ISOLASI DAN IDENTIFIKASI KITIN DARI CANGKANG KEPITING DENGAN MENGGUNAKAN METODE DEMINERALISASI DAN DEPROTEINASI

SKRIPSI

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai
gelar Sarjana Sains (S.Si) Program Studi Ilmu Kimia
pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
Jogjakarta

disusun oleh :

DINA FARNIDA ULLVA

No Mhs : 00612032

JURUSAN ILMU KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

JOGJAKARTA

2005

ISOLASI DAN IDENTIFIKASI KITIN

DARI CANGKANG KEPITING DENGAN MENGGUNAKAN

METODE DEMINERALISASI DAN DEPROTEINASI

Oleh :

DINA FARNIDA ULLVA
No Mhs : 00612032

Telah dipertahankan dihadapan Panitia Penguji Skripsi
Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia

Tanggal : 1 MARET 2005

Dewan Penguji	Tanda tangan
1. Is Fatimah, M.Si	.....
2. Drs. Allwar, M.Sc	.....
3. Dr. Sri Juari Santosa, M.Eng	.....
4. Rudy Syahputra, M.Si	.....

Mengetahui,
Dekan Fakultas matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia

(Naka Rugraha, M.Si.)

HALAMAN PERSEMBAHAN

Kupersembahkan Dengan Setulus Hati Hasil Karya Sederhana Ini Untuk :

❖ ***BAPAK N IBUKU** t'cinta, Terimakasih atas Kasih Sayang, Nasehat N Do'a Restu serta semua pengorbanan yang telah kalian berikan kepada Ananda yang tiada batasnya. Tanpamu Ananda tidak akan bisa berhasil.*

❖ ***Adikku Moch. Taufan Siro'jul Munir**, dorongan N kasih sayangmu yang abadi memberikan semangat bagi Mbak. "Mbak selalu inget Nasehatmu, yang buat Mbak merasa jadi adik di hadapanmu."*

Mbak Sayang kamu.....!!

❖ *Temen-temen Seperjuangan Q-mia'00 N temen-temen Kost CT, Jangan Lupain Aku ya.....!!*

❖ *Semua pihak yang telah membantu hingga terselesaikannya karya ini, Makacih.....jasa X-an takkan p'nah aku lupakan.*

MOTTO

"Setiap orang ada malaikat yang di depan dan di belakang, yang memantaunya atas perintah Allah. Sungguh, Allah tidak akan mengubah nasib suatu kaum sampai mereka sendiri mengubah dirinya. Dan apabila Allah menghendaki keburukan suatu kaum, tidak ada yang mampu menolaknya, dan tidak ada pelindung bagi mereka kecuali Allah."

(Al Qur'an Ar Ra'd 11)

"Dan bersama kesukaran pasti ada kemudahan. Kerena itu bila selesai suatu tugas, mulailah tugas yang lain dengan sungguh-sungguh. Hanya kepada Tuhanmu hendaknya kau berharap."

(Al Qur'an Asy Syarh 6-8)

KATA PENGANTAR

بسم الله الرحمن الرحيم

Assalamu'alaikum Wr. Wb

Rasa syukur kami panjatkan atas kehadirat Allah Azza Wajalla yang telah memberikan rahmat dan hidayah-Nya dengan membuka mata hati dan pikiran penulis sehingga dapat menyelesaikan tugas yang telah diamanahkan yaitu laporan Penelitian Tugas Akhir. Sholawat serta salam semoga selalu tercurah kepada Nabi Besar Muhammad SAW pembawa risalah petunjuk untuk mencapai kebahagiaan baik di dunia maupun di akhirat.

Laporan Penelitian Tugas Akhir ini merupakan salah satu syarat jenjang pendidikan Strata Satu (S1) Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Jurusan Kimia Universitas Islam Indonesia yang bertujuan untuk memenuhi Tugas Akhir (TA).

Tak lupa dalam kesempatan ini penulis dengan segala kerendahan hati mengucapkan terimakasih atas dukungan dan bantuan yang ada sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan Penelitian Tugas Akhir, kepada:

1. Ayahanda dan Ibunda tercinta serta adikku, yang telah mencurahkan kasih sayang, motivasi, serta doanya selama ini.
2. Bapak Dr. Ir. H. Luthfi Hasan, M.Si., selaku Rektor Universitas Islam Indonesia.
3. Bapak Jaka Nugraha, M.Si., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA PERPUSTAKAAN

4. Bapak Rudy Syahputra, M.Si., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
5. Bapak Dr. Sri Juhari Santosa, selaku Dosen Pembimbing I dan bapak Rudy Syahputra, M.Si., selaku Dosen Pembimbing II

Penulis banyak menemui kesulitan dan hambatan dalam menyelesaikan laporan Penelitian Tugas Akhir ini. Namun berkat bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, laporan Penelitian Tugas Akhir ini dapat terselesaikan meskipun masih banyak kekurangannya. Untuk itu penulis sangat berharap saran dan kritik yang bersifat membangun demi kesempurnaan dimasa yang akan datang. Semoga laporan Penelitian Tugas Akhir ini bermanfaat bagi penulis serta dapat bermanfaat untuk menambah pengetahuan kita semua. Amin.

Wassalamu'alaikum Wr. Wb.

Jogjakarta, Maret 2005

Penulis

DAFTAR ISI

JUDUL i

HALAMAN PENGESAHAN ii

HALAMAN PERSEMBAHAN iii

MOTTO iv

KATA PENGANTAR v

DAFTAR ISI vii

DAFTAR GAMBAR x

DAFTAR TABEL xi

INTISARI xii

ABSTRAK xiii

BAB I PENDAHULUAN 1

1.1 Latar Belakang Masalah..... 1

1.2 Rumusan Masalah 2

1.3 Tujuan Penelitian 3

1.4 Manfaat Penelitian 3

BAB II TINJAUAN PUSTAKA 4

BAB III DASAR TEORI 8

3.1 Kepiting 8

3.2 Kitin 11

3.3 Sifat-sifat Fisika dan Kimia Kitin 12

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA PERPUSTAKAAN FMIPA

3.4 Demineralisasi dan Deproteinasi 16
3.5 Isolasi Kitin 17
3.6 Inframerah (IR) 17
3.7 Difraksi Sinar-X (X-RD) 21
3.7.1 Difraksi sinar-X 21
3.7.2 Metode difraksi 23
3.7.3 Metode bubuk 24
3.7.4 Peralatan X-RD 26
3.7.5 Produksi sinar-X 27
3.8 Hipotesis 28
3.8.1 Hipotesis I 28
3.8.2 Hipotesis II 28
BAB IV METODELOGI PENELITIAN 29
4.1 Alat dan Bahan yang Digunakan 29
4.1.1 Alat yang digunakan dalam penelitian 30
4.1.2 Bahan yang digunakan dalam penelitian 30
4.2 Pengambilan Sampel 30
4.3 Cara Kerja 30
4.3.1 Persiapan Sampel 31
4.3.2 Isolasi Kitin 31
4.3.3 Karakterisasi Fisik 32
4.3.3.1 Rendemen 32
4.3.3.2 Kadar abu 32

BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN 33
5.1 Cangkang Kepiting..... 33
5.2 Proses Demineralisasi..... 35
5.3 Proses Deproteinasi..... 37
5.4 Derajat Deasilasi..... 40
5.5 Karakterisasi Fisik..... 42
5.5.1 Rendemen..... 42
5.5.2 Kadar abu..... 42
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN 43
6.1 Kesimpulan 43
6.2 Saran 44
DAFTAR PUSTAKA 45
LAMPIRAN 48

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. *Polybius henslowii*..... 9

Gambar 2. Siklus hidup kepiting..... 10

Gambar 3. Struktur kimia kitin..... 11

Gambar 4. Skema peralatan IR dispersi..... 18

Gambar 5. Skema peralatan FTIR..... 18

Gambar 6. Keluaran sinar interferensi interferometer Michelson..... 19

Gambar 7. Skema interferometer Michelson..... 19

Gambar 8. Berkas sinar-X parallel..... 22

Gambar 9. Difraktogram atau data yang dihasilkan oleh X-RD..... 22

Gambar 10. Susunan alat metode bubuk..... 24

Gambar 11. Tabung sinar-X..... 24

Gambar 12. Susunan alat difraksi sinar-X..... 25

Gambar 13 Skema peralatan X-RD..... 26

Gambar 14. Proses terjadinya radiasi/sinar-X..... 27

Gambar 15. Spektra IR cangkang kepiting..... 35

Gambar 16. Spektra IR cangkang kepiting (A) dan cangkang kepiting yang sudah mengalami proses demineralisasi (B)..... 37

Gambar 17. Spektra IR cangkang kepiting yang mengalami proses deproteinasi (A) dan spektra IR kitin standar (B)..... 39

Gambar 18. Difaktogram cangkang kepiting yang mengalami proses deproteinasi (A) dan difaktogram kitin standar (B)..... 40

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Sumber-sumber kitin..... 13

Tabel 2. Sifat-sifat kitin dari kulit udang..... 14

Tabel 3. Nilai standar parameter kualitas kitin..... 15

Tabel 4. Persentase derajat deasilasi..... 42

ISOLASI DAN IDENTIFIKASI KITIN DARI CANGKANG KEPITING DENGAN MENGGUNAKAN METODE DEMINERALISASI DAN DEPROTEINASI

INTISARI

Dina Farnida Ullva
No Mhs : 00612032

Telah dilakukan penelitian tentang isolasi kitin dari cangkang kepiting dengan menggunakan metode demineralisasi dan dilanjutkan dengan deproteinasi.

Proses demineralisasi bertujuan untuk menghilangkan mineral anorganik yang ada pada cangkang kepiting dengan menggunakan larutan asam klorida (HCl) 1M. Proses deproteinasi merupakan proses penghilangan protein yang terdapat pada cangkang kepiting dengan menggunakan natrium hidroksida (NaOH) 3,5 % (b/v). Setelah melalui dua proses ini dihasilkan kitin. Terhadap kitin yang diperoleh selanjutnya dilakukan karakterisasi menggunakan spektroskopi inframerah (IR), X-ray defraktometer (XRD), dan dilakukan pula penentuan derajat deasilasi berdasarkan spektra IR yang dihasilkan, penentuan kadar abu dan rendemen.

Hasil analisis IR pada proses demineralisasi menunjukkan bahwa mineral yang terdapat pada cangkang kepiting hilang dan pada proses deproteinasi, protein yang terdapat pada cangkang kepiting juga hilang. Dari analisis XRD diketahui kitin memiliki kristalitas rendah. Derajat deasilasinya adalah 50,56%, sedangkan kadar abu diperoleh sebesar 48,83% dengan randemen sebesar 17,56%.

Kata kunci : Kitin, demineralisasi, deproteinasi, derajat deasilasi.

ISOLATION AND IDENTIFICATION OF CHITIN FROM CRAB SHELL BY USING DEMINERALIZATION AND DEPROTEINATION

ABSTRACT

Dina Farnida Ullva
St. Number : 00612032

It has been done an investigation on the isolation of chitin from crab shell by using methods of demineralization and continued by deproteination.

Demineralization was performed by using solution of hydrochloride acid (HCl) 1 M to remove inorganic mineral existing in crab shell. In the case of deproteination by using solution of sodium hydroxide (NaOH) 3,5 % (w/v) was to remove the protein contained in the crab shell. After performing these two processes, chitin would be produced, and then it was characterized by using infra red (IR) spectroscopy, X-ray defractometer (XRD). Based on the obtained IR spectra, deacilation degree of chitin was determined , and also the ash content of chitin and efficiency of the isolation process of chitin from crab shell well quantified.

The result of IR analysis of the demineralized crab shell showed that the mineral component has been completely removed and that of the deproteination of the demineralized and deproteinated crab shell has also been removed. From the XRD analysis, it was conformed that the isolated chitin had low degree of crystalization, degree of deacilation of 50,56%, the ash content of 48,83%, and efficiency of 17,56%.

Key words : Chitin, demineralization, deproteination, deacilation rate.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Masalah

Pembangunan yang pesat di bidang ekonomi disatu sisi akan meningkatkan kualitas hidup manusia, yaitu dengan meningkatnya pendapatan masyarakat, tetapi di sisi lain akan berakibat pada penurunan kesehatan akibat adanya pencemaran yang berasal dari limbah industri dan rumah tangga. Hal ini karena kurangnya atau tidak memadai fasilitas atau peralatan untuk menangani dan mengelola limbah tersebut.

Selama ini masyarakat mengenal kepiting sebagai hewan yang suka membuat lubang, terutama di pematang kolam sehingga sering menyebabkan kerusakan. Selain itu, kepiting juga dianggap sebagai salah satu hama ikan maupun udang yang sangat dibenci oleh petani. Pandangan tersebut secara berangsur-angsur mulai berubah, bahwa kini kepiting sudah menjadi salah satu makanan favorit yang banyak dicari konsumen. Meskipun harga kepiting relatif tinggi, namun karena rasanya yang lezat penggemar komoditas ini terus meningkat.

Permintaan yang semakin meningkat dari komoditas kepiting ini, berarti meningkat pula volume limbah yang dihasilkan. Limbah tersebut berupa kulit/cangkang yang mudah sekali busuk sehingga dapat menimbulkan pencemaran lingkungan. Selain itu limbah ini bersifat *bulky* atau menyita ruangan,

sehingga memerlukan tempat yang cukup luas dan tertutup untuk penampungannya. Oleh karena itu, masalah limbah kulit/cangkang ini perlu mendapat perhatian yang serius, sehingga tidak menjadikannya sebagai sumber polusi bagi lingkungannya dan sumber pembawa penyakit bagi manusia. Pada saat ini telah ditemukan pemanfaatan kulit binatang bercangkang menjadi zat yang disebut kitin dan kitosan. Zat yang banyak berguna bagi kehidupan manusia ini menjadi sorotan para peneliti dan pengusaha untuk mengembangkan produksinya dengan skala industri.

Berdasarkan uraian di atas maka pada penelitian ini akan dilakukan isolasi dan pemurnian kitin yang berasal dari kulit/cangkang kepiting. Diharapkan kitin yang dihasilkan akan dapat digunakan dalam proses pengolahan limbah. Selain itu akan mengurangi polusi dan membuka peluang usaha, mengingat bahan yang tersedia serta permintaan akan kitin yang bertambah. Hal ini berarti membuka lapangan kerja baru.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan hal di atas dapat dirumuskan masalah sebagai berikut: Bagaimanakah karakter fisik kitin hasil isolasi dari cangkang kepiting dengan metode demineralisasi dan deproteinasi yaitu dengan identifikasi menggunakan spektroskopi IR, XRD dan penentuan derajat deasilasinya.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui bagaimanakah karakter fisik kitin hasil isolasi dari cangkang kepiting dengan metode demineralisasi dan deproteinasi yaitu dengan identifikasi menggunakan spektroskopi IR, XRD dan penentuan derajat deasilasinya.

1.4 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini diharapkan dapat menambah pengetahuan pembaca tentang karakter fisik kitin hasil isolasi dari cangkang kepiting dengan metode demineralisasi dan deproteinasi yaitu dengan identifikasi menggunakan spektroskopi IR, XRD dan penentuan derajat deasilasinya.

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
PERPUSTAKAAN
FMIPA

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

Kitin merupakan konstituen organik yang sangat penting pada hewan golongan *arthropoda, annelida, molusca, corlengterfa* dan *nematoda.* Kitin biasanya berkonjugasi dengan protein dan tidak hanya terdapat pada kulit dan kerangkanya saja, tetapi juga terdapat pada trachea, insang, dinding usus, dan pada bagian dalam kulit pada cumi-cumi (Neely dan Wiliam, 1996). Adanya kitin dapat dideteksi dengan reaksi warna Van Wesslink. Pada cara ini kitin direaksikan dengan I_2-KI yang memberikan warna coklat, kemudian jika ditambahkan asam sulfat berubah warnanya menjadi violet. Perubahan warna dari coklat hingga menjadi violet menunjukkan reaksi positif adanya kitin.

Untuk memproduksi kitin dan turunannya, banyak hal yang dapat mempengaruhi keberhasilannya antara lain (i) jenis bahan baku, (ii) proses ekstraksi kitin (Knorr, 1991). Muzzarelli (1985), berpendapat bahwa kitin dan turunannya merupakan biopolimer yang banyak ditemui di alam, yang dapat diisolasi dengan proses kimia yang cukup sederhana, di samping itu dapat juga dilakukan secara enzimatis. Lebih lanjut Addison (2000), menyatakan bahwa metode ekstraksi kitin dengan asam/basa kuat pada suhu yang cukup tinggi merupakan salah satu metode kimia yang cukup sederhana yang dapat digunakan untuk mendapatkan kitin dan turunannya.

Kitin adalah senyawa makromolekul berantai panjang (polimer) yang termasuk kelompok karbohidrat. Senyawa ini banyak dijumpai dalam kulit/cangkang hewan perairan seperti udang, kerang dan kelompok *shellfish* (ikan bercangkang) lainnya. Prinsip untuk mendapatkan kitin adalah pencucian, deproteinasi dan demineralisasi.

Kulit/cangkang kepiting mengandung protein (15,60%-23,90%), kalsium karbonat (53,70%-78,40%), dan kitin (18,70%-32,20%), hal ini juga tergantung pada jenis kepiting dan tempat hidupnya (Focher *et al.*, 1992). Karena habitat hidup kepiting beraneka ragam, mulai dari lingkungan air, baik tawar maupun asin dan lingkungan daratan. Ada beberapa kepiting yang menyukai hidup di lingkungan berbatu, namun ada pula yang lebih senang hidup di antara akar tumbuh- tumbuhan air.

Isolasi kitin dari limbah kulit/cangkang kepiting secara teknis tidaklah sulit. Isolasi ini dilakukan secara bertahap yaitu tahap pemisahan protein (deproteinasi) dengan larutan basa, tahap pemisahan mineral (demineralisasi) dengan larutan asam, tahap pemutihan (bleancing) dengan aseton dan natrium hipoklorit. Untuk transformasi kitin menjadi kitosan dilakukan dengan deasetilasi menggunakan basa berkonsentrasi tinggi (Ferrer *et al.*,1996; Arreneuz, 1996, dan Fahmi, 1997).

Sejumlah metode digunakan untuk mengisolasi kitin dan kitosan, sebagaimana telah dilaporkan oleh beberapa peneliti. Secara umum proses isolasi kitin dilakukan melalui tahap deproteinasi dan demineralisasi serta dapat pula dilanjutkan dengan depigmentasi bila diinginkan produk yang bersih. Metode

yang umum dipergunakan untuk mengisolasi kitin yaitu metode Hackman, dimana demineralisasi menggunakan HCl 2 M dan deproteinasi dengan menggunakan NaOH 1 M, bila diinginkan produk yang lebih menarik dilakukan pencucian dengan C_2H_5OH. Oleh Hong (1989), dilakukan isolasi kitin melalui deproteinasi dengan NaOH 3,5%, demineralisasi menggunakan HCl 1 M dan pencucian dengan aseton dengan waktu isolasi yang lebih singkat dibanding dengan metode Hackman.

Menurut Djagal (2002), proses ekstraksi kitin dimulai dengan mencuci kulit/cangkang kepiting dengan air tawar bersih, selanjutnya dihancurkan dengan *blender*, untuk kemudian dilakukan deproteinasi menggunakan larutan alkali (0,5 M NaOH) sambil dipanaskan, dan disaring. Residu (padatan) lanjutnya, dicuci dengan aquades, untuk memasuki proses demineralisasi menggunakan 1 M HCl pada suhu kamar. Setelah itu dilakukan penyaringan, residu dicuci dengan aquades. Residu diputihkan menggunakan larutan NaOCl 0,5%, kemudian dilakukan penyaringan dan pencucian serta pengeringan pada suhu 30-40°C selama 8-12 jam. Dari tahap ini akan diperoleh senyawa antara yang disebut kitin. Kitin ini kemudian dideasetilasi menggunakan NaOH 40%, dilanjutkan dengan penyaringan dan pencucian sampai bersih lalu dikeringkan. Bubuk kitosan yang dihasilkan disimpan dalam wadah yang kedap udara.

Muzzarelli (1977), menyatakan bahwa transformasi kitin dan kitosan dapat dilakukan dengan beberapa metode. Secara umum proses deasetilasi dari kitin menjadi kitosan menggunakan pereaksi basa kuat. Metode yang mudah dan sederhana yang biasa dilakukan yaitu metode Rigby, Wolfrom, Maher dan

Chaney yang mengguanakan NaOH 40% pada suhu 115 °C selama 6 jam. Dengan metode ini dapat dihasilkan produk kitosan dengan 82% penghilangan gugus asetil.

Efektifitas proses deproteinasi bergantung pada konsentrasi NaOH, waktu dan suhu yang digunakan. Menurut Karmas dalam Indra (1993), makin tinggi konsentrasi dan suhu yang digunakan, proses pemisahan protein makin efektif.

Penelitian tentang kemampuan kitin dan kitosan dalam mengikat logam telah dilakukan oleh para peneliti. Muzzarelli (1977), berhasil membuktikan bahwa, kitosan merupakan polimer yang sangat efektif untuk mengikat logam merkuri dan tembaga. Kemampuan kitosan dalam mengikat logam lebih efektif dibanding selulosa. Suhardi (1993), menggunakan kitosan untuk menghilangkan zat warna pada teh, kopi, sari buah apel dan karamel. Lesbani (2001), menggunakan kitin dan kitosan untuk mengadsorpsi Zn (II) dan Cd (II). Hasilnya menunjukkan bahwa, kitosan mempunyai kemampuan mengadsorpsi lebih besar dibanding kitin. Mondrzejewska (1999), menggunakan membran kitosan untuk memisahkan krom (VI) dari larutannya. Mitani, dkk. (1995), menggunakan membran kitosan yang *diswelling* (digembungkan) untuk mengadsorpsi asam bensoat dan turunannya. Kitosan yang telah digembungkan mampu mengadsorpsi asam benzoat lebih banyak dibanding kitosan serbuk. Muzzarelli (1977), mempelajari pengaruh ion-ion logam golongan alkali dan alkali tanah terhadap adsorpsi ion logam transisi oleh kitosan. Hasilnya adalah bahwa ion logam alkali dan alkali tanah tidak menghambat pengumpulan ion logam transisi.


UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

BAB III

DASAR TEORI

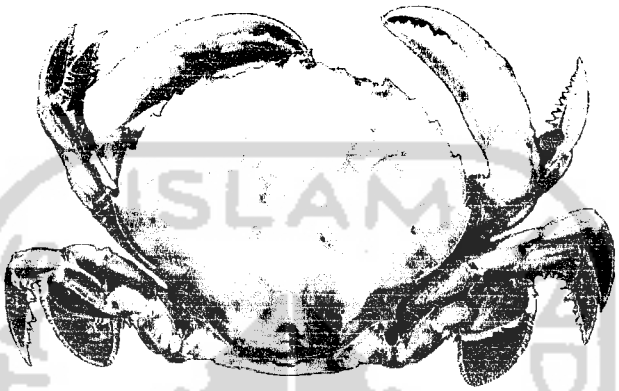
3.1 Kepiting

Menurut Afrianto dan Liviawaty (1992), kepiting merupakan salah satu hewan air yang banyak dijumpai di Indonesia dan merupakan hewan *Arthropoda* yang terbagi menjadi empat famili, yaitu *Portunidae* (Kepiting Perenang), *Xanthidae* (Kepiting Lumpur), *Cancridae* (Kepiting *"Cancer"*) *dan Potamonidae* (Kepiting Air Tawar). Di antara empat famili tersebut, hanya famili *Potamonidae* yang kurang diminati oleh penggemar kepiting, sedangkan ketiga famili lainnya merupakan jenis kepiting yang sering diperdagangkan. Kepiting mempunyai klasifikasi sebagai berikut :

Filum	:	*Arthropoda*
Klas	:	*Crustacea*
Subklas	:	*Malacostraca*
Ordo	:	*Eucaridae*
Subordo	:	*Decapoda*
Famili	:	*Portunidae*
		Xanthidae
		Cancridae
		Potamonidae

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
PERPUSTAKAAN
FMIPA

Kepiting yang dipakai pada penelitian ini termasuk dalam famili kepiting perenang, Portunidae dengan nama latin *Polybius henslowii* seperti yang ditunjukkan pada gambar 1.



Gambar 1. *Polybius henslowii*.

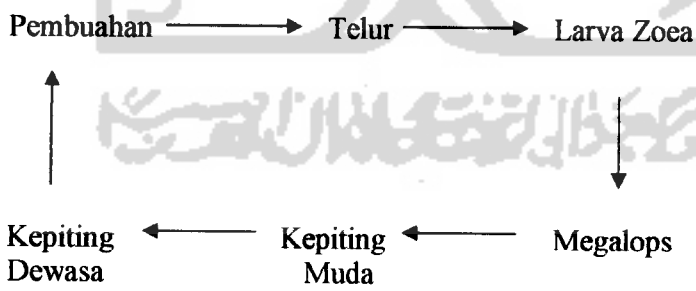
Bangsa kepiting dapat dikenal melalui bentuk tubuhnya yang melebar melintang. Ciri khas yang dimiliki bangsa kepiting ini adalah karapasnya berbentuk pipih atau agak cembung dan berbentuk heksagonal atau agak persegi. Ujung pasangan kaki terakhir mempunyai bentuk agak pipih dan berfungsi sebagai alat pendayung pada saat berenang.

Dalam pertumbuhannya, semua jenis kepiting sering berganti kulit. Kulit kerangkanya yang terbuat dari bahan berkapur tidak dapat terus tumbuh mengikuti perkembangan tubuhnya. Jika kepiting telah tumbuh mencapai ukuran tertentu, maka kulit pembungkus lamanya yang lebih kecil dan retak/pecah akan ditinggalkan, sehingga akan keluar individu yang lebih besar dengan kulit yang masih lunak. Kondisi ini sangat tidak menguntungkan karena pertahanannya menjadi lemah sehingga mudah diserang oleh kepiting lain. Kanibalisme merupakan sifat khas dari bangsa kepiting, baik pada yang kecil maupun yang

dewasa. Untuk mengeraskan kulit cangkang pada kepiting diperlukan waktu yang agak lama.

Habitat hidup kepiting beraneka ragam, mulai dari lingkungan air, baik tawar maupun asin dan lingkungan daratan. Ada beberapa kepiting yang menyukai hidup di lingkungan berbatu, namun ada pula yang lebih senang hidup di antara akar tumbuh-tumbuhan air.

Jenis kelamin kepiting sangat mudah ditentukan, yaitu dengan mengamati alat kelaminnya yang ada dibagian perut (dadanya). Pada bagian perut (dada) kepiting jantan umumnya terdapat organ kelamin berbentuk segitiga yang sempit dan agak meruncing dibagian depan. Sedangkan organ kelamin kepiting betina berbentuk segitiga yang relatif lebar dan dibagian depannya agak tumpul/lonjong. Jika kondisi lingkungan memungkinkan, kepiting dapat bertahan hidup hingga mencapai umur 3-4 tahun. Sementara itu, pada umur 12-14 bulan kepiting sudah dianggap dewasa dan dapat dipijahkan. Menurut Afrianto dan Liviawaty (1992), siklus hidup kepiting dapat dilihat pada gambar 2.



Gambar 2. Siklus hidup kepiting.

Untuk menjadi kepiting dewasa, zoea membutuhkan pergantian kulit ± 20 kali. Proses pergantian kulit berlangsung cepat, yaitu sekitar 3-4 hari tergantung pada kemampuan tumbuh dan tersedianya makanan yang banyak. Pada fase

megalops, proses pergantian kulit berlangsung relatif lama, yaitu setiap 15 hari. Setiap kali berganti kulit tubuh kepiting akan bertambah besar sekitar sepertiga kali ukuran semula (Aprianto dan Liviawaty, 1992).

3.2 Kitin

Kitin berasal dari bahasa Yunani yang berarti *baju rantai besi,* pertama kali diteliti oleh Bracanot pada tahun 1811 dalam residu ekstrak jamur yang dinamakan *fungiue.* Pada tahun 1823 Odins mengisolasi suatu senyawa kutikula serangga jenis ekstra yang disebut dengan nama kitin (Neely dan Wiliam, 1969).

Kitin merupakan suatu polimer yang tidak beracun, yang biodegradable dengan bobot molekular tinggi. Kitin adalah suatu polimer yang dapat ditemukan di dalam apapun dari kulit/cangkang, kumbang dan sarang labah-labah. Struktur kimia kitin dapat dilihat pada gambar 3. Kitin kadang-kadang dianggap sebagai suatu spinoff bahan kimia untuk cat/kertas, sebab keduanya secara molekular serupa. Bahan kimia untuk cat/kertas berisi suatu hydroxy kelompok, dan kitin berisi asetamid. Kitin merupakan suatu polimer alami atau suatu kombinasi unsur-unsur yang ada secara alami di atas bumi (Bastaman,1989).



Gambar 3. Struktur kimia kitin.

Dari segi struktur polimer, kitin dapat disebut poli (D-glukosamina) dan kitan dapat disebut poli (N-asetil-D-glukosamina), sedangkan kitosan adalah kopolimer dengan komposisi gabungan dari kitin dan kitan. Dalam keadaan biasa, kitin, kitan dan kitosan berwujud kompleks dengan protein. Kitan adalah hasil pendeasetilan kitin dan berstruktur poli (D-glukosamina). Perbedaannya adalah gugus asetamido pada C(2) dalam kitin digantikan dengan gugus amino dalam kitan (Chen,1982).

Kitin mempunyai rumus molekul $C_{16}H_{26}N_2O_{10}$ (Hirano, 1986), yang merupakan zat padat tak terbentuk (amorphous), tidak larut dalam air, asam anorganik encer, alkali encer dan pekat, alkohol, dan pelarut organik lainnya tetapi larut dalam asam-asam mineral yang pekat. Kitin kurang larut dibandingkan dengan selulosa dan merupakan N-glukosamin yang terdeasetilasi sedikit, sedangkan kitosan adalah kitin yang terdeasetilasi sebanyak mungkin.

3.3 Sifat-sifat Fisika dan Kimia Kitin

Kitin termasuk golongan polisakarida yang mempunyai berat molekul tinggi dan merupakan molekul polimer berantai lurus dengan nama lain β-(1-4)-2-asetamida-2-dioksi-D-glukosa (N-asetil-D-Glukosamin) (Hirano, 1986; Tokura, 1995). Struktur kitin sama dengan selulosa di mana ikatan yang terjadi antara monomernya terangkai dengan ikatan glikosida pada posisi β-(1-4). Perbedaannya dengan selulosa adalah gugus hidroksi yang terikat pada atom karbon yang kedua pada kitin diganti oleh gugus asetamida ($NHCOCH_2$) sehingga kitin menjadi sebuah polimer berunit N-asetilglukosamin (The Merck Indek, 1976). Kitin

mempunyai kombinasi sifat-sifat khas seperti bioaktivitas, biodegradabilitas dan sifat liat, sehingga merupakan jenis polimer yang banyak dimanfaatkan pada berbagai bidang (Brine, 1984).

Unit pengulang struktur kitin mengandung dua residu heksosa dan termasuk unit ketobiosa. Kitin mempunyai rumus molekul $(C_8H_{13}NO_5)_n$ yang mengandung jumlah atom C = 47,29%, H = 6,45%, N = 6,89%, dan O = 39,37% (Windolz, 1983). Selain kitin, cangkang kepiting mengandung protein (15,60%-23,90%), kalsium karbonat (53,70%-78,40%), komposisi ini juga tergantung pada jenis kepiting dan tempat hidup kepiting. Muzarelli (1977) melaporkan bahwa kitin dari cangkang Antropoda rata-rata mengandung 20-50 % kitin sebagaimana tersaji dalam tabel 1.

Tabel 1: Sumber-sumber kitin.

Sumber	% Kitin	% Protein
Arachnida Buthus	31,9	68,1
Mygaloe Insecta	38,2	61,8
Locusta,Clytra,Wing	23,7	76,3
Periplaneta Lopidoptera	35,0	65,0
Bombyx Crustacea	44,2	55,8
Cancer Eupagrurus	71,4	28,6
Calcified	69,0	31,0
Non Calcified	48,2	51,8

Menurut Bastaman (1989), kitin berbentuk kristal berwarna putih, tidak berasa dan tidak berbau, kitin tidak larut dalam air, larutan basa encer dan pekat, larutan asam encer, dan pelarut-pelarut organik akan tetapi kitin larut dalam asam-asam pekat seperti HCl, H_2SO_4, HNO_3 dan HCOOH anhidrat. Kitin kurang reaktif dibandingkan selulosa. Sistem pelarut yang efektif dalam melarutkan kitin adalah larutan campuran N, N-dimetilasetamida yang mengandung 5% LiCl terlarut (DMAc-LiCl). Kitin tidak beracun dan mempunyai berat molekul tinggi sekitar $1,2 \times 10^6$. Oleh Hong (1989) telah diisolasi dan dikarakterisasi kitin dari kulit udang dan didapatkan sifat-sifat sebagaimana diberikan dalam tabel 2.

Tabel 2: Sifat-sifat kitin dari kulit udang.

Sifat-Sifat	Kandungan/ Jumlah
Nitrogen	7,01%
Kadar abu	0,1%
Lemak	tidak terdeteksi
Derajat asetil	16,6%
Derajat deasetil	7,5%
Kelarutan LiCl	26,4%
Warna	putih
Sisa asam amino	6,5 mg/g

Kitin mempunyai kombinasi sifat-sifat khas seperti bioaktivitas, biodegradabilitas dan sifat liat, sehingga merupakan jenis polimer yang banyak

dimanfaatkan pada berbagai bidang, sedangkan parameter kualitas kitin yang diisolasi dari cangkang udang dalam Shofiyani (2001) diringkaskan dalam tabel 3.

Tabel 3: Nilai standar parameter kualitas kitin.

Parameter kualitas	Nilai standar
Ukuran partikel	Butiran – bubuk
Kadar abu (%b/b)	< 2,0
Kadar air (%b/b)	< 10,0
Derajat deasilasi	15,0 < x < 70,0
Warna	Putih
Kelarutan dalam :	
- Air	Tidak larut
- Pelarut organik	Tidak larut
- LiCl/dimetilasetamida	Larut

Kitin merupakan polisakarid kristalin. Ada tiga jenis kristalin kitin di alam, yaitu bentuk α, β, dan φ-kitin. Perbedaan ketiga bentuk tersebut terdapat pada susunan rantai molekulnya di dalam kristal. Pada α-kitin, rantainya tersusun secara antiparalel (↑↓), sedangkan pada β-kitin, rantainya tersusun paralel (↑↑), dan pada φ-kitin, rantainya terdiri dari tiga dimana dua rantai tersusun paralel dan satu tersusun antiparalel (↑↓↑).

Dari ketiga bentuk di atas, α-kitin merupakan bentuk yang paling stabil. Bentuk ini ditemukan pada kutikula *antropoda* dan jamur, φ-kitin dapat berubah menjadi α-kitin jika ditambahkan larutan jenuh litium tiosianat pada suhu kamar.

Bentuk ini ditemukan pada *Petinus tectus dan Rhynchaenus fagi*, sedangkan bentuk β-kitin ditemukan pada indung sutera *Coinus* dan *Cleopus*. Ketiga bentuk ini juga ditemukan pada satu organisme, yaitu pada cumi-cumi (*Loligo sp*) dengan penyebaran α-kitin pada mulutnya, β-kitin pada pennya dan φ-kitin pada lapisan perutnya.

3.4 Demineralisasi dan Deproteinasi

Demineralisasi adalah suatu tahap pemisahan mineral, sedangkan deproteinasi adalah suatu tahap pemisahan protein. Proses demineralisasi dan deproteinasi merupakan salah satu langkah pada isolasi kitin. Proses ekstraksi kitin dimulai dengan mencuci kulit/cangkang kepiting dengan air tawar bersih. Selanjutnya dihancurkan dengan *blender*, untuk kemudian dilakukan deproteinasi menggunakan larutan alkali (0,5 N NaOH) sambil dipanaskan, dan disaring, .

Residu (padatan), lanjutnya, dicuci dengan aquades, untuk memasuki proses demineralisasi menggunakan 1 N HCl pada suhu kamar. Setelah itu dilakukan penyaringan, residu dicuci dengan aquades. Residu kemudian diputihkan menggunakan larutan NaOCl 0,5%, kemudian dilakukan penyaringan dan pencucian serta pengeringan pada suhu 30-40 derajat celcius selama 8-12 jam. Dari tahap ini akan diperoleh senyawa antara yang disebut kitin. Kitin ini kemudian dideasetilasi menggunakan NaOH 40%, dilanjutkan dengan penyaringan dan pencucian sampai bersih lalu dikeringkan dan didapatka kitosan.

3.5 Isolasi Kitin

Isolasi kitin dari cangkang kepiting dilakukan menurut metode Hong, dkk. (1989), yang terdiri dari dua langkah, yaitu deproteinasi dan demineralisasi. Prinsip kerja dari isolasi adalah mengisolasi senyawa untuk diambil bagian yang diinginkan. Deproteinasi dilakukan dengan cara merefluks cangkang kepiting dalam larutan NaOH 3,5% (b/v) pada suhu 65 °C. Hasil refluks didinginkan, residu disaring dan dicuci dengan aquades hingga pH netral dan kemudian dikeringkan. Untuk proses demineralisasi, cangkang kepiting yang telah bebas protein dimasukkan ke dalam larutan HCl 1 M dan diaduk selama 30 menit pada suhu kamar. Langkah berikutnya dilakukan penyaringan, pencucian dengan aquades hingga pH netral dan pengeringan pada suhu 60 °C untuk mendapatkan kitin.

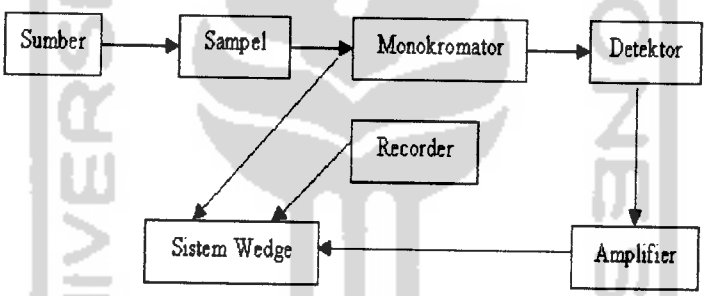
3.6 Inframerah (IR)

Menurut Anwar (1999), daerah inframerah (infra artinya di bawah) meliputi infrared dekat *(Near infrared, NIR)* antara 20.000 s/d 4000 cm^{-1} atau 0,5 s/d 2,5 μm, IR tengah 4000 s/d 400 cm^{-1} atau 2,5 – 25 μm dan IR jauh *(Far Infrared, FIR)* berada pada 400 s/d 10 cm^{-1} atau 25 – 1000 μm.

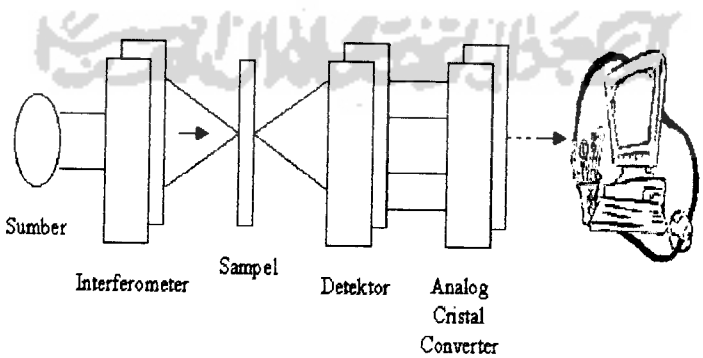
Bagian molekul yang sesuai berinteraksi dengan sinar IR adalah ikatan di dalam molekul. Proses interaksinya menghasilkan eksistasi energi vibrasi. Dalam aturan seleksi, proses interaksi positif (yang menyerap sinar IR) hanya terjadi pada molekul yang perubahan momen dipolnya tidak sama dengan nol atau disebut IR aktif. Sedangkan yang perubahan momen dipolnya sama dengan nol

misalnya molekul nitrogen tidak dapat menyerap sinar IR atau disebut IR tidak aktif. Karena interaksi sinar IR dengan molekul akan menghasilkan transisi vibrasi, maka molekul kemudian dapat dipandang sebagai tersusun dari bola-bola yang dihubungkan dengan pegas (ikatan).

Syarat sampel yang akan dianalisa adalah harus memiliki tingkat kemurnian yang sangat tinggi dan bebas air, IR sangat sensitif dengan air karena IR menggunakan lensa higroskopis. Fungsi utama dari spektrometri IR adalah untuk mengenal struktur molekul khususnya gugus fungsional beserta lingkungannya. Skema peralatan IR dapat dilihat pada gambar 4.

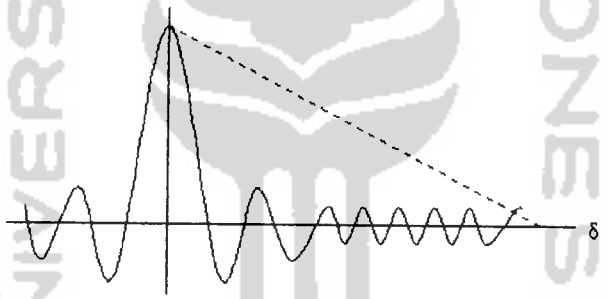


Gambar 4. Skema peralatan IR dispersi.

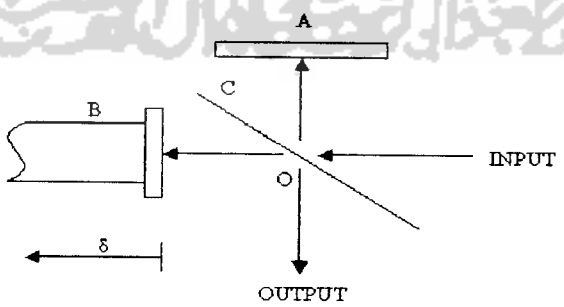


Gambar 5. Skema peralatan FTIR.

Prinsip IR *(Infra Red)* yang digunakan adalah FTIR *(Fourier Transform Infrared Spectroscopy)*. Skema peralatan FTIR dapat dilihat pada gambar 5. Perbedaan utama antara IR dispersi dengan FTIR terletak pada digunakannya interferometer. Mekanisme interferensi sinar dapat diterangkan melalui gambar 6. Ada tiga bagian utama dari interferometer yaitu cermin tetap (A), cermin bergerak (B) dan penjatah sinar (C). Pusat penjatah sinar adalah O. Sinar dibagi dua pada O. Bagian satu dilewatkan pada cermin tetap A kemudian kembali, sedangkan bagian yang lain dilewatkan pada cermin B dan kembali. Kedua berkas digabung kembali di O sebagaimana dapat dilihat dalam gambar 7.



Gambar 6. Keluaran sinar interferensi interferometer Michelson.



Gambar 7. Skema interferometer Michelson.

Spektrum sampel dapat diperoleh dengan membandingkan dua pengukuran S(υ) dengan dan tanpa sampel. Pada dasarnya transformasi Fourier merubah wilayah hubungan intensitas-jarak menjadi intensitas-bilangan gelombang. Kelebihan alat FTIR dibandingkan dengan dispersi adalah kemampuannya untuk menghasilkan spektra dengan ratio antara signal (S) dan nois (N), S/N, yang lebih tinggi dalam waktu yang relatif singkat.

Ada tiga keuntungan interferometer dibandingkan grating atau alat pendispersi sinar lainnya.

1. Multipleks atau keuntungan Fellgett, di mana semua frekuensi spektra diukur serentak oleh detektor. Ini berarti bahwa FTIR mengukur IR jauh lebih cepat daripada IR konvensional.
2. *Throughput* atau keuntungan Jacquinot, berkas radiasi dari sumber tidak dibatasi oleh sempitnya celah. Dengan demikian kepekaan FTIR jauh di atas IR Dispersi.
3. Ketelitian panjang gelombang atau keuntungan Connes, pada interferometer resolusi tinggi, ketepatan (akurasi) panjang gelombang lebih tinggi.

Di samping keunggulan tersebut, kelebihan lainnya adalah dapat dilakukannya pengukuran suatu spektrum senyawa murni terhadap spektrum senyawa campuran.

3.7 X-RD (X-Ray Difraction)

Menurut Wahyuni (2001), metode difraksi sinar-X, merupakan metode spektroskopi sinar-X, yaitu metode analisis yang didasarkan pada interaksi antara materi dengan radiasi elektromagnetik sinar-X. Jenis spektroskopi sinar-X adalah difraksi sinar-X dan fluorosensi sinar-X. Dasar analisis metode difraksi sinar-X adalah pengukuran radiasi sinar-X yang terdifraksi oleh bidang kristal.

Sinar-X merupakan radiasi elektromagnetik dengan λ = 0,5-2,5 Å dan Energi = $\pm 10^7$ eV. Hanya dapat digunakan untuk menganalisis padatan kristalin. Jenis interaksi dalam X-RD adalah difraksi (pemantulan) dimana yang diamati yang paralel.

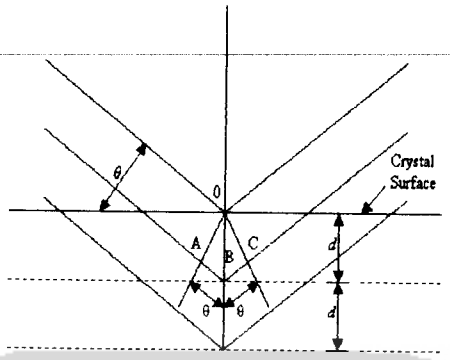
3.7.1 Difraksi Sinar-X

1. Hipotesis Laue :

   Jika sinar-X dengan λ yang $\approx$ jarak antara bidang kristal (d), maka akan didifraksi oleh bidang kristal tersebut.

2. Bragg :

   Jika dua berkas sinar-X yang paralel mengenai bidang-bidang kristal yang sama dengan jarak antar bidang (d), maka perbedaan jarak yang ditempuh oleh kedua sinar tersebut berbanding langsung dengan panjang gelombang. Berkas sinar-X dapat dilihat pada gambar 8.



Gambar 8. Berkas sinar-X parallel.

$AB + BC = n\lambda$

$AB = d \sin\theta = OB \sin\theta$

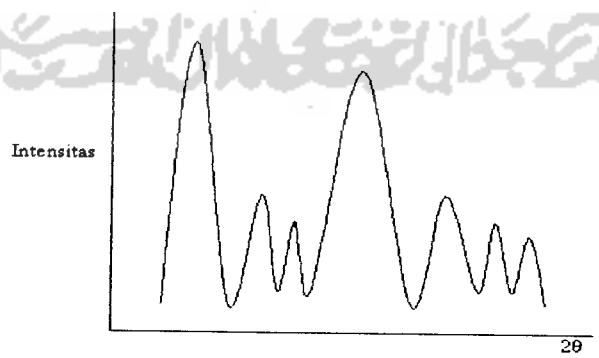
$AB = BC$ dimana $n\lambda = 2 d \sin\theta$

$\lambda = 2 d \sin\theta$

Rumus :

$\lambda = 2 d \sin\theta$

$d = \frac{\lambda}{2 \sin\theta}$



Gambar 9. Difraktogram atau data yang dihasilkan oleh X-RD.

Karena setiap kristal mempunyai d yang karakteristik maka jenis kristal dapat diidentifikasi. Kristal adalah zat padat yang atom-atomnya tersusun menurut pola yang berulang dalam 3 dimensi. Kegunaan X-RD adalah untuk mengidentifikasi analisis sampel dan mengidentifikasi adanya zat pengotor. Data X-RD adalah difraktogram = pola difraksi di mana dapat dilihat pada gambar 9. Cara mengolah data yang dihasilkan X-RD, yaitu:

1. 2θ diubah menjadi d
2. Intensitas (I) tertinggi dianggap 100 %
3. Tiga harga d dengan I tertinggi dibandingkan dengan d dan I standar

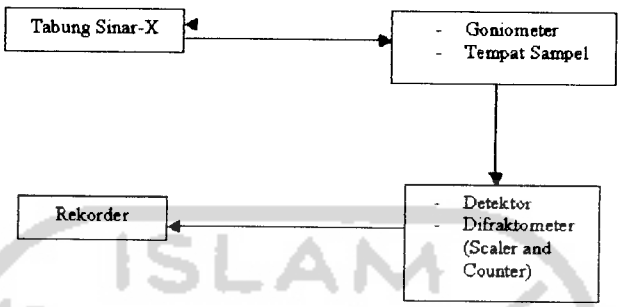
3.7.2 Metode Difraksi

a. Kristal tunggal : sampel harus berbentuk kristal tunggal. Tidak semua bahan dapat dibuat sebagai kristal tunggal (pemakainanya terbatas).

b. Bubuk (powder) : sampel berbentuk serbuk. Metode ini dapat digunakan secara luas. Dalam bentuk serbuk, semua bidang kristal yang ada dapat terorientasi sedemikian rupa sehingga dapat mendifraksi sinar-X.

3.7.3 Metode Bubuk

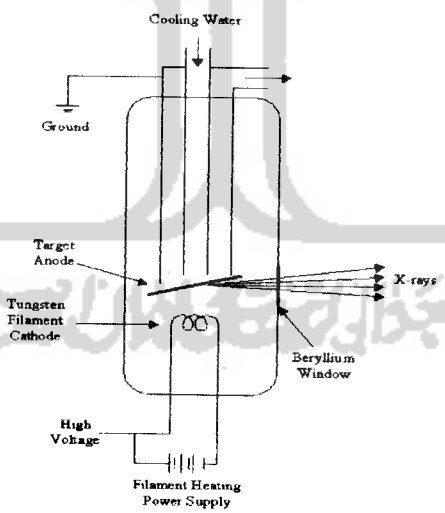
a. Susunan alat dapat dilihat pada gambar 10:



Gambar 10. Susunan alat metode bubuk.

b. Cara Kerja Alat

1) Tabung sinar-X: gambar 11. Tempat produksi sinar-X, dimana berisi: katoda filamen tungsten (W) sebagai sumber elektron dan anoda yang berupa logam target.



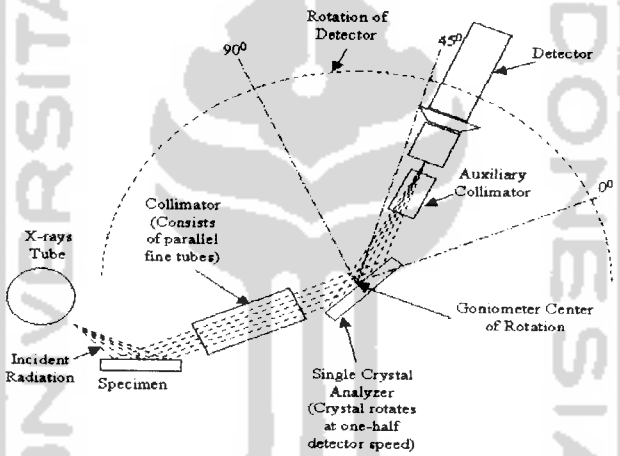
Gambar 11. Tabung sinar-X.

2) Goniometer (disajikan sebagai gambar-12)

Satu unit dengan tempat sampel dan detector. Bergerak memutar selama alat dioperasikan.

3) Tempat sampel :

Lempeng logam atau plat kaca yang cekung atau lobang di tengahnya, dimana sampel serbuk diisikan. Sampel berputar bersama goniometer dan membentuk sudut terhadap sinar-X yang datang di mana dapat dilihat pada gambar 12.



Gambar 12. Susunan alat difraksi sinar-X.

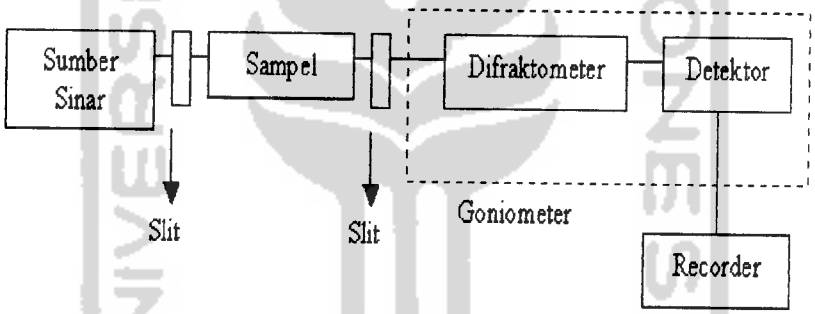
4) Detektor gas

Berisi gas yang sensitif terhadap sinar-X, katoda dan anoda. Cara kerja: atom-atom gas akan terionisasi saat terkena sinar-X (yang terdifraksi oleh sampel) membentuk e^- dan G^+. Elektron menuju katoda dan kation menuju anoda sehingga menghasilkan arus listrik. Arus listrik diubah menjadi pulsa yang akan dihitung oleh *counter* dan *scaler*. *Counter* mendeteksi posisi sudut difraksi dan *scaler* mendeteksi intensitas.

5) Rekorder

Menampilkan keluaran yang berupa pola difraksi atau difraktogram, hubungan antara intensitas dengan sudut difraksi 2θ. Posisi sudut difraksi menggambarkan jenis kristal. Intensitas dapat mewakili konsentrasi kristal maupun tingkat kekristalan suatu sampel. Sampel dengan kekristalan tinggi, meskipun jumlahnya sedikit, akan memberikan intensitas yang tinggi dan tajam.

3.7.4 Peralatan X-RD



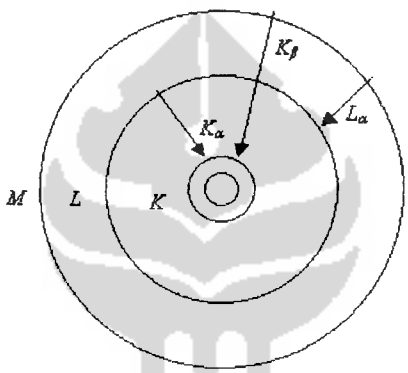
Gambar 13. Skema peralatan X-RD.

Peralatan X-RD: gambar 13, sinar diam → sampel bergerak dengan posisi 0 - 180° C. Sumber sinar berasal dari tabung sinar-X (tempat produksi sinar-X) kemudian gas yang apabila dikenai energi potensial besar (20-50 kv) maka akan menembak logam target dan dihasilkan sinar-X, dilanjutkan ke polikromatis di dalam polikromatis ada filter, dari polikromatis dilanjutkan ke monokromatis dan terakhir slit.

3.7.5 Produksi Sinar-X

Produksi sinar-X dapat diperoleh di antaranya dari :

a. Jika seberkas elektron ditembakkan pada logam target oleh energi potensial yang tinggi, maka elektron pada kulit atom yang terdalam akan terlempar ke luar sehingga terjadi kekosongan. Kekosongan ini akan diisi oleh elektron pada kulit yang lebih luar sambil memancarkan energi yang disebut sinar-X di mana dapat dilihat pada gambar 14.



Gambar 14. Proses terjadinya radiasi/sinar-X.

b. Spektrum kontinyu atau spektrum putih dihasilkan oleh potensial yang lebih rendah dari 20 kV. Proses terjadinya: berkas elektron dengan energi yang kurang tinggi tidak dapat menembus awan elektron dalam atom target, tetapi akan terserap oleh awan tersebut dan diubah menjadi panas.

c. Spektrum diskrit atau karakteristik atau khas dihasilkan oleh potensial lebih tinggi dari 20 kV.

3.8 Hipotesis

Isolasi kitin dari cangkang kepiting dilakukan melalui demineralisasi menggunakan larutan HCl dan dilanjutkan dengan deproteinasi menggunakan larutan NaOH. Oleh karena itu:

3.8.1 Hipotesis I

Apabila demineralisasi menggunakan larutan HCl mampu menghilangkan komponen-komponen anorganik, maka keberhasilan ini dapat dilihat dari spektra IR hasil karakterisasi, yaitu salah satunya hilangnya puncak serapan pada bilangan 875 cm^{-1} yang merupakan puncak serapan vibrasi Si-O.

3.8.2 Hipotesis II

Apabila deproteinasi cangkang kepiting dengan larutan NaOH mampu menghilangkan protein, maka keberhasilan ini dapat dilihat dari spektra IR hasil karakterisasi, yaitu dengan turunnya intensitas puncak serapan di bilangan gelombang 1650-1624 cm^{-1} yang merupakan puncak serapan vibrasi rentang C=O dari amida.

BAB IV

METODOLOGI PENELITIAN

4.1 Alat dan Bahan yang Dugunakan

4.1.1 Alat yang digunakan dalam penelitian

a. Satu set alat refluks
b. Peralatan gelas (gelas beker, erlenmeyer, labu ukur, pipet tetes, gelas ukur, labu alas bulat, termometer, gelas arloji, pengaduk dan corong gelas)
c. Kertas saring Whatman (40 dan 41)
d. Alat penumbuk
e. Pompa vakum
f. Timbangan
g. Mesh screen 100 dan 150 mesh
h. pH meter Inolab
i. Spektrofotometer FTIR 8201 PC
j. X-RD Shimadzu X6000
k. Oven Memmert model 400 D6060
l. *Furnace* Vulcan A-550

4.1.2 Bahan yang digunakan dalam penelitian

a. Cangkang kepiting
b. Aquades
c. NaOH p.a Merck
d. HCl p.a Merck
e. Kitin Standar p.a Merck

4.2 Pengambilan Sampel

Sampel yang digunakan adalah kulit/cangkang kepiting yang diperoleh dari pasar tradisional di Jogjakarta. Kepiting yang dipakai pada penelitian ini termasuk dalam famili kepiting perenang, Portunidae dengan nama latin *Polybius henslowii*, cangkang/kulit yang diambil di bagian cangkang/kulit di badan dan capitnya.

4.3 Cara Kerja

Kulit/cangkang kepiting yang diperoleh dilakukan persiapan sampel terlebih dahulu, kemudian diisolasi menggunakan dua tahap. Tahap pertama yang dilakukan adalah demineralisasi dan tahap kedua adalah deproteinasi. Setiap perlakuan diikuti dengan penentuan spektra IR dengan menggunakan spektrofotometer FTIR 8201 PC dan penentuan difaktogramnya dengan menggunakan X-RD Shimadzu X6000, kecuali pada persiapan sampel dan pada tahap demineralisasi. Selain itu juga dilakukan analisis karakterisasi fisik dengan menghitung rendemen dan kadar abu.

4.3.1 Persiapan Sampel

Kulit/cangkang kepiting yang telah dibersihkan dari daging yang menempel dikeringkan di sinar matahari. Setelah kulit/cangkang kepiting kering (mudah dihancurkan) dihaluskan dan disaring dengan menggunakan saringan 100 mesh dan didapatkan serbuk halus kulit/cangkang kepiting.

4.3.2 Isolasi Kitin

Isolasi kitin dari kulit/cangkang kepiting dilakukan dengan metode kebalikan dari yang dilakukan oleh Hong, dkk. (1989), yang terdiri dari dua langkah, yaitu demineralisasi dan deproteinasi. Untuk proses demineralisasi, serbuk kulit/cangkang kepiting dimasukkan ke dalam larutan 450 mL HCl 1 M dan diaduk selama 30 menit pada suhu kamar. Langkah berikutnya dilakukan penyaringan, pencucian dengan aquades hingga pH netral dan pengeringan dalam oven pada suhu 60°C selama 4 jam, dan didapatkan serbuk. Kemudian dilanjutkan dengan proses deproteinasi, proses ini dilakukan dengan cara merefluks serbuk halus kulit/cangkang kepiting yang telah bebas mineral dalam larutan 500 mL NaOH 3,5% (b/v) pada suhu 65°C. Hasil refluks didinginkan, residu disaring dan dicuci dengan aquades hingga pH netral dan kemudian dikeringkan untuk mendapatkan kitin. Hasil yang didapat dari isolasi tersebut dibandingkan dengan menggunakan hasil analisa kitin standar.

4.3.3 Karakterisasi Fisik

Analisisis yang dilakukan dalam karakterisasi fisik ini adalah menghitung rendemen dan kadar abu. Menghitung rendemen ini dilakukan untuk mengetahui jumlah kitin yang terdapat pada cangkang kepiting, sedangkan menghitung kadar abu ini dilakukan untuk mengetahui kemurnian kitin yang dihasilkan.

4.3.3.1 Rendemen

Berat kulit/cangkang kepiting sebelum dilakukan isolasi ditimbang terlebih dahulu kemudian merupakan berat awal. Residu yang didapatkan dari proses isolasi kitin ditimbang dan didapatkan berat akhir. Dicari rendemen dengan menggunakan rumus:

Rendemen = Berat akhir/Berat awal × 100%

4.3.3.2 Kadar abu

Residu yang telah dihasilkan pada proses isolasi kitin diambil 1 gram. Kemudian dimasukkan ke dalam *furnace* dengan suhu 400°C sampai berat yang dihasilkan konstan. Rumus yang digunakan untuk mencari % kadar abu adalah:

$$\text{Kadar abu (\%)} = \frac{\text{Berat sisa}}{\text{Berat kitin awal}} \times 100\%$$

BAB V

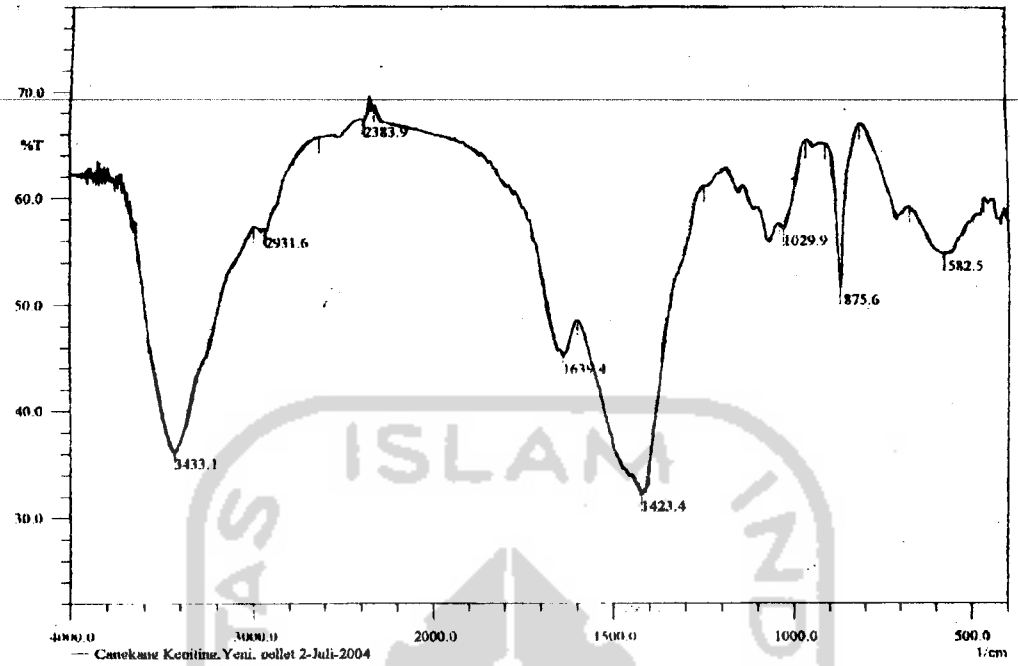
HASIL DAN PEMBAHASAN

Percobaan ini adalah isolasi kitin dari cangkang kepiting yang dilakukan dengan metode kebalikan dari yang dilakukan oleh Hong, dkk. (1989), yaitu melalui proses demineralisasi dengan menggunakan asam klorida (HCl) 1M dan dilanjutkan dengan proses deproteinasi dengan menggunakan natrium hidroksida (NaOH) 3,5 % (b/v).

5.1 Cangkang Kepiting

Cangkang kepiting tersusun dari beberapa komponen antara lain yaitu protein, mineral dan kitin serta pengotor-pengotor lainnya. Hal ini dapat dilihat dengan melakukan identifikasi gugus fungsional yang terkandung di dalam cangkang kepiting tersebut dengan menggunakan spektrofotometer FTIR 8201 PC. Spektra IR yang digunakan untuk penentuan gugus fungsional digunakan pula untuk memperkirakan komposisi kimia yang terdapat pada cangkang kepiting tersebut sebagai bahan dasar adsorben. Spektra IR cangkang kepiting ditunjukkan pada gambar 15.

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
PERPUSTAKAAN
FMIPA



Bilangan Gelombang

Gambar 15. Spektra IR cangkang kepiting.

Komponan protein dapat dilihat pita serapan pada daerah 2931,6 cm^{-1} dan 2383,9 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur –CH- dari metilen ($-CH_2-$) dan metil ($-CH_3$). Pita serapan di bilangan gelombang 1639,4 cm^{-1} menunjukkan vibrasi rentangan –C-O pada gugus –C=O (karbonil) yang diperkuat adanya bilangan gelombang pada daerah 1029,9 cm^{-1} serta angka serapan pada bilangan gelombang 1423,4 cm^{-1} akibat tekukan –NH- pada gugus peptida (R-NH-C=O). Hal ini semua memperkuat bahwa pada cangkang kepiting mengandung gugus peptida (-CONH-) yang membentuk rangkaian asam amino sebagai penyusun protein. Komponen mineral dapat dilihat dari pita serapan pada daerah 875,6 cm^{-1} sebagai akibat vibrasi rentangan dari Si-O. Sehingga dapat diketahui bahwa di dalam cangkang kepiting mengandung mineral silika yang cukup banyak dan

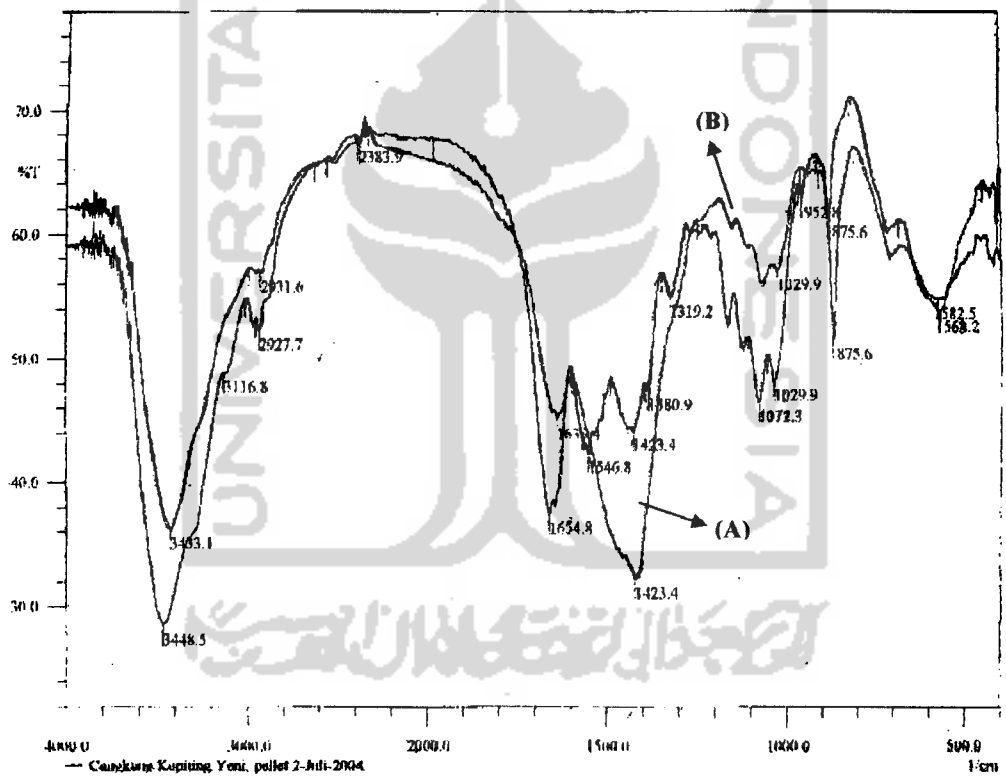
logam-logam yang terikat secara alami. Ini juga dapat dilihat pada pita serapan 1423,4 cm^{-1} muncul dengan intensitas yang tinggi ini disebabkan karena terikatnya mineral-mineral alam pada gugus NH. Vibrasi utama yang menunjukkan adanya biopolimer kitin dapat dilihat dari spektra pada pita serapan 3433,1 cm^{-1} dimana vibrasi ini menunjukkan rentangan gugus –OH terikat dan serapan lemah di sekitar 800 cm^{-1} dapat digunakan untuk mengidentifikasi terdapatnya gugus ini. Spektra selengkapnya dapat dilihat pada lampiran 2.

Di antara penyusun tersebut kitin adalah biopolimer yang sangat berharga terutama penggunaannya sebagai adsorben logam berat yang terdapat pada limbah industri. Untuk memperoleh kitin terlebih dahulu harus menghilangkan protein, mineral dan pengotor-pengotor lainnya yang terkandung di dalam cangkang kepiting. Proses yang digunakan untuk menghilangkan mineral, protein dan pengotor-pengotor lainnya adalah dengan cara mengisolasi cangkang kepiting dengan menggunakan dua tahap. Dimana tahap pertama yang digunakan adalah proses demineralisasi yang bertujuan untuk menghilangkan mineral dan tahap kedua yaitu proses deproteinasi yang bertujuan untuk menghilangkan protein.

5.2 Proses Demineralisasi

Proses pertama yang dilakukan untuk isolasi kitin dari cangkang kepiting adalah proses demineralisasi. Proses demineralisasi ini bertujuan untuk mengurangi atau menghilangkan kandungan mineral anorganik yang terdapat pada cangkang kepiting. Proses demineralisasi dilakukan karena kitin yang mempunyai gugus aktif $–NHCOCH_3$ memiliki kemampuan untuk mengadakan

interaksi dengan ion logam. Sebagian besar mineral yang terkandung di dalam cangkang kepiting tersebut adalah $CaCO_3$. Proses demineralisasi ini dilakukan dengan menambah larutan HCl 1M ke dalam cangkang kepiting yang telah dihaluskan. Proses demineralisasi ditandai dengan terbentuknya gas karbondioksida yang berupa gelembung pada saat larutan HCl ditambahkan. Untuk menghilangkan HCl yang masih tertinggal maka dilakukan proses pencucian dengan menggunakan akuades sampai pH netral.



Bilangan Gelombang

Gambar 16. Spektra IR cangkang kepiting (A) dan cangkang kepiting yang sudah mengalami proses demineralisasi (B).

Spektra pada gambar 16 (B), menunjukkan spektra IR cangkang kepiting yang sudah mengalami proses demineralisasi. Pada spektra IR cangkang kepiting

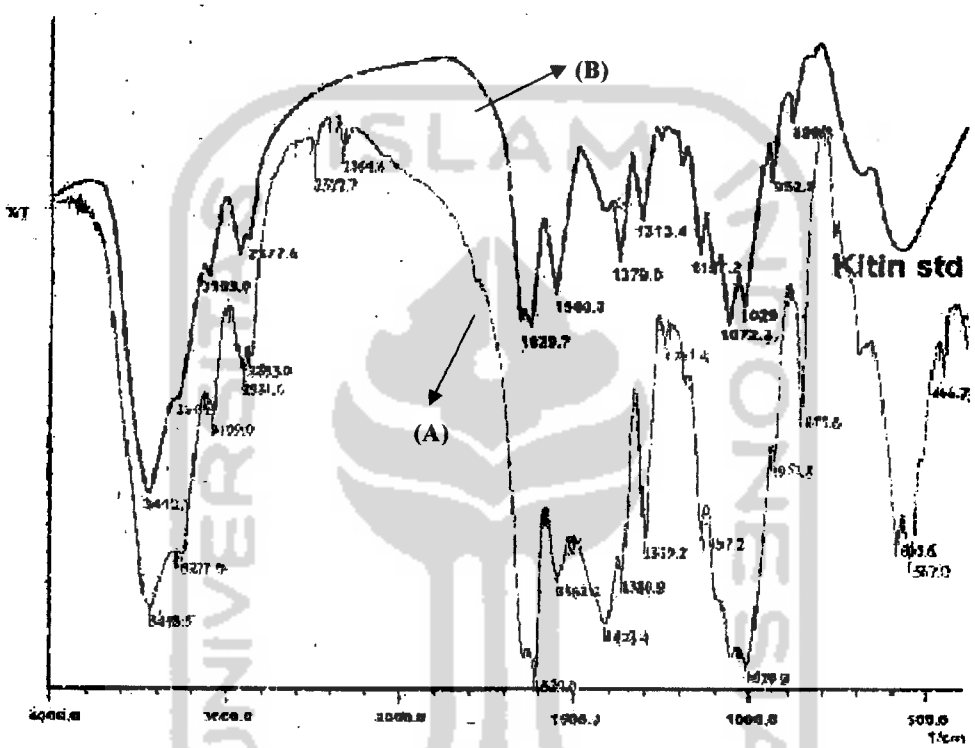
yang sudah mengalami proses demineralisasi terlihat adanya pita serapan pada daerah 3448,5 cm^{-1}; 3116,8 cm^{-1}; 2927,7 cm^{-1}, 1654,8 cm^{-1}; 1546,8 cm^{-1}; 1423,4 cm^{-1}; 1380,9 cm^{-1}; 1319,2 cm^{-1}; 1072,3 cm^{-1}; 1029,9 cm^{-1}; 952,8 cm^{-1}; 875,6 cm^{-1} dan 563,4 cm^{-1}. Spektra selengkapnya dapat dilihat pada lampiran 2. Gambar spektra IR cangkang kepiting yang sudah mengalami proses demineralisasi bila dibandingkan dengan spektra IR dari cangkang kepiting (A) terlihat perubahan intensitas pada bilangan gelombang 875,6 cm^{-1} yang menandakan bahwa kandungan mineral silika yang cukup banyak pada cangkang kepiting sudah berkurang, serta pada bilangan gelombang 1423,4 cm^{-1} muncul dengan intensitas yang rendah dimana ini menunjukkan bahwa mineral-mineral yang terikat pada gugus NH sebagian besar telah hilang pada proses demineralisasi. Hal ini menunjukkan bahwa dengan proses demineralisasi dapat mengurangi kandungan mineral yang terikat pada gugus NH dan mineral silika yang terdapat pada cangkang kepiting. Selama pemisahan mineral dalam proses demineralisasi terjadi reaksi sebagai berikut:

$$CaCO_{3\,(s)} + 2\,HCl_{\,(aq)} \longrightarrow CO_{2\,(g)} + H_2O_{\,(l)} + Ca^{2+}_{\,(aq)} + 2\,Cl^-_{(aq)}$$

5.3 Proses Deproteinasi

Setelah proses demineralisasi, proses kedua yang harus dilakukan adalah proses deproteinasi. Proses deproteinasi ini dilakukan untuk menghilangkan atau mengurangi protein yang masih terdapat pada hasil setelah proses demineralisasi. Efektivitas proses deproteinasi tergantung pada konsentrasi NaOH, waktu dan

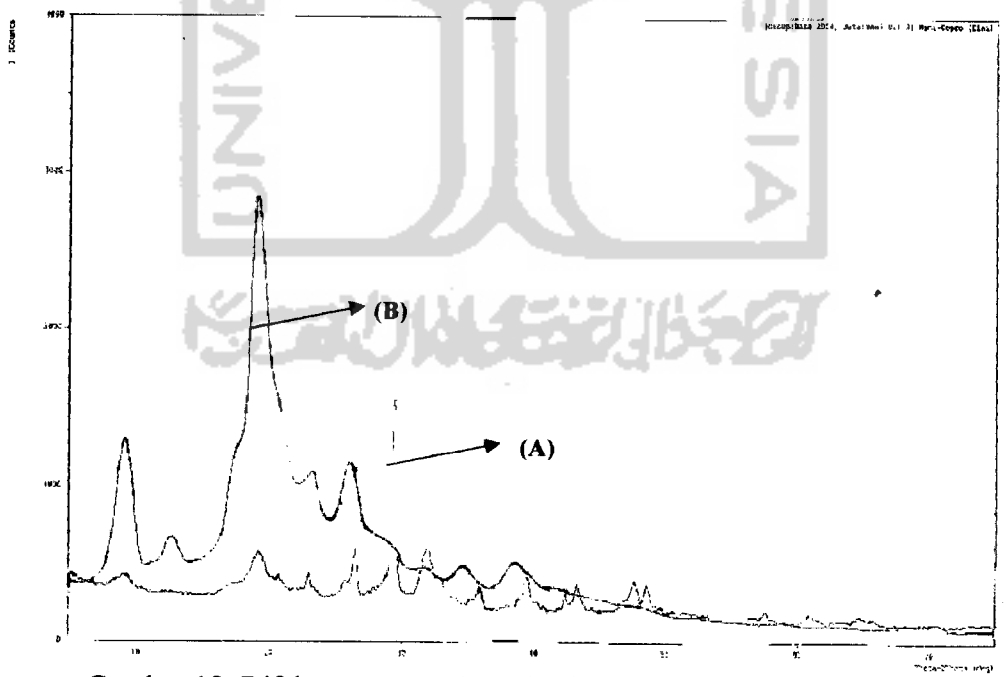
suhu yang digunakan. Makin tinggi konsentrasi dan suhu yang digunakan makin efektif proses pemisahan protein. Kondisi optimum pada proses deproteinasi tercapai dengan menggunakan larutan NaOH 3,5 % (b/v) pada suhu 65 °C selama 2 jam (No, 1989).



Gambar 17. Spektra IR cangkang kepiting yang mengalami proses deproteinasi (A) dan spektra IR kitin standar (B).

Gambar 17 (A) pada spektra IR yang sudah mengalami proses demineralisasi dan deproteinasi terlihat muncul pita serapan pada daerah 3448,5 cm^{-1}; 3271, 0 cm^{-1}; 3109, 0 cm^{-1}; 2931,6 cm^{-1}; 2893,0 cm^{-1},2522,7 cm^{-1}; 2364,6 cm^{-1}, 1624,0 cm^{-1}; 1562,2 cm^{-1}; 1423,4 cm^{-1};1380,9 cm^{-1}; 1319,2 cm^{1}; 1261,4 cm^{-1}; 1157,2 cm^{-1}; 1029,9 cm^{-1}; 952,8 cm^{1}; 875,6 cm^{1}; 605,6 cm^{-1}; 567,0 cm^{-1}; 466,7 cm^{-1}. Spektra selengkapnya dapat dilihat pada lampiran 2.

Apabila dibandingkan dengan spektra IR kitin standar (B) spektra IR ini masih terdapat pita serapan pada daerah 2931,6 cm^{-1} dan 2383,9 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur –CH- dari metilen ($-CH_2-$) dan metil ($-CH_3$), 1639,4 cm^{-1} dimana pita serapan ini menunjukkan vibrasi rentangan –C-O pada gugus –C=O (karbonil) yang diperkuat adanya bilangan gelombang pada daerah 1029,9 cm^{-1} dan bilangan gelombang 1423,4 cm^{-1} yang merupakan pita serapan dari gugus aktif amida ($-NHCOCH_3$) dan $-NH_2$. Penurunan intensitas ini didukung pula dengan penurunan intensitas pita serapan pada bilangan gelombang 3271,0 cm^{-1}, yang merupakan pita serapan vibrasi tekukan $-NH_2$. Hasil akhir dari proses demineralisasi dan deproteinasi ini juga dilakukan analisis dengan menggunakan X-RD Shimadzu X6000. Dalam analisis X-RD ini dapat diketahui kristalitasnya. Difaktogram ditunjukkan pada gambar 18.



Gambar 18. Difaktogram cangkang kepiting yang mengalami proses deproteinasi (A) dan difaktogram kitin standar (B).

Difraksi pada difaktogram cangkang kepiting yang sudah mengalami proses demineralisasi dan deproteinasi terdapat beberapa difraksi maksimum dengan intensitas yang bervariasi, yaitu pada 2θ = 18,78; 19,12; 22,98; 26,40; 29,36; 31,46; 31,80; 32,02; 32,34; 35,93; 39,39; 42,24; 43,17; 47,34; 47,60 dan 48,55. difraksi paling kuat terbentuk pada 2θ = 29,36. Difaktogram selengkapnya dapat dilihat pada lampiran 2.

Untuk difaktogram kitin standar terdapat beberapa difraksi maksimum dengan intensitas yang bervariasi, yaitu pada 2θ = 9,15; 12,65; 17,08; 19,36; 21,02; 23,34; 26,09;29,28; 34,92 dan 39,56. Difraksi paling kuat terbentuk pada 2θ = 19,36. Difaktogram selengkapnya dapat dilihat pada lampiran 2.

5.4 Derajat Deasilasi

Untuk dapat mengetahui persentase derajat deasetilasi adsorben terlebih dahulu dilakukan identifikasi gugus fungsional dengan menggunakan spetrofotometer FTIR 8201 PC.

Perhitungan persentase derajat deasilasi dari spektra IR kitin dari cangkang kepiting yang telah didemineralisasi dan deproteinasi dilakukan dengan cara membandingkan absorbansi pada bilangan gelombang untuk gugus amida –NH (1650-1500 cm^{-1}) dengan absorbansi pada bilangan gelombang untuk gugus hidroksi –OH (3500-3200 cm^{-1}). Pada proses deasilasi kitin yang sempurna, nilai absorbansi untuk vibrasi gugus amida adalah 1,33 (Basttman dalam Lesbani, 2001).

Rumus % derajat deasilasi dari spektra inframerah (Sannan dan Wood, 1989):

$$\% D = 98,03 - 34,68 (A_{1550} / A_{2800})$$

Tabel 4: Persentase derajat deasilasi.

Jenis bahan	Derajat Deasilasi (%)
Demineralisasi	49,99
Deproteinasi	50,56

Hasil perhitungan persentase derajat deasilasi ini dapat dilihat pada lampiran 3. Derajat deasilasi kitin hasil penelitian yaitu 50,56%. Tabel 4 menunjukkan derajat deasilasi pada proses demineralisasi adalah 49,99%. Nilai derajat deasilasi pada cangkang kepiting setelah didemineralisasi dilanjutkan dengan deproteinasi yaitu 50,56%. Menurut Hayes dalam Shofiyani (2001) nilai derajat deasilasi <60% menunjukkan bahwa yang paling dominan adalah kitin dan >60% menunjukkan bahwa yang paling domonan adalah kitosan. Dan dari hasil perhitungan pada penelitian ini nilai deasilasi yang diperoleh <60% berarti hasil penelitian menunjukkan bahwa yang paling dominan adalah kitin.

5.5 Karakterisasi Fisik

5.5.1 Rendemen

Rendemen adsorben kitin yang didapatkan dari cangkang kepiting yang melalui proses demineralisasi dan deproteinasi dengan menggunakan rumus:

Rendemen = Berat akhir/Berat awal × 100%

Berat awal yang dipakai yaitu 50 gram serbuk cangkang kepiting, sedangkan berat akhir cangkang kepiting yaitu 8,78 gram. Sehingga rendemen yang didapat adalah 17,56% dimana perhitungannya terdapat pada lampiran 4.

5.5.2 Kadar abu

Kadar abu dilakukan untuk mengetahui seberapa banyak abu yang terdapat pada cangkang kepiting yang sudah mengalami demineralisasi dan deproteinasi. Rumus yang digunakan untuk mengetahui kadar abu adalah:

$$\text{Kadar abu (\%)} = \frac{\text{Berat sisa}}{\text{Berat kitin}} \times 100\%$$

Serbuk cangkang kepiting yang telah mengalami demineralisasi dan deproteinasi di *furnace* sampai berat yang didapat konstan. Setelah konstan didapat berat 0,4382 gram dimana berat awal adalah 1 gram. Dengan menggunakan rumus di atas maka didapatkan % kadar abu sebesar 43,82% dimana perhitungannya terdapat pada lampiran 4.

BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

6.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Setelah proses demineralisasi, kandungan mineral yang cukup banyak pada cangkang kepiting sudah berkurang. Hal ini dapat dilihat dari perubahan intensitas pada spektra IR yang menunjukkan pita serapan di sekitar 875,6 cm^{-1} karena pada serapan ini menunjukkan adanya Si-O.
2. Setelah proses deproteinasi, mampu mengurangi kandungan protein. Hal ini dapat terlihat pada penurunan intensitas pita serapan pada bilangan gelombang 1423,4 cm^{-1}, yang merupakan pita serapan dari gugus aktif amida (-$NHCOCH_3$) dan –NH_2. penurunan intensitas ini didukung pula dengan penurunan intensitas pita serapan pada 3271,0 cm^{-1}, yang merupakan pita serapan vibrasi tekukan –NH_2.
3. Dari hasil X-RD didapat kitin dengan kristalitas rendah.
4. Kitin yang diperoleh mempunyai derajat deasilasi 50,56% dan rendemen yang dihasilkan yaitu 17,56%.
5. Kitin yang dihasilkan belum murni, hal ini dapat dilihat dari kadar abu yang dihasilkan yaitu 43,82% dan masih tampaknya pita serapan pada bilangan gelombang 875,6 cm^{-1} (vibrasi Si-O).

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
PERPUSTAKAAN
FMIPA

6.2 Saran

1. Dalam penelitian untuk mengisolasi cangkang kepiting menjadi kitin diharapkan selanjutnya dapat dilakukan dengan metode yang lebih baik dan lebih teliti agar dapat dihasilkan kitin dalam jumlah banyak dan berkualitas tinggi.
2. Diharapkan kitin yang didapatkan dapat dimanfaatkan untuk kepentingan sebagai adsorben logam berat yang terdapat pada limbah industri.

DAFTAR PUSTAKA

Addison, A. P., 2000, *Bioprocess Technologi*, University of Chicago, Chicago.

Afrianto Eddy dan Liviawaty Evi, 1992, *Pemeliharaan Kepiting*, p. 12 – 14, Kanisius, Jogjakarta.

Anwar, Dr., 1999, *Hand Out Prinsip dan Aplikasinya Dalam Industri*, Laboratorium Kimia Organik FMIPA UGM, Jogjakarta.

Arreneuz, S., 1996, *Isolasi Khitin dan Transformasinya menjadi Khitosan dari Limbah Kepiting Bakau (Seylla Serrata) [skripsi]*, Universitas Jendral Ahmad Yani, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Bandung.

Bastaman, S., 1989, *Studies on Degradation and Extraction of Chitin and Chitosan from Crawn Shells*, The Queen's University of Belfast, England.

Brine, C. J., 1984, *Chitin: Accomplishment and Perspectives in Chitin, Chitosan and Related Enzymes*, Academic Press Inc, Orlondo, Florida.

Chen, H.M. and S.P. Meyers, 1982, *Extration of Astaxantin Pigment from Crawfish Wasting using a Soy Oil Process*, J. Food Sci.,47:892-896.

Djagal, W. Marseno, 2002, *Menggali Biopolimer Kelautan Indonesia*, FTP, Universitas Gadjah Mada, Jogjakarta.

Fahmi, R., 1997, *Isolasi dan Transformasi Khitin Menjadi Khitosan*, Jurnal Kimia Andalas, 3 (1) : 61-68.

Ferrer, Paez, J. G., Marmol, Z., Ramons, E., Garcia H. and Forster, C. F., 1996, *Acid Hidrolisysof Shrimp shell wastes and The Production of Single Chell Protein from The hydrolysate*, Journal Bbioresour technology, 57 (1) : 55-60.

Focher, B., Naggi, A., Tarri, G., Cosami, A. and Terbojevich, M., 1992, *Structural Differences Between Chitin Polymorphs and Their Precipitates from Solution Evidence fromCP-MAS 13 C-NMR, FT-IR and FT-Raman Spectroscopy*, Charbohidrat Polymer, 17 (2) : 97-102.

Hirano, s., 1986, *Chitin and Chitosan*, Ulmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Republicka of Germany, 5th ed., A. 6: 231-232.

Hong, N. K., Meyer, S. P., 1989, *Crawfish Chitosan as a Cougulant in Recovery of Organic Compaunds From Seafood Processing Stream*, J. Agric. Food. Chem, 37, 580-583.

Hong, N. K., Meyer, S. P., Lee, K. S., 1989, *Isolation and Characterization of Chitin From Crowfish Shell Waste*, J. Agric. Food. Chem, 37, 575-579.

Indra, 1993, *Hidrolisis Kitin Menjadi Kitosan Serta Aplikasinya sebagai Pendukung Kadar*, Laporan Penelitian, ITS, Surabaya.

Knorr, D., 1991, *Recovery and Utilisation of Chitin and Chitosan in Food Processing Waste Management*, J.Food Technology, 5 (5) : 144-121.

Khopkar, S. M., 2003, *Konsep Dasar Analitik*, Universitas Indonesia.

Lesbani, a., 2001, *Keterlibatan Mekanisme Pertukaran Kation dan Pembentukan Kompleks Dalam Adsorpsi seng (II) dan Kadmium (II) Pada Adsorben Cangkang Kepiting Laut (Portunus Pelogicus Linn)*, Tesis S-2, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta, tidak diterbitkan.

Liptrat, G.E., 1984, *Modern Inorganic Chemistry*, Bell and Hyman, London.

Mitani, T., T. Yamashita, C. Okumura, and H. Ishii, 1995, *Adsorption of Benzoic Acid and Its Derivatives to Swollen Chitosan Beads*, Biosci. Biotech. Biochem, 59. 927-928.

Modrzejewska, Z., and W. Kaminski, 1999, *Separation of Cr (VI) on Chitisan Membranes*, Ind. Eng. Chem. Res., 38. 4946-4950.

Muzzarelli, R.A.A, 1977, *Chitin*, Pergamon Press. Ltd., Headington Hill Hall, Oxford, England.

Neely, M. C. H. and William, 1969, *Chitin and Its Derivates in Industrial*, Gums Kelco Company California, 192-212.

The Merck Indek an Encyclopedia of Chemicals and drugs, 1976, *Chitin*, 9th Ed., Merck and Co, Int. Rahway, N. J. USA, pp. 259.

Tokura, S. and Nishi, N., 1995, *specification and Characterization of Chitin and Chitosan*, Collection of working Papers, 28, Univesiti Kebangsaan Malaysia 8 : 67-78.

Suhardi, 1993, *Kitin dan Kitosan*, Pusat Antar Universitas Pangan dan Gizi, Universitas Gadjah Mada, Jogjakarta.

Shofiyani. A., 2001, *Studi Adsorpsi Cr (III) dan Cr (IV) Pada Kitosan dan Kitosan Sulfat Dari Cangkang udang Windu (Penaus monodon)*, Tesis S-2, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta, tidak diterbitkan.

Wahyuni Tri Endang, 2001, *Metode Difraksi Sinar-X*, Laboratorium Kimia Analitik, FMIPA UGM, Jogjakarta, tidak diterbitkan.

Windolz, 1983, *The Merck Index: An Encyclopedia of Chemicals, Drugs and Biologicals*, 10th ed., Merck and Co, Inc., USA.

Lampiran 1

MENGHITUNG BANYAKNYA HCl DAN NaOH YANG DIPERLUKAN

a. HCl

HCl yang tersedia adalah HCl 25%. Untuk mendapatkan HCl 1M digunakan perhitungan sebagai berikut:

Bj HCl = 1,18 g/mL

BM HCl = 36,5 g/mol

Misal ada 100 mL HCl = 0,1 L

b/v → 1,18 g/mL × 100 mL = 118 g

Massa HCl = 25 % ×118 g

= 29,50 g

n = 29,50g/36,5 g/mol

= 0,808 mol

M_2 = n/v

= 0,808 mol/0,1 L

= 8,082 M

$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$

$1\ M \times 450\ mL = 8{,}082\ M \times V_2$

$450\ M\ mL = 8{,}082\ M \times V_2$

$V_2 = 450\ M\ mL / 8{,}082\ M$

$V_2 = 55{,}679\ mL$

Jadi untuk mendapatkan HCl 1M digunakan HCl 25% sebanyak 55,679 mL dalam 450 mL larutan.

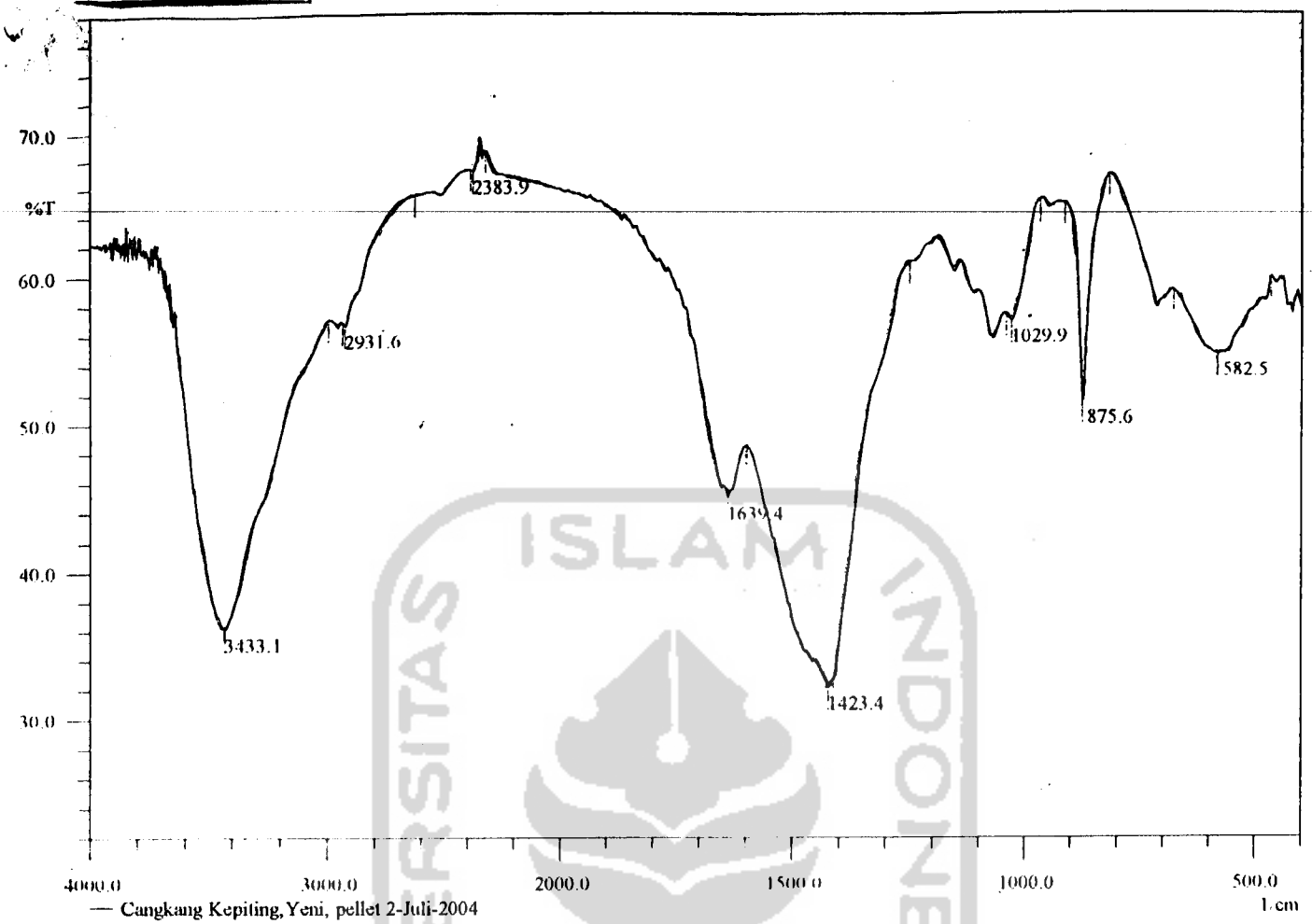
b. NaOH

NaOH yang tersedia adalah berbentuk serbuk. Untuk mendapatkan NaOH 3,5 % (b/v) digunakan perhitungan sebagai berikut:

3,5 % (b/v) × 500 mL = 17,5 g

Jadi untuk mendapatkan NaOH 3,5 % (b/v) digunakan NaOH sebanyak 17,5 g dalam 500 mL larutan.

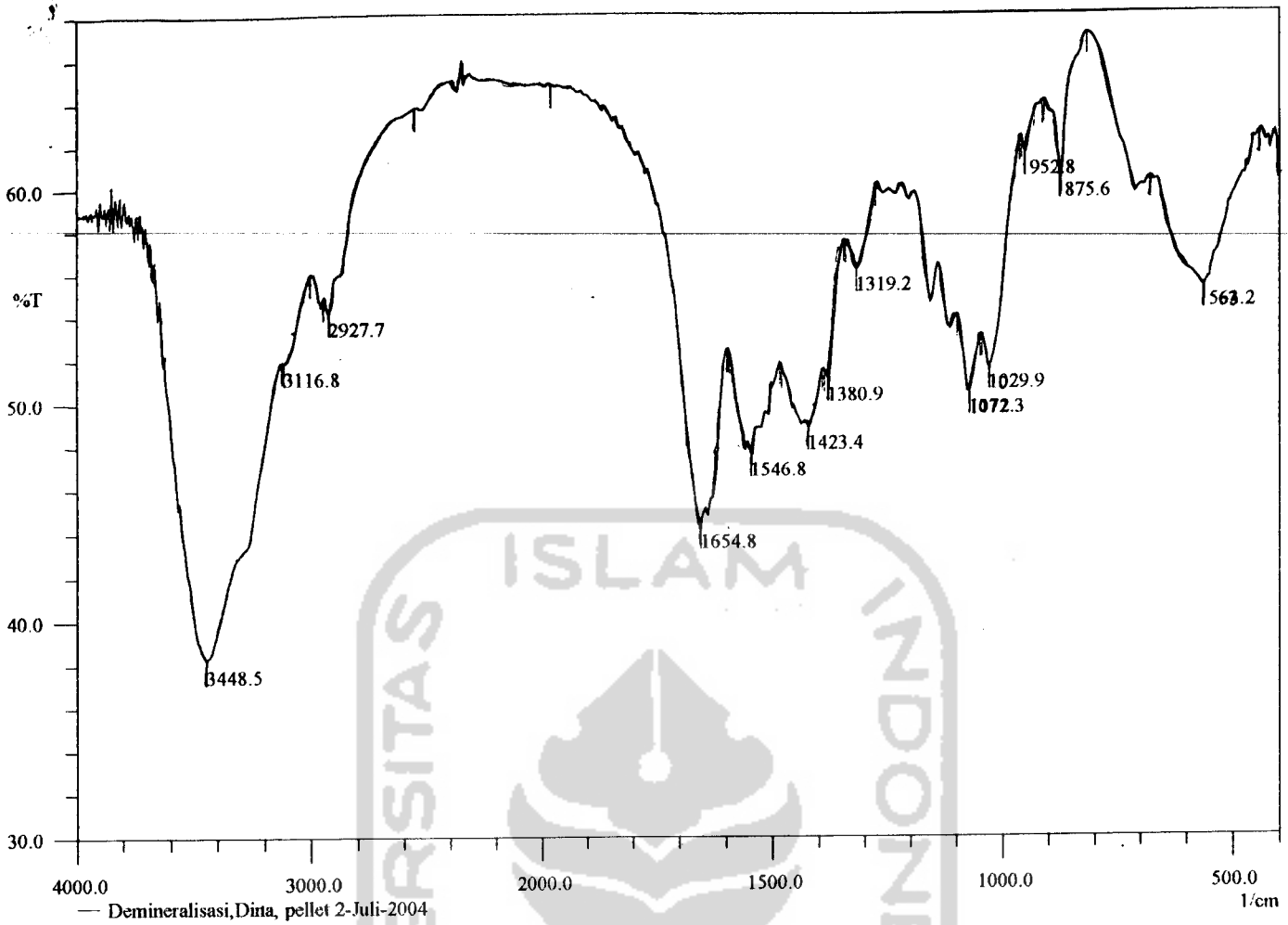
Lampiran 2



— Cangkang Kepiting,Yeni, pellet 2-Juli-2004

Peaktable of YENI2.IRS, 8 Peaks
Threshhold: 80, Noise: 2, No Range Selection

Nr.	Pos. (1/cm)	Inten. (%T)
1	582.5	54.718
2	875.6	51.553
3	1029.9	57.062
4	1423.4	32.209
5	1639.4	45.030
6	2383.9	67.277
7	2931.6	56.844
8	3433.1	36.177

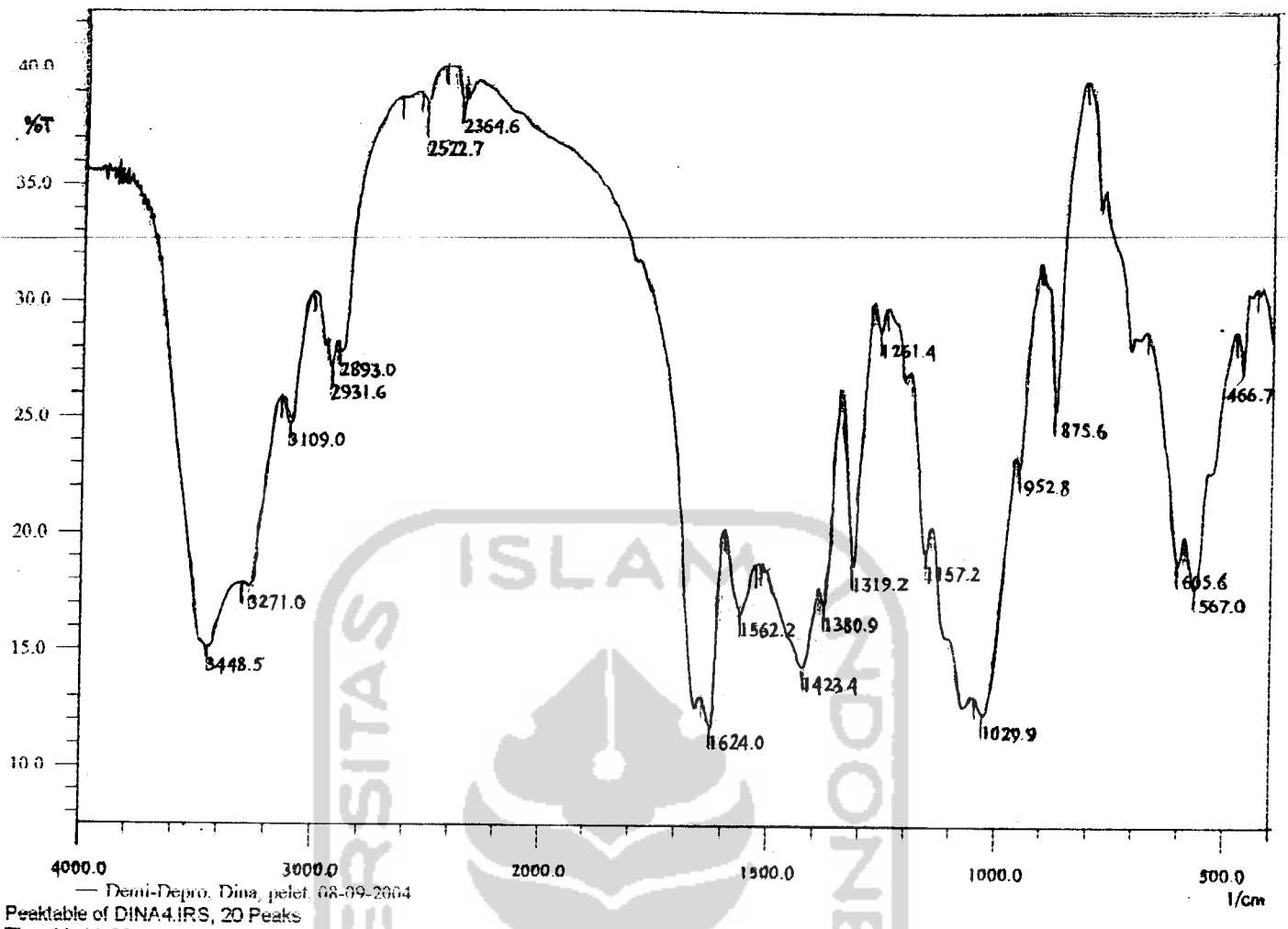


— Demineralisasi,Dina, pellet 2-Juli-2004

Peaktable of DINA13.IRS, 13 Peaks
Threshhold: 80, Noise: 2, No Range Selection

Nr.	Pos. (1/cm)	Inten. (%T)
1	563.2	55.374
2	875.6	60.470
3	952.8	61.548
4	1029.9	51.615
5	1072.3	50.443
6	1319.2	56.144
7	1380.9	51.047
8	1423.4	48.876
9	1546.8	47.627
10	1654.8	44.292
11	2927.7	54.278
12	3116.8	51.963
13	3448.5	38.220

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
PERPUSTAKAAN
FMIPA



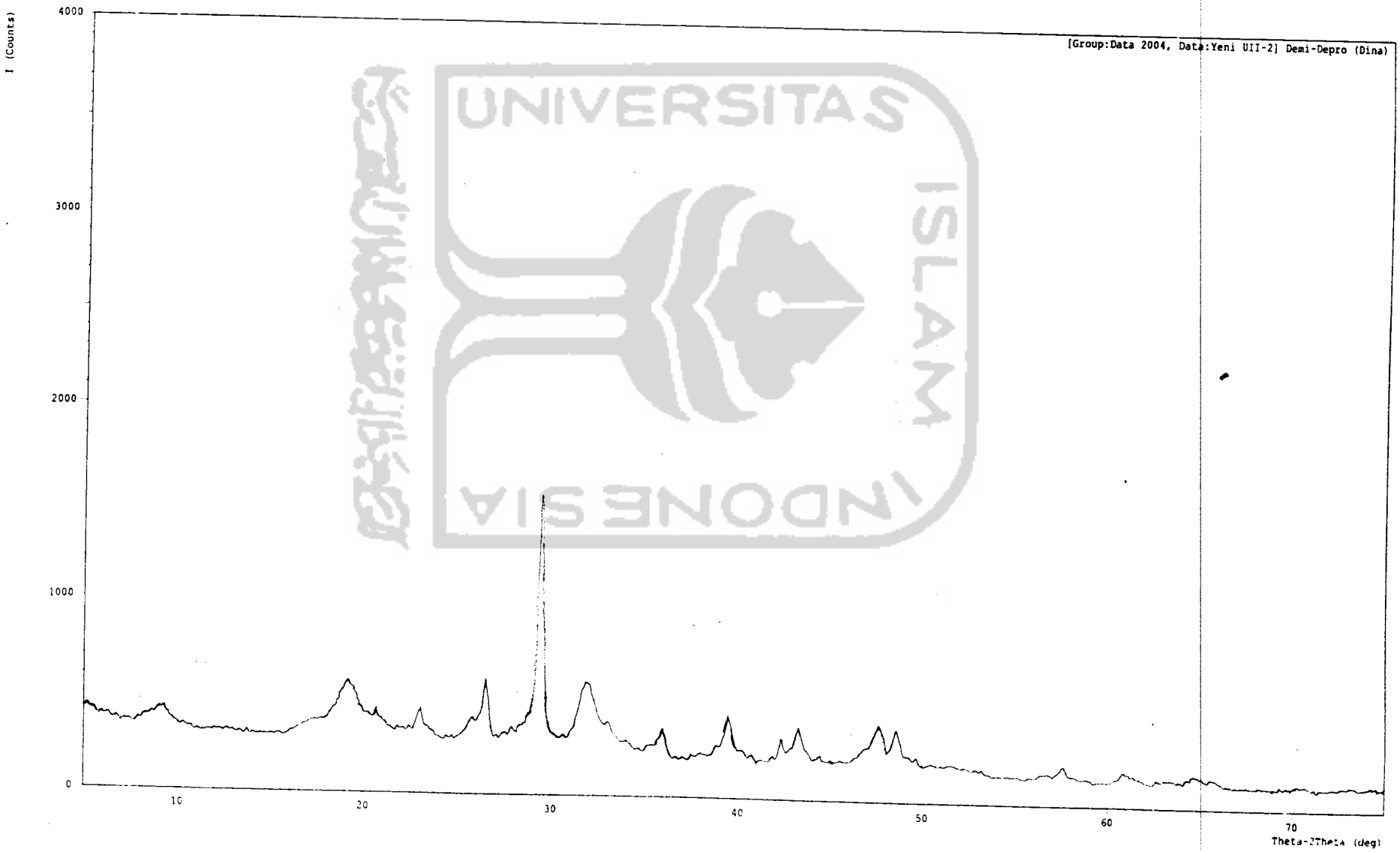
— Demi-Depro. Dina, pelet. 08-09-2004

Peaktable of DINA4.IRS, 20 Peaks
Threshhold: 80, Noise: 1, No Range Selection

Nr.	Pos. (1/cm)	Inten. (%T)
1	466.7	26.839
2	567.0	17.778
3	605.6	18.777
4	875.6	25.267
5	952.8	22.835
6	1029.9	12.298
7	1157.2	19.073
8	1261.4	28.626
9	1319.2	18.649
10	1380.9	16.903
11	1423.4	14.341
12	1562.2	16.644
13	1624.0	11.833
14	2364.6	38.140
15	2522.7	38.492
16	2893.0	27.746
17	2931.6	27.024
18	3109.0	24.738
19	3271.0	17.717
20	3448.5	15.044

*** Multi Plot ***

File Name : Data 2004\Yeni UII-2
Sample Name : Demi-Depro (Dina) Comment : Demi-Depro
Date & Time : 09-14-04 10:43:16
Condition
X-ray Tube : Cu(1.54060 A) Voltage : 40.0 kV Current : 30.0 mA
Scan Range : 5.0000 <-> 75.0000 deg Step Size : 0.0200 deg
Count Time : 0.24 sec Slit DS : 1.00 deg SS : 1.00 deg RS : 0.30 mm



*** Basic Data Process ***

Group Name : Data 2004
Data Name : Yeni UII-2
File Name : Yeni UII-2.PKR
Sample Name : Demi-Depro (Dina)
Comment : Demi-Depro

Strongest 3 peaks

no.	peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	24	29.3564	3.03998	100	0.30520	877	15032
2	20	26.4017	3.37310	23	0.35000	205	3736
3	28	31.8000	2.81173	23	0.00000	203	0

Peak Data List

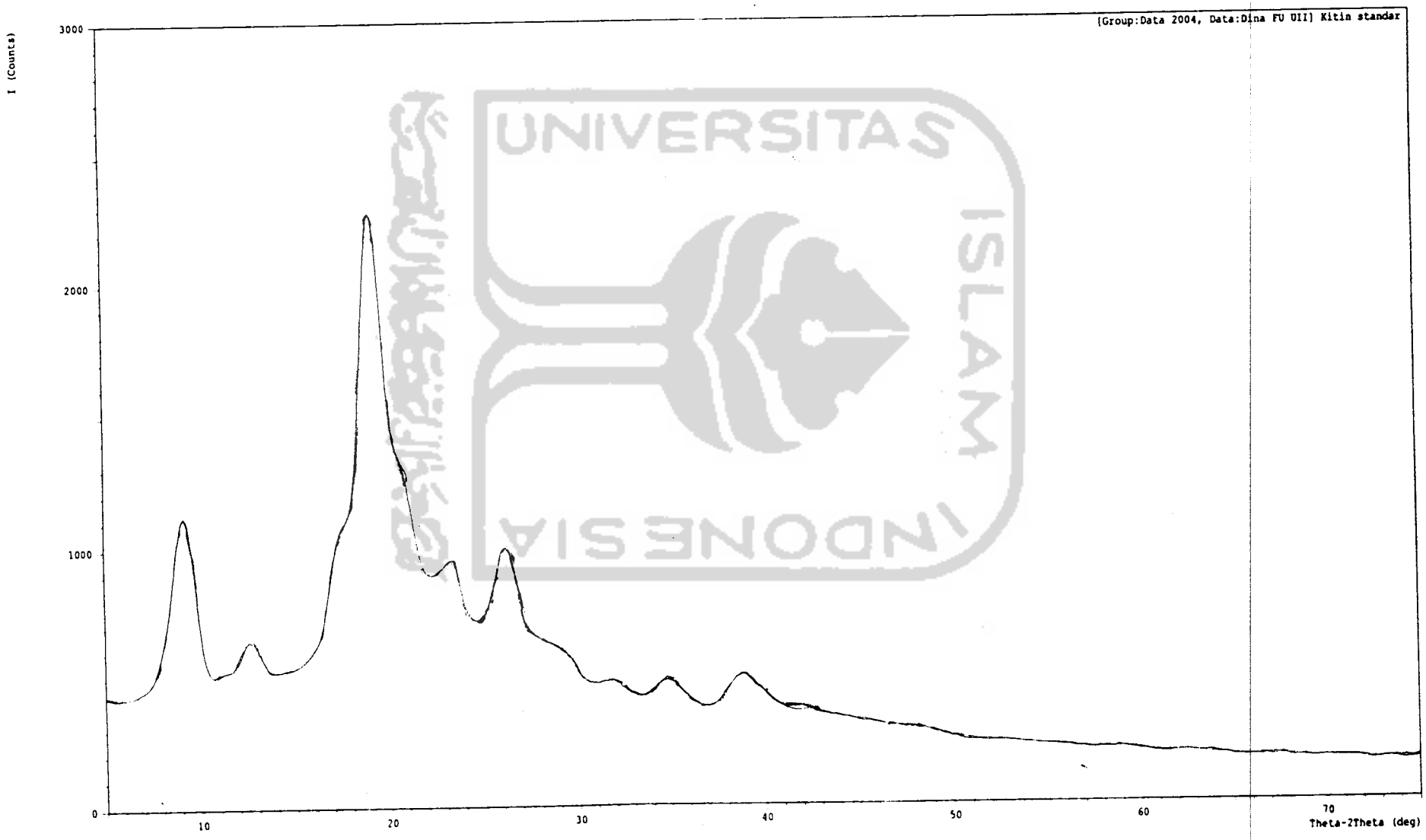
peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	8.1600	10.82653	3	0.16000	30	881
2	8.5800	10.29748	4	0.00000	38	0
3	8.9400	9.88361	7	0.00000	60	0
4	9.2000	9.60487	7	0.00000	63	0
5	9.4400	9.36121	4	0.34000	39	1227
6	17.3000	5.12174	3	1.24000	28	1171
7	17.6200	5.02944	3	0.19000	27	275
8	18.0800	4.90250	5	0.16000	40	462
9	18.7800	4.72131	14	0.84000	121	3279
10	19.1200	4.63812	16	0.98660	144	4786
11	19.8200	4.47586	8	0.00000	68	0
12	20.3000	4.37110	5	0.00000	44	0
13	20.6600	4.29574	6	0.36000	57	1049
14	20.9400	4.23892	4	0.37340	33	710
15	22.9809	3.86688	11	0.31380	97	1831
16	23.3800	3.80177	4	0.27000	37	701
17	25.4600	3.49569	4	0.00000	38	0
18	25.7000	3.46359	8	0.00000	68	0
19	26.1200	3.40884	9	0.00000	83	0
20	26.4017	3.37310	23	0.35000	205	3736
21	27.8540	3.20044	3	0.22800	28	402
22	28.2000	3.16196	4	0.18280	32	367
23	28.6600	3.11224	9	0.41500	78	2668
24	29.3564	3.03998	100	0.30520	877	15032
25	30.9800	2.88426	3	0.12000	29	504
26	31.2000	2.86442	5	0.00000	45	0
27	31.4600	2.84134	14	0.35120	126	3750
28	31.8000	2.81173	23	0.00000	203	0
29	32.0200	2.79291	22	0.00000	194	0
30	32.3400	2.76601	16	0.61340	143	4390
31	33.0800	2.70580	9	0.47000	75	1785
32	33.5400	2.66974	3	0.21000	26	601
33	35.4600	2.52946	5	0.52000	41	1185
34	35.9330	2.49724	11	0.34600	93	1570
35	37.9975	2.36617	3	0.24500	28	581
36	38.8000	2.31906	6	0.44440	50	1232
37	39.3941	2.28544	18	0.46830	159	3794
38	39.8800	2.25871	5	0.00000	43	0
39	40.1000	2.24682	4	0.47200	35	1040
40	42.2441	2.13761	11	0.24280	93	2124
41	42.7600	2.11301	6	0.00000	54	0
42	43.1705	2.09386	14	0.39240	123	2474
43	43.5800	2.07513	5	0.37720	43	1168
44	46.5200	1.95060	3	0.12000	28	369

peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
45	46.8400	1.93802	6	0.33340	53	1189
46	47.1200	1.92715	8	0.00000	67	0
47	47.3400	1.91871	11	0.00000	100	0
48	47.6000	1.90883	15	0.43200	132	2949
49	48.1800	1.88720	5	0.26280	42	618
50	48.5483	1.87374	13	0.41670	114	2572
51	49.6083	1.83616	3	0.17670	29	375
52	57.4685	1.60230	6	0.51430	50	2333
53	60.7680	1.52296	6	0.24000	51	764
54	61.0557	1.51647	4	0.23140	35	395
55	61.3850	1.50912	4	0.21000	33	534
56	64.7100	1.43937	4	0.30000	35	823
57	65.5625	1.42271	3	0.23500	26	591



*** Multi Plot ***

File Name : Data 2004\Dina FU UII
Sample Name : Kitin standar Comment : Kitin
Date & Time : 09-28-04 13:59:15
Condition
X-ray Tube : Cu(1.54060 A) Voltage : 40.0 kV Current : 30.0 mA
Scan Range : 5.0000 <-> 75.0000 deg Step Size : 0.0200 deg
Count Time : 0.20 sec Slit DS : 1.00 deg SS : 1.00 deg RS : 0.30 mm



*** Basic Data Process ***

Group Name : Data 2004
Data Name : Dina FU UII
File Name : Dina FU UII.PKR
Sample Name : Kitin standar
Comment : Kitin

Strongest 3 peaks

no.	peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	4	19.3618	4.58074	100	2.00630	1197	122978
2	5	21.0200	4.22297	42	0.00000	502	0
3	1	9.1543	9.65271	37	1.41760	443	34471

Peak Data List

peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	9.1543	9.65271	37	1.41760	443	34471
2	12.6475	6.99343	9	1.27500	111	9906
3	17.0800	5.18721	26	1.05600	306	25570
4	19.3618	4.58074	100	2.00630	1197	122978
5	21.0200	4.22297	42	0.00000	502	0
6	23.3400	3.80819	26	2.09340	317	53090
7	26.0870	3.41308	30	1.91400	359	35622
8	29.2800	3.04774	8	1.32000	96	12317
9	34.9200	2.56733	4	1.16000	51	3316
10	39.0550	2.30450	7	1.85000	84	10919

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

ISLAM
UNIVERSITAS
INDONESIA

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

Lampiran 3

DERAJAT DEASILASI

Menurut Khopkar, 2003, jika suatu berkas sinar melewati suatu medium homogen, sebagian dari cahaya datang (*Po*) diabsorpsikan sebanyak (*Pa*), sebagian dapat diabaikan dipantulkan (Pr), sedangkan sisanya ditransmisikan (Pt). Lambert (1760) dan Beer (1852) dan juga Bouger menunjukkan hubungan berikut:

$P_o = P_a + P_t$ (i)

$T = \frac{P_t}{P_o} = 10^{-abc}$ (ii)

b = jarak tempuh optik, c = konsentrasi

$\log (T) = \log \frac{P_t}{P_o} = -abc$ (iii)

A = tetapan absorpsivitas, T = transmitansi

$\text{Log } \frac{1}{T} = \log \frac{P_o}{P_t} = abc = A$ (iv)

A = - log (T) = abc

A = absorbansi

$\frac{1}{T} = T^{-1}$, opasitas (tidak tembus cahaya)

A = abc (v)

Keterangan:

a = Tetapan absorpsivitas

b = Jarak tempuh optik

c = Konsentrasi

T = Transmitansi

A = Absorbansi

Rumus Derajat Deasilasi:

Menurut T Sannah, dkk dalam Wood, W. A,1988:

$$\text{Adsorben kitin} = \%D = 98{,}03 - 34{,}68\ (A_{1550} / A_{2800})$$

Keterangan :

A_{1550} = Adsorben pada bilangan gelombang 1550 cm^{-1}

A_{2800} = Adsorben pada bilangan gelombang 2800cm^{-1}

Hasil:

1. Perhitungan % derajat deasilasi cangkang kepiting

   T pada 1550 = 54,622 % – 32,209 % = 22,413 %

   T pada 2800 = 64,766 % – 56,844 % = 7,922 %

a. Absorbansi (A)

$A_{1550} = -\log T$

$= -\log (22{,}413/100)$

$= -(-0{,}6495)$

$= 0{,}6495$

$A_{2800} = -\log T$

$= -\log (7{,}922/100)$

$= -(-1{,}1012)$

$= 1{,}1012$

a. Derajat deasilasi

$\%D = [98{,}03 - 34{,}68\ (A_{1550}/A_{2800})]\ \%$

$= [98{,}03 - 34{,}68\ (0{,}6495/1{,}1012)]\ \%$

$= [98{,}03 - 34{,}68\ (0{,}5898)]\ \%$

$= [98{,}03 - 20{,}4543]\ \%$

$= 77{,}5757\ \%$

2. Perhitungan % derajat deasilasi cangkang kepiting setelah proses demineralisasi

T pada 1550 = 51,745 % – 47,627 % = 4,118 %

T pada 2800 = 57,534 % – 54,278 % = 3,256 %

a. Absorbansi (A)

$A_{1550} = -\log T$

$= -\log (4{,}118/100)$

$= -(-1{,}3853)$

$= 1{,}3853$

$A_{2800} = -\log T$

$= -\log (3{,}256/100)$

$= -(-1{,}487)$

$= 1{,}487$

b. Derajat deasilasi

$\%\, D = [98{,}03 - 34{,}68\ (A_{1550}/A_{2800})]\ \%$

$= [98{,}03 - 34{,}68\ (1{,}3853/1{,}487)]\ \%$

$= [98{,}03 - 34{,}68\ (0{,}9316)]\ \%$

$= [98{,}03 - 48{,}042]\ \%$

$= 49{,}988\ \%$

3. Perhitungan % derajat deasilasi cangkang kepiting setelah proses demineralisasi dan dilanjutkan dengan proses deproteinasi

T pada 1550 = 18,472 % – 16,644 % = 1,828 %

T pada 2800 = 33,119 % – 27,746 % = 5,373 %

a. Absorbansi (A)

$A_{1550} = -\log T$

$= -\log (1{,}828/100)$

$= -(-1{,}7380)$

$= 1{,}7380$

$A_{2800} = -\log T$

$= -\log (5{,}373/100)$

$= -(-1{,}2698)$

$= 1{,}2698$

b. Derajat deasilasi

$\%\, D = [98{,}03 - 34{,}68\, (A_{1550}/A_{2800})]\ \%$

$= [98{,}03 - 34{,}68\, (1{,}7380/1{,}2698)]\ \%$

$= [98{,}03 - 34{,}68\ \ (1{,}3687)]\ \%$

$= [98{,}03 - 47{,}4665]\ \%$

$= 50{,}5635\ \%$

Tabel 1: Hasil pengukuran absorbansi pada kitin.

Jenis bahan	$A_{(x)}$	T (%)	A	%D (%)
Cangkang kepiting	1550	22,413	0,6495	77,5757
	2800	7,922	1,1012	
Demineralisasi	1550	4,118	1,3853	49,9880
	2800	3,256	1,487	
Deproteinasi	1550	1,828	1,7380	50,5635
	2800	5,373	1,2698	

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
PERPUSTAKAAN
FMIPA

Lampiran 4

KARAKTERISASI FISIK

1. Rendemen

Rumus:

Rendemen = Berat Akhir/Berat awal × 100%

Keterangan:

Berat awal = 50 gram

Berat akhir = 8,78 gram

Hasil:

Rendemen = 8,78 gram/50 gram × 100%

= 17,56%

2. Kadar Abu

Rumus:

$$\text{Kadar abu (\%)} = \frac{\text{Berat sisa}}{\text{Berat kitin awal}} \times 100\%$$

Diketahui :

Data kadar abu disediakan pada tabel berikut:

Tabel 2: Data kadar abu.

Sampel	Pemanasan	Kadar abu
Kitin	15 menit	9,5700
	15 menit	9,4525
	15 menit	9,4339
	15 menit	9,4115
	15 menit	9,4077
	15 menit	9,3964
	15 menit	9,3961

Berat cawan : 8,9500 gram

Berat cawan + kitin : 9,9500 gram

Berat kitin : 1 gram

Berat cawan + abu rata-rata : 9,4383gram

Berat sisa : 0,4883gram

Hasil:

$$\text{Kadar abu (\%)} = \frac{\text{Berat sisa}}{\text{Berat kitin}} \times 100\%$$

$$= \frac{0,4883}{1} \times 100\ \%$$

$$= 0,4883 \times 100\ \%$$

$$= 48,83\ \%$$