

Synthesis Of Chitosan From Lobster (Nephropidae) Shell Using Reflux Heating Method

Sintesis Kitosan dari Cangkang Lobster Menggunakan Metode Pemanasan Refluk

Salmahaminati^{a,*}, Rhaina Annadroh Brillianty^a, Segi Tasya Dini Aprilia^a, Regita Putri Arini^a, Siti Aisyah Mawaddah Warahmah^a and Ananda Capriyati Cahayaningsih^b

^aProgram Studi Kimia, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Islam Indonesia
Jl. Kaliurang KM.14,5, Yogyakarta 55584, Indonesia

^bProgram Studi Farmasi, Jurusan Farmasi, Fakultas MIPA, Universitas Islam Indonesia
Jl. Kaliurang KM.14,5, Yogyakarta 55584, Indonesia

*Corresponding author: salmahaminati@uii.ac.id

Diterima: 21 Juli 2025, Direvisi: 31 Juli 2025, Diterbitkan: 31 Juli 2025

ABSTRACT

Chitosan synthesis from lobster shell waste (Nephropidae) has been carried out using a conventional heating method using reflux. The aim of this research is to determine the purity and yield of chitosan from lobster shells so that it can be used as a reference for other research. The synthesis of chitin into chitosan was carried out by demineralization using a 5% (v/v) HCl solution, followed by a deproteinization process using a 3.5% NaOH solution with a ratio of 1:10 (w/v) until chitin was formed. The chitin formed was then deacetylated using a 5% (w/v) NaOH solution until chitosan was formed. Analysis of the synthesized chitin and chitosan included confirmation of the FTIR spectra, as well as determining the degree of deacetylation of chitosan. The characterization results showed that lobster shell waste can be synthesized into chitosan using a conventional heating method at a temperature of 50-70 °C for 1 hour. The chitosan formed had a degree of deacetylation of 73.29%. Meanwhile, the yield of chitin was 35% and the yield for chitosan was 13%.

Keywords: Chitin, chitosan, lobster, reflux, deasetylation

ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis kitosan dari limbah cangkang lobster (*Neurophidae*) dengan metode pemanasan konvensional menggunakan refluks. Tujuan melakukan penelitian ini adalah untuk mengetahui berapa kemurnian dan rendemen kitosan dari cangkang lobster sehingga bias menjadi rujukan penelitian lainnya. Sintesis kitin menjadi kitosan dilakukan dengan cara demineralisasi menggunakan larutan HCl 5% (v/v), dilanjutkan proses deproteinasi menggunakan larutan NaOH konsentrasi 3,5% dengan perbandingan 1:10 (b/v) hingga terbentuk kitin. Kitin yang terbentuk kemudian dilakukan proses deasetilasi menggunakan larutan NaOH 50% (b/v) hingga terbentuk kitosan. Analisis kitin dan kitosan hasil sintesis meliputi konfirmasi spektra FTIR, serta penentuan derajat deasetilasi kitosan. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa limbah cangkang lobster dapat disintesis menjadi kitosan dengan metode pemanasan konvensional pada suhu 50- 70 °C selama 1 jam. Kitosan yang terbentuk mempunyai derajat deasetilasi 73,29%, sedangkan dari hasil perhitungan didapatkan bahwa rendemen kitin sebesar 35% dan rendemen untuk kitosan sebesar 13%.

Kata kunci: Kitin, kitosan, lobster, refluk, deasetilasi

PENDAHULUAN

Kitin merupakan polimer yang terdapat banyak di alam dan merupakan komponen penting pada kerangka hewan golongan *Antropoda*, *Annelida*, *Molusca*, *Coelentrata*, *Nematoda* serta beberapa jenis serangga dan jamur (Das et al, 2009). Kitin adalah suatu polimer alami atau biopolimer alami seperti selulosa yang secara kimiawi merupakan polimer dari β (1,4) N-asetil-D-glukosamin atau poli asetamido-deoksi- β -D-glukosa. Unit pengulang struktur kitin mengandung dua residu heksosa dan termasuk unit aldosa. Rumus molekul kitin adalah $(C_5H_{12}NO_5)_n$ dengan kandungan atom-atom C = 47,29%, H = 6,45%, N = 6,89% dan O = 39,37%. Kitin tidak beracun dan memiliki berat molekul sekitar $1,2 \times 10^5$ (Muzzarelli, 1977)

Kitosan (KS), merupakan salah satu diantara enkapsulan yang memenuhi kriteria tersebut. Salah satu produk kitosan yang ramah lingkungan serta mampu membantu mengatasi masalah limbah yang ditimbulkan adalah cangkang lobster. Kitosan adalah polimer dengan karakteristik unik dan berharga, merupakan material dengan karakteristik teknologi dan ekonomi yang relevan, dan diproduksi dari sumber alam yang terbarukan (Fideles et al., 2018).

Kitosan salah satu polisakarida yang paling banyak dipelajari, karena memiliki sifat biologis yang sangat baik seperti antibakteri, biodegradasi dalam tubuh manusia, aktivitas imunologis, serta penyembuhan luka. Kitosan banyak digunakan dalam makanan dan proses farmasi serta obat-obatan medis dan pertanian. Kitosan juga dapat ditemukan pada cangkang kepiting, udang dan lobster, serta kerangka luar zooplankton laut, termasuk karang dan ubur-ubur (Kandile et al, 2018). Berdasarkan latar belakang tersebut, penelitian ini diharapkan dapat mensintesis kitosan dari kitin pada cangkang lobster dengan metode refluk sebagai alternatif bahan obat yang ramah lingkungan dan tidak berbahaya dengan kitosan sebagai bahan polimer.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat

Alat-alat yang digunakan diantaranya blender, saringan 400 mesh, gelas beaker 100 mL; 200 mL; 500 mL dan 1000 mL, gelas ukur 100 mL, erlenmeyer hisap, corong buchner, pompa buchner, oven, labu ukur 500 mL dan 1000 mL, batang pengaduk, *magnetic stirrer*, *stirrer*, cawan porselen, pipet ukur, neraca analitik, destilator, dan Intrumen FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*).

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya cangkang lobster, HCl 37%, NaOH, Na₂CO₃, kitosan acuan kitosan komersial udang yang bersertifikat, asam asetat, Aquades, Aquabides, kertas pH.

Proses Demineralisasi

Cangkang lobster dicuci dan dijemur hingga kering. Setelah itu, dihancurkan sampai menjadi serbuk. Dilarutkan 100g serbuk cangkang lobster dengan HCl 5% dan diaduk selama 24 jam pada suhu $\pm 30^{\circ}\text{C}$ menggunakan magnetik stirrer dengan perbandingan serbuk cangkang 100g: HCl 5% (1: 10), proses ini dinamakan proses demineralisasi. Proses demineralisasi bertujuan untuk menghilangkan mineral yang terlarut dalam cangkang lobster. Mineral-mineral tersebut mampu menyebabkan pengendapan, korosi, atau gangguan pada peralatan. Selain itu, produk kesehatan memerlukan sedikit kadar mineral untuk menghindari kontaminasi dan cacat produk. Kemudian, disaring menggunakan kertas saring dan dicuci menggunakan aquades sampai pH ± 7 . Residu yang telah disaring, dikeringkan dengan oven pada suhu 80°C .

Proses Deproteinasi

Serbuk cangkang ditambahkan NaOH 3,5% dengan perbandingan 1: 10.

Dipanaskan selama 2 jam dengan suhu 65°C , pemanasan ini dilakukan dengan diaduk. Kemudian, disaring dan residu dicuci dengan air. Di Oven dengan suhu 100°C hingga kering. Setelah kering residu ditambah dengan HCl 1N dengan perbandingan 1: 15 (w/v) lalu didiamkan selama 30 menit. Disaring residu dan dicuci menggunakan air, serta dioven dengan suhu 100°C .

Proses Deasetilasi

Dimasukkan serbuk kitin kedalam labu gelas leher tiga dengan termometer. Dimasukkan NaOH 50% ke dalam labu leher tiga dengan perbandingan 1: 10. Direfluks kitin menggunakan suhu $50-70^{\circ}\text{C}$. Kemudian larutan disaring, dibuang filtrat dan dicuci residu dengan air hingga pH netral. Dikeringkan residu dalam oven menggunakan suhu 100°C . Dikarakterisasi kitosan dengan FTIR untuk melihat gugus fungsi.

Salah satu cara karakterisasi kitosan adalah dengan menghitung derajat deasetilasi (DD) dari spektra FTIR. Rumus yang umum digunakan untuk menentukan DD adalah metode Baseline yang diusulkan oleh Sabnis dan Block (Megantari dkk, 2009) yaitu:

$$A_{1655}(\text{amida}) = \log (DF_1/DE)$$

$$A_{1655}(\text{amida}) = \log (DF_2/DE)$$

$$A_{1655}(\text{hidroksil}) = \log (AC/AB)$$

$$DD = 100 - \left[\left(\frac{A_{1655}}{A_{3450}} \right) \times \frac{100}{1,33} \right]$$

Dimana A₁₆₅₅ dan A₃₄₅₀ merupakan absorbansi dari gugus amida (ukuran kandungan dari grup N-asetil) pada pita serapan 1655 cm⁻¹ dan gugus hidroksil pada 3450 cm⁻¹. Faktor 1,33 merupakan nilai dari perbandingan A₁₆₅₅/A₃₄₅₀ untuk N-deasetilasi kitosan (total). Menurut Hayes dalam Raharjo dkk, 2008 kitosan merupakan kitin yang mengalami deasetilasi lebih dari 60% DD dan memiliki kandungan nitrogen (total) kurang dari 7%. Kitosan mengacu kepada hasil pendeasetilasian senyawa kitin, dengan fraksi pecahan tertentu sedemikian sehingga hasil tersebut larut di dalam asam organik cair. Fraksi pecahan tersebut dinamakan DD. Misalnya, kitosan dengan DD 0,85 berarti bahwa senyawa ini mengandung 85 % unit amino dan 15% unit asetamido (Sriwijaya dkk, 2007) .

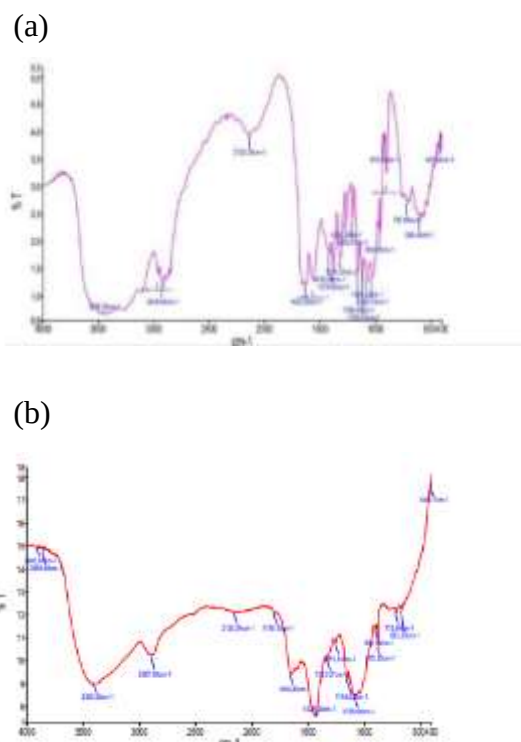
PEMBAHASAN

Hasil yang diperoleh dari sintesis cangkang lobster dengan proses demineralisasi, deproteinasi, dan deasetilasi diperoleh berupa padatan berwarna krem atau coklat muda, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Kitosan Cangkang Lobster Hasil Sintesis

Karakterisasi dari cangkang lobster dilakukan untuk mengetahui keberhasilan dari pembuatan kitosan, dimana dilakukan karakterisasi menggunakan FTIR. Hasil karakterisasi yang diperoleh berupa spektrum FTIR akan dibandingkan dengan data spektrum kitosan murni yang telah ada. Adapun spektrum FTIR hasil karakterisasi kitosan udang (acuan) dengan kitosan lobster (sampel) ditunjukkan pada Gambar 2.



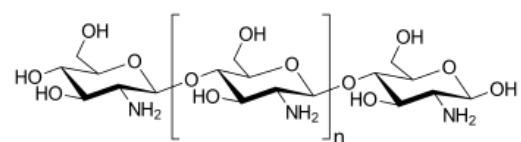
Gambar 2. (a) Spektrum FTIR Kitosan Cangkang Lobster (b) Spektrum FTIR Kitosan Murni (Kitosan Udang)

Karakterisasi dengan FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada kitosan. Berdasarkan hasil analisis FTIR, diperoleh bahwa daerah serapan pada daerah IR dari kedua kitosan menunjukkan daerah serapan yang identik dibedakan dengan pergeseran daerah bilangan gelombang serta adanya pelebaran puncak serapan terdapat beberapa bilangan gelombang yang muncul pada setiap gugus berdasarkan hasil FTIR. Berdasarkan hasil analisis FTIR, terdapat beberapa bilangan gelombang yang muncul pada setiap gugus fungsi.

Tabel 1. Hasil Karakterisasi Kitosan Udang dan Kitosan Cangkang Lobster Ditinjau dari Gugus Fungsi

Gugus Fungsi	Kitosan Udang	Kitosan Cangkang Lobster
	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	
-OH	3438,01	3435,52
-CH ulur	2887,24	2961,07
C=O ulur	1638,05	1623,20
-NH bengkokan	-	1560,05
-CH bengkokan	1431,74	1379,60
C-O-C	1083,74	1075,42

Hasil karakterisasi diperoleh gugus fungsi yang ditinjau dari struktur molekul kitosan yang ditunjukkan pada gambar 3.



Gambar 3. Struktur molekul kitosan

Hasil karakterisasi kitosan dengan FTIR diperjelas dengan perhitungan derajat deasetilasi (DD). Kitin hasil deproteinasi (dari tahap sebelumnya) diasetilasi dengan

menambahkan NaOH dengan konsentrasi 40% dengan perbandingan 1:15 (b/v) antara kitin dengan pelarut. Hasil perhitungan terhadap rendemen, derajat deasetilasi, dan pengamatan terhadap tekstur kitosan menunjukkan semua kitosan yang diperoleh dengan reaksi deasetilasi kitin dari cangkang lobster memiliki nilai derajat deasetilasi terbesar 73,292% berdasarkan baseline a dan rendemen sebesar 13%. Pada penelitian sebelumnya, Salmahaminati, 2022 mendapatkan hasil rendemen 14,4% dan DD 76,5% menggunakan microwave. Produk kitosan pasaran umumnya memiliki derajat deasetilasi antara 70-90%. Berdasarkan besar derajat deasetilasinya, kitosan hasil sintesis pada penelitian ini sudah memenuhi standar kitosan industrial tapi hasilnya masih lebih rendah rendemen dan DD terhadap metode sebelumnya.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil karakterisasi menggunakan FTIR dan rendemen hasil untuk kitin dan kitosan dapat disimpulkan bahwa limbah cangkang lobster dapat disintesis menjadi kitosan dengan metode pemanasan konvensional pada temperatur 50-70 °C selama 1 jam. Kitosan yang terbentuk mempunyai derajat deasetilasi 73,29%. Rendemen hasil untuk kitin sebesar 35%, sedangkan untuk kitosan sebesar 13%.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada Kementerian RISTEKDIKTI yang telah mendanai penelitian ini melalui PKM-RE tahun 2024 dan segenap pihak yang telah membantu dan membimbing riset ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Das, Sunita, E. Anand Ganesh, 2009, *Extraction of Chitin from Trash Crabs (Podophthalmus vigil) by an Eccentric Method*, Biological Science 2 (1): 72-75
- Fideles, T. B., Santos, J. L., Tomás, H., Furtado, Glória, T. F. S., Lima, D. B., Borges, Silvia. M. P., Fook, Marcus. V. L. (2018). Characterization of Chitosan Membranes Crosslinked by Sulfuric Acid. *Open Access Library Journal*. 5: 1-13
- Kandile, N. G., Zaky, H. T., Mohamed, M. I., Nasr, A. S., Ali, Y. S. (2018). Extraction and Characterization of Chitosan from Shrimp Shells. *Open Journal of Organic Polymer Materials*. 8 (3): 33-42
- Muzzarelli, 1977, *Chitin*, Pergamon Press, New York
- Megantari, Otty Ayu, 2009, *Immobilisasi Asam Humat pada Kitosan Menggunakan Metode Reaksi Pengikatan Silang Terproteksi dan Aplikasinya Sebagai Adsorben Cd*

- (II), Skripsi, Program Sarjana, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Raharjo, Ginanjar, 2008, *Imobilisasi Dithizon pada Kitin Hasil Isolasi dari Cangkang Udang Laut dan Studi Awal Adsorpsinya Terhadap Ion Kadmium (II)*, Skripsi, Program Sarjana, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Salmahaminati, S. (2022). Sintesis Kitosan dari Cangkang Kepiting Dengan Metode Pemanasan Microwave. *INDONESIAN JOURNAL OF CHEMICAL RESEARCH*, 7(1), 27–36.
- Sriwijaya, D.; dkk, 2007, *Kajian Pelapisan Tekstil Antibakteri Menggunakan Nanosol Silika (SiOB2B)-Kitosan Dari Limbah Rangka Luar Kepiting (Scylla serrata)*, Yogyakarta.