spektra FT-IR pada Gambar 2 menunjukkan bahwa pola serapan yang muncul pada kitosan cangkang kepiting meliputi 3569,83 cm^{-1} ; 3572,58 cm^{-1} dan 3568,58 cm^{-1} menunjukkan vibrasi OH. Serapan lainnya terlihat pada Gambar 1, Gambar 2, dan Gambar 3 yaitu pada rentang panjang gelombang 2848,28 cm^{-1} - 2918,30 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur dari gugus C-H metilen [17]. Lalu pada bilangan gelombang 1559,83 cm^{-1} - 1598,51 cm^{-1} menunjukkan adanya bending vibration gugus $-\text{NH}_2$. Bending vibration pada C-H muncul pada rentang 1410,37 cm^{-1} - 1429,91 cm^{-1} [20]. Kedalaman peak yang muncul pada panjang gelombang 1410,37 cm^{-1} - 1429,91 cm^{-1} berbeda-beda. Hal ini dikarenakan perbedaan presentase transmitansi yang muncul. Semakin besar presentase transmitansi maka

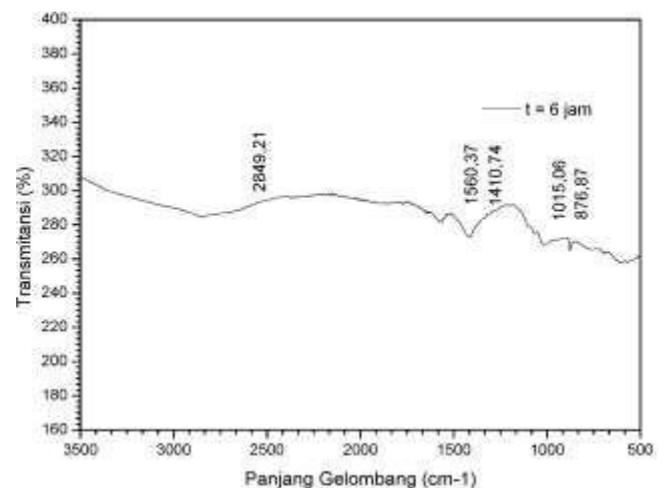
semakin banyak frekuensi dari sinar infra merah yang dapat melewati senyawa dan semakin kecil presentase transmitansi maka semakin banyak frekuensi dari sinar infra merah yang dapat diserap oleh senyawa.



Gambar 1 Spektra FT-IR Kitosan Cangkang Kepiting pada Suhu Deasetilasi 120°C



Gambar 2 Spektra FT-IR Kitosan Cangkang Kepiting pada Suhu Deasetilasi 125°C



Gambar 3 Spektra FT-IR Kitosan Cangkang Kepiting pada Suhu Deasetilasi 130°C



Tabel 1. Pengaruh Suhu terhadap Derajat Deasetilasi (DD)

Suhu (C)	Derajat Deasetilasi (%)
120	60.5
125	76.1
130	73.1

Spektra FT-IR yang telah teridentifikasi gugus fungsinya selanjutnya digunakan untuk menghitung nilai DD menggunakan *Baseline Method*. Berdasarkan Tabel 1 maka dapat disimpulkan bahwa nilai DD dari kitosan cangkang kepiting berada dalam rentang 62,4% - 76,1%. Hal ini menunjukkan bahwa seluruh sampel kitosan telah memenuhi standar DD yaitu lebih besar dari 60%. Nilai DD tertinggi terdapat pada kondisi suhu 125 °C.

V. KESIMPULAN

Biokoagulan dengan bahan dasar cangkang kepiting dengan tahap demineralisasi, deproteinasi dan deasetilasi. Gugus amina berhasil terbentuk didalam biokoagulan dan menghasilkan derajat deasetilasi sebesar 76.1% pada suhu deasetilasi sebesar 125°C.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] M.N Arif, P Soewondo, dan Sinardi. "Studi Perbandingan Kitosan Cangkang Kepiting dengan Pembuatan secara Kimiawi sebagai Koagulan Alam". *Jurnal Teknik Lingkungan Institut Teknologi Bandung*, Vol. 19, No. 1, pp. 64–74, 2013.
- [2] Hu C.Y., Lo S.L., Chang C.L., Chen F.L., Wu F.L., Wu Y.D., Ma J. "Treatment of highly turbid water using chitosan and aluminum salts", *Separation and Purification Technology*, 104, pp. 322–326, 2013.
- [3] Fabris R., Chow C.W.K., Drikas M., "Evaluation of chitosan as a natural coagulant for drinking water treatment", *Water Sci. Technol.* 61 (8), pp 2119–2128, 2010.
- [4] Bergamasco R., Bouchard C., da Silva F.V., Reis M.H.M., Fagundes-Klen M.R., "An application of chitosan as a coagulant/flocculant in a microfiltration process of natural water", *Desalination* 245 (1–3), pp 205–213, 2019.
- [5] Mashitah S., Daud S., dan Asmura J. "Penyisihan Kadar Fosfat pada Limbah Cair Laundry Menggunakan Biokoagulan Cangkang Kepiting (Brachyura)". *Jurnal FTEKNIK Universitas Riau, Pekanbaru*, Vol. 4, No. 2, 2017.
- [6] Divakaran R., Pillai V.N.S., "Flocculation of river silt using chitosan", *Water Res.* 36 (9), pp. 2414–2418, 2002.
- [7] Sekine M., A. Takeshita, N. Oda, Ukita, M., Imai, T., Higuchi, T., "On-site treatment of turbid river water using chitosan, a natural organic polymer coagulant", *Water Sci. Technol.* 53 (2), pp. 155–161, 2006.
- [8] Zemmouri H, S. Kadouche, H. Lounici, M. Hadioui, N. Mameri, Use of chitosanin coagulation flocculation of raw water of Keddara and Beni Amrane dams, *Water Sci. Technol.–Water Supply*, 11, pp. 202–210, 2011
- [9] N. Hidayati, A. Setiawan, A.E Afiuddin, dan E. Yulianto. "Pengaruh Dosis Koagulan-Flokulan Dalam Menurunkan Kandungan Zinc Dan Fosfat Di Waste Water Treatment Plant (WWTP) PT POMI". *Conference Proceeding on Waste Treatment Technology Politeknik Perkapalan Negeri Surabaya, Surabaya*, pp. 106–110, 2018.
- [10] S. Aisyah, Agustina, R. Adawyah, dan Candra. "Daya Hambat Kitosan dari Cangkang Limbah Budidaya Kepiting "Soka" terhadap Empat Isolat Bakteri Pembentuk Histamin pada Ikan Tongkol (*Euthynnus affinis*)". *Prosiding Seminar Nasional Lahan Basah Tahun 2016*, pp. 266–272, 2017.
- [11] Z. Aulia, E. Sutrisno, dan M. Hadiwidodo. "Pemanfaatan Limbah Cangkang Kepiting sebagai Biokoagulan untuk Menurunkan Parameter Pencemar COD dan TSS pada Limbah Industri Tahu". *Jurnal Teknik Lingkungan Universitas Diponegoro Semarang*, Vol. 5, No. 2, pp. 1–12, 2016.
- [12] S. Norjannah, "Keefektifan Dosis Koagulan Ferri Klorida (FeCl₃) dalam Menurunkan Kadar Total Suspended Solids (TSS) pada Air Limbah Batik Brotoseno Masaran Sragen". *Artikel Publikasi Ilmiah, Universitas Muhammadiyah Surakarta, Surakarta*. 2015.
- [13] S.W. Rachmawati dan Winarni. "Pengaruh pH pada Proses Koagulasi dengan Koagulan Aluminium Sulfat dan Ferri Klorida". *Jurnal Teknologi Lingkungan Indomas Mulia, Jakarta*, Vol. 5, No. 2, pp. 40–45, 2009.
- [14] M.S. Muhajir. "Penurunan Limbah Cair BOD dan COD pada Industri Tahu Menggunakan Tanaman Caktilai (*Typha Angustifolia*) dengan Sistem Constructed Wetland". *Skripsi, Universitas Negeri Semarang, Semarang*. 2013.
- [15] C.N.V Natawidha, "Degradasi Limbah Deterjen (Senyawa Linear Alkilbenzena Sulfonat) dengan Fotokatalis Komposit Berbasis TiO₂ dan Batu Apung". *Skripsi, Universitas Indonesia, Depok*. 2012.
- [16] BSN. *Air dan Air Limbah – Bagian 57: Metoda Pengambilan Contoh Air Permukaan*. SNI 6989.59:2008. 2008.
- [17] N.M. Puspawati dan I.N. Simpen. "Optimasi Deasetilasi Khitin dari Kulit Udang dan Cangkang Kepiting Limbah Restoran Seafood menjadi Khitosan Melalui Variasi Konsentrasi NaOH". *Jurnal Kimia Universitas Udayana, Bali*, Vol. 4, No. 1, pp. 79–90, 2010.
- [18] AOAC (Analysis of the Association of Official Analytical and Chemists). "Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists (16th ed)". 1999.
- [19] Zaeni, A., Safitri, E., Fuadah, B., dan Sudiana, I. N. "Microwave-Assisted Hydrolysis of Chitosan from Shrimp Shell Waste for Glucosamine Hydrochlorid Production". *The 5th International Conference on Theoretical and Applied Physics 2015, Universitas Halu Oleo, Kendari*. 2015.
- [20] Irawan, C., Nata, I. F., Putra, M. D., Marisa, R., Asnia, M., dan Arifin, Y. F. Biopolimer Kitosan dari Sisik Ikan Sebagai Koagulant Alami untuk Pengolahan Air Tanah Terkontaminasi Besi. *Jurnal Rekayasa Kimia Dan Lingkungan*, Vol. 13, No. 2, pp. 93–99, Universitas Lambung Mangkurat, Banjarbaru. 2018.
- [21] Kumirska, J., Kaczy, Z., dan Bychowska, A. *Application of Spectroscopic Methods for Structural Analysis of Chitin and Chitosan. Marine Drugs*, Vol. 8, pp. 1567–1636. University of Gdansk, Sobiekiego. 2010.
- [22] Sandi, A. K. S., Dermawan, D., dan Afiuddin, A. E. Pengaruh F / M Rasio Desain dan TD (Waktu Detensi) Aerasi terhadap Kemampuan Removal BOD dan TSS pada SWT PT. POMI Paiton, *Conference Proceeding on Waste Treatment Technology*, pp. 106–110, Politeknik Perkapalan Negeri Surabaya, Surabaya. 2018.
- [23] Rahayu, L. H., dan Purnavita, S. Optimasi Pembuatan Kitosan dari Kitin Limbah Cangkang Rajungan (*Portunus Pelagicus*) untuk Adsorben Ion Logam Merkuri. *Jurnal Reaktor*, Vol. 11, No. 1, pp. 45–49, Akademi Kimia Industri St. Paulus, Semarang. 2007.
- [24] Dompeipen, E. J., Kaimudin, M., dan Dewa, R. P. Isolasi Kitin dan Kitosan dari Limbah Kulit Udang. *Jurnal Majalah BIAM*, Vol. 12, No. 01, Balai Riset dan Standardisasi Industri, Ambon. 2016.
- [25] Kaimudin, M., dan Radiena, M. The Effect of Time Deacetylation to Characterize Chitosan from Waste Shrimp. *Proceedings of the 3rd International Seminar of Basic Sciences*, pp. 61–76, Universitas Pattimura, Ambon. 2017.



Halaman ini sengaja dikosongkan

