

Optimasi Depolimerisasi Kitosan Menggunakan Asam Asetat dengan Variasi Suhu, Waktu, dan Konsentrasi

Suryani^{1*}, Nur Aisyah Abdullah¹, Nur Illiyyin Akib¹, Ruslin¹, La Ode Ahmad Nur Ramadhan², Anton³, Muhammad Aswan⁴

¹Program Studi Farmasi, Fakultas Farmasi, Universitas Halu Oleo

²Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Halu Oleo

³Program Studi Bioteknologi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Halu Oleo

⁴Program Studi Kimia, Universitas Sulawesi Tenggara

Sitasi: Suryani, Abdullah, N. A., Akib, N. I., Ruslin, Ramadhan, L. O. A. N., Anton, Aswan, M. (2023). Optimasi Depolimerisasi Kitosan Menggunakan Asam Asetat dengan Variasi Suhu, Waktu, dan Konsentrasi. *Jurnal Mandala Pharmacon Indonesia*, 9(2), 364-373. <https://doi.org/10.35311/jmpi.v9i2.283>

Submitted: 10 Maret 2023

Accepted: 13 September 2023

Published: 24 Desember 2023

*Penulis Korespondensi:

Suryani

Email: suryani@uho.ac.id



Jurnal Mandala Pharmacon Indonesia is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License

ABSTRAK

Kitosan adalah biopolimer alam yang dihasilkan dari deasetilasi kitin. Parameter utama yang mengontrol sifat fisikokimia dan biologi kitosan adalah derajat deasetilasi dan berat molekul (BM). Pemanfaatan kitosan belum optimal karena rantai kitosan yang panjang dan mengakibatkan kelarutan yang rendah. Oleh karena itu dilakukannya depolimerisasi untuk memotong ikatan kitosan menjadi rantai pendek. Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh kondisi optimum metode depolimerisasi kitosan menggunakan asam asetat (CH_3COOH) serta untuk mengetahui karakteristik kitosan berat molekul rendah hasil depolimerisasi. Optimasi proses depolimerisasi menggunakan Design Expert versi 13 dengan metode *Box Behnken Design* (BBD). Desain eksperimen terdiri dari 17 run dengan 5 *center point*. Variabel proses dalam penelitian ini, yaitu suhu dengan variasi 60°C; 70°C; 80°C, waktu dengan variasi 30 menit; 45 menit; 60 menit, dan konsentrasi kitosan dengan variasi 1%; 1,5%; 2%. Variabel respon pada penelitian ini yaitu rendemen, berat molekul, dan kelarutan kitosan. Hasil dari penelitian ini diperoleh kondisi optimum pada suhu 80°C, waktu pengadukan 34 menit, dan konsentrasi 1% dengan rendemen sebesar 98.0667%, berat molekul 31.662 kDa, dan kelarutan 19.7%, derajat deasetilasi 98.57%, dan indeks kristalinitas sebesar 32.28%.

Kata Kunci: Kitosan, Depolimerisasi, Asam Asetat, *Box Behnken Design*

ABSTRACT

Chitosan is a biopolymer resulting from the deacetylation of chitin. The main characteristics that control the properties of chitosan are deacetylation degree and molecular weight (MW). The application of chitosan is still not optimal because of the long chain of chitosan which results in low solubility. Therefore, depolymerization of chitosan is to cut the chitosan bonds into short chains. This study aimed to obtain the optimum conditions of the chitosan depolymerization using acetic acid (CH_3COOH) and to determine the characteristics of the low molecular weight chitosan resulting from the depolymerization. Optimization of depolymerization process using Design Expert version 13 using the Box Behnken Design method (BBD). The experimental design consisted of 17 runs with 5 center points. The process variables in this study were temperature (60°C; 70°C; 80°C), time (30 minutes; 45 minutes; 60 minutes), and chitosan concentration (1%; 1.5%; 2%). Response variables there are the yield, molecular weight, and solubility of chitosan. The results of this study obtained the optimum conditions at a temperature was 80°C, 34 minutes, and a concentration of chitosan was 1% with a yield was 97.0667%, a molecular weight was 31.662 kDa, and a solubility was 19.7%, deacetylation degree was 98.57%, and crystallinity index was 32.28%.

Keywords: Chitosan, Depolymerization, Acetic Acid, Box Behnken Design

PENDAHULUAN

Kitosan merupakan biopolimer hasil dari deasetilasi kitin. Kitosan bersifat non-toksik dan dapat diperoleh melalui reaksi kimia maupun biokimia. Parameter utama yang mengontrol sifat fisikokimia dan biologi

kitosan adalah derajat deasetilasi (DD) dan berat molekul (BM). Kitosan komersial memiliki DD antara 70-95% dan BM antara 50.000-2.000.000 Da. Kitosan memiliki banyak manfaat dalam bidang kesehatan, yaitu dalam sistem penghantaran obat berbasis

nanopartikel, hidrogel, dan tablet lepas lambat (Imtihani & Permatasari, 2020; R. Pratiwi, 2014; Song et al., 2020).

Panjangnya rantai kitosan mengakibatkan kelarutan yang rendah sehingga pengaplikasiannya menjadi terbatas. Kelarutan kitosan merupakan karakteristik yang penting. Kelarutan yang meningkat akan menjadikan pengaplikasian kitosan yang lebih luas, khususnya pada pengembangan penyalut dan system penghantaran obat dalam industry farmasi. Salah satu cara untuk meningkatkan kelarutan kitosan adalah dengan menurunkan BM kitosan melalui proses depolimerisasi yaitu dengan memotong ikatan kitosan menjadi rantai pendek (Tanasale et al., 2016).

Kitosan berat molekul rendah merupakan biopolimer yang memiliki biokompatibilitas, biodegradabilitas, dan bersifat non-toksik dibandingkan dengan kitosan BM tinggi. Kitosan BM rendah dapat diperoleh melalui depolimerisasi dengan cara pemendekkan rantai molekul kitosan melalui pemutusan ikatan glikosidik. Kitosan berat molekul rendah dilakukan depolimerisasi dengan berbagai kondisi variasi baik konsentrasi kitosan, suhu yang digunakan hingga waktu pengadukan. Kondisi proses depolimerisasi menggunakan kondisi optimum dari hasil penelitian yang terdahulu (Gonçalves et al., 2021; Sandria et al., 2017; Tanasale et al., 2016).

Optimasi dilakukan untuk mencari solusi terbaik dalam mengatasi suatu permasalahan. Melalui optimasi, dapat meminimalkan biaya penggunaan bahan baku dan memaksimalkan hasil yang diinginkan. Optimasi menggunakan *Box Behnken Design* (BBD) adalah metode yang efektif untuk optimasi variabel proses, metode ini digunakan dalam menemukan pengaturan yang ideal untuk mencapai hasil yang optimal. BBD mampu mengatasi keterbatasan metode *trial and error* dan menjadi metode yang tepat untuk mengoptimalkan nilai target. Optimasi menggunakan BBD telah dimanfaatkan pada degradasi kitosan yang dilakukan oleh Zhang

et al. (2018) menggunakan hidrogen peroksida dengan bantuan gelombang mikro dengan menggunakan tiga faktor pada tiga tingkat BBD. Optimasi depolimerisasi kitosan menggunakan BBD telah dilaporkan juga pada penelitian sebelumnya (Suryani et al., 2022). Namun optimasi proses depolimerisasi kitosan secara BBD menggunakan metode pengadukan dengan meninjau parameter konsentrasi, suhu, dan waktu pengadukan belum banyak dilaporkan, hal ini perlu dikaji lebih lanjut mengingat semakin lama waktu kontak antara kitosan dan pelarut, dalam kondisi suhu dan waktu pengadukan tertentu mampu memperkecil rantai polimer kitosan tersebut (Prihantini et al., 2020). Selain itu interaksi antara faktor yang menggunakan BBD dapat digunakan untuk produksi kitosan berat molekul rendah (Reghioua et al., 2021; Zhang et al., 2018).

Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh kondisi optimum metode depolimerisasi kitosan menggunakan asam asetat (CH_3COOH), dan untuk mengetahui karakteristik kitosan berat molekul rendah hasil depolimerisasi.

METODE PENELITIAN

Alat

Penelitian ini menggunakan alat meliputi blender (*Sharp®*), cawan porselin (*Pyrex®*), erlenmeyer (*Pyrex®*), gelas kimia (*Pyrex®*), gelas ukur (*Pyrex®*), *hot plate* (Stuart UC 152), *magnetic stirrer* (*Cimarec®*), oven (*Memmer®*), pipet tetes (*Pyrex®*), spektrofotometer FTIR (*Shimadzu®*), statif dan klem, timbangan analitik (*Bel Engineering®*), dan viskometer ostwald (*Pyrex®*).

Bahan

Penelitian ini menggunakan bahan-bahan meliputi kitosan dengan berat molekul 57 kDa hasil sintesis dari cangkang kulit udang vaname (*Litopenaus vannamei*) yang diperoleh dari PT. Sultratuna Samudra Kendari, asam asetat (*Emsure®*), aluminium foil, aquades (*Brataco®*), etanol 96%, dan NaOH (*Sumitomo Seika Chemicals®*).

Optimasi Box-Behnken Design

Desain eksperimental *Box-Behnken* digunakan untuk mengoptimalkan metode depolimerisasi dan meminimalkan jumlah percobaan. Optimasi BBD dilakukan dengan menggunakan *software Stat-Ease Design-Expert* versi 13. Desain eksperimen terdiri dari 17

run. Dalam eksperimen terdapat 3 variabel proses, yaitu suhu dengan variasi 60°C; 70°C; 80°C, waktu pengadukan dengan variasi 30 menit; 45 menit; 60 menit, dan konsentrasi dengan variasi 1%; 1,5%; 2% yang dirancang menggunakan BBD.

Tabel 1. Variasi Suhu, Waktu dan Konsentrasi Kitosan Menggunakan BBD

No.	Std	Run	Factor A: Suhu (°C)	Factor B: Waktu (Menit)	Factor C: Konsentrasi (%)
1	14	1	70	45	1,5
2	1	2	60	30	1,5
3	15	3	70	45	1,5
4	8	4	80	45	2
5	10	5	70	60	1
6	6	6	80	45	1
7	11	7	70	30	2
8	4	8	80	60	1,5
9	17	9	70	45	1,5
10	12	10	70	60	2
11	7	11	60	45	2
12	5	12	60	45	1
13	9	13	70	30	1
14	13	14	70	45	1,5
15	3	15	60	60	1,5
16	16	16	70	45	1,5
17	2	17	80	30	1,5

Karakteristik Kitosan Berat Molekul Rendah

1. Rendemen

Penentuan Rendemen kitosan didasarkan pada persentase dari berat kitosan hasil depolimerisasi dibandingkan dengan kitosan sebelum didepolimerisasi. Prosedurnya yaitu menimbang berat kitosan awal yang digunakan, lalu menimbang kitosan hasil depolimerisasi. Setelah itu, dihitung persentase rendemennya dengan rumus sebagai berikut (Imtihani & Permatasari, 2020):

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{\text{Berat kitosan hasil depolimerisasi (g)}}{\text{Berat awal kitosan (g)}} \times 100\%$$

2. Penentuan Berat Molekul Berdasarkan Viskositas

Konsentrasi kitosan 0,2%; 0,4%; 0,6%; 0,8%; 1,0%; 1,2%; 1,4%; 1,6%; 1,8%; 2,0% dilarutkan dalam larutan 10 mL asam asetat pada 2%. Dipipet larutan kitosan sebanyak 5

mL dan diukur menggunakan viskometer Ostwald yang ditempatkan dalam penangas air dengan suhu 30°C. Waktu alir diukur setelah tiga kali pengulangan. Dilakukan pengukuran untuk mengukur waktu alir air suling yang digunakan sebagai pembanding. Viskometer Ostwald digunakan untuk mengukur viskositas, dan rumus berikut dapat digunakan untuk menghitungnya:

$$\eta = \frac{t}{t^*} \eta^* ; \eta_{sp} = \frac{\eta - \eta^*}{\eta^*} ; \eta_{red} = \frac{\eta_{sp}}{C}$$

$$[\eta] = K \cdot M^a$$

3. Kelarutan

Kitosan (0,5 g) dilarutkan dalam 50 mL air kemudian diaduk 20 menit. Larutan disaring untuk memisahkan fasa cair dari fasa padat, dikeringkan pada suhu 105°C, dan ditimbang hingga mencapai berat konstan. Persentase kelarutan dihitung menggunakan rumus di bawah ini (Setha et al., 2019):

$$\% \text{ Ketidaklarutan} = \frac{\text{bobot akhir}}{\text{bobot awal}} \times 100\%$$

%Kelarutan = 100% - ketidaklarutan

4. Derajat Deasetilasi

Fourier Transform Infra Red (FTIR) digunakan untuk menentukan derajat deasetilasi (DD) kitosan yaitu pada kisaran bilangan gelombang 4000-500 cm^{-1} . Pengukuran derajat deasetilasi berdasarkan hasil FTIR menggunakan metode baseline. Derajat deasetilasi ditentukan dan dihitung dengan rumus berikut (Imtihani & Permatasari, 2020; Setha et al., 2019):

$$\% \text{ N-deasetilasi} = [100 - (\frac{A_{1655}}{A_{3450}} \times \frac{100}{1,33})]$$

Keterangan:

A1655 = Nilai serapan pada λ 1655 cm^{-1}

A3450 = Nilai serapan pada λ 3450 cm^{-1} .

1,33 = Rasio A1655/A3450 ketika N-deasetilasi adalah 100%.

5. Indeks Kristalinitas

Kristalinitas kitosan diukur menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD). Kristalinitas kitosan diukur berdasarkan pola difraksi yang dihasilkan oleh radiasi Cu-K α

yang diatur pada 40 kV dan diukur pada $2\theta = 5-50^\circ$, dan indeks kristalinitas dapat dihitung dengan menggunakan persamaan di bawah ini (Musiam & Aisyah, 2021).

$$\% \text{ Indeks kristalinitas} = \frac{F_c}{F_c + F_a} \times 100\%$$

Keterangan:

Fc = luas kristalin

Fa = luas amorf

HASIL DAN PEMBAHASAN

Optimalisasi dilakukan untuk memudahkan penyusunan dan interpretasi data yang diperoleh. Metode optimasi dengan BBD memungkinkan untuk menentukan pengaruh yang dominan dalam penentuan proses depolimerisasi kitosan dan digunakan untuk mencari daerah yang optimal dari rendamen, berat molekul, dan kelarutan kitosan hasil depolimerisasi. Respon yang diperoleh untuk menentukan rentang optimal menggunakan metode BBD ditampilkan pada Tabel 2, dan analisis model ditampilkan pada Tabel 3.

Tabel 2. Hasil Pengukuran Respon Rendamen, Berat Molekul, dan Kelarutan Penentu Formula Optimum

No.	Std	Run	Suhu (°C)	Waktu (Menit)	Konsentrasi (%)	Rendemen (%)	Berat molekul (kDa)	Kelarutan (%)
1	14	1	70	45	1,5	96	30	20.2
2	1	2	60	30	1,5	86	38	10.8
3	15	3	70	45	1,5	91.33	37	12
4	8	4	80	45	2	92.5	35	14.8
5	10	5	70	60	1	93	35	14
6	6	6	80	45	1	98	30	19.4
7	11	7	70	30	2	95	33	15.2
8	4	8	80	60	1,5	94	31	18.8
9	17	9	70	45	1,5	99	35	14.4
10	12	10	70	60	2	90	30	20.5
11	7	11	60	45	2	85	40	10
12	5	12	60	45	1	80	40	10.2
13	9	13	70	30	1	98	35	15
14	13	14	70	45	1,5	99	31	20.7
15	3	15	60	60	1,5	77.3	38	11.2
16	16	16	70	45	1,5	90.66	30	21.3
17	2	17	80	30	1,5	97.33	30	19.8

Persamaan model kuadratik yang dihasilkan dari pengolahan data

depolimerisasi kitosan terhadap respon rendemen sebagai berikut:

$$Y = 95.20 + 6.69A - 2.75B - 0.8125C + 1.34AB - 2.63AC + 0.0000BC - 5.83A^2 - 0.7078B^2 - 0.4902C^2$$

Tabel 3. Analisis Model Untuk Variabel Respon

No.	Respon	Model	Nilai p model ($p < 0,05$)	Nilai p Lack of fit ($p < 0,05$)	R ²
1	Rendamen	<i>Quadratic</i>	0,0099	0,9532	0,8967
2	Berat molekul	<i>Linear</i>	0,0183	0,7221	0,5255
3	Kelarutan	<i>Linear</i>	0,0464	0,8407	0,4474

Proses optimasi menggunakan *Design Expert* menunjukkan kondisi optimum sebagaimana yang ditampilkan pada Tabel 4. Berdasarkan data pada Tabel 4 diketahui bahwa diperoleh kondisi optimum proses

depolimerisasi dengan nilai *desirability* yang mendekati nilai 1 yaitu ada pada *desirability* 0,691 pada suhu 80°C, waktu 34.033 menit, dan konsentrasi kitosan 1 %.

Tabel 4. Solusi Formula Berdasarkan Nilai *Desirability*

Suhu (°C)	Waktu (menit)	Konsentrasi (%)	Rendemen (%)	BM (kDa)	Kelarutan (%)	<i>desirability</i>
80.000	34.033	1.000	99.657	30.683	19.032	0.691 <i>selected</i>

Konfirmasi kondisi optimum dilakukan dengan pengujian ulang untuk melihat nilai konfirmasi respon dari hasil pengujian dan perkiraan oleh aplikasi. Prediksi rendemen 99.707%, berat molekul 30.75 kDa, dan kelarutan 18.907%, sedangkan

dari hasil pengujian rendemen 98.067%, berat molekul 31.662 kDa, dan kelarutan 19.7%. Nilai hasil pengujian tersebut dapat diterima karena tidak melewati batas bawah dan atas yang telah ditentukan dari desain, data konfirmasi dapat dilihat pada Tabel 5.

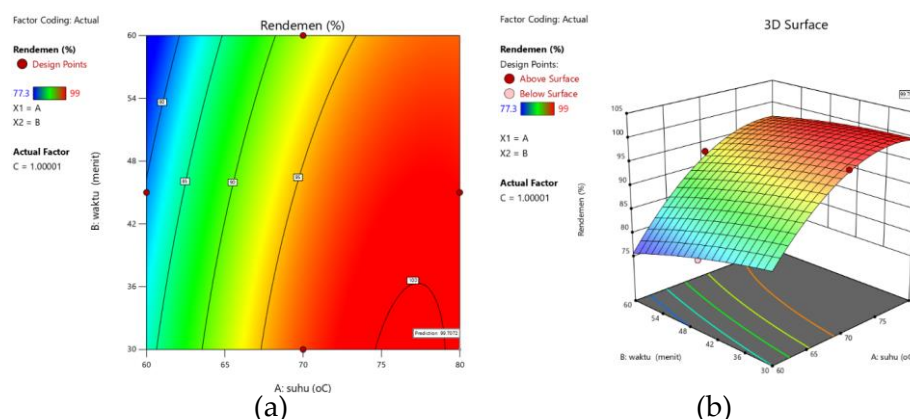
Tabel 5. Konfirmasi Hasil *Design Expert*® Pada Kondisi Optimum

No.	Analisis	Nilai Mean Prediksi	Nilai Mean Pengujian	95% Prediction Index	
				Low	High
1	Rendamen	99.7072 %	98.0667%	89.9554%	109.459%
2	Berat Molekul	30.75 kDa	31.662 kDa	25.436 kDa	36.063 kDa
3	Kelarutan	18.907%	19.7%	12.538%	25.275%

Rendemen

Hasil penelitian diperoleh rendemen kitosan optimum yaitu 98.066%, prediksi rendemen BBD yaitu 99.707% hal tersebut dapat diterima karena masih termasuk

kedalam rentang PI high dan PI low (Tabel 5). Nilai rendemen kondisi optimum diperoleh pada suhu 80°C dengan waktu pengadukan 34 menit, konsentrasi kitosan 1% (Tabel 4).



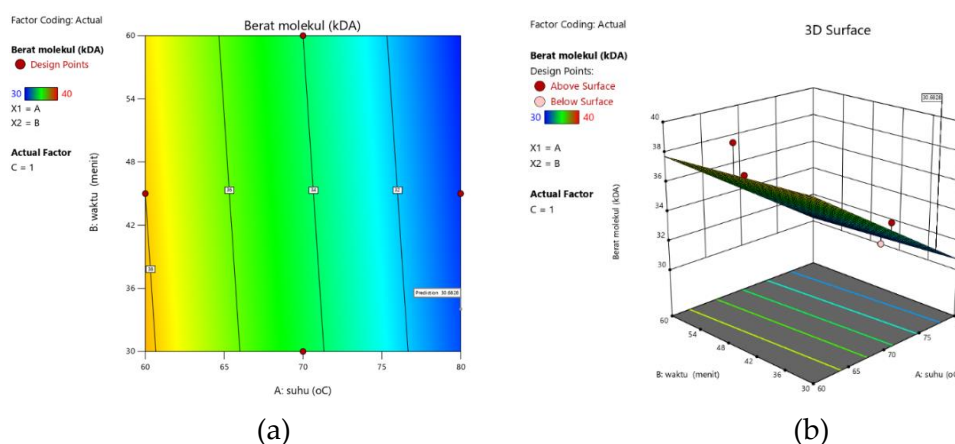
Gambar 1. Grafik *Contour* (a) dan Tiga Dimensi (b) Prediksi Kondisi Optimum Rendemen Kitosan Depolimerisasi

Berdasarkan Gambar 1 analisa grafik *contour* dan 3D *surface* menunjukkan prediksi pada kondisi optimum, rendemen kitosan depolimerisasi pada suhu sekitar 60°C dengan waktu pengadukan 60 menit rendemen yang dihasilkan sekitar 80%, dan akan semakin meningkat seiring dengan kenaikan suhu. Berdasarkan hasil prediksi kondisi optimum kitosan 1% akan menghasilkan rendemen terbesar hal ini sesuai Putra & Husni (2013) bahwa jumlah kenaikan rendemen disebabkan oleh banyaknya substitusi atom H⁺ yang ada pada kitosan dengan gugus CH₃COOH dari asam asetat semakin meningkat. Pada suhu optimum 80°C menurut Handayani et al. (2013) bahwa efek depolimerisasi akan meningkat seiring meningkatnya suhu. Adanya pemanasan pada suhu 80°C dapat mempercepat reaksi sehingga kelarutan kitosan dalam asam asetat

akan semakin baik serta waktu pengadukan 34 menit dianggap cukup untuk menghasilkan rendemen kitosan yang tinggi.

Viskositas dan Berat Molekul

Pengujian viskositas larutan kitosan dilakukan menggunakan *viscometer Ostwald* dengan menghitung laju alir kitosan kemudian dimasukkan kedalam persamaan *Mark-Houwink*. Berat molekul kitosan dapat ditentukan dengan viskositas intrinsik. Pada penelitian ini berat molekul kitosan sebelum didepolimerisasi 57 KDa viskositas 2822.8 cPs menurun menjadi 31 KDa viskositas 105.05 cPs didapatkan pada suhu optimum 80°C dengan waktu pengadukan 34 menit (Gambar 2). Hal ini disebabkan oleh degradasi kitosan yang disebabkan oleh partikel aktif radikal hidroksil memutuskan ikatan β-1,4 glikosidik dan menurunkan berat molekul kitosan.



Gambar 2. Grafik *Contour* (a) dan Tiga Dimensi (b) Prediksi Kondisi Optimum Berat Molekul Kitosan Depolimerisasi

Hasil penelitian menunjukkan bahwa kitosan mengalami penurunan berat molekul selama perlakuan. Menurut D. I. Pratiwi & Purwanti (2019) suhu pemanasan yang tinggi akan mendegradasi polimer menjadi polimer yang memiliki berat molekul rendah, sejalan dengan Tanasale et al. (2016) penurunan deprotonisasi dari NH₃⁺ dapat terjadi diakrenakan suhu tinggi, hal tersebut membantu depolimerisasi dengan mempercepat pemutusan rantai utama kitosan. Proses depolimerisasi pada suhu 80°C cenderung bersifat acak dibantu oleh protonasi NH₃⁺ dapat memutuskan ikatan

glikosidik karena energi yang diberikan kepada sistem.

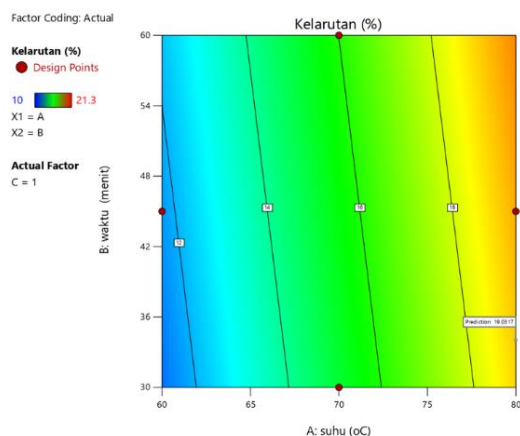
Menurut Sularsih (2013), baik perlakuan fisik seperti penggilingan dan pemanasan maupun proses pembuatannya berdampak pada tinggi rendahnya viskositas kitosan. Temperatur yang tinggi, sebagaimana dinyatakan oleh Sartika (2016), dapat mengakibatkan depolimerisasi polimer dan kerusakan lebih lanjut rantai molekul primer, sehingga viskositas dan berat molekul kitosan dapat mengecil. Kitosan yang terdegradasi akan mengalami penurunan

berat molekul yang lebih rendah sehingga kelarutannya akan meningkat.

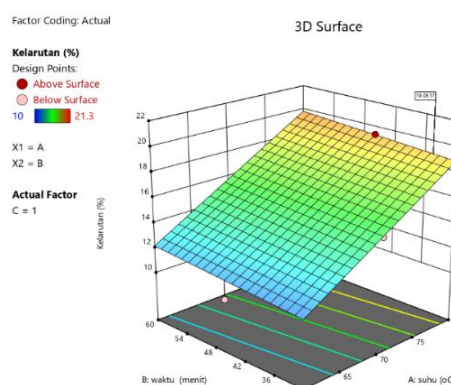
Kelarutan

Hasil penelitian ini diperoleh nilai kelarutan kitosan 19.7% pada kondisi optimum suhu 80°C dengan lama waktu pengadukan 34 menit (Tabel 5), nilai kelarutan kitosan sebelum didepolimerisasi adalah 2%. Peningkatan kelarutan kitosan

dalam air dipengaruhi proses depolimerisasi yaitu proses pemendekkan rantai polimer kitosan. Dengan terputusnya ikatan β 1,4 glikosidik membuat rantai polimer kitosan memendek, pemendekkan rantai polimer ini menghasilkan bobot molekul kitosan menjadi kecil dan meningkatkan kelarutannya dalam air.



(a)



(b)

Gambar 3. Grafik *Contour* (a) dan Tiga Dimensi (b) Prediksi Kondisi Optimum Kelarutan Kitosan Depolimerisasi

Gambar 3 analisa grafik *contour* dan 3D surface pada kondisi optimum yang menunjukkan peningkatan kelarutan akan meningkat seiring dengan kenaikan suhu. Menurut Aranaz et al. (2021) pemanasan dengan suhu yang semakin ditingkatkan sangat memengaruhi proses depolimerisasi kitosan. Interaksi antara ion dan ikatan hidrogen kitosan akan semakin kuat karena kitosan memiliki gugus asetil yang lebih sedikit. Akibatnya, rantai yang lebih pendek akan meningkatkan kelarutan zat (Pari et al., 2022).

Hasil kelarutan kitosan pada penelitian tidak dapat melebihi 100 %. Kitosan tidak larut dalam air, pH lebih besar dari 6,5, dan dalam beberapa pelarut organik seperti alkohol, $(CH_3)_2CO$ dimetil sulfoksida, , basa, atau dimetil formida asam mineral, namun kitosan dapat larut dalam asam format, asam sitrat, dan asam asetat. Pada penelitian ini diperoleh ketidaklarutan sebesar 80,3% termasuk dalam kategori kelarutan agak sukar larut (Setha et al., 2019).

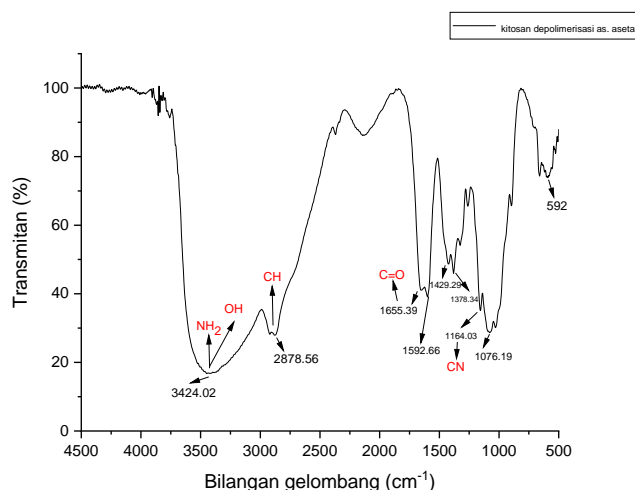
Derajat Deasetilasi

Derajat deasetilasi diperoleh melalui perbandingan jumlah unit D-glukosamin yang terasetilasi dan tidak terasetilasi. Derajat deasetilasi yang meningkat menyebabkan reaktivitas kitosan juga meningkat. Penentuan derajat deasetilasi kitosan pada penelitian ini yaitu dengan menggunakan metode base line (Sartika, 2016).

Kitosan optimum dihitung derajat deasetilasinya menggunakan FTIR dengan perbandingan nilai absorbansi 1655 cm^{-1} dan 3450 cm^{-1} . Nilai Panjang gelombang dihasilkan berdasarkan transmittan yang diperoleh pada masing-masing bilangan gelombang. %DD kitosan berkisar antara 56-99% (Sofia et al., 2018). Derajat deasetilasi yang diperoleh pada penelitian ini 98.57% memenuhi persyaratan penggunaan pada aplikasi komersil yaitu $\geq 70\%$. Menurut Pari et al. (2022) %DD kitosan *industrial grade* ($DD \geq 70\%$), *food grade* ($DD \geq 85\%$) dan *pharmaceutical grade* ($DD \geq 90\%$).

Ciri khas kitosan yaitu mengandung gugus amida dan gugus hidroksil. Daerah serapan khas pita amida umumnya pada kisaran bilangan gelombang 1655-1310 cm^{-1} dan untuk pita hidroksil pada kisaran bilangan gelombang 3550-3300 cm^{-1} . Spektrum FTIR kitosan optimum pada Gambar 4 menunjukkan gugus fungsi pada pita serapan gugus OH dan NH_2 ditunjukkan

oleh puncak 3424.02 cm^{-1} , pita serapan C-H ulur pada puncak 2878.56 cm^{-1} , pita serapan C=O ulur pada puncak 1655.39 cm^{-1} , pita serapan C-N di puncak 1164.03 cm^{-1} . Hal tersebut menandakan bahwa pada saat proses depolimerisasi dengan kondisi optimum tidak mengubah ataupun merusak struktur utama kitosan.

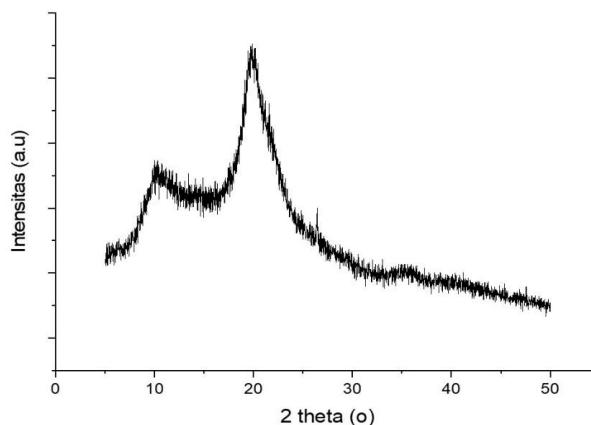


Gambar 4. Spektrum FTIR Kitosan Optimum

Indeks Kristalinitas

Kitosan optimum hasil depolimerisasi pada 2θ sekitar 10° dan 2θ sekitar 20° menunjukkan pola refleksi yang kuat. Gambar 5 menunjukkan pola difraktogram XRD yang menunjukkan fase kristal dengan peak melebar. Identifikasi partikel kristal dan amorf ditentukan dengan metode *full width at half maximum* (FWHM) menggunakan aplikasi Match®. Puncak kristalin (Fc) didapatkan luas puncak 271.164 dan puncak amorf (Fa) didapatkan luas puncak 568.959 sehingga

diperoleh indeks kristalinitas sebesar 32.28%. Kitosan hasil depolimerisasi memiliki struktur amorf jauh lebih besar dibandingkan dengan struktur kristalannya yang ditunjukkan oleh nilai indeks kristalinitasnya, hasil tersebut masih berupa campuran antara kristal dan amorf. Nilai indeks kristalinitas kitosan komersil adalah 89% (Ioelovich, 2014). Kitosan yang memiliki bentuk amorf bermanfaat dalam dunia kesehatan karena mudah diserap dan memiliki bioavailabilitas yang sangat baik. (Musiam & Aisyah, 2021).



Gambar 5. Pola Difraksi XRD Kitosan Optimum

KESIMPULAN

Kondisi optimum untuk menghasilkan kitosan dengan BM rendah hasil depolimerisasi diperoleh pada suhu 80°C, waktu pengadukan 34.033 menit dan konsentrasi kitosan 1% dengan nilai desirability 0,691. Karakteristik kitosan berat molekul rendah didapatkan nilai rendemen sebesar 98.707%, berat molekul 31.662 kDa, kelarutan 19.7%, derajat deasetilasi 98.57%, dan indeks kristalinitas 32.28%.

DAFTAR PUSTAKA

- Aranaz, I., Alcántara, A. R., Civera, M. C., Arias, C., Elorza, B., Heras Caballero, A., & Acosta, N. (2021). Chitosan: An Overview of Its Properties and Applications. *Polymers*, 13(19). <https://doi.org/10.3390/polym13193256>
- Gonçalves, C., Ferreira, N., & Lourenço, L. (2021). Production of low molecular weight chitosan and chitooligosaccharides (COS): A review. *Polymers*, 13(15), 1–23. <https://doi.org/10.3390/polym13152466>
- Handayani, H. P. L., Siwi, P. R., & Rokhati, N. (2013). Depolimerisasi kitosan dengan hidrolisa enzimatik menggunakan enzim α -amilase. *Jurnal Teknologi Kimia Dan Industri*, 2(4), 55–64.
- Imtihani, H. N., & Permatasari, S. N. (2020). Sintesis dan Karakterisasi Kitosan dari Limbah Kulit Udang Kaki Putih (*Litopenaeus vannamei*). *Simbiosis*, 9(2), 129. <https://doi.org/10.33373/sim-bio.v9i2.2699>
- Ioelovich, M. (2014). Crystallinity and Hydrophilicity of Chitin and Chitosan. *Research and Reviews: Journal of Chemistry*, 3(3), 7–14.
- Musiam, S., & Aisyah, N. (2021). Characterization of Chitosan from the Haliling Snail (*Filopaludina javanica*) Shell in South Kalimantan. *CHEMICA: Jurnal Teknik Kimia*, 7(2), 92. <https://doi.org/10.26555/chemica.v7i2.18013>
- Pari, R. F., Mayangsari, D., & Hardiningtyas, S. D. (2022). Depolimerisasi Kitosan dari Cangkang Udang dengan Enzim Papain dan Iradiasi Sinar Ultraviolet. *JPHI*, 25(1), 118–131.
- Pratiwi, D. I., & Purwanti, A. (2019). Pembuatan Kitosan Dari Limbah Sisik Ikan. *Jurnal Inovasi Proses*, 4(1), 23–28.
- Pratiwi, R. (2014). Manfaat kitin dan kitosan bagi kehidupan manusia. *Oseana*, 39(1), 35–43.
- Prihantini, M., Zulfa, E., Prastiwi, L., & Yulianti, I. (2020). Pengaruh Waktu Ultrasonikasi Terhadap Karakteristik Fisika Nanopartikel Kitosan Ekstrak Etanol Daun Suji (*Pleomele angustifolia*) Dan Uji Stabilitas Fisika Menggunakan Metode Cycling Test. *Jurnal Ilmu Farmasi Dan Farmasi Klinik*, 16, 125. <https://doi.org/10.31942/jiffk.v16i02.3237>
- Putra, M. M. P., & Husni, P. P. dan A. (2013). Pengaruh suhu eterifikasi pada proses pembuatan karboksil metil kitosan terhadap sifat kelarutannya. *Seminar Nasional Masyarakat Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia V*, 1–9.
- Reghioua, A., Barkat, D., Jawad, A. H., Abdulhameed, A. S., Al-Kahtani, A. A., & Alothman, Z. A. (2021). Parametric optimization by Box-Behnken design for synthesis of magnetic chitosan-benzil/ZnO/Fe₃O₄nanocomposite and textile dye removal. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 9(3), 105166. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2021.105166>
- Sandria, N., Uju, U., & Suptijah, P. (2017). The Depolymerization of Kappa Carrageenan Using Peracetic Acid. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 20(3), 524. <https://doi.org/10.17844/jphpi.v20i3.19809>

- Sartika, I. D. (2016). Isolasi dan Karakterisasi Kitosan dari Cangkang Rajungan (*Portunus pelagicus*). *Jurnal Biosains Pascasarjana*, 18(2), 98. <https://doi.org/10.20473/jbp.v18i2.2016.98-111>
- Setha, B., Rumata, F., & Br., S. B. (2019). Karakteristik Kitosan Dari Kulit Udang Vaname Dengan Menggunakan Suhu dan Waktu Yang Berbeda dalam Proses Deasetilasi. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 22(3), 498–507.
- Sofia, I., Pirman, P., & Haris, Z. (2018). Karakterisasi fisiokimia dan fungsional kitosan yang diperoleh dari limbah cangkang udang windu. *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*, 9(1), 11. <https://doi.org/10.5614/jtki.2010.9.1.2>
- Song, X., Chen, Y., Zhao, G., Sun, H., Che, H., & Leng, X. (2020). Effect of molecular weight of chitosan and its oligosaccharides on antitumor activities of chitosan-selenium nanoparticles. *Carbohydrate Polymers*, 231, 115689. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.115689>
- Sularsih. (2013). Pengaruh viskositas kitosan gel terhadap penggunaannya di proses penyembuhan luka. *Jurnal Material Kediokteran Gigi*, 2(1), 60–67.
- Suryani, S., Chaerunisaa, A. Y., Joni, I. M., Ruslin, R., Ramadhan, L. O. A. N., Wardhana, Y. W., & Sabarwati, S. H. (2022). Production of Low Molecular Weight Chitosan Using a Combination of Weak Acid and Ultrasonication Methods. *Polymers*, 14(16). <https://doi.org/10.3390/polym14163417>
- Tanasale, M. F. J. D. P., Telussa, I., Sekewael, S. J., & Kakerissa, L. (2016). Extraction And Characterization Of Chitosan From Windu Shrimp Shell (*Penaeus monodon*) And Depolymerization Chitosan Process With Hydrogen Peroxide Based On Heating Temperature Variations. *J. Chem. Res*, 3(2), 308–316.
- Zhang, Y., Zhang, H., Chen, S., Fu, H., & Zhao, Y. (2018). Microwave-assisted degradation of chitosan with hydrogen peroxide treatment using Box-Behnken design for enhanced antibacterial activity. *International Journal of Food Science and Technology*, 53(1), 156–165. <https://doi.org/10.1111/ijfs.13569>