

Isolasi Kitin dari Cangkang Kepiting Laut (*Portunus pelagicus* Linn.) serta Pemanfaatannya untuk Adsorpsi Fe dengan Pengompleks 1,10-fenantrolin

Dewi Murniati^{1*}, Mudasir²

¹ Program Studi Pendidikan Kimia FITK UIN Syarif Hidayatullah Jakarta,
Jalan Ir. H. Juanda No. 95, Ciputat 15412 Indonesia Telp. (62-21) 7493606

² Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Gadjah Mada, Sekip Utara, Yogyakarta 55281
Telp/Fax : 0274-545188;

*Email : dewimurni80@yahoo.com

Abstrak

Telah dilakukan isolasi kitin dari cangkang kepiting laut (*Portunus pelagicus* Linn.) yang digunakan sebagai fasa padat dalam Adsorpsi kompleks tris(1,10-fenantrolin)besi(II). Optimasi berat kitin dan penentuan eluen yang sesuai telah dipelajari dalam penelitian ini dengan tujuan untuk meningkatkan *recovery* kompleks yang optimum. Hasil penelitian menunjukkan bahwa spektra Inframerah dari kitin hasil isolasi memberikan bilangan gelombang yang hampir sama dengan kitin standar. Penentuan kadar abu, kadar nitrogen dan kadar karbon serta derajat deasetilasi dari hasil analisis kitin hasil isolasi memberikan hasil yang memenuhi syarat kitin standar. Berat kitin optimum untuk adsorpsi kompleks $[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{2+}$ 0,4 ppm adalah 0,2 g yang memberikan % *recovery* sekitar 55,56% dan eluen yang sesuai adalah campuran etanol : HCl (6 : 4, v/v).

Kata Kunci: Isolasi kitin, Adsorpsi, Besi, 1,10-fenantrolin dan Eluen.

Abstrack

The isolated crab shell chitin from the sea crab (*Portunus pelagicus* Linn.) for solid-phase extraction $[\text{Fe}(1,10\text{-phenanthroline})_3]^{2+}$ complex based. The weight optimized of chitin and searched of eluent were compatible. The result showed that infrared spectra of the isolated chitin has similar characteristic absorption with that of the standard chitin. The measurement of ash contents, nitrogen contents, and carbon contents and de-acetylated degrees from analysis result of the isolated chitin up to the standard chitin. The weight optimized of chitin used for solid-phase extraction of 0.4 ppm trace(1,10-phenanthroline)iron(II) complex are 0.2 g with % *recovery* 55,56% and the eluent compatible are the mixed ethanol: HCl (6:4, v/v).

Keywords: Chitin isolation, Adsorption, Iron, 1,10-phenanthroline and Eluent.

1. PENDAHULUAN

Dalam dasawarsa ini pemanfaatan sistem adsorpsi untuk pengambilan logam di lingkungan perairan telah banyak dilakukan. Penelitian dengan metode yang hampir sama yaitu Adsorpsi kandungan ion-ion Cu^{2+} , Fe^{3+} , Ni^{2+} , Co^{2+} dan ion Pb^{2+} dalam beberapa garam mangan dengan Adsorpsi menggunakan resin Chromosorb-102 telah dilaporkan. Adsorpsi dalam penelitian ini adalah untuk mendapatkan hasil yang sederhana, sensitif, akurat dan selektif dengan *recovery* 95%

(Saracoglu,dkk, 2003). Beberapa penelitian juga menggunakan kitin untuk mengadsorpsi logam berat dalam bentuk organometal seperti metilmerkuri.

Kitin juga merupakan salah satu fasa padat yang banyak digunakan untuk penelitian adsorpsi terhadap beberapa ion logam. Ekstraksi besi telah dilakukan menggunakan polimer kitin untuk penentuan ion besi(II) dan ion krom(VI) (Hoshi, dkk,1988). Kitin dan bakteri *Pseudomonas syringae* juga telah digunakan untuk adsorpsi-desorpsi tembaga(II) (Vasconcelos, dkk, 1997).

Banyaknya penelitian yang menggunakan kitin sebagai fasa padat disebabkan kitin bersifat inert dan mempunyai gugus fungsional –NH dan –OH yang sangat cocok untuk adsorpsi logam-logam.

Dari sisi lingkungan diketahui bahwa kitin tidak digunakan manusia sebagai bahan makanan sehingga banyak sekali limbah kitin dari cangkang kepiting sisa konsumsi manusia maupun yang secara alami terjadi pembusukan dari binatang-binatang laut yang mati. Kitin dapat diisolasi dari limbah beberapa jenis cangkang hewan laut antara lain udang, kerang, kepiting dan lain-lain yang keberadaannya melimpah. Minat masyarakat yang cukup tinggi dalam mengkonsumsi kepiting memberikan kemudahan untuk mendapatkan limbah cangkang kepiting sebagai bahan pembuatan kitin.

Berdasarkan kenyataan-kenyataan di atas sangat dimungkinkan untuk menggunakan kitin hasil isolasi dari cangkang kepiting sebagai fasa padat pada ekstraksi ion-ion logam berat seperti ion besi(II) pada beberapa sampel air di sekitar kawasan industri.

2. METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi spektrofotometer UV-tampak Perkin Elmer Lambda-20, pH meter TOA model HM-5B dan elektroda Ag/AgCl, neraca analitik Mettler AE 100, spektrofotometer serapan atom PE 3110, seperangkat alat refluks, satu unit penyaring vakum, ayakan 80 mesh spesifikasi ASTM 11, *Muffle Furnace Fisher Model 182, hot plate*, kolom dengan panjang 15 cm dan diameter 1,2 cm, indikator universal, serta alat-alat gelas laboratorium. Sedangkan bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi: $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, kristal 1,10-fenantrolin monohidrat, hidroksilamin hidroklorida, NaOH, asam pikrat, KI, perklorat, KH_2PO_4 , Na_2HPO_4 , Na_2SO_4 , etanol 96%, asetonitril, aseton, aquabidest, asam nitrat, asam asetat, HCl, kaporit teknis, gas nitrogen dan cangkang kepiting laut utara, Semarang Jawa Tengah.

Pelaksanaan Penelitian

Penelitian diawali dengan isolasi kitin dari cangkang kepiting laut (*Portunus pelagicus* Linn.) yang berasal dari laut utara daerah Semarang, Jawa Tengah dilanjutkan dengan adsorpsi ion Fe(II)-1,10-fenantrolin menggunakan kitin hasil isolasi sebagai fasa padatnya.

Isolasi Kitin

Isolasi kitin dari cangkang kepiting dilakukan dengan prosedur sebagai berikut: limbah cangkang kepiting dibersihkan dari sisa-sisa proteinnya kemudian dicuci dan dikeringkan. Cangkang kepiting direndam dalam larutan kaporit teknis (4%) selama 24 jam dan selanjutnya cangkang dikeringkan pada suhu kamar. Cara isolasi tersebut mengacu pada metode Hong (1989) dalam Khaerunnisa (2005) yang terdiri dari tahap deproteinasi dan demineralisasi. Cangkang kepiting yang telah dikeringkan digerus halus dan diayak dengan ayakan 80 mesh untuk dilanjutkan pada tahap deproteinasi dan demineralisasi. Selanjutnya, kitin yang sudah jadi diidentifikasi dengan spektrometri inframerah.

Penentuan Kadar Abu, Kadar N Total dan Kadar C Total pada Kitin

Penentuan kadar abu kitin hasil isolasi dilakukan dengan memasukkan 50 mg kitin ke dalam furnace hingga suhu 750°C selama 4 jam. Berat sampel sebelum dan sesudah dipanaskan dicatat dan dilakukan 3 kali pengulangan.

Penentuan kadar N total dilakukan dengan memasukkan 1 g kitin ke dalam labu Kjeldahl, kemudian ditambahkan 7,5 gram Na_2SO_4 , 15 mL H_2SO_4 dan dipanaskan sampai mendidih kemudian ditambah 100 mL aquades, beberapa lempeng Zn dan 15 mL K_2SO_4 serta ditambah 50% NaOH. Kemudian dilanjutkan dengan destilasi, selanjutnya destilatnya dititrasi dengan NaOH dengan indikator metil merah sampai larutan menjadi kuning (Radojevic dan Bashkin, 1999).

Sedangkan penentuan kadar C dilakukan dengan memasukkan kitin ke dalam labu takar lalu ditambahkan 10 mL K_2CrO_7 dan H_2SO_4 pekat selanjutnya ditambahkan indikator difenilamin dan 5 mL H_3PO_4 85% ke dalam campuran untuk dititrasi dengan

larutan FeSO_4 1M sampai warna larutan menjadi kehijauan.

Identifikasi Gugus Fungsional Kitin

Seberat tertentu kitin dihaluskan bersama dengan KBr dan diberi tekanan di bawah vakum selama 1 menit untuk dibuat pelet. Pelet kemudian dianalisis dengan spektrofotometer inframerah dan diperoleh spektra kitin.

Adsorpsi Besi(II) sebagai Kompleks $[\text{Fe}(1,10\text{-fenantrolin})_3]^{2+}$ Optimasi Berat Kitin dengan Berbagai Jenis Eluen

Adsorpsi dilakukan pada beberapa kolom yang berisi kitin 0,1; 0,2; 0,3; dan 0,5 g. Berat kitin optimum dievaluasi dari persentase *recovery* kompleks yang terdapat dalam eluatnya.

$$\% \text{recovery} = \frac{\text{absorbansi eluent} \times \text{faktor pemekatan}}{\text{absorbansi awal}} \times 100\%$$

Pemilihan Komposisi Eluen yang Sesuai

Kompleks $\text{Fe}(1,10\text{-fenantrolin})$ sebanyak 20 mL dialirkan ke dalam kolom berisi kitin. Kompleks yang teradsorp dalam

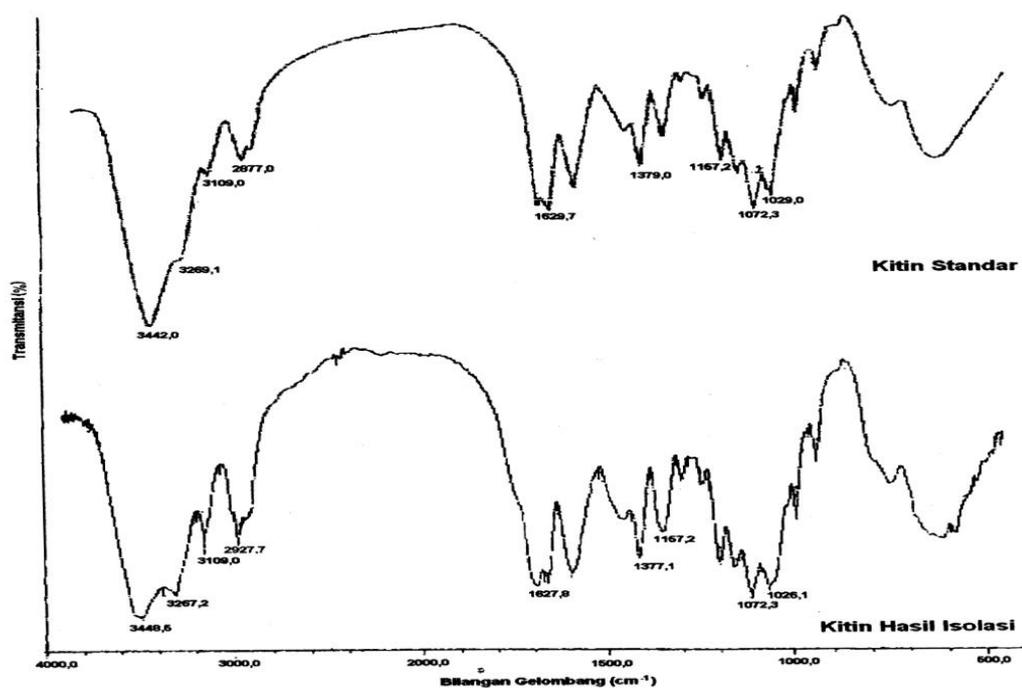
kolom dielusi dengan 10 mL eluen dengan variasi perbandingan. Eluat ditampung dan diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-tampak pada panjang gelombang maksimum.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Isolasi dan Karakteristik Fasa Padat Kitin

Dalam penelitian ini kitin di isolasi dari cangkang kepiting laut (*Portunus pelagicus* Linn.). Dengan menggunakan metode Hong (1989) dalam Khoerunnisa, 2005 yang terdiri dari tahap deproteinasi dan demineralisasi. Sebelum proses isolasi, depigmentasi pada cangkang kepiting dilakukan dengan menggunakan larutan kaporit. Adsorben kitin hasil isolasi diidentifikasi dengan menggunakan spektroskopi inframerah kemudian spektranya dibandingkan terhadap spektra infamerah dari kitin standar. Spektra infamerah kitin standar dan kitin hasil isolasi disajikan pada Gambar 1.

Dari Gambar 1 terlihat bahwa dibandingkan antara kedua spektra tersebut, tampak keduanya memiliki pola yang serupa dimana sama-sama menghasilkan pita-pita



Gambar 1. Spektra Inframerah Kitin Standar (atas) dan Hasil Isolasi Cangkang Kepiting (bawah)

serapan yang khas untuk adsorben kitin.

Hasil analisis kadar abu, kadar nitrogen total dan kadar karbon total berdasarkan metode Kjeldahl serta persentase derajat deasetilasi kitin hasil isolasi ditunjukkan pada Tabel 1 berikut.

Tabel 1. Persentase derajat deasetilasi, nitrogen, karbon dan kadar abu pada adsorben kitin hasil isolasi.

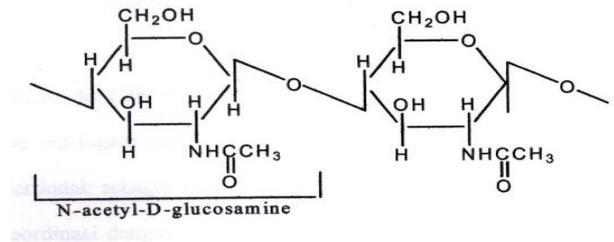
Deasetilasi (%)	Nitrogen (%)	Karbon (%)	Kadar Abu (%)
40,90	6,85	41,50	0,70

Kitin hasil isolasi memiliki persentase derajat deasetilasi, kandungan nitrogen, karbon, dan kadar abu yang sesuai untuk karakteristik polimer kitin menurut Hayes dalam Majid (2001), jika kandungan nitrogen total <7% serta derajat deasetilasi <60% maka polimer disebut kitin karena jika kandungan nitrogen total >7% dan derajat deasetilasi >60% polimer disebut kitosan. Dengan demikian adsorben hasil isolasi termasuk kategori kitin karena memiliki kadar nitrogen total sebesar 6,85% dan derajat deasetilasi sebesar 40,90%. Kemudian jika ditinjau dari kadar abu sebesar 0,7% dapat dinyatakan kandungan mineral anorganik pada adsorben kitin sangat sedikit.

Adsorpsi Besi(II) sebagai Kompleks [Fe(1,10-fenantrolin)₃]²⁺

Menurut Muzarelli (1977), pengikatan ion logam pada kitin terjadi melalui pembentukan kelat oleh gugus -NHCO (amida) dan -NH₂ (amina), diperkirakan pengikatan logam oleh kitin berlangsung melalui kombinasi antara pertukaran ion dan pembentukan kelat. Mekanisme pengikatan yang terjadi bergantung pada karakteristik logam yang akan diinteraksikan dengan adsorben. Adanya gugus amida dan amina pada kitin ditunjukkan pada struktur kitin yang disajikan pada Gambar 2.

Polisakarida penyusun dinding sel mikroorganisme dapat membentuk kompleks dengan ion logam transisi melalui interaksi dipol-dipol antara kation logam dengan gugus



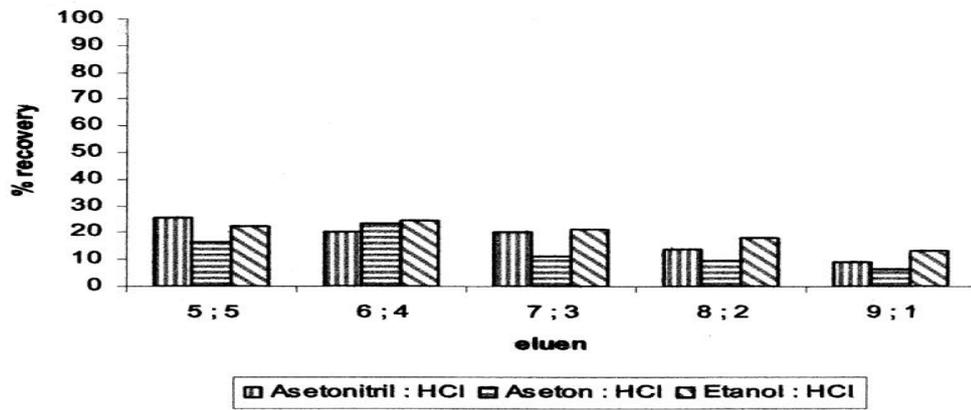
Gambar 2. Struktur Kitin

polar -OH, -NH₂, dan -C=O. Dalam hal ini besi sebagai logam transisinya.

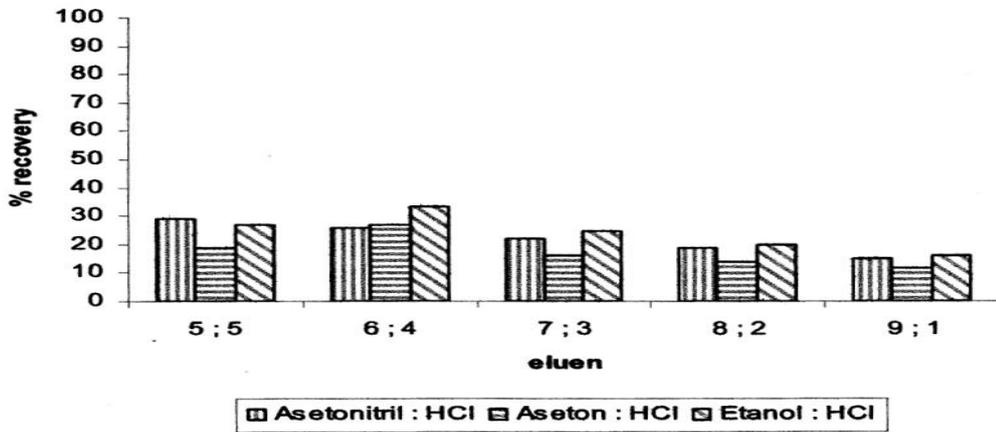
Optimasi Berat Kitin dengan Berbagai Jenis Eluen

Kompleks [Fe(1,10-fenantrolin)]²⁺ yang dibuat pada kondisi optimum dialirkan ke dalam kolom dan diadsorpsi sempurna oleh kitin yang ditunjukkan oleh filtrate yang ditampung memiliki serapan 0-0,001 A. Selanjutnya, proses elusi kompleks yang teradsorpsi kitin dilakukan menggunakan eluen dari berbagai komposisi, yaitu asetonitril : HCl, aseton : HCl, dan etanol : HCl dengan volume setengah dari volume larutan kompleks yang dilewatkan kitin, sehingga diharapkan diperoleh pemekatan dan dihasilkan absorbansi larutan kompleks sebelum diekstraksi. Proses elusi dapat dipandang sebagai pelepasan molekul yang teradsorpsi fasa padat kitin oleh eluen. Kekuatan eluen diukur dari kemampuannya untuk melepaskan molekul yang teradsorpsi sehingga kompleks [Fe(1,10-fenantrolin)]²⁺ yang diekstraksi dapat diperoleh kembali. Seiring dengan pencarian eluen yang sesuai, untuk memperoleh *recovery* yang tinggi dilakukan optimasi terhadap berat kitin yang digunakan untuk mengadsorpsi kompleks [Fe(phen)₃]²⁺. Percobaan tersebut dilakukan dengan memvariasikan berat kitin yang kemudian dielusi dengan beberapa eluen dalam berbagai komposisi. Data hasil penelitian tersebut ditunjukkan pada Gambar 3, Gambar 4, Gambar 5 dan Gambar 6.

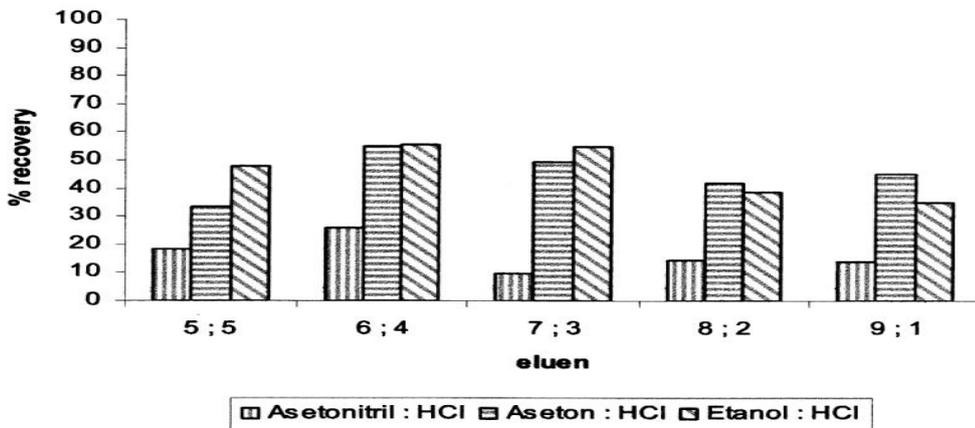
Dari Gambar 3 sampai Gambar 6 terlihat bahwa % *recovery* hanya maksimum pada berat kitin yang 0,2 g dengan eluen etanol : HCl (6:4;v/v) dihasilkan % *recovery* sebesar 55,56 %. Selanjutnya pada berat kitin yang lebih besar, % *recovery* menurun yaitu menjadi 37,67 % saja pada berat kitin 0,3 g.



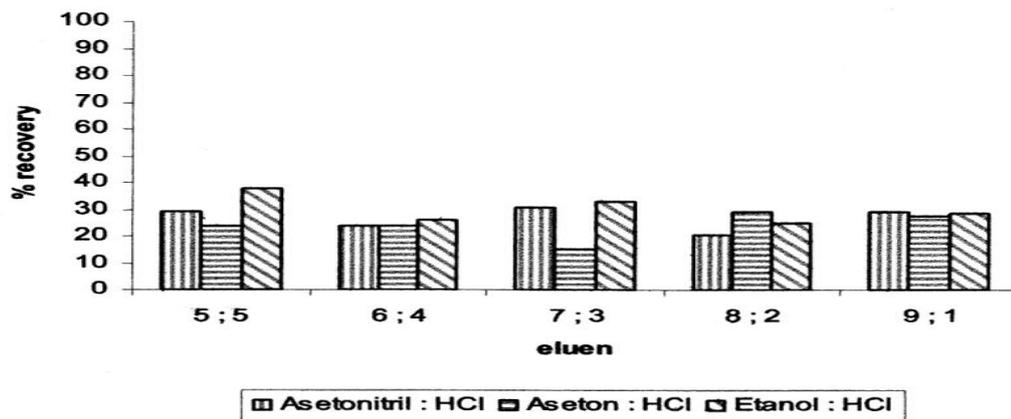
Gambar 3. Persen *recovery* kompleks menggunakan berbagai eluen dengan berat kitin 0,5 g



Gambar 4. Persen *recovery* kompleks menggunakan berbagai eluen dengan berat kitin 0,3 g



Gambar 5. Persen *recovery* kompleks menggunakan berbagai eluen dengan berat kitin 0,2 g



Gambar 6. Persen *recovery* kompleks menggunakan berbagai eluen dengan berat kitin 0,1 g

berat kitin dalam kolom dalam mengadsorpsi kompleks sehingga untuk volume dan konsentrasi kompleks yang sama tidak seluruhnya dapat diadsorpsi oleh kitin. Hal ini menunjukkan bahwa kompleks yang teradsorpsi oleh kitin lebih banyak yang dapat mampu dielusi oleh eluen dan kompleks yang telah terlepas tidak tertahan lagi oleh partikel kitin di bawahnya melainkan langsung tertampung sebagai eluat sehingga absorbansinya meningkat.

4. SIMPULAN

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Isolasi kitin dari cangkang kepiting laut limbah konsumsi masyarakat didapatkan hasil yang sama dengan kitin standar dari berbagai hewan laut lainnya.
2. Kompleks $[\text{Fe}(1,10\text{-fenantrolin})_3]^{2+}$ dapat teradsorpsi sempurna oleh kitin merupakan pengompleks yang baik untuk ion logam terutama dalam bentuk kation.
3. Berat kitin yang digunakan untuk mengadsorpsi kompleks $[\text{Fe}(1,10\text{-fenantrolin})_3]^{2+}$ harus sesuai dengan konsentrasi dan volume kompleks yang dilewatkan di dalam kolom bersama kitin. Dalam penelitian ini, untuk konsentrasi 0,4 ppm sebanyak 20 mL, berat kitin yang optimum adalah 0,2 g.
4. Jenis eluen yang paling baik untuk mendapatkan % *recovery* kompleks yang optimum pada konsentrasi 0,4 ppm

sebanyak 20 mL dan berat kitin optimum 0,2 g adalah sebesar 55,56 % adalah etanol : HCl (6:4,v/v).

Untuk melengkapi dan menyempurnakan penelitian ini maka disarankan untuk dilakukan penelitian lanjutan sebagai berikut:

1. Penggunaan ligan lain yang mungkin lebih efektif dan ekonomis, sehingga diketahui ligan/pengompleks yang paling ideal untuk metode ini.
2. Menerapkan metode adsorpsi pada ion logam lain yang sesuai dengan adsorben kitin.

DAFTAR PUSTAKA

- Hayes, M.B., dan Himes, F.L., 1986, *Nature and Properties of Humus Mineral Complex*, in : *Interaction of Soil Mineral with Natural Organic and Mikrobies* (P.M. and Schinitzer, eds), Soil Sci, 6, 103-108
- Hoshi, S., Konuma, K., Chiba, Kaori, Sugawara, K., Akatsuka, K., dan Uto, M., 1988, *The Simple and Rapid Spectrophotometric Determination of Trace Chromium(VI) After Preconcentration as It Colored Complex on Chitin*, Talanta, Vol 47, Issue 3, pp 659-663.
- Khoerunnisa, F., 2005, Kajian Adsorpsi dan Desorpsi $\text{Ag}[\text{S}_2\text{O}_3]^{3-}$ dalam Limbah Fotografi pada dan dari Adsorben Kitin dan Asam Humat erimobilisasi pada Kitin, Tesis Kimia, FMIPA, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.

- Kurita, K., Sannan, T., dan Iwakura, Y., 1979, *Binding of Metal Cation, Journal of Applied Polymer Science*, 23, 511-515.
- Muzarelli, 1977, *Chitin*, Pergamon Press, New York.
- Radojevic, M., dan Bashkin, V.N., 1999, *Practical Environmental Analysis*, Royal Society of Chemistry, United Kingdom.
- Saracoglu, S., Soylak, M. dan Elci, L., 2003, *Preconcentration of Cu(II), Iron(III), Ni(II), Co(II) and Pb(II) Ions in Some Manganese Salt With Solid Phase Extraction Method Using Chromosorb-102 Resin*, Acta Chim. Vol 50, 807-814.
- Vasconcelos, S.D., Teresa, M., Azenha, O. A., Manuel, dan Cabral, C.P.J., 1997, *Environmental Toxicology and Chemistry: Comparison of Availability of Copper(II) Complexes with Organic Ligands to Bacterial Cell to Chitin*, Vol. 16, No. 10, pp. 2029-2039.

