

DEPOLIMERISASI KITOSAN MENGGUNAKAN SINAR ULTRAVIOLET DAN KATALIS ASAM KLORIDA

Devi Faustine Elvina Nuryadin*, Iriani Setyaningsih, Safrina Dyah Hardiningtyas

Departemen Teknologi Hasil Perairan, IPB University, Jalan Agatis, Kampus IPB Dramaga, Bogor

*Korespondensi: devifaustine96@gmail.com

Diterima: 13 Juli 2020/Disetujui: 18 September 2020

Cara sitasi: Nuryadin DFE, Setyaningsih I, Hardiningtyas SD. 2020. Depolimerisasi kitosan menggunakan sinar ultraviolet dan katalis asam klorida. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*. 23(3): 412-422.

Abstrak

Kitosan merupakan produk alam hasil deasetilasi kitin yang memiliki rantai molekul yang panjang dan berat molekul yang tinggi, hal ini menjadikan kitosan terkendala dalam proses pengaplikasiannya. Untuk mengatasi hal tersebut perlu dilakukan proses depolimerisasi yang dapat menurunkan berat molekul kitosan dan memendekkan rantai molekul kitosan. Penelitian ini bertujuan menentukan pengaruh lama penyinaran sinar ultraviolet terbaik yang akan menghasilkan kitosan dengan bobot molekul rendah yang dapat larut dalam air atau pelarut netral. Depolimerisasi kitosan dalam penelitian ini dilakukan dengan memanfaatkan radiasi sinar ultraviolet dan asam kuat untuk memotong rantai polimer kitosan hingga menghasilkan kitosan dengan rantai yang lebih pendek dan dapat larut dalam air atau pelarut netral. Depolimerisasi dimulai dengan melarutkan kitosan dan HCl 2%, selanjutnya disinari dengan sinar ultraviolet selama 45 menit, 60 menit, 75 menit. Larutan kitosan dipresipitasi menggunakan isopropil alkohol, dan difiltrasi dengan kain nylon ukuran 40 mesh. Kitosan yang telah memiliki pH 7 dikeringkan untuk mendapatkan kitosan larut air. Kitosan larut air yang didapat dianalisis dengan membandingkan tiap perlakuan yang diberikan dan kitosan bahan baku. Perlakuan terpilih berada pada kitosan yang didepolimerisasi perlakuan lama penyinaran sinar ultraviolet 75 menit dengan hasil rendemen $70,07 \pm 14,00\%$, kelarutan $99,80 \pm 0,17\%$, derajat putih $99,99 \pm 0,00\%$, viskositas $49,78 \pm 0,31$ cP, bobot molekul $169,46 \pm 0,30$ kDa, dan zeta potensial $73,03 \pm 1,92$ mV.

Kata kunci: asam klorida, derajat deasetilasi, kitosan larut air, viskositas

Depolymerization of chitosan using ultraviolet light and chloride acid as catalyst

Abstract

Chitosan is a natural product of chitin deacetylation. Due to long molecular chain and high molecular weight, the application of chitosan is very limited. Depolymerization process can reduce the molecular weight and shorten the molecular chain, thus improving the functional properties of the chitosan. Chitosan depolymerization in this study was carried out using ultraviolet radiation and strong acids to produce chitosan with shorter chains and can be used in water or neutral solvents. Depolymerization started by dissolving the chitosan in hydrochloric acid solution, then irradiated with ultraviolet light for 45 minutes, 60 minutes, 75 minutes. Chitosan solution was precipitated using isopropyl alcohol and filtered with 40 mesh nylon cloth. The solution was dried to obtain the water-soluble chitosan having neutral pH. The water-soluble chitosan was analyzed by comparing each experimental design with chitosan control. Irradiation process further shorten the molecular chain of chitosan, reducing the molecular weight and viscosity of the chitosan. The duration of irradiation was positively correlated with the degree of depolymerization. Irradiation of the water-soluble chitosan for 75 minutes produced chitosan with the yield of $70.07 \pm 14.00\%$, solubility $99.80 \pm 0.17\%$, white degree $99.99 \pm 0.00\%$, viscosity 49.78 ± 0.31 cP, molecular weight 169.46 ± 0.30 kDa, and zeta potential 73.03 ± 1.92 mV.

Keywords: deacetylation degree, Hydrochloric acid, water soluble chitosan, viscosity

PENDAHULUAN

Kitosan merupakan produk alam hasil deasetilasi kitin melalui reaksi kimia ataupun biokimia yang terkandung di dalam cangkang invertebrata seperti udang, kepiting dan rajungan (Tanasale *et al.* 2016). Kitosan memiliki struktur yang tidak teratur berbentuk kristalin atau semikristalin, larut dalam asam dengan bobot molekul yang besar dan rantai molekul yang panjang, bersifat tidak toksik, *biodegradable* dan *biocompatible* (Adhiatama *et al.* 2012; Pratiwi 2014; Tanasale *et al.* 2016). Sifatnya yang hanya dapat larut dalam asam dengan bobot molekul yang tinggi membuat pemanfaatan kitosan dalam bidang pangan, kosmetik, dan farmasi menjadi terbatas (Li *et al.* 2005; Tanasale *et al.* 2016). Oleh karena itu perlu dilakukan hidrolisis untuk menurunkan berat molekul kitosan dan memendekkan rantai molekulnya sehingga menghasilkan kitosan yang dapat larut dalam air atau pelarut netral (Handayani *et al.* 2013). Kitosan dengan rantai molekul yang rendah dan dapat larut pada air atau pelarut netral dapat berpotensi sebagai zat antibakteri (No *et al.* 2002), antijamur (Kendra dan Hadwiger 1984), antikanker dan antiinflamasi (Azuma *et al.* 2015). Metode hidrolisis kitosan yang dapat digunakan adalah metode depolimerisasi.

Metode depolimerisasi dapat menurunkan berat molekul dan memendekkan rantai molekul kitosan melalui pemutusan ikatan glikosidik (Tanasale *et al.* 2016; Sanria *et al.* 2017). Depolimerisasi kitosan dapat dilakukan dengan berbagai cara, baik secara fisik atau kimia. Cara fisik dapat dilakukan dengan menggunakan radiasi sinar (UV, γ), ultrasonik, *microwave* dan perlakuan panas. Depolimerisasi dengan cara kimia bisa menggunakan katalis asam kuat hingga terjadi proses hidrolisis yang akan memotong rantai polimer kitosan (Yulina *et al.* 2014). Beberapa peneliti telah melaporkan tentang pengembangan metode depolimerisasi kitosan diantaranya dengan menggunakan hidrolisis enzimatis (enzim amilase) (Handayani *et al.* 2013), katalis hidrogen peroksida (Ridho *et al.* 2017), katalis hidrogen peroksida dengan variasi panas (Tanasale *et al.* 2016). Adhiatama *et al.* (2012) dalam penelitiannya mengenai depolimerisasi

dengan menggunakan katalis asam klorida 0,6-0,8 N suhu 70 °C selama 120 menit sangat efektif dalam menghidrolisis kitosan hingga menghasilkan berat molekul kitosan 50-100 kDa.

Prinsip depolimerisasi kitosan dengan asam klorida didasari oleh proses deaminasi dan pemotongan rantai polimer yang diakibatkan dari protonasi dan swelling (pembengkakan) grup amina kitosan pada ikatan polimer yang menghasilkan putusnya ikatan pada molekul kitosan sehingga rantai kitosan tersebut menjadi lebih pendek dari sebelumnya (Yulina *et al.* 2014; Adhiatama *et al.* 2012). Sedangkan menurut Najafabadi *et al.* (2018) penambahan variasi sinar ultraviolet pada metode depolimerisasi kitosan dapat mempengaruhi produksi turunan dari radikal bebas oksidatif seperti superoksida yang dapat menghidrolisis ikatan glukosidal pada kitosan. Sejauh ini penelitian tentang gabungan cara depolimerisasi larutan HCl dengan variasi lama penyinaran sinar ultraviolet belum banyak dikaji. Penelitian ini akan menggabungkan metode depolimerisasi dengan cara kimia dan fisik menggunakan asam klorida dan lama penyinaran sinar ultraviolet dengan tujuan menentukan pengaruh lama penyinaran sinar ultraviolet terbaik yang akan menghasilkan kitosan dengan bobot molekul rendah yang dapat larut dalam air atau pelarut netral.

BAHAN DAN METODE

Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu asam klorida 2%, kitosan komersial dari pabrik bio Chitos, isopropil alkohol/IPA, *deionized water*. Alat yang digunakan antara lain pH meter (Hanna Instruments), kertas pH (MQuant pH-indicator strip), kain nilon ukuran 40 mesh, *particle size analyzer* (PSA) Malvern, lampu ultraviolet, neraca analitik (FS-Ar 210), viskometer (Brookfield), *fourier transform infrared spectroscopy* (Perkin Elmer Spektrum One).

Metode Penelitian

Depolimerisasi kitosan

Depolimerisasi kitosan mengacu pada Wang *et al.* (2005) dengan modifikasi. Kitosan 10 g dilarutkan HCl 500 mL menjadi larutan

kitosan 2%. Larutan kitosan disinari sinar ultraviolet selama 45 menit, 60 menit, 75 menit dengan 3 kali ulangan pada setiap perlakuan. Sampel selanjutnya dinetralkan dengan cara presipitasi menggunakan isopropil alkohol perbandingan 1:1 dengan larutan kitosan larut air dan difiltrasi menggunakan kain nilon ukuran 40 mesh. Kitosan larut air yang telah memiliki pH 7 kemudian dikeringkan pada suhu ruang dan dianalisis rendemen, derajat putih, viskositas, berat molekul, kelarutan, zeta potensial, derajat deasetilasi.

Derajat deasetilasi kitosan dan kitosan larut air

Derajat deasetilasi kitosan dan kitosan larut air dianalisis menggunakan FTIR (*fourier transform infrared spectroscopy*) dari penelitian Domszy dan Robert (1985). Analisis ini dilakukan dengan mencampurkan 2 mg serbuk kitosan dan kitosan larut air (dilakukan secara terpisah) dengan 200 mg KBr untuk dijadikan pelet. Pengukuran derajat deasetilasi kitosan dan kitosan larut air dilakukan berdasarkan kurva yang tergambar oleh spektrofotometer. Puncak tertinggi (Po) dan puncak terendah (P) dicatat dan diukur dengan garis dasar yang dipilih. Derajat deasetilasi ditentukan dengan persamaan berikut:

$$A = \text{Log} \frac{P_o}{P}$$

Keterangan:

Po = Jarak antara garis dasar dengan garis singgung antara dua puncak tertinggi dengan panjang gelombang 1.655 cm⁻¹ atau 3450 cm⁻¹.

P = Jarak antara garis dasar dengan lembah terendah dengan panjang gelombang 1.655 cm⁻¹ atau 3450 cm⁻¹.

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

Keterangan:

A1655 = absorbansi pada panjang gelombang 1655 cm⁻¹ (serapan pita amida)

A3450 = absorbansi pada panjang gelombang 3450 cm⁻¹ (serapan gugus hidroksil)

1,33 = Konstanta untuk derajat deasetilasi yang sempurna

Rendemen kitosan larut air

Rendemen kitosan larut air didapatkan dari perhitungan berat kitosan larut air yang dihasilkan dibagi dengan berat kitosan (berat bahan baku kitosan larut air) mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh Purwanti (2014). Rendemen dapat dihitung menggunakan persamaan berikut:

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{Berat kitosan larut air (g)}}{\text{Berat bahan baku kitosan larut air (g)}} \times 100\%$$

Viskositas kitosan larut air

Viskositas diukur sesuai dengan metode *brookfield dial viscometer operating instructions* mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh Atma *et al.* (2018). Kitosan larut air diukur nilai viskositas atau kekentalan (cP) dengan *brookfield digital viscometer* (Model LV Brookfield, Inggris) menggunakan *spindle* SC4-31 kecepatan 100 rpm pada suhu ruang (27 °C).

Analisis berat molekul kitosan larut air

Berat molekul kitosan larut air diukur berdasarkan viskositas intrinsik dalam penelitian Wardhani *et al.* (2013). Viskositas intrinsik didapat dari viskositas spesifik (hasil pengukuran viskometer) dengan menggunakan persamaan Huggins:

$$\eta_{sp}/c = [\eta] + kH [\eta]^2 C$$

Keterangan: η_{sp} = viskositas spesifik (cp), C = konsentrasi larutan (g/L), kH = konstanta Huggins (0,3), $[\eta]$ = viskositas intrinsik (dL/g)

Hubungan antara viskositas dan berat molekul pada kitosan larut air mengikuti persamaan Mark Houwink. Nilai eksponen a dan konstanta k_{MH} tergantung pada jenis polimer dan pelarut terpilih, nilai konstanta dan eksponen yang akan digunakan dalam perhitungan ini berdasarkan Chen dan Tsaih (1998):

$$[\eta] = k_{MH} M^a$$

$$M = ([\eta] / k_{MH})^{1/a}$$

Keterangan : $[\eta]$ = viskositas intrinsik (dL/g); k_{MH} = 1,69 x 10⁻⁵; a = 2,03; M = berat molekul (kDA)

Derajat putih kitosan larut air

Analisis warna kitosan larut air menggunakan *color reader* (RGB-1002). Kitosan larut air ditempatkan pada wadah kecil dengan diameter 5 cm berlatar belakang putih. Kitosan larut air disebar pada permukaan wadah secara merata, *color reader* kemudian ditempelkan pada sampel hingga lampu pada alat menyala dan menghasilkan nilai parameter warna. Hasil pengukuran kitosan larut air dalam bentuk RGB 10 bit kemudian dikonversi dalam bentuk LAB. L untuk *lightness*, a untuk *greenredness*, dan b untuk *blue-yellowness* (Medical Research Council 2013).

Analisis zeta potensial dan ukuran partikel

Sampel kitosan larut air dan nanopartikel kitosan larut air-fikosianin di uji dengan alat *particle size analyzer* untuk ukuran partikel (VASCOTM *nanoparticle size analyzer*) menggunakan prinsip *dynamic light scattering* (DLS) dengan sudut hamburan 173° pada suhu 25 °C dan diputar 10 putaran selama 10 detik. Zeta potensial diuji dengan alat *zeta size ultra* (Malvern Panalytical's NIBS) pada suhu 25 °C dengan kekuatan medan listrik 23,2 V/cm (Thatipamula *et al.* 2011).

Kelarutan kitosan larut air

Kitosan sebanyak 5 g dilarutkan ke dalam 100 mL akuades, diaduk selama 10 detik lalu disentrifugasi pada 12.000 RPM dengan suhu 22 °C selama 15 menit. Supernatan yang ada dibuang sedangkan pelet yang didapat dimasukkan ke dalam oven 130 °C selama 20 menit. Padatan ditimbang sampai diperoleh berat konstan, selisih antara ketidaklarutan dengan bobot awal adalah kelarutan (Shon *et al.* 2011).

$$\text{Ketidaklarutan (\%)} = \frac{\text{berat sampel tidak larut}}{\text{berat sampel awal}} \times 100$$

$$\text{Kelarutan (\%)} = 100\% - \text{ketidaklarutan}$$

Analisis Data

Rancangan percobaan yang digunakan pada penelitian ini adalah Rancangan Acak Lengkap (RAL) dengan perlakuan lama penyinaran sinar UV pada depolimerisasi kitosan yang mengacu pada Walpole (1992).

Taraf perlakuan yang digunakan adalah lama penyinaran sinar ultraviolet perlakuan 45 menit, 60 menit, dan 75 menit dengan tiga kali ulangan. Data yang diperoleh dianalisis menggunakan ANOVA dengan selang kepercayaan 95% dan dilanjutkan dengan uji lanjut Duncan apabila berpengaruh nyata menggunakan perngkat lunak SPSS versi 24.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Rendemen Kitosan Larut Air

Rendemen adalah salah satu parameter yang dijadikan indikator kualitas dalam suatu proses. Rendemen kitosan larut air dihitung berdasarkan persentase berat kitosan yang telah mengalami proses pemendekan rantai molekul dibagi dengan berat kitosan bahan baku awal (Chamidah *et al.* 2019). Rendemen hasil depolimerisasi kitosan dapat dilihat pada *Figure 1*.

Depolimerisasi kitosan larut air perlakuan lama penyinaran dengan sinar ultraviolet tidak memengaruhi nilai rendemen yang dihasilkan ($p > 0,05$). Rendemen kitosan larut air yang dihasilkan terjadi penurunan pada perlakuan lama penyinaran dengan sinar ultraviolet 75 menit. Penurunan nilai rendemen ini bisa terjadi karena paparan sinar ultraviolet yang diberikan pada saat proses depolimerisasi mengandung panas, paparan panas tersebut dapat membantu proses pemotongan molekul kitosan yang dapat berakibat pada penurunan berat molekul. Chamidah *et al.* (2019) menyatakan bahwa penurunan berat molekul selama proses depolimerisasi dapat mengakibatkan partikel-partikel kitosan yang telah larut air menjadi lebih halus. Sehingga, pada saat proses netralisasi menggunakan isopropil alkohol (mekanisme pemisahan filtrat dan residu) banyak residu kitosan larut air yang tidak ikut tersaring dan terbuang bersama filtratnya. Tanasale *et al.* (2016) dalam penelitiannya mengenai depolimerisasi kitosan dengan katalisator H_2O_2 variasi panas menghasilkan rendemen pada rentang 63,23% sampai dengan 80,52%. Chamidah *et al.* (2019) menyatakan depolimerisasi kitosan dengan katalisator H_2O_2 3% dan suhu pemanasan 40 °C memiliki rendemen tertinggi sebesar 5,61%.

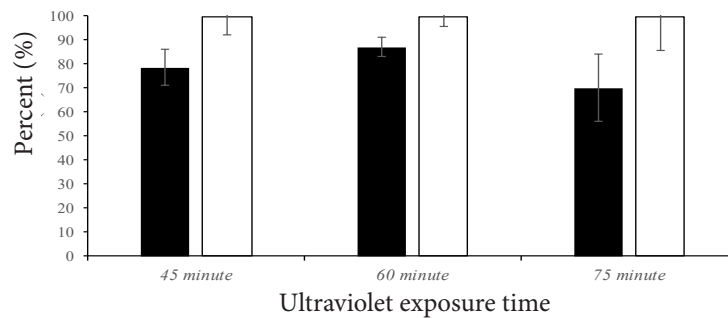


Figure 1 Yield and solubility of water soluble chitosan; ■ yield; □ solubility.

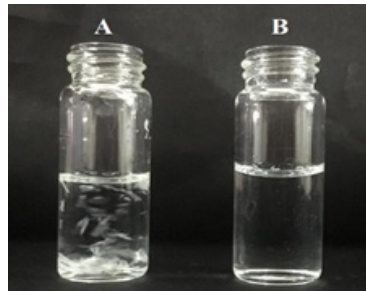


Figure 2 Water solubility: (A) chitosan; (B) water soluble chitosan

Kelarutan

Kelarutan merupakan parameter yang dapat dijadikan standar penilaian mutu kitosan larut air karena kelarutan merupakan kuantitas maksimal suatu zat kimia terlarut untuk dapat larut pada pelarut tertentu membentuk larutan yang homogen. Kelarutan kitosan dalam air dapat dilihat pada *Figure 1*.

Hasil kelarutan menunjukkan bahwa lama penyinaran dengan sinar ultraviolet tidak berpengaruh nyata ($p > 0,05$) terhadap kitosan larut air yang dihasilkan. Hasil kelarutan yang hampir sama pada setiap perlakuan lama penyinaran dengan sinar ultraviolet berkaitan dengan jumlah gugus karboksimetil yang terkandung dalam kitosan larut air. Basmal *et al.* (2007) melaporkan bahwa nilai kelarutan dari kitosan larut air berkaitan dengan jumlah gugus karboksimetil. Apabila gugus karboksimetil banyak maka tingkat kelarutan akan semakin meningkat. Selain itu konsentrasi HCl 2% yang digunakan sebagai katalisator merupakan oksidator kuat yang dapat memutus ikatan glikosidik pada kitosan secara spesifik pada rantai dua unit *N-acetylglucosamine* dan rantai *N-acetylglucosamine-glucosamin* (Kulikov *et al.* 2012). Proses pemutusan ikatan glikosidik tersebut dapat menurunkan

berat molekul dan viskositas pada kitosan menjadikan kitosan larut air dengan nilai kelarutan yang tinggi (Chamidah *et al.* 2019). Perbedaan kelarutan antara kitosan bahan baku (tidak larut air) dengan kitosan yang telah dilakukan proses depolimerisasi dapat dilihat pada *Figure 2*.

Derajat Putih Kitosan Larut Air

Kitosan larut air yang dihasilkan memiliki bentuk seperti tepung (*Figure 3*). Uji derajat putih merupakan salah satu faktor fisik dan parameter penting dalam menentukan kualitas dari produk berbentuk tepung dengan melihat tingkat keputihannya. Hasil derajat putih menunjukkan bahwa lama penyinaran sinar ultraviolet tidak berpengaruh nyata terhadap kitosan larut air yang dihasilkan ($p > 0,05$). Derajat putih yang diujikan pada setiap perlakuan dalam proses depolimerisasi menghasilkan nilai yang sama yaitu $99,99 \pm 0,00$ % dengan warna putih sempurna. Persentase nilai derajat putih kitosan larut air tersebut mengalami kenaikan jika dibandingkan dengan kitosan bahan baku sebesar $80,10 \pm 0,45$ %.

Derajat putih hasil depolimerisasi tersebut menunjukkan bahwa kitosan larut air yang dihasilkan sudah tidak mengandung



Figure 3 (A) water soluble chitosan, (B) commercial chitosan

pigmen dan protein pengotor, keadaan tersebut disebabkan oleh proses netralisasi dan pencucian yang berulang dengan isopropil alkohol. Lee *et al.* (2005) menyatakan bahwa depolimerisasi kitosan akan menghasilkan kitosan larut air yang berwarna putih sempurna. Warna ini akan cepat berubah menjadi kuning kecokelatan apabila terpapar udara langsung dalam waktu yang lama. Pratiwi (2014) menyatakan bahwa kitosan yang disimpan lama dalam keadaan terbuka (terjadi kontak dengan udara) akan terjadi dekomposisi warna menjadi kekuningan.

Viskositas dan Berat Molekul

Viskositas adalah ukuran kekentalan cairan atau fluida yang dapat menyatakan kecepatan bergerak suatu fluida untuk mengalir. Molekul-molekul yang membentuk suatu fluida tersebut akan saling bergesekan ketika fluida mengalir, hal tersebut disebabkan karena adanya gaya kohesi pada zat cair (Farid 2013). Viskositas kitosan larut air dapat dilihat pada *Figure 4*.

Proses depolimerisasi dengan perlakuan lama penyinaran menggunakan sinar ultraviolet memberikan pengaruh nyata pada viskositas kitosan larut air ($p < 0,05$). Semakin lama perlakuan penyinaran sinar ultraviolet, viskositas yang dihasilkan semakin kecil. Hasil terbaik pada viskositas terdapat pada perlakuan lama penyinaran sinar ultraviolet 75 menit $49,78 \pm 0,31$ cP sedangkan nilai viskositas terendah terdapat pada perlakuan 45 menit $97,66 \pm 0,27$ cP. Nilai viskositas tersebut telah mengalami penurunan yang relatif besar jika dibandingkan dengan kitosan bahan baku awal sebesar $1.737,33 \pm 37,49$ cP.

Penurunan nilai viskositas ini dipengaruhi oleh interaksi dari lama penyinaran dengan sinar ultraviolet dan larutan asam klorida yang digunakan. Cahyono (2018) menyatakan bahwa lama penyinaran sinar ultraviolet dapat merubah rantai polimer kitosan menjadi lebih pendek yang dapat menyebabkan laju gerak translasinya menjadi cepat sehingga viskositas kitosan menjadi lebih rendah. Adhiantama *et al.* (2012) menyebutkan penambahan katalis asam klorida dengan pH di bawah 4 pada saat proses depolimerisasi dapat menyebabkan grup amina kitosan berprotonasi dan terjadi *swelling* (pembengkakan) pada ikatan polimer yang akan menyebabkan putusya ikatan pada molekul kitosan dan menurunkan nilai viskositasnya.

Bobot molekul kitosan larut air yang dihasilkan akibat proses depolimerisasi dengan perlakuan penyinaran dengan sinar ultraviolet juga memberikan pengaruh yang nyata ($p < 0,05$). Bobot molekul kitosan terbaik berada pada perlakuan lama penyinaran dengan sinar ultraviolet 75 menit $169,46 \pm 0,30$ kDa. Prasajo dan Siahaan (2015) menyatakan berat molekul kitosan dapat dikelompokkan menjadi tiga macam, yaitu berat molekul rendah, medium, dan tinggi. Kitosan dengan berat molekul rendah memiliki berat molekul 150 kDa, kitosan berat molekul sedang 600 kDa, dan kitosan berat molekul tinggi diatas 1250 kDa (Lin dan Chao 2001). Sedangkan kitosan yang dimasukkan ke dalam kategori oligokitosan memiliki berat molekul kurang dari 10 kDa (Xia *et al.* 2011). Hasil pada penelitian menandakan bahwa proses depolimerisasi kitosan mengubah kitosan dengan berat molekul tinggi menjadi kitosan

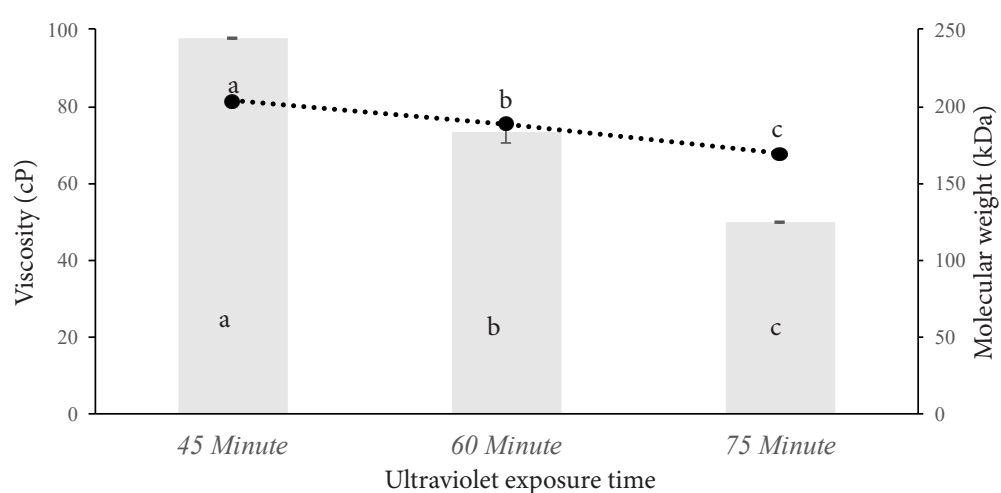


Figure 4 Viscosity and molecular weight of water soluble chitosan; ■ viscosity; ● molecular weight.

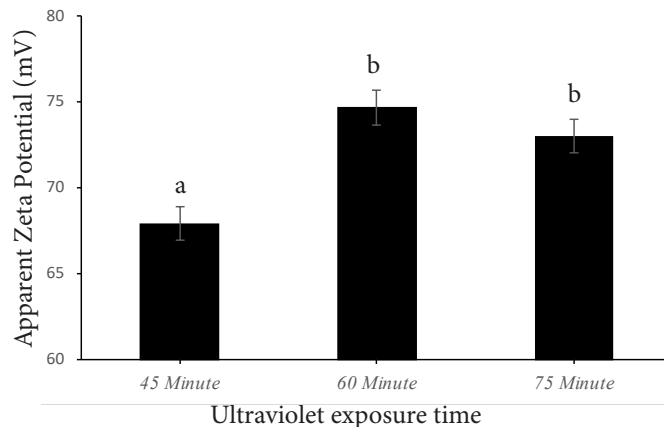


Figure 5 Zeta potential water soluble chitosan; (A) 45 minute; (B) 60 minute; (C) 75 minute.

dengan berat molekul medium. Berat molekul kitosan hasil depolimerisasi dapat dilihat pada *Figure 4*.

Penurunan berat molekul tersebut terjadi karena perlakuan lama penyinaran dengan sinar ultraviolet dapat membantu proses pemutusan ikatan glikosidik. Proses tersebut didasari pada pembentukan radikal bebas seperti hidroksil atau radikal oksigen, yang dapat membantu pemotongan rantai molekul kitosan lebih cepat dan efisien. Kitosan yang terpapar sinar ultraviolet dalam jangka waktu tertentu memiliki kemampuan untuk mengurangi oksigen molekuler yang mengarah pada produksi turunan dari radikal bebas oksidatif seperti superoksida. Radikal bebas oksidatif ini memiliki kandungan energi yang besar untuk menyerang dan memecah hubungan glikosidik kitosan menjadi kitosan dengan rantai molekul lebih pendek yang dapat larut dalam air tanpa mengubah

struktur kimianya selama proses berlangsung (Najafabadi *et al.* 2018).

Zeta Potensial

Zeta potential adalah tegangan elektrostatik yang terjadi pada bidang permukaan partikel baik akibat interaksi antar muatan pada permukaan partikel maupun dengan lingkungan medium sekitar (Mujamilah dan Sulungbudi 2013). Zeta potensial biasa digunakan untuk memprediksi stabilitas koloid dan mengkarakterisasi sifat muatan permukaan suatu partikel (Suryani *et al.* 2016). Nilai zeta potensial kitosan larut air dapat dilihat pada *Figure 5*.

Zeta potensial hasil depolimerisasi kitosan menunjukkan bahwa lama penyinaran dengan sinar ultraviolet memberikan pengaruh yang nyata ($p < 0,05$). Nilai zeta potensial terbaik berada pada perlakuan lama penyinaran 60 menit $74,70 \pm 1,07$ mV, nilai tersebut

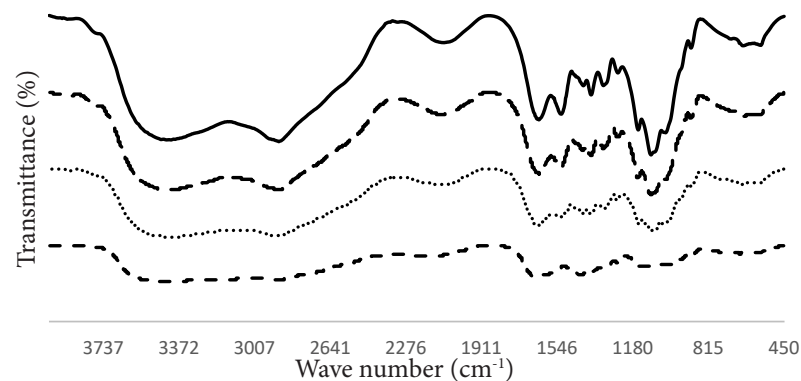


Figure 6 Chitosan and water soluble chitosan with ultraviolet light; — — — chitosan; - - - - 45 minute UV; 60 minute UV; - . - . 75 minute UV.

mengindikasikan kekuatan tolak menolak yang baik antarpartikel untuk menjaga dispersi yang stabil saat berada dalam kondisi terdispersi.

Kitosan larut air hasil depolimerisasi pada setiap perlakuan lama penyinaran dengan sinar ultraviolet mendapatkan nilai zeta potensial diatas +30 Mv. Efiana *et al.* (2013) menyatakan bahwa suatu bahan memiliki ke stabilan yang baik jika nilai zeta potensial di atas +30 mV atau di bawah -30 mV.

Derajat Deasetilasi

Kitosan komersial yang digunakan pada penelitian memiliki derajat deasetilasi 45%, kemudian saat didepolimerisasi derajat deasetilasi pada masing-masing perlakuan 45 menit, 60 menit, 75 menit mengalami peningkatan menjadi 65%, 77%, dan 92%. Santoso *et al.* (2019) menyatakan bahwa peningkatan derajat deasetilasi dapat berkontribusi pada pengurangan berat molekul kitosan. Rokhati (2006) menyebutkan bahwa peningkatan yang terjadi pada derajat deasetilasi kitosan larut air disebabkan karena semakin banyaknya gugus asetil yang terlepas atau semakin banyaknya gugus aktif amida bebas ($-NH_2$) yang terdapat dalam molekul kitosan hasil depolimerisasi. Banyaknya gugus asetil yang terlepas atau gugus aktif amida yang bebas dipengaruhi oleh jumlah larutan alkali dan waktu reaksi pada saat depolimerisasi.

Analisis spektrum FTIR kitosan (Figure 6) menghasilkan pita serapan pada 3429 cm^{-1} yang menunjukkan adanya vibrasi ulur gugus O-H dan $-NH_2$, gugus N-H *stretching* pada pita serapan 2890 cm^{-1} , gugus fungsi C-H pada pita serapan 2890 cm^{-1} , gugus fungsi $C\equiv C$ pada pita

serapan 2151 cm^{-1} , gugus fungsi C-N pada pita serapan 1154 cm^{-1} , dan β -1,4-glikosidik pada pita serapan $896,82\text{ cm}^{-1}$. Spektrum IR kitosan larut air pada setiap perlakuannya memiliki gugus fungsi yang sama seperti pada kitosan komersial. Yulina *et al.* (2014) menyatakan bahwa tidak adanya perbedaan pada puncak serapan kitosan komersial dengan kitosan larut air hasil depolimerisasi karena proses depolimerisasi hanya dapat memutus rantai polimer menjadi lebih pendek sehingga berat molekul menurun tetapi tidak mengubah struktur molekul kitosan. Serapan puncak pada kitosan larut air mengalami penambahan dibandingkan dengan kitosan komersial dengan total 11 pita dari 8 pita serapan. Sun *et al.* (2007) menyatakan bahwa banyak serapan puncak pada kitosan larut air dapat dijadikan sebagai alasan terjadinya pemutusan rantai polimer dan turunnya berat molekul kitosan larut air.

Pemutusan rantai polimer pada kitosan komersial menghasilkan spektrum FTIR kitosan larut air yang tidak memiliki gugus β -1,4-glikosidik pada rentang serapan $800\text{-}900\text{ cm}^{-1}$ digantikan dengan timbulnya gugus alkil lain pada kitosan larut air. Yulina *et al.* (2014) menyatakan bahwa proses depolimerisasi dapat menyebabkan terjadinya pemutusan ikatan kovalen dan ikatan glikosida antar molekul kitosan dan menghasilkan rantai polimer yang lebih pendek. Pemutusan ikatan glikosidik pada rantai kitosan tersebut juga dapat disebabkan karena pengaruh perlakuan sinar ultraviolet yang diberikan pada saat proses depolimerisasi. Najafabadi *et al.* (2018) menyatakan bahwa sinar ultraviolet mampu memproduksi radikal bebas oksidatif dengan kandungan energi yang besar

untuk menyerang dan memecah hubungan glikosidik kitosan menjadikan rantai molekul lebih pendek sehingga kitosan dapat larut dalam air tanpa mengubah struktur kimianya selama proses berlangsung. Selain itu, larutan HCl yang digunakan pada saat depolimerisasi juga dapat memberikan pengaruh pada proses pemutusan rantai β -1,4-glikosidik. Dompeipen (2017) menyatakan bahwa ikatan glikosidik sangat rentan mengalami proses pemutusan apabila terkena larutan asam.

KESIMPULAN

Depolimerisasi kitosan dengan menggunakan HCL 2% pada variasi perlakuan sinar ultraviolet menghasilkan kitosan yang dapat larut air atau pelarut netral. Perlakuan lama penyinaran tersebut memberi pengaruh terhadap karakteristik viskositas, bobot molekul, dan zeta potensial pada kitosan larut air yang dihasilkan. Kitosan larut air terpilih hasil depolimerisasi diperoleh dari perlakuan lama penyinaran sinar ultraviolet 75 menit. Karakteristik kitosan perlakuan terpilih memiliki nilai rendemen, viskositas, bobot molekul, zeta potensial dan kelarutan yang tinggi disertai dengan hasil uji FTIR yang menunjukkan pita serapan tanpa adanya ikatan glikosidik yang menunjukkan proses depolimerisasi telah terjadi.

DAFTAR PUSTAKA

- Adhiatama I, Zainudin M, Rokhati N. 2012. Hidrolisis kitosan menggunakan katalis asam klorida (HCl). *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri*. 1(1): 245-251.
- Atma Y, Ramdhani H, Mustopa AZ, Pertiwi M, Maisarah R. 2018. Karakteristik fisikokimia gelatin tulang ikan patin (*Pangasius sutchi*) hasil ekstraksi menggunakan limbah buah nanas. *Agritech*. 38(1): 56-63.
- Azuma K, Osaki T, Minami S, Okamoto Y. 2015. Anticancer and antiinflammatory properties of chitin and chitosan oligosaccharides. *Journal of Functional Biomaterials*. 6(1): 33-49.
- Basmal J, Prasetyo A, Farida Y. 2007. Pengaruh suhu eterifikasi terhadap kualitas dan kuantitas kitosan larut air yang dibuat dari cangkang rajungan. *Jurnal Pasca Panen dan Bioteknologi Kelautan dan Perikanan*. 2(2): 99-106.
- Brookfield. *Brookfield dial viscometer operating instructions manual No. M/85-150-P700*. Middleboro (US): Brookfield Engineering Laboratories, Inc. [diunduh 2019 Desember 1]. Tersedia pada: <https://www.brookfieldengineering.com>
- Cahyono E. 2018. Karakteristik kitosan dari limbah cangkang udang windu (*Penaeus monodon*). *Jurnal Akuatika Indonesia*. 3(2): 96-102.
- Chamidah A, Widiyanti CN, Febiyani NN. 2019. Pemanfaatan kitosan larut air sebagai hand sanitizer antiseptik. *Jurnal Perikanan*. 21(1): 9-16.
- Chen RH, Tsaih ML. 1998. Effect of temperature on the intrinsic viscosity and conformation of chitosans in dilute HCl solution. *Biological Macromolecules*. 23(1): 135-141.
- Dompeipen EJ. 2017. Isolasi dan identifikasi kitin dan kitosan dari kulit udang windu (*Penaeus monodon*) dengan spektroskopi infrared. *Majalah Biam*. 13(1): 31-41.
- Domszy JG, Robert GAF. 1985. Evaluation of infrared spectroscopic techniques for analysing chitosan. *Macromolecul Chemical*. 186(1): 1671-1677.
- Efiana NA, Nugroho AK, Martien R. 2013. Formulasi nanopartikel losartan dengan pembawaan kitosan. *Jurnal Ilmu Kefarmasian Indonesia*. 11(1): 7-12.
- Farid SH. 2013. Rancangan bangun sensor viskositas cairan menggunakan strain gauge dengan prinsip silinder konsentris. *Jurnal Neutrino*. 5(2): 87-94.
- Handayani HPL, Siwi PR, Rokhati N. 2013. Depolimerisasi kitosan dengan hidrolisa enzimatik menggunakan enzim α -amilase. *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri*. 2(4): 55-64
- Kendra DF, Hadwiger LA. 1984. Characterization of the smallest chitosan oligomer that is maximally antifungal to *Fusarium solani* and elicits pisatin formation in *Pisum sativum*. *Experimental Mycology*. 8(1): 276-281.
- Kulikov S, Tikhonov V, Blagodatskikh I, Bezrodnykh E, Lopatin S, Khairullin R, Philippova Y, Abramchuck S. 2012.

- Molecular weight and pH aspects of the efficacy of oligochitosan against methicillin-resistant *Staphylococcus aureus* (MRSA). *Carbohydrate Polymers*. 87(1): 545-550.
- Lee LF, Lee WK, Maskat MY, Ilias RMD, Aziz SA, Kamarulzaman K, Osman H. 2005. Partial depolymerization of chitosan with the aid of bromelain. *Pakistan Journal of Biological Sciences*. 8(1): 73-77.
- Li J, Du Y, Yang J, Feng T, Li A, Chen P. 2005. Preparation and characterisation of low molecular weight chitosan and chito-oligomers by a commercial enzyme. *Polymer Degradation and Stability*. 87(1): 441-448.
- Lin KW, Chao JY. 2001. Quality characteristics of reduced-fat chinese-style sausage as related to chitosan's molecular weight. *Meat Science*. 59(1): 343-351.
- Medical Research Council. 2013. *Color Meter: RGB-1002, Color Analyzer, R, G, B, Hue, Saturation, Luminance*. [diunduh 2019 September 12]. Tersedia pada: http://www.mrclab.com/data/products/RGB1002_SPEC.pdf
- Mujamilah, Sulungbudi GTJ. 2013. Karakteristik dinamik sistem koloid magnetik berbasis nanopartikel oksida Fe-kitosan. *Jurnal Kimia Kemasan*. 35(1): 65-70.
- Najafabadi SAA, Honarkae H, Moghadam M, Mirkhani V, Tahriri M, Tayebi L. 2018. UV irradiation-H₂O₂ system as an effective combined depolymerization technique to produce oligosaccharides from chitosan. *Bio-Design and Manufacturing*. 1(1): 62-68.
- No HK, Park NY, lee SH, Meyers SP. 2002. Antibacterial activity of chitosans and chitosan oligomers with different molecular weights. *International Journal of Food Microbiology*. 74(1): 65-72.
- Prasojo BA, Siahaan P. 2015. Pengaruh berat molekul kitosan terhadap efisiensi enkapsulasi BSA (Bovine Serum Albumin) menggunakan agen crosslink asam sitrat. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*. 18(2): 62-66.
- Pratiwi R. 2014. Manfaat kitin dan kitosan bagi kehidupan manusia. *Oseana*. 39(1): 35-43.
- Purwanti A. 2014. Evaluasi proses pengolahan limbah kulit udang untuk meningkatkan mutu kitosan yang dihasilkan. *Jurnal Teknologi*. 7(1): 83-90.
- Ridho FA, Riyanto B, Uju. 2017. Kitoooligosakarida melalui depolimerisasi kitosan dengan hidrogen peroksida untuk biopreservatif pidang tradisional. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*. 20(3): 536-548.
- Rokhati N. 2006. Pengaruh derajat deasetilasi khitosan dari kulit udang terhadap aplikasinya sebagai pengawet makanan. *Reaktor*. 10(2): 54-58.
- Sanria N, Uju, Suptijah P. 2017. Depolimerisasi kappa karaginan dengan menggunakan peracetic acid. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*. 20(3): 524-535
- Santoso J, Adiputra KC, Soedirga LC, Tarman K. 2019. Effect of acetic acid hydrolysis on the characteristics of water soluble chitosan. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*. 414(1): 1-8
- Shon J, Eo JH, Hwang SJ, Eun JB. 2011. Effect of processing condition on functional properties of collagen powder from skate (*Raja kenoei*) skin. *Food Science and Biotechnology*. 20(1): 99-106.
- Suryani, Wahyuni, Ariastika D, Rahmanpiu. 2016. Formulasi nanopartikel kurkumin dengan teknik gelasi ionik menggunakan kitosan, tripolifosfat dan natrium alginat serta uji stabilitasnya secara in vitro. *Pharmauho*. 2(1): 17-21
- Sun T, Zhou D, Xie J, Mao F. 2007. Preparation of chitosan oligomers and their antioxidant activity. *European Food Research and Technology*. 225(1): 451-456.
- Tanasale MFJDP, Telussa I, Sekewael SJ, Kakerissa L. 2016. Ekstraksi dan karakterisasi kitosan dari kulit udang windu (*Penaeus monodon*) serta proses depolimerisasi kitosan dengan hidrogen peroksida berdasarkan variasi suhu pemanasan. *Indonesian Journal of Chemical Research*. 3(2): 308-316.

- Thatipamula RP, Palem CR, Gannu R, Muudragada S, Yamsani MR. 2011. Formulation and in vitro characterization of domperidone loaded solid lipid nanoparticel and nanostructured lipid carriers. *Daru*. 19(1): 23-32.
- Walpole RE. 1992. *Pengantar Statistika* edisi ke-3. Jakarta (ID): PT Gramedia Pustaka Utama.
- Wang SM, Huang QZ, Wang QS. 2005. Study on the synergetic degradation of chitosan with ultraviolet light and hydrogen peroxide. *Carbohydrate Research*. 340(1): 1143-1147.
- Wardhani IK, Badres S, Prasetyaningrum. 2013. Kinetika reaksi depolimerisasi karaginan pada suhu dan pH optimum dengan katalisator asam sulfat. *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri*. 2(4): 177-183.
- Xia W, liu P, Zhang J, Chen J. 2011. Biological activities of chitosan and chitooligosaccharides. *Food Hydrocolloid*. 25(1): 170-179.
- Yulina R, Winiati W, Kasipah C, Septiani W, Mulyawan AS, Wahyudi T. 2014. Pengaruh berat molekul kitosan terhadap fiksasi kitosan pada kain kapas sebagai antibakteri. *Arena Tekstil*. 29(2): 81-90.