

## OPTIMASI PEMBUATAN GLUKOSAMIN HIDROKLORIDA (GLcN HCl) DARI LIMBAH CANGKANG RAJUNGAN MELALUI HIDROLISIS KIMIAWI

### *Optimization Making Glucosamine Hydrochloride (HCl GlcN) of Crab Shell Waste through Chemical Hydrolysis*

**Alfiana Nurjannah\*, Darmanto, Ima Wijayanti**

Program Studi Teknologi Hasil Perikanan, Jurusan Perikanan, Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Universitas Diponegoro. Jalan Prof. Soedarto, SH, Tembalang, Semarang, Jawa Tengah-50275, Telepon/Faks. +6224 7474698.

\*Korespondensi: [alfiana.nj@gmail.com](mailto:alfiana.nj@gmail.com)

Diterima: 2 Desember 2015/Review: 3 Februari 2016/ Disetujui: 15 April 2016

**Cara sitasi:** Nurjannah A, Darmanto YS, Wijayanti I. 2016. Optimasi pembuatan glukosamin hidroklorida (GLcN) dari limbah cangkang rajungan melalui hidrolisis kimiawi. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia* 19(1): 26-35.

#### **Abstrak**

Pengolahan glukosamin dari kitin cangkang rajungan dapat dilakukan dengan hidrolisis kimiawi dengan asam klorida (HCl). Penelitian bertujuan menentukan pengaruh perendaman kitin dalam berbagai konsentrasi HCl terhadap glukosamin yang dihasilkan dan konsentrasi HCl yang terbaik untuk proses hidrolisis glukosamin secara kimiawi. Materi yang digunakan dalam penelitian ini yaitu cangkang rajungan dari desa Betahwalang Demak dan bahan pelarutnya yaitu HCl dan NaOH. Parameter pengujian adalah rendemen glukosamin, titik leleh, *loss on drying* (LoD), pH dan analisis spektrum dengan metode FTIR. Penelitian menggunakan desain percobaan Rancangan Acak Lengkap tiga perlakuan dengan tiga kali pengulangan. Data dianalisis menggunakan analisa ragam (ANOVA) untuk mengetahui perbedaan antar perlakuan konsentrasi 27%, 32% dan 37%. Data diuji dengan uji Beda Nyata Jujur. Hasil penelitian menunjukkan adanya perbedaan konsentrasi HCl yang digunakan menyebabkan adanya perbedaan karakteristik glukosamin yang dihasilkan. Konsentrasi HCl yang digunakan semakin tinggi maka hasil rendemen dan titik leleh akan semakin rendah. Perlakuan konsentrasi HCl terbaik yaitu 27% dilihat dari rendemen glukosamin (18,39%) dan titik leleh (192-195°C). Perlakuan tersebut menghasilkan LoD 0,647%, pH 4,01 dan spektrum glukosamin yaitu gugus O-H (3297,75/cm), gugus N-H (1617,53/cm), gugus C-N (1394,94/cm).

Kata kunci: cangkang rajungan, kitin, titik leleh, glukosamin

#### **Abstract**

Processing of glucosamine from crab shell chitin can be done by chemical hydrolysis with hydrochloric acid (HCl). The purpose of this research was to determine the effect of chitin immersion by various concentrations of HCL toward glucosamine generated and the selected concentration of HCL to glucosamine chemical hydrolysis process. The material used in this study is crab shells from Betahwalang village, Demak, and the solvent is HCl and NaOH. Parameters are glucosamine yield, melting point, loss on drying (LoD), PH and spectrum analysis with FTIR method. Research using experimental design completely randomized design three times treatment with repetition. The results were analyzed using analysis of variance (ANOVA) to determine the differences between treatments concentration of 27%, 32% and 37%. The selected were tested with honestly significant difference test. The results showed differences in the concentration of HCL used cause differences in the characteristics of the resulting glucosamine. The higher HCL concentrations used, the lower the rendemen results and melting point. The selected HCL treatment concentration was at 27% observed from glucosamine yield (18.39%) and the melting point (192-195°C). The treatment of 37% produces LoD (0.647%), pH (4.01) and spectrum glucosamine is an O-H group (3297.75/cm), the group of N-H (1617.53/cm), the group of C-N (1394.94/cm).

Keywords: crab shells, chitin, melting point, glucosamine

## PENDAHULUAN

Limbah kulit keras (cangkang) dihasilkan dari industri pengolahan sebesar 40-60%. Limbah cangkang rajungan ini biasanya dibuat untuk campuran pakan ternak yang memiliki nilai ekonomis yang rendah, padahal cangkang rajungan memiliki kandungan kitin yang mempunyai nilai ekonomis tinggi. Srijanto (2003) menyebutkan cangkang rajungan masih mengandung senyawa kimia cukup banyak, diantaranya ialah protein 30 – 40 %; mineral ( $\text{CaCO}_3$ ) 30 – 50 %; dan kitin 20 – 30 %. Saat ini pengolahan limbah cangkang rajungan sudah mulai banyak dilakukan untuk menambah nilai ekonomis serta mengurangi pencemaran lingkungan. Salah satu pengolahan limbah cangkang rajungan yang memiliki nilai ekonomis tinggi yaitu menjadi kitin.

Aplikasi alternatif kitin adalah produksi N - asetilglukosamin, yang saat ini digunakan sebagai suplemen makanan untuk penyembuhan penyakit persendian yang meningkat seiring pertambahan umur. N-asetilglukosamin dapat berupa glukosamin HCl dan glukosamin sulfat dalam pemanfaatannya sebagai suplemen untuk penyakit osteoarthritis. Glukosamin (2-Amino-2-deoksi-D-glukosa) adalah asam amino monosakarida unit disakarida glikosaminoglikan yang merupakan proteoglikan, serta menjadi substansi dasar tulang rawan. Beberapa penelitian tentang glukosamin telah dilakukan.

Glukosamin dapat dibuat dengan beberapa metode antara lain metode hidrolisis kimiawi dan menggunakan mikroorganisme. Ghandi (2002) menyatakan bahwa hidrolisis kimia merupakan proses yang efisien dalam waktu dan biaya dalam memproduksi glukosamin serta dapat menghasilkan produk dengan kemurnian tinggi.

Kondisi optimal masih sangat diperlukan, diantaranya adalah bahan baku yang mudah diperoleh, proses hidrolisis

yang cukup mudah dengan risiko kegagalan rendah, biaya produksi yang terjangkau serta memiliki tingkat konsentrasi yang cukup tinggi. Penelitian ini bertujuan untuk menghasilkan glukosamin hidroklorida dari cangkang rajungan melalui hidrolisis kimiawi sebagai sediaan suplemen penyakit *osteoarthritis* menjadi sangat penting untuk dilakukan.

## BAHAN DAN METODE

### Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan dalam proses pembuatan glukosamin dari cangkang rajungan dengan hidrolisis kimiawi adalah cangkang rajungan, NaOH, HCl 37% (p.a), akuades, arang aktif, etanol dan alumunium foil.

Alat yang digunakan dalam proses pembuatan glukosamin dari cangkang rajungan dengan hidrolisis kimiawi adalah timbangan analitik, *magnetic stirrer*, *hot plate*, gelas ukur 1000 mL, *rotary evaporator*, oven, FTIR *Perkin Elmer spectrumOne*, *Atomic Absorption Spectrometry* (AAS) merk Shimadzu AA-2000, pH meter, gelas *beaker* 250 mL, refluks, dan *melting point analyzer*.

### Metode Penelitian

Penelitian meliputi preparasi kitin dan analisis nilai kandungan mineral dalam kitin yang dihasilkan, selanjutnya dilakukan hidrolisis kimiawi dan terakhir pengujian karakteristik glukosamin hidroklorida yang dihasilkan.

Preparasi kitin mengacu pada penelitian Rahayu dan Purnavita (2004) yaitu limbah cangkang rajungan setelah dikeringkan, digerinding dan ditapis dengan ayakan ukuran 100 *mesh*. Cangkang rajungan dideproteinasi menggunakan larutan NaOH 2,0 N dengan perbandingan 1:6 (b/v) sambil diaduk dan dipanaskan pada suhu 80°C selama 1 jam, setelah dipisahkan dari larutannya, cangkang dicuci dengan air hingga netral. Cangkang dikeringkan pada suhu 70-80°C selama 24 jam dalam

oven. Padatan kering hasil deproteinasi selanjutnya didemineralisasi menggunakan larutan HCl 1,5 N (perbandingan 1:12 b/v) dan diaduk pada suhu kamar selama 1 jam. Padatan hasil penyaringan dicuci dengan air hingga netral kemudian dikeringkan pada suhu 70-80°C selama 24 jam dalam oven untuk mendapatkan kitin kering. Kitin hasil hidrolisis dianalisis kandungan mineral yaitu kadar kalsiumnya menggunakan AAS.

Proses hidrolisis glukosamin hidroklorida (GlcN HCl) dilakukan menggunakan hidrolisis kimiawi sesuai Islam *et al.* (2011). Teknik ini diawali dengan menghaluskan kitin, perendaman kitin dalam larutan asam hidroklorida dengan perlakuan peubah yang diragamkan berupa konsentrasi HCl, yaitu 27%, 32% dan 37%, dengan perbandingan 1:9 (v/w) selama 4 jam pada suhu 90°C. Hidrolisis dilanjutkan dengan proses melarutkan hasil endapan hitam dalam akuades dan dekolorisasi dengan arang aktif. Larutan disaring dan dievaporasi untuk memulihkan GlcN HCl kristal pada suhu 45°C. Kristal endapan yang diperoleh dicuci dengan etanol dan dikeringkan dalam oven pada suhu 50°C selama ±4 jam, kemudian dihitung rendemen dan LoD untuk mengetahui tingkat efisiensinya. *Loss on drying* atau pengurangan bobot yaitu uji untuk mengukur jumlah air atau bahan volatil yang masih tersisa pada glukosamin setelah pengeringan pada suhu tertentu. LoD dengan mengeringkan 2 gram glukosamin pada suhu 105°C selama 2 jam menggunakan oven.

Rendemen glukosamin yang dihasilkan dihitung dengan menggunakan rumus:

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{\text{Berat glukosamin}}{\text{Berat kitin}} \times 100\%$$

Metode penelitian ini bersifat *experimental laboratories* dan rancangan percobaan yang digunakan adalah Rancangan Acak Lengkap (RAL) dengan tiga konsentrasi HCl 27%, 32%, 37% dan

tiga kali pengulangan. Konsentrasi asam yang berbeda bertujuan untuk mengetahui konsentrasi terbaik dalam pembuatan glukosamin yang optimal. Parameter yang diamati pada penelitian ini adalah rendemen, LoD, pH, titik leleh dan spektrum FTIR. Parameter tersebut dilakukan guna mengetahui hasil glukosamin yang terbaik dengan konsentrasi HCl yang berbeda.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Rendemen Kitin

Ekstraksi kitin merupakan penelitian pendahuluan dari pembuatan glukosamin dari cangkang rajungan, yang diawali dengan pengujian rendemen. Rendemen merupakan presentase bahan baku tepung cangkang rajungan dengan produk akhir kitin yang diperoleh dan dapat dinyatakan dengan desimal atau persen. Menurut Nabil *et al.* (2005) rendemen merupakan suatu parameter yang paling penting untuk mengetahui nilai ekonomis dan efektifitas suatu proses produk atau bahan. Semakin besar rendemen maka semakin tinggi pula nilai efektifitas produk tersebut.

Rendemen kitin diperoleh 27% atau 135 gram dari 500 gram tepung cangkang rajungan. Hasil presentase kitin yang diperoleh lebih tinggi daripada hasil persentase kitin cangkang kepiting penelitian Puspawati dan Simpen (2010) yaitu 20,91%. Hasil tersebut sesuai dengan literatur kandungan kitin dalam cangkang rajungan menurut Srijanto (2003) sebesar 20-30%.

Kitin dalam cangkang rajungan mendapat presentase rendah dikarenakan presentase mineral yang cukup tinggi yaitu 30-50%. Hal tersebut dapat dilihat pada saat proses demineralisasi (pemisahan mineral) dengan penambahan HCl menimbulkan gelembung udara yang cukup banyak. Penambahan HCl pada proses demineralisasi dilakukan secara bertahap sambil dilakukan pengadukan sehingga sampel tidak meluap. Hal

tersebut diperkuat oleh Hendri (2008) yang menyatakan, terjadinya proses pemisahan mineral ditunjukkan dengan terbentuknya gas CO<sub>2</sub> berupa gelembung udara pada saat larutan HCl ditambahkan ke dalam sampel.

### Kalsium

Kalsium pada cangkang rajungan memiliki bagian yang cukup besar yaitu 30-50% sehingga kalsium pada cangkang rajungan dihilangkan dengan HCl pada proses demineralisasi. Kalsium pada cangkang rajungan biasanya berupa CaCO<sub>3</sub> yang akan bereaksi dengan HCl membentuk CaCl<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O (Wafiroh *et al.* 2010). Bentuk reaksi pembentukannya yaitu:



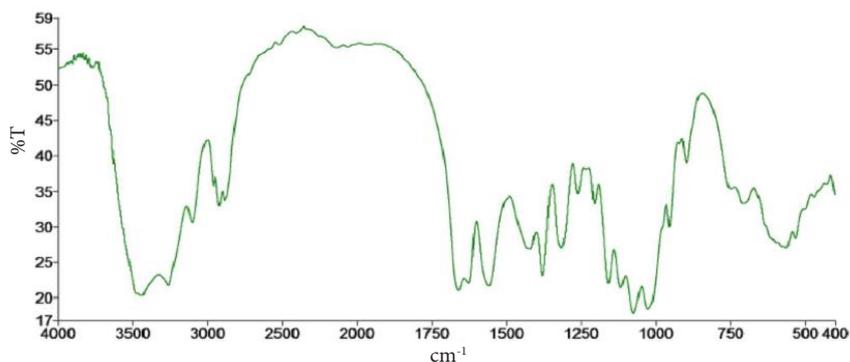
Kadar kalsium merupakan salah satu parameter yang menunjukkan keberhasilan proses demineralisasi pada cangkang rajungan yang kandungan mineral terbesarnya yaitu kalsium. Kadar kalsium pada kitin cangkang rajungan diperoleh hasil sebesar 0,98%. Hasil tersebut lebih rendah daripada kitin milik Rahayu dan Purnavita (2007) yaitu sebesar 1,64%, dan lebih rendah dari standar kadar abu pada kitin yaitu <2%. Berdasarkan perbandingan diatas kadar kalsium pada kitin sudah memenuhi standar yang membuktikan proses demineralisasi berhasil.

### Spektrum Kitin

Kitin yang diperoleh dari penelitian pendahuluan dilihat rantai gugus fungsinya menggunakan FTIR. Menurut Dhony (2011), analisis FTIR bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dari struktur kimia dalam suatu senyawa pada panjang gelombang tertentu.

Kitin hasil demineralisasi dan deproteinasi dianalisis gugus fungsinya menggunakan FTIR (Gambar 1).

Kitin hasil penelitian terdapat pada bilangan gelombang 3.440,64/cm untuk O-H, 3.266,71/cm milik N-H, 1.661,03/cm untuk C=O, dan 1.074,65/cm untuk C-O-C. Bilangan gelombang 1.074,65/cm menunjukkan adanya cincin glikosidik (C-O-C) yang merupakan karakteristik dari struktur gugus fungsi kitin. Hasil spektrum kitin tersebut tidak jauh berbeda dengan kitin hasil isolasi dari Sukma *et al.* (2014) yaitu pada bilangan gelombang 3.423,41/cm, 3.272,98/cm, 1.658,67/cm, dan 1.027,99-1.155,28/cm yang menunjukkan adanya vibrasi ulur -OH, N-H amina, C=O, dan C-O-C. Hal tersebut diperkuat oleh Arif *et al.* (2013), hasil intepretasi tersebut menunjukkan adanya gugus-gugus aktif yang terdapat pada senyawa kitin yang memiliki peran dalam penentuan derajat deasetilasi dari kitin selain itu keberadaan gugus fungsi tersebut sangat penting dalam pengaplikasian kitin dalam berbagai bidang terutama di bidang bioteknologi.



Gambar 1 Grafik Spektrum FTIR Kitin

Tabel 1 Rata-rata rendemen glukosamin hidroklorida

Konsentrasi HCl (%)	Hasil rendemen
27	18,39 ± 1,672
32	17,02 ± 3,04
37	15,837 ± 2,425

### Glukosamin Hidroklorida Rendemen

Proses hidrolisis dikategorikan efisien dengan melihat rendemen yang diperoleh. Data rata-rata rendemen glukosamin hidroklorida disajikan pada Tabel 1.

Berdasarkan Tabel 1 dapat dilihat adanya kenaikan rata-rata hasil rendemen seiring dengan penurunan konsentrasi HCl yang digunakan. Nilai rendemen terendah diperoleh pada konsentrasi HCl 37% dengan rendemen rata-rata 15,837% dan hasil rendemen tertinggi pada konsentrasi HCl 27% yaitu 18,39%. Hasil rendemen tersebut lebih rendah daripada hasil rendemen penelitian Islam *et al.* (2011) yaitu 52,12% pada konsentrasi asam 37%. Rendemen penelitian lebih rendah dari hasil Islam *et al.* (2011) diakibatkan karena adanya pemanasan yang terlalu lama dan pencucian menggunakan arang aktif. Pencucian menggunakan arang aktif yang dilakukan terlalu lama sehingga mengakibatkan glukosamin cair menempel pada arang aktif dan ikut terbuang.

Hasil rendemen glukosamin penelitian berbanding terbalik dengan konsentrasi HCl yang digunakan. Semakin tinggi konsentrasi HCl maka hasil rendemen dari glukosamin semakin rendah, dan sebaliknya semakin rendah konsentrasi HCl maka hasil rendemen semakin tinggi. Hal tersebut diperkuat oleh Mojarrad *et al.* (2007) bahwa perbandingan antara waktu hidrolisis dan konsentrasi asam merupakan faktor yang menentukan nilai rendemen sampel glukosamin. Nilai rendemen GlcN yang dihasilkan menurun seiring dengan peningkatan konsentrasi asam dan waktu

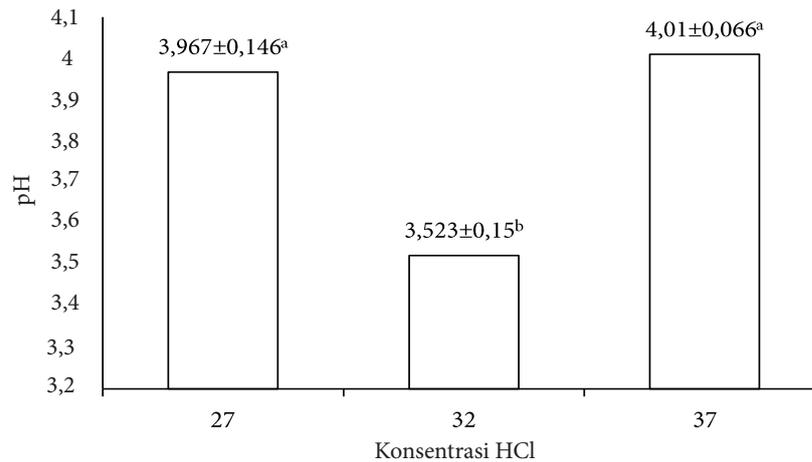
reaksi. Penurunan rendemen diduga terjadi karena adanya reaksi berlebih sehingga terjadi kerusakan atau degradasi dan terbentuk zat pengotor sehingga menurunkan nilai rendemen GlcN yang dihasilkan.

### pH (Derajat Keasaman)

Nilai pH atau derajat keasaman digunakan untuk menyatakan tingkat keasaman atau basa yang dimiliki oleh suatu zat, larutan atau benda. Derajat keasaman (pH) merupakan salah satu indikator yang dilihat dalam proses pembuatan glukosamin hidroklorida. Data rata-rata hasil pengukuran pH disajikan pada Gambar 2.

Hasil rata-rata dari pH glukosamin yang diteliti, pH terendah diperoleh pada konsentrasi HCl 32% dengan pH 3,5 dan pH tertinggi pada konsentrasi HCl 37% dengan pH 4,0. Glukosamin yang diperoleh Cahyono (2015) memiliki pH 5,66 pada konsentrasi HCl 5%. Hasil tersebut menunjukkan kepekatan suatu asam berpengaruh terhadap derajat keasaman dari glukosamin hidroklorida. Spesifikasi USP 2013, pH glukosamin yaitu 3,0 sampai 5,0 dalam larutan 20mg/mL.

Nilai pH glukosamin asam pada angka 3,0-5,0 diakibatkan adanya ekstraksi ion H<sup>+</sup> yang berlebihan dalam proses hidrolisis kimia menggunakan asam HCl pekat. Peningkatan ion tersebut diperkuat oleh pernyataan Al-Arfaj *et al.* (2012) pH 3 dengan peningkatan analit keasaman yang mungkin disebabkan ekstraksi ion H<sup>+</sup> oleh membran. Glukosamin yang asam memiliki tingkat stabilitas yang baik,



Gambar 2 Nilai Rata-rata pH Glukosamin Hidroklorida

sehingga glukosamin dapat dikonsumsi dengan ditambahkan pada makanan yang asam. Cargill (2006) menyatakan bahwa kestabilan glukosamin paling cocok untuk makanan asam contohnya dengan menambahkan 750 mg per hari di produk makanan berikut: Jus buah dan produk jus buah termasuk tomat, campuran tomat dan buah “*smoothie*” (pH 2-5), campuran minuman instan (stabil dalam bentuk kering, pH <7 bila dicampur dengan cairan dan dikonsumsi pada titik penggunaan), produk berbasis susu fermentasi, yoghurt dan *fromage frais* (pH 3-5), minuman olahraga (pH 2-5) dan minuman teh dingin (pH 2-6).

### Loss on Drying (LoD)

Hasil LoD (Gambar 3) menunjukkan nilai LoD tertinggi pada konsentrasi HCl 32% yaitu sebesar 1,887% dan terendah pada konsentrasi HCl 37% yaitu sebesar 0,647%. Hasil LoD yang memenuhi standar dari USP (2013) yaitu kurang dari 1% hanya glukosamin hidroklorida dengan konsentrasi HCl 37%. Semakin rendah nilai LoD menunjukkan semakin murni glukosamin tersebut karena sedikit pula pengotor atau bahan lain yang terkandung dalam glukosamin.

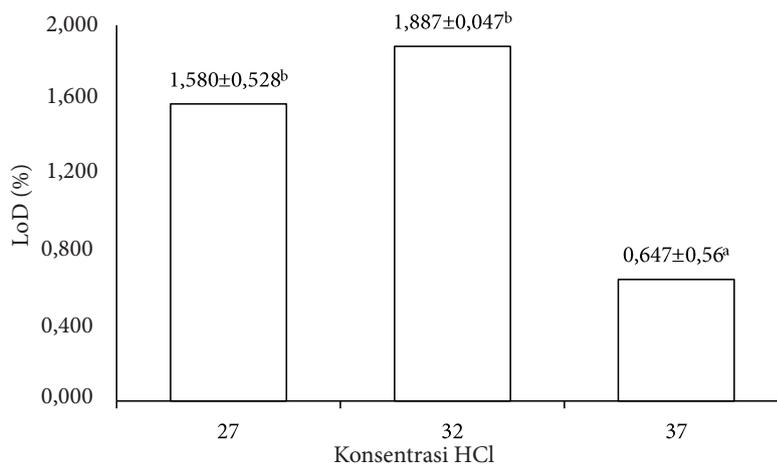
Nilai LoD glukosamin pada konsentrasi HCl 27% dan 32% tinggi yaitu lebih

dari 1% disebabkan kandungan air pada glukosamin masih tinggi dan terdapat bahan volatil lainnya, sehingga glukosamin yang dihasilkan kurang murni. Murhadi *et al.* (2003) menyatakan bahwa zat volatil merupakan senyawa kimia yang mempunyai berat molekul kecil yang mengandung karbon dan dapat terdestilasi dengan mudah dalam tekanan atmosfer. Penerapan metode hidrolisis pada pembuatan glukosamin diharapkan dapat membantu proses penghilangan senyawa pengotor dengan bantuan pencucian etanol dan pengeringan untuk menghilangkan sisa bahan pencucinya. Ethanol pada proses pencucian juga berperan dalam menghilangkan pengotor dengan cara mengendapkan glukosamin.

### Titik Leleh

Titik leleh adalah suhu dimana zat fase padat berubah menjadi zat fase cair. Data hasil pengujian titik leleh glukosamin hidroklorida disajikan pada Gambar 4.

Berdasarkan hasil pengujian, diperoleh titik leleh terendah pada konsentrasi HCl 37% yaitu sebesar 189-192°C (190,5°C), dan titik leleh tertinggi pada konsentrasi HCl 27% yaitu sebesar 192-195°C (193,5°C). Hasil tersebut sudah sesuai dengan standar glukosamin berdasarkan USP 2013 yaitu sebesar 190-199°C, tetapi lebih tinggi dari



Gambar 3 Nilai Rata-rata LoD Glukosamin Hidroklorida

glukosamin hasil penelitian Mojjarad *et al.* (2007) yaitu sebesar 188-189°C. Hasil titik leleh glukosamin yang dihasilkan dari penelitian maupun penelitian lain serta standar yang ada menunjukkan titik leleh yang tinggi, hal ini disebabkan karena proses pembuatan glukosamin menggunakan suhu yang tinggi. Titik leleh glukosamin yang tinggi diperkuat oleh Astawan *et al.* (2003), glukosamin yang mengalami pengeringan dengan suhu lebih tinggi umumnya menunjukkan titik leleh yang lebih tinggi pula.

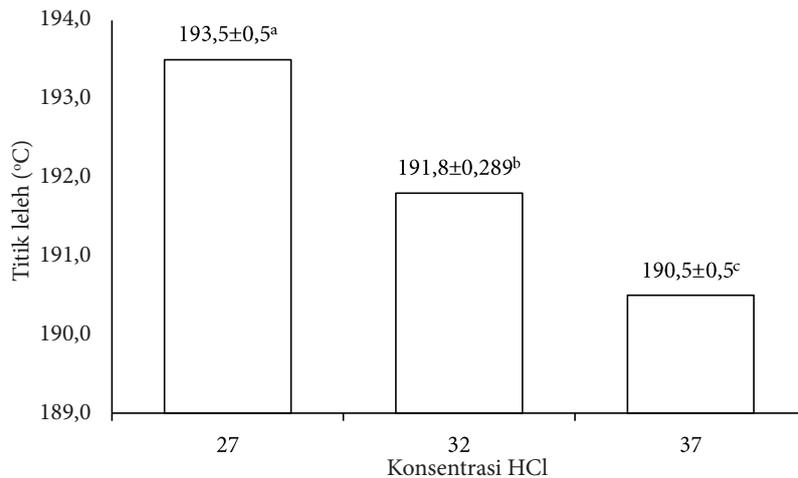
Hasil titik leleh yang diperoleh memiliki interval yang cukup panjang yaitu 4 interval, hal ini disebabkan adanya zat pengotor pada glukosamin. Idealnya titik leleh glukosamin yang murni hanya memiliki satu titik leleh tanpa rentang atau interval titik leleh. Fall (2007) menyatakan zat murni harus memiliki titik leleh tunggal, sebenarnya zat yang paling meleleh pada rentang lebur (ketika titik leleh tunggal direkam, seringkali jumlah yang lebih tinggi dari kisaran). Senyawa cukup murni harus memiliki titik leleh berbagai titik 1-2°C. Adanya perbedaan rentang titik leleh tersebut diduga disebabkan masih terdapat campuran oligomer kitin, sehingga diduga akan mengurangi tingkat konsentrasi dari glukosamin yang ada.

### Spektrum Glukosamin Hidroklorida

Spektrum glukosamin hidroklorida merupakan salah satu cara yang dapat dilakukan untuk mengetahui tingkat keberhasilan hidrolisis kitin dengan analisis FTIR. Tingkat keberhasilan spektrum FTIR glukosamin hidroklorida dapat dilihat adanya perbedaan hasil spektrum yang terbentuk dengan spektrum FTIR kitin. Spektrum FTIR glukosamin hidroklorida disajikan pada Gambar 5, 6, 7.

Berdasarkan grafik tersebut dapat dilihat spektrum FTIR glukosamin hidroklorida untuk gugus O-H bilangan gelombangnya 3.296,25/cm pada konsentrasi HCl 27%, bilangan gelombang 3.292,26/cm pada konsentrasi HCl 32%, dan bilangan gelombang 3.297,75/cm pada konsentrasi HCl 37%. Hasil ini tidak berbeda jauh dengan hasil penelitian Mojjarad *et al.* (2007) yaitu gugus O-H memiliki bilangan gelombang 3.333-3.380/cm dan Stuart (2004) bilangan gelombangnya 3.300-2.500/cm. Gugus O-H hasil penelitian bilangan gelombangnya lebih rendah dari hasil penelitian lainnya.

Gugus amina N-H glukosamin bilangan gelombang 1617,08/cm pada konsentrasi HCl 27%, bilangan gelombang 1.617,51/cm pada konsentrasi HCl 32% dan bilangan gelombang 1.617,53 pada

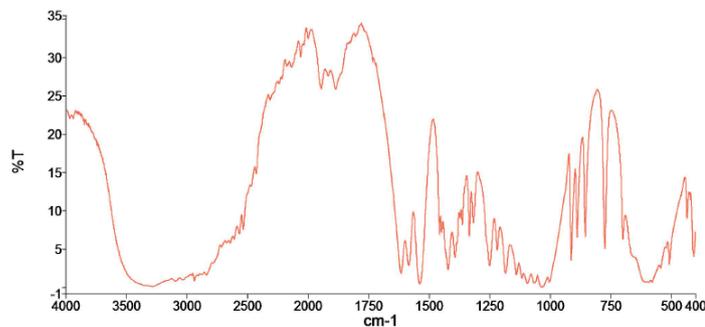


Gambar 4 Nilai Rata-rata Titik Leleh Glukosamin Hidroklorida

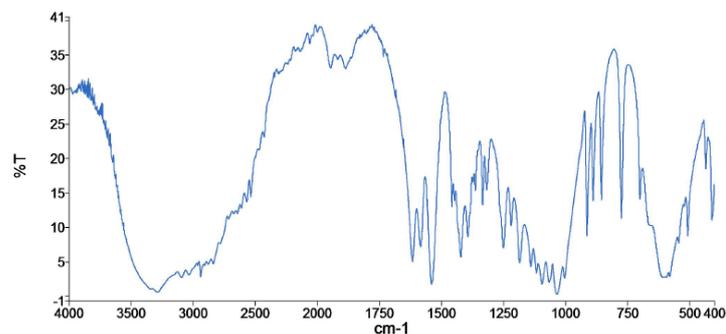
konsentrasi HCl 37%. Hasil ketiga bilangan gelombang tersebut tidak jauh berbeda dengan hasil penelitian dari Islam *et al.* (2011) yaitu 1.616,2/cm, dibandingkan dengan hasil penelitian Mojarrad *et al.* (2007) yaitu 1610-1590/cm. Gugus C-N pada konsentrasi HCl 27%, 32% dan 37% berturut-turut memiliki bilangan gelombang 1.394,61/cm, 1.394,95/cm, dan 1.394,94/cm. Bilangan gelombang hasil

penelitian memiliki nilai yang hampir sama pada konsentrasi yang berbeda, sedikit berbeda dengan hasil penelitian Mojarrad *et al.* (2007) yaitu 1.342; 1.378/cm dan Stuart (2004) dengan bilangan gelombangnya 1360-1250/cm.

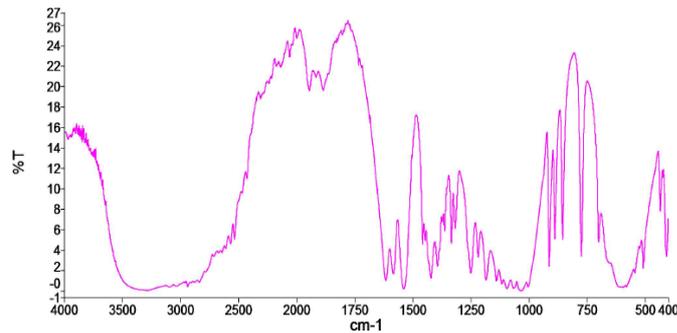
Gugus fungsi pada glukosamin memiliki perbedaan dengan gugus fungsi pada kitin yaitu terletak pada ikatan gugus fungsi C=O pada kitin tidak terdapat pada



Gambar 5 Grafik Spektrum FTIR Glukosamin Hidroklorida Konsentrasi HCl



Gambar 6 Grafik Spektrum FTIR Glukosamin Hidroklorida Konsentrasi HCl



Gambar 7 Grafik Spektrum FTIR Glukosamin Hidroklorida Konsentrasi HCl 37%

glukosamin. Perbedaan tersebut terjadi karena dalam hidrolisis kitin ditambahkan dengan asam HCl dan penggunaan suhu tinggi dalam prosesnya yang dapat membuat pemutusan ikatan polimer pada kitin sehingga struktur fungsinya berubah. Berdasarkan Robi'a *et al.* (2015) hidrolisis adalah proses dekomposisi kimia dengan menggunakan air untuk memisahkan ikatan kimia dari substansinya. Cahyono (2015) menjelaskan asam HCl berperan dalam proses pemotongan ikatan  $\beta$ -1,4-2 acetamido-2-deoksi-D-glukosa dari kitosan. Kitosan merupakan polimer yang mengandung gugus hidroksi (-OH) dan gugus amina (-NH<sub>2</sub>) pada rantai karbonnya. Gugus Cl<sup>-</sup> dari asam HCl berikatan dengan gugus (NH<sub>3</sub>) sehingga membentuk ikatan baru yaitu glukosamin (NH<sub>3</sub>Cl). Suhu juga turut berperan dalam mempengaruhi laju reaksi. Apabila suhu suatu reaksi dinaikkan, maka menyebabkan partikel semakin aktif dalam bergerak, sehingga menyebabkan laju reaksi semakin besar. Sebaliknya, apabila suhu diturunkan maka partikel semakin tidak aktif sehingga laju reaksi semakin kecil. Kombinasi perlakuan antara konsentrasi asam, tekanan, dan suhu dapat mempercepat proses depolimerisasi kitosan menjadi glukosamin sehingga waktu pemanasan cenderung menjadi lebih singkat.

## KESIMPULAN

Kesimpulan penelitian ini adalah konsentrasi HCl dalam perendaman kitin

mempengaruhi karakteristik GLcN HCl yang dihasilkan. Konsentrasi HCl yang terbaik adalah 27% yang menghasilkan rendemen glukosa (18,39%) dengan titik leleh 192-195°C.

## DAFTAR PUSTAKA

- Al-Arfaj, Nawal A, Maha F. El-Tohamy. 2012. Carbon paste and modified carbon nanotubes naste sensors for determination of reducing-osteoarthritis drug glucosamine sulphate in bulk powder and in its pharmaceutical formulations. *International Journal of Electrochemical Science* 7:11023 – 11034.
- Arif, Rahman A, Ischaidar, Natsir H, Dali S. 2013. Isolasi kitin dari limbah udang putih (*Penaeus merguensis*) secara enzimatik. Prosiding: Seminar Nasional Kimia 2013.
- Astawan, Made, Aviana T. 2003. Pengaruh jenis larutan perendam serta metode pengeringan terhadap sifat fisik, kimia, dan fungsional gelatin dari kulit cucut. *Jurnal Teknologi dan Industri Pangan* 16(1): 7-13.
- Cahyono & Eko. 2015. Produksi glukosamin dengan metode hidrolisis bertekanan sebagai bahan penunjang kesehatan sendi. [Tesis]. Bogor: Sekolah Pascasarjana Institut Pertanian Bogor.
- Cargill. 2006. Application for the Approval of the use REGENASURE Non-Shellfish Glucosamine Hydrochloride from *Aspergillus niger* (RGHAN), for use in Certain Foods Products under Regulation (EC) No 258/97 for the European

- Parliament and of the Council of 27 January 1997 concerning novel foods and novel food ingredients. Final Non-Confidential. USA.
- Dhony S & Rama F. 2011. Pembuatan Komposit Kitin/Kitosan yang Diekstrak dari Cangkang Kepiting dan Karakterisasinya. Fakultas MIPA Universitas Andalas.
- Fall. 2007. Melting Point Analysis. Chemistry 211L. Clark College.
- Gandhi, Neena, Laidler JK. 2002. Preparation of Glucosamine Hydrochloride. United States Patent: US 6,486,307 B1.
- Hendri & John. 2008. Teknik Deproteinasi Kulit Rajungan (*Portunus pelagicus*) secara Enzimatis dengan Menggunakan Bakteri *Pseudomonas aeruginosa* untuk Pembuatan Polimer Kitin dan Deasetilasinya. Seminar Hasil Penelitian & Pengabdian kepada Masyarakat, Unila.
- Islam MM, SM Masum, MM Rahman, AA Shaikh. 2011. Preparation of glucosamine hydrochloride from indigenous shrimp processing waste. *Bangladesh Journal of Scientific and Industrial Research* 46(3): 375-378.
- Mojarrad JS, Nemati M, Valizadeh H, Ansarin M, Bourbour S. 2007. Preparation of glucosamine from exoskeleton of shrimp and predicting production yield by response surface methodology. *Pharmacognosy and Food Science, and Pharmaceutics* 1(1): 1-5.
- Murhadi, Soewarno TS, Betty SL, Jennie, Anton Apriyantono, Sedarnawati Yasni. 2003. Isolasi dan identifikasi komponen volatil biji atung (*Parinariium glaberrimum* Hassk). *Jurnal Teknologi dan Industri Pangan* 16(2):121-128.
- Nabil M, Trilaksani W, Salamah E. 2005. Pemanfaatan limbah tulang tuna (*Thunnus sp.*) sebagai sumber kalsium dengan metode hidrolisis protein. *Jurnal Penelitian Perikanan Indonesia* 9(2):34-45.
- Puspawati NM & Simpen IN. 2010. Optimasi deasetilasi khitin dari kulit udang dan cangkang kepiting limbah restoran seafood menjadi khitosan melalui variasi konsentrasi NaOH. *Jurnal Kimia* 4(1):79-90.
- Rahayu LH & Purnavita S. 2004. Optimasi Proses Deproteinasi dan Demineralisasi pada Isolasi Kitin dari Limbah Cangkang Rajungan (*Portunus pelagicus*). Prosiding: Teori Aplikasi Teknologi Kelautan, ITS Surabaya (3):811.
- Rahayu LH & Purnavita S. 2007. Optimasi pembuatan kitosan dari kitin limbah cangkang rajungan (*Portunus pelagicus*) untuk adsorben ion logam merkuri. *Reaktor* 11(1): 45-49.
- Robi'a & Aji Sutrisno. 2015. Karakteristik sirup glukosa dari tepung ubi ungu (Kajian Suhu Likuiifikasi dan Konsentrasi  $\alpha$ -Amilase): Kajian Pustaka. *Jurnal Pangan dan Agroindustri* 3(4):1531-1537.
- Srijanto B. 2003. Kajian Pengembangan Teknologi Proses Produksi Kitin dan Kitosan Secara Kimiawi. Prosiding: Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia 2003. 1:1-5.
- Stuart & Barbara. 2004. Infrared spectroscopy: fundamentals and applications. Analytical techniques in the sciences. John Wiley & Sons, Ltd. ISBNs: 0-470-85427-8.
- Sukma Sari, Sri Eva Lusiana, Masruri, Suratmo. 2014. Kitosan dari rajungan lokal (*Portunus pelagicus*) asal Probolinggo, Indonesia. *Kimia. Student Journal* 2(2):506 – 512.
- USP. 2013. Safety Data Sheet: Glucosamine Hydrochloride. Version II.
- Wafiroh Siti, Tokok Adiarto, Elok Triyustiah Agustin. 2010. Pembuatan dan karakterisasi edible film dari komposit kitosan-pati Garut (*Maranta arundi* Naceae L) dengan pemlastis asam laurat. *Jurnal Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam* 13(1): 10-15.