

LAPORAN PENELITIAN

OPTIMASI PROSES PEMBENTUKAN KITOSAN DARI JAMUR TIRAM (*Pleurotus ostreatus*) MENGGUNAKAN PELARUT RAMAH LINGKUNGAN



Disusun oleh:

ALPI NURJANI 3335180054

HERU WAHYUDI 3335180006

**JURUSAN TEKNIK KIMIA – FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS SULTAN AGENG TIRTAYASA
CILEGON – BANTEN**

2021

PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Yang bertanda tangan di bawah ini :

NAMA : ALPI NURJANI

NIM : 3335180054

JURUSAN : TEKNIK KIMIA

JUDUL : OPTIMASI PROSES PEMBENTUKAN KITOSAN DARI JAMUR TIRAM
(*Pleurotus ostreatus*) MENGGUNAKAN PELARUT RAMAH
LINGKUNGAN.

Dengan ini menyatakan bahwa penelitian dengan judul tersebut di atas adalah benar karya saya sendiri dengan arahan dari dosen pembimbing dan tidak ada duplikasi dengan karya orang lain kecuali telah disebutkan sumbernya.

Apabila dikemudian hari terbukti terdapat plagiat dalam penelitian ini, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai peraturan perundang-undangan yang berlaku.

Cilegon 2 November 2022



LAPORAN PENELITIAN
OPTIMASI PROSES PEMBENTUKAN KITOSAN DARI JAMUR TIRAM
(*Pleurotus ostreatus*) MENGGUNAKAN PELARUT RAMAH
LINGKUNGAN

diajukan oleh:

ALPI NURJANI 3335180054

HERU WAHYUDI 3335180006

telah diperiksa dan disetujui oleh dosen pembimbing

Dosen Pembimbing I



Nufus Kanan, S.T., M.Eng.
NIP. 198408062012122003

Tanggal 08 Januari 2022

LAPORAN PENELITIAN
OPTIMASI PROSES PEMBENTUKAN KITOSAN DARI JAMUR TIRAM
(*Pleurotus ostreatus*) MENGGUNAKAN PELARUT RAMAH
LINGKUNGAN

Disusun oleh:

ALPI NURJANI
HERU WAHYUDI

3335180054
3335180006

Telah Disetujui Oleh Dosen Pembimbing dan Telah Dipertahankan di Hadapan
Dewan Penguji

Pada Tanggal 14 Januari 2022

Dosen Pembimbing



Nufus Kanani, S.T., M.Eng.
NIP. 198408062012122003

Dosen Penguji I



Dr. Alia Badra Pitaloka, S.T., M.T
NIP.197808022012122002

Dosen Penguji II



Endang Suhendi, S.T., M.Eng
NIP.1977070520033121001

Mengetahui.

Ketua Jurusan Teknik Kimia



Dr. Javanudin, S.T., M.Eng.
NIP : 197808112005011003

ABSTRAK

OPTIMASI PROSES PEMBENTUKAN KITOSAN DARI JAMUR TIRAM (*Pleurotus ostreatus*) MENGGUNAKAN PELARUT RAMAH LINGKUNGAN

Oleh:

Alpi Nurjani	3335180054
Heru Wahyudi	3335180006

Kitosan merupakan senyawa biopolimer alami hasil dari proses deasetilasi kitin yang banyak terkandung didalam cangkang *crustacea* seperti udang dan kepiting. Jamur telah diketahui memiliki kandungan kitin yang berikatan dengan protein pada batang dan tudungnya. Kandungan kitin dalam jamur cukup tinggi yakni berkisar antara 5-20%. Indonesia, khususnya pulau jawa adalah daerah yang banyak membudidayakan berbagai jenis jamur, salah satunya adalah jamur tiram putih (*Pleurotus ostreatus*). Tujuan dari penelitian ini adalah optimasi proses pembentukan kitosan dari jamur tiram dengan membandingkan metode ekstraksi konvensional dan metode *Microwave Assisted Extraction* (MAE) menggunakan pelarut ramah lingkungan (campuran Gliserol-NaOH) yang biodegradable serta mudah didaur ulang dengan memvariasikan suhu reaksi, rasio kitin terhadap pelarut dan waktu reaksi untuk memperoleh kondisi yang optimal. Penelitian ini terdiri dari tahap preparasi bahan baku, tahap deproteinasi kitin dan tahap deasetilasi kitosan. Hasil kitosan optimal diperoleh pada variasi waktu 60 menit, suhu reaksi 60°C dan rasio kitin terhadap pelarut 1:40 dengan hasil %DD sebesar 71,09% menggunakan metode *microwave*. Recycle pelarut dapat dilakukan dengan maksimal 3 kali pengulangan pertama dengan hasil %DD sebesar >60%. Hasil pengujian SEM menunjukkan bahwa morfologi dari sample kitosan memiliki struktur permukaan yang homogen serta kerapatannya tinggi dan hasil Spektrum IR sample kitosan menunjukkan bahwa puncak amida pada bilangan gelombang 1641,12; 3286,09 dan 1369,20 cm^{-1} yang bersesuaian dengan puncak-puncak yang khas pada kitosan.

Kata Kunci : *Deasetilasi, Deproteinasi, Green Solvent, Jamur Tiram, Kitosan*

ABSTRACT

OPTIMIZATION OF CHITOSAN FORMATION FROM OYSTER MUSHROOM (*Pleurotus ostreatus*) USING ECOFRIENDLY SOLVENTS

By:

Alpi Nurjani 3335180054

Heru Wahyudi 3335180006

Chitosan is a natural result of biopolymer compound from the deacetylation of chitin which is widely contained in the shells of *crustacea* such as shrimp and crabs. Mushrooms have known contained chitin which binds to proteins in their stems and caps. The chitin in mushrooms is quite high, ranging from 5-20%. Indonesia, especially the java island, is one of the areas where many types of mushrooms are cultivated, one of which is the white oyster mushroom (*Pleurotus ostreatus*). The purpose of this study was the formation of chitosan from white oyster mushrooms by comparing conventional extraction methods and *Microwave Assisted Extraction* (MAE) methods using ecofriendly solvents (mix Glycerol-NaOH) by varying the reaction temperature, ratio of chitin to solvent and reaction times to obtain optimal conditions. This research consisted of the raw material preparation stage, the chitin deproteination stage and the chitosan deacetylation stage. Optimal chitosan results were obtained at a time variation of 60 minutes, reaction temperature 60°C and solvent ratio 1:40 with a %DD result of 71.09% using the microwave method. Recycle solvent can be done with a maximum of the first 3 times with a %DD result of >60%. The results of the SEM test showed that the morphology of the chitosan sample had a homogen surface structure and high density and the results of the IR Spectrum of the chitosan sample showed that the amide peak was at wave number 1641.12; 3286,09 and 1369.20 cm⁻¹ which correspond to typical peaks in chitosan.

Keywords: *Deacetylation, Deproteination, Green Solvent, Mushroom, Chitosan*

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas segala rahmat dan kemudahan yang diberikan kepada Penulis, sehingga pada akhirnya penulis dapat menyelesaikan laporan penelitian ini di waktu yang tepat, dengan judul **“OPTIMASI PROSES PEMBENTUKAN KITOSAN DARI JAMUR TIRAM (*Pleurotus ostreatus*) MENGGUNAKAN PELARUT RAMAH LINGKUNGAN”**. Laporan penelitian ini dibuat untuk memenuhi salah satu persyaratan Program Strata I di Jurusan Teknik Kimia Universitas Sultan Ageng Tirtayasa.

Penulis menyadari bahwa penulisan laporan penelitian ini tidak terlepas dari bantuan dan dukungan dari berbagai pihak yang telah memberikan semangat dan do'a yang luar biasa. Pada kesempatan ini penulis mengucapkan rasa terima kasih sebesar-besarnya kepada:

1. Kedua Orang Tua tercinta yang telah memberikan segala rasa cinta dan kasih sayang yang tidak ada hentinya, serta memberikan dorongan dan dukungan baik moril maupun materil serta do'a kepada penulis.
2. Nufus Kanani, S.T., M.Eng. selaku dosen pembimbing penelitian yang telah meluangkan waktu dan pikiran dalam memberikan bimbingan kepada penulis dalam menyusun laporan penelitian ini.
3. Dr. Rahmayetty, S.T., M.T. selaku koordinator penelitian.
4. Bapak dan Ibu Dosen yang telah membimbing penulis dari awal sampai akhir perkuliahan
5. Rekan-rekan seperjuangan yang telah memberikan bantuan secara langsung maupun tidak langsung.
6. Semua pihak yang telah mendukung terbentuknya laporan penelitian ini, yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Semoga Allah SWT melimpahkan rahmat-Nya dan membalas semua amal kebaikan mereka. Penulis menyadari bahwa laporan penelitian ini masih jauh dari kata sempurna, karena terbatasnya kemampuan dan pengalaman penulis. Oleh karena itu, penulis berharap ada saran dan kritik yang membangun dari pembaca agar penulis dapat menjadi lebih baik lagi di masa yang akan datang.

Cilegon, 14 Januari 2022

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN DRAFT LAPORAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN LAPORAN FINAL	iii
ABSTRAK	iv
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang Masalah	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Ruang Lingkup Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Jamur Tiram (<i>Pleurotus ostreatus</i>).....	4
2.2 Kitin.....	5
2.3 Kitosan.....	7
2.4 Sifat-Sifat Kimia Kitin dan Kitosan	8
2.5 Pelarut (<i>Solvent</i>)	9
2.6 Pelarut Gliserol	10
2.7 Proses Isolasi Kitosan	11
2.7.1 Deproteinasi	12
2.7.2 Deasetilasi	12
2.8 Ekstraksi	13
2.8.1 Metode Ekstraksi Konvensional	13
2.8.2 Metode Ekstraksi Modern	14
2.9 Karakterisasi Material	15
2.9.1 <i>Scanning Electron Miscroscopy</i> (SEM).....	15
2.9.2 Spektroskopi FTIR	16
2.10 Analisa Kadar Kitosan.....	17

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Tahapan Penelitian	18
a. Deproteinasi Kitin	18
b. Deasetilasi Kitosan	19
3.2 Prosedur Penelitian	19
3.2.1 Proses Deproteinasi	19
3.2.2 Proses Deasetilasi	20
3.3 Alat dan Bahan	21
3.3.1 Alat	21
3.3.2 Bahan	21
3.4 Variabel Penelitian	22
3.5 Metode Pengumpulan dan Analisa Data	22

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Perbandingan Metode Reaksi Terhadap Produk Kitosan	23
4.2 Pengaruh Metode Reaksi terhadap Perolehan Yield Kitosan	25
4.3 Pengaruh Waktu Reaksi Terhadap Perolehan DD Kitosan	28
4.4 Pengaruh Rasio <i>Green Solvent</i> Terhadap Perolehan DD Kitosan ..	30
4.5 Pengaruh Suhu Reaksi Terhadap Perolehan DD Kitosan	32
4.6 Pengaruh <i>Recycle</i> Pelarut Terhadap Perolehan DD Kitosan	34
4.7 Hasil Uji SEM	35
4.8 Hasil Uji FTIR	37

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan	39
5.2 Saran	39

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Jamur Tiram	4
Gambar 2.2 Struktur Kitin	6
Gambar 2.3 Mekanisme Reaksi Proses Deasetilasi dengan Katalis Basa.....	7
Gambar 2.4 Struktur Kimia Kitosan	8
Gambar 3.1 Diagram Alir Deproteinasi Kitin	19
Gambar 3.2 Diagram Alir Deasetilasi Kitosan Menggunakan <i>Green Solvent</i> ..	19
Gambar 4.1 Serbuk Jamur Tiram	23
Gambar 4.2 Mekanisme Reaksi Deproteinasi	24
Gambar 4.3 Kitosan ekstraksi konvensional dan ekstraksi MAE	25
Gambar 4.4 Grafik Pengaruh Rasio Terhadap % Yield Kitosan	26
Gambar 4.5 Grafik Pengaruh Waktu Reaksi terhadap %DD	30
Gambar 4.6 Grafik Pengaruh Rasio Pelarut Terhadap %DD	32
Gambar 4.7 Pengaruh Suhu Reaksi Derajat Deasetilasi Kitosan	33
Gambar 4.8 Pengaruh Recycle Pelarut Terhadap DD Kitosan	35
Gambar 4.9 Uji SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>) Jamur Tiram	36
Gambar 4.10 Uji SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>) Kitosan	37
Gambar 4.11 Uji FTIR (<i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i>) Kitosan ..	38

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Kedudukan Taksonomi Jamur Tiram	5
Tabel 2.2 Komposisi Kimia Jamur Tiram (100 gr)	5
Tabel 2.3 Persentasi Kitin pada Hewan dan Tumbuhan	6
Tabel 2.4 Kualitas Standar Kitosan	7
Tabel 4.1 Perbedaan Kitosan Hasil Penelitian dengan Kitosan Komersial	25
Tabel 4.2 Puncak Serapan FTIR pada Sampel Kitosan	39

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Masalah

Kitosan merupakan biopolimer alami yang diperoleh dari hasil deasetilasi kitin dalam bentuk polisakarida yang terdiri dari monomer N-asetil glukosamin dan D-glukosamin (Lili, 2012). Kitin umumnya di ekstrak dari kulit hewan *crustacea* yang mana senyawa ini biasa ditemukan pada cangkang udang, kepiting, kerang, serangga, annelida serta beberapa dinding sel jamur dan alga (Hafdani, 2011). Menurut Kangas (2000), bahwa kepiting jenis *P. Pelagicus* saja mempunyai siklus hidup yang terdiri dari lima tingkat larva yang dilalui selama 26-45 hari, sehingga untuk memperoleh bahan baku kitosan dari kepiting maupun udang membutuhkan waktu yang sangat lama karena siklus hidupnya yang sangat panjang. Proses pembentukan kitosan secara keseluruhan melalui beberapa tahap yaitu deproteinasi, demineralisasi, depigmentasi dan deasetilasi yang berlangsung pada suhu tinggi ($T > 120^{\circ}\text{C}$), dengan waktu reaksi yang lama (> 24 jam) dan membutuhkan pelarut dalam jumlah banyak, sehingga menimbulkan pencemaran yang berdampak negatif terhadap lingkungan (Irawan, B., 2010). Oleh sebab itu, beberapa upaya dilakukan untuk memperoleh ekstrak kitosan dengan metode yang lebih singkat dan ramah lingkungan yakni dengan mengganti bahan baku kitosan dari cangkang *crustasea* dengan jamur tiram putih (*Pleurotus ostreatus*).

Indonesia merupakan salah satu negara penghasil jamur tiram putih (*Pleurotus ostreatus*) dengan jumlah produksi jamur di tahun 2020 mencapai 33.163,319 ton, adapun Pulau Jawa menyumbang 9,4% dari produksi jamur nasional atau sebesar 3.126,817 ton (BPS, 2020). Jamur tiram putih termasuk ke dalam kelas *Basidiomycota* yang mudah tumbuh pada berbagai media yang mengandung selulosa dengan siklus hidup yang singkat (10-15 hari) setelah masa inokulasi dan dapat terus dipanen setiap dua hari sekali selama 6 bulan (Wijoyo, 2011). Jamur tiram putih memiliki kandungan lemak dan kalori yang rendah, namun kaya akan protein, kitin, mineral dan vitamin (Chirinang dan Intarapichet,

2009). Kandungan kitin kasar dalam berat kering jamur tiram putih berkisar antara 23,4-24,90% (Anvir, 2020).

Ekstraksi konvensional pada proses pembuatan kitosan saat ini menimbulkan masalah terhadap pencemaran lingkungan karena penggunaan pelarut basa dalam jumlah banyak pada proses ekstraksinya. Hal tersebut mendorong penggantian metode ekstraksi yang lebih ramah lingkungan. Pembuatan kitosan dari kitin yang membutuhkan pelarut basa (NaOH atau KOH) dengan konsentrasi tinggi (40-60%), hal tersebut menyebabkan pencemaran lingkungan yang parah dan meningkatkan biaya produksi, sehingga membatasi penggunaan kitosan secara luas. Dalam penelitian sebelumnya gliserol ditemukan dapat menjadi alternatif pelarut yang bersifat *non-toxic, reuseable*, tidak mudah menguap karena titik didihnya tinggi dan telah terbukti sebagai media reaksi yang ramah lingkungan (Liu, dkk., 2017).

Metode yang digunakan dalam proses ekstraksi juga sangat berperan penting terhadap hasil ekstrak yang diperoleh. Perbandingan penggunaan metode konvensional dan metode *Microwave Assisted Extraction* (MAE) dalam proses ekstraksi kitosan dengan menggunakan variasi pelarut dan waktu pelarutan untuk mengetahui metode yang lebih efektif dan efisien.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas maka rumusan masalah dari penelitian ini adalah membandingkan metode ekstraksi konvensional dengan metode ekstraksi berbantu gelombang mikro menggunakan *green solvent* yang divariasikan suhu reaksi (50, 60, 70°C) waktu reaksi (5, 10, 15, 20, 30, 60 dan 120 menit) serta rasio kitin terhadap pelarut (1:10, 1:20, 1:30, 1:40, 1:50 w/v) untuk memperoleh kondisi proses yang sederhana, singkat dan ramah lingkungan dalam pembuatan kitosan dari jamur tiram (*Pleurotus ostreatus*).

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Membandingkan dua metode ekstraksi Konvensional dan *Microwave Assisted Extraction* (MAE) untuk memperoleh metode yang lebih sederhana, singkat dan ramah lingkungan
2. Mengetahui pengaruh dua metode ekstraksi terhadap jumlah yield kitosan yang diperoleh
3. Mengetahui batas maksimal penggunaan pelarut sisa reaksi (*recycle*) berdasarkan kemurnian kitosan yang diperoleh
4. Menganalisa morfologi serta gugus serapan dari produk kitosan jamur tiram yang dihasilkan menggunakan Analisa SEM dan FTIR

1.4 Ruang Lingkup Penelitian

Ruang lingkup dalam penelitian ini meliputi bahan baku, metode penelitian yang digunakan dan tempat penelitian. Adapun bahan baku yang digunakan yaitu jamur tiram (*Pleurotus ostreatus*) yang diperoleh dari produsen jamur di Yogyakarta. Adapun metode ekstraksi yang digunakan meliputi metode deasetilasi dan deproteinasi dengan membandingkan dua metode konvensional dan *Microwave Assisted Extraction* (MAE). Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Operasi Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Sultan Ageng Tirtayasa.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Jamur Tiram (*Pleurotus ostreatus*)

Jamur tiram putih termasuk ke dalam kelas *Basidiomycota* yang tumbuh berderet menyamping pada batang kayu lapuk dengan ciri tudung jamur berdiameter 5-20 cm, bertepi tudung mulus sedikit berlekuk warna putih, dan memiliki tekstur permukaan yang hampir licin (Wijoyo,2011). Jamur tiram terbagi menjadi beberapa jenis salah satunya adalah jenis jamur tiram putih (*Pleurotus ostreatus*) yang banyak dibudidayakan di Indonesia. Kegiatan budidaya ini didukung dengan kemudahan media tanam jamur tiram yang tidak memerlukan tempat yang luas, masa panen yang singkat sekitar 10-15 hari setelah masa inokulasi dan dapat tumbuh pada semua media tanam yang mengandung selulosa, air, dan nutrisi yang cukup seperti serbuk kayu dan bekatul (Suriawira, 2006).



Gambar 2.1 Jamur Tiram

Kedudukan taksonomi jamur tiram menurut Djarijah (2001) dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Kedudukan Taksonomi Jamur Tiram

Super Kingdom	Eukaryota
Kingdom	Myceteae (Fungi)
Divisio	Amastigomycota
Sub-Divisio	Basidiomycotae
Kelas	Basidiomycotae
Ordo	Agaricales
Familia	Agaricaceae
Genus	Pleurotus
Spesies	<i>Pleurotus ostreatus</i> Jacq

Adapun komposisi dan kandungan nutrisi untuk setiap 100 gram jamur tiram dapat dilihat pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Komposisi Kimia Jamur Tiram (100 gr)

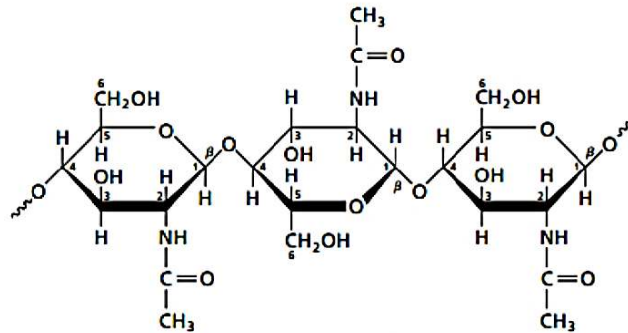
Zat Gizi	Kandungan
Kalori (Energi)	367 kal
Protein	10,5-30,4 %
Karbohidrat	56,6 %
Lemak	1,7-2,2 %
Thiamin	0,20 mg
Rriboflavin	4,7-4,9 mg
Niacin	77,2 mg
Ca (kalsium)	314,0 mg
K (kalium)	3.793,0 mg
P (fosfor)	717,0 mg
Na (natrium)	837,0 mg
Fe (besi)	3,4-18,2 mg

Sumber : Djarijah, 2001

2.2 Kitin

Senyawa kitin adalah suatu polimer golongan polisakarida yang tersusun atas satuan-satuan beta-(1→4)2-asetamido-2-deoksi-D-glukosa sebagai senyawa turunan selulosa yang gugus hidroksil pada atom C-2 nya digantikan oleh gugus

asetil. Kitin umumnya ditemukan pada cangkang hewan *crustacea* diantaranya udang, kepiting dan lobster. Adapun struktur kiti dapat dilihat pada gambar 2.2.



Sumber : Moran dkk., 2012:244

Gambar 2.2 Struktur Kitin

Sumber lain yang dapat ditemukan adalah kandungan kitin pada berbagai jenis jamur. Tanvir, dkk (2020), dalam penelitiannya telah menemukan kandungan kitin dalam jamur jenis tiram putih sebesar 24,11 %. Selain itu, telah ditemukan juga kandungan kitin pada jenis jamur merang (Matheis, dkk.,2018), *Skizofillum* (Kalutharage dkk.,2019), *Rhizopus oryzae* (Sebastian,dkk.,2019), dan kebanyakan jamur dari kelas *Zygomycota* dan *Basidiomycota*. Secara umum persentasi kitin pada hewan dan tumbuhan dapat dilihat pada tabel 2.3.

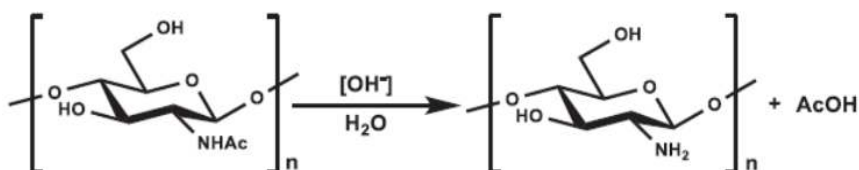
Tabel 2.3 Persentasi Kitin pada Hewan dan Tumbuhan

SUMBER	% KITIN
Jamur	5-20%
Cacing	3-20%
Gurita	30%
Laba-laba	38%
Kalajengking	38%
Kecoa	35%
Kumbang air	37%
Kepiting	71%
Udang	20-30%

Sumber : (Muzzarelli, 1985)

2.3 Kitosan

Kitosan merupakan biopolimer alami dengan kelimpahan terbesar kedua setelah selulosa dan merupakan produk deasetilasi kitin melalui proses reaksi kimia maupun reaksi enzimatik (Hafdani, 2011). Berikut ini mekanisme proses deasetilasi kitin menjadi kitosan diilustrasikan dalam gambar 2.3.



Gambar 2.3. Mekanisme Reaksi Proses Deasetilasi dengan Katalis Basa

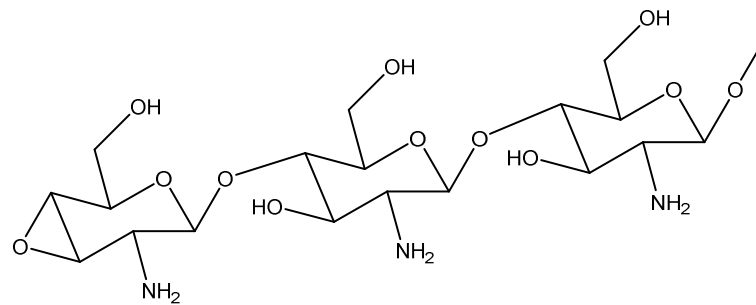
Kitosan memiliki kelarutan yang lebih baik dari kitin sehingga banyak dimanfaatkan pada bidang kesehatan sebagai bahan baku pembuatan biomaterial maupun obat-obatan dan dibidang lingkungan seperti pembuatan adsorben untuk pengikat logam-logam berat. Menurut Nuraida (2004), kitosan memiliki derajat deasetilasi $\geq 70\%$, sedangkan kitin memiliki derajat deasetilasi $<70\%$. Kualitas standar kitosan ditunjukkan pada tabel 2.4.

Tabel 2.4 Kualitas Standar Kitosan

Sifat-Sifat Kitosan	Nilai yang Dikehendaki
Ukuran partikel	Butiran-bubuk
Kadar air (% W/W)	< 10,0
Kadar abu (% W/W)	> 2,0
Derajat deasetilasi	> 70,0
Viskositas	
• Rendah	< 200
• Sedang	200-799
• Tinggi	800-2.000
• Paling tinggi	> 2000

Sumber : Setiautami, 2013

Struktur kimia kitosan ditunjukkan pada gambar 2.4 (Setiautami,2013)



Gambar 2.4 Struktur Kimia Kitosan

2.4 Sifat-sifat Kimia Kitin dan Kitosan

Kitin memiliki kombinasi sifat khas seperti bioaktivitas, biodegradabilitas dan sifat liat, sehingga merupakan jenis polimer yang menarik dan dapat dimanfaatkan diberbagai bidang industri, misalnya bidang pangan, pertanian, mikrobiologi, penanganan air limbah, industri-industri kertas, tekstil, kosmetika dan lain-lain (Savitha dan Timothy, 1997).

Kitin secara alami tidak memiliki tingkat asetilasi yang lengkap, Kitin biasanya mempunyai derajat deasetilasi kurang dari 10% (Hartati, F.K., dkk, 2002). Penggunaan kitin dibatasi oleh sifat-sifat yang tidak larut, baik dalam air, alkohol dan hampir semua pelarut organik serta sulit dipisahkan dengan bahan lain yang terikat dengan protein, sehingga untuk meningkatkan fungsinya kitin perlu diubah terlebih dahulu menjadi kitosan (Hendri, 2008).

Kitin tidak larut dalam air sehingga penggunaannya terbatas. Namun dengan modifikasi struktur kimianya maka akan diperoleh senyawa turunan kitin yang memiliki sifat kimia yang lebih baik. Salah satu turunan kitin adalah kitosan. Kitin secara alami memiliki gugus asetilasi yang tidak lengkap sedangkan kitosan juga biasanya masih mengandung gugus asetil dengan berbagai tingkatan (Hendri, 2008).

Kitosan merupakan produk deasetilasi kitin melalui proses reaksi kimia menggunakan basa natrium hidroksida atau melalui reaksi enzimatik menggunakan enzim kitin deasetilase. Kitosan yang merupakan biopolimer yang resisten terhadap tekanan mekanik. Unsur-unsur yang menyusun kitosan hampir

sama dengan unsur- unsur yang menyusun kitin yaitu C,H, N, O dan unsur-unsur lainnya. Perbedaan kitin dan kitosan terletak pada kandungan nitrogennya. Bila kandungan total nitrogennya kurang dari 7%, maka polimer tersebut adalah kitin dan kombinasi kandungan total nitrogennya lebih dari 7% maka disebut kitosan, selain itu kitin biasanya mempunyai derajat deasetilasi sampai 10%, sedangkan kitosan derajat deasetilasinya >70%.

Kitosan merupakan kapolimer alam berbentuk lembaran tipis, tidak berbau, terdiri dari dua jenis polimer, yaitu poli (2-deoksi-2-asetilamin-2-glukosa) dan poli (2-Deoksi-2- aminoglukosa) yang berikatan B-D (1-4). Kitosan tidak beracun dan mudah terbiodegradasi. Kitosan tidak larut dalam air, dalam larutan basa kuat, dalam H₂SO₄, dan dalam beberapa pelarut organik seperti alkohol dan aseton. Kitosan sedikit larut dalam HCl dan HNO₃, serta larut baik dalam asam lemah, seperti asam farniat dan asam asetat (Hendri, 2008).

Sifat kation kitosan adalah linier polielektrolit, bermuatan positif, flokulan yang sangat baik, pengkelat ion-ion logam. Sifat biologi kitosan adalah non-toksik, biodegradable, polimer alami; sedangkan sifat kimia seperti linier poliamin, gugus amino, dan gugus hidroksil yang aktif. Aplikasi kitosan dalam berbagai bidang tergantung sifat-sifat kationik, biologi, dan kimianya (Sandford dan Hutchings, 1987).

2.5 Pelarut (*Solvent*)

Pelarut adalah suatu zat yang dapat melarutkan zat terlarut (cairan, padat atau gas) sehingga menghasilkan suatu larutan. Biasanya berupa cairan namun adapula dalam bentuk padat, gas, atau fluida superkritis. Pelarut organik dibedakan menjadi dua yaitu pelarut polar dan pelarut non-polar berdasarkan konstanta dielektriknya. Semakin tinggi konstanta dielektrik maka pelarut bersifat semakin polar (sudarmadji,dkk.,1989). Senyawa polar termasuk didalamnya air, etanol, metanol, dan butanol. Adapun pelarut non-polar yaitu n-heksan, eter, serta kloroform (Kasminah, 2016). Dalam pemilihan pelarut harus memperhatikan beberapa hal diantaranya selektivitas, toksisitas, kepolaran, kemudahan untuk diuapkan, serta harga pelarut (Putri W.S dkk, 2013).

Keberadaan pelarut sangat dibutuhkan dalam suatu industri maupun dalam kehidupan sehari-hari. Namun, tidak dapat dipungkiri bahwa pelarut organik, seperti aseton serta pelarut aromatik lain (benzene, toluen, dan pelarut terklorinasi) masih digunakan dalam jumlah besar dan sangat berdampak buruk terhadap lingkungan juga kesehatan makhluk hidup terutama merusak sistem pernapasan dan saraf. Oleh karena itu, untuk mengurangi penggunaan pelarut tersebut dilakukan upaya penggantian ke jenis pelarut dengan toksisitas rendah, mudah terdegradasi dan dapat di daur ulang. Prinsip *green chemistry* atau kimia hijau merupakan upaya untuk menggantikan pelarut umum dengan pelarut hijau (*green-solvent*) yang diharapkan dapat lebih ramah lingkungan. Air termasuk pelarut hijau, namun kelarutannya untuk senyawa organik dan organo-logam dinilai kurang baik. Fase *fluorous* dan *ionic liquid* juga telah dilaporkan sebagai pelarut ramah lingkungan yang dapat di daur ulang. Selain itu, cairan CO₂ superkritis dan polimer non-toksik seperti *polyethylene glycol* (PEG) dan gliserol dapat digunakan sebagai alternatif pelarut hijau.

2.6 Pelarut Gliserol

Gliserin merupakan nama dagang untuk gliserol, biasanya gliserin mengandung 95% gliserol, gliserol biasanya menunjukkan senyawa sebenarnya dalam larutan. Keduanya memiliki susunan molekul yang sama yaitu 1,2,3-trihydroxy-propane. Gliserin biasanya digunakan secara luas dalam preparasi oral, topikal, dan parenteral. Pada formulasi topikal dan kosmetik, gliserin digunakan sebagai humektan dan emolien pada konsentrasi 30%. Selain itu, juga digunakan dalam gel cair maupun non-cair, sebagai pelarut dan kosolven. Bahan ini tidak kompatibel dengan agen pengoksidasi kuat, seperti kalium permanganate (Rowe, 2009).

Gliserol memiliki titik didih tinggi (290°C) sehingga tidak mudah menguap, mudah di daur ulang, dan merupakan media reaksi yang ramah lingkungan. Gliserol memiliki potensi besar untuk digunakan sebagai pelarut hijau dalam reaksi organik. Beberapa reaksi katalitik dan non-katalitik telah berhasil dilakukan berbantu gliserol sebagai pelarut. Hasil dan selektivitas produk yang tinggi

tercapai, selain itu kelarutan reaktan dan katalis serta pemisahan produk yang mudah, penggunaan gliserol juga memudahkan dalam daur ulang katalis, reaksi berbantu gelombang mikro dan mode emulsi (Wolfson, A. dkk 2007). Selain itu, apabila dibandingkan dengan pelarut ramah lingkungan lain seperti cairan ionik, gliserol sebagai produk samping dari produksi biodiesel mudah diperoleh, tidak berbahaya, murah dan dapat terurai secara hayati. Sifat ini sesuai dengan persyaratan pelarut hijau paling ideal dan proses kimia berkelanjutan saat ini. Dalam penelitian Liu, dkk (2017), deasetilasi kitin menggunakan pelarut gliserol berhasil dilakukan dengan hasil derajat deasetilasi kitosan sebesar 85,35% dan molekul rata-rata viskositas sebesar 30.874 g/mol.

2.7 Proses Isolasi Kitosan

Isolasi kitin cangkang udang dan sumber kitin berbahan baku *crustacea* terdiri dari tahap demineralisasi, deproteinasi, depigmentasi dan deasetilasi. Proses deproteinasi merupakan proses pemisahan protein dari kitin, sedangkan deasetilasi adalah tahap pemutusan gugus asetil kitin melalui pemanasan dalam larutan alkali (NaOH atau KOH) dengan konsentrasi tinggi maupun secara enzimatik dengan bantuan mikroorganisme. Pada penelitian sebelumnya, Anvir, dkk (2020) telah melakukan isolasi kitosan dari *Oyster mushroom* hanya melalui tahap demineralisasi, deproteinasi dan deasetilasi saja dengan derajat deasetilasinya mencapai 73,42 %. Derajat deasetilasi kitosan tergantung dari konsentrasi alkali yang digunakan, lama reaksi, ukuran partikel kitin, dan berat jenis.

Kitin sendiri diperoleh dengan melalui beberapa proses yaitu deproteinasi, demineralisasi, dan depigmentasi yang saat ini telah dilakukan pada berbagai jenis serangga seperti kupu-kupu, kumbang dan hewan lain yang mempunyai zat kitin pada lapisan kutikular luarnya. Komponen kitin juga dapat ditemukan pada dinding sel yeast dan beberapa jenis jamur lainnya (Taufan dan Zulfahmi, 2010).

Kitin kemudian dideasetilasi melalui proses hidrolisis basa dengan menggunakan basa kuat sehingga diperoleh kitosan. Proses pembentukan kitosan dari kitin melalui proses deasetilasi yaitu dengan cara mereaksikan sumber bahan

baku kitin menggunakan alkali pada konsentrasi tinggi dengan waktu yang relatif lama dan suhu reaksi tinggi (Taufan dan Zulfahmi, 2010).

2.7.1 Deproteinasi

Deproteinasi dapat dilakukan sebelum dan sesudah proses demineralisasi. Deproteinasi biasa dilakukan terlebih dahulu apabila protein yang terlarut akan dimanfaatkan dengan lebih lanjut. Proses deproteinasi bertujuan untuk mengurangi kadar protein dengan menggunakan alkali encer dan pemanasan yang sesuai.

Deproteinasi merupakan proses pemisahan protein dari kitin. Proses deproteinasi bisa menggunakan berbagai pereaksi seperti Na_2CO_3 , NaHCO_3 , KOH , Na_2S , Na_3PO_4 dan NaOH digunakan lebih banyak. Adapun penggunaan enzim yaitu untuk memisahkan protein dalam proses deproteinasi, penelitian dengan memanfaatkan enzim yang telah dilakukan diantaranya menggunakan enzim pepsin, tripsin dan enzim proteolitik yang didemineralisasi sebelumnya dengan suatu zat. Perlakuan dengan enzim ini masih menyisakan protein sekitar 5% yang memerlukan proses lanjutan (Said, 2012).

Proses deproteinasi dilakukan dengan menggunakan dua metode yaitu secara enzimatik menggunakan enzim proteolitik dan secara kimia menggunakan NaOH atau KOH . Namun, pada proses deproteinasi lebih sering digunakan yaitu natrium hidroksida, karena lebih mudah dan efektif. Pada pemisahan protein dengan menggunakan NaOH yang berlangsung pada proses protein yang diekstraksi sebagai Na-proteinat yang larut dalam air sedangkan menggunakan KOH diperoleh sebagai K-proteinat yang mengendap dan enzim proteolitik akan mendegradasi protein sehingga terpisah dari kitin (Said, 2012).

2.7.2 Deasetilasi

Kitin yang diperoleh dari proses deproteinasi dan demineralisasi tidak dapat larut dalam sebagian besar pereaksi kimia. Untuk memudahkan kelarutannya, maka kitin dideasetilasi dengan pelarut alkali menjadi kitosan. Setelah melalui proses deasetilasi maka daya adsorpsi kitin akan meningkat dengan bertambahnya gugus amino (NH_2) yang terdapat didalamnya.

Perubahan kitin menjadi kitosan dapat dilakukan secara enzimatik atau kimiawi (Muzzarelli, 1977).

Proses deasetilasi kimiawi dilakukan untuk menghilangkan gugus asetil kitin melalui perebusan dalam larutan alkali konsentrasi tinggi. Hwang dan Shin (2000) menggunakan larutan NaOH 40% dalam proses deasetilasi kitin, pada suhu 70°C selama 6 jam yang menghasilkan kitosan dengan derajat deasetilasi 92%. Derajat deasetilasi kitosan tergantung dari konsentrasi alkali yang digunakan, lama reaksi, ukuran partikel kitin, dan berat jenis.

Makin tinggi konsentrasi alkali yang digunakan, makin rendah suhu atau makin singkat waktu yang diperlukan dalam proses ini. Pada deasetilasi kitin secara enzimatik dapat diawali dengan salah satu cara yaitu dengan pengamatan proses perubahan kitin menjadi kitosan pada mikroba. Kandungan kitin dalam jamur atau bakteri sangat rendah, sehingga bahan tersebut belum sering digunakan sebagai sumber kitin. Namun, penggunaan kitin dan kitosan dari dinding sel jamur sebenarnya sangat berpotensi jika kultivasinya dapat dilakukan dengan baik. Hal tersebut, disebabkan karena laju pertumbuhan mikroorganisme yang cepat dan biomassa jamur yang meningkat 2 kali lipat dalam waktu 1-3 jam (Synowiecky dan Al-Khateeb, 2003).

2.8 Ekstraksi

Ekstraksi adalah proses pemisahan komponen senyawa yang diinginkan dari suatu bahan dengan menggunakan pelarut tertentu sesuai dengan sifat senyawa yang akan dipisahkan. Ekstraksi dapat dilakukan dengan berbagai macam metode tergantung dari tujuan ekstraksi, jenis pelarut yang digunakan, juga senyawa yang ingin di ekstrak. Terdapat dua macam metode ekstraksi yaitu metode konvensional dan metode modern.

2.8.1 Metode Ekstraksi Konvensional

Metode ekstraksi konvensional secara umum meliputi maserasi dan refluks. Maserasi adalah metode ekstrak yang paling sederhana yaitu dengan merendamkan simplisia dalam suatu pelarut. Metode ini dapat menghasilkan ekstrak dalam jumlah banyak serta terhindar dari perubahan struktur kimia

bahan akibat adanya pemanasan (Pratiwi, 2009). Selain itu, dikenal pula metode ekstraksi lain seperti perkolasi dan sokletasi. Perkolasi merupakan proses melewatkan pelarut organik pada sampel sehingga senyawa organik akan terbawa selama proses tersebut. Adapun sokletasi adalah ekstraksi yang dilakukan secara berulang-ulang menggunakan sejumlah pelarut pada suhu tertentu (Nazarudin, 1992). Metode ekstraksi konvensional yang masih umum digunakan adalah refluks atau ekstraksi panas.

Refluks adalah salah satu jenis ekstraksi yang umum digunakan dalam proses isolasi kitin. Metode ini memang umum digunakan untuk mensintesis senyawa-senyawa yang mudah menguap (volatil), baik organik maupun anorganik. Prinsip dari metode refluks adalah pelarut volatil yang digunakan akan menguap pada suhu tinggi dalam rentang titik didih pelarutnya selama waktu dan sejumlah pelarut tertentu, kemudian didinginkan dengan kondensor sehingga pelarut yang tadinya dalam bentuk uap akan mengembun pada kondensor dan turun kembali ke dalam labu reaksi sehingga pelarut akan tetap ada selama reaksi berlangsung. Penggantian pelarut dilakukan sebanyak 3 kali setiap 3-4 jam. Selanjutnya filtrat yang diperoleh akan dikumpulkan dan dipekatkan (Sudjadi, 1986).

Kelebihan metode refluks adalah dimana padatan yang memiliki tekstur kasar dan tahan terhadap pemanasan dapat langsung diekstrak. Adapun kelemahannya yaitu membutuhkan jumlah pelarut yang banyak (Irawan, B. 2010). Dalam skala besar, refluks banyak digunakan dalam industri yang menggunakan kolom distilasi dan fraksinasi diantaranya pabrik kimia dan petrokimia, kilang minyak serta industri pengolahan gas alam.

2.8.2 Metode Ekstraksi Modern

Salah satu metode ekstraksi modern yang saat ini banyak digunakan yaitu berupa pemanfaatan gelombang mikro atau yang dikenal dengan *Microwave Assisted Extraction* (MAE). Dalam metode ini energi dalam bentuk gelombang mikro (mikrowave) membantu pemisahan senyawa aktif dari sampel ke dalam pelarut. Gelombang mikro memiliki medan listrik dan magnet yang tegak lurus

satu sama lain. Listrik yang dialirkan menghasilkan panas melalui rotasi dipolar dan konduksi ionik. Selama proses berlangsung, panas akan mengganggu ikatan hidrogen yang lemah sehingga meningkatkan penetrasi pelarut kedalam sampel atau matriks. Dengan meningkatnya konstanta dielektrik pelarut maka pemanasan yang dihasilkan semakin cepat. Berbeda dengan metode ekstraksi konvensional, dimana ekstraksi dengan bantuan microwave dapat memanaskan sampel secara bersamaan.

Metode ekstraksi dengan *microwave* termasuk teknologi *green chemistry* sama halnya dengan metode ekstraksi sonikasi karena mengurangi penggunaan pelarut organik. Penerapan metode ini memiliki banyak keuntungan seperti meningkatkan hasil ekstrak, mengurangi degradasi termal, dan pemanasan selektif untuk sampel. Ada dua jenis metode ekstraksi dengan microwave yaitu *solvent free extraction* (biasanya untuk komponen yang volatil) dan *solvent extraction* (untuk komponen yang tidak volatil).

2.9 Karakterisasi Material

Saat ini sebagian besar teknik karakterisasi material atau senyawa kimia berkembang dengan memanfaatkan interaksi antara berbagai sumber energi dengan karakter tertentu seperti foton, elektron, medan magnet, ion, kalor dan sebagainya. Berdasarkan jenis sumber energi, model interaksi sinar dengan materi dan respon yang dideteksi setelah interaksi, teknik karakterisasi material dikelompokkan menjadi empat yakni teknik spektroskopi, teknik difraksi, teknik mikroskopi, serta analisis termal. Saat berkas sinar-X berinteraksi dengan suatu material terdapat tiga kemungkinan yang akan terjadi diantaranya absorpsi (penyerapan), difraksi (penghamburan), atau fluoresensi yakni pemancaran kembali sinar-X dengan energi yang lebih rendah. Ketiga fenomena inilah yang menjadi landasan dalam analisa menggunakan teknik sinar-X (Agus, 2012).

2.9.1 Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM merupakan salah satu jenis mikroskop yang berfungsi untuk melihat suatu benda yang berukuran kecil (mm). Prinsip kerjanya menggunakan elektron dan cahaya tampak sebagai sumber cahayanya. Elektro menghasilkan

gelombang yang lebih pendek dibandingkan cahaya foton dengan ukuran 0,1 nm dan menghasilkan gambar dengan resolusi yang lebih baik (Lee,1993 dalam Rini 2010). SEM menghasilkan gambar dari permukaan spesimen dengan kedalaman fokus 500 kali lebih besar dibandingkan mikroskop cahaya. Biasanya gambar yang dihasilkan memiliki fokus yang baik, sehingga gambar yang dihasilkan berupa bentuk tiga dimensi dengan perbesaran hingga 50.000 kali (Fujita dkk dalam Rini 2010).

Pengoprasian SEM dilakukan dalam keadaan vakum (10^6 bar) sehingga elektron hanya berinteraksi dengan sampel yang diteliti. Sampel harus bersifat konduktif dan karena pengoprasian SEM berlangsung dalam keadaan vakum, maka sampel harus bebas air dan lemak. Adapun untuk sampel yang tidak konduktif, sampel harus di *sputering* (dilapisi secara tipis) dengan Au (emas) atau Pt (Platinum). Analisa dengan elektron mikroskopi telah banyak digunakan, misalnya untuk mempelajari morfologi permukaan material membran silikon karbida (Agus, 2012).

2.9.2 Spektroskopi FTIR

Fourier Transform Infrared Spectroscopy atau yang dikenal dengan singkatan FTIR banyak digunakan oleh para peneliti untuk karakterisasi material. Spektroskopi merupakan studi antaraksi radiasi yang didasarkan pada fenomena terabsorpsinya radiasi elektromagnetik inframerah oleh vibrasi molekul. Spektroskopi vibrasi digunakan untuk menganalisis struktur material organik dan anorganik, serta material hasil sintesa yang dapat menyerap radiasi inframerah. Kelebihan FTIR jika dibandingkan dengan teknik dipersi adalah kemampuan untuk menghasilkan spektra dengan rasio S/N yang lebih tinggi dalam waktu yang relatif singkat (Agus, 2012).

Metode FTIR dapat digunakan pada berbagai aplikasi diantaranya analisa material alami bentonit dan modifikasinya, serta analisa polimer pada proses sulfonasi kitosan. Keberhasilan proses sulfonasi membrane kitosan dapat diketahui dengan menggunakan metode FTIR, dimana penambahan gugus sulfonat pada membrane kitosan akan mengubah pola spektrum inframerah

yang akan memunculkan puncak-puncak serapan pada bilangan gelombang yang mengidentifikasi gugus sulfonat dalam kitosan (Agus, 2012).

2.10 Analisa Kadar Kitosan

Derajat deasetilasi kitosan dapat diukur dengan berbagai metode dan yang paling lazim digunakan adalah metode garis dasar spektroskopi IR transformasi Fourier (FTIR) yang pertama kali diajukan oleh Moore dan Robert pada tahun 1977. Selain itu, karakterisasi kitosan juga dapat diperoleh menggunakan metode titrasi. Penentuan derajat deasetilasi (DD) dilakukan dengan melarutkan kitosan sebanyak 0,3g yang ditambahkan dengan 30 ml larutan HCl 0,1 M dan diaduk sampai larut sempurna pada suhu kamar. Kemudian ditambahkan 2-3 tetes indikator (campuran jingga metil dan biru anilin) serta 0,1 M NaOH digunakan sebagai larutan titrant. Analisa dilakukan dengan mengamati perubahan warna larutan dari warna ungu menjadi biru-hijau (sekitar pH 4,3). Derajat Deasetilasi kitosan di hitung dengan persamaan sebagai berikut :

$$DD (\%) = \frac{(C1 V1 - C2 V2) \times 0,016}{M \times 0,0094} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

Keterangan :

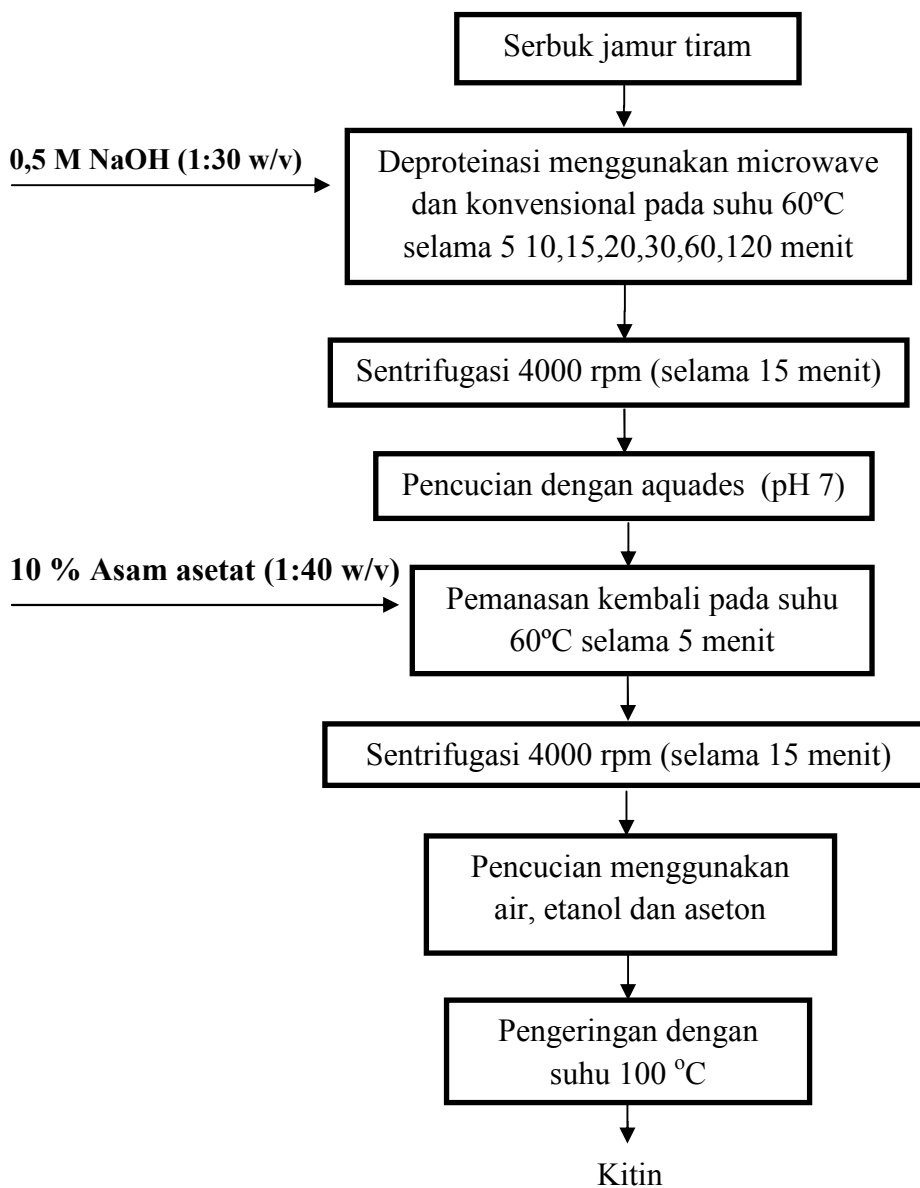
- C1 : Konsentrasi standar larutan HCl
- V1 : Volume larutan standar HCl (mL)
- C2 : Konsentrasi larutan NaOH
- V1 : Volume titran NaOH (mL)
- M : Massa sample kitosan (gr)

BAB III

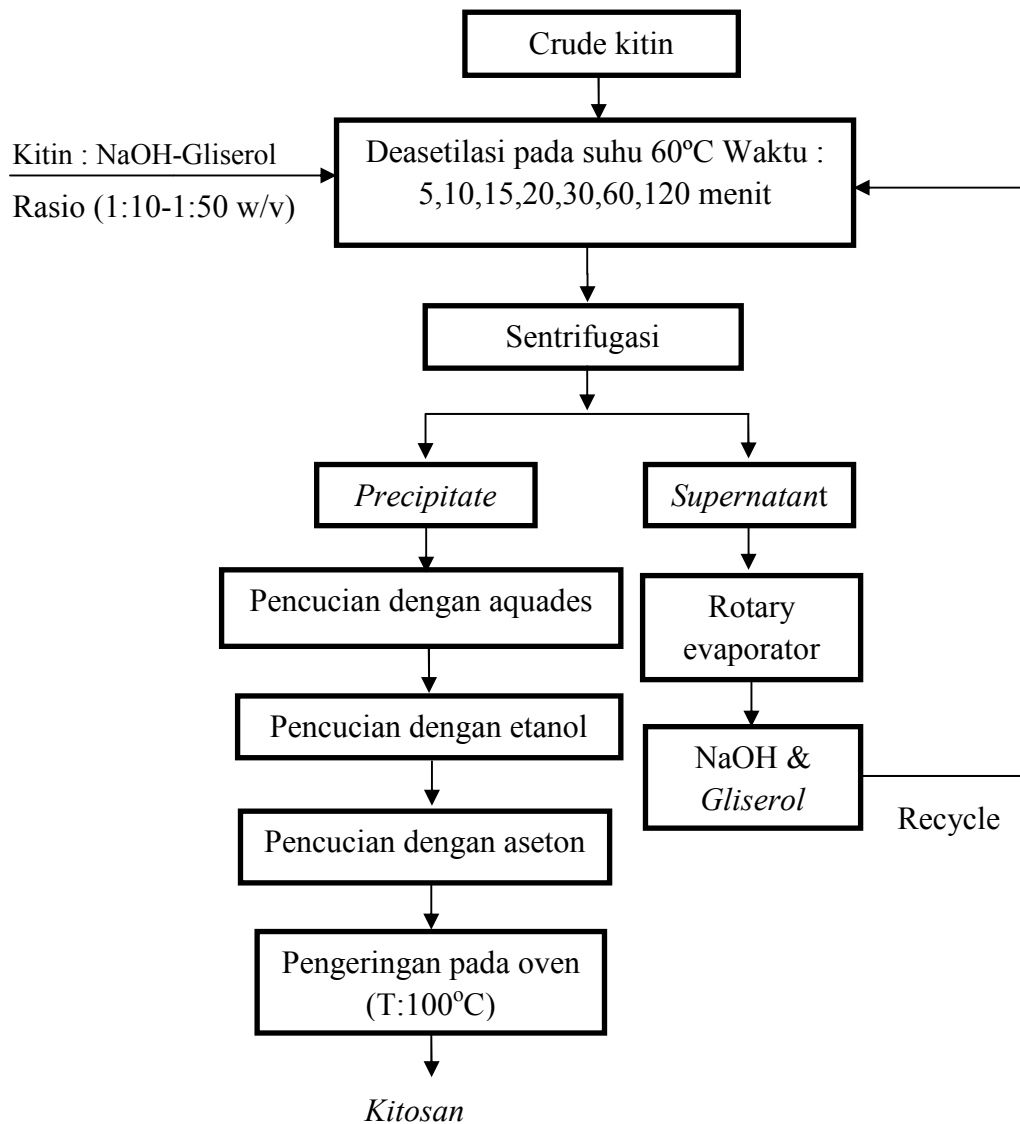
METODE PENELITIAN

3.1 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian ini meliputi proses deproteinasi kitin (gambar 3.1) dan deasetilasi kitosan (gambar 3.2) dengan bahan baku jamur tiram putih (*Pleurotus Ostreatus*).



Gambar 3.1 Diagram Alir Deproteinasi Kitin



Gambar 3.2 Diagram Alir Deasetilasi Kitosan menggunakan *Green Solvent*

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Proses Deproteinasi

Dalam tahap ini proses deproteinasi kitin dilakukan dengan cara menimbang 15 gr serbuk jamur tiram kering dalam cawan lalu mereaksikannya dengan NaOH 0,5 M pada rasio kitin terhadap pelarut 1:30 w/v. Proses deproteinasi ini menggunakan bantuan *Microwave Assisted Extraction* (MAE) dan konvensional pada suhu 60°C, yang di variasikan lama waktu reaksi (5,

10, 15, 20, 30, 60, dan 120 menit). Selanjutnya hasil deproteinasi kitin disaring menggunakan kertas saring. Untuk memudahkan pemisahan antara padatan-cairan dapat digunakan sentrifugasi selama 15 menit. Lalu tahap selanjutnya yaitu melakukan pencucian dengan air. Ekstraksi kitin dilanjutkan dengan penambahan 10% asam asetat (1:40) menggunakan microwave dan konvensional. Selanjutnya hasil deproteinasi tersebut dilakukan penyaringan dan pencucian kembali menggunakan aquades, etanol dan aseton untuk memperoleh padatan kitin yang kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 1 jam 30 menit.

3.2.2 Proses Deasetilasi

Kitin yang telah diperoleh dari proses deproteinasi, kemudian diproses lebih lanjut untuk merubahnya menjadi kitosan melalui tahap pemutusan gugus asetil. Tahapan deasetilasi berlangsung dengan cara mereaksikan kitin dalam larutan NaOH-*gliserol* yang divariasikan rasio kitin dan pelarutnya 1:10, 1:20, 1:30, 1:40, 1:50. Perbandingan komposisi antara kitin dan NaOH adalah 70% : 30%, dalam proses deasetilasi ini NaOH berfungsi sebagai katalis yang mempercepat reaksi dan menghambat polimerisasi gliserol pada suhu tinggi. Selanjutnya, campuran lalu direaksikan dengan bantuan microwave dan secara konvensional melalui pemanasan dalam rentang waktu 5, 10, 15, 20, 30, 60, dan 120 menit

Endapan hasil reaksi kemudian dipisahkan dengan sentrifugasi (4000 rpm selama 15 menit) sehingga diperoleh *precipitate* dan cairan *supernatant*. Langkah berikutnya yaitu mencuci endapan dengan aquades yang dilanjutkan pencucian oleh etanol dan aseton. Kitosan yang diperoleh dikeringkan dengan cara dipanaskan pada oven (T: 100°C) selama 1 jam 30 menit dan dikarakterisasi dengan titrasi asam-basa untuk memperoleh nilai %DD, analisa *Scanning Electron Microscope* (SEM) dan analisa *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR). Adapun untuk cairan *supernatant* diproses kembali sehingga Gliserol dan NaOH sisa reaksi dapat dikembalikan pada tahap awal untuk kebutuhan ekstraksi selanjutnya.

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Dalam penelitian ini alat-alat yang digunakan diantaranya :

- a. Ayakan 30 mesh
- b. Batang Pengaduk
- c. Buret
- d. Corong
- e. Erlenmeyer
- f. Gelas kimia
- g. Hot plate
- h. Kertas saring
- i. kondensor
- j. Labu reaksi
- k. *Microwave*
- l. Neraca digita
- m. Stirrer
- n. Termometer

3.3.2 Bahan

Adapun bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

- a. Asam asetat 10%
- b. Aseton 70%
- c. Aquades
- d. Etanol 70%
- e. Gliserol
- f. HCl 0,1 M
- g. Jamur tiram putih
- h. NaOH 0,5 M dan 0,25 M
- i. Indikator PP

3.4 Variabel Penelitian

Variabel dalam penelitian ini meliputi variabel tetap dan variabel berubah. Variabel tetap dalam penelitian ini yaitu massa kitin sebanyak 8 gram, konsentrasi NaOH 0,5 M dan asam asetat 10%. Sedangkan variabel berubahnya meliputi lama waktu reaksi (5, 10, 15, 20, 30, 60, dan 120 menit), rasio kitin terhadap pelarut gliserol-NaOH (1:10, 1:20, 1:30, 1:40, 1:50), suhu reaksi (50, 60, dan 70°C) dan metode ekstraksi yang digunakan (*Microwave Assisted Extraction* (MAE) dan konvensional).

3.5 Metode Pengumpulan dan Analisis Data

Pengumpulan data dalam penelitian ini diperoleh dari penerapan variasi yang dilakukan dan membandingkan hasilnya dengan data literatur yang ada. Kemudian, untuk analisisnya meliputi analisa derajat deasetilasi kitosan, analisa spektrofotometri FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*), dan analisa SEM (*Scanning Electron Microscope*).

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini terdiri dari dua tahapan yaitu tahap deproteinasi kitin dan tahap deasetilasi kitosan. kedua tahapan tersebut dilakukan untuk memperoleh kitosan berbahan baku jamur tiram (*Pleurotus ostreatus*) menggunakan teknologi yang sederhana, singkat dan ramah lingkungan. Bahan baku berupa serbuk jamur tiram putih (*Pleurotus ostreatus*) diperoleh dari produsen jamur di daerah Yogyakarta yang dapat dilihat pada gambar 4.1.



Gambar 4.1 Serbuk Jamur Tiram (*Pleurotus ostreatus*)

4.1 Perbandingan Metode Reaksi Terhadap Karakterisasi Kitosan

Hasil kitosan yang diperoleh dari ekstraksi konvensional dan ekstraksi *Microwave Assisted Extraction* (MAE) setelah melalui proses penghalusan dapat dilihat pada gambar 4.2.



a. Microwave b.konvensional

Gambar 4.2. Kitosan ekstraksi konvensional dan ekstraksi *Microwave Assisted Extraction* (MAE)

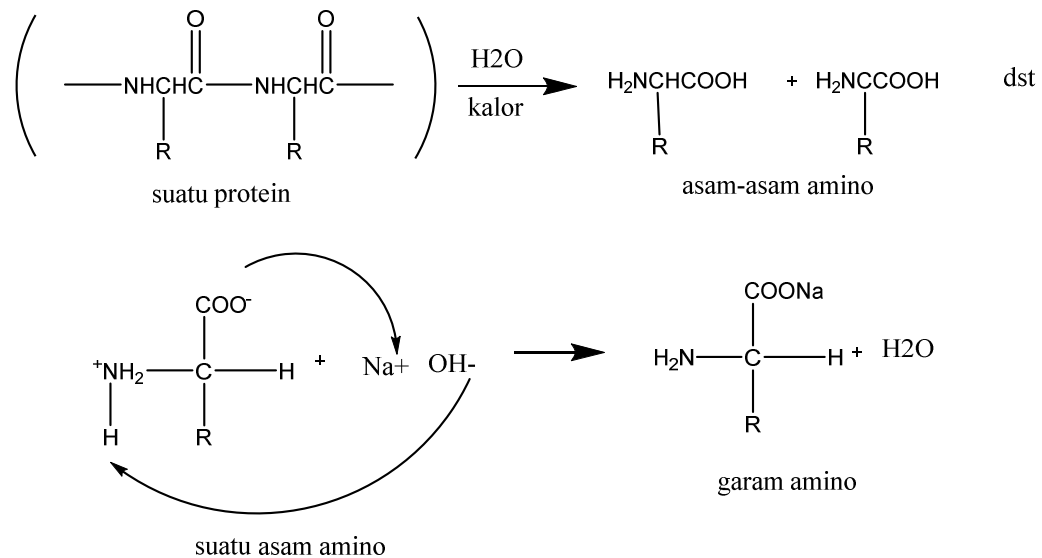
Adapun perbedaan dari kitosan yang dihasilkan dengan kitosan komersial secara umum dapat dilihat pada tabel 4.1.

Tabel 4.1 Perbedaan Kitosan Hasil Penelitian dengan Kitosan Komersial

NO	KITOSAN	PERBEDAAN
1.	Kitosan Hasil Penelitian	Warna : coklat muda Bentuk : Serbuk halus Kadar air : 1,5% % DD : 71,09 %
2.	Kitosan Komersial	Warna : putih sampai kuning muda Bentuk : Serbuk halus (80 mesh) Kadar air : <10% % DD : >70%

Dalam sintesa kitosan berbahan baku jamur tiram ini, dimulai dengan tahap deproteinasi menggunakan larutan NaOH 0,5 M menghasilkan larutan berwarna coklat pekat, hal tersebut mengindikasikan telah terjadi pemutusan protein yang terdapat dalam sampel. Hasil ini sesuai dengan Nurmala (2018) yang mensintesa kitosan dari cangkang rajungan dimana larutan dari proses deproteinasi akan berubah warna menjadi kemerahan dan mengental dikarenakan

protein dalam kitin terlepas dan berikatan dengan ion Na^+ membentuk natrium proteinat. Mekanisme reaksi yang terbentuk selama proses deproteinasi dapat dilihat pada gambar 4.3.

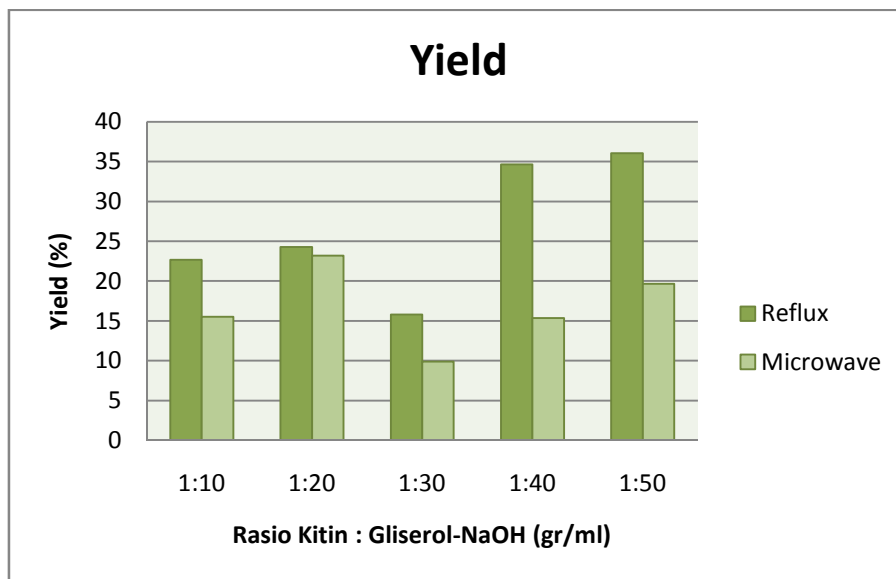


Gambar 4.3 mekanisme reaksi deproteinasi

Pada gambar 4.2 dapat dilihat kitosan yang dihasilkan setelah proses deasetilasi berwarna coklat muda. Setelah proses deasetilasi kitosan akan berwarna lebih cerah karena kandungan pigmen dan mineralnya sudah berkurang. Perubahan warna ini disebabkan karena kandungan pigmen karotenoid yang kurang stabil dalam pH rendah maupun larutan asam (Sikorski, 2007).

4.2 Pengaruh Metode Reaksi terhadap Perolehan Yield Kitosan

Perolehan yield kitosan pada semua variasi rasio kitin terhadap pelarut disajikan pada gambar 4.4.



Gambar 4.4 Grafik Pengaruh Rasio Terhadap % Yield Kitosan

Pada gambar 4.4 dapat dilihat bahwa rata-rata perolehan yield untuk metode microwave adalah 9-23% dan untuk metode konvensional 15-36%, hasil ini sesuai dengan kandungan kitin teoritis yang umumnya terkandung dalam jamur. Kandungan kitin pada jamur umumnya berkisar antara 5-20%. Sedangkan dalam penelitian Tanvir (2020), kandungan kitin dalam jamur jenis tiram putih diperoleh sebesar 2,11 %. Yield yang dihasilkan dari metode microwave lebih rendah dari yield metode konvensional, hal tersebut dikarenakan pengaruh gelombang mikro yang menginisiasi pemutusan gugus asetil dengan baik sehingga akan lebih banyak molekul pelarut (NaOH) yang teradisi ke dalam molekul kitin untuk menggantikan gugus asetil. Akibatnya yield produk kitosan akan menurun dan kemurniannya akan naik.

Berdasarkan penelitian, persentase yield naik pada rasio awal, kemudian turun ke titik terendah pada rasio kitin terhadap pelarut 1:30, dan kembali naik saat rasionya ditingkatkan. Semakin besar rasio pelarut, mengindikasikan jumlah NaOH dalam larutan juga semakin tinggi. Semakin tinggi konsentrasi NaOH semakin rendah yield yang diperoleh, hal tersebut dikarenakan ion hidroksida tidak hanya berfungsi mengkatalis pada proses deasetilasi tetapi juga dipolimerisasi. Paparan gelombang mikro dalam waktu lama mempengaruhi

depolimerisasi kitosan menjadi molekul kecil yang lebih mudah larut dalam air dan hilang selama proses pencucian.

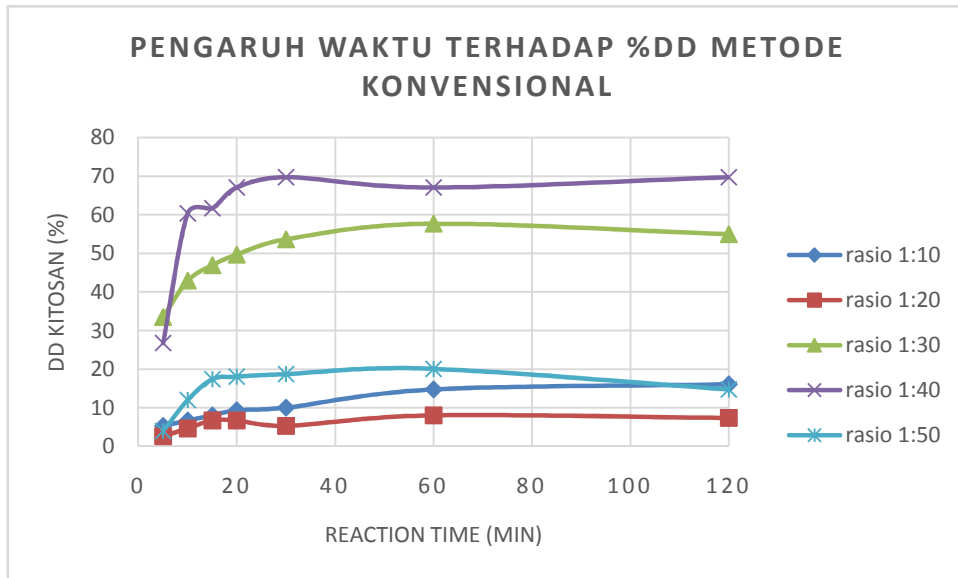
Menurut Tanasale (2010) semakin tinggi konsentrasi NaOH dan suhu yang digunakan pada proses deasetilasi, semakin tinggi pula nilai derajat deasetilasi sehingga mutu kitosan semakin tinggi pula, namun menurut Azhar et al. (2010) konsentrasi alkali dan suhu yang terlalu tinggi dapat menurunkan yield kitosan serta menyebabkan depolimerisasi dan degradasi polimer. Ukuran partikel yang cukup kecil akan memperluas permukaan bahan, sehingga makin banyak gugus asetil yang dapat diikat oleh alkali selama proses ekstraksi namun yield kitosan yang semakin kecil tetapi kualitas kitosan yang lebih baik atau lebih murni dalam hal ini sudah banyak gugus asetil yang terlepas dari polimer kitin.

Pada variasi rasio 1:30 terjadi penurunan drastis disebabkan karena adanya pembukaan pori-pori pada jamur dengan baik sehingga penyerapan NaOH pada proses deasetilasi semakin baik. sehingga pada rasio 1:30 terbka nya pori-pori jamur tiram yang mengakibatkan daya larutnya dalam NaOH semakin besar dan menjadi persentase yield nya menurun.

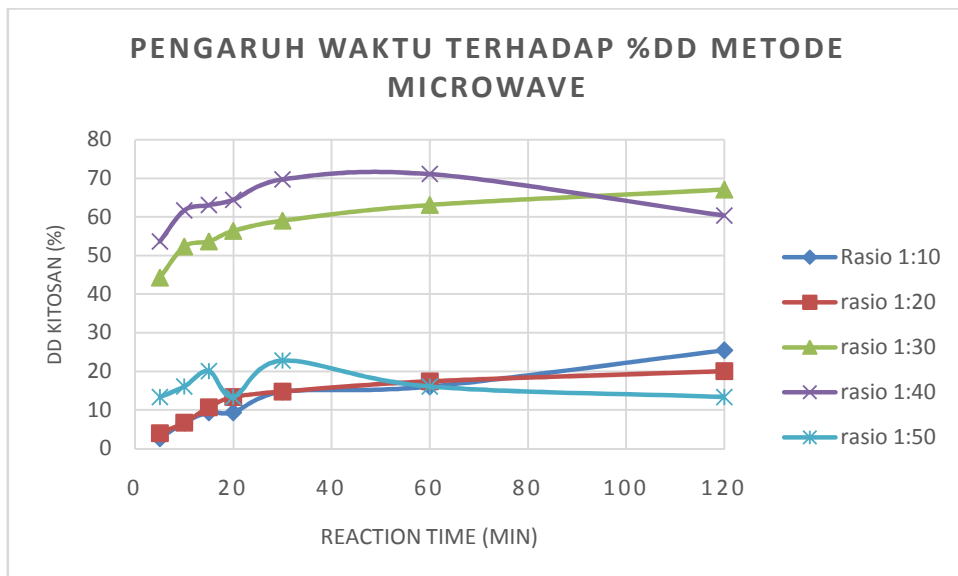
Proses pemanasan yang semakin lama akan menyebabkan semakin banyak mineral yang tereliminasi yang menyebabkan berat kitosan yang dihasilkan semakin kecil. Perolehan yield yang rendah dikarenakan persentase mineral yang cukup tinggi berkisar 10–56%. Hasil pada variasi rasio menunjukkan pengaruh sangat nyata terhadap yield kitosan yang diperoleh. Hasil yield yang berbeda dari masing-masing perlakuan dipengaruhi oleh kandungan utama bahan baku, tingginya kadar protein dan mineral berupa kalsium karbonat mengakibatkan yield kitosan rendah. Penggunaan metode microwave menghasilkan yield kitosan yang lebih sedikit dibandingkan hasil dari metode konvensional

4.3 Pengaruh Waktu Reaksi terhadap Perolehan Derajat Deasetilasi Kitosan

Perolehan derajat deasetilasi kitosan berdasarkan pengaruh waktu reaksi dapat dilihat pada gambar 4.5.



(a) Metode Konvensional



(b) Metode Microwave

Gambar 4.5 Grafik Pengaruh Waktu Reaksi terhadap %DD

Kadar kitosan terbesar dihasilkan ketika waktu reaksi mencapai 60 menit yaitu sebesar 71,09 %. Apabila waktu ditambah menjadi 120 menit %DD kitosan malah berkurang untuk kedua metode yang digunakan. Perpanjangan waktu reaksi yang berlebihan menyebabkan penurunan efisiensi deasetilasi. Hal ini disebabkan kitosan mengalami kejenuhan dan mulai terbentuk produk lain seperti natrium asetat. Hasil tersebut sama dengan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Liu (2017), dimana semakin lama waktu reaksi yang digunakan maka efisiensi deasetilasi mengalami penurunan.

Tahap deasetilasi adalah proses pemutusan gugus asetil dan menggantinya dengan gugus amina berbantu alkali sebagai media pelarut. Selama proses berlangsung, lama waktu reaksi merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi kualitas dari produk kitosan yang diperoleh. Semakin lama waktu reaksi yang digunakan, nilai derajat deasetilasi (DD) kitosan yang diperoleh akan semakin meningkat. Seiring bertambahnya waktu, molekul pelarut (NaOH) yang teradisi ke dalam molekul kitin akan semakin banyak sehingga menurunkan yield produk kitosan. Rendahnya yield kitosan dapat mengakibatkan peningkatan kemurnian kitosan karena gugus asetil yang terlepas dari kitin akan semakin banyak.

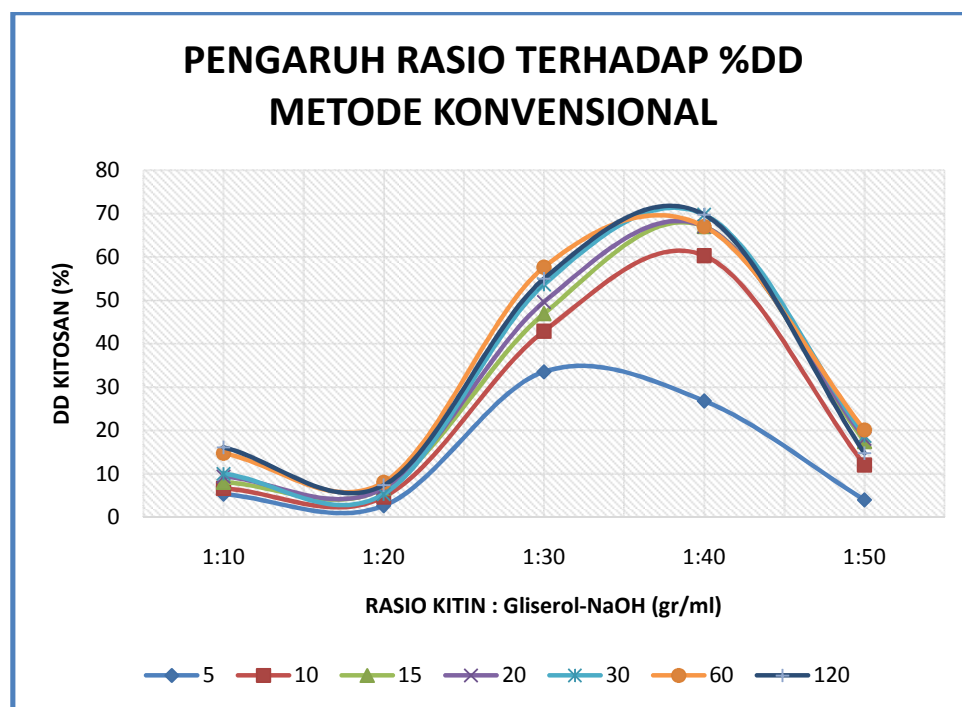
Pada dasarnya, pemutusan rantai kitosan dapat meningkatkan reaksi deasetilasi karena situs yang lebih reaktif terpapar dan memfasilitasi peningkatan DD kitosan. Namun, waktu reaksi yang terlalu singkat atau terlalu lama dapat menyebabkan proses deasetilasi tidak berlangsung sempurna, dikarenakan masih banyaknya gugus asetil pada kitin yang belum tereduksi ataupun reaksi sudah melampaui titik kesetimbangan. Deasetilasi akan berlangsung mulai dari permukaan kitin, lalu memasuki wilayah amorf dari kitin dan secara bertahap deasetilasi terjadi sampai ke wilayah kristalin kitin (Chang, et al 1997).

Berdasarkan penelitian sebelumnya, waktu optimal yang digunakan untuk memperoleh kitosan dengan DD tinggi membutuhkan rentang waktu yang cukup lama untuk metode konvensional, mulai dari 3 jam (Afriani, dkk., 2017), 4 jam (Djaenudin, dkk., 2019), 6 jam (Bougueraa, F.Z, dkk., 2018) sampai 12 jam (liu, dkk., 2017). Sedangkan untuk metode dengan berbantu gelombang mikro, waktu optimal yang diperoleh yaitu selama 5 menit dengan daya sebesar 800 watt (Amri,

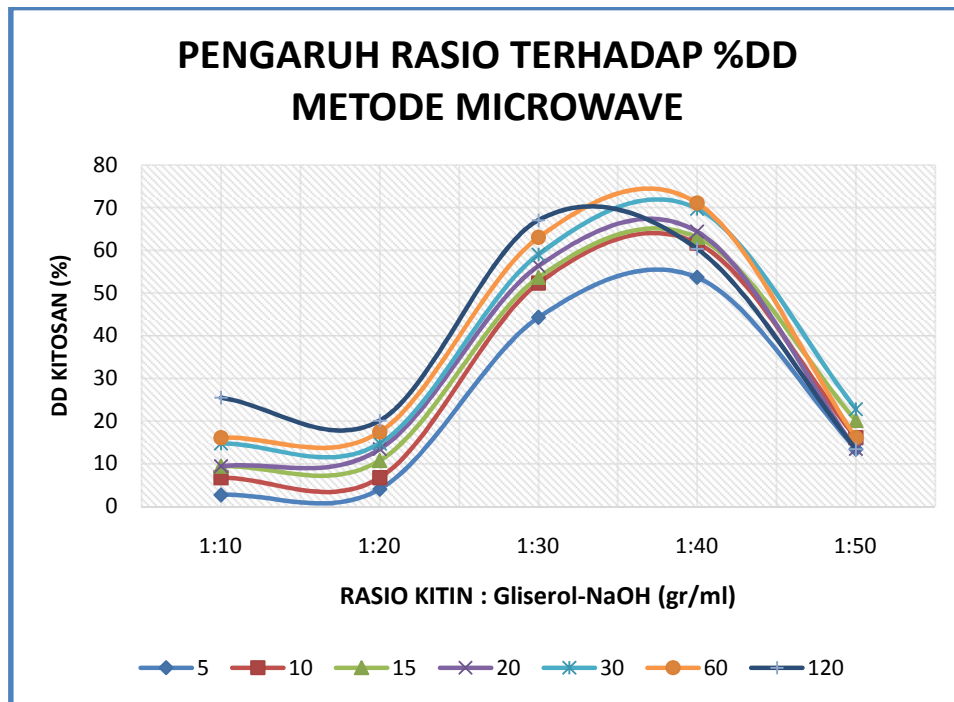
dkk., 2016). Sehingga dalam upaya memperoleh waktu optimal dalam penelitian ini, digunakan beberapa rentang waktu reaksi dibawah 3 jam yakni 5, 10, 15, 20, 30, 60, dan 120 menit dengan membandingkan antara metode konvensional dan microwave. Secara prinsip, penggunaan microwave akan berdampak terhadap kebutuhan waktu reaksi yang lebih singkat dibandingkan menggunakan metode konvensional. Seperti pada sample dengan variasi waktu reaksi 5 menit dan rasio 1:40 saja, peroleh DD kitosan yang dibuat secara konvensional hanya sebesar 26.83 % sedangkan peroleh DD untuk metode gelombang mikro sudah mencapai 53,65%.

4.4 Pengaruh Rasio Kitin Terhadap *Green Solvent* (Gliserol-NaOH) Terhadap Perolehan Derajat Deasetilasi Kitosan

Perolehan derajat deasetilasi kitosan berdasarkan pengaruh rasio kitin terhadap *green solvent* (Gliserol-NaOH) dapat dilihat pada gambar 4.6.



(a) Metode Konvensional



(b) Metode Microwave

Gambar 4.6 Grafik Pengaruh Rasio Pelarut Terhadap %DD

Rasio antara bahan baku (kitin jamur tiram) dengan pelarut Kitin : Gliserol-NaOH yang digunakan dalam penelitian ini adalah 1:10, 1:20, 1:30, 1:40, dan 1:50. Perbandingan komposisi Gliserol dan NaOH adalah 70% : 30 %. Sehingga, untuk men-deasetilasi 3 gr kitin dengan rasio 1:40, gliserol yang digunakan sebanyak 84 mL dan NaOH sebanyak 36 mL. NaOH berfungsi sebagai katalis untuk mempercepat proses pemutusan gugus asetil dari kitin serta menghambat polimerisasi gliserol yang dikatalis oleh NaOH pada suhu tinggi. Reaksi deasetilasi kitin sangat dipengaruhi oleh halangan sterik dari struktur kitin secara alami, sehingga menghalangi serangan OH⁻ ke kelompok amino. Namun, peningkatan konsentrasi NaOH terus menerus dapat mengakibatkan peningkatan viskositas pelarut gliserol sehingga menyebabkan penurunan DD kitosan. Pada penelitian ini, diperoleh hasil DD kitosan meningkat dengan bertambahnya rasio pelarut, namun menurun pada rasio diatas 1:40.

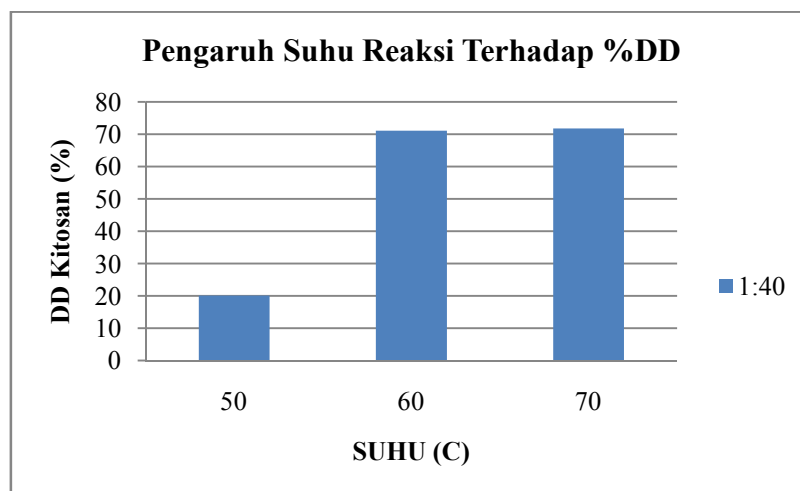
Pada penelitian ini gliserol dapat memfasilitasi proses deasetilasi kitin pada suhu 60 °C dengan perolehan DD optimal sebesar 71,09 % pada rasio 1:40. Suhu

dijaga tidak melebihi 100°C supaya tidak terjadi polimerisasi gliserol menjadi poligliserol. Dalam penelitian sebelumnya (Liu, dkk., 2017), suhu optimal reaksi masih sangat tinggi yaitu berada pada rentang 180 °C dengan waktu cukup lama yaitu 12 jam dengan rasio 1:40 dan konsentrasi NaOH 30%.Selanjutnya, dari grafik 4.5 diketahui bahwa dengan rasio 1:10 dan 1:20 DD kitosan masih sangat rendah meskipun waktunya sudah ditingkatkan hingga 120 menit. Ketika rasio dinaikan menjadi 1:30-1:40 terjadi kenaikan hasil %DD kitosan secara signifikan dan mencapai titik optimal pada variasi ini.

Perolehan %DD untuk metode mikrowave tentu lebih besar disemua variasi dikarenakan penggunaan gelombang mikro dapat mengganggu halangan sterik pada gugus asetil sehingga dengan mudah diganti dengan gugus amida, dampaknya konsentrasi NaOH dapat diturunkan dan diganti dengan gliserol yang merupakan pelarut ramah lingkungan. Penggantian senyawa alkali oleh gliserol disebabkan penggunaan alkali dalam pembuatan kitosan berdampak cukup signifikan terhadap pencemaran lingkungan. Substitusi alkali sebesar 70% oleh gliserol akan menekan jumlah limbah alkali yang dibutuhkan dalam pembuatan kitosan.

4.5 Pengaruh Suhu Reaksi Terhadap Perolehan Derajat Deasetilasi Kitosan

Perolehan derajat deasetilasi kitosan berdasarkan pengaruh suhu terhadap kemurnian kitosan yang dihasilkan dapat dilihat pada gambar 4.7.



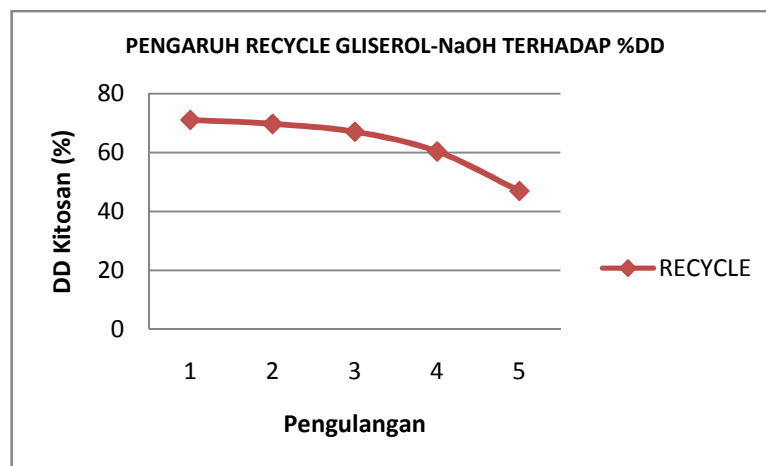
Gambar 4.7 Grafik Pengaruh Suhu Reaksi Terhadap %DD

Untuk memperoleh suhu optimal dalam penelitian ini dilakukan dengan memvariasikan suhu reaksi yaitu pada suhu 50°C, 60°C, dan 70°C pada variasi kondisi optimal rasio 1:40 selama 60 menit. %DD tertinggi diperoleh pada suhu 70°C yaitu sebesar 71,76% dan %DD terendah diperoleh pada saat suhu 50°C. Namun, karena perolehan %DD pada saat suhu operasi 60°C hampir sama dengan perolehan %DD pada suhu 70°C yaitu sebesar 71,09 %, sehingga pada penelitian ini digunakan suhu 60°C. Suhu tersebut dipilih karena selama rentang kenaikan suhu 10°C, perolehan %DD tidak memperlihatkan kenaikan yang signifikan. Suhu optimal pada 60°C juga telah diperoleh pada penelitian sebelumnya (Anwar,2017) dengan hasil %DD sebesar $\pm 73\%$ dengan metode ultrasonikasi selama 30 menit dalam larutan NaOH 60% (w/v).

Berdasarkan hasil yang diperoleh, kenaikan suhu dalam proses deasetilasi akan meningkatkan nilai derajat deasetilasi kitosan. Jika suhu dinaikkan, maka partikel akan bergerak lebih cepat sehingga meningkatkan intensitas terjadinya tumbukan partikel. Berdasarkan teori tumbukkan, partikel hanya bereaksi saat bertabrakan. Pada gambar grafik 4.6 dapat dilihat bahwa derajat deasetilasi kitosan semakin tinggi dengan naiknya suhu reaksi. Dengan naiknya suhu reaksi, gerakan molekul NaOH akan bertambah sehingga pemutusan gugus asetil juga akan semakin cepat. Kenaikkan suhu reaksi dapat memfasilitasi hidrolisis asetamida menjadi amino selama proses deasetilasi yang mengakibatkan peningkatan DD kitosan. Degradasi rantai kitin pada suhu tinggi akan mempercepat proses deasetilasi, namun Ketika suhu terus dinaikkan maka gliserol dapat terpolimerisasi menjadi poligliserol yang diinduksi oleh NaOH. Selain itu, suhu yang terlalu tinggi akan meningkatkan viskositas pelarut reaksi sehingga menurunkan tingkat pemulihan gliserol setelah reaksi. Oleh karena itu, untuk menghindari hal tersebut dipilih suhu optimal untuk reaksi yaitu pada penelitian ini adalah pada suhu 60°C. (Liu, dkk 2017)

4.6 Pengaruh Recycle Pelarut Gliserol-NaOH Terhadap Perolehan Derajat Deasetilasi Kitosan

Adapun untuk laju pemulihan dari larutan solvent Gliserol-NaOH dalam beberapa kali penggunaan beserta hasil kemurnian kitosan yang diperoleh dapat dilihat pada gambar 4.8.



Gambar 4.8 Grafik Pengaruh Recycle Pelarut Gliserol-NaOH Terhadap %DD

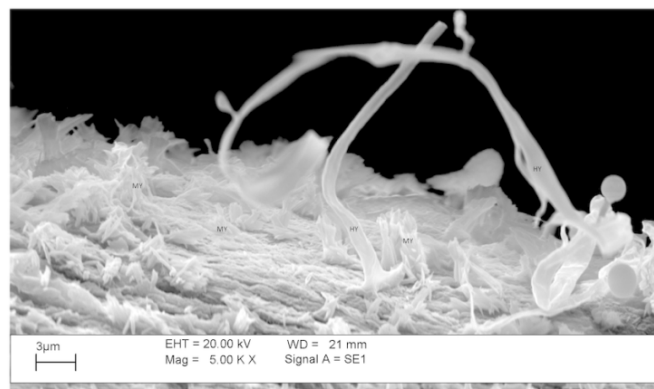
Penggunaan kembali Gliserol-NaOH sisa reaksi bertujuan untuk mengetahui laju pemulihan solvent (Gliserol-NaOH) dalam proses deasetilasi serta mengetahui hubungannya dengan kualitas produk kitosan yang dihasilkan. Pada penelitian ini dilakukan 4 kali penggunaan solvent yang sama secara berulang dengan variasi rasio 1:40, suhu 60°C selama 60 menit.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa tingkat pemulihan Gliserol-NaOH mengalami penurunan dalam 3 kali pengulangan pertama namun masih diatas 60%. Solvent yang hilang kemungkinan besar disebabkan oleh absorpsi sejumlah kecil gliserol ke dalam kitosan serta kemungkinan penguapan solvent selama proses berlangsung. Laju pemulihan solvent berbanding lurus dengan peroleh %DD kitosan yang juga menunjukkan penurunan, hal tersebut dapat disebabkan oleh penurunan kandungan NaOH dalam sistem reaksi karena pembentukan natrium asetat setelah deasetilasi (Liu, dkk., 2017). Hasil %DD kitosan berkurang dari hasil awal 71,09% menjadi 69,75 % pada pengulangan pertama, 67,07% pada pengulangan kedua, 60,36 % pada pengulangan ketiga dan 46,95% pada

pengulangan keempat. Berdasarkan perolehan %DD tersebut, sisa pelarut reaksi (Gliserol-NaOH) masih dapat digunakan kembali maksimal sebanyak 3 kali pengulangan dengan produk kitosan yang dihasilkan memiliki kemurnian >60%. Menurut Suhardi (1992), secara umum derajat deasetilasi kitosan sekitar 60%, adapun untuk kitosan dengan deasetilasi murni sekitar 90-100%. Selain itu, berdasarkan keterangan Asni (2014), kitosan untuk aplikasi absorben harus memiliki derajat deasetilasi lebih dari 60%. Penurunan %DD yang signifikan terjadi karena pelarut hasil reaksi yang digunakan dalam penelitian ini tidak melewati proses pemurnian terlebih dahulu, sehingga pelarut (Gliserol-NaOH) masih banyak mengandung pengotor berupa mineral terlarut dari tahap deasetilasi sebelumnya.

4.7 Hasil Uji *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Penentuan morfologi merupakan karakteristik yang penting untuk mengetahui struktur permukaan pori kitosan. Salah satu metode sederhana dan cepat untuk menentukan morfologi kitosan adalah dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Berikut ini bentuk morfologi awal dari jamur tiram hasil analisa *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk spesies Jamur Tiram Putih (*Pleurotus ostreatus*) yang dilakukan oleh Jose maria, (2013) pada gambar 4.9.

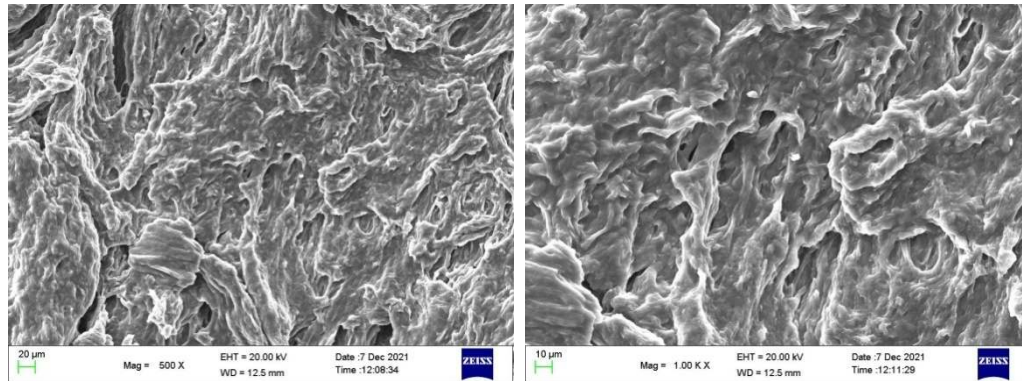


Sumber : Jose Maria, 2013

Gambar 4.9 Uji SEM (*Scanning Electron Microscopy*) Jamur Tiram Putih (*Pleurotus ostreatus*)

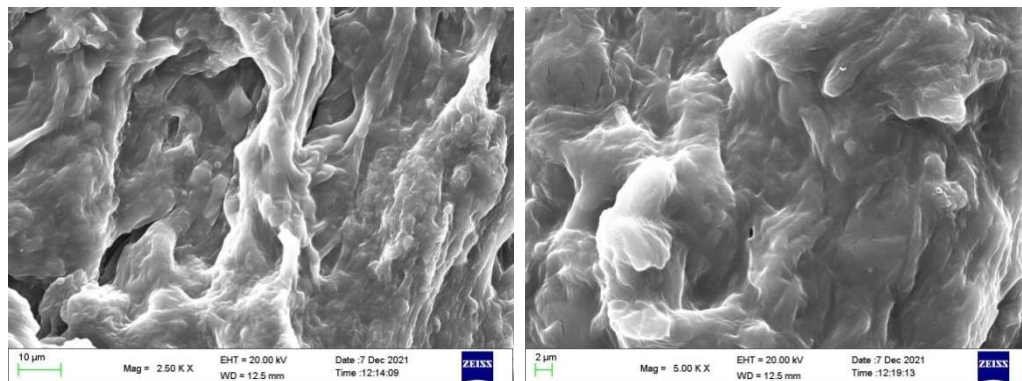
Gambar tersebut menunjukkan bahwa uji SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dapat dijadikan acuan untuk menganalisa struktur permukaan bahan

baku jamur tiram yang nantinya akan diproses menjadi kitosan. Berdasarkan hasil uji, tampak bahwa pada permukaan jamur masih terdapat banyak pengotor yang menutupi permukaannya. Setelah melalui tahap deproteinasi dan deasetilasi maka pengotor tersebut akan terdegradasi, Adapun morfologi dari kitosan yang diperoleh dapat dilihat pada gambar 4.10.



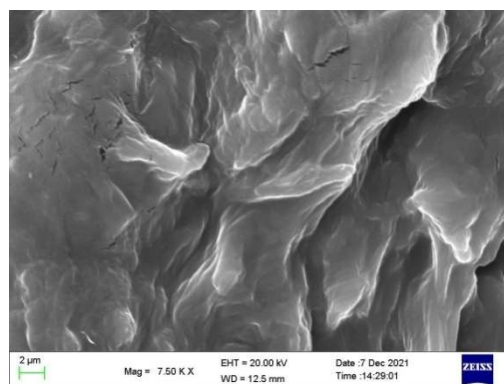
(a) Perbesaran 500 x

(b) Perbesaran 1.000 x



(c) Perbesaran 2.500 x

(d) Perbesaran 5.000 x



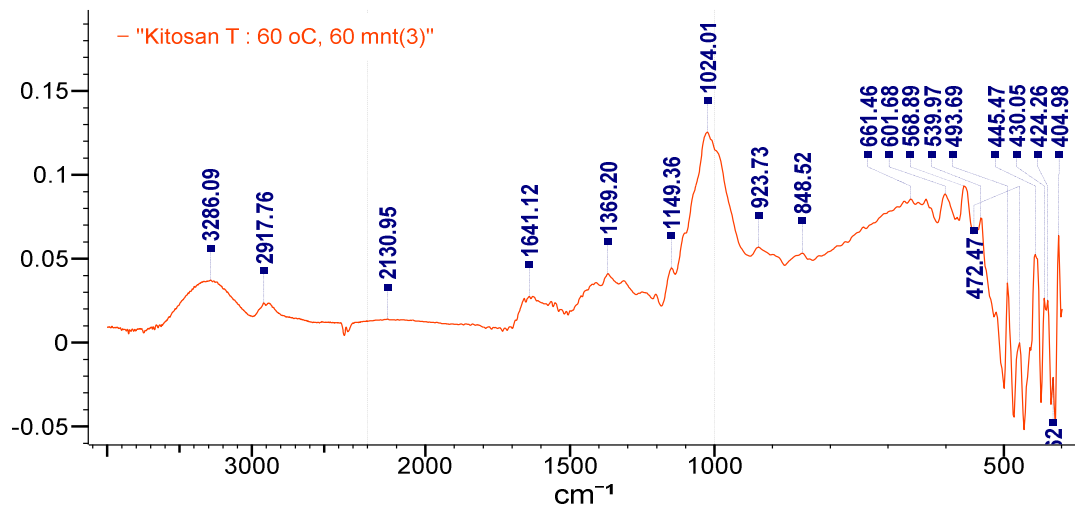
(e) Perbesaran 7.500 x

Gambar 4.10 Uji SEM (*Scanning Electron Microscopy*) Kitosan

Pengujian SEM ini dilakukan dengan perbesaran 500, 1000, 2500, 5000, dan 7500 x. Hasil pengujian menunjukkan bahwa morfologi dari sample kitosan ini memiliki struktur permukaan yang bersih dari jaringan pengotor serta kerapatannya tinggi. Hal tersebut selaras dengan hasil uji kitosan pada penelitian sebelumnya dimana permukaan kitosan yang diperoleh memiliki morfologi permukaan yang seragam (homogen), permukaan yang halus serta kerapatannya tinggi (Amin,dkk., 2019). Selain itu, hasil analisa menunjukkan bahwa tidak terdapat nanofiber dan nanopori pada permukaan kitosan yang diperoleh. Hasil tersebut sama dengan struktur permukaan dari jamur jenis *L.vellereus*, *P.ribis* juga jenis *Shitake* yang menunjukkan struktur kokoh tanpa nanopori dan nanofiber (Erdogan, 2017).

4.8 Hasil Uji *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR).

Kitosan yang diperoleh dianalisis menggunakan spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*). Analisis gugus fungsi spektrum FTIR dilakukan untuk mengidentifikasi gugus fungsional yang terdapat dalam sampel kitosan. Karakterisasi gugus fungsi FTIR disajikan dalam gambar 4.11.



Gambar 4.11 Spektrum FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*).

Kitosan

Spektrum IR kitosan hasil deasetilasi menunjukkan puncak amida pada bilangan gelombang 1641,12; 3286,09 dan 1369,20 cm^{-1} yang bersesuaian dengan puncak-puncak yang khas pada kitosan komersial (Tan, dkk. 2020), yakni

1655, 3285,09 dan 1321 cm^{-1} . Puncak-puncak pada spektrum kitosan ditampilkan dalam gambar 4.10. Puncak-puncak tersebut sesuai dengan fakta bahwa rantai polimer kitosan mengandung dua jenis gugus amida, yang distabilkan oleh ikatan hidrogen antarmolekul, yakni antara dua gugus N-asetil ($\text{C}=\text{O}-\text{N}-\text{H}$) dan antara gugus N-asetil dengan gugus CH_2OH (Tan, dkk., 2020).

Berdasarkan perbandingan spektra IR kitosan standar dari Balai Riset dan Standarisasi Industri pada tabel 4.2 menunjukkan gugus fungsi pada masing-masing bilangan gelombang tidak jauh berbeda dengan standar sehingga dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil isolasi dari jamur tiram putih menghasilkan kitosan yang memenuhi standar. Hal ini menunjukkan bahwa jamur tiram putih memiliki potensi untuk menghasilkan kitosan yang optimal dengan hasil %DD sebesar 71,09%.

Tabel 4.2 Puncak Serapan FTIR pada Sampel Kitosan

NO	GUGUS FUNGSI	BILANGAN GELOMBANG (CM^{-1})	
		KITOSAN	
		STANDAR	PENELITIAN
1.	OH <i>stretching</i>	3230-3550	3477,008
2.	Tumpang tindih OH (vs) NH_2	3230-3550	3477,008
3.	NH ($-\text{NHCOCH}_3$) <i>stretching</i> amida I	3230-3550	3477,008
4.	CH(CH_3) <i>bending</i>	2922,80	2917,76
5.	C=O ($-\text{NHCOCH}_3$) <i>stretching</i> amida I	1680-1750	1683,543
6.	NH ($-\text{NHCOCH}_3$) <i>bending</i> amida II	1500-1650	1457,914
7.	CN ($-\text{NHCOCH}_3$) <i>stretching</i>	1259,54	1259,28
8.	NH ($\text{R}-\text{NH}_2$) <i>bending</i>	1587,94	1587,12
9.	CH ($-\text{CH}_2$) <i>bending sym</i>	1320,34-1377,11	1369,20
10.	C-O ($-\text{C}-\text{O}-\text{C}-$) <i>stretching asym</i>	1154,64	1149,36
11.	C-O ($-\text{C}-\text{O}-\text{C}-$) <i>stretching sym</i>	1031,92-1026,23	1024,01
12.	β -1,4-glikosidik	750,31-897,41	896,733

*sumber : Data Balai Riset dan Standarisasi Industri

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Adapun kesimpulan yang didapatkan dari penelitian ini yaitu sebagai berikut :

1. Hasil kitosan optimal diperoleh pada variasi waktu 60 menit, suhu reaksi 60°C dan rasio kitin terhadap pelarut gliserol-NaOH (1:40) dengan hasil %DD sebesar 71,09% menggunakan metode microwave.
2. Nilai yield rata-rata dari produk kitosan metode konvensional sebesar 26,7% dan metode microwave sebesar 16,7% dari total berat serbuk jamur awal.
3. Recycle pelarut (Gliserol-NaOH) dapat dilakukan dengan maksimal 3 kali pengulangan pertama dengan hasil %DD sebesar >60%.
4. Hasil pengujian SEM menunjukkan bahwa morfologi dari sample kitosan memiliki struktur permukaan yang homogen serta kerapatannya tinggi. Adapun hasil Spektrum IR sample kitosan menunjukkan beberapa puncak amida pada bilangan gelombang 1641,12; 3286,09 dan 1369,20 cm^{-1} bersesuaian dengan puncak-puncak yang khas pada kitosan.

5.2 Saran

Adapun saran untuk pengembangan penelitian lebih lanjut, peneliti berharap dapat dilakukannya beberapa hal sebagai berikut:

1. Perlunya penelitian lebih lanjut dengan membandingkan metode ekstraksi microwave dan metode lain seperti sonikasi agar memperoleh kondisi proses yang lebih optimal
2. Perlu dilakukan uji mutu kitosan untuk keperluan komersial
3. Pelarut sisa reaksi yang akan di recycle harus di treatment terlebih dahulu sebelum digunakan kembali

DAFTAR PUSTAKA

- Afriani, F., Fadli dan Drastinawati. 2017. Kinetika Reaksi Demineralisasi pada Isolasi Kitin dari Limbah Ebi. *Jurnal FREKNIK* 4 (2).
- Agus Setia Budi. 2012. Karakterisasi Material : Prinsip dan Aplikasinya dalam Penelitian Kimia. *UPI PRES* : Bandung.
- Amin, A., Khairi, N., & Allo, E. K. (2019). Sintesis dan Karakterisasi Kitosan dari Limbah Cangkang Udang Sebagai Stabilizer Terhadap Ag Nanopartikel. *Fullerene Journal of Chemistry*, 4(2), 86–91.
- Ashley, K. 2001. Ultrasonic Extraction As a Sample Preparation Technical For Atomic Spectrometry. *America John Wiley*.
- Azhar, M. Jon, M.L.E. Erda. S.Rahmi, dan N.Sri. 2010. Pengaruh Konsentrasi NaOH dan KOH terhadap Derajat Deasetilasi Kitin dari Limbah Kulit Udang. *EKSAKTA* 1 tahun XI.
- Badan Pusat Statistik.2019. Produksi Tanaman Sayuran Jamur (Kg) Tahun 2019.*Badan Pusat Statistik* : Jakarta.
- Bastaman S. 1989. Studies on Degradation and Extraction of Chitin and Chitosan from Prawn Shells [Dissertation]. *Dept Mechanical Manufacturing aeronautical and Chemical Engineering*. Queen's univ. Belfast.
- Cervera, M, F, J. Heinamaki, K. Krogas, dan A.C, Jorgensen. 2005. Solid-State and Mechanical Properties of Aqueous Chitosan-Amylose Starch Film Plasticized With Polyols. *AAPS PharmSciTech*. 5:15-20.
- Chang, K. L. B.; G. Tsai; J. Lee; and W. R. Fu. (1997). Heterogeneous N-deacetylation Of Chitin in Alkaline Solution. *Carbohydrate Research* 303 (1997) 327-332.
- Chirinang, P dan K.O, Intarapichet. 2009. Amino Acids and Antioxidant Properties of The Oyster Mushrooms, *Pleurotus ostreatus* and *Pleurotus sajor-caju*. *ScienceAsia* 35 : 326-331.
- Djaenudin. 2019. Ekstraksi Kitosan Dari Cangkang Rajungan Pada Lama Dan Pengulangan Perendaman Yang Berbeda. Universitas Indonesia: Depok

- Djarjah, Nunung Marlina dan Abbas Siregar Djarjah. 2001. Jamur Tiram Yogyakarta. Penerbit Kanisius.
- Erdogan, S., Kaya, M., Akata, I., 2017, Chitin extraction and chitosan production from cell wall of two mushroom species (*Lactarius vellereus* and *Phyllophora ribis*). AIP Conference Proceedings, 1809, 020012.
- Fatimah Zahra Bougueraa, dkk .2020.Extraction of Chitosan From Shrimp Shell : Effect Of Deacetylation Time on the Morphological, Thermal Properties and the Value of Deacetylation Degree (DD). Springer International Publishing AG 2018.
- Hartati, F.K., dkk., (2002). Faktor-Faktor Yang Berpengaruh Terhadap Tahap Deproteinasi Menggunakan Enzim Protease Dalam Kitin Dari Cangkang Rajungan (*Portunus pelagicus*), Biosain, 2
- Hafdani, F.N dan Sadeghinia, N.2011. A Review on Application of Chitosan as a Natural Antimicrobial. World Academy of Science. *Engineering and Technology*.
- Hendri J. 2008. Teknik Deproteinasi Kulit Rajungan (*Portunus Pelagious*) secara Enzimatik dengan menggunakan Bakteri *Pseudomonas aeruginosa*. Seminar Hasil Penelitian dan pengabdian kepada Masyarakat. Universitas Lampung.
- Hwang. J. K and Shin H.H. 2001. Rheological Properties of Chitosan Solutions. Korea Australia Rheology Journal, Vol 12:3/4, 175-179.
- Irawan, B. 2010. Peningkatan Mutu Minyak Nilam Dengan Ekstraksi dan Destilasi Pada Berbagai Komposisi Pelarut. *Tesis*. Universitas Diponegoro, Semarang, Indonesia.
- Kangas, M.I. 2000. Synpsis of The Biology and Exploitation of the Ble Swimmer Crab. *Portunus Plagicus* Linnaeus, in Western Australia Fisheries Research Report No. 121. Fisheries Western Australia. 22 p
- Kasminah. 2016. Aktivitas Rumput Laut *Halymenia durvillei* dengan Pelarut Non Polar, Semi Polar dan Polar. Universitas Airlangga Surabaya.

- K. Kalutharagedan D.L, Rathnasinghe.2019. A Study of Chitosan and Glukosamin Isolates From Sri Lankan Local Mushroom Schizophyllum Commune and Oyster Mushroom (*Pleurotus ostreatus*). *Materials Today* :Proceedings.
- Kumar, M. N. 2000 A review Of Chitin and Chitosan Applications, Reactive and Functional Polymers. Vol 46, hal.1-27
- Liu, C, Wang, G, Sui, W, An, L, dan Si, C. 2017. Preparation and Characterization of Chitosan By A Novel Deacetylation Approach Using Gliserol as Green Reaction Solvent. *America Chemistry Society 2017*. 5 : 4690- 4698.
- Lee, S.,Cho.,J.S and Cho, G, 1999. Anti microbial and blood Repellent Finishes for cotton and Nonwoven Fabrics Based on Kitosan and Fluopolymers., *Text.Res J*.69 (2) : 104-112
- Matheis F.J.D.P, T. Adriani,B dan Natasya,S. 2018. Isolasi Kitosan Dari Tudung Jamur Merang (*Vollvariella volvaceae*) dan Aplikasinya Sebagai Absorben Logam Timbal (Pb). *Indonesian Journal Chemistry*. 6 :44-50.
- M. Anwar, AS. Anggraeni, dan MHA, Amin. 2017. Comparison of Green Method For Chitin Deacetylation. *AIP Conference Proceedings*.1923 (1) : 020071.
- Moran, L. A., Horton, R. H., Ocha, R. S., Rawn, J. D., dan Scrimgeour, K. G. 2002. "Principles of Biochemistry" 3rd edition. Prentice-Hall,Inc, New York. Hlm129-340.
- Muzzarelli, R.A.A., 1985. Chitin in the Polysaccharides, vol 3, pp.147.
- Nazarudin. 1992. Pengembangan Minyak Biji Karet di Indonesia. Surabaya : Indonesia Press.
- Said, Lili dan Giri.2012.Pengaruh Variasi Konsentrasi NaOH Terhadap Nilai Derajat Deasetilasi Pada Pembuatan Chitosan Dari Cangkang Kepiting. *Universitas Sriwijaya* : TeknikKimia.
- Pasaribu dan Nuraida. 2004. Berbagai Ragam Pemanfaatan Polimer. Jurusan *Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan*, Universitas Sumatera Utara.

- Putri, W.S, Warditianidan N.K. Larasatnty, L.P.F. 2013. Skrinning Fitokimia Ekstrak Etil Asetat Kulit Buah Manggis (*Garcinia mangostana*L.). *Jurnal Farmasi Udayana*.2(4).
- Pratiwi, M. dan Hadisoewignyo, L., 2010. Optimasi Formula Tablet Lepas Lambat Kaptopril menggunakan metode Desain Faktorial. *Majalah Farmasi Indonesia*, 21 (4), 285-295.
- Rini I. 2010. Recovery dan karakterisasi kalsium dari limbah demineralisasi kulit udang jerbung [Skripsi]. Bogor: Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Institut Pertanian Bogor.
- Rowe, R.C. et Al. (2009). *Handbook Of Pharmaceutical Excipients*, 6th Ed, The Pharmaceutical Press, London.
- Savitha, V. Dan Timothy, J.S. (1997). Chitosan Membrane Interaction And Their Propable Role in Chitosan – Medicated Transfection. *Biotechnology and Applied Biochemistry*,27, 265-267
- Setiautami, Asih. 2013. Pembuatan Kemasan Cerdas Indikator Warna Dengan Pewarna Bit (*B. Vulgaris L. Var Cicla L.*). Skripsi. Tidak dipublikasikan. Bogor: Institut Pertanian Bogor
- Sebastian, J, Rouissi, T, Brar, S.T, Hegde, K.dan Verma, M. 2019. Microwave-Assisted Extraction of Chitosan From *Rhizopus oryzae* NRRL 1526 Biomass. *INRS-ETE, Universite du Quebec, 490, Rue de la Couronne, Quebec, G1K 9A9, Canada*.431-440.
- Setiabudi, A,Hardian, R dan Mudzakir, A.2012. Karakteristik Material Prinsip dan Aplikasinya Dalam Penelitian Kimia. Edisi Ke-1. *UPI Press* : Bandung.
- Setyawati, A, Pranowo, D dan Kartini,I.2016. Green Chemistry : Effect of Microwave Irradiation Synthesis of Chitosan For Biomedical Grade Application of Biodegradable Materials. *Junal Ilmu-ilmu Mipa*.e.ISSN :2503-2364.
- Sudjadi,.1986. *Metode Pemisahan*. Penerbit kanisius : Yogyakarta
- Suhardi. 1992. Kitin dan kitosan. Pusat Antar Universitas Pangan dan Gizi. PAU Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta

- Sumantri, A. 2013. Kesehatan Lingkungan. Jakarta : Kencana Prenada Media Group
- Suriawira, U. 2006. Budidaya Jamur Tiram. *Kanisius* : Yogyakarta.
- Sudarmadji, Slamet. 1989. Analisa Bahan Makanan dan Pertanian. Liberty Yogyakarta Bekerja sama dengan pusat antar universitas pangan dan Gizi Universitas Gadjah mada. Yogyakarta.
- Standford, P. A and G.P Hutching. 1987. "Chitosan A-Natural Cationic Biopolymer Comercial Application." In *Industrial Polysaccharides*. Amsterdam. Elsevier. Pp. 365-371.
- Synowiecki, J And N.A. Al-Khateeb, 2003. Production, properties and some new applications of chitin and Its derivates, *Crit.rev.Food Sci.Nutr*;43(2); 145-171.
- Tan, Y., Lee, P., dan Chen, W. (2020). Dual extraction of crustacean and fungal chitosan from a single mucor circinelloides fermentation. *Fermentation*, 6(40), 1-11.
- Tanvir, K, MD, Shahinur, K, MD, Kamruzzaman, P, MD, Zahidul, I dan MD. Jahan, T.E. 2020. Production of chitosan From Oyster Mushroom For a-*Amylase Immobilization*. *Bangladesh J. Bot*, 48 (3) : 593-599.
- Tanasale MFJDP, Killay A. Laratmase MS. 2011. Kitosan dari Limbah Kulit Kepiting Rajungan (*Portunus sanguinolentus L.*) sebagai Adsorben Zat Warna Biru Metilena. *Jurnal Natur Indonesia*. 14(2): 165-171
- Taufan, M. R S. & Zulfahmi, 2010. *Pemanfaatan Limbah Kulit Udang sebagai Bahan Anti Rayap (Bio-termitisida) pada Bangunan Berbahan Kayu*. Skripsi.Universitas Diponegoro, Semarang, 44 hal.
- Wijoyo, P.M.2011. Cara Budidaya Jamur Tiram Yang Menguntungkan.*Pustaka Agro Indonesia* : Jakarta Selatan.
- Wolfson, A., Dlugy, C. & Shotland, Y. 2007.Gliserol as a green solvent for high product yields and selectivities. *Environ Chem Lett* 5, 67–71



LAMPIRAN

A. Logbook Penelitian di Laboratorium OTK








No	Tanggal	Kegiatan	Hasil
1	Senin, 20 September 2021	Preparasi bahan baku (jamur tiram putih)	Berat sampel jamur tiram putih : 750 gram
2	Rabu, 22 September 2021	Proses pelarutan dan pengenceran solvent	NaOH 0,5 M : 3960 ml Asam Asetat 10% : 400 mL Etanol 70% : 1440 mL
3	Rabu, 23 September 2021 Sampai Senin, 18 Oktober 2021	Melakukan proses ekstraksi jamur tiram menggunakan microwave dan reflux. (sudah termasuk pencucian dan pengeringan sampel)	Variasi Waktu : 5, 10, 15, 20, 30, 60 dan 120 menit Rasio : 1:30 Menghasilkan Kitin padat
4	Kamis, 22 Oktober 2021 Sampai Jumat, 05 November 2021	Proses ekstraksi kitin menjadi kitosan menggunakan microwave dan reflux. (sudah termasuk pencucian dan pengeringan sampel)	Variasi Waktu : 5, 10, 15, 20, 30, 60 dan 120 menit Variasi Rasio : 1:10 1:20 1:30 1:40 dan 1:50 Menghasilkan Kitosan padat
5	Senin, 08 November 2021 Sampai Selasa, 09 November 2021	Menghitung massa kitosan yang dihasilkan	Variasi Waktu : 5, 10, 15, 20, 30, 60 dan 120 menit Variasi Rasio : 1:10 1:20 1:30 1:40 dan 1:50. Menghasilkan Kitosan padat dengan massa yang berbeda-beda
6	Rabu, 10 November 2021 Sampai Jumat, 12 November 2021	Melakukan titrasi untuk mengetahui %Derajat Deasetilasi Kitosan (produk)	Variasi Waktu : 5, 10, 15, 20, 30, 60 dan 120 menit Variasi Rasio : 1:10 1:20 1:30 1:40 dan 1:50. Menghasilkan %DD Kitosan berbeda-beda
7	Senin, 15 November 2021 Sampai Jumat, 19 November 2021	Merapihkan seluruh bahan baku yang tersisa, limbah dan peralatan penelitian serta membuat sampel kitosan terbaik untuk selanjutnya di uji SEM dan FTIR.	Kitosan Variasi waktu 60 menit Rasio pelarut 1:40 Uji SEM dan FTIR




B. Dokumentasi Penelitian

1. Preparasi Bahan Baku (Jamur Tiram Putih)





No	Kegiatan	Gambar
1.	Jamur tiram putih (<i>Pleorotus Ostretus</i>) sebanyak 750 gr	
2.	Pengayakan serbuk Jamur tiram putih (<i>Pleorotus Ostretus</i>) sebanyak 750 gr	

2. Proses Deproteinasi


3.	Ekstraksi jamur tiram putih menggunakan ekstraksi Konvensional dan Microwave dengan pelarut NaOH 0,5 M temperature 60 °C	 <p>Microwave</p>	 <p>Reflux</p>
4.	Pencucian kitin hasil ekstraksi menggunakan Aquades, Etanol dan Aseton dan penyaringan sampel.		
5.	Ekstraksi kitin (Konvensional dan Microwave) menggunakan pelarut Asam Asetat 10% temperature 60 °C	 	

6.	Pencucian kitin hasil ekstraksi menggunakan Aquades, Etanol dan Aseton dan penyaringan sampel.	
7.	Pengeringan kitin dengan suhu 60 °C selama 1 jam 30 menit di dalam oven.	
8.	Hasil Kitin Menggunakan Ekstraksi Konvensional dan Microwave	

3. Proses Deasetilasi

No	Kegiatan	Gambar
8.	<p>Deasetilasi kitosan pada suhu 60°C Waktu : 5, 10, 15, 20, 30, 60, 120 menit Rasio pelarut (1:10, 1:20 , 1:30 , 1:40 , 1:50). Gliserol-NaOH Menggunakan Konvensional dan Microwave</p>	
9.	<p>Pencucian kitosan hasil Deasetilasi menggunakan Aquades, Etanol dan Aseton dan penyaringan sampel.</p>	
10.	<p>Pengeringan kitosan dengan suhu 60 °C selama 1 jam 30 menit di dalam oven.</p>	
11.	<p>Hasil Kitosan Menggunakan Ekstraksi Konvensional dan Microwave</p>	

4. Menghitung %Derajat Deasetilasi

No	Kegiatan	Gambar
12.	Titrasi Kitosan menggunakan Titrant NaOH 0,25 M dan HCl 10% serta indikator PP	 A photograph showing a laboratory flask containing a pink solution, likely during a titration process. The flask is placed on a white surface, and the background shows a laboratory setting with various equipment and containers.

2. Hasil Analisa Spektrofotometri Ftir (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) CARY 670 FTIR SPECTROMETER

Advanced Settings Summary
This page provides a summary of all child page settings

Collect

Speed	5 kHz
Electronic lowpass filter (kHz)	1.28
Interferogram Sampling Interval	2
Sensitivity	1
Interferogram Symmetry	Asymmetric single sided

Spectrometer Configuration

Instrument Configuration

IR Source	Rear MIR Source
Power	Normal
Beam splitter	KBr
Beam path	Internal
Detector	Front: DLaTGS, TE Cooled
Insert polystyrene sample	False

Aperture / Attenuation

Source Aperture	Open
Beam Attenuator Throughput	50%

Microscope

Pass through	False
Detector position	Left
Optics mode	Transmission
Automatically capture image before scan	False

See also Method Settings Summary page

Scan Settings

Sample scan: 16
Background scan: 16

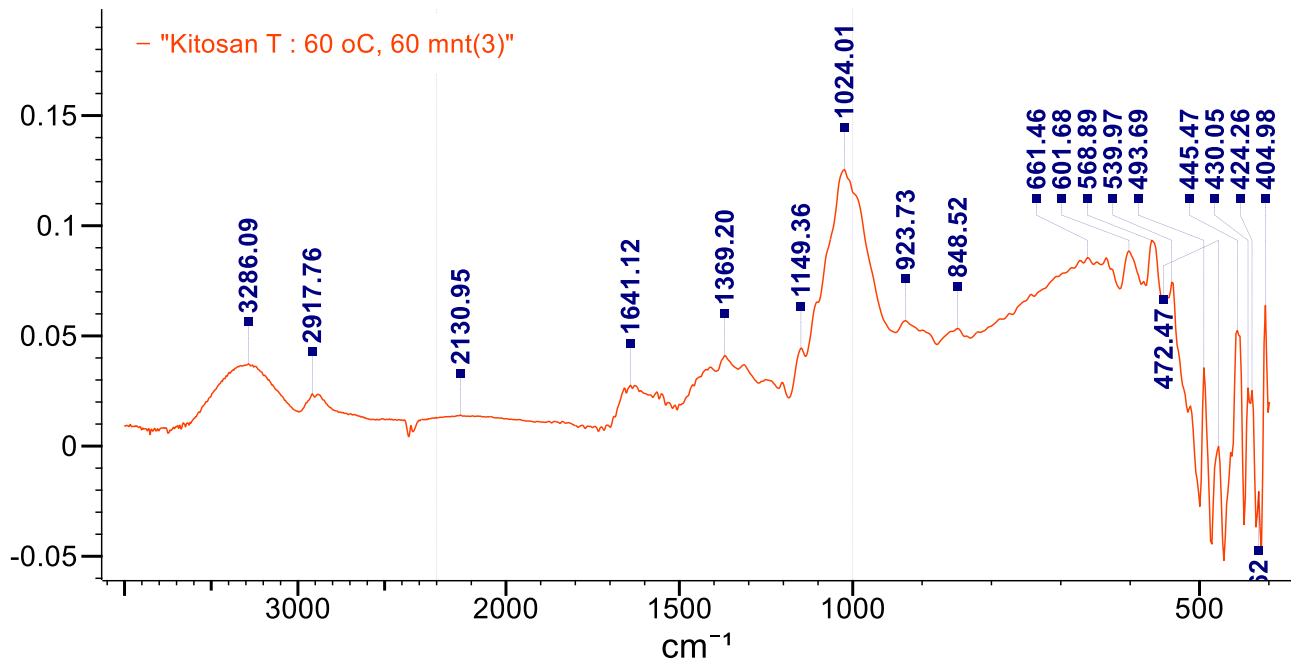
Number of scans: 16
Spectrum name: Kitosan T : 60 oC, 60 mnt

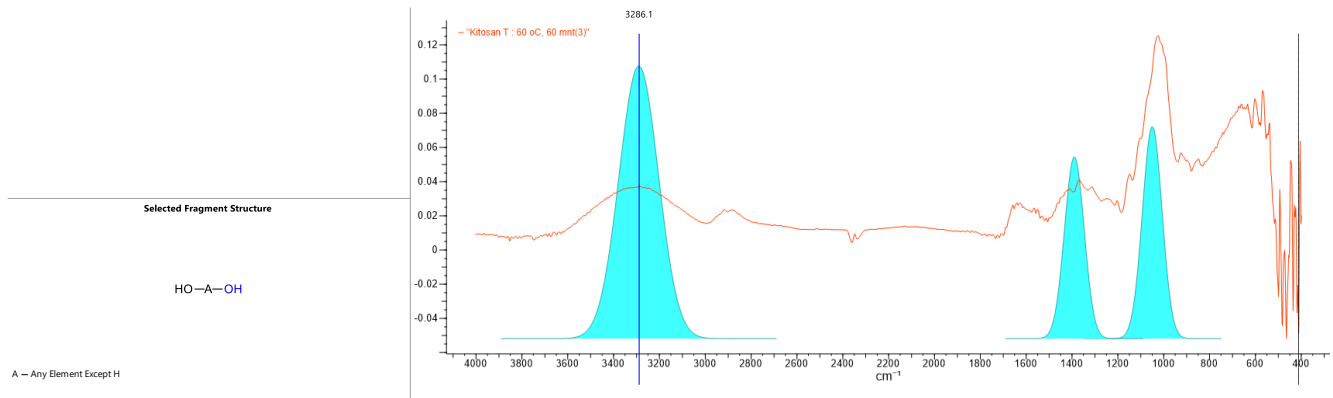
Resolution (cm-1): 4
Scan type: % Transmittance
Scan range (cm-1): 4000 to 400
Usable range: 6000 ... 400

Spectrometer Configuration

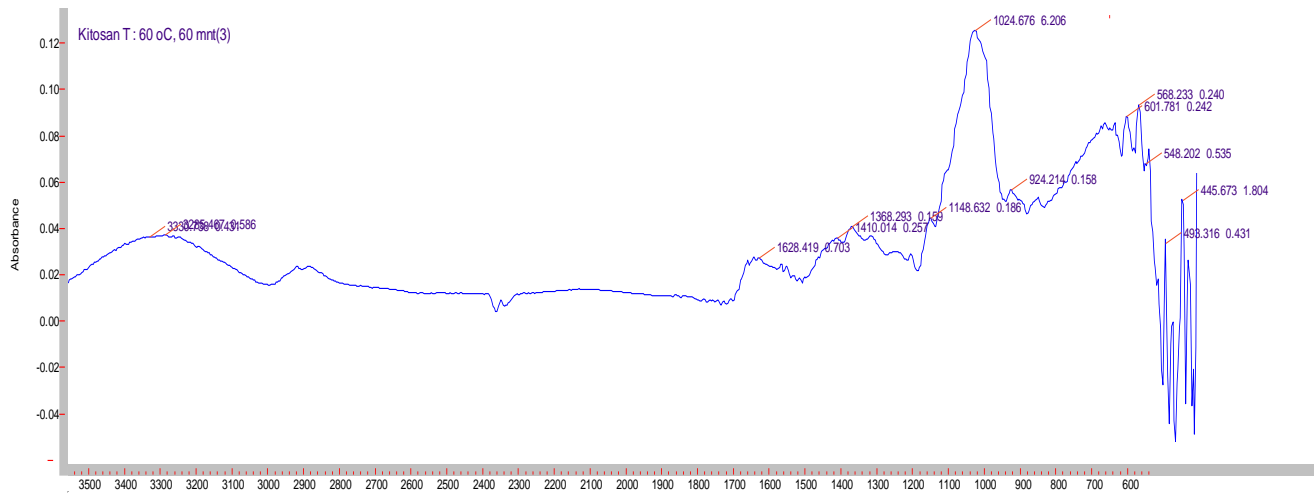
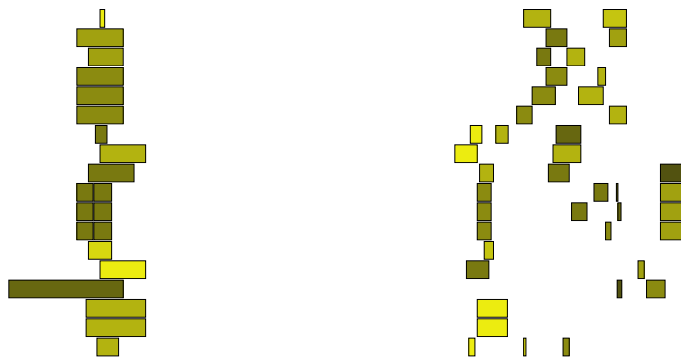
Method accessory:

Installed accessory:

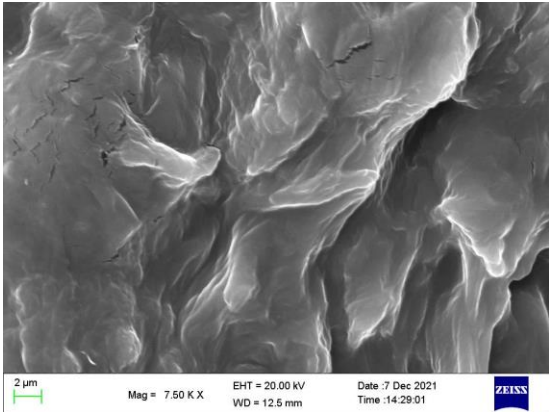
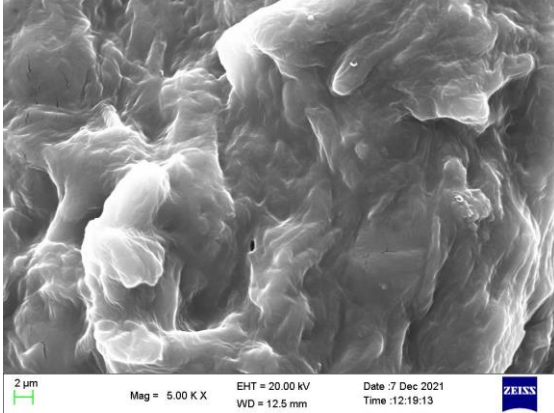
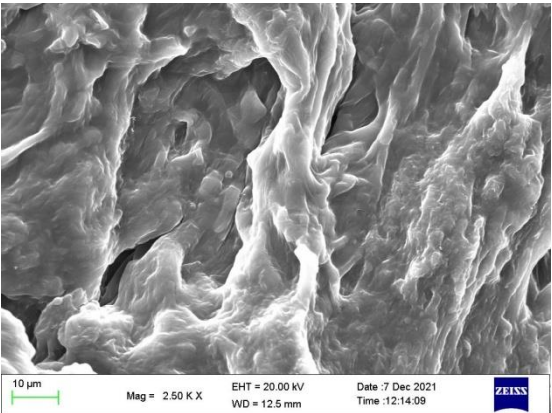
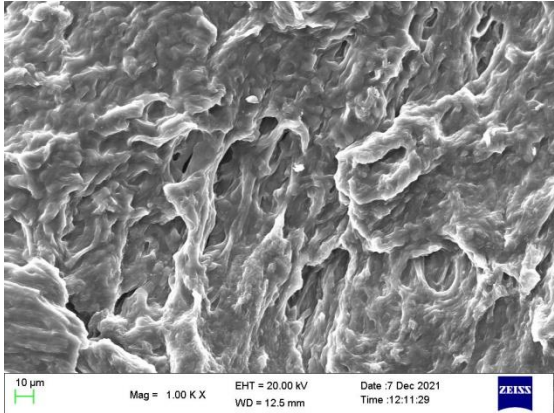
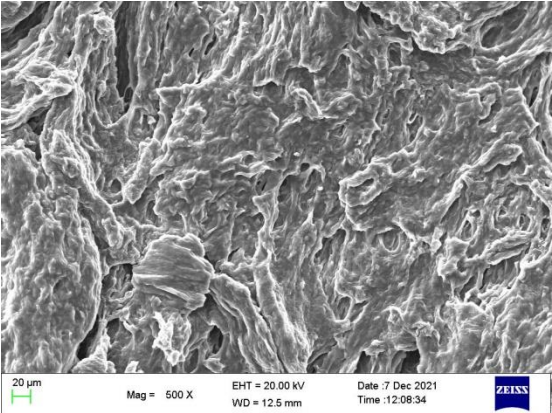




Classification	Group
Alcohols	HO-R-OH
Alcohols	Ph-CHR-OH
Alcohols	Ph-OH
Alcohols	(R) ₂ CH-OH
Alcohols	(R) ₃ C-OH
Alcohols	R-CH ₂ -OH
Amides	R-CO-NH-C
Amides	R-CO-NH-CC
Amine Salts	NH ₄ ⁺
Amines	(R) ₂ CH-NH ₂
Amines	(R) ₃ C-NH ₂
Amines	RCH ₂ -NH ₂
Hydrazines	NH-NH ₂
Oximes	C=N-OH
Silicon Compou	(R) ₃ Si-OH
Sulfur CompouR	-(C=S)-NH ₂
Sulfur CompouR	-NH-(C=S)-
Ureas	Cyclic NH-(C-



3. Hasil Analisa Sem (*Scanning Electron Microscope*)



A. Data Penelitian

1. Perhitungan %Derajat Deasetilasi Ms.Excell

2. Perhitungan Derajat Deasetilasi

Rumus :

$$\% DD = \frac{(C_1.V_1 - C_2.V_2 \times 0,016)}{M \times 0,00994} \times 100\%$$

Keterangan :

C_1 = Konsentrasi Standar larutan HCl (0,1 M)

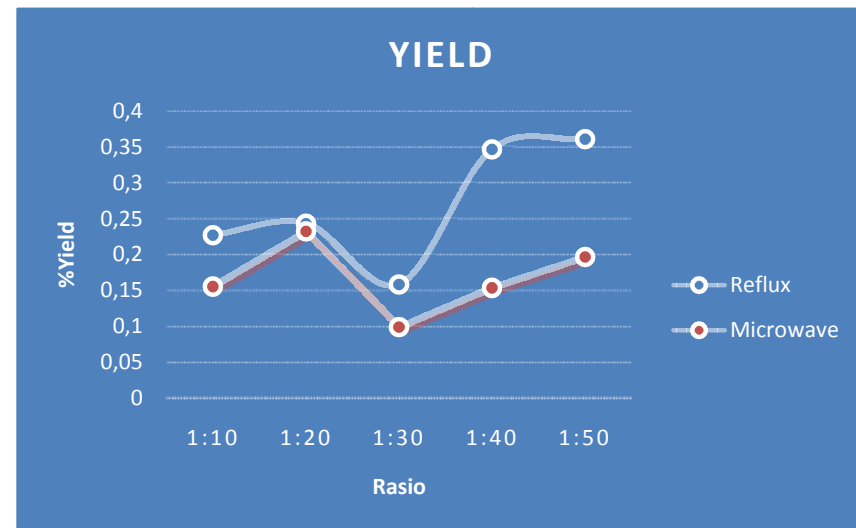
V_1 = Volume larutan standar HCl

C_2 = Konsentrasi standar NaOH (0,1M)

V_2 = Volume larutan standar NaOH

M = Berat Kitosan (gram).

Yield		
Rasio	refluks	Microwave
1:10	0,226786	0,155357143
1:20	0,242857	0,232142857
1:30	0,158095	0,099047619
1:40	0,346429	0,153571429
1:50	0,360714	0,196428571
	0,266976	0,167309524



REFLUX**1:10**

0,0994

WAKTU (Menit)	SUHU (C)	BAHAN BAKU	PRODUK	PRESENTASE	HCl (C1)	Vol HCl (V1)	NaOH (C2)	Vol Titrasi (V2)	Massa Kitosan (gr)	%DD
5	60	8	1,3	0,1625	0,1	30	0,25	7,8	0,3	56,33802817
10	60	8	2,8	0,35	0,1	30	0,25	8,3	0,3	49,63112005
15	60	8	0,9	0,1125	0,1	30	0,25	11,4	0,3	8,048289738
20	60	8	1,8	0,225	0,1	30	0,25	11,3	0,3	9,389671362
30	60	8	3,4	0,425	0,1	30	0,25	11,25	0,3	10,06036217
60	60	8	1,3	0,1625	0,1	30	0,25	10,9	0,3	14,75519785
120	60	8	1,2	0,15	0,1	30	0,25	10,8	0,3	16,09657948

0,226785714

MICROWAVE**1:10**

WAKTU (Menit)	SUHU (C)	BAHAN BAKU	PRODUK	PRESENTASE	HCl (C1)	Vol HCl (V1)	NaOH (C2)	Vol Titrasi (V2)	Massa Kitosan (gr)	%DD
5	60	8	1	0,125	0,1	30	0,25	11,8	0,3	2,682763246
10	60	8	1,2	0,15	0,1	30	0,25	11,5	0,3	6,706908115
15	60	8	1,1	0,1375	0,1	30	0,25	11,3	0,3	9,389671362
20	60	8	0,9	0,1125	0,1	30	0,25	11,3	0,3	9,389671362
30	60	8	1	0,125	0,1	30	0,25	10,9	0,3	14,75519785
60	60	8	1,8	0,225	0,1	30	0,25	10,8	0,3	16,09657948
120	60	8	1,7	0,2125	0,1	30	0,25	10,1	0,3	25,48625084

0,155357143

REFLUX

1:20

WAKTU (Menit)	SUHU (C)	BAHAN BAKU	PRODUK	PRESENTASE	HCl (C1)	Vol HCl (V1)	NaOH (C2)	Vol Titration (V2)	Massa Kitosan (gr)	%DD
5	60	8	1,2	0,15	0,1	30	0,25	11,8	0,3	2,682763246
10	60	8	2	0,25	0,1	30	0,25	11,65	0,3	4,694835681
15	60	8	1,1	0,1375	0,1	30	0,25	11,5	0,3	6,706908115
20	60	8	3	0,375	0,1	30	0,25	11,5	0,3	6,706908115
30	60	8	3	0,375	0,1	30	0,25	11,6	0,3	5,365526492
60	60	8	1,3	0,1625	0,1	30	0,25	11,4	0,3	8,048289738
120	60	8	2	0,25	0,1	30	0,25	11,45	0,3	7,377598927

0,242857143

MICROWAVE

1:20

WAKTU (Menit)	SUHU (C)	BAHAN BAKU	PRODUK	PRESENTASE	HCl (C1)	Vol HCl (V1)	NaOH (C2)	Vol Titration (V2)	Massa Kitosan (gr)	%DD
5	60	8	1,6	0,2	0,1	30	0,25	11,7	0,3	4,024144869
10	60	8	1	0,125	0,1	30	0,25	11,5	0,3	6,706908115
15	60	8	1,2	0,15	0,1	30	0,25	11,2	0,3	10,73105298
20	60	8	3	0,375	0,1	30	0,25	11	0,3	13,41381623
30	60	8	1,5	0,1875	0,1	30	0,25	10,9	0,3	14,75519785
60	60	8	1,2	0,15	0,1	30	0,25	10,7	0,3	17,4379611
120	60	8	3,5	0,4375	0,1	30	0,25	10,5	0,3	20,12072435

0,232142857

REFLUX**1:30**

0,0994

WAKTU (Menit)	SUHU (C)	BAHAN BAKU	PRODUK	PRESENTASE	HCl (C1)	Vol HCl (V1)	NaOH (C2)	Vol Titration (V2)	Massa Kitosan (gr)	%DD
5	60	15	2,6	0,173333333	0,1	30	0,25	9,5	0,3	33,53454058
10	60	15	1,7	0,113333333	0,1	30	0,25	8,8	0,3	42,92421194
15	60	15	1,5	0,1	0,1	30	0,25	8,5	0,3	46,94835681
20	60	15	2,8	0,186666667	0,1	30	0,25	8,3	0,3	49,63112005
30	60	15	2,2	0,146666667	0,1	30	0,25	8	0,3	53,65526492
60	60	15	2,6	0,173333333	0,1	30	0,25	7,7	0,3	57,67940979
120	60	15	3,2	0,213333333	0,1	30	0,25	7,9	0,3	54,99664655
				0,158095238						

MICROWAVE**1:30**

WAKTU (Menit)	SUHU (C)	BAHAN BAKU	PRODUK	PRESENTASE	HCl (C1)	Vol HCl (V1)	NaOH (C2)	Vol Titration (V2)	Massa Kitosan (gr)	%DD
5	60	15	1,6	0,106666667	0,1	30	0,25	8,7	0,3	44,26559356
10	60	15	1,5	0,1	0,1	30	0,25	8,1	0,3	52,3138833
15	60	15	1,7	0,113333333	0,1	30	0,25	8	0,3	53,65526492
20	60	15	1,5	0,1	0,1	30	0,25	7,8	0,3	56,33802817
30	60	15	1,2	0,08	0,1	30	0,25	7,6	0,3	59,02079142
60	60	15	1,5	0,1	0,1	30	0,25	7,3	0,3	63,04493628
120	60	15	1,4	0,093333333	0,1	30	0,25	7	0,3	67,06908115
				0,099047619						

REFLUX

1:40

WAKTU (Menit)	SUHU (C)	BAHAN BAKU	PRODUK	PRESENTASE	HCl (C1)	Vol HCl (V1)	NaOH (C2)	Vol Titration (V2)	Massa Kitosan (gr)	%DD
5	60	8	2	0,25	0,1	30	0,25	10	0,3	26,82763246
10	60	8	3,4	0,425	0,1	30	0,25	7,5	0,3	60,36217304
15	60	8	1,2	0,15	0,1	30	0,25	7,4	0,3	61,70355466
20	60	8	2	0,25	0,1	30	0,25	7	0,3	67,06908115
30	60	8	3,2	0,4	0,1	30	0,25	6,8	0,3	69,7518444
60	60	8	3,1	0,3875	0,1	30	0,25	7	0,3	67,06908115
120	60	8	4,5	0,5625	0,1	30	0,25	7,1	0,3	65,72769953
				0,346428571						

MICROWAVE

1:40

WAKTU (Menit)	SUHU (C)	BAHAN BAKU	PRODUK	PRESENTASE	HCl (C1)	Vol HCl (V1)	NaOH (C2)	Vol Titration (V2)	Massa Kitosan (gr)	%DD
5	60	8	1	0,125	0,1	30	0,25	8	0,3	53,65526492
10	60	8	1,2	0,15	0,1	30	0,25	7,4	0,3	61,70355466
15	60	8	1	0,125	0,1	30	0,25	7,3	0,3	63,04493628
20	60	8	1,2	0,15	0,1	30	0,25	7,2	0,3	64,38631791
30	60	8	1,2	0,15	0,1	30	0,25	6,8	0,3	69,7518444
60	60	8	1,3	0,1625	0,1	30	0,25	6,7	0,3	71,09322602
120	60	8	1,7	0,2125	0,1	30	0,25	7,2	0,3	64,38631791
				0,153571429						

REFLUX

1:50

WAKTU (Menit)	SUHU (C)	BAHAN BAKU	PRODUK	PRESENTASE	HCl (C1)	Vol HCl (V1)	NaOH (C2)	Vol Titrasi (V2)	Massa Kitosan (gr)	%DD
5	60	8	1,9	0,2375	0,1	30	0,25	11,7	0,3	4,024144869
10	60	8	3,5	0,4375	0,1	30	0,25	11,1	0,3	12,07243461
15	60	8	1,3	0,1625	0,1	30	0,25	10,7	0,3	17,4379611
20	60	8	1,9	0,2375	0,1	30	0,25	10,65	0,3	18,10865191
30	60	8	4	0,5	0,1	30	0,25	10,6	0,3	18,77934272
60	60	8	3,3	0,4125	0,1	30	0,25	10,5	0,3	20,12072435
120	60	8	4,3	0,5375	0,1	30	0,25	10,9	0,3	14,75519785

0,360714286

MICROWAVE

1:50

WAKTU (Menit)	SUHU (C)	BAHAN BAKU	PRODUK	PRESENTASE	HCl (C1)	Vol HCl (V1)	NaOH (C2)	Vol Titrasi (V2)	Massa Kitosan (gr)	%DD
5	60	8	1,2	0,15	0,1	30	0,25	11	0,3	13,41381623
10	60	8	1	0,125	0,1	30	0,25	10,8	0,3	16,09657948
15	60	8	1,4	0,175	0,1	30	0,25	10,5	0,3	20,12072435
20	60	8	2,9	0,3625	0,1	30	0,25	11	0,3	13,41381623
30	60	8	1,5	0,1875	0,1	30	0,25	10,3	0,3	22,80348759
60	60	8	0,8	0,1	0,1	30	0,25	10,8	0,3	16,09657948
120	60	8	2,2	0,275	0,1	30	0,25	11	0,3	13,41381623

0,196428571

MICROWAVE

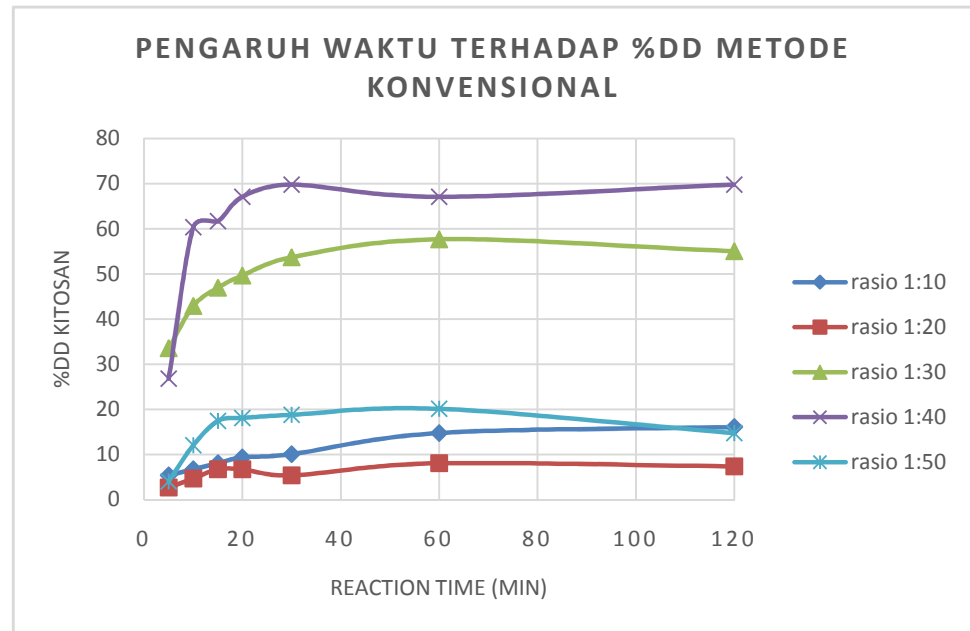
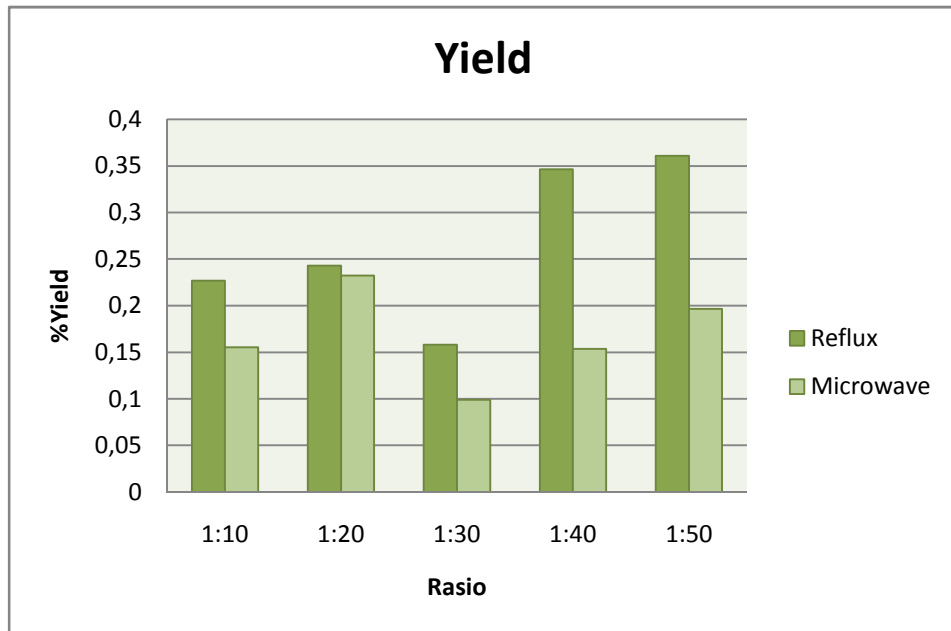
WAKTU (Menit)	SUHU (C)	BAHAN BAKU	PRODUK	PRESENTASE	HCl (C1)	Vol HCl (V1)	NaOH (C2)	Vol Titiasi (V2)	Massa Kitosan (gr)	%DD
60	50	8	2,2	0,275	0,1	30	0,25	10,5	0,3	20,12072435
60	70	8	1,2	0,15	0,1	30	0,25	6,65	0,3	71,76391683
60	60	8	1,3	0,1625	0,1	30	0,25	6,7	0,3	71,09322602

RECYCLE

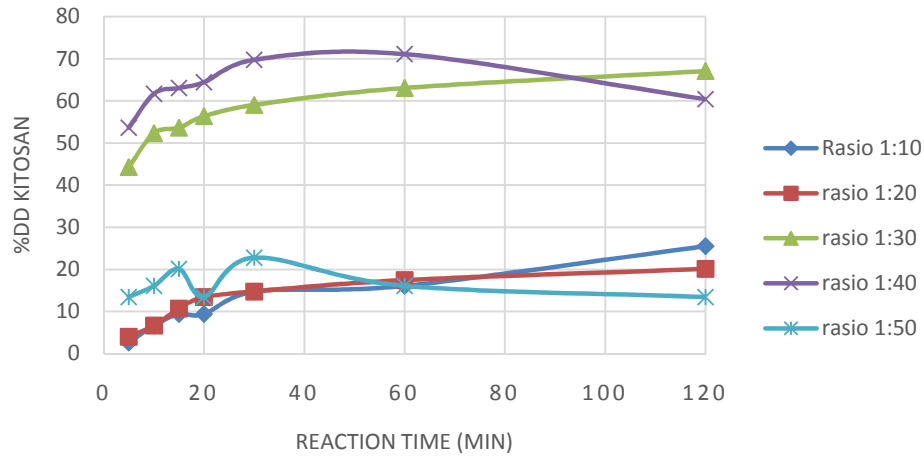
NO	WAKTU (Menit)	SUHU (C)	BAHAN BAKU	PRODUK	PRESENTASE	HCl (C1)	Vol HCl (V1)	NaOH (C2)	Vol Titiasi (V2)	Massa Kitosan (gr)	%DD
1	60	60	3	2,7	0,9	0,1	30	0,25	6,8	0,3	69,7518444
2	60	60	3	2,7	0,9	0,1	30	0,25	7	0,3	67,06908115
3	60	60	3	2,8	0,933333333	0,1	30	0,25	7,5	0,3	60,36217304
4	60	60	3	2,8	0,933333333	0,1	30	0,25	8,5	0,3	46,94835681

USAGE TIME OF GLYCEROL-NAOH	SOVENT RECOVERY (ML)	%DD OF CHITOSAN
1	0%	71,09322602
2	50%	69,7518444
3	60%	67,06908115
4	92%	60,36217304
5	90%	46,94835681

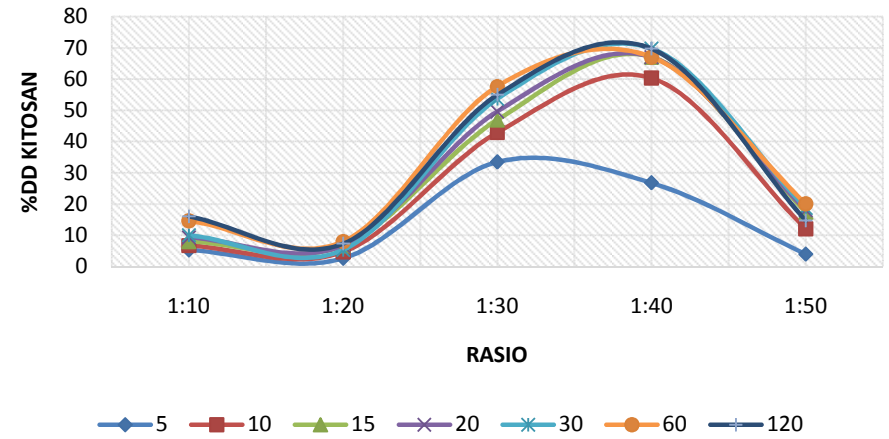
GRAFIK PEMBAHASAN



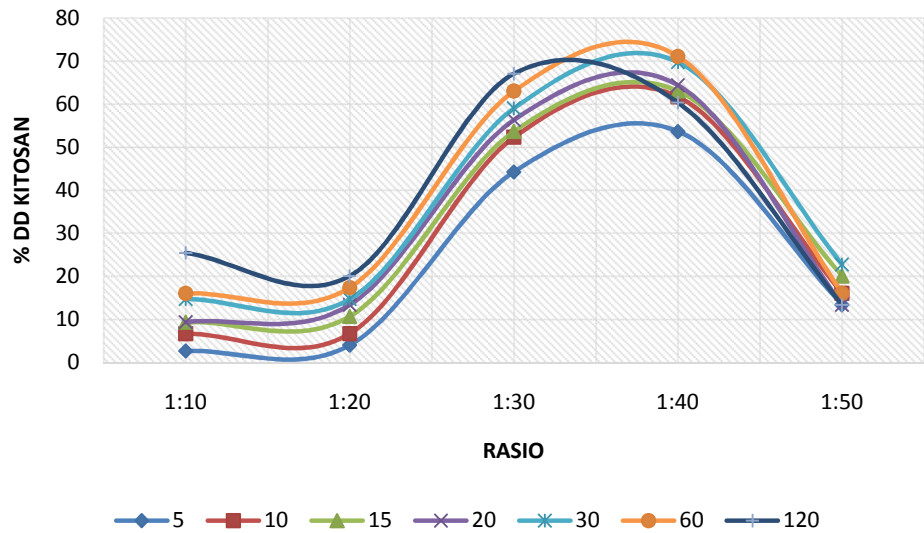
PENGARUH WAKTU TERHADAP %DD METODE MICROWAVE



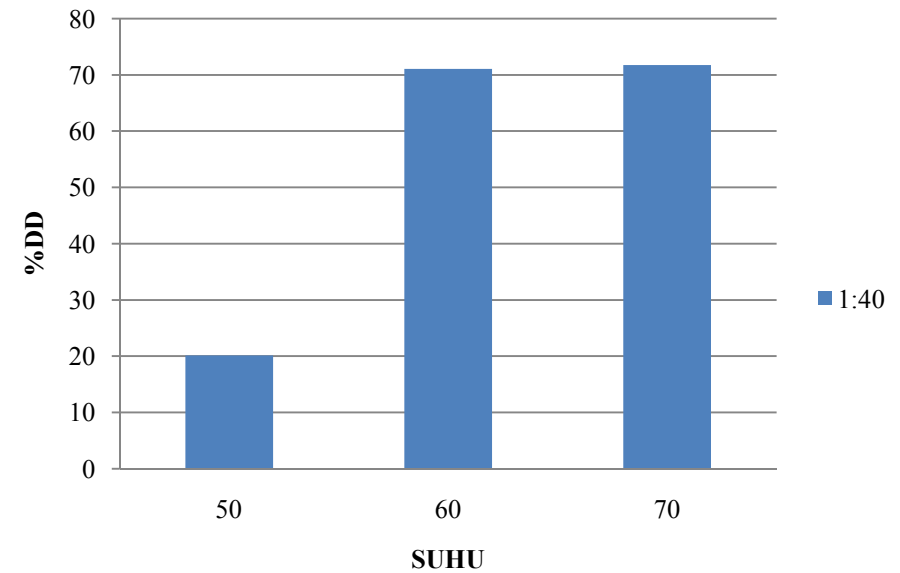
PENGARUH RASIO TERHADAP %DD METODE KONVENSIONAL



PENGARUH RASIO TERHADAP %DD METODE MICROWAVE



Pengaruh Suhu Reaksi Terhadap %DD



PENGARUH RECYCLE GLISEROL-NaOH TERHADAP %DD

