

**STUDI MORFOLOGI KARAKTERISTIK NANOPARTIKEL KITIN
(ChNP) DARI LIMBAH CRUSTACEA**



SKRIPSI

Oleh :

LALU FAESAL AMRULLAH

G1C019034

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS MATARAM**

2023

**STUDI MORFOLOGI KARAKTERISTIK NANOPARTIKEL KITIN
(ChNP) DARI LIMBAH *CRUSTACEA***

SKRIPSI

Karya tulis sebagai salah satu syarat untuk mendapatkan gelar Sarjana
dari Universitas Mataram

Oleh
LALU FAESAL AMRULLAH
G1C019034

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS MATARAM
2023**

ABSTRAK

STUDI MORFOLOGI KARAKTERISTIK NANOPARTIKEL KITIN (ChNP) DARI LIMBAH *CRUSTACEA*

Oleh
LALU FAESAL AMRULLAH
G1C019034

Kitin merupakan biopolimer alam yang paling melimpah kedua setelah selulosa. Potensi limbah *crustacea* dapat diolah lebih lanjut menjadi senyawa polisakarida termasuk kitin. Nanopartikel kitin (ChNP) dari limbah *crustacea* diisolasi melalui metode deproteinisasi dan demineralisasi. Penelitian mengenai studi morfologi ChNP telah dilakukan dengan tujuan untuk mengisolasi dan mengkarakterisasi kitin serta ChNP dari limbah *crustacea*. Rendemen kitin yang berhasil diisolasi dari limbah udang, lobster, dan kepiting berturut-turut sebesar 1,52; 2,64; dan 8,92 %, sedangkan konsentrasi sisa kitin dalam bentuk ChNP yang terdispersi dalam aquades masing-masing sebesar 1,64; 1,62; dan 1,51 %. Tipe kitin yang berhasil diisolasi dari eksoskeleton limbah *crustacea* berdasarkan analisis FTIR merupakan β -kitin yang memiliki puncak serapan khas pada 3450 (-OH *stretching*), 3250 (-NH *stretching*), 1626 (amida I) dan 1541 cm^{-1} (amida II). Distribusi sebaran ukuran partikel ChNP dari sampel udang, lobster, dan kepiting masing-masing sebesar 121,8; 228,9-869; dan 180,1-1.398 nm dengan nilai PI sebesar 0,044; 0,309; dan 0,421. Morfologi ChNP berdasarkan hasil SEM berupa jarum.

Kata Kunci : Kitin, ChNP, Udang, Lobster, Kepiting, *Crustacea*

ABSTRACT

MORPHOLOGICAL STUDY OF CHARACTERISTICS CHITIN NANOPARTICLE (ChNP) FROM CRUSTACEAN WASTE

By

LALU FAESAL AMRULLAH

NIM : G1C019034

Chitin is the second most abundant natural biopolymer after cellulose. The potential for crustacean waste can be further processed into polysaccharide compounds including chitin. Chitin nanoparticles (ChNP) from crustacean waste were isolated by deproteinization and demineralization methods. Research on morphological studies of ChNPs has been carried out with the aim of isolating and characterizing chitin and ChNPs from crustacean waste. The yields of chitin isolated from shrimp, lobster and waste were 1.52; 2.64; and 8.92%, while the remaining concentrations of chitin in the form of ChNP dispersed in distilled water were 1,64 respectively; 1,62; and 1,51%. The type of chitin that was successfully isolated from the exoskeleton of crustacean waste based on FTIR analysis is β -chitin which has a typical absorption peak at 3450 (-OH stretching), 3250 (-NH stretching), 1626 (amide I) and 1541 cm^{-1} (amide II). The distribution of the ChNP particle size distribution of the shrimp, lobster and crab samples was 121.8; 228.9-869; and 180.1-1.398 nm with a PI value of 0.044; 0.309; and 0.421. ChNP morphology based on SEM results in the form of a needle.

Keywords : Chitin, ChNP, Crab, Shrimp, Lobster, Crustacea

HALAMAN PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi ini murni karya saya sendiri dan di dalam skripsi ini tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan tinggi serta tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah dituliskan atau dipublikasikan oleh orang lain, kecuali yang tertulis pada sitasi dalam naskah ini dan disebutkan di dalam daftar pustakanya.

Mataram, 07 Mei 2023



Lalu Faesal Amrullah
G1C019034

HALAMAN PERSETUJUAN

**STUDI MORFOLOGI KARAKTERISTIK NANOPARTIKEL KITIN (ChNP)
DARI LIMBAH CRUSTACEA**

LALU FAESAL AMRULLAH

NIM : G1C019034

Menyetujui

Tim Pembimbing

Tanggal : 07 JUNI 2023

Pembimbing I



Dr. Maria Ulfa, S.Si., M.Si.
NIP. 1969053 200003 2 001

Pembimbing II



Sudirman, S.Si., M.Si.
NIP. 19890606 201803 1 001


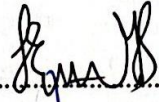
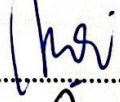

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul:
**STUDI MORFOLOGI KARAKTERISTIK NANOPARTIKEL KITIN (ChNP)
DARI LIMBAH CRUSTACEA**


LALU FAESAL AMRULLAH
NIM : G1C019034


Telah dipertahankan di depan Tim Penguji Program Studi Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Pada tanggal : 07 JUNI 2023

Tim Penguji

<u>Dr. Ni Komang Tri Dharmayani, S.Si., M.Si.</u> NIP. 19820411 200912 2002	(Ketua)	
<u>Dr. Emmy Yuanita, S.Si., M.Si.</u> NIP. 19810524 200801 2013	(Anggota I)	
<u>Dr. Maria Ulfa, S.Si., M.Si.</u> NIP. 1969053 200003 2001	(Anggota II)	
<u>Sudirman, M.Si.</u> NIP. 19890606 201803 001	(Anggota III)	

Mengetahui:

Fakultas MIPA Universitas Mataram
Dekan

Prof. Dedy Suhendra, Ph.D
NIP. 19671207 199603 1 002

Program Studi Kimia
Ketua

Dr. Maria Ulfa, S.Si., M.Si.
NIP. 1969053 200003 2 001

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbil Alamin, segala puji dan syukur kita panjatkan kepada Allah SWT atas RahmatNya yang selama ini kita dapatkan, yang memberi hikmah dan yang paling bermanfaat bagi seluruh umat manusia, sehingga oleh karenanya penyusunan tugas akhir berjudul “Studi Morfologi Karakteristik Nanopartikel Kitin (ChNP) dari Limbah *Crustacea*” dapat diselesaikan dengan baik dan tepat waktu. Sholawat dan salam semoga selalu tercurah kepada nabi besar Muhammad SAW yang telah menjadi panutan bagi ummat islam dalam menjalani bahtera kehidupan ini. Penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam menyelesaikan proposal penelitian ini.

Proses penyusunan tugas akhir tidak terlepas dari kesulitan mulai dari penentuan judul penelitian, pengumpulan literatur, pengerjaan di laboratorium, pengolahan data dan proses penulisan. Selama penelitian hingga akhir penulisan skripsi ini, penulis begitu banyak memperoleh bantuan dan dukungan dari berbagai pihak yang tak terhitung nilainya. Oleh karena itu, penulis ingin mengucapkan terima kasih dan memberikan penghargaan yang setinggi-tingginya kepada:

1. Bapak Prof. Dedy Suhendra, Ph.D selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam yang telah memberikan izin, serta sarana dan prasarana selama pelaksanaan penelitian.
2. Ibu Dr. Maria Ulfa, S.Si., M.Si. selaku Ketua Program Studi Kimia dan Dosen Pembimbing I yang telah sabar membimbing, meluangkan waktu dan pikiran, memberikan arahan, masukan serta bimbingan kepada penulis selama proses penelitian dan penyusunan skripsi.
3. Bapak Sudirman, M.Si, selaku Dosen Pembimbing II dan Dosen Pembimbing Akademik yang telah banyak meluangkan waktu untuk membimbing, memberikan saran dan petunjuk hingga tugas akhir ini dapat diselesaikan dengan baik.
4. Ibu Dr. Ni Komang Tri Dharmayani, S.Si., M. Si, selaku Dosen Penguji I dan Ibu Dr. Emmy Yuanita S.Si., M.Si. selaku Dosen Penguji II yang telah banyak

memberikan arahan, kritik dan saran sehingga tugas akhir ini menjadi lebih baik.

5. Bapak dan Ibu Dosen dan seluruh staf Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam yang telah memberikan bekal ilmu pengetahuan selama penulis menempuh studi hingga selesai.
6. Orang tua penulis, Mamik Fe. M. Husnul Amrullah, SH dan Ibu Sri Rahun Hamdiati, SH yang telah membesarkan penulis dengan kasih sayang, kesabaran dan motivasi serta doa, dukungan dan pengorbanan luar biasa yang tak pernah ada habisnya sampai detik ini. Serta saudara tercinta yang telah memberi semangat, dukungan dan motivasi.
7. Keluarga Besar Kimia dan Seluruh Pengurus Himaska Kabinet Endeavour yang telah mempercayai dan mensupport saya selama mendapatkan amanah menjadi ketua himpunan.
8. Tim Reasearch organik yang telah membantu saya melaksanakan penelitian dan mabar dikala bosan (Malik, Irhas, Erwin, Baba, Andra, Agung, Dayat, Sidiq, Afan, Feri, Izani, Kak Arta, Kak Dimas, Kak Elva, Kak Wahyu).
9. Segenap Keluarga Besar BKKBN dan Forum GenRe NTB yang telah menaungi dan memberikan saya banyak kesempatan besar dan bertemu orang-orang hebat dalam mengembangkan karir selama lima tahun terakhir.
10. Segenap Keluarga Besar Kantor Bahasa Provinsi NTB dan Duta Bahasa NTB yang memberikan saya pengalaman baru dan wadah untuk mengembangkan diri lebih jauh baik di tingkat provinsi maupun nasional.
11. Bank BRI yang telah memberikan saya Beasiswa.
12. Tim Unowiyah yang selalu menjadi tempat untuk pulang dan berkeluh kesah. (Ardi anak Pak Sukardi, Irhas, Alfian, Zaariq, Maul, Romi, Hijri, Riskian, dkk.).
13. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Mataram, Juni 2022

Penulis

MOTTO

“Work Hard, Pray Harder”

Karya ini saya persembahkan untuk:

Orang Tua dan Keluarga Besar yang telah mendukung saya selama ini.

DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
ABSTRACT	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
HALAMAN PERSETUJUAN.....	iv
HALAMAN PENGESAHAN.....	v
KATA PENGANTAR	vi
MOTTO.....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
BAB I PENDAHULUAN.....	13
1.1 Latar Belakang	13
1.2 Rumusan Masalah.....	14
1.3 Tujuan Penelitian	15
1.4 Manfaat Penelitian	15
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	16
2.1 Limbah <i>Crustacea</i>	16
2.2 Nanopartikel kitin	18
2.3 Reaksi Hidrolisis Kitin.....	19
2.4 Karakterisasi Nanopartikel Kitin	21
2.4.1 Karakterisasi Kitin dengan FTIR (<i>Fourier Transform Infrared</i>).....	21
2.4.2 Karakterisasi Kitin dengan SEM	22
2.4.3 Karakterisasi Kitin dengan PSA	23
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	25
3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian	25
3.2 Alat dan Bahan.....	25
3.2.1 Alat.....	25
3.2.2 Bahan	25

3.3	Prosedur Penelitian	25
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		28
4.1	Hasil Isolasi Kitin Limbah <i>Crustacea</i>	28
4.2	Karakterisasi Nanopartikel Kitin Limbah <i>Crustacea</i>	29
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN		35
5.1	Kesimpulan	35
5.2	Saran	35
DAFTAR PUSTAKA		36
LAMPIRAN		40

DAFTAR GAMBAR

Gambar		Halaman
2.1	Skema Dua Langkah Pemisahan Kitin dari Kulit Udang..	15
2.2	Nanopartikel Kitin.....	16
2.3	Bentuk-Bentuk Kristal Kitin	17
2.4	Ekstraksi Nanopartikel Kitin dari Kulit Udang.....	18
2.5	Spektrum FTIR kitin dan kitosan	19
2.6	Hasil <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM) dari Perbandingan Kitin <i>Crustacea</i>	21
2.7	Distribusi Partikel PSA.....	22
4.1	Spektrum IR Kitin Limbah <i>Crustacea</i>	26
4.2	Distribusi Sebaran Partikel Limbah <i>Crustacea</i>	28
4.3	Citra SEM Perbesaran 1.000x Limbah <i>Crustacea</i>	30
4.4	Citra SEM Perbesaran 1.000x Limbah <i>Crustacea</i>	31

DAFTAR TABEL

Tabel		Halaman
2.1	Kandungan Kitin dari Beberapa Kelompok <i>Crustacea</i>	14
2.2	Puncak Serapan FTIR Kitin.....	20
4.1	Spektrum FTIR Kitin Limbah <i>Crustacea</i>	27
4.2	Distribusi Ukuran Partikel Kitin Limbah <i>Crustacea</i>	29

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kitin merupakan biopolimer alam yang paling melimpah kedua setelah selulosa (Silalahi dkk., 2020). Indonesia merupakan salah satu negara pengekspor hidangan laut terbesar untuk pasar internasional dengan nilai yang cukup fantastis. Berdasarkan data Badan Pusat Statistik, jumlah ekspor tahun 2015 hingga tahun 2017 sekitar 20.974 ton dan diperkirakan terus mengalami peningkatan pada tahun-tahun yang akan datang. Komoditas ekspor tersebut umumnya merupakan kelompok *crustacea* antara lain kepiting, udang, lobster, rajungan, dan sebagainya. Komoditas hidangan laut umumnya diekspor dalam bentuk beku, dimana bagian kepala dan cangkang dipisahkan yang menyisakan limbah cangkang yang berpotensi mencemari lingkungan. Limbah tersebut diperkirakan memiliki proporsi sekitar 30-40% dari total berat ikan, moluska, dan *crustacea* yang terdiri dari bagian kepala, tulang, sirip, kulit, duri, dan isi perut/jeroan (Kementerian Kelautan dan Perikanan, 2021).

Potensi limbah *crustacea* dapat diolah lebih lanjut menjadi senyawa polisakarida dimana di dalamnya termasuk kitin ($(C_8H_{13}NO_5)_n$) (Mohan dkk., 2021). Fenomena saat ini, banyak penelitian dilakukan untuk melakukan sintesis bahan berbasis nanomaterial kitin sebagai upaya mendukung terciptanya material ramah lingkungan. Selain karena ramah lingkungan, nanomaterial kitin juga memiliki sifat biodegradable, kesediannya melimpah, serta ekonomis, sehingga para ilmuwan berbondong-bondong melakukan sintesis nanomaterial biopolimer baik dalam skala penelitian hingga industri (Dassanayake dkk., 2019). Beberapa metode telah dikembangkan untuk mendapatkan nanopartikel kitin, mulai dari degradasi domain amorf kitin, termasuk hidrolisis asam, oksidasi, hingga perlakuan mekanis (Muñoz-Núñez dkk., 2022).

Penelitian sebelumnya yang dilakukan Ou dkk. (2019) telah mempelajari karakteristik nanopartikel kitin yang diperoleh dengan metode

hidrolisis asam dengan menggunakan asam kuat dan basa kuat dan mendapatkan nanopartikel kitin (ChNP) yang memiliki dimensi yang bervariasi, dengan panjang yang berkisar antara 50-300 nm dan lebar berkisar 6-8 nm.

Pentingnya untuk mengetahui karakteristik dari ChNP yang dihasilkan agar dapat mengetahui performanya serta pengaplikasian yang tepat (Kozma dkk., 2022). Penelitian yang dilakukan Kumirska dkk. (2010) mendapatkan tipe ChNP yang dikategorikan menjadi α - dan β -kitin berdasarkan interpretasi spektrum FTIR (*Fourier Transform Infrared*). Kemudian Yurtsever dkk., (2022) mendapatkan ukuran partikel ChNP umumnya memiliki dimensi 100-300 nm dan lebar dengan kisaran 10-40 nm yang dilakukan berdasarkan analisis instrumen PSA (*Particle Size Analyzer*) ukuran ChNP (Yurtsever dkk., 2022). Kemudian, berdasarkan penelitian Mohan dkk. (2021) diketahui citra SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dari dari sampel *crustacea* dan hewan laut lainnya menunjukkan morfologi ChNP yang memiliki bentuk yang berbeda-beda. Oleh karena itu, penting dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mengetahui perbandingan karakteristik ChNP berdasarkan sampel asal dari eksoskeleton makhluk hidup yang berbeda, dalam hal ini kelompok *crustacea*. Adapun batasan masalah dari penelitian ini adalah perbandingan karakteristik kitin berdasarkan eksoskeleton sampel yang digunakan.

Berdasarkan latar belakang di atas maka pada penelitian ini telah dilakukan studi tentang morfologi ChNP dari tiga macam limbah *crustacea* (kulit udang, cangkang kepiting, dan cangkang lobster). Sintesis ChNP dilakukan dengan metode deproteinisasi dan demineralisasi dan hasilnya dikarakterisasi dengan instrumen FTIR, PSA, dan SEM.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang di atas, maka rumusan masalah yang diperoleh yaitu :

1. Apakah ChNP dapat diisolasi dari limbah *crustacea* (udang, lobster, dan kepiting)?
2. Bagaimanakah karakteristik ChNP untuk tiap jenis limbah *crustacean* (udang, lobster, dan kepiting)?

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mengisolasi ChNP dari limbah *crustacea* dengan metode deproteinisasi dan demineralisasi.
2. Mengkarakterisasi ChNP dari setiap jenis limbah *crustacea*.

1.4 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Memberikan informasi mengenai cara pengolahan limbah *crustacea* untuk dapat disintesis menjadi ChNP.
2. Memberikan informasi perbedaan karakteristik ChNP berdasarkan sampel yang berbeda-beda.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Limbah *Crustacea*

Limbah dengan kandungan kitin yang cukup besar dapat mencemari lingkungan akibat karena sulit terdegradasi. Kitin umumnya banyak dijumpai pada hewan avertebrata laut dan darat, serta jamur dari genus *Mucor*, *Phycomyces*, dan *Saccharomyces*. Umumnya sebagian besar kelompok *Crustacea* seperti kepiting, udang dan lobster merupakan sumber utama kitin komersial (Mohan dkk., 2021). Cangkang rajungan mengandung kitin 20-30% dan cangkang kepiting mengandung kitin sebesar 50-60% serta kulit udang sekitar 14-30% (Yuliana, 2022).

Limbah kulit udang yang dihasilkan oleh usaha pengolahan udang berasal dari kepala, kulit dan ekornya. Mengandung protein (25-40%), kitin (15-20%) dan kalsium karbonat (45-50%). Kandungan kitin dari kulit udang lebih sedikit dibandingkan dengan kulit atau cangkang kepiting. Isolasi kitin dengan metode hidrolisis asam menggunakan radiasi gelombang mikro yang juga telah banyak digunakan pada penelitian lainnya.

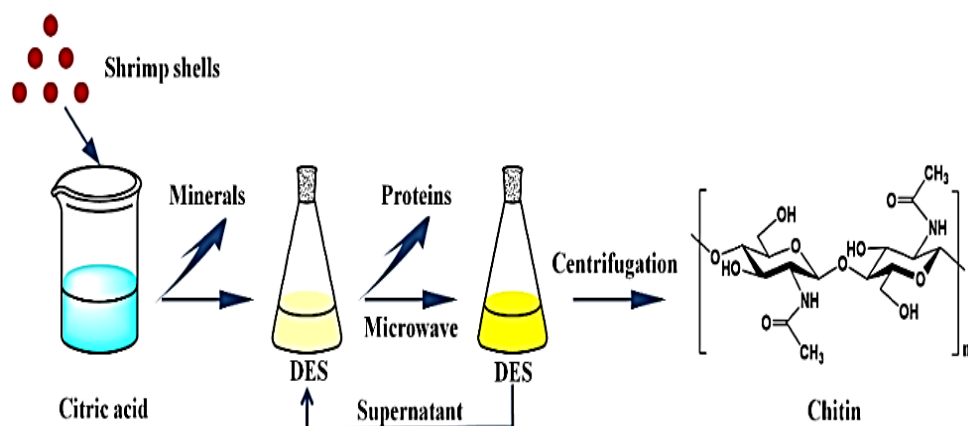
Tabel 2.1 Kandungan Kitin dari Beberapa Kelompok *Crustacea* (Arbia dkk., 2013).

Sampel	Kadar Kitin (%)
<i>Cancer</i> (kepiting)	72,1
<i>Carcinus</i> (kepiting)	64,2
<i>Paralithodes</i> (raja kepiting)	35
<i>Callinectes</i> (kepiting biru)	14
<i>Crangon and Pandalus</i> (udang)	17-40
Udang Alaska	28
<i>Nephro</i> (lobster)	69,8
<i>Homarus</i> (lobster)	60-75

Studi terdahulu telah mengungkapkan variabilitas penting dalam kapasitas pengikatan pewarna, air, dan lemak dari berbagai kitin, kitosan dan turunannya yang dihasilkan dari limbah cangkang *crustacea* pada skala laboratorium. Beberapa penelitian telah menunjukkan bahwa karakteristik

fisikokimia kitin, reaktivitas kimia dan aktivitas biologis yang berbeda bergantung pada spesies *crustacea* dan metode sintesisnya. Tabel 2.1 menunjukkan perbedaan kadar rendemen kitin dengan sampel yang berbeda-beda (Arbia dkk., 2013).

Gambar 2.1 menunjukkan penggambaran skema dua langkah pemisahan kitin dari kulit udang. Cangkang udang didemineralisasi dengan asam sitrat 10 % (b/v) untuk demineralisasi. Sampel yang telah diberi perlakuan asam didispersikan dalam DES (*Deep Eutectic Solvents*) dengan rasio kulit udang dengan persen DES yang berbeda yaitu 1:5; 1:10; 1:15; dan 1:20. Campuran dipanaskan dengan *microwave* dengan waktu yang bervariasi (1, 3, 5, 7 dan 9 menit). Kitin dan DES dipisahkan melalui sentrifugasi, kemudian dibilas dengan aquades. Supernatan dikumpulkan untuk digunakan selanjutnya. Setelah pemisahan, kitin dikeringkan dalam oven pada suhu 80 °C Rendemen kitin dievaluasi dengan menghitung rasio berat kitin yang diekstraksi terhadap kulit udang mentah (Zhao dkk., 2019).

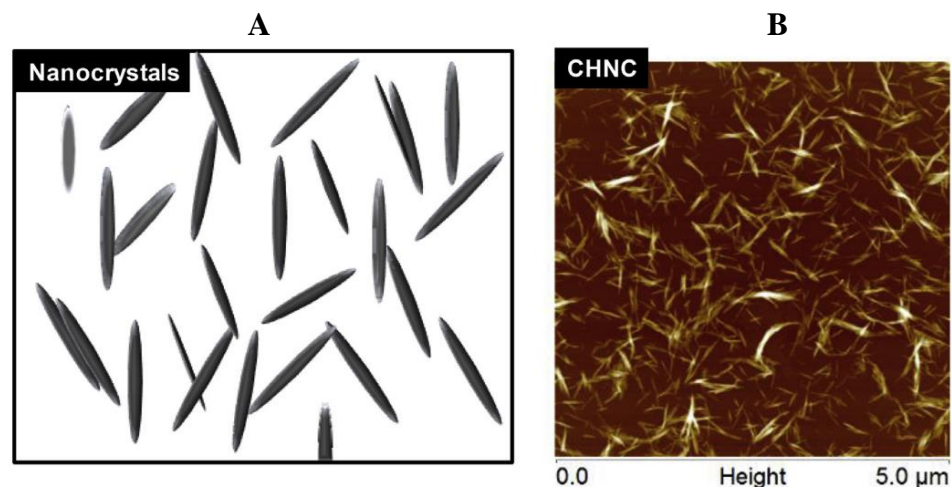


Gambar 2.1 Skema dua langkah pemisahan kitin dari kulit udang (Zhao dkk., 2019).

Penelitian lain yang dilakukan Mashuni dkk. (2021) menggunakan bahan baku cangkang kepiting bakau untuk mendapatkan kitin. Isolasi kitin dari cangkang kepiting bakau (*Scylla serrata*) dilakukan menggunakan metode *microwave* menghasikan rendemen kitin sebanyak 37,5 % (Mashuni, dkk., 2021).

2.2 Nanopartikel kitin

Nanopartikel kitin atau *Chitin Nanoparticle* (ChNP) dapat diperoleh dengan metode perlakuan mekanis, hidrolisis asam, dan oksidasi *tempo-mediated* untuk mendegradasi domain amorf kitin. Jika dibandingkan dengan kitin pada umumnya, ChNP menunjukkan morfologi mirip batang yang seragam dengan panjang dan lebar masing-masing 200–500 nm dan 15–30 nm. Aspek rasio ChNP berada di kisaran 5–15 nm. Suspensi ChNP diapit di antara dua substrat untuk membentuk struktur berlapis yang sangat teratur. Nanopartikel seperti batang memiliki kontak yang baik dengan permukaan substrat yang menginduksi adhesi antarpartikel yang kuat, sementara mereka menumpuk satu sama lain untuk membentuk struktur pipih yang memfasilitasi efek kohesi yang kuat (Liu, dkk., 2021).

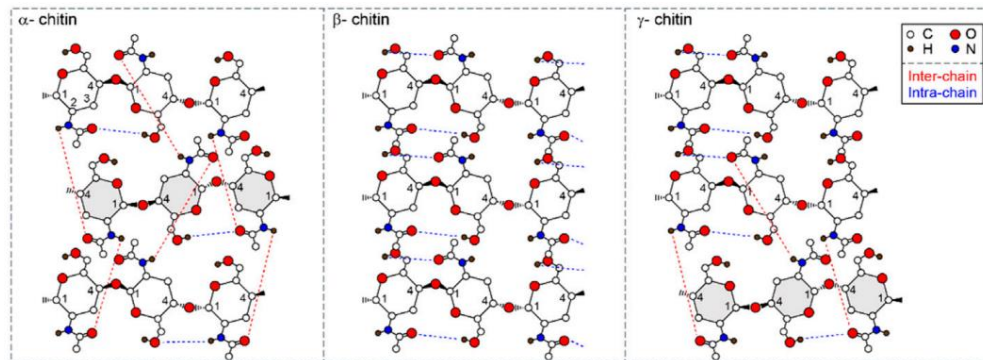


Gambar 2.2 Morfologi ChNP A. Berbentuk Jarum dan B. ChNP dengan AFM (Salaberria dkk., 2015)

ChNP seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.2 A menunjukkan struktur morfologi dari ChNP. Selain itu, pada gambar B disajikan topografi dengan *Atomic Force Microscope* (AFM), menggunakan perbesaran $5 \times 5 \text{ mm}^2$ (Salaberria dkk., 2015).

Kitin alami dikategorikan sebagai α - dan β -kitin yang didapatkan dari hasil analisis dan interpretasi spektrum infra merah. Bentuk-bentuk kitin ini telah dipublikasikan oleh Kumirska dkk. (2010). Bentuk kristal dari α -kitin, memiliki ikatan hidrogen antara atom O_3 dengan O_5 yang menghubungkan dua atom glukosamin dan gugus NH dari gugus asetamida. Penelitian yang

dilakukan Fernando dkk. (2021) menjelaskan adanya interaksi intra dan inter molekular yang berbeda pada bentuk α -, β -, dan γ -kitin. Pada Gambar 2.3 garis merah dan biru menunjukkan ikatan inter dan intra rantai molekul hidrogen, sedangkan warna abu menunjukkan rantai antiparalel α - dan β -kitin. Struktur kristal α -kitin merupakan yang paling stabil dan diketahui juga bahwa bentuk kristal tersebut yang paling melimpah di bumi (Malm & Liceaga, 2021).



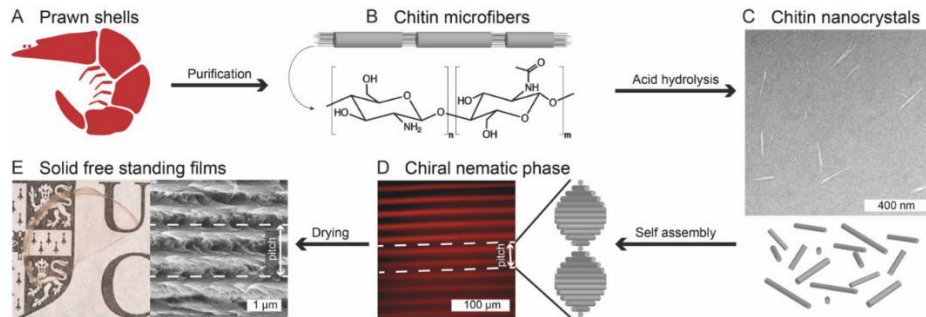
Gambar 2.3 Pola ikatan hidrogen dari alomorf kitin yang berbeda berdasarkan bentuk kristalnya (Fernando dkk., 2021).

2.3 Reaksi Hidrolisis Kitin

ChNP dapat diisolasi dari kitin alami yang dimurnikan dengan hidrolisis asam kuat. Nanopartikel kitin berbentuk batang yang dihasilkan sangat polidispersi dengan dimensi yang bervariasi antara panjang 50 – 300 nm dan lebar 6 – 8. Saat di dalam air ChNP membawa muatan permukaan positif, yang berasal dari amina terprotonasi pada permukaan ChNP, dengan nilai pKa rata-rata ~ 6.3 pada pH di bawah pKa ini, yaitu media berair asam, ChNP stabil secara koloid. Sama halnya dengan selulosa (Salaberria dkk., 2015).

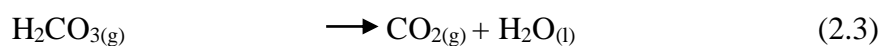
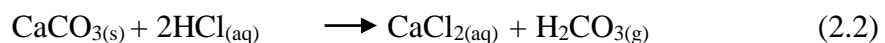
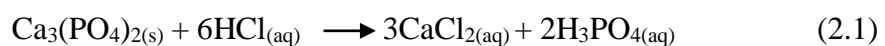
Penelitian yang dilakukan Narkevicius dkk. (2019) menunjukkan tahapan-tahapan pembentukan ChNP dengan metode hidrolisis asam yang ditunjukkan pada Gambar 2.4. Mereka menyelidiki efek durasi dan keasaman hidrolisis kitin yang diperlukan untuk mengekstrak ChNP, serta efek dari input energi sonikasi ujung, derajat asetilasi, pH dan kekuatan ion. Gambar (A) menunjukkan proses pemurnian kulit udang dengan demineralisasi dan deproteinasi untuk menghasilkan ChNP (B), yang selanjutnya dilakukan hidrolisis asam untuk membentuk ChNP (C). Dalam kondisi terkontrol,

suspensi ChNP koloid (C) serta bentuknya dalam fase nematik kiral (D), yang pada penguapan menghasilkan film transparan yang mempertahankan arsitektur nano (Narkevicius dkk., 2019).



Gambar 2.4 Ekstraksi ChNP dari kulit udang (Narkevicius dkk., 2019).

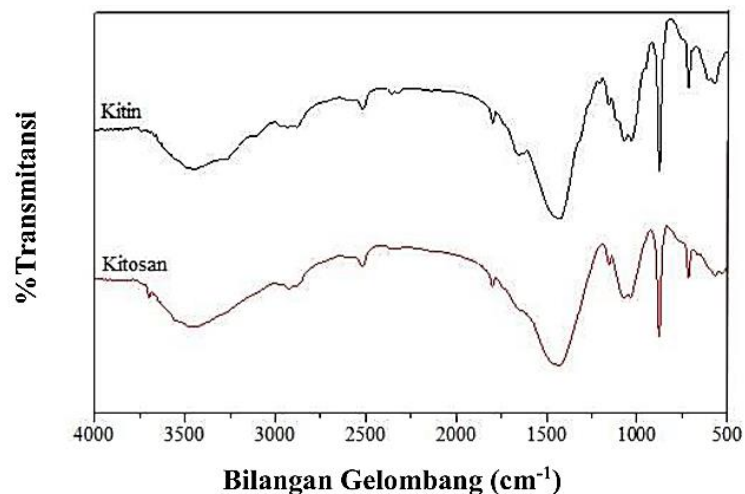
Metode hidrolisis asam dengan proses demineralisasi, cenderung menyerang daerah amorf terlebih dahulu. Oleh karena itu, kitin cenderung mengalami pembelahan melintang di sepanjang daerah amorf dan menghasilkan morfologi nanokitin yang memiliki penampilan seperti batang atau jarum (Yang dkk., 2020). Proses deproteinisasi dilakukan sebelum demineralisasi berfungsi untuk mengikis lapisan protein yang melindungi matriks material kitin, sehingga kitin menjadi tidak terlindungi dan benar-benar terpapar pada perlakuan asam (demineralisasi). Hal ini yang menyebabkan hilangnya material anorganik secara ekstensif, sehingga pada saat melakukan proses demineralisasi dapat menghasilkan rendemen kitin yang optimal (Ibitoye dkk., 2018). Proses demineralisasi bertujuan untuk menghilangkan garam-garam anorganik atau kandungan mineral yang ada pada kulit udang. Kandungan mineral utamanya adalah CaCO_3 dan $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ dalam jumlah kecil, mineral yang terkandung dalam kulit udang ini lebih mudah dipisahkan dibandingkan dengan protein karena hanya terikat secara fisik. Proses pemisahan mineral terindikasi dengan terbentuknya gas CO_2 berupa gelembung udara pada saat larutan HCl ditambahkan dalam sampel seperti yang ditunjukkan persamaan 2.1 hingga 2.3 (Agustina dkk., 2015).



2.4 Karakterisasi Nanopartikel Kitin

2.4.1 Karakterisasi Kitin dengan FTIR (*Fourier Transform Infrared*)

Fourier Transform Infrared digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang khas dari ChNP berdasarkan intensitas radiasi infra merah yang diserap (Haider dkk., 2022). Mashuni dkk. (2021) melakukan karakterisasi ChNP dengan instrumen FTIR seperti yang ditunjuk pada Gambar 2.5 dan diinterpretasikan pada Tabel 2.2. Serapan pada bilangan gelombang 1661 dan 1558 cm^{-1} mengindikasikan adanya kelompok asetamida. Adanya serapan pada bilangan gelombang 3440 cm^{-1} mengindikasikan adanya gugus hidroksil yang merupakan gugus fungsi khas pada biopolimer kitin (Widyaningsih dkk., 2022).



Gambar 2.5 Spektrum FTIR kitin dan kitosan (Mashuni dkk., 2021).

Berdasarkan data FTIR kita dapat mengkategorikan bentuk kristalin ChNP menjadi α - ataupun β -kitin (Hern, 2021). Menariknya, pada penelitan Malm & Liceaga (2021) diketahui adanya perbedaan antara α - ataupun β -kitin terdapat pada pita amida I. Spektrum struktur α -kitin, memiliki dua serapan puncak dapat teramati pada bilangan gelombang sekitar 1654 dan 1621 cm^{-1} yang telah mengidikasikan adanya ikatan hidrogen tunggal dan ikatan hidrogen ganda. Serapan puncak tunggal pada bilangan gelombang sekitar 1631 cm^{-1} mengindikasikan β -kitin.

Tabel 2.2 Puncak serapan FTIR kitin

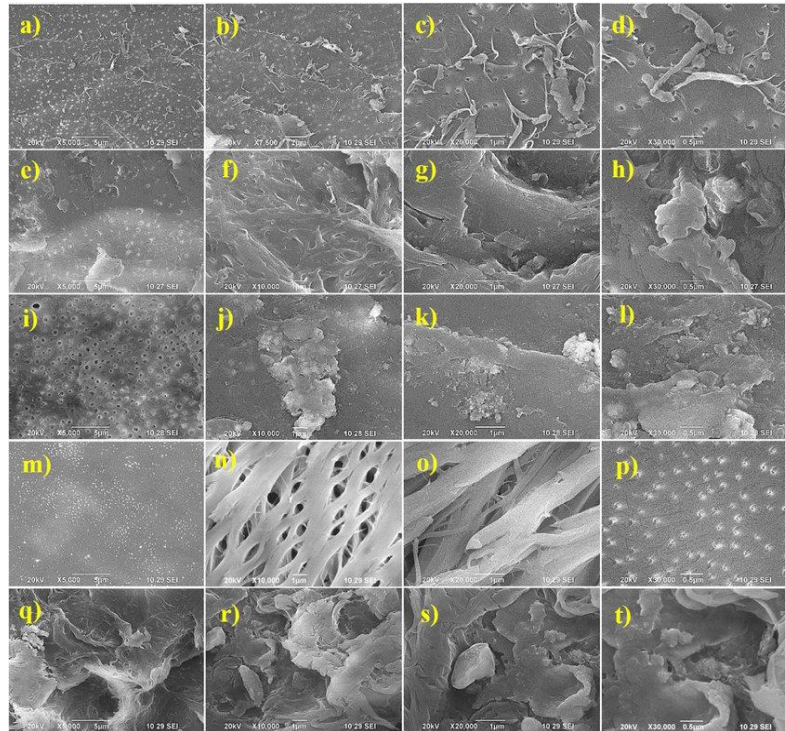
Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	
	Standar	Referensi ^[1]
OH <i>stretching</i>	3440,35	3444,87
NH (-NHCOCH ₃) <i>stretching</i>	3268,63	3269,34
CH(CH ₃) <i>bending</i>	2961,32	2931,80
C=O (-NHCOCH ₃) <i>stretching</i>	1661,50	1631,78
NH (-NHCOCH ₃) <i>bending</i>	1558,90	1560,41
CN (-NHCOCH ₃) <i>stretching</i>	1259,54	1259,52
CH (-CH ₂) <i>bending sym</i>	1320,34	1321,24
C-O (-C-O-C-) <i>stretching asym</i>	1155,12	1159,22
C-O (-C-O-C-) <i>stretching sym</i>	1026,33	1031,92
β -1,4-glikosidik	752,33	750,31

Sumber :[1] Mashuni, dkk. (2021)

2.4.2 Karakterisasi Kitin dengan SEM

Scanning Electron Microscopy (SEM) digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan sampel kitin pada skala mikro. Penelitian yang dilakukan Mohan dkk. (2021) melakukan perbandingan morfologi permukaan ChNP dari berbagai sampel limbah hidangan laut dengan kitin komersil yang dapat dilihat pada Gambar 2.6 perbandingan citra SEM pada limbah hidangan laut dengan rincian perbandingan antara kitin komersil, udang, kepiting, squilla, dan lobster

Pada sampel kitin udang dan kepiting menunjukkan morfologi berbasis nanopartikel berjajar dengan bentuk pori-pori dengan kombinasi kasar dan halus pada pembesaran yang lebih rendah sedangkan jika diamati pada pembesaran yang lebih tinggi menunjukkan morfologi berbentuk jarum-jarum. Namun, pada sampel kitin lobster yang terlihat hanya bentuk menunjukkan kombinasi kasar dan lapisan serpihan halus. Hal ini serupa dengan hasil penelitian Widyarningsih dkk. (2022) yang menemukan nanokitin memiliki bentuk partikel di dalam bentuk bulatan menyerupai bola, adapun sebaran partikelnya beragam dan tidak merata. Berdasarkan penelitian lainnya yang dilakukan Yang dkk. (2020) diketahui bahwa kitin komersial dari udang memiliki struktur yang permukaan tebal dan tidak merata dengan susunan yang jelas dalam struktur kristal berbentuk jarum.



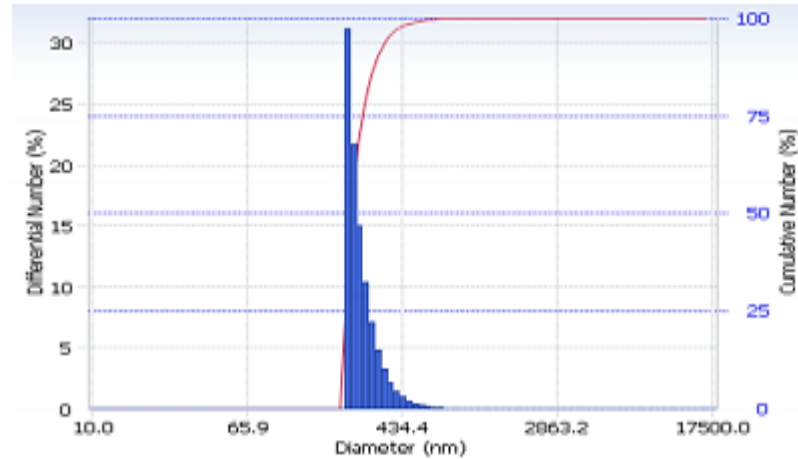
Gambar 2.6 Citra SEM pada limbah hidangan laut dengan rincian perbandingan antara kitin komersil ((a),(b),(c),(d)), udang ((e),(f),(g),(h)), kepiting ((i),(j),(k),(l)), squilla ((m),(n),(o),(p)), dan lobster ((q),(r),(s),(t)) (Mohan dkk., 2021).

2.4.3 Karakterisasi Kitin dengan PSA

Particle Size Analyzer (PSA) digunakan untuk mengetahui distribusi sebaran partikel suatu material serta tingkat keberagaman partikel didalamnya Widyaningsih dkk. (2022). Penelitian sebelumnya yang dilakukan Silvana dkk. (2020) melakukan karakterisasi nanokitin dengan dengan instrumen *Particle Size Analyzer* (PSA) versi 1.34/2.00 merek Nano Beckman Coulter Delsa™ dengan menggunakan pelarut air pada suhu 25°C. Pada Gambar 2.7 menunjukkan rata-rata diameter partikel sebesar $264,1 \pm 62,0$ nm dengan Polidispersitas Indeks (PI) sebesar 0,366.

Nilai PI memiliki rentang antara 0-1, apabila nilai mendekati nol menunjukkan distribusi partikel yang homogen atau seragam sedangkan nilai indeks polidispersitas yang melebihi 0,5 menunjukkan partikel memiliki tingkat heterogenitas yang tinggi. Nilai indeks polidispers pada Gambar 2.7 tidak melebihi 0,5 sehingga menunjukkan bahwa nanopartikel yang

dihasilkan Silvana dkk. (2020) memiliki distribusi ukuran partikel yang homogen sehingga memiliki kecendrungan stabil secara fisik sehingga tidak menyebabkan partikel saling beragregasi (Wintari, dkk., 2017).



Gambar 2.7 Distribusi Partikel Nanokitin yang Terhidrolisis dengan HCl 3 M (Silvana dkk., 2020).

Ukuran partikel adalah karakteristik paling penting dalam material nanopartikel, karena ukuran partikel mempengaruhi kestabilan sistem pada suatu nanopartikel. Ukuran partikel bergantung pada jenis dan persentase emulsi serta zat tambahan yang terkandung di dalam nanopartikel. Penentuan distribusi ukuran partikel bertujuan untuk mempelajari pola persebaran dari ukuran partikel (Rusdi, 2017).

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini bertempat di laboratorium Kimia lanjut, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Mataram. dan dilaksanakan pada bulan Agustus 2022 hingga Maret 2023.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini berupa seperangkat alat gelas standar, ayakan 50 mesh (GB/T6003 Shaoxing Shangyu Huafeng Co., Ltd), blender (Philips HR-2116), *hot plate* (IKA C-MAG HS7), timbangan analitik (Fujitsu FSR- A220), *sentrifuge* (PLC-05 Gemmy Industrial Corp), oven (Memmert). Alat instrumentasi yang digunakan dalam proses karakterisasi, seperti *Fourier Transform Infrared* (PerkinElmer), *Particle Size Analyzer* (Microtac FLEX 11.1.0.6), dan *Scanning Electron Microscopy* (FEI INSPECT-S50).

3.2.2 Bahan

Bahan-Bahan yang digunakan pada riset ini, antara lain: aquades, cangkang kepiting, cangkang lobster, cangkang udang, HCl (5M), dan NaOH (5M).

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Preparasi Serbuk Cangkang Kepiting, Udang, dan Lobster

Preparasi sampel mengacu pada penelitian Supriyantini dkk. (2018). Cangkang kepiting, cangkang lobster, dan kulit udang dibersihkan dan dikeringkan di bawah sinar matahari (± 2 hari), dan dihaluskan menggunakan blender dan diayak sehingga didapatkan serbuk berukuran *50 mesh*.

3.3.2 Isolasi Nanopartikel Kitin

Metode isolasi ChNP merujuk pada metode yang dilakukan oleh Supriyantini dkk. (2018) yang diterapkan kepada masing-masing sampel,

yakni cangkang kepiting, cangkang lobster dan kulit udang. Pembuatan kitin dilakukan melalui dua proses, yaitu:

a. Deproteinisasi

Sampel cangkang kepiting, cangkang lobster dan kulit udang (5g) dideproteinisasi secara terpisah dengan larutan NaOH 5 M (100 mL) sesuai dengan penelitian (Kozma dkk., 2022). Campuran distirer selama 3 jam (104 °C) kemudian dipisahkan endapannya dengan *sentrifuge* (3000 rpm, 10 menit). Proses sentrifugasi diulang selama beberapa kali hingga pH filtrat netral. Endapan hasil sentrifugasi dioven pada suhu 50 °C (24 jam).

b. Demineralisasi

Serbuk hasil deproteinisasi yang telah dioven kemudian dilakukan demineralisasi dengan larutan HCl 5 M (100 mL) kemudian distirer dengan suhu 100 °C (3 jam). Selanjutnya, campuran disentrifugasi dengan aquades (3000 rpm, 10 menit), diulang beberapa kali untuk menghilangkan kelebihan asam dan fase amorf. Endapan dioven pada suhu 50°C (24 jam). Kitin yang diperoleh kemudian ditimbang untuk mengetahui persen rendemen yang diperoleh menggunakan Persamaan 3.1 dan 3.2.

$$R = \frac{BE}{BS} \times 100\% \quad (3.1)$$

Keterangan :

R : rendemen (%)

BE : berat ekstrak kitin yang diperoleh (g)

BS : berat sampel awal (g)

$$RT = \frac{M}{V} \times 100\% \quad (3.2)$$

Keterangan :

RT : konsentrasi rendemen terdispersi (%)

M : berat sampel awal - berat ekstrak kitin yang diperoleh (g)

V : volume suspensi (mL)

3.3.3 Karakterisasi Suspensi Nanopartikel Kitin

a. Uji FTIR

Pengujian ini dilakukan untuk mengidentifikasi perbedaan antara gugus fungsi yang terbentuk pada suspensi ChNP pada masing-masing sampel (cangkang kepiting, cangkang lobster dan kulit udang).

b. Uji PSA

Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui ukuran partikel yang terbentuk pada suspensi ChNP pada masing-masing sampel (cangkang kepiting, cangkang lobster dan kulit udang).

c. Uji SEM

Pengujian ini dilakukan untuk mengidentifikasi perbedaan antara morfologi struktur permukaan ChNP pada masing-masing sampel (cangkang kepiting, cangkang lobster dan kulit udang).

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Isolasi Kitin Limbah *Crustacea*

Kitin dari masing-masing sampel limbah *Crustacea* (cangkang kepiting, udang, dan lobster) telah berhasil diisolasi dengan metode deproteinisasi dan demineralisasi. Deproteinisasi merupakan metode pendegradasian protein dengan pelarut basa kuat pada eksoskeleton subfilum *crustacea*, dalam penelitian ini menggunakan NaOH (5 M). Proses deproteinisasi dilakukan secara heterogen dengan menggunakan bahan kimia yang juga mendepolimerisasi biopolimer (Younes & Rinaudo, 2015). Penggunaan larutan NaOH dengan konsentrasi dan suhu yang tinggi semakin efektif dalam menghilangkan protein (Agustina dkk., 2015). Proses pengadukan dan pemanasan bertujuan untuk mempercepat pengikatan ujung rantai protein dengan NaOH sehingga proses degradasi dan pengendapan protein berlangsung sempurna.

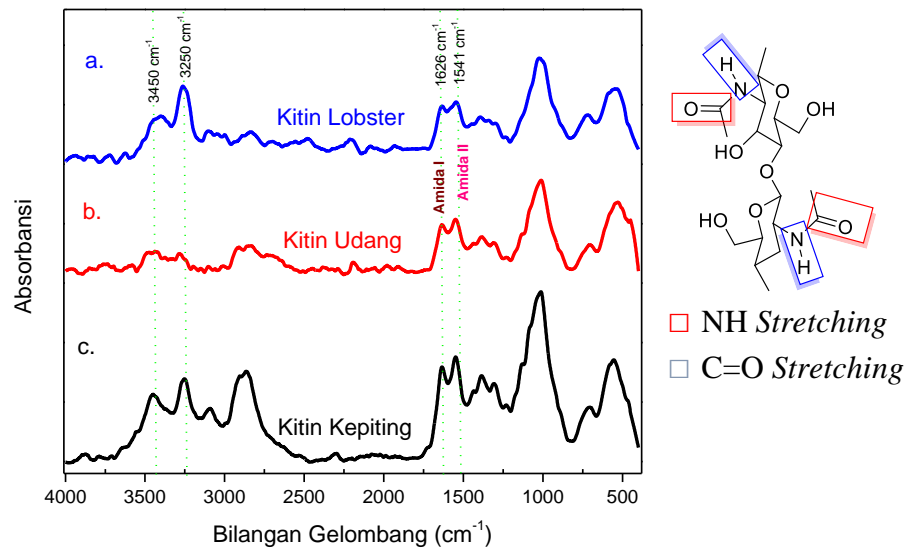
Demineralisasi merupakan proses pendegradasian mineral pada eksoskeleton *crustacea* dengan pelarut asam kuat. Asam kuat yang digunakan pada penelitian ini adalah HCl (5 M). Proses demineralisasi ini bertujuan untuk menghilangkan garam-garam anorganik atau kandungan mineral yang ada pada kulit udang. Kandungan mineral utamanya adalah CaCO_3 dan $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ dalam jumlah kecil, mineral yang terkandung dalam kulit udang ini lebih mudah dipisahkan dibandingkan dengan protein karena hanya terikat secara fisik (Dompeipen EJ, 2017). Berdasarkan penelitian Komariah (2008) diketahui proses pemisahan mineral ditunjukkan dengan terbentuknya gas CO_2 berupa gelembung udara pada saat larutan HCl ditambahkan.

Kitin yang diperoleh dari proses isolasi dengan metode deproteinisasi dan demineralisasi dari masing-masing sampel menghasilkan rendemen udang (1,52%), lobster (2,64%), dan kepiting (8,92%). Sisa kitin dari masing-masing sampel dalam bentuk ChNP terdispersi dalam aquades dengan konsentrasi bervariasi, diantaranya udang (1,64%), lobster (1,62%), dan kepiting (1,51%).

4.2 Karakterisasi Nanopartikel Kitin Limbah *Crustacea*

4.2.1 Gugus Fungsi dari Nanopartikel Kitin Berdasarkan Analisis FTIR

Spektrum FTIR sampel limbah *crustacea* pada Gambar 4.1 menunjukkan adanya vibrasi pada bilangan gelombang 3450 cm^{-1} yang menandakan terbentuknya gugus $-\text{OH}$ intermolekuler (Tamimi & Herdyastuti, 2013). Sampel kepiting menunjukkan intensitas vibrasi peregangan yang lebih tinggi daripada sampel lainnya pada gugus $-\text{OH}$ (3450 cm^{-1}), hal ini kemungkinan merujuk pada luas permukaan sampel yang lebih luas (Haider dkk., 2022).



Gambar 4.1 Spektrum FTIR Kitin Limbah (a) Lobster, (b) Udang, dan (c) Kepiting

Vibrasi $-\text{NH}$ menimbulkan serapan di sebelah kiri absorpsi $\text{C}-\text{H}$ alifatik, yaitu pada bilangan gelombang 3125-3400 cm^{-1} (Kurniasih, 2007). Merujuk pada penelitian (Silvana dkk., 2020) diketahui bilangan gelombang sekitar 3200 cm^{-1} mencerminkan gugus $-\text{NH}$ pada amida (NHCOCH_3), dimana pada penelitian ini diperoleh serapan pada bilangan gelombang 3250 cm^{-1} . Puncak serapan pada bilangan gelombang 1626 cm^{-1} menunjukkan serapan $\text{C}=\text{O}$ pada gugus Amida, sedangkan puncak serapan pada bilangan gelombang 1541 cm^{-1} menunjukkan vibrasi tekuk $-\text{NH}$ pada gugus Amida.

Daerah vibrasi peregangan $\text{C}=\text{O}$ pada amida 1, berada diantara bilangan gelombang 1700 hingga 1500 cm^{-1} akan menghasilkan pita serapan

yang berbeda untuk α - dan β -kitin. Bentuk β -kitin hanya akan menampilkan satu puncak saja, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1 yang menunjukkan puncak tunggal di bilangan gelombang 1626 cm^{-1} . Umumnya kitin ditemukan dalam bentuk α -kitin, akan tetapi ketiga sampel baik kepiting, lobster, maupun udang mengindikasikan terbetuknya β -kitin. Hasil ini mirip dengan hasil penelitian yang dilakukan Dompeipen (2017).

Tabel 4.1 Data Bilangan Gelombang Kitin Dibandingkan dengan Referensi

Ikatan	Bilangan gelombang (cm^{-1})		
	Kitin	Referensi ^[1]	Referensi ^[2]
OH <i>stretching</i>	3450	3444	3452
NH ($-\text{NHCOCH}_3$) <i>stretching</i>	3250	3269	3266
Amida 1 <i>stretching</i>	1626	1631	1629
Amida 2 <i>bending</i>	1541	1560	1558

Sumber :[1] Mashuni, dkk. (2021)

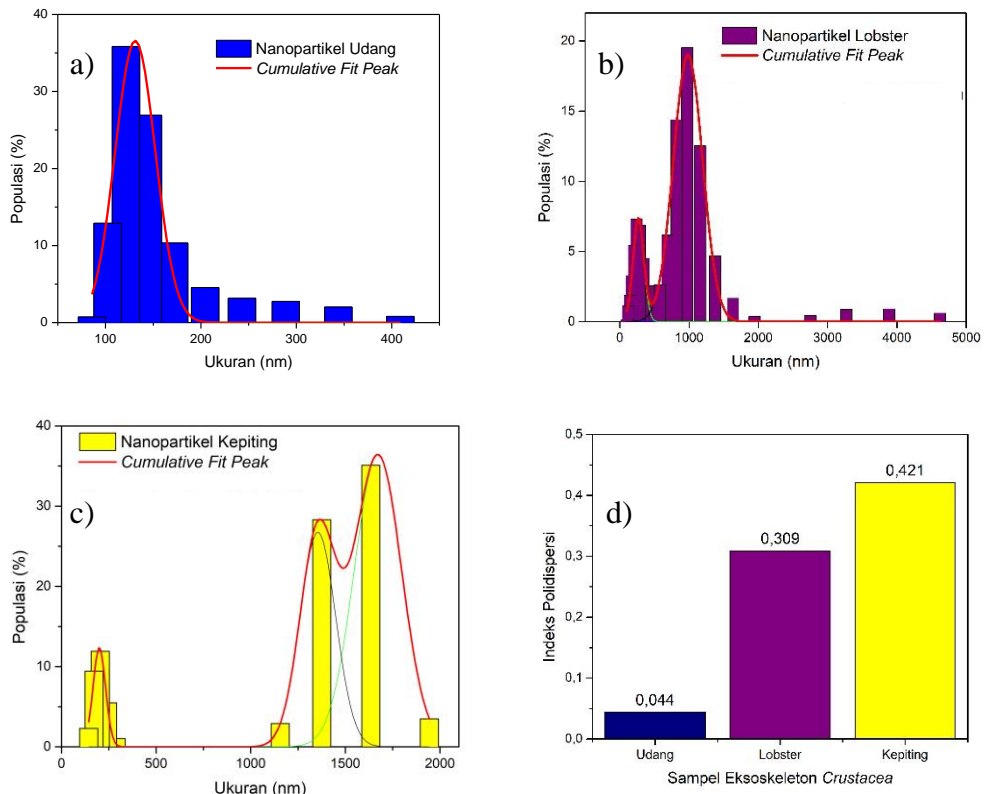
[2] Dompeipen (2017)

4.2.2 Distribusi Sebaran Ukuran Partikel dari Nanopartikel Kitin Berdasarkan Analisis PSA

Distribusi ukuran ChNP yang dihasilkan dari masing-masing sampel memiliki rata-rata ukuran paling kecil sebesar 121,8 nm dan distribusi partikel yang seragam dengan rasio distribusi variasi 100% seperti yang ditunjukkan Gambar 4.2 (a). Berbeda dengan sampel udang, sampel lobster dan kepiting memiliki rata-rata ukuran partikel yang lebih besar dan distribusi variasi yang lebih beragam. Sampel lobster menunjukkan 2 distribusi variasi yakni 33,2 dan 66,8% yang menunjukkan rata-rata ukuran partikel 228,9 dan 869 nm, sedangkan sampel kepiting juga menunjukkan 2 distribusi variasi yakni 30,2 dan 69,8% yang menunjukkan rata-rata ukuran partikel 180,1 dan 1.398 nm seperti yang ditunjukkan Gambar 4.2 (b) dan (c).

Seluruh sampel ChNP memiliki nilai PI di bawah 0,5 seperti yang ditunjukkan Gambar 4.2 (d), hal ini menunjukkan pola distribusi ukuran yang lebih sempit. Hal ini juga menunjukkan seluruh sampel termasuk dalam kategori monodispersi, dimana nilai PI kategori monodispersi berada pada rentang 0,01-0,5. Dapat dilihat perbandingan pada Tabel 4.2, walaupun

seluruh sampel termasuk dalam kategori monodispersi, sampel udang memiliki sebaran partikel yang lebih homogen karena memiliki nilai PI mendekati 0. Hal ini selaras dengan distribusi variasi yang dimiliki sampel udang yang memiliki rasio lebih seragam, dibandingkan dengan sampel lobster dan kepiting yang memiliki nilai PI yang lebih besar (0,309 dan 0,421) sehingga memiliki rasio distribusi variasi yang lebih beragam.



Gambar 4.2 Distribusi Sebaran Ukuran (a) Nanopartikel Udang, (b) Lobster, (c) Kepiting serta (d) Perbandingan Indeks Polidispersinya.

Seluruh sampel ChNP memiliki nilai PI di bawah 0,5 seperti yang ditunjukkan Gambar 4.2 (d), hal ini menunjukkan pola distribusi ukuran yang lebih sempit. Hal ini juga menunjukkan seluruh sampel termasuk dalam kategori monodispersi, dimana nilai PI kategori monodispersi berada pada rentang 0.01-0.5. Dapat dilihat perbandingan pada Tabel 4.2, walaupun seluruh sampel termasuk dalam kategori monodispersi, sampel udang memiliki sebaran partikel yang lebih homogen karena memiliki nilai PI

mendekati 0. Hal ini selaras dengan distribusi variasi yang dimiliki sampel udang yang memiliki rasio lebih seragam, dibandingkan dengan sampel lobster dan kepiting yang memiliki nilai PI yang lebih besar (0,309 dan 0,421) sehingga memiliki rasio distribusi variasi yang lebih beragam.

Tabel 4.2 Distribusi Sebaran Partikel Limbah *Crustacea*

Sampel	Ukuran (nm)	PI	Referensi (nm)
Udang	121,8	0,044	47-386 ^[1]
Lobster	228,9-869	0,309	257-670 ^[2]
Kepiting	180,1-1398	0,421	100-550 ^[3]
			1000-1500 ^[4]

Sumber : [1] Hern (2021)

[2] Hong dkk., (2020)

[3] Qin dkk., (2017)

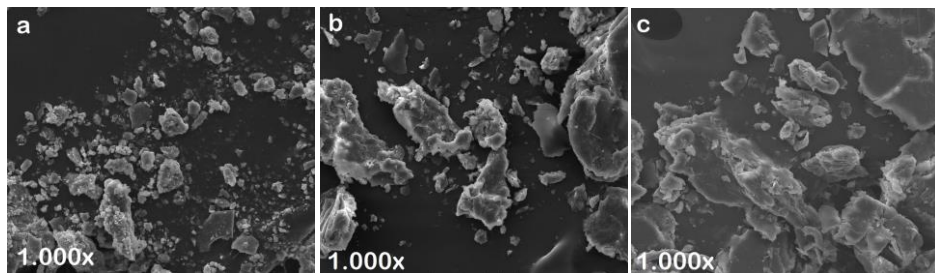
[4] Ezekiel dkk., (2014)

Berdasarkan penelitian Wintari dkk. (2017) diketahui bahwa kategori monodispersi pada sampel ChNP menunjukkan bahwa seluruh sampel ChNP yang dihasilkan memiliki kecenderungan stabil secara fisik sehingga tidak menyebabkan partikel saling beragregasi. Penerapan tekanan dan suhu tinggi (100 °C) pada saat proses hidrolisis membantu memecah ikatan polimer kitin sehingga terdegradasi menjadi unit yang lebih kecil. Namun, ukuran partikel yang terdegradasi menjadi unit yang lebih kecil dapat membuat aglomerasi mudah terjadi. Hal inilah yang menyebabkan terdeteksinya ukuran partikel yang cukup besar pada sampel lobster (869 nm) sebanyak 66,8% dan sampel kepiting (1.398 nm) sebanyak 69,8%.

Terdeteksinya ukuran partikel yang cukup besar pada sampel lobster dan kepiting diakibatkan oleh sifat fisik dari partikel nano yang cenderung menggumpal akibat pengaruh dari gerakan Brown dan gaya Van der Waals pada larutan. Gumpalan partikel nano membuat ukurannya menjadi lebih besar dan cenderung tidak seragam. Berdasarkan penelitian Alias dkk. (2010) diketahui penurunan ukuran kristal dan partikel menjadi lebih kecil dapat menyebabkan aglomerasi mudah terjadi. Pembentukan aglomerasi partikel berasal dari partikel-partikel kecil yang berdekatan kemudian saling menabrak (*transport step*), lalu saling melekat (*attachment step*), dan akhirnya membentuk partikel yang lebih besar.

4.2.3 Hasil Karakterisasi Morfologi Nanopartikel Kitin Berdasarkan Analisis SEM

Karakteristik morfologi permukaan ChNP dari ketiga sampel dengan instrumen SEM dapat dilihat pada Gambar 4.3, yang menunjukkan morfologi permukaan pori-pori dengan ukuran besar dengan bentuk kombinasi kasar dan lapisan serpihan halus pada perbesaran rendah (1.000x). Sementara, pada perbesaran yang lebih tinggi (5.000-10.000x) dapat ditemukan struktur jarum-jarum yang dapat dibedakan dengan bagian lain seperti yang ditunjukkan Gambar 4.4.

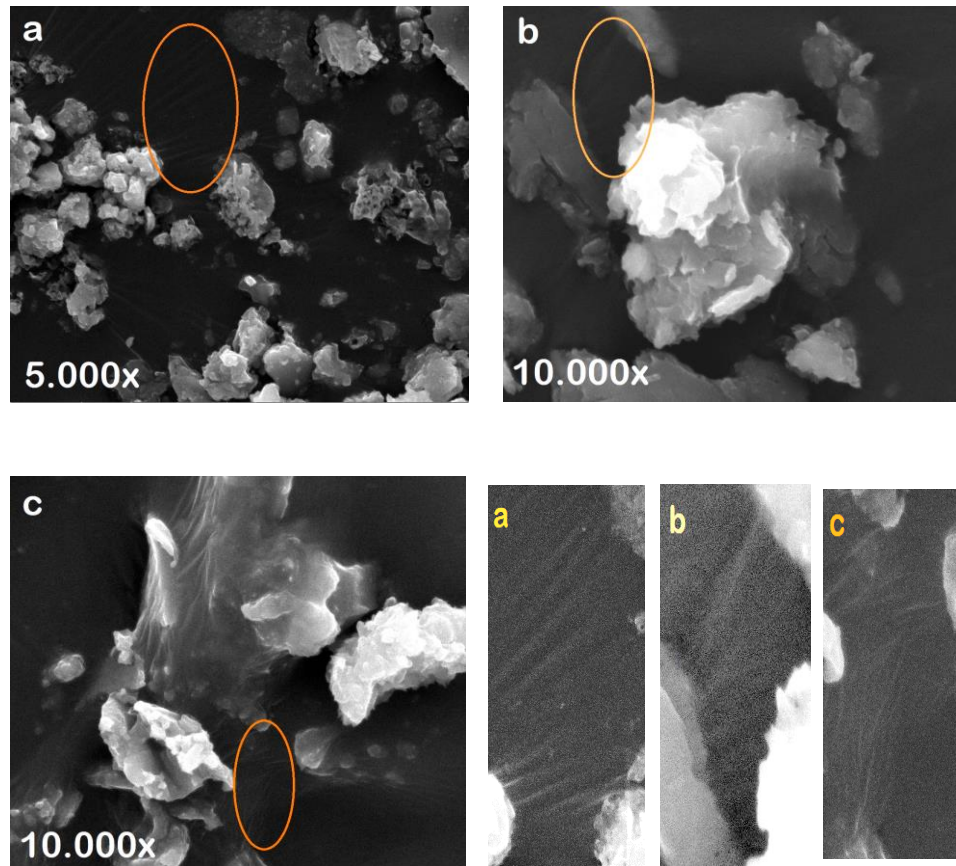


Gambar 4.3 Citra SEM Nanopartikel Perbesaran 1.000x Kitin Udang (a) Kitin Lobster (b) Kitin Kepiting (c)

Pori-pori besar masih terlihat di beberapa daerah akan tetapi, morfologi berbentuk jarum dapat dibedakan dengan bagian lainnya. Hal ini serupa dengan hasil penelitian dari Mohan dkk. (2021). Jumlah pori pada permukaan kitin berfungsi untuk menyerap ion logam. Berdasarkan penelitian lainnya yang dilakukan Yang dkk. (2020) diketahui bahwa kitin komersial dari udang memiliki permukaan bersusun tebal dengan susunan yang jelas dalam struktur kristal berbentuk jarum. Penelitian yang dilakukan Widyaningsih dkk. (2022) diketahui pada sampel kitin udang dan kepiting menunjukkan morfologi berbasis nanopartikel berjajar dengan bentuk pori-pori dengan kombinasi kasar dan halus pada pembesaran yang lebih rendah sedangkan jika diamati pada pembesaran yang lebih tinggi menunjukkan morfologi berbentuk jarum.

Metode hidrolisis asam dengan proses demineralisasi, cenderung menyerang daerah amorf terlebih dahulu. Kitin cenderung mengalami pembelahan melintang di sepanjang daerah amorf dan menghasilkan

morfologi nanokitin yang memiliki penampilan seperti batang atau jarum. ChNP dengan struktur jarum umumnya digunakan dalam industri pengolahan tekstil. Kemudian, untuk struktur kitin yang berpori telah banyak diaplikasikan sebagai bahan yang sempurna untuk rekayasa jaringan seperti penelitian yang dilakukan Aranaz dkk. (2009).



Gambar 4.4 Citra SEM (a) ChNP Udang (5.000x) (b) Lobster (c) serta Kepiting (10.000x).

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

- a. ChNP dapat diisolasi dari eksoskeleton limbah *crustacea* melalui proses deproteinisasi dan demineralisasi.
- b. Karakteristik kitin yang berhasil diisolasi dari eksoskeleton limbah *crustacea* berdasarkan analisis FTIR, PSA, dan SEM merupakan β -kitin dan memiliki distribusi sebaran ukuran partikel sebesar 121,8 hingga 1.398 nm dengan nilai PI sebesar 0,044 hingga 0,421 serta memiliki morfologi berbentuk jarum.

5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dalam pengaplikasian ChNP yang dapat diterapkan di berbagai bidang seperti kesehatan, kosmetik, hingga industri pabrik. Metode yang berbeda juga dapat dicoba secara eksperimental guna mendapatkan hasil yang lebih baik. Uji karakteristik ChNP dengan XRD dan TEM juga perlu dilakukan agar mengetahui struktur kristalin ChNP serta bentuk morfologi yang lebih mendetail dari ChNP yang dihasilkan.

DAFTAR PUSTAKA

- Agustina, S., Swantara, I. M. D., & Suartha, I. N. (2015). Isolasi Kitin, Karakterisasi, dan Sintesis Kitosan Dari Kulit Udang. *Jurnal Kimia*, 9(2), 271–278.
- Alias, S. S., Ismail, A. B., & Mohamad, A. A. (2010). Effect of pH on ZnO nanoparticle properties synthesized by sol-gel centrifugation. *Journal of Alloys and Compounds*, 499(2), 231–237.
- Aranaz, I., Mengibar, M., Harris, R., Panos, I., Miralles, B., Acosta, N., Galed, G., & Heras, A. (2009). Functional Characterization of Chitin and Chitosan. *Current Chemical Biology*, 3(2), 203–230.
- Arbia, W., Arbia, L., Adour, L., & Amrane, A. (2013). Ftb_51_1_012_025. *Chitin Recovery Using Biological Methods, Food Technol. Biotechnol.*, 51(1), 12–25.
- Dassanayake, R., Acharya, S., & Abidi, N. (2019). Biopolymer-Based Materials from Polysaccharides: Properties, Processing, Characterization and Sorption Applications. *Advanced Sorption Process Applications, November*.
- Dompeipen EJ. (2017). Isolasi dan identifikasi kitin dan kitosan dari kulit udang Windu (*Penaeus monodon*) dengan spektroskopi inframerah. *Majalah Biam*, 13(1), 31–41.
- Ezekiel, N., Butchosa, N., Salajkova, M., Zhou, Q., & Berglund, L. A. (2014). Nanostructured membranes based on native chitin nanofibers prepared by mild process. *Carbohydrate Polymers*, 112, 255–263.
- Fernando, L. D., Dickwella Widanage, M. C., Penfield, J., Lipton, A. S., Washton, N., Latgé, J. P., Wang, P., Zhang, L., & Wang, T. (2021). Structural Polymorphism of Chitin and Chitosan in Fungal Cell Walls From Solid-State NMR and Principal Component Analysis. *Frontiers in Molecular Biosciences*, 8(August), 1–12.
- Haider, M. M., Jian, G., Li, H., Wolcott, M., Fernandez, C., & Nassiri, S. (2022). Impact of chitin nanofibers and nanocrystals from waste shrimp shells on mechanical properties, setting time, and late-age hydration of mortar. *Scientific Reports*, 12(1), 1–17.
- Hern, F. (2021). *International Journal of Biological Macromolecules Eco-friendly isolation and characterization of nanochitin from different origins by microwave irradiation : Optimization using response surface methodology.* 186, 218–226.
- Hong, S., Yuan, Y., Zhang, K., Lian, H., & Liimatainen, H. (2020). *E fficient Hydrolysis of Chitin in a Deep Eutectic Solvent Synergism for Production of Chitin Nanocrystals.*

- Ibitoye, E. B., Lokman, I. H., Hezmee, M. N. M., Goh, Y. M., Zuki, A. B. Z., & Jimoh, A. A. (2018). Extraction and physicochemical characterization of chitin and chitosan isolated from house cricket. *Biomedical Materials*, *13*(2), 25009.
- Kementerian Kelautan dan Perikanan. (2021). Statistik Ekspor Hasil Perikanan Tahun 2016-2020. *Kkp.Go.Id*, 26.
- Komariah. (2008). Seminar Nasional X Pendidikan Biologi FKIP UNS Seminar Nasional X Pendidikan Biologi FKIP UNS. *Biologi, Sains, Lingkungan Dan Pembelajarannya*, 2000, 1–5.
- Kozma, M., Acharya, B., & Bissessur, R. (2022). *Chitin, Chitosan, and Nanochitin: Extraction, Synthesis, and Applications*. 1–28.
- Kumirska, J., Czerwicka, M., Kaczyński, Z., Bychowska, A., Brzozowski, K., Thöming, J., & Stepnowski, P. (2010). Application of spectroscopic methods for structural analysis of chitin and chitosan. *Marine Drugs*, *8*(5), 1567–1636.
- Kurniasih, M. & D. W. D. (2007). Preparasi dan Karakterisasi Kitin dari Kulit Udang Putih (*Litopenaeus vannamei*). *2*(2), 79–87.
- Malm, M., & Liceaga, A. M. (2021). Physicochemical Properties of Chitosan from Two Commonly Reared Edible Cricket Species, and Its Application as a Hypolipidemic and Antimicrobial Agent. *Polysaccharides*, *2*(2), 339–353.
- Mashuni, M., Natsir, M., Lestari, W. M., Hamid, F. H., & Jahiding, M. (2021). Pemanfaatan Kitosan dari Cangkang Kepiting Bakau (*Scylla serrata*) dengan Metode Microwave sebagai Bahan Dasar Kapsul Obat. *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, *17*(1), 74.
- Mashuni, M., Natsir, M., Mia, W., & Handayani, F. (2021). *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia Pemanfaatan Kitosan dari Cangkang Kepiting Bakau (Scylla serrata) dengan*. *17*(1), 74–82.
- Mohan, K., Muralisankar, T., Jayakumar, R., & Rajeevgandhi, C. (2021). A study on structural comparisons of β -chitin extracted from marine crustacean shell waste. *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications*, *2*(January), 100037.
- Muñoz-Núñez, C., Fernández-García, M., & Muñoz-Bonilla, A. (2022). Chitin Nanocrystals: Environmentally Friendly Materials for the Development of Bioactive Films. *Coatings*, *12*(2), 1–17.
- Narkevicius, A., Steiner, L. M., Parker, R. M., Ogawa, Y., Frka-Petesic, B., & Vignolini, S. (2019). Controlling the Self-Assembly Behavior of Aqueous Chitin Nanocrystal Suspensions. *Biomacromolecules*, *20*(7), 2830–2838.
- Ou, X., Yang, X., Zheng, J., & Liu, M. (2019). Free-standing graphene oxide–chitin nanocrystal composite membrane for dye adsorption and oil/water separation. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, *7*(15), 13379–13390.

- Qin, Y., Yang, J., Chang, R., Zhao, M., Li, M., Xiong, L., & Sun, Q. (2017). The synergistic effect of glycerol and sodium chloride on the degree of chitin nano-whisker gels reinforcement. *Colloid and Polymer Science*, 295(9), 1643–1654.
- Rusdi, M. (2017). Karakteristik Ukuran Partikel dan Indeks Polidispersitas Formulasi Nanoemulsi Pewarna Alam Ekstrak Kayu Secang (*Caesalpinia Sappan* Linn). *Jurnal Pertanian Terpadu*, 5(2), 114–127.
- Salaberria, A. M., Diaz, R. H., Labidi, J., & Fernandes, S. C. M. (2015). Role of chitin nanocrystals and nanofibers on physical, mechanical and functional properties in thermoplastic starch films. *Food Hydrocolloids*, 46, 93–102.
- Silalahi, A. M., Fadholah, A., & Artanti, L. O. (2020). ISOLASI DAN IDENTIFIKASI KITIN DAN KITOSAN DARI CANGKANG SUSUH KURA (*Sulcospira testudinaria*). *Pharmaceutical Journal of Islamic Pharmacy*, 4(1), 1–9.
- Silvana N., A., Berhimpon, S., Iwan M., R., Kawung, N. J., & Suptijah, P. (2020). The effect of hcl-thermal pressure hydrolysis and high-speed destruction of chitin on particle size distribution and functional group of nano-chitin compound. *Current Research in Nutrition and Food Science*, 8(1), 197–205.
- Tamimi, M., & Herdyastuti, N. (2013). Analisis Gugus Fungsi Dengan Menggunakan Spektroskopi FT-IR Dari Variasi Kkitin Sebagai Substrat Kitinase Bakteri *Pseudomonas* sp. TNH-54. *UNESA Journal of Chemistry*, 2(2), 47–51.
- Widyaningsih, T., Mubarakati, N. J., & Malang, U. I. (2022). Characterization of nano chitin from shrimp shell waste after biosynthesis with *Pseudomonas aeruginosa* as an exterminator of. *Agriculture*, 1(21), 1–7.
- Wintari T., Rafika S., Uray C., Sri W., I. (2017). Optimasi Kecepatan dan Lama Pengadukan terhadap Ukuran Nanopartikel Kitosan-Ekstrak Etanol 70 % Kulit Jeruk Siam (*Citrus nobilis* L. var *Microcarpa*). *Traditional Medicine Journal*, 22 (1)(April), 16–20.
- Yang, X., Liu, J., Pei, Y., Zheng, X., & Tang, K. (2020). Recent Progress in Preparation and Application of Nano-Chitin Materials. In *Energy and Environmental Materials* (Vol. 3, Issue 4, pp. 492–515).
- Younes, I., & Rinaudo, M. (2015). Chitin and chitosan preparation from marine sources. Structure, properties and applications. *Marine Drugs*, 13(3), 1133–1174.
- Yuliana, S. L. (2022). *Aktivitas Antimikroba dan Antikolestrol Chitooligosakarida Cangkang Rajungan (Portunus pelagicus)*. UPN Veteran Jawa Timur.
- Yurtsever, A., Wang, P., Priante, F., Morais Jaques, Y., Miyata, K., MacLachlan, M. J., Foster, A. S., & Fukuma, T. (2022). Probing the Structural Details of Chitin Nanocrystal–Water Interfaces by Three-Dimensional Atomic Force

Microscopy. *Small Methods*, 2200320, 2200320.

Zhao, D., Huang, W. C., Guo, N., Zhang, S., Xue, C., & Mao, X. (2019). Two-step separation of chitin from shrimp shells using citric acid and deep eutectic solvents with the assistance of microwave. *Polymers*, 11(3).

LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan

- a. Persen rendemen berdasarkan perhitungan persamaan 3.1

Sampel	Berat sampel (g)	Berat Kitin (g)	Rendemen (%)
Udang	5	0,076	1,52
Lobster	5	0,132	2,64
Kepiting	5	0,446	8,92

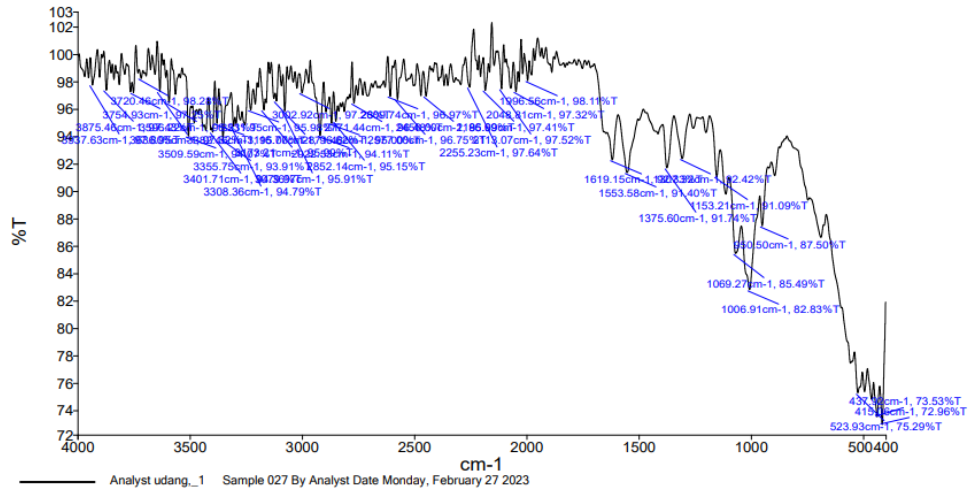
- b. Persen Rendemen ChNP terdispersi berdasarkan perhitungan persamaan (3.2)

Sampel	Berat Sampel Terdispersi (g)	Volume Suspensi (mL)	Rendemen Terdispersi (m/v) (%)
Udang	4,924	300	1,64
Lobster	4,868	300	1,62
Kepiting	4,554	300	1,51

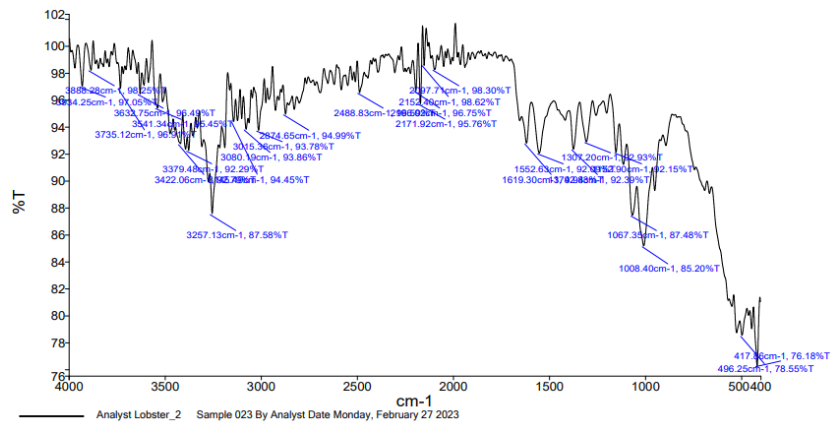
Lampiran 2. Data Orisinil Hasil Karakterisasi

1. FTIR

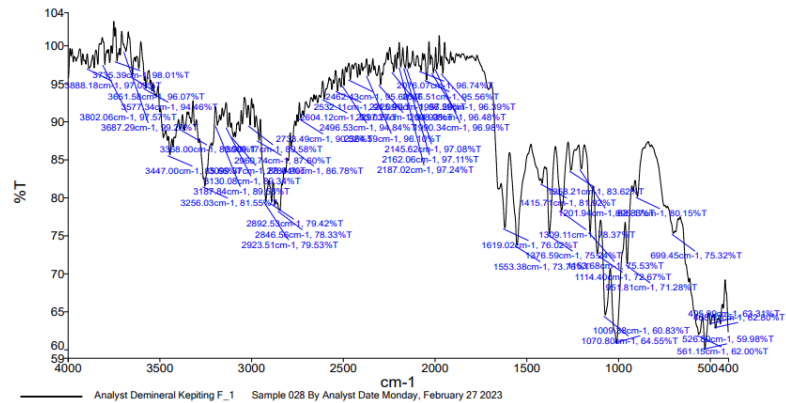
a) Udang



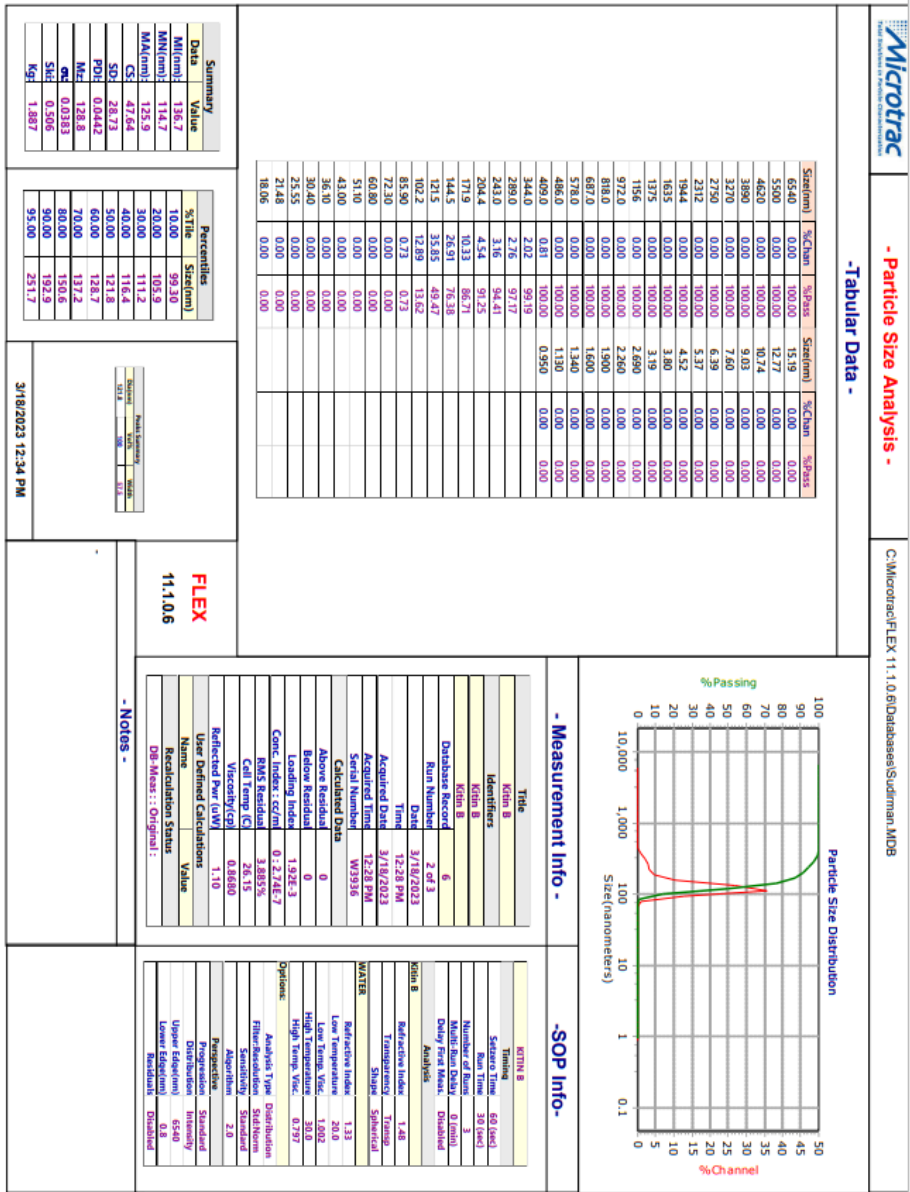
b) Lobster



c) Kepiting



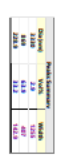
2. PSA
a) Udang



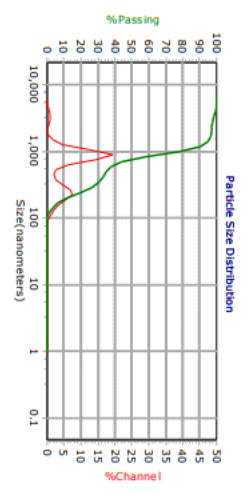
StdDev(m)	%Chan	%Span	StdDev(m)	%Chan	%Span
50.00	0.00	0.00	100.00	0.00	0.00
55.00	0.00	100.00	112.72	0.00	0.00
44.620	0.61	100.00	10.74	0.00	0.00
38.80	0.92	99.39	9.03	0.00	0.00
32.70	0.89	98.47	7.60	0.00	0.00
27.50	0.43	97.58	6.39	0.00	0.00
2312	0.00	97.15	5.37	0.00	0.00
1944	0.38	97.15	4.52	0.00	0.00
1635	1.67	96.77	3.80	0.00	0.00
1375	4.69	95.10	3.19	0.00	0.00
1156	12.55	90.41	2.690	0.00	0.00
972.0	19.53	72.86	2.260	0.00	0.00
812.0	14.40	54.43	1.840	0.00	0.00
687.0	6.19	43.93	1.600	0.00	0.00
578.0	2.63	32.74	1.340	0.00	0.00
486.0	1.90	35.11	1.100	0.00	0.00
409.0	2.56	33.21	0.950	0.00	0.00
344.0	4.53	30.65			
289.0	6.89	26.12			
243.0	7.32	19.23			
204.4	5.46	11.91			
171.9	3.29	6.45			
144.5	1.67	3.16			
124.2	0.12	0.12			
103.2	0.13	0.13			
85.90	0.00	0.00			
72.30	0.00	0.00			
60.80	0.00	0.00			
51.10	0.00	0.00			
43.00	0.00	0.00			
36.40	0.00	0.00			
30.40	0.00	0.00			
25.55	0.00	0.00			
21.48	0.00	0.00			
18.06	0.00	0.00			

Summary	Value
Date	7/21/23
Mt(m)	189.3
Mt(m)	426.5
Mt(m)	408.0
POI	0.300
MC	672.2
SH	-0.13678
Kg	0.742

Percentiles	Size(m)
10.00	193.8
20.00	247.5
30.00	313.0
40.00	628.0
50.00	749.0
60.00	830.0
70.00	849.0
80.00	896.0
90.00	1147
95.00	1367



3/25/2023 9:47 AM



- Measurement Info -

Title	lobster
Identifiers	lobster
Database Record	14
Run Number	2 of 3
Date	3/25/2023
Time	9:57 AM
Acquired File	3-25-2023
Acquired Time	6:57 AM
Serial Number	W5936

- SOP Info -


LOBSTER	Tuning
Setpoint	60 (lev)
Run Time	30 (lev)
Number of Run	3
Run Interval	0.5 (min)
Delay First Meal	Disabled
Analysis	
Medium	Water
Extraction Index	1.25
Temperature	20.00
Shape	Spherical
Refractive Index	1.33
Low Temp. Visc	2.00
High Temp. Visc	1.002
Optical	Analysis Type: Distribution
Filter/Refracting	Standard
Scattering	Standard
Refractive Index	1.40
Refractive Index	1.10
User Defined Calculations	
Name	Value
Recalculation Status	
DB Meta : Original :	

FLEX
11.1.0.6

- Notes -

b) Lobster

c) Kepting



Particle Size Analysis -
- Tabular Data -

C:\Microtrac\FLEX 11.1.0.0\Database\Sulfman.MDB

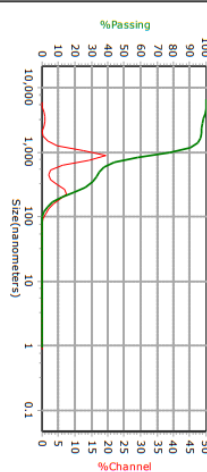
Stetim	%Chan	%Pass	Stetim	%Chan	%Pass
6540	0.00	100.00	15.19	0.00	0.00
5500	0.00	100.00	12.77	0.00	0.00
4620	0.61	100.00	10.74	0.00	0.00
3890	0.92	99.99	9.03	0.00	0.00
3270	0.89	98.47	7.60	0.00	0.00
2700	0.86	96.52	6.37	0.00	0.00
2310	0.86	97.25	5.37	0.00	0.00
1944	0.38	97.15	4.52	0.00	0.00
1635	1.67	96.77	3.80	0.00	0.00
1375	4.69	95.10	3.19	0.00	0.00
1156	12.55	90.41	2.690	0.00	0.00
972.0	19.53	77.86	2.260	0.00	0.00
818.0	14.40	58.33	1.900	0.00	0.00
697.0	6.19	43.99	1.600	0.00	0.00
486.0	1.90	35.11	1.300	0.00	0.00
409.0	2.56	33.21	0.950	0.00	0.00
344.0	4.53	30.65			
289.0	6.89	26.12			
243.0	7.32	19.23			
204.4	5.46	11.91			
171.9	3.29	6.45			
144.5	1.67	3.16			
114.2	0.16	0.16			
102.2	0.16	0.16			
85.90	0.00	0.00			
72.30	0.00	0.00			
60.80	0.00	0.00			
51.0	0.00	0.00			
43.00	0.00	0.00			
36.10	0.00	0.00			
30.40	0.00	0.00			
25.40	0.00	0.00			
21.48	0.00	0.00			
18.06	0.00	0.00			

Summary

Data	Value
Mil(mm)	741.0
Mil(mm)	199.3
Mil(mm)	428.0
CS	14.02
SD	409.0
PDI	0.309
MZ	672.7
MZ	673.7
SD	0.1527
K91	0.742

Percentiles

%Tilt	Stetim
10.00	188.8
20.00	247.5
30.00	333.0
40.00	628.0
50.00	749.0
60.00	830.0
70.00	905.0
80.00	985.0
90.00	1147
95.00	1367



Particle Size Distribution

- Measurement Info -

Title	Isobiter
Identifiers	Isobiter
Database Record	14
Run Number	2 of 3
Date	3/25/2023
Acquired Date	3/25/2023
Acquired Time	8:37 AM
Serial Number	W93916
Calculated Date	0
Above Residual	0
Leading Index	143916-1
Core	DMS Residual
Core	DMS Residual
Cell Temp (C)	27.00
Viscosity (cP)	0.8510
Refracted Pow (uW)	1.10

- SOP Info -

System	1.48
Refractive Index	1.48
Settling Time	60 (sec)
Number of Runs	30 (runs)
Number of Channels	0 (chan)
Output First Mass	Disabled
Analysis	
System	
Refractive Index	1.48
Transparency	Transp
WATER	
Refractive Index	1.33
Low Temperature	20.0
High Temperature	1.002
High Temp. Visc.	0.797
Options:	
Filter/Residual System	
Analysis Type	Distribution
Algorithm	Z.0
Progression	Standard
Upper Edge (mm)	6540
Lower Edge (mm)	0.8
Residual	Disabled

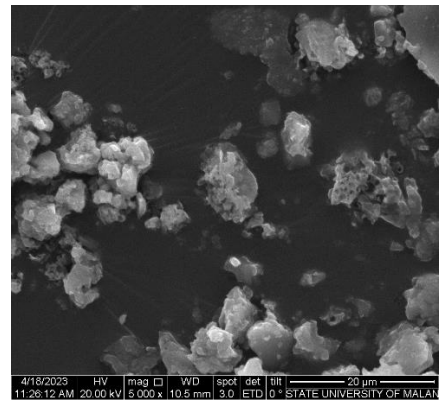
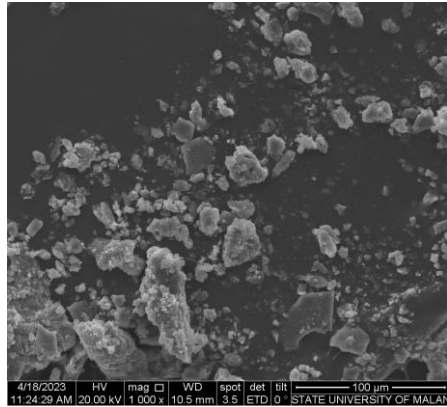
FLEX 11.1.0.6

- Notes -

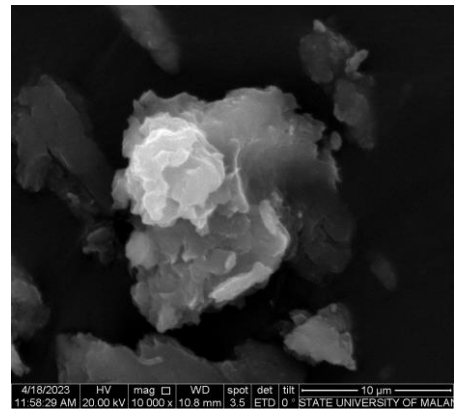
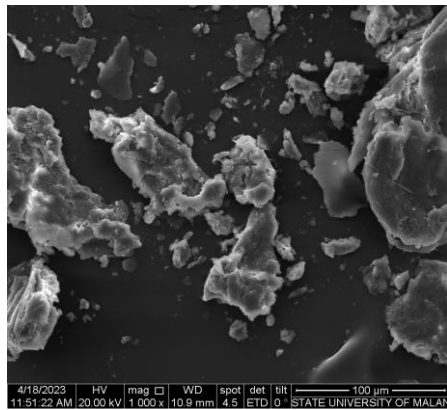
3/25/2023 9:47 AM

3. SEM

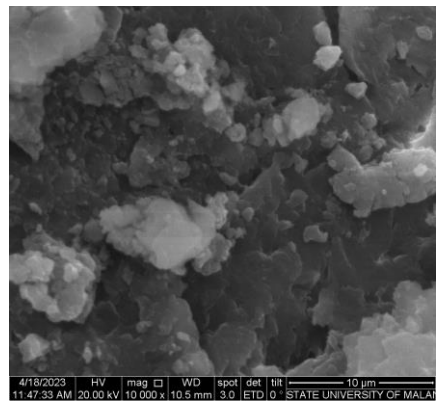
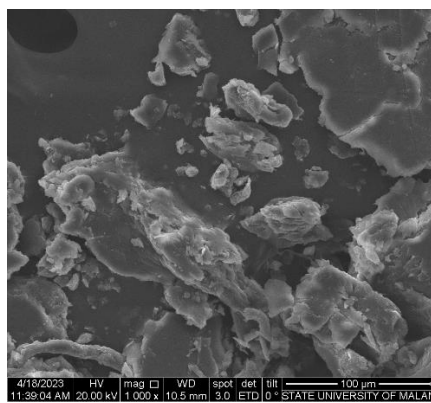
a) Udang



b) Lobster



c) Kepiting



Lampiran 3. Dokumentasi Penelitian

A. Preparasi Sampel

1. Cangkang Kepiting/Lobster/ Udang dikeringkan



2. Cangkang kepiting dihaluskan, dan diayak dengan ayakan 50 mesh



3. Deproteinisasi dengan NaOH (5M)



4. Penetralan dengan pencucian berulang dengan aquades dan diendapkan dengan sentrifugasi



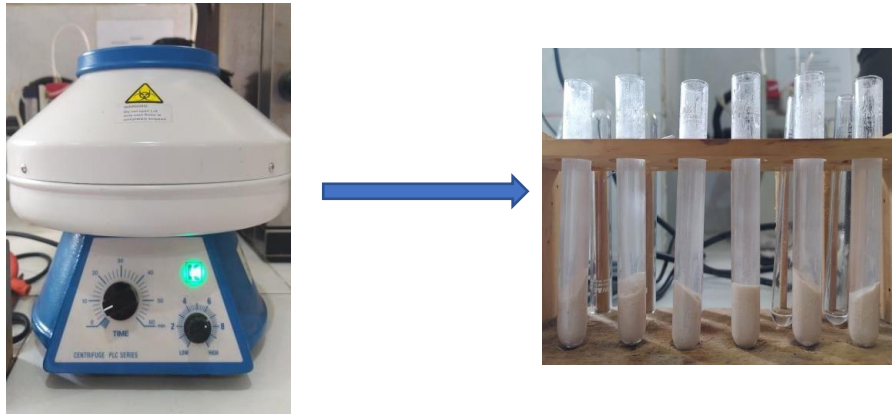
5. Dipisahkan endapannya, lalu dikeringkan selama 3 jam dengan suhu 50°C



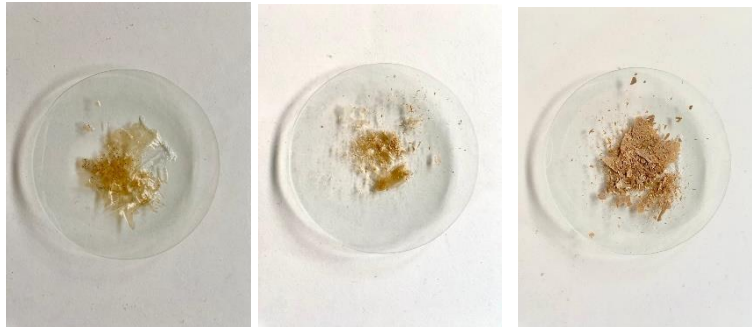
6. Serbuk Deproteinasi dilarutkan dalam HCl 100mL (5M)



7. Penetralkan dengan pencucian berulang dengan aquades dan diendapkan dengan sentrifugasi



8. Dipisahkan endapannya, lalu dikeringkan selama 3 jam dengan suhu 50⁰C



9. Suspensi ChNP terdispersi dalam aquades



