

**Studi Isolasi Kitosan dari Cangkang Rajungan  
(*Portunus pelagicus*) dan Reaksinya dengan Senyawa  
Kurkuminoid**

**SKRIPSI**

oleh:

**SARI SUKMA**

**0910923055**



**JURUSAN KIMIA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**UNIVERSITAS BRAWIJAYA**

**MALANG**

**2014**

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



**Studi Isolasi Kitosan dari Cangkang Rajungan  
(*Portunus pelagicus*) dan Reaksinya dengan Senyawa  
Kurkuminoid**

**SKRIPSI**

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

oleh:

**SARI SUKMA**

**0910923055**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2014**

**LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI**

**Studi Isolasi Kitosan dari Cangkang Rajungan  
(*Portunus pelagicus*) dan Reaksinya dengan Senyawa  
Kurkuminoid**

oleh:  
**Sari Sukma**  
**0910923055**

setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji  
pada tanggal.....  
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar Sarjana  
Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I

Pembimbing II

Masruri, M.Si., Ph.D  
NIP. 197310202002121001

Drs. Suratmo, M.Sc.  
NIP. 196307061990021002

Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia  
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Edi Priyo Utomo, MS  
NIP. 195712271986031003

## LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Sari Sukma  
NIM : 0910923055  
Jurusan : Kimia  
Penulis skripsi berjudul :

Studi Isolasi Kitosan dari Cangkang Rajungan (*Portunus pelagicus*)  
dan Reaksinya dengan Senyawa Kurkuminoid

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Agustus 2014  
Yang menyatakan,

(Sari Sukma)  
NIM. 0910923055

**Studi Isolasi Kitosan dari Cangkang Rajungan  
(*Portunus pelagicus*) dan Reaksinya dengan Senyawa  
Kurkuminoid**

**ABSTRAK**

Kitosan merupakan polisakarida rantai lurus yang tersusun atas monomer glukosamina dengan ikatan glikosidik. Tujuan penelitian ini adalah melakukan isolasi kitosan dari cangkang rajungan dan mengoptimalkan reaksi deasetilasinya, mempelajari reaksi substitusi kitosan dan kurkuminoid, serta mengetahui kestabilan produk *hybride* kitosan-kurkuminoid dalam suasana asam dan basa. Reaksi deasetilasi kitosan dilakukan dengan dua variasi, yaitu variasi konsentrasi basa (NaOH 50%, NaOH 60%, NaOH 70%) dan variasi lama reaksi deasetilasi (9, 16, 24 jam). Hasil isolasi kitosan dari cangkang rajungan berbentuk serbuk berwarna coklat muda dengan rendemen 46,25%. Nilai DD (Derajat Deasetilasi) tertinggi dari hasil deasetilasi kitosan pada konsentrasi NaOH 70% dengan lama reaksi deasetilasi 24 jam, yaitu sebesar 87,96%. Sedangkan reaksi substitusi kitosan-kurkuminoid juga dilakukan dengan dua variasi, yaitu variasi rasio kitosan-kurkuminoid (1:1, 1:2, 1:4) (b/b) dan variasi waktu reaksi (0, 30, 60, 90, 120 menit) dalam suasana asam dan basa. Hasil reaksi dengan variasi rasio kitosan-kurkuminoid memberikan data nilai DS (Derajat Substitusi) tertinggi, yaitu sebesar 0,578 pada rasio kitosan-kurkuminoid 1:4 (b/b). Lamanya waktu reaksi dengan metode konvensional menggunakan pengaduk magnetik baik dalam suasana asam maupun basa berpengaruh pada nilai absorbansi kurkuminoid sisa hasil reaksi.

Kata kunci : kitosan, kurkuminoid, DD (Derajat Deasetilasi),  
DS (Derajat Substitusi)

## Study Isolation of Chitosan from Crab Shell (*Portunus pelagicus*) and Reaction with Curcuminoid Compound

### ABSTRACT

Chitosan is a straight chain polysaccharide composed of glucosamine monomers with glycoside linkage. This research was purposed to isolate chitosan from crab shell, optimization of deacetylation reaction, and to study the substitutions reaction of chitosan and curcuminoid. And also to know the stability of the product *hybride* chitosan-curcuminoid in acid and base condition. Deacetylation reaction was performed with two variations, that is variation of base concentration (NaOH 50%, NaOH 60%, NaOH 70%) and variation of deacetylation reaction times (9, 16, 24 hours). It was found that chitosan was isolated from crab shell as a brown powder in 46,25% yield. Moreover, deacetylation reaction of chitosan provided DD (Degree of Deacetylation) value 87,96% when using 70% of NaOH solution for deacetylation reaction time of 24 hours. While the substitution reaction of chitosan-curcuminoid also performed with two variations, that is the variation of the ratio of chitosan-curcuminoid (1:1, 1:2, 1:4) (b/b) and reaction time (0, 30, 60, 90, 120 minutes) in acid and base condition. Reaction products with variation in the ratio of chitosan-curcuminoid provide the highest DS (Degree of Substitution) value, that is equal to 0,578 for ratio chitosan-curcuminoid 1:4 (b/b). The length of reaction time due to the conventional method using magnetic stirring both in acid or base condition take effect on the absorbance value of curcuminoid residual reaction products.

Keywords : chitosan, curcuminoid, DD (Degree of Deacetylation), DS (Degree of Substitution)

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa karena atas karunia-Nya penulis mampu menyelesaikan penulisan naskah tugas akhir yang berjudul “Studi Isolasi Kitosan dari Cangkang Rajungan (*Portunus pelagicus*) dan Reaksinya dengan Senyawa Kurkuminoid” dengan baik. Ucapan terimakasih penulis sampaikan kepada :

1. Masruri, M.Si., Ph.D selaku Dosen Pembimbing I, dan Drs. Suratno, M.Sc. selaku Dosen Pembimbing II, yang telah meluangkan waktu, memberikan arahan dan saran serta membimbing dengan penuh kesabaran.
2. Dr. Edi Priyo Utomo, MS selaku Dosen Penguji Seminar Proposal dan Seminar Kemajuan.
3. Drs. Budi Kamulyan, M.Sc selaku Dosen Penguji Tugas Akhir yang telah memberikan saran kepada penulis.
4. Qonitah Fardiah, S.Si, M.Si selaku Dosen Penasihat Akademik, yang telah memberikan arahan dan bimbingan selama masa perkuliahan.
5. Ketua jurusan, seluruh dosen, karyawan serta laboran Jurusan Kimia atas segala fasilitas yang telah diberikan kepada penulis.
6. Bapak, Ibu serta keluarga besar yang telah memberikan dukungan doa, nasihat dan motivasi kepada penulis serta mendidik dengan penuh kesabaran.
7. Teman-teman angkatan 2009 dan 2010 atas kebersamaan dan dukungan kepada penulis serta semua pihak yang telah memberikan bantuan selama penulisan naskah skripsi.

Kritik dan saran yang membangun sangat penulis harapkan untuk penulisan naskah skripsi ini. Penulis juga berharap naskah skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi para pembaca.

Malang, Agustus 2014

Penulis



## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI</b> .....	ii
<b>LEMBAR PERNYATAAN</b> .....	iii
<b>ABSTRAK</b> .....	iv
<b>ABSTRACT</b> .....	v
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	vi
<b>DAFTAR ISI</b> .....	vii
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	ix
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xi
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xii
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	3
1.3 Batasan Masalah .....	3
1.4 Tujuan Penelitian.....	3
1.5 Manfaat Penelitian.....	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Kunyit.....	5
2.2 Kurkuminoid .....	6
2.3 Rajungan.....	6
2.4 Kitosan .....	8
2.5 Reaksi Pembentukan Imina .....	9
2.6 Spektrofotometer FTIR .....	10
2.7 Spektrofotometer UV-Visible .....	10
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b>	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian .....	11
3.2 Sampel dan Bahan Penelitian.....	11

3.2.1 Sampel penelitian .....	11
3.2.2 Bahan penelitian .....	11
3.3 Alat Penelitian .....	11
3.4 Tahapan Penelitian .....	11
3.5 Prosedur Kerja .....	12
3.5.1 Isolasi kitosan dari cangkang rajungan ( <i>P. pelagicus</i> ) .....	12
3.5.1.1 Preparasi cangkang rajungan .....	12
3.5.1.2 Demineralisasi .....	12
3.5.1.3 Deproteinasi .....	12
3.5.1.4 Depigmentasi .....	13
3.5.1.5 Deasetilasi kitin.....	13
3.5.1.5.1 Variasi konsentrasi basa .....	13
3.5.1.5.2 Variasi lama reaksi deasetilasi.....	13
3.5.1.6 Penentuan nilai derajat deasetilasi (DD) .....	14
3.5.1.7 Penentuan kadar air .....	14
3.5.2 Isolasi kurkuminoid dari kunyit ( <i>C. longa</i> Linn) ..	15
3.5.3 Reaksi substitusi kitosan-kurkuminoid.....	15
3.5.3.1 Variasi rasio kitosan-kurkuminoid .....	15
3.5.4 Stabilitas produk <i>hybride</i> kitosan-kurkuminoid ...	16
3.5.5 Karakterisasi dengan FTIR .....	16
3.5.6 Karakterisasi dengan spektrofotometer UV-Visible .....	16
3.6 Analisis Data .....	17

## **BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN**

4.1 Isolasi Kitin dari Cangkang Rajungan ( <i>P. pelagicus</i> ) ....	18
4.2 Isolasi Kitosan dari Cangkang Rajungan ( <i>P. pelagicus</i> ) .....	21
4.2.1 Optimalisasi deasetilasi kitin menjadi kitosan dengan variasi konsentrasi basa .....	22
4.2.2 Optimalisasi deasetilasi kitin menjadi kitosan dengan variasi lama reaksi deasetilasi .....	25
4.3 Isolasi Kurkuminoid dari Kunyit ( <i>C. longa</i> Linn).....	28
4.4 Reaksi Substitusi Kitosan dengan Kurkuminoid.....	31
4.4.1 Variasi rasio kitosan-kurkuminoid .....	31
4.4.2 Stabilitas produk <i>hybride</i> kitosan-kurkuminoid	

dalam suasana asam dan basa .....	35
4.5 Mekanisme Reaksi Pembentukan Produk <i>Hybride</i> Kitosan-Kurkuminoid .....	37
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b>	
5.1 Kesimpulan .....	40
5.2 Saran.....	40
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>41</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>49</b>

### DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1: Rimpang kunyit .....	5
Gambar 2.2: Kurkuminoid.....	6
Gambar 2.3: Rajungan .....	7
Gambar 2.4: Kitosan.....	8
Gambar 2.5: Mekanisme reaksi pembentukan imina .....	9
Gambar 4.1: Reaksi demineralisasi pada tahapan isolasi kitin dari cangkang rajungan.....	19
Gambar 4.2: Reaksi pada tahapan deproteinasi.....	19
Gambar 4.3: Spektra FTIR kitin hasil isolasi dari cangkang rajungan .....	20
Gambar 4.4: Reaksi deasetilasi kitin menjadi kitosan dengan menggunakan basa kuat.....	22
Gambar 4.5: Grafik hasil perhitungan derajat deasetilasi (DD) kitosan dengan variasi konsentrasi basa .....	23
Gambar 4.6: Spektra FTIR kitosan hasil isolasi dari cangkang rajungan dengan konsentrasi NaOH 70% .....	24
Gambar 4.7: Grafik hasil perhitungan derajat deasetilasi (DD) kitosan dengan variasi lama reaksi .....	26
Gambar 4.8: Spektra FTIR kitosan hasil isolasi dari cangkang rajungan dengan lama reaksi 24 jam .....	27
Gambar 4.9: Spektra FTIR senyawa kurkuminoid hasil isolasi dari rimpang kunyit ( <i>C. longa</i> Linn).....	30
Gambar 4.10: Spektra UV-Vis kurkuminoid hasil isolasi dari rimpang kunyit ( <i>C. longa</i> Linn).....	30

Gambar 4.11:	Spektra FTIR dari kitosan hasil isolasi dan kitosan hasil reaksi dengan kurkuminoid.....	32
Gambar 4.12:	Skema reaksi pembentukan produk <i>hybride</i> kitosan-kurkuminoid.....	33
Gambar 4.13:	Grafik nilai DS hasil reaksi kitosan-kurkuminoid dengan variasi rasio.....	33
Gambar 4.14:	Grafik nilai absorbansi kurkuminoid sisa hasil reaksi dengan variasi rasio kitosan dengan kurkuminoid.....	34
Gambar 4.15:	Spektra UV-Vis hasil reaksi dengan variasi rasio kitosan-kurkuminoid.....	35
Gambar 4.16:	Grafik pengaruh lama reaksi dengan nilai absorbansi kurkuminoid yang terlepas dari produk <i>hybride</i> kitosan-kurkuminoid (imina) dalam suasana asam.....	36
Gambar 4.17:	Grafik pengaruh lama reaksi dengan nilai absorbansi kurkuminoid yang terlepas dari produk <i>hybride</i> kitosan-kurkuminoid (imina) dalam suasana basa.....	37
Gambar 4.18:	Perkiraan mekanisme reaksi pembentukan produk <i>hybride</i> kitosan-kurkuminoid (imina).....	38
Gambar 4.19:	Perkiraan struktur produk <i>hybride</i> kitosan-kurkuminoid (imina).....	39
Gambar E:	Kurva hubungan konsentrasi kurkuminoid terhadap absorbansi hasil pengukuran dengan spektrofotometer UV-Vis.....	67

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1:	Komposisi zat kimia cangkang rajungan .....	8
Tabel 2.2:	Karakterisasi kitosan sesuai Standar Internasional (SI) .....	9
Tabel 4.1:	Rendemen kitin hasil isolasi dari cangkang rajungan ( <i>P. pelagicus</i> ) .....	18
Tabel 4.2:	Tabulasi data spektra FTIR kitin hasil isolasi dan literatur .....	21
Tabel 4.3:	Rendemen kitosan hasil optimalisasi konsentrasi basa .....	23
Tabel 4.4:	Tabulasi data spektra FTIR kitosan hasil isolasi dari cangkang rajungan ( <i>P. pelagicus</i> ) dengan variasi konsentrasi basa .....	24
Tabel 4.5:	Rendemen kitosan hasil optimalisasi lama reaksi .....	25
Tabel 4.6:	Tabulasi data spektra FTIR kitosan hasil isolasi dari cangkang rajungan dengan variasi lama reaksi .....	27
Tabel 4.7:	Rendemen kurkuminoid hasil isolasi dari rimpang kunyit ( <i>C. longa</i> Linn) segar .....	28
Tabel 4.8:	Nilai <i>retardation factor</i> ( $R_t$ ) sampel kurkuminoid pada KLT .....	29
Tabel 4.9:	Rendemen hasil reaksi kitosan-kurkuminoid dengan variasi rasio .....	31

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A.	Skema Kerja .....	49
A.1	Diagram Alir Penelitian.....	49
A.2	Isolasi Kitosan Cangkang Rajungan ( <i>P. pelagicus</i> ) .....	50
A.2.1	Preparasi cangkang rajungan.....	50
A.2.2	Demineralisasi .....	50
A.2.3	Deproteinasi .....	51
A.2.4	Depigmentasi.....	52
A.2.5	Deasetilasi kitin .....	53
A.2.5.1	Variasi konsentrasi basa .....	53
A.2.5.2	Variasi lama reaksi .....	54
A.2.6	Penentuan nilai derajat deasetilasi (DD) .....	54
A.3	Isolasi Senyawa Kurkuminoid dari Kunyit ( <i>C. longa</i> Linn).....	55
A.4	Reaksi Kitosan dengan Kurkuminoid.....	56
A.4.1	Variasi rasio kitosan-kurkuminoid .....	56
A.4.2	Variasi lama reaksi kitosan-kurkuminoid dalam suasana asam.....	57
A.4.3	Variasi lama reaksi kitosan-kurkuminoid dalam suasana basa.....	58
Lampiran B.	Tabel Perlakuan Reaksi Kitosan-Kurkuminoid..	59
B.1	Variasi Rasio Kitosan-Kurkuminoid .....	59
B.2	Variasi Waktu <i>Stirrer</i> Reaksi Kitosan-Kurkuminoid dalam Suasana Asam	

	dan Basa .....	59
Lampiran C.	Tabel Data Hasil Penelitian.....	59
C.1	Rendemen Hasil Reaksi Deasetilasi.....	59
C.1.1	Variasi konsentrasi basa .....	59
C.1.2	Variasi lama reaksi deasetilasi .....	59
C.2	Nilai Derajat Deasetilasi (DD) Kitosan.....	60
C.2.1	Variasi konsentrasi basa .....	60
C.2.2	Variasi lama reaksi deasetilasi .....	60
C.3	Rendemen Hasil Reaksi Kitosan-Kurkuminoid ..	60
C.3.1	Rendemen hasil reaksi .....	60
C.3.2	Rendemen hasil reaksi dalam suasana asam .....	61
C.3.3	Rendemen hasil reaksi dalam suasana basa .....	61
C.3.4	Variasi rasio kitosan-kurkuminoid .....	61
Lampiran D.	Perhitungan .....	61
D.1	Rendemen Hasil Isolasi Kitin.....	61
D.2	Perhitungan Derajat Deasetilasi (DD).....	62
D.3	Perhitungan Kadar Air .....	62
D.4	Rendemen Hasil Isolasi Kurkuminoid .....	63
D.5	Perhitungan Preparasi Larutan .....	63
D.5.1	Pembuatan larutan induk kurkuminoid 500 ppm.....	63
D.5.2	Pembuatan larutan kurva baku .....	64
Lampiran E.	Kurva Baku Kurkuminoid.....	66
E.1	Pembuatan Kurva Baku Kurkuminoid .....	66
E.1.1	Kurva baku kurkuminoid .....	66
Lampiran F.	Spektra Hasil Karakterisasi Senyawa.....	68
F.1	Spektra FTIR Kitosan Variasi Konsentrasi NaOH .....	68
F.1.1	Spektra FTIR kitosan NaOH 50%.....	68
F.1.2	Spektra FTIR kitosan NaOH 60% .....	68
F.2	Spektra FTIR Kitosan Variasi Lama Reaksi Deasetilasi .....	69
F.2.1	Spektra FTIR kitosan 9 jam .....	69
F.2.2	Spektra FTIR kitosan 16 jam .....	69
F.3	Spektra FTIR Reaksi Kitosan-Kurkuminoid Variasi Rasio .....	70
F.3.1	Spektra FTIR kitosan-kurkuminoid (1:1).....	70
F.3.2	Spektra FTIR kitosan-kurkuminoid (1:2).....	70

F.3.3	Spektra FTIR kitosan-kurkuminoid (1:4).....	71
F.4	Hasil Analisis Kurkuminoid dengan KLT.....	71
Lampiran G.	Dokumentasi Penelitian.....	72
G.1	Isolasi Kitosan dari Cangkang Rajungan ( <i>P. pelagicus</i> ) .....	72
G.1.1	Preparasi cangkang rajungan.....	72
G.1.2	Deminalisasi .....	72
G.1.3	Deproteinasi .....	72
G.1.4	Depigmentasi.....	73
G.1.5	Deasetilasi .....	73
G.2	Isolasi Kurkuminoid dari Rimpang Kunyit .....	73
G.2.1	Ekstraksi dengan n-heksana .....	73
G.2.2	Kurkuminoid hasil isolasi dari rimpang kunyit segar .....	74
G.3	Hasil Reaksi Kitosan-Kurkuminoid .....	74
G.3.1	Variasi rasio kitosan-kurkuminoid .....	74
G.3.2	Variasi lama reaksi kitosan-kurkuminoid dalam suasana asam.....	74
G.3.3	Variasi lama reaksi kitosan-kurkuminoid dalam suasana basa.....	75



UNIVERSITAS BRAWIJAYA



UNIVERSITAS BRAWIJAYA



# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Tanaman kunyit (*Curcuma longa* Linn) merupakan salah satu produk utama pertanian dari sektor umbi-umbian di Indonesia [1]. Tanaman ini mengandung senyawa golongan kurkuminoid sebagai komponen metabolit sekunder penting [2]. Struktur dasar molekul kurkuminoid ini adalah golongan fenolik dengan rantai atom karbonnya adalah C<sub>6</sub>-C<sub>3</sub>-C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub>. Pada bagian C<sub>6</sub> adalah gugus fenolik, sedangkan pada bagian C<sub>3</sub> mengandung gugus karbonil yang terkonjugasi dengan alkena [3]. Bioaktivitas yang pernah dilaporkan dari senyawa ini antara lain sebagai antiinflamasi, antioksidan, antikarsinogenik, dan antibakteri [4]. Pada rimpang kunyit segar dapat mengandung kurkuminoid antara 0,5-6% [5], sedangkan pada rimpang kering 1,8-5,4% [6].

Di sisi lain, Indonesia juga merupakan salah satu negara pengeksport produk olahan hasil perikanan. Salah satunya adalah hasil olahan dari rajungan (*Portunus pelagicus*). Menurut Asosiasi Pengelola Rajungan Indonesia (APRI) [7], total produksi rajungan Indonesia mencapai 30.000 ton/tahun, dan hasil produk ini sebagian besar untuk kebutuhan ekspor dalam bentuk kemasan kaleng dari bagian tubuhnya yang kaya protein. Sehingga dari proses produksi ini menyisakan limbah cangkang rajungan. Dilaporkan oleh Srijanto [8], bahwa berat cangkang rajungan adalah antara 40-60% dari berat total rajungan. Sehingga rata-rata limbah cangkang ini dapat mencapai 30.000-40.000 ton per tahunnya.

Beberapa penelitian yang terkait ini menyebutkan bahwa cangkang kulit golongan hewan kepiting termasuk didalamnya rajungan mengandung kitin [9-10]. Kitin ini dapat dikonversi menjadi kitosan melalui reaksi deasetilasi. Satu laporan menyebutkan bahwa kandungan kitin ataupun kitosan dalam cangkang rajungan bisa mencapai sekitar 22,66% [11]. Sehingga limbah cangkang rajungan ini sangat berpotensi menjadi produk yang lebih bernilai, yaitu kitosan. Kitosan merupakan polisakarida rantai lurus yang disusun oleh monomer-monomer glukosamina (glukosa yang gugus -OH pada atom C<sub>2</sub> tersubstitusi dengan gugus amino, -NH<sub>2</sub>). Antar

monomer ini saling berikatan silang membentuk ikatan glikosida [12-13]. Pada molekul kitin, gugus amino  $-NH_2$  ini mengikat gugus asetil ( $-CH_3CO$ ). Sehingga semakin banyak gugus asetil pada kitin yang terlepas (terdeasetilasi), maka semakin banyak struktur molekul kitosan yang diperoleh. Nilai ini digambarkan sebagai derajat deasetilasi (DD). Nilai DD ini juga menunjukkan tingkat kelarutan kitosan. Besarnya nilai DD kitosan dipengaruhi oleh faktor seperti sumber material atau bahan dari kitin yang digunakan dan reaksi deasetilasi. Sangat jelas jika sumber bahan kitin yang berbeda berpengaruh pada kitosan yang diperoleh. Sedangkan kondisi reaksi deasetilasi yang berpengaruh terhadap nilai DD, antara lain konsentrasi basa, suhu, dan lama reaksi yang digunakan dalam proses deasetilasi kitin [14]. Puspawati dan Simpen [15] melakukan optimalisasi reaksi deasetilasi kitin yang berasal dari cangkang kepiting asal Bali dengan variasi konsentrasi NaOH 50%, 55%, dan 60%. Kitosan yang diperoleh mempunyai nilai DD 74,66%; 77,25%; dan 88,04%. Yen, dkk [10] mempelajari pengaruh lama reaksi deasetilasi terhadap nilai DD kitosan. Sampel yang digunakan adalah kitin dari kulit cangkang kepiting asal China. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa dengan meningkatnya lama reaksi, nilai DD kitosan semakin meningkat. Lebih lanjut dilaporkan juga bahwa reaksi deasetilasi pada suhu 105 °C menggunakan NaOH 40% dengan lama reaksi deasetilasi 60, 90, dan 120 menit dihasilkan kitosan dengan nilai DD sebesar 83,3%; 88,4%; dan 93,3%. Berdasarkan hasil penelitian Puspawati dan Simpen [15], serta Yen, dkk [10], penelitian ini diarahkan untuk melakukan optimalisasi reaksi deasetilasi kitin menjadi kitosan dengan melakukan variasi konsentrasi NaOH dan lama reaksi, sedangkan suhu dibuat konstan.

Untuk melihat aplikasi dari kitosan yang telah dihasilkan, produk ini digunakan dalam reaksi organik pada pembentukan imina menggunakan senyawa kurkuminoid sebagai sumber karbonilnya. Secara teori, gugus amino ( $-NH_2$ ) pada kitosan dapat bereaksi dengan gugus karbonil ( $C=O$ ) dari kurkuminoid melalui reaksi substitusi nukleofilik. Produk yang dihasilkan adalah senyawa imina dengan gugus fungsi ( $-C=N-$ ) ataupun enamina ( $-C=C-N-$ ) [16]. Struktur produk senyawa imina ataupun enamina adalah penggabungan struktur kitosan dan kurkuminoid. Sehingga potensi aplikasi dari struktur *hybride* kitosan-kurkuminoid ini juga sangat menarik untuk

dievaluasi. Beberapa publikasi sejenis yang melaporkan terkait penggunaan kitosan adalah oleh Herdini, dkk [17] dalam penggunaan gel kitosan-alginat-glutaraldehid dalam mikroenkapsulasi senyawa kurkuminoid. Ratul, dkk [18] menggunakan tripolimer yang tersusun atas alginat, kitosan, dan pluronat sebagai bahan untuk enkapsulasi kurkuminoid dalam menghambat pertumbuhan sel kanker. Namun demikian, struktur imina dan ataupun enamina ini bersifat tidak stabil. Pada suasana asam maupun basa, senyawa imina dan enamina dapat terhidrolisis menjadi bahan dasarnya. Maka usulan penelitian ini sekaligus mempelajari kestabilan produk *hybride* kitosan-kurkuminoid dalam suasana asam dan basa.

### **1.2 Rumusan Masalah**

Berdasarkan uraian latar belakang di atas, maka usulan penelitian ini dirumuskan untuk mempelajari permasalahan sebagai berikut :

1. Bagaimana proses isolasi dan kondisi optimum reaksi deasetilasi kitosan dari cangkang rajungan (*Portunus pelagicus*)?
2. Bagaimana reaksi kitosan dan kurkuminoid hasil isolasi dari rimpang kunyit (*Curcuma longa* Linn)?
3. Bagaimana kestabilan produk *hybride* kitosan-kurkuminoid dalam suasana asam dan basa?

### **1.3 Batasan Masalah**

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah :

1. Metode deasetilasi kitosan yang digunakan adalah refluks dengan variasi lama reaksi deasetilasi (9, 16, dan 24 jam) dan konsentrasi basa natrium hidroksida (50, 60, dan 70%) pada suhu 100 °C.
2. Reaksi pembentukan produk *hybride* kitosan-kurkuminoid dilakukan dalam suasana asam dan basa dengan variasi lama reaksi 0, 30, 60, 90, dan 120 menit, serta variasi rasio kitosan-kurkuminoid yaitu 1:1, 1:2, dan 1:4 (b/b).

### **1.4 Tujuan Penelitian**

Tujuan dilakukan penelitian ini adalah :

1. Mengisolasi kitosan dari cangkang rajungan (*Portunus pelagicus*) dan mempelajari proses reaksi deasetilasinya.

2. Mempelajari reaksi pembentukan produk *hybride* kitosan-kurkuminoid (variasi rasio).
3. Mempelajari stabilitas produk *hybride* kitosan-kurkuminoid dalam suasana asam dan basa.

### 1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian dalam jangka pendek adalah diperoleh prosedur optimum untuk mendapatkan kitosan dengan nilai DD (Derajat Deasetilasi) yang tinggi dari sampel rajungan lokal asal Probolinggo, serta karakteristiknya. Disamping itu diperolehnya senyawa *hybride* kitosan-kurkuminoid, dan diketahui kestabilannya dalam suasana asam dan basa. Dalam jangka panjang manfaat yang diperoleh dari penelitian yang dilakukan adalah terbukanya peluang pemanfaatan cangkang rajungan (*Portunus pelagicus*).



## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Kunyit

Kunyit termasuk salah satu jenis tanaman rempah-rempah yang berasal dari Asia Tenggara. Bagian tanaman kunyit yang dapat dimanfaatkan adalah rimpangnya [19]. Secara umum, rimpang kunyit banyak dimanfaatkan sebagai bumbu dapur, pemberi warna masakan dan minuman, serta stimulan. Selain itu, rimpang kunyit juga banyak dimanfaatkan sebagai obat tradisional untuk penambah nafsu makan, obat luka dan gatal, antiradang (antiinflamasi), antibakteri, dan sesak nafas [20-21].

Komposisi rimpang kunyit segar yaitu 13,1% air; 6,3% protein; 5,1% lemak; 69,4% karbohidrat; 3,5% abu; 2,6% serat; 1,3-6% minyak atsiri; dan 0,5-6% kurkumin [5]. Minyak atsiri rimpang kunyit terdiri dari senyawa  $\alpha$ -felandren (1%), sabinen (0,6%), sineol (1%), borneol (0,5%), zingiberen (25%), dan seskuiterpen (53%) [22].



**Gambar 2.1:** Rimpang kunyit [23]

Kunyit termasuk dalam kingdom tumbuh-tumbuhan (*Plantae*) dengan klasifikasi [4]:

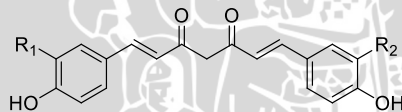
Divisio	: <i>Magnoliophyta</i>	Famili	: <i>Zingiberaceae</i>
Kelas	: <i>Liopsida</i>	Genus	: <i>Curcuma</i>
Sub Kelas	: <i>Zingiberidae</i>	Spesies	: <i>Curcuma longa</i>
Ordo	: <i>Zingiberales</i>		

Beberapa nama daerah di Indonesia antara lain kuning (Gayo), kunyir, koneng, koneng temen (Jawa Barat), konye, temokoneng (Madura), kunir (Lampung), kunyi (Makassar), kewungi, sawu, kuneh, guni (Flores), kumino, unin, unine, uninum (Ambon), rame, kandeifu, nikwai, mingguai, jaw (Irian), dan kunyet (Aceh) [24].

Kunyit mempunyai banyak keunggulan dibandingkan dengan famili tanaman lain, antara lain dapat digunakan sebagai tanaman obat keluarga (TOGA), tidak membutuhkan areal penanaman yang luas sehingga dapat ditanam di pekarangan rumah sebagai apotek hidup keluarga, dan mudah beradaptasi dengan iklim dan cuaca sehingga perawatannya tidak terlalu sulit [24].

## 2.2 Kurkuminoid

Kurkuminoid merupakan salah satu jenis senyawa golongan fenolik yang terkandung dalam rimpang kunyit (*C. longa* Linn), terdiri atas 3 komponen yaitu kurkumin, bisdemetoksikurkumin, dan demetoksikurkumin [2]. Kandungan kurkuminoid dalam rimpang kunyit adalah 3% [25]. Kurkuminoid memiliki karakteristik senyawa yang khas dari kurkumin, yaitu berupa serbuk berwarna kuning dengan aroma yang khas dan tidak bersifat toksik. Kurkuminoid tidak larut dalam air terutama dalam suasana asam, akan tetapi larut dalam pelarut organik, seperti alkohol, asam asetat glasial, dan aseton. Kurkuminoid cenderung bersifat tidak stabil dan mengalami degradasi dengan adanya cahaya membentuk asam ferulat [26]. Struktur senyawa kurkuminoid disajikan pada gambar di bawah ini [27]:



Nama senyawa		R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>
Kurkumin	(C <sub>21</sub> H <sub>20</sub> O <sub>6</sub> )	OCH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>
Demetoksikurkumin	(C <sub>20</sub> H <sub>18</sub> O <sub>5</sub> )	H	OCH <sub>3</sub>
Bisdemetoksikurkumin	(C <sub>19</sub> H <sub>16</sub> O <sub>4</sub> )	H	H

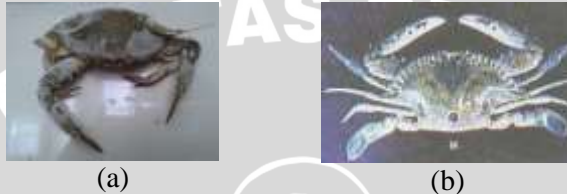
**Gambar 2.2:** Struktur molekul senyawa kurkuminoid

## 2.3 Rajungan

Rajungan merupakan hewan dasar laut yang termasuk salah satu jenis famili *Portunidae*. Habitat rajungan dapat ditemukan hampir di seluruh perairan Indonesia [28], yaitu daerah pantai berpasir lumpur dan perairan hutan *mangrove* [29]. Rajungan hidup dengan membenamkan tubuhnya ke dalam pasir [30]. Rajungan di



perairan pantai mempunyai berat rata-rata 100 gram dengan lebar cangkang 8-13 cm, sedangkan rajungan di perairan lebih dalam mempunyai berat rata-rata 200 gram dengan lebar cangkang 12-15 cm. Cangkang rajungan memiliki 9 buah duri yang terletak di dekat mata kanan dan kiri. Duri yang terakhir merupakan titik ukuran lebar cangkang dan berukuran lebih panjang dibandingkan duri lainnya [31].



**Gambar 2.3:** Rajungan (a) spesies *Portunus pelagicus* [32] dan (b) *Portunus sanguinolentus* [31]

Rajungan termasuk dalam kingdom *Arthropoda* dengan klasifikasi sebagai berikut [29]:

Kelas	: <i>Crustacea</i>	Famili	: <i>Portunidae</i>
Sub Kelas	: <i>Malacostraca</i>	Genus	: <i>Portunus</i>
Ordo	: <i>Eucaridae</i>	Spesies	: <i>Portunus pelagicus</i>
Sub Ordo	: <i>Decapoda</i>		

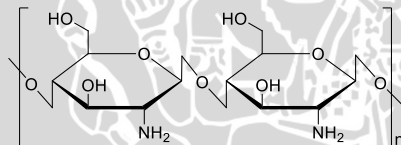
Rajungan jantan mempunyai ukuran tubuh lebih besar dengan capit yang lebih panjang dibandingkan betina [33]. Rajungan jantan berwarna biru dengan bercak putih terang, mempunyai abdomen sempit dan meruncing ke depan. Sedangkan rajungan betina berwarna hijau kotor dengan bercak putih kotor, mempunyai abdomen melebar dan membulat untuk menyimpan telur [31]. Komposisi kimia dalam cangkang rajungan yang pernah dilaporkan adalah [13]:

**Tabel 2.1:** Komposisi zat kimia cangkang rajungan

Zat	Bobot (gram)	Kadar (%)
Protein	43,38	43,38
Mineral	2,71	2,71
Zat warna	3,70	3,70
Kitin	50,21	50,21
Kitosan	22,66	22,66

#### 2.4 Kitosan

Kitosan adalah produk deasetilasi kitin yang merupakan polisakarida rantai lurus yang tersusun dari monomer-monomer glukosamin yang saling berikatan dengan ikatan glikosida [11-12]. Kitosan juga merupakan biopoliaminosakarida yang terkandung dalam berbagai organisme, meliputi eksoskeleton dari *Crustacea*, seperti kepiting, udang, lobster, dan dinding sel beberapa jenis fungi (*Aspergillus*, *Zygomycetes*, dan *Mucor*). Struktur kimia kitosan terdiri dari polimer  $\beta$ -(1 $\rightarrow$ 4)-D-glukosamin dan N-asetil- $\beta$ -(1 $\rightarrow$ 4)-D-glukosamin. Struktur senyawanya seperti pada Gambar 2.4 [11].



**Gambar 2.4:** Struktur kitosan

Morfologi kitosan berupa serbuk berwarna putih kekuningan, dengan berat molekul  $2,5 \times 10^5$  Dalton [34]. Kitosan mudah larut dalam asam organik, seperti asam asetat dan asam sitrat [35]. Kitosan mempunyai gugus amino yang dapat mengalami protonasi pada  $\text{pH} < 6,5$  [36]. Kitosan mengandung nitrogen lebih dari 7%, dengan derajat deasetilasi  $> 75\%$  [37-38]. Data karakterisasi kitosan sesuai Standar Internasional disajikan pada Tabel 2.2 [39].

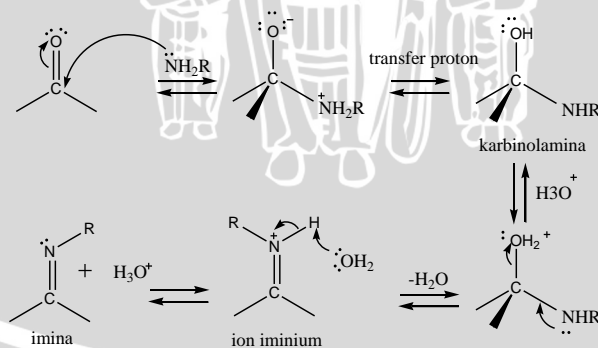
**Tabel 2.2:** Karakterisasi kitosan sesuai Standar Internasional (SI)

Parameter	Standar Internasional (SI)
Ukuran partikel	Butiran atau bubuk < 2 mm
Kadar air	< 10%
Kadar abu	< 2%
Kadar protein	-
Derajat deasetilasi	Minimal 70%
Bau	Tidak berbau
Warna larutan	Jernih
Viskositas	200-799 cps

## 2.5 Reaksi Pembentukan Imina

Kitosan merupakan polisakarida rantai lurus yang tersusun atas monomer glukosamin, dengan adanya gugus amino ( $-\text{NH}_2$ ) yang terikat pada atom  $\text{C}_2$  [11-12]. Gugus amino ( $-\text{NH}_2$ ) pada kitosan adalah nukleofilik yang dapat menyerang gugus karbonil ( $\text{C}=\text{O}$ ) dari kurkuminoid yang bersifat elektrofilik. Sehingga atom O pada karbonil ( $\text{C}=\text{O}$ ) akan terlepas sebagai  $-\text{OH}$  atau  $\text{H}_2\text{O}$ , sehingga akan dihasilkan gugus baru  $-\text{C}=\text{N}-$  pada senyawa imina [16].

Reaksi pembentukan imina dalam suasana asam dan basa bersifat reversibel dan terjadi penyerangan amina primer pada gugus karbonil, diikuti dengan transfer proton dari nitrogen ke oksigen membentuk karbinolamin. Karbinolamin mengalami protonasi dan reduksi  $\text{H}_2\text{O}$  sehingga akan terbentuk produk berupa senyawa imina. Mekanisme reaksi pembentukan senyawa imina dalam suasana asam dan basa disajikan pada Gambar 2.5 [16].



**Gambar 2.5:** Mekanisme pembentukan imina

## 2.6 Spektrofotometer FTIR

*Fourier Transform Infrared Spectrophotometry* (FTIR) adalah suatu metode analisa kuantitatif dan kualitatif untuk mengidentifikasi gugus fungsional yang terdapat dalam suatu sampel, baik senyawa organik maupun anorganik [40]. Prinsip kerja spektrofotometri FTIR sama dengan spektrofotometri inframerah, akan tetapi FTIR dilengkapi dengan alat optik (*fourier transform*) sehingga menghasilkan spektra dengan resolusi yang lebih baik dibandingkan spektrofotometri inframerah biasa [38]. Radiasi yang berasal dari sumber inframerah dipancarkan dan menumbuk sampel. Sebagian radiasi inframerah diserap dan sebagian diteruskan (ditransmisikan). Hasil interaksi berupa spektrum yang menunjukkan serapan dan transmisi molekul, serta menggambarkan gugus fungsi dan sidik jari (*fingerprint*) dari sampel [41].

## 2.7 Spektrofotometer UV-Visible

Spektrofotometer UV-Vis adalah salah satu metode analisis kuantitatif untuk pengukuran sampel berupa larutan ataupun padatan pada daerah panjang gelombang ultraviolet (200-400 nm) dan sinar tampak (400-750 nm) [42]. Sinar UV-Vis yang berasal dari sumber radiasi berupa lampu deuterium dapat diserap oleh gugus kromofor organik seperti karbonil, alkena, azo, nitrat, dan karboksil untuk melakukan transisi elektronik. Data yang diperoleh dari hasil pengukuran berupa spektrum yang menggambarkan hubungan antara panjang gelombang dengan absorbansi sampel [43-44].

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dimulai bulan Pebruari hingga Juni 2014 dan dilaksanakan di Laboratorium Kimia Organik dan UPT Instrumentasi Jurusan Kimia, serta Laboratorium Fisiologi Hewan Jurusan Biologi Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya.

#### **3.2 Sampel dan Bahan Penelitian**

##### **3.2.1 Sampel penelitian**

Rimpang kunyit diperoleh dari Pasar Tradisional Dinoyo, Malang. Sedangkan cangkang rajungan diperoleh dari Petani Nelayan di Desa Banjar Sari, Kecamatan Sumberasih, Kabupaten Probolinggo. Rajungan ini juga di uji taksonomi di Laboratorium Fisiologi Hewan, Jurusan Biologi, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya oleh Amin S. Leksono, Ph.D.

##### **3.2.2 Bahan penelitian**

Bahan kimia yang digunakan antara lain asam klorida (Smart Lab), natrium hidroksida (Bratachem), aquades (Smart Lab), asam asetat glasial (Smart Lab), aseton (Smart Lab), etanol (Bratachem), kloroform (Bratachem), n-heksana (Bratachem), plat KLT *pre-coated* silika gel GF<sub>254</sub> (Merck), kertas saring, dan pH indikator.

#### **3.3 Alat penelitian**

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah spektrofotometer inframerah (Shimadzu FTIR-8400S), UV-Visible 1601 SHIMADZU, seperangkat alat gelas, *hotplate stirrer*, *magnetic stirrer*, mortar, cawan porselen, ayakan 50 dan 60 mesh, *rotary evaporator vacuum*, oven (Memmert), desikator, dan neraca analitik (Ohaus Pioneer PA214).

#### **3.4 Tahapan Penelitian**

Tahapan kerja penelitian ini meliputi :

1. Isolasi kitosan dari cangkang rajungan (*P. pelagicus*). Isolasi diawali dengan (a) melakukan penyiapan sampel cangkang

rajungan, (b) demineralisasi, (c) deproteinasi, (d) depigmentasi, serta (e) deasetilasi. Tahapan (a-d) merupakan prosedur standar preparasi kitin. Sedangkan tahapan (e) adalah proses reaksi deasetilasi kitin untuk menghasilkan kitosan. Proses ini dilakukan studi variasi konsentrasi basa dan lama reaksi untuk menghasilkan derajat deasetilasi tinggi.

2. Isolasi senyawa kurkuminoid dari kunyit (*Curcuma longa* Linn).
3. Mempelajari reaksi kitosan dengan kurkuminoid. Tahapan ini dikerjakan untuk mempelajari (a) variasi rasio kitosan dengan kurkuminoid (1:1, 1:2, dan 1:4 (b/b)), serta (b) variasi lama reaksi (0, 30, 60, 90, dan 120 menit) kitosan dengan kurkuminoid terhadap proses terbentuknya produk *hybride* kitosan-kurkuminoid dalam suasana asam dan basa.
4. Karakterisasi kitosan, kurkuminoid serta produk *hybride* kitosan-kurkuminoid menggunakan spektrofotometer FTIR dan UV-Vis.

### **3.5 Prosedur Kerja**

#### **3.5.1 Isolasi kitosan cangkang rajungan (*P. pelagicus*)**

##### **3.5.1.1 Preparasi cangkang rajungan**

Cangkang rajungan dicuci dan dikeringkan di bawah sinar matahari langsung selama  $\pm 7$  hari. Cangkang yang kering kemudian dihaluskan dengan mortar dan disaring dengan ayakan 50 mesh. Sampel cangkang ini selanjutnya diproses mengikuti prosedur Yen, dkk [10], Felicity, dkk [9], dan Weska, dkk [45] dengan sedikit modifikasi.

##### **3.1.5.2 Demineralisasi**

Sebanyak 50 gram serbuk cangkang rajungan ditambahkan 200 mL asam klorida 2 N pada suhu kamar (25 °C). Kemudian dilakukan pengadukan dengan *magnetic stirrer* selama 24 jam. Campuran yang diperoleh disaring dan padatan yang diperoleh dicuci dengan aquades hingga pH netral. Hasil ini kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C, didinginkan dalam desikator, dan ditimbang hingga diperoleh berat konstan untuk proses selanjutnya.

##### **3.5.1.3 Deproteinasi**

Serbuk cangkang rajungan yang telah hilang kandungan mineralnya, ditimbang sebanyak 8 gram dan dimasukkan ke dalam

labu leher tiga-100 mL. Ditambahkan 80 mL natrium hidroksida 4% dan dipanaskan pada suhu refluks (sekitar 100 °C) selama 12 jam, disertai pengadukan dengan *magnetic stirrer*. Hasil yang diperoleh disaring, dicuci dengan air hingga pH netral. Padatan yang dihasilkan adalah kitin yang masih kotor. Kitin ini kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C, didinginkan dalam desikator, dan ditimbang hingga diperoleh berat konstan untuk proses depigmentasi.

#### **3.5.1.4 Depigmentasi**

Kitin yang diperoleh dari tahapan demineralisasi dan deproteinasi sebanyak 7 gram ditambahkan 70 mL etanol 96%. Campuran ini diaduk dengan *magnetic stirrer* dan disaring dengan menggunakan kertas saring. Padatan yang diperoleh dicuci dengan campuran aquades panas:aseton (1:1). Pencucian dilakukan sebanyak 2 kali, kemudian disaring kembali dan dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C. Hasil yang diperoleh adalah kitin yang siap untuk proses deasetilasi.

#### **3.5.1.5 Deasetilasi kitin**

##### **3.5.1.5.1 Variasi konsentrasi basa**

Sebanyak 4 gram kitin dalam labu alas bulat-100 mL ditambah dengan 80 mL natrium hidroksida 50%. Campuran ini direfluks (tercatat sekitar 100 °C) selama 120 menit. Hasil refluks disaring dan dicuci dengan air hingga pH netral. Padatan yang diperoleh adalah kitosan, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C, didinginkan dalam desikator, dan ditimbang hingga diperoleh berat konstan. Kemudian dianalisis dengan spektrofometer FTIR dan dihitung nilai derajat deasetilasinya (DD).

Prosedur yang sama dengan diatas dilakukan dengan menggunakan konsentrasi natrium hidroksida 60% dan 70%.

##### **3.5.1.5.2 Variasi lama reaksi deasetilasi**

Sebanyak 4 gram kitin dalam labu alas bulat-100 mL ditambah dengan 80 mL natrium hidroksida 70%. Campuran ini direfluks pada suhu 100 °C dengan lama reaksi 9 jam. Hasil reaksi kemudian disaring, dan dicuci dengan aquades hingga pH netral. Padatan yang diperoleh adalah kitosan dan dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C, didinginkan dalam desikator, dan ditimbang hingga

diperoleh berat konstan. Kemudian dianalisis dengan spektrofometer FTIR dan dihitung nilai derajat deasetilasinya (DD).

Prosedur yang identik dengan diatas dilakukan dengan lama reaksi 16 dan 24 jam.

### 3.5.1.6 Penentuan nilai derajat deasetilasi (DD)

Kitosan ditimbang sebanyak 5 mg, dicampur secara homogen dengan 95 mg kalium bromida (1:1000). Campuran ini dihaluskan dengan mortar, dibuat sebagai *pellet* KBr dan dianalisis menggunakan spektrofotometer FTIR. Absorbansi pada panjang gelombang 1655 dan 3450  $\text{cm}^{-1}$  digunakan untuk menghitung derajat deasetilasi dengan menggunakan persamaan 3.1 dari Khan, dkk [38].

$$\% \text{ DD} = 1 - \left[ \left( \frac{A_{1655}}{A_{3450}} \right) \times \frac{1}{1,33} \right] \times 100\% \quad (3.1)$$

dimana  $A_{1655}$  adalah nilai absorbansi pada bilangan gelombang 1655  $\text{cm}^{-1}$  sedangkan  $A_{3450}$  adalah nilai absorbansi pada bilangan gelombang 3450  $\text{cm}^{-1}$ . Nilai 1,33 adalah tetapan yang diperoleh dari perbandingan  $A_{1655}/A_{3450}$  untuk kitosan dengan asetilasi penuh [38].

### 3.5.1.7 Penentuan kadar air

Cawan porselen yang akan digunakan dikeringkan dalam oven pada suhu 105 °C selama 15 menit. Kemudian didinginkan dalam desikator selama 10 menit, ditimbang dengan neraca analitik (B1). Sebanyak 5 gram sampel dimasukkan dalam cawan (B2), kemudian dioven pada suhu 105 °C selama 3 jam. Cawan yang berisi sampel ini didinginkan dalam desikator, dan ditimbang (B3). Cawan berisi sampel ini kembali dioven selama 1 jam, didinginkan dalam desikator, dan ditimbang kembali. Proses pengeringan ini dilakukan hingga diperoleh berat konstan. Persamaan untuk menghitung kadar air pada persamaan 3.2 [46] :

$$\text{Kadar air (\%)} = \frac{B_2 - B_3}{B_2 - B_1} \times 100\% \quad (3.2)$$



dimana  $B_1$  adalah massa cawan kosong (g),  $B_2$  adalah massa cawan dan sampel awal (g), sedangkan  $B_3$  adalah massa cawan dan sampel yang telah dikeringkan (g).

### 3.5.2 Isolasi kurkuminoid dari kunyit (*C. longa* Linn)

Prosedur isolasi dikerjakan mengikuti Jaggi, dkk [47] dengan sedikit modifikasi. Rimpang kunyit (*C. longa* Linn) sebanyak 3 kg dikupas, diiris tipis-tipis, dan dihaluskan dengan cara diblender. Sebanyak 100 gram rimpang kunyit halus dimasukkan ke dalam gelas kimia-500 mL dan dilarutkan dengan aquades, ditambah dengan larutan natrium hidroksida 4% hingga mencapai pH 10-11. Campuran ini kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 15 menit dan disaring. Filtrat yang diperoleh ditambah dengan asam asetat sedikit demi sedikit hingga pH antara 4-6. Selanjutnya filtrat ini diekstraksi dengan n-heksana dan dievaporasi menggunakan *rotary evaporator vacuum*. Produk yang diperoleh adalah kurkuminoid yang berwarna kuning bening dan dianalisis menggunakan spektrofotometer FTIR, UV-Vis dan Kromatografi Lapis Tipis (KLT).

### 3.5.3 Reaksi substitusi kitosan-kurkuminoid

#### 3.5.3.1 Variasi rasio kitosan-kurkuminoid

Prosedur reaksi dikerjakan berdasarkan penelitian Feroz, dkk [3] dengan modifikasi. Sebanyak 20 mg kitosan dilarutkan dengan sedikit aquades, dan dicampurkan dengan kurkuminoid yang telah larut dalam etanol 96%, yaitu 0,5 mL, 1 mL dan 2 mL. Dilakukan variasi rasio kitosan dan kurkuminoid (b/b), yaitu 1:1, 1:2, dan 1:4 dalam botol vial 10 mL. Diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 2 jam. Hasil yang diperoleh disaring dengan menggunakan kertas saring. Padatan yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C, didinginkan dalam desikator, dan ditimbang hingga diperoleh berat konstan.

Penentuan nilai derajat substitusi (DS) dapat dilakukan dari analisis data spektra FTIR dengan persamaan 3.3 [46] :

$$DS = \frac{0,76 \times A_{CO}}{A_{OH}} \quad (3.3)$$

dimana DS adalah derajat substitusi,  $A_{CO}$  adalah nilai absorbansi pada gugus karbonil (C=O), sedangkan  $A_{OH}$  adalah nilai absorbansi pada gugus hidroksil (-OH).

### 3.5.4 Stabilitas produk *hybride* kitosan-kurkuminoid

Sebanyak 20 mg kitosan dilarutkan dalam sedikit aquades, kemudian dicampurkan dengan kurkuminoid yang telah dilarutkan dalam 1 mL etanol 96%. Kemudian ditambahkan *buffer* pH 5 dan dilakukan reaksi menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu kamar (25 °C) selama 120 menit. Selama proses reaksi berlangsung hingga 120 menit, dilakukan *sampling* pada menit ke 0, 30, 60, 90, dan 120 menit. Campuran yang diperoleh disaring menggunakan kertas saring. Kemudian padatan yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada temperatur 100 °C, didinginkan dalam desikator, dan ditimbang hingga diperoleh berat konstan.

Prosedur yang sama dengan diatas dikerjakan, namun dalam suasana basa dengan menambahkan *buffer* pH 8.

### 3.5.5 Karakterisasi dengan FTIR

Karakterisasi kitosan dilakukan menggunakan FTIR SHIMADZU 8400S (interferometer tipe Michelson, sistem optik sinar tunggal, sumber IR : keramik globular, S/N rasio 20000:1, dan media sampel : pellet KBr). Kitosan yang akan dianalisis sebanyak 5 mg ditambahkan dengan 95 mg kalium bromida. Campuran dihaluskan dengan mortar, dan dibuat sebagai *pellet* kalium bromida. Analisis spektra dikerjakan pada bilangan gelombang 400-4000  $cm^{-1}$ .

Prosedur ini juga dilakukan pada karakterisasi kurkuminoid hasil isolasi dari rimpang kunyit dan hasil reaksi kitosan dengan kurkuminoid.

### 3.5.6 Karakterisasi dengan spektrofotometer UV-Visible

Karakterisasi kurkuminoid hasil isolasi dari rimpang kunyit dan hasil reaksi kurkuminoid dengan kitosan menggunakan UV-Visible 1601 SHIMADZU. Karakterisasi UV-Visible dimulai dengan larutan blanko (etanol) dimasukkan ke dalam kuvet khusus UV-Vis dan dilakukan *baseline* sehingga diperoleh nilai absorbansi nol. Kemudian dilakukan pengukuran panjang gelombang ( $\lambda$ ) maksimum dan nilai absorbansi sampel dengan cara mengganti larutan pada

salah satu kuvet dengan sampel yang telah dilarutkan dengan etanol. Selanjutnya, dilakukan pengukuran  $\lambda$  maksimum pada daerah 200-600 nm. Pada setiap pengukuran panjang gelombang ( $\lambda$ ) maksimum dan absorbansi sampel, sebelumnya dilakukan *baseline* terlebih dahulu.

### 3.6 Analisis Data

Analisis data dilakukan dengan membandingkan serta menginterpretasikan data pengamatan hasil analisis spektrofotometer FTIR dan UV-Vis dari kitosan hasil isolasi dari cangkang rajungan (*P. pelagicus*), kurkuminoid hasil isolasi dari rimpang kunyit (*C. longa* Linn), serta produk *hybride* kitosan-kurkuminoid.



## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Isolasi Kitin dari Cangkang Rajungan (*P. pelagicus*)

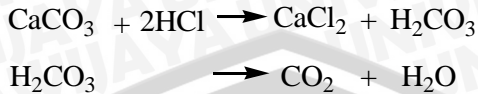
Isolasi kitin dari cangkang rajungan (*P. pelagicus*) dilakukan melalui beberapa tahapan, yaitu preparasi sampel cangkang rajungan, demineralisasi, deproteinasi, dan depigmentasi. Kitin hasil isolasi dari cangkang rajungan berbentuk serbuk berwarna coklat muda. Data rendemen hasil isolasi kitin disajikan pada Tabel 4.1.

**Tabel 4.1:** Rendemen kitin hasil isolasi dari cangkang rajungan

No.	Perlakuan	Rendemen (%)
1.	Demineralisasi	73,24
2.	Deproteinasi	82,13
3.	Depigmentasi	89,71

Tahapan awal isolasi kitin dari cangkang rajungan (*P. pelagicus*), yaitu preparasi sampel cangkang rajungan dengan cara mencuci cangkang rajungan menggunakan air. Proses ini bertujuan untuk membersihkan kotoran yang masih melekat. Kemudian sampel dikeringkan di bawah sinar matahari guna menghilangkan kandungan air. Cangkang rajungan yang telah kering dihaluskan dengan menggunakan mortar dan disaring dengan ayakan 50 mesh. Serbuk cangkang rajungan halus telah siap untuk proses selanjutnya.

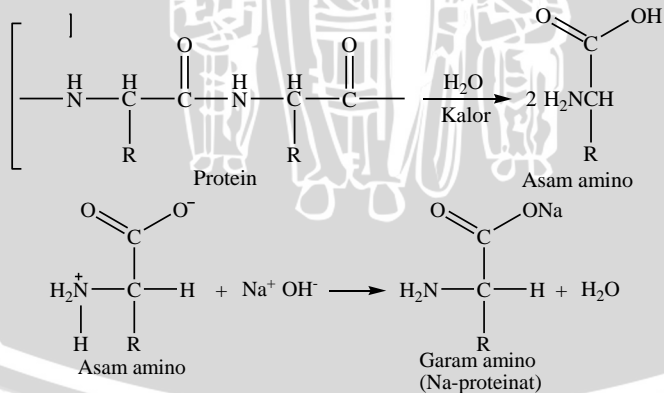
Tahapan selanjutnya adalah demineralisasi yang bertujuan untuk menghilangkan mineral-mineral yang terkandung dalam cangkang rajungan (*P. pelagicus*), yaitu kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) dan kalsium fosfat ( $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ) [13]. Menurut Puspawati dan Simpen [15], kandungan mineral cangkang rajungan berkisar antara 53,70-78,40%. Penghilangan mineral dilakukan dengan penambahan larutan HCl 2 N dengan perbandingan 1:4 (b/v). Proses ini dikerjakan selama 24 jam. Pada saat dilakukan penambahan larutan HCl 2 N, terbentuk gelembung-gelembung gas  $\text{CO}_2$  yang menunjukkan terjadinya reaksi antara asam klorida dengan garam mineral. Reaksi yang terjadi diperkirakan sebagai berikut [13]:



**Gambar 4.1:** Reaksi demineralisasi pada tahapan isolasi kitin dari cangkang rajungan (*P. pelagicus*)

Hasil demineralisasi dari cangkang rajungan (*P. pelagicus*) berbentuk serbuk berwarna coklat tua dengan rendemen rata-rata sebesar 73,24%. Hal ini menunjukkan bahwa jumlah garam mineral dalam cangkang rajungan yang terlarut dalam proses demineralisasi sebesar 26,76%.

Tahapan berikutnya dari proses isolasi kitin cangkang rajungan (*P. pelagicus*) adalah deproteinasi dengan menggunakan larutan NaOH 4% perbandingan 1:10 (b/v). Proses ini dikerjakan dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* dan pemanasan dengan metode refluks selama 12 jam untuk memutuskan ikatan antara kitin dan protein yang terkandung dalam cangkang rajungan. Puspawati dan Simpen [15] melaporkan bahwa kandungan protein dalam cangkang rajungan (*P. pelagicus*) bisa mencapai 15,60-23,90%. Dari hasil pengamatan, pada saat dilakukan penambahan NaOH 4% terjadi perubahan warna campuran menjadi coklat pekat. Hal ini menunjukkan bahwa kandungan protein dalam cangkang rajungan telah berikatan dengan ion  $\text{Na}^+$  yang berasal dari NaOH dan membentuk garam natrium proteinat yang mudah larut dalam air [49]. Reaksi pada tahapan deproteinasi ditunjukkan pada Gambar 4.2 [50]:

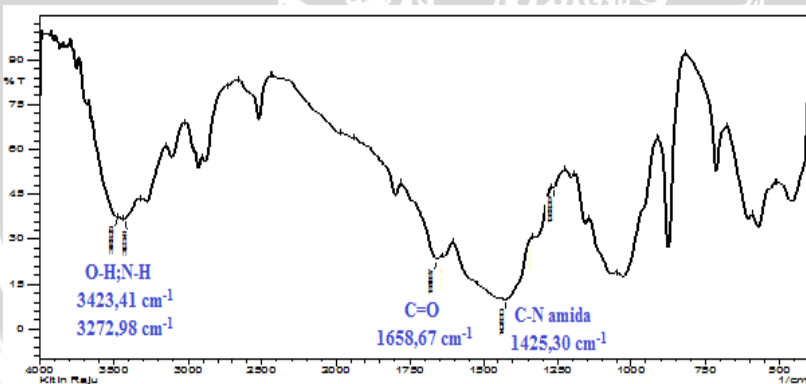


**Gambar 4.2:** Reaksi pada tahapan deproteinasi

Hasil deproteinasi dari cangkang rajungan (*P. pelagicus*) berbentuk serbuk berwarna coklat muda dengan rendemen sebesar 82,13%. Hal ini menunjukkan bahwa jumlah protein yang telah terikat dengan ion  $\text{Na}^+$  dan membentuk Na-proteinat yang terlarut dalam air sebesar 17,87%.

Tahapan terakhir isolasi kitin dari cangkang rajungan (*P. pelagicus*) adalah depigmentasi yang bertujuan untuk menghilangkan kandungan zat warna dalam kitin yang termasuk jenis karotenoid, yaitu *red-orange astaxanthin* [50]. Penghilangan zat warna dilakukan dengan penambahan etanol 96% pada kitin hasil proses deproteinasi dengan perbandingan 1:10 (b/v). Kemudian dilakukan pencucian menggunakan aquades panas : aseton (1:1), sehingga diperoleh kitin berbentuk serbuk dan berwarna coklat muda dengan rendemen sebesar 89,71%. Persentase kadar air kitin hasil isolasi dari cangkang rajungan sebesar 7%. Hal ini sesuai dengan Purwatiningsih [51], bahwa persentase kadar air kitin adalah kurang dari 10%.

Kitin yang diperoleh dari hasil isolasi diidentifikasi menggunakan spektrofotometer FTIR untuk mengetahui gugus fungsi penyusun senyawa kitin. Spektra FTIR kitin hasil isolasi dari cangkang rajungan (*P. pelagicus*) ditunjukkan pada Gambar 4.3.



**Gambar 4.3:** Spektra FTIR kitin hasil isolasi dari cangkang rajungan (*P. pelagicus*)

**Tabel 4.2:** Tabulasi data spektra FTIR kitin hasil isolasi dan literatur

Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )		Keterangan
Kitin Hasil Isolasi	Kitin Literatur*	
3423,41	3442	-OH ulur
3272,98	3260-3771	N-H amina
2879,52; 2925,81	2923	C-H ulur alifatik
1658,67	1654	C=O ulur
1425,30	1400	C-N amida
1323,08	1378	CH <sub>3</sub>
1027,99-1155,28	1026-1155	C-O-C

\*Literatur : Matheis, dkk [11].

Pada Tabel 4.2 dapat dilihat perbedaan pola serapan antara kitin hasil isolasi dan kitin literatur. Spektra FTIR dari kitin hasil isolasi menunjukkan pola serapan pada bilangan gelombang 3423,41 cm<sup>-1</sup> yang berasal dari vibrasi ulur -OH. Vibrasi ulur N-H amina muncul pada bilangan gelombang 3272,98 cm<sup>-1</sup>. Ciri khas kitin juga ditunjukkan dengan munculnya serapan gugus metil (CH<sub>3</sub>) pada bilangan gelombang 1323,08 cm<sup>-1</sup> yang saling berhimpit dengan C-N amida pada bilangan gelombang 1425,30 cm<sup>-1</sup>. Bilangan gelombang 1658,67 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya vibrasi ulur C=O. Vibrasi ulur C-H alifatik pada bilangan gelombang 2879,52 dan 2925,81 cm<sup>-1</sup>. Sedangkan serapan pada bilangan gelombang 1027,99-1155,28 cm<sup>-1</sup> berasal dari vibrasi C-O-C yang menunjukkan adanya cincin glukopiranosida pada struktur senyawa kitin. Dari hasil karakterisasi menggunakan FTIR dapat diketahui bahwa kitin hasil isolasi menunjukkan adanya gugus fungsi dan pola serapan yang mirip dengan kitin literatur.

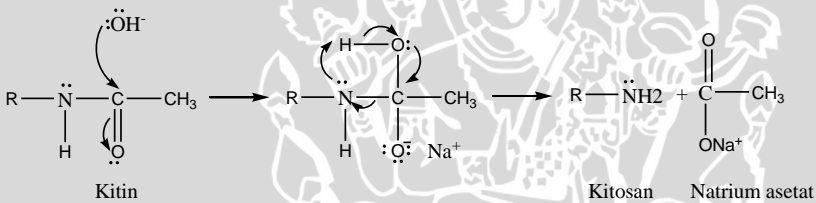
Dari hasil perhitungan menggunakan persamaan 3.1 dari Khan, dkk [38] pada Lampiran D.2, nilai derajat deasetilasi kitin hasil isolasi dari cangkang rajungan (*P. pelagicus*) adalah sebesar 24,82%. Hal ini sesuai dengan Muzzarelli [52], bahwa nilai derajat deasetilasi kitin adalah lebih besar dari 10%.

#### **4.2 Isolasi Kitosan dari Cangkang Rajungan (*P. pelagicus*)**

Sampel kitin yang telah diperoleh selanjutnya dilakukan deasetilasi dengan menggunakan basa kuat natrium hidroksida.

Reaksi deasetilasi kitin menjadi kitosan dipelajari dengan melakukan variasi konsentrasi basa dan lama reaksi untuk mendapatkan nilai derajat deasetilasi (DD) yang paling tinggi.

Tahapan ini dikerjakan untuk menghilangkan gugus asetil (-COCH<sub>3</sub>) yang terikat pada atom nitrogen dari kitin. Larutan basa kuat yang digunakan pada proses deasetilasi kitin menjadi kitosan adalah larutan NaOH. Dalam bentuk larutan, NaOH akan terurai menjadi ion Na<sup>+</sup> dan OH<sup>-</sup>. Ion hidroksil (OH<sup>-</sup>) yang bersifat elektronegatif akan menyerang atom karbon pada gugus karbonil yang bersifat elektropositif sehingga membentuk senyawa baru, yaitu kitosan. Reaksi deasetilasi kitin menjadi kitosan juga menghasilkan produk samping garam natrium asetat [53]. Jumlah gugus asetil (-COCH<sub>3</sub>) yang terlepas pada proses deasetilasi kitin menunjukkan besarnya nilai derajat deasetilasi kitosan [54]. Mekanisme reaksi deasetilasi kitin menjadi kitosan menggunakan basa kuat ditunjukkan pada Gambar 4.4 [53].



**Gambar 4.4:** Reaksi deasetilasi kitin menjadi kitosan dengan menggunakan basa kuat

#### 4.2.1 Optimalisasi deasetilasi kitin menjadi kitosan dengan variasi konsentrasi basa

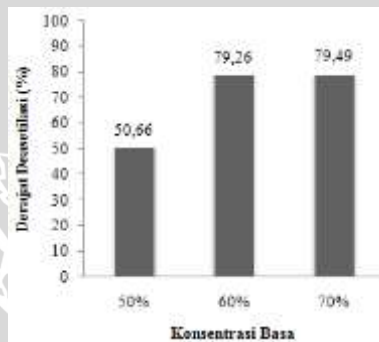
Kitin hasil isolasi dari cangkang rajungan (*P. pelagicus*) direaksikan dengan NaOH menggunakan variasi konsentrasi 50%, 60%, dan 70% dengan perbandingan 1:20 (b/v). Campuran dipanaskan dan diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* pada temperatur 100 °C selama 2 jam. Kitosan hasil deasetilasi dengan variasi konsentrasi basa berbentuk serbuk berwarna putih kecoklatan dan tidak berbau. Data rendemen kitosan dengan variasi konsentrasi basa disajikan pada Tabel 4.3.



**Tabel 4.3:** Rendemen kitosan hasil optimalisasi konsentrasi basa

Konsentrasi NaOH (%)	Berat Kitin (g)	Kitosan yang Diperoleh (g)	Rendemen (%)
50	4,00	1,38	34,50
60	4,00	1,00	25,00
70	4,00	0,94	23,50

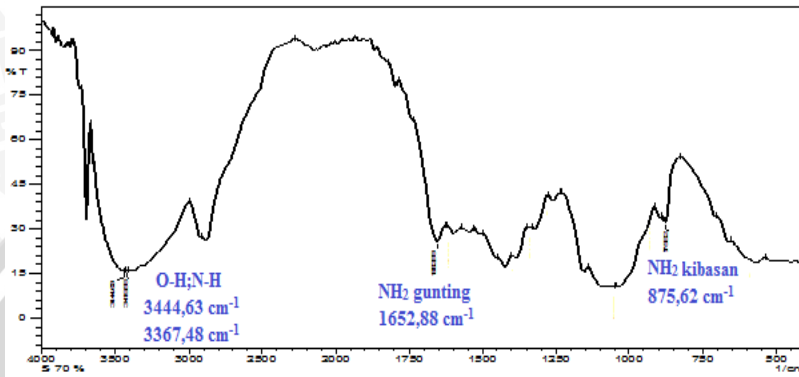
Penentuan nilai DD kitosan pada produk reaksi deasetilasi dengan variasi konsentrasi basa dilakukan berdasarkan persamaan 3.1 dari Khan, dkk [38] pada Lampiran D.2. Hasil ditampilkan pada Gambar 4.5.



**Gambar 4.5:** Grafik hasil perhitungan derajat deasetilasi (DD) kitosan dengan variasi konsentrasi basa

Hasil reaksi deasetilasi kitin menunjukkan peningkatan nilai DD kitosan seiring dengan naiknya konsentrasi basa 50%, 60%, dan 70%. Nilai DD kitosan berturut-turut sebesar 50,66%; 79,26%; dan 79,49%. Proses reaksi deasetilasi dengan konsentrasi NaOH 70% menghasilkan nilai DD yang tertinggi (79,49%) dengan rendemen sebesar 23,50%. Hal ini menunjukkan bahwa reaksi deasetilasi dengan penambahan konsentrasi NaOH 70%, lebih efektif dibandingkan dengan reaksi deasetilasi dengan menggunakan konsentrasi NaOH 50% dan 60%, dengan lama reaksi dan suhu dibuat konstan. Menurut Prasetyo [14], besarnya derajat deasetilasi kitosan dipengaruhi juga oleh material yang digunakan dan reaksi, seperti variasi konsentrasi NaOH, suhu, dan lama proses deasetilasi kitin menjadi kitosan.

Data spektra FTIR hasil analisis sampel kitosan yang diperoleh pada tahap ini disajikan pada Gambar 4.6.



**Gambar 4.6:** Spektra FTIR kitosan hasil isolasi dari cangkang rajungan dengan konsentrasi NaOH 70%

**Tabel 4.4:** Tabulasi data spektra FTIR kitosan hasil isolasi dari cangkang rajungan (*P. pelagicus*) dengan variasi konsentrasi basa

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )			
	Literatur**	Kitosan A*	Kitosan B*	Kitosan C*
O-H ulur	3363,24	3479,34	3438,84	3444,63
N-H ulur	3363,24	3269,12	3400,27	3367,48
C-H ulur	2902,12	2885,31	2879,52	2877,60
NH <sub>2</sub> guntingan	1658,48	1658,67	1652,88	1652,88
CH <sub>3</sub>	1434,77	1421,44	1421,44	1421,44
C-O-C	1064,51	1072,35	1068,49	1083,92
NH <sub>2</sub> kibusan	871,66	873,69	875,62	875,62
N-H kibusan	709,67	709,76	705,90	707,83

Catatan: \*Kitosan A menggunakan 50% NaOH, kitosan B dengan 60% NaOH, dan kitosan C dengan NaOH 70%. \*\*Spektra kitosan menurut referensi [50].

Spektra FTIR memperlihatkan pola serapan yang muncul dari kitosan hasil isolasi dengan konsentrasi NaOH 70% pada bilangan gelombang 3444,63 cm<sup>-1</sup> menunjukkan vibrasi gugus -OH yang melebar. Hal ini disebabkan oleh kandungan air pada kitosan yang cukup tinggi. Vibrasi gugus N-H ulur muncul pada bilangan gelombang 3367,48 cm<sup>-1</sup>. Serapan lain yang muncul yaitu pada

bilangan gelombang 2877,60  $\text{cm}^{-1}$  yang berasal dari vibrasi C-H ulur. Vibrasi N-H<sub>2</sub> guntingan terekam pada 1652,88  $\text{cm}^{-1}$ . Sedangkan serapan pada bilangan gelombang 1421,44  $\text{cm}^{-1}$  berasal dari vibrasi CH<sub>3</sub>. Vibrasi gugus C-O-C muncul pada bilangan gelombang 1083,92  $\text{cm}^{-1}$ . Perbedaan yang mendasar dari pola serapan kitin dan kitosan adalah munculnya pita serapan baru yang lemah pada bilangan gelombang 1596,95  $\text{cm}^{-1}$ , serta muncul serapan yang berasal dari NH<sub>2</sub> dan N-H kibasana pada bilangan gelombang 875,62  $\text{cm}^{-1}$  dan 707,83  $\text{cm}^{-1}$ . Hasil analisis kitosan menggunakan spektrofotometer FTIR menunjukkan adanya pola serapan yang mirip antara kitosan hasil isolasi dan literatur.

#### 4.2.2 Optimalisasi deasetilasi kitin menjadi kitosan dengan variasi lama reaksi deasetilasi

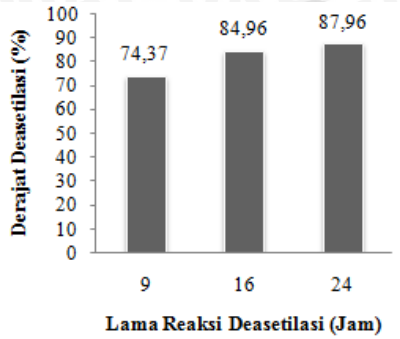
Reaksi deasetilasi kitosan dengan variasi konsentrasi basa menunjukkan bahwa konsentrasi NaOH 70% menghasilkan nilai DD yang tertinggi. Sehingga konsentrasi NaOH 70% digunakan sebagai sampel lebih lanjut dalam mengkaji pengaruh variasi reaksi deasetilasi kitin yang menghasilkan nilai DD yang tertinggi.

Deasetilasi kitin menjadi kitosan menggunakan variasi lama reaksi dilakukan dengan cara mereaksikan kitin hasil isolasi dengan NaOH 70%. Campuran dipanaskan dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada temperatur 100 °C dengan variasi lama reaksi 9, 16, dan 24 jam. Kitosan hasil pada tahap ini semuanya berbentuk serbuk yang berwarna putih kecoklatan dan tidak berbau. Data rendemen kitosan dengan variasi lama reaksi deasetilasi disajikan pada Tabel 4.5.

**Tabel 4.5:** Rendemen kitosan hasil optimalisasi lama reaksi

Lama Reaksi (jam)	Berat Kitin (g)	Kitosan yang Diperoleh (g)	Rendemen (%)
9	4,00	1,54	38,50
16	4,00	1,17	29,25
24	4,00	1,85	46,25

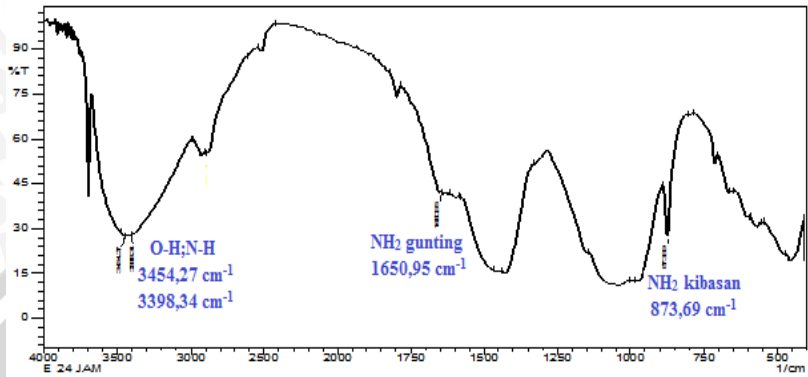
Penentuan nilai DD kitosan pada reaksi deasetilasi dengan variasi lama reaksi dilakukan berdasarkan persamaan 3.1 dari Khan, dkk [38] pada Lampiran D.2. Hasil ditampilkan pada Gambar 4.7.



**Gambar 4.7:** Grafik pengaruh lama reaksi deasetilasi terhadap nilai DD kitosan

Optimalisasi deasetilasi kitin menjadi kitosan yang berasal dari cangkang rajungan (*P. pelagicus*) dengan variasi lama reaksi menggunakan konsentrasi NaOH 70% dilakukan pada temperatur 100 °C. Hasil tahap ini menunjukkan bahwa terjadi peningkatan nilai DD pada reaksi 9, 16, dan 24 jam. Nilai DD-nya berturut-turut, yaitu 74,37%; 84,96%; dan 87,96%. Sehingga dapat disimpulkan bahwa semakin lama reaksi deasetilasi maka semakin besar derajat deasetilasinya. Tahapan deasetilasi kitosan dengan lama reaksi 24 jam menghasilkan nilai DD tertinggi (87,96%) dengan rendemen 46,25%. Hal ini sesuai dengan Terbojevich [55], bahwa kitosan adalah produk deasetilasi kitin yang merupakan polisakarida rantai lurus dengan nilai DD sebesar 40-100%.

Karakterisasi kitosan hasil isolasi dengan spektrofotometer FTIR pada tahapan ini diperoleh spektra seperti pada Gambar 4.8. Secara umum kitosan yang dihasilkan memberikan pola serapan spektra FTIR yang sama, juga identik dengan spektra dari literatur.



**Gambar 4.8:** Spektra FTIR kitosan hasil isolasi dari cangkang rajungan dengan lama reaksi 24 jam

Perbedaan pola serapan kitosan hasil isolasi dengan variasi lama reaksi deasetilasi serta kitosan literatur ditunjukkan pada Tabel 4.6.

**Tabel 4.6:** Tabulasi data spektra FTIR kitosan hasil isolasi dari cangkang rajungan (*P. pelagicus*) pada variasi lama reaksi

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )			
	Literatur**	Kitosan 1*	Kitosan 2*	Kitosan3*
O-H ulur	3363,24	3434,98	3365,55	3454,27
N-H ulur	3363,24	3434,98	3365,55	3398,34
C-H ulur	2902,12	2879,52	2877,60	2879,52
NH <sub>2</sub> guntingan	1658,48	1647,10	1650,95	1650,95
CH <sub>3</sub>	1434,77	1423,37	1425,30	1425,30
C-O-C	1064,51	1066,56	1081,99	1037,63
NH <sub>2</sub> kibasan	871,66	879,48	873,69	873,69
N-H kibasan	709,67	703,97	709,76	711,68

Catatan: \*Kitosan 1 reaksi 9 jam, kitosan 2 reaksi 16 jam, dan kitosan 3 reaksi 24 jam. \*\*Literatur : Kitosan dari referensi [50]

Spektra FTIR memperlihatkan pola serapan yang muncul dari kitosan hasil isolasi dengan lama reaksi deasetilasi 24 jam pada bilangan gelombang 3454,27 cm<sup>-1</sup> menunjukkan vibrasi gugus -OH yang *overlapping* dengan N-H ulur pada bilangan gelombang 3398,34 cm<sup>-1</sup>. Serapan lain yang muncul, yaitu pada bilangan gelombang 2879,52 cm<sup>-1</sup> yang berasal dari vibrasi C-H ulur. Vibrasi

N-H<sub>2</sub> guntingan pada 1650,95 cm<sup>-1</sup>. Sedangkan serapan pada bilangan gelombang 1425,30 cm<sup>-1</sup> berasal dari vibrasi CH<sub>3</sub>. Vibrasi gugus C-O-C muncul pada bilangan gelombang 1037,63 cm<sup>-1</sup>. Perbedaan yang mendasar dari pola serapan kitin dan kitosan adalah munculnya pita serapan baru yang lemah pada bilangan gelombang 1596,95 cm<sup>-1</sup>, serta muncul serapan yang berasal dari NH<sub>2</sub> dan N-H kibasan pada bilangan gelombang 873,6 cm<sup>-1</sup> dan 711,68 cm<sup>-1</sup>. Hasil analisis kitosan menggunakan spektrofotometer FTIR menunjukkan adanya pola serapan yang mirip antara kitosan hasil isolasi dan literatur.

### 4.3 Isolasi Kurkuminoid dari Kunyit (*C. longa* Linn)

Kurkuminoid hasil isolasi dari rimpang kunyit (*C. longa* Linn) segar berupa cairan berwarna kuning muda dengan bau khas kunyit. Rendemen kurkuminoid hasil isolasi disajikan dalam Tabel 4.7.

**Tabel 4.7:** Rendemen kurkuminoid hasil isolasi dari rimpang kunyit (*C. longa* Linn) segar

Isolasi ke-	Berat Kunyit Segar (g)	Berat Kurkuminoid (g)	Rendemen (%)
1	100	0,42	0,42
2	100	1,12	1,12
3	100	0,87	0,87

Kandungan kurkuminoid pada rimpang kunyit segar berkisar antara 0,5-6% [5], sedangkan pada rimpang kunyit kering 1,8-5,4% [6]. Kandungan kurkuminoid dalam rimpang kunyit dipengaruhi oleh beberapa faktor, yaitu perlakuan pada tahapan budidaya, usia panen, dan letak geografis penanaman rimpang kunyit [56].

Kurkuminoid hasil isolasi tahap ini selanjutnya dianalisis dengan metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT) untuk mengetahui banyaknya komponen dalam ekstrak kurkuminoid berdasarkan perbedaan kepolaran yang ditentukan dengan nilai *retardation factor* (R<sub>f</sub>). Ekstrak kurkuminoid diteteskan dengan menggunakan pipa kapiler di atas plat KLT yang telah diberi tanda batas pergerakan pelarut. Kemudian dimasukkan plat KLT ke dalam ruang pengembangan dan dielusi dengan menggunakan perbandingan eluen, yaitu kloroform:etanol (9,8:0,2). Selanjutnya dihitung nilai R<sub>f</sub> dari masing-

masing noda yang terbentuk. Nilai  $R_f$  hasil analisis ekstrak kurkuminoid dengan metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT) ditunjukkan pada Tabel 4.8.

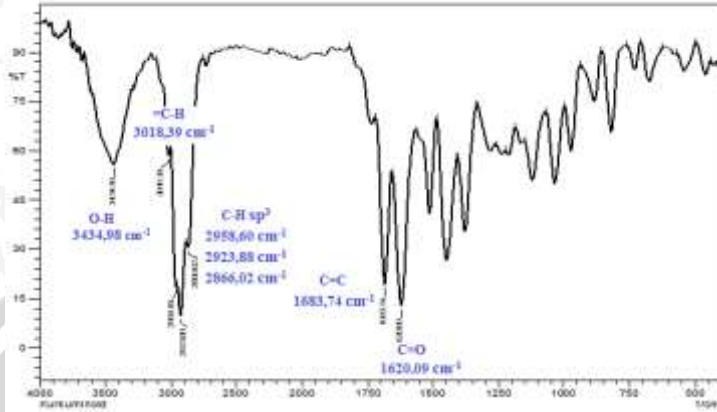
**Tabel 4.8:** Nilai *retardation factor* ( $R_f$ ) sampel kurkuminoid pada KLT (pelarut kloroform:etanol = 9,8:0,2)

Keterangan	$R_f$ Hasil Penelitian	$R_f$ Literatur*	Senyawa
Spot 1	0,20	0,25	Bisdemetoksikurkumin
Spot 2	0,43	0,35	Demetoksikurkumin
Spot 3	0,65	0,40	Kurkumin

\*Referensi dari Asghari, dkk [57].

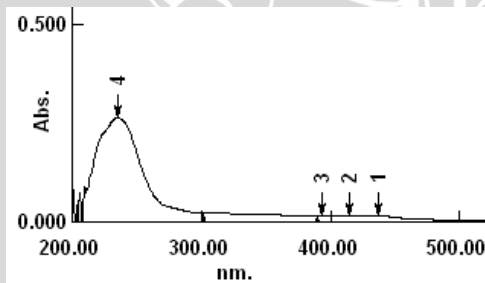
Hasil analisis dengan metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT) menunjukkan bahwa kurkuminoid standar terdiri atas 3 komponen, yaitu bisdemetoksikurkumin, demetoksikurkumin, dan kurkumin dengan nilai  $R_f$  yang hampir sama dengan pemisahan yang dilakukan oleh Asghari, dkk [57]. Penelitian yang dilakukan oleh Asghari, dkk [57] menggunakan eluen kloroform:benzena:etanol dengan perbandingan 4,5:4,5:1,0. Dari hasil analisis dengan metode KLT dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil isolasi dari rimpang kunyit (*C. longa* Linn) segar adalah kurkuminoid.

Untuk mengetahui gugus fungsi penyusun senyawa kurkuminoid hasil isolasi dari rimpang kunyit (*C. longa* Linn), dilakukan identifikasi menggunakan spektrofotometer FTIR. Spektra FTIR kurkuminoid hasil isolasi dari rimpang kunyit (*C. longa* Linn) segar ditunjukkan pada Gambar 4.9. Pola serapan muncul pada bilangan gelombang 3434,98  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi ulur -OH. Vibrasi regangan =C-H alkena terekam pada bilangan gelombang 3018,39  $\text{cm}^{-1}$ . Serapan lain yang muncul pada bilangan gelombang 2923,88  $\text{cm}^{-1}$ ; 1683,74  $\text{cm}^{-1}$ ; 1620,09  $\text{cm}^{-1}$ ; dan 1377,08  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan senyawa kurkuminoid mengandung gugus C-H alkana, C=C, C=O, dan  $\text{CH}_3$  regangan. Penelitian yang dilakukan oleh Mohan, dkk [58] menunjukkan serapan yang identik dengan spektra FTIR pada Gambar 4.9.



**Gambar 4.9:** Spektra FTIR senyawa kurkuminoid hasil isolasi dari rimpang kunyit (*C. longa* Linn) segar

Analisis kurkuminoid lebih lanjut dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis untuk mengetahui nilai absorbansi dan panjang gelombang maksimum ( $\lambda$ ) senyawa kurkuminoid. Analisis dilakukan pada panjang gelombang 200-600 nm dengan pelarut etanol. Spektra UV-Vis senyawa kurkuminoid hasil isolasi dari rimpang kunyit (*C. longa* Linn) disajikan pada Gambar 4.10.



**Gambar 4.10:** Spektra UV-Vis senyawa kurkuminoid hasil isolasi dari rimpang kunyit (*C. longa* Linn)

Spektra UV-Vis (Gambar 4.10) menunjukkan bahwa terdapat dua panjang gelombang ( $\lambda$ ) maksimum kurkuminoid dalam pelarut etanol yang dapat diamati, yaitu pada 235,00 dan 437,50 nm.  $\lambda_{\max}$  sebesar 235,00 nm menunjukkan terjadinya transisi elektron dari



$\pi \rightarrow \pi^*$  pada ikatan rangkap (C=C) dengan nilai absorbansi 0,264. Sedangkan pada  $\lambda_{\max}$  437,50 nm terjadi transisi elektron dari  $n \rightarrow \pi^*$  pada gugus C=O (karbonil) dengan nilai absorbansi yang lebih rendah, yaitu 0,015. Transisi elektron yang terjadi disebabkan oleh adanya gugus kromofor pada struktur senyawa kurkuminoid yang dapat menyerap sinar UV-Vis.

#### 4.4 Reaksi Substitusi Kitosan dengan Kurkuminoid

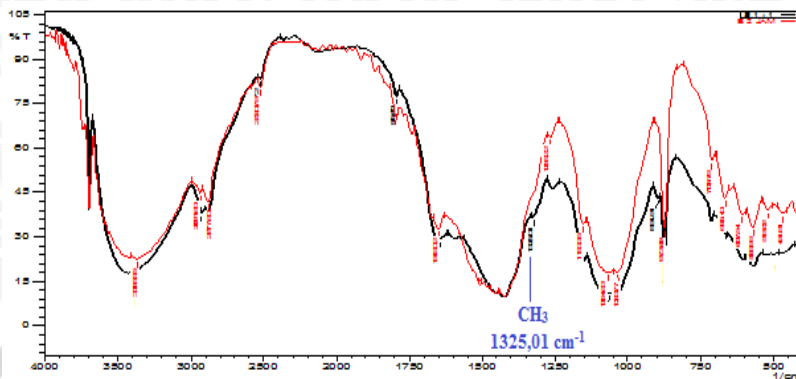
##### 4.4.1 Variasi rasio kitosan-kurkuminoid

Reaksi substitusi kitosan-kurkuminoid dilakukan untuk mempelajari reaksi pembentukan senyawa imina yang merupakan produk *hybride* kitosan-kurkuminoid. Reaksi dipelajari dengan melakukan variasi rasio kitosan-kurkuminoid (b/b), yaitu 1:1, 1:2, dan 1:4. Reaksi dilakukan dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu kamar (25 °C) selama 120 menit. Rendemen produk *hybride* kitosan-kurkuminoid hasil reaksi dengan variasi rasio ditunjukkan pada Tabel 4.9.

**Tabel 4.9:** Rendemen hasil reaksi kitosan-kurkuminoid dengan variasi rasio

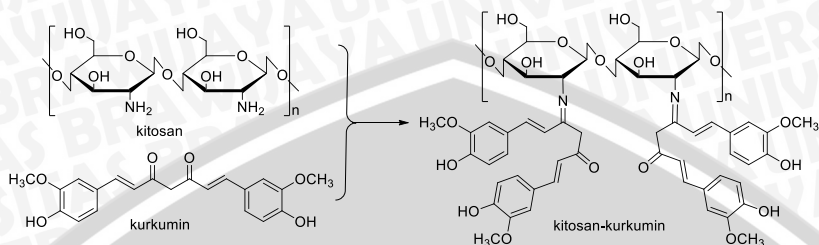
Rasio (b/b)	Berat Awal (mg)	Berat Akhir (mg)	Rendemen (%)
1:1	20,0	15,4	77,0
1:2	20,0	11,9	59,5
1:4	20,0	10,3	51,5

Hasil reaksi kitosan-kurkuminoid berbentuk serbuk berwarna kuning kecoklatan. Keberhasilan pembentukan produk *hybride* kitosan-kurkuminoid ditunjukkan dengan adanya perubahan intensitas dan daerah serapan gugus fungsi pada kitosan hasil isolasi dan kitosan hasil reaksi dengan kurkuminoid. Spektra FTIR kitosan hasil isolasi dan kitosan hasil reaksi dengan kurkuminoid disajikan pada Gambar 4.11.



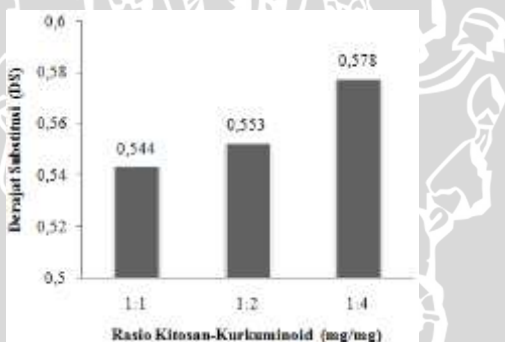
**Gambar 4.11:** Spektra FTIR dari kitosan hasil isolasi dan kitosan hasil reaksi dengan kurkuminoid (warna merah : kitosan, hitam : hasil reaksi kitosan-kurkuminoid)

Spektra FTIR kitosan hasil reaksi dengan kurkuminoid (Gambar 4.11 garis warna hitam) menunjukkan adanya serapan baru pada bilangan gelombang  $1325,01 \text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya gugus  $\text{CH}_3$  regangan yang berasal dari kurkuminoid. Hal ini mengindikasikan bahwa reaksi pembentukan produk *hybride* kitosan-kurkuminoid telah berhasil dilakukan. Selain itu, tidak adanya serapan pada panjang gelombang  $1620,09 \text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan serapan gugus  $\text{C}=\text{O}$  (karbonil) dari kurkuminoid juga merupakan salah satu indikasi bahwa gugus tersebut telah terkonversi menjadi gugus imina ( $-\text{C}=\text{N}-$ ). Sehingga dapat disimpulkan bahwa telah terbentuk produk *hybride* hasil reaksi kitosan-kurkuminoid yang berupa senyawa imina. Reaksi skematis pembentukan produk *hybride* kitosan-kurkuminoid disajikan pada Gambar 4.12 (Penjelasan mengenai mekanisme reaksi disajikan pada Gambar 4.18).



**Gambar 4.12:** Skema reaksi pembentukan produk *hybride* kitosan-kurkuminoid

Produk *hybride* kitosan-kurkuminoid yang berupa imina ditentukan nilai derajat substitusinya (DS) untuk mengetahui jumlah kurkuminoid yang terikat dalam kitosan. Perhitungan nilai DS berdasarkan pada spektra FTIR imina sesuai dengan persamaan 3.3 dari Garcia dan Vidal [48], yang disajikan pada Lampiran C.3. Hasil penentuan nilai DS disajikan pada Gambar 4.13.

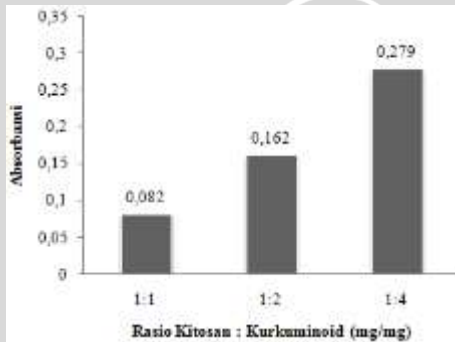


**Gambar 4.13:** Grafik nilai DS hasil reaksi kitosan-kurkuminoid pada berbagai rasio kitosan-kurkuminoid (data dianalisis dan dihitung secara kuantitatif dari spektra FTIR)

Berdasarkan hasil reaksi kitosan-kurkuminoid dengan variasi rasio (Gambar 4.13), diketahui bahwa terjadi peningkatan nilai DS dari rasio kitosan-kurkuminoid (b/b) 1:1 ; 1:2, dan 1:4. Nilai DS hasil reaksi kitosan-kurkuminoid berturut-turut, yaitu 0,544; 0,553; dan 0,578. Hal ini menunjukkan bahwa semakin meningkatnya rasio kurkuminoid, maka semakin banyak jumlah kurkuminoid yang

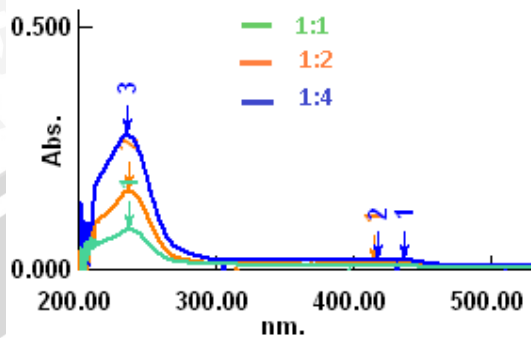
tersubstitusi pada struktur kitosan. Secara teoritis, peningkatan jumlah reaktan menyebabkan terjadinya peningkatan produk hasil reaksi.

Reaksi substitusi kitosan dan kurkuminoid dengan variasi rasio bukan merupakan reaksi yang berjalan dengan sempurna. Senyawa imina hasil reaksi kitosan-kurkuminoid berwarna kuning kecoklatan, yang mengindikasikan terbentuknya senyawa imina secara fisik. Akan tetapi, pada reaksi yang terjadi masih menghasilkan sisa kurkuminoid yang tidak berikatan dengan kitosan, yaitu berupa filtrat berwarna kuning cerah. Kurkuminoid sisa hasil reaksi kitosan-kurkuminoid dengan variasi rasio diukur panjang gelombang ( $\lambda$ ) maksimum dan nilai absorbansinya dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. Hasil disajikan pada Gambar 4.14.



**Gambar 4.14:** Grafik nilai absorbansi kurkuminoid sisa hasil reaksi dengan variasi rasio kitosan-kurkuminoid (Reaksi dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 25 °C selama 120 menit)

Absorbansi kurkuminoid sisa hasil reaksi menunjukkan jumlah kurkuminoid yang tidak berikatan dengan kitosan. Spektra UV-Vis kurkuminoid sisa pada reaksi dengan variasi rasio kitosan-kurkuminoid ditunjukkan pada Gambar 4.15.



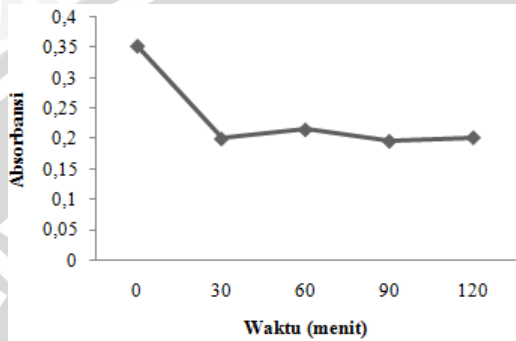
**Gambar 4.15:** Spektra UV-Vis hasil reaksi dengan variasi rasio kitosan-kurkuminoid (b/b)

Gambar 4.15 menunjukkan bahwa terjadi peningkatan nilai absorbansi kurkuminoid sisa hasil reaksi dengan variasi rasio kitosan-kurkuminoid 1:1, 1:2, dan 1:4 (b/b). Nilai absorbansi kurkuminoid sisa hasil reaksi berturut-turut adalah 0,082; 0,162; dan 0,279. Hal ini mengindikasikan bahwa peningkatan jumlah kurkuminoid tidak disertai dengan meningkatnya proses reaksi pembentukan imina. Semakin besar nilai absorbansi kurkuminoid sisa hasil reaksi, maka semakin banyak jumlah kurkuminoid yang tidak berikatan dengan kitosan untuk dapat menghasilkan produk berupa imina. Hal ini dikarenakan seluruh permukaan kitosan telah berikatan dengan kurkuminoid sehingga terjadi penurunan interaksi kurkuminoid oleh kitosan. Inilah yang menyebabkan meningkatnya konsentrasi kurkuminoid sisa hasil reaksi yang ditunjukkan dengan semakin besarnya nilai absorbansi.

#### 4.4.2 Stabilitas produk *hybride* kitosan-kurkuminoid dalam suasana asam dan basa

Reaksi pembentukan produk *hybride* kitosan-kurkuminoid dilakukan dalam suasana asam (pH 5) dan basa (pH 8) untuk mengetahui kestabilan senyawa imina yang terbentuk. Reaksi dilakukan selama 120 menit dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*. Rasio kitosan-kurkuminoid yang digunakan dalam reaksi adalah 1:2 (b/b). Jumlah kurkuminoid yang terlepas diukur panjang gelombang ( $\lambda$ ) maksimum dan nilai absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Pengambilan sampel

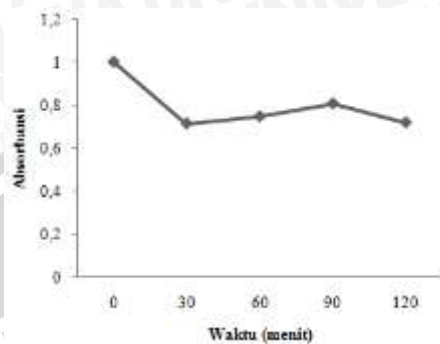
dilakukan pada lama reaksi 0, 30, 60, 90, dan 120 menit. Grafik hubungan nilai absorbansi kurkuminoid yang terlepas dari produk imina yang terjadi dalam suasana asam mulai dari 0 hingga 120 menit disajikan pada Gambar 4.16.



**Gambar 4.16:** Grafik pengaruh lama reaksi dengan nilai absorbansi kurkuminoid yang terlepas dari produk *hybride* kitosan-kurkuminoid (imina) dalam suasana asam

Gambar 4.16 menunjukkan bahwa lama reaksi pembentukan produk *hybride* kitosan-kurkuminoid (imina) dalam suasana asam selama 30 menit menurunkan jumlah kurkuminoid yang terlepas. Hal ini dapat diamati dari semakin menurunnya nilai absorbansi dari 0,353 menjadi 0,200. Akan tetapi setelah 30 menit pertama, jumlah kurkuminoid yang terlepas relatif stabil. Nilai absorbansi kurkuminoid relatif tidak berubah banyak, yaitu sekitar 0,202-0,215. Sehingga dapat disimpulkan bahwa kurkuminoid yang terikat pada imina relatif stabil hingga lama reaksi 120 menit dengan metode pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* pada suasana asam (pH 5).

Pengondisian produk imina hasil reaksi kitosan-kurkuminoid juga dilakukan dalam suasana basa (pH 8). Data nilai absorbansi jumlah kurkuminoid yang terlepas dari struktur imina disajikan pada Gambar 4.17.

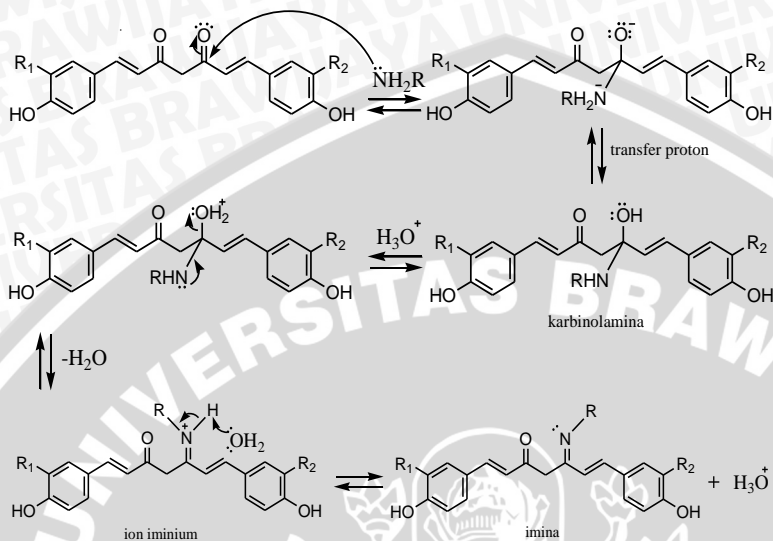


**Gambar 4.17:** Grafik pengaruh lama reaksi dengan nilai absorbansi kurkuminoid yang terlepas dari produk *hybride* kitosan-kurkuminoid (imina) dalam suasana basa

Gambar 4.17 menunjukkan bahwa lepasnya kurkuminoid dari senyawa imina dalam suasana basa (pH 8) sudah terjadi sejak menit ke-0. Lama reaksi pembentukan produk imina dalam suasana basa selama 30 menit pertama menurunkan jumlah kurkuminoid yang terlepas. Hal ini dapat diamati dari semakin menurunnya nilai absorbansi dari 1,003 menjadi 0,715. Akan tetapi setelah 30 menit pertama, jumlah kurkuminoid yang terlepas juga relatif stabil, sama halnya dengan reaksi yang terjadi dalam suasana asam. Nilai absorbansi kurkuminoid relatif tidak berubah banyak, yaitu sekitar 0,748-0,809. Sehingga dapat disimpulkan bahwa kurkuminoid yang terikat pada imina relatif stabil hingga lama reaksi 120 menit dengan metode pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* pada suasana basa (pH 8).

#### 4.5. Mekanisme Reaksi Pembentukan Produk *Hybride* Kitosan-Kurkuminoid (Imina)

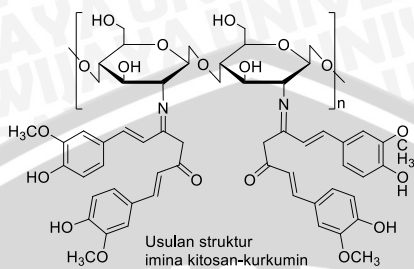
Berdasarkan hasil reaksi kitosan-kurkuminoid yang berupa senyawa imina, maka usulan mekanisme pembentukan struktur imina antara kitosan dan kurkuminoid diperkirakan melalui reaksi seperti yang disajikan pada Gambar 4.18.



**Gambar 4.18:** Perkiraan mekanisme reaksi pembentukan produk *hybride* kitosan-kurkuminoid (imina)

Gambar 4.18 menunjukkan bahwa gugus amino ( $-\text{NH}_2$ ) dari senyawa kitosan bertindak sebagai nukleofilik yang cenderung menyerang gugus  $\text{C}=\text{O}$  (karbonil) pada kurkuminoid yang bersifat elektrofilik. Diikuti dengan transfer proton dari atom nitrogen ke oksigen pada gugus karbonil dan membentuk karbinolamin. Untuk menjaga kestabilan karbinolamin yang terbentuk, maka terjadi protonasi pada gugus amino ( $-\text{NH}_2$ ) dari kitosan hingga tidak ada lagi proton yang terikat pada atom nitrogen. Pada akhir reaksi, terjadi reduksi  $\text{H}_2\text{O}$  dan gugus amino ( $-\text{NH}_2$ ) akan berikatan dengan atom karbon dari gugus karbonil membentuk ikatan rangkap  $-\text{N}=\text{C}$ , yang disebut imina. Usulan struktur imina yang diperoleh dari hasil reaksi kitosan dengan kurkuminoid diperkirakan seperti pada Gambar 4.19.





**Gambar 4.19:** Perkiraan struktur produk *hybride* kitosan-kurkuminoid (imina)



## BAB V PENUTUP

### 5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian dan pembahasan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Kitosan dari cangkang rajungan (*P. pelagicus*) asal Probolinggo berupa serbuk berwarna putih kecoklatan. Rendemen rata-rata 27,67% dengan kadar air 1%. Nilai DD (Derajat Deasetilasi) tertinggi 87,96% dengan lama reaksi deasetilasi 24 jam menggunakan NaOH 70%.
2. Produk *hybride* kitosan-kurkuminoid diperoleh dari rasio kitosan-kurkuminoid 1:4 (b/b), berupa serbuk berwarna kekuningan dengan nilai DS kurkuminoid sebesar 0,578.
3. Kestabilan produk *hybride* kitosan-kurkuminoid dipengaruhi oleh suasana asam basa, dan produk ini relatif lebih stabil dalam suasana asam.

### 5.2 Saran

Perlu dikaji lebih lanjut untuk mendapatkan kitosan dengan warna yang lebih putih dan nilai DD diatas 90%. Disamping itu juga perlu diteliti lebih lanjut terkait potensi aplikasi dari produk *hybride* kitosan-kurkuminoid.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Wahyuni, A. Hardjono dan Paskalina Hariyanti Yamerwav, 2004, **Ekstraksi Kurkumin dari Kunyit**, *Prosiding Seminar Nasional Rekayasa Kimia dan Proses 2004*, Jurusan Teknik Kimia, Sekolah Tinggi Teknologi Nasional, Yogyakarta.
- [2] Brat P., Tourniaire F., Amiot-Carlin M. J., 2008, **Stability and Analysis of Phenolic Pigments**, In : Socaciu C (ed), *Food Colorants Chemical and Functional Properties*, CRC Press, Boca Raton.
- [3] Feroz Akhtar, M. Moshahid Alam Rizvi, Santosh Kumar Kar, 2012, **Oral Delivery of Curcumin Bound to Chitosan Nanoparticles Cured *Plasmodium yoelii* Infected Mice**, *Biotechnology Advances*, 30 : 310–320.
- [4] Nitesh Kumar and Sunil Kumar Sakhya, 2012, **Ethnopharmacological Properties of *Curcuma longa***, *International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research*, 4 (1) : 103-112.
- [5] Purseglove J. W., 1975, **Tropical Crops Monocotyledones**, Longman, London.
- [6] Purseglove J. W., Brown E. G., Green C. L., Robins S. R. J., 1981, **Spice**, Longman, London.
- [7] Asosiasi Pengelolaan Rajungan Indonesia, 2012, **Ekspor Rajungan Ketiga Terbesar Setelah Udang & Tuna**, Kementerian Perdagangan Republik Indonesia, Diakses melalui <http://www.kemendag.go.id/en/news/2012/12/17/ekspor-rajungan-ketiga-terbesar-setelah-udang-tuna>, Tanggal 17 Februari 2014.

- [8] Srijanto, B., 2003, **Kajian Pengembangan Teknologi Proses Produksi Kitin dan Kitosan Secara Kimiawi**, *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia 2003*, 1 : F01-1-F01-5.
- [9] Felicity Burrows, Clifford Louime, Michael Abazinge, Oghenekome Onokpise, 2007, **Extraction and Evaluation of Chitosan from Crab Exoskeleton as a Seed Fungicide and Plant Growth Enhancer**, *American-Eurasian Journal of Agriculture & Environmental Science*, 2 (2) : 103-111.
- [10] Ming-Tsung Yen, Joan-Hwa Yang, Jeng-Leun Mau, 2009, **Psychochemical Characterization of Chitin and Chitosan from Crab Shells**, *Carbohydrate Polymers*, 75 : 15-21.
- [11] Matheis F. J. D. P. Tanasale, Amos Killay, dan Marsela S. Laratmase, 2011, **Kitosan dari Limbah Kulit Kepiting Rajungan (*Portunus sanguinolentus* L.) sebagai Adsorben Zat Warna Biru Metilena**, *Jurnal Natur Indonesia*, 14 (2) : 165-171.
- [12] Ravi Kumar, M. N. V., 2000, **A Review of Chitin and Chitosan Applications**, *Reactive and Functional Polymers*, 46 : 1-27.
- [13] Vani R. and Shaleesha A. Stanley, 2013, **Studies on the Extraction of Chitin and Chitosan from Different Aquatic Organisms**, *Advanced BioTech*, 12 (12) : 12-15.
- [14] Prasetyo, Kurnia Wiji, 2004, **Pemanfaatan Limbah Cangkang Udang**, Diakses melalui <http://www.kompas.com>, Tanggal 1 April 2014.
- [15] N. M. Puspawati dan I. N. Simpen, 2010, **Optimasi Deasetilasi Khitin dari Kulit Udang dan Cangkang Kepiting Limbah Restoran Seafood menjadi Khitosan Melalui Variasi Konsentrasi NaOH**, *Jurnal Kimia*, 4 (1) : 79-90.

- [16] McMurry J., 2008, **Organic Chemistry**, 7th edition, Thomson Learning Inc., Australia.
- [17] Herdini, Latifah K. Darusman dan Purwantiningsih Sugita, 2010, **Disolusi Mikroenkapsulasi Kurkumin Tersalut Gel Kitosan-Alginat Glutaraldehida**, *Makara Sains*, 14 (1) : 57-62.
- [18] Ratul Kumar Das, Naresh Kasoju, and Utpal Bora, 2010, **Encapsulation of Curcumin in Alginate-Chitosan-Pluronic Composite Nanoparticles for Delivery to Cancer Cells**, *Nanomedicine*, 6 : 153-160.
- [19] Kloppenburgh, 2006, **Tanaman Berkhasiat Indonesia**, Penerjemah : Soegiri J., IPB Press, Bogor.
- [20] Sudarsono, 1996, **Tumbuhan Obat, Hasil Penelitian, Sifat-sifat, dan Penggunaan**, PPOT-UGM, Yogyakarta.
- [21] Syukur C. dan Hernani, 2001, **Budi Daya Tanaman Obat Komersial**, Penebar Swadaya, Jakarta.
- [22] Anil Kumar, Jyotsna Dora, and Anup Singh, 2011, **A Review On Spice Of Life *Curcuma longa* (Turmeric)**, *International Journal of Applied Biology and Pharmaceutical Technology*, 2 (4) : 371-379.
- [23] Prasetyo, Y. T., 2003, **Instan : Jahe, Kunyit, Kencur, Temulawak**, Kanisius, Yogyakarta.
- [24] Said, Ahmad, 2007, **Khasiat dan Manfaat Kunyit**, PT. Sinar Wadja Lestari, Jakarta.
- [25] Martini, S., 1998, **Pengaruh Pemberian Ransum yang Mengandung Berbagai Jenis Curcuma dan Kombinasinya sebagai Pakan Aditif terhadap Produksi Karkas serta Komposisi Asam Lemak Karkas pada**

**Kelinci Peranakan New Zealand White**, *Disertasi*, Universitas Padjajaran, Bandung.

- [26] Singh, Ravinder, 2008, **Curcuminoids, Curcuminoid Like Compounds and Ferulic Acid Derivates : Their Synthesis, Purification, Characterization, Radical Scavenging Capacity and Complexation with Cyclodextrins**, Diakses melalui <https://www.duo.uio.no/handle/10852/12212>, Tanggal 1 Maret 2014.
- [27] Dyah Lasna Nurvita Sari, Bambang Cahyono, Andri Cahyo Kumoro, 2013, **Pengaruh Jenis Pelarut pada Ekstraksi Kurkuminoid dari Rimpang Temulawak (*Curcuma xanthorrhiza Roxb*)**, *Chemistry Info*, 1 (1) : 101-107.
- [28] Nontji, A., 1986, **Laut Nusantara**, Djambatan, Jakarta.
- [29] Indriyani, A., 2006, **Mengkaji Pengaruh Penyimpanan Rajungan (*Portunus pelagicus*) Mentah dan Matang di Mini Plant terhadap Mutu Daging di Plant**, *Tesis*, Fakultas Ilmu Kelautan dan Perikanan, Universitas Diponegoro, Semarang.
- [30] Ermawati dan Yunita, 2009, **Pemanfaatan Kitosan dari Limbah Rajungan (*Portunus pelagicus*) sebagai Antimikroba pada Obat Kumur**, UGM, Yogyakarta.
- [31] Juwana, S. dan Kasijan R., 2000, **Rajungan Perikanan, Cara Budidaya dan Menu Masakan**, Penerbit Djambatan, Jakarta.
- [32] Sri Eva Lusiana, 2014, **Foto Rajungan (*Portunus pelagicus*) Asal Probolinggo**, Didokumentasi pada 7 Februari 2014, Sony Cyber-Shot DSC-TX20.
- [33] Fatmawati, 2009, **Kelimpahan Relatif dan Struktur Ukuran Rajungan di Daerah Mangrove Kecamatan Tekolabbua**

**Kabupaten Pangkep, Skripsi**, Jurusan Perikanan Fakultas Ilmu Kelautan dan Perikanan, Universitas Hasanuddin, Makassar.

- [34] Mark, A. and Sun, S., 2008, **Intelligent Chitosan-based Hydrogels as Multifunctional Material**, RSC, Cambridge.
- [35] L.H. Rahayu dan S. Purnavita, 2007, **Optimasi Pembuatan Kitosan dari Kitin Limbah Cangkang Rajungan (*Portunus pelagicus*) untuk Adsorben Ion Logam Merkuri**, *Reaktor*, 11 (1) : 45-49.
- [36] Argin-Soysal, S. Kofinas P., Martin, L., 2007, **Effect of Complexation Condition on Xanthan-Chitosan Polyelectrolyte Complex Gel**, *Food Hydrocolloids*, 23 : 202-209.
- [37] Krissetiana, H., 2004, **Kitin dan Kitosan dari Limbah Udang**, *Suara Merdeka*, Diakses melalui <http://www.suaramerdeka.com/harian/0405/31/ragam4>, Tanggal 20 Februari 2014.
- [38] Khan, T.A., Peh, K.K., dan Ching H.S., 2002, **Reporting Degree of Deacetylation Values of Chitosan : The Influence of Analytical Methods**, *Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Science*, 5 (3) : 205-212.
- [39] Bastaman S., 1989, **Studies on Degradation and Extraction of Chitin and Chitosan from Prawn Shells (*Nephrops norvegicus*)**, *Thesis*, The Department of Mechanical Manufacturing, Aeronautical and Chemical Engineering, The Faculty of Engineering, The Queen's University of Belfast.

- [40] R.M. Silverstein, G.C. Bassler, T.C. Morrill, 1986, **Spectrometric Identification of Organic Compounds**, 5th ed., A Wiley Interscience Publication, John Wiley & Sons, Singapore.
- [41] Thermo Nicolet, 2011, **Introduction to Fourier Transform Infrared Spectrometry**, Thermo Nicolet Corporation, USA, Diakses melalui <http://mmrc.caltech.edu/FTIR/FTIRintro.pdf>, Tanggal 23 Februari 2014.
- [42] Rohman, Abdul, 2007, **Kimia Farmasi Analisis**, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
- [43] Sutopo, 2006, **Kimia Analisa**, Exacta, Solo.
- [44] Sastrohamidjojo, Hardjono, 2001, **Dasar-dasar Spektroskopi**, Penerbit Liberty, Yogyakarta.
- [45] R.F. Weska, J. M. Moura, L. M. Batista, J. Rizzi, L. A. A. Pinto, 2007, **Optimization of Deacetylation in the Production of Chitosan from Shrimp Wastes : Use of Response Surface Methodology**, *Journal of Food Engineering*, 80 (3) : 749-753.
- [46] Mardiyah Kurniasih dan Dian Windy Dwiasi, 2007, **Preparasi dan Karakterisasi Kitin dari Kulit Udang Putih (*Litopenaeus vannamei*)**, *Jurnal Molekul*, 2 (2) : 79-87.
- [47] Jaggi Lal, Sushil K. Gupta, Dau D. Agarwal, 2012, **Chitosan : An Efficient Biodegradable and Recyclable Green Catalyst for One-Pot Synthesis of 3,4-dihydropyrimidinones of Curcumin in Aqueous Media**, *Catalysis Communications*, 27 : 38-43.



- [48] Garcia R. B. dan Vidal R. L., 2000, **Preparation and Structural Character of o-acetyl Agarose with Low Degree of Substitution**, *Polimeros : Ciencia Technologie*, 10 : 155-161.
- [49] Zulfikar, M.A., Wahyuningrum, D., dan Achmad, S., 2008, **Sintesis dan Karakterisasi Membran Komposit Kitosan-Silika untuk Sel Bahan Bakar**, *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia IV*, Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA-UPI, 65-66.
- [50] Yuliusman dan Adelina, P.W., 2010, **Pemanfaatan Kitosan dari Cangkang Rajungan pada Proses Adsorpsi Logam Nikel dari Larutan NiSO<sub>4</sub>**, *Prosiding Seminar Rekayasa Kimia dan Proses 2010*, ISSN : 1411-4216.
- [51] Purwatiningsih, S., Wukirsari, T. Sjahriza, A., dan Wahyono D., 2009, **Kitosan Sumber Biomaterial Masa Depan**, IPB Press, Bogor.
- [52] Muzzarelli, R. A. A., 1985, **Chitin in the Polysaccharides**, Academic Press Inc., Orlando, San Diego.
- [53] Dewi, Ariyanti Suhita, Fawzya, Yusro Nuri, 2006, **Studi Pendahuluan : Penggunaan Berulang Larutan Natrium Hidroksida dalam Pembuatan Kitosan**, *Prosiding Seminar Nasional Himpunan Kimia Indonesia 2006*, Departemen FMIPA Institut Pertanian Bogor, Balai Besar Riset Pengolahan Produk dan Bioteknologi Kelautan dan Perikanan, 154-161.
- [54] Yongqin Zhang, Changhu Xue, Yong Xue, Ruichang Gao and Xiuli Zhang, 2005, **Determination of the Degree of Deacetylation of Chitin and Chitosan by X-ray Powder Diffraction**, *Carbohydrate Research*, 340 : 1914-1917.
- [55] Terbojevich, M. and Muzzarelli R.A.A., 2000, **Chitosan**, University of Ancona, Ancona.

[56] Bambang Srijanto, Idah Rosidah, Eriawan Rismana, Gustini Syabirin, Aan, dan Mahreni, 2004, **Pengaruh Waktu, Suhu dan Perbandingan Bahan Baku Pelarut pada Ekstraksi Kurkumin dari Temulawak (*Curcuma xanthorrhiza Roxb.*) dengan Pelarut Aseton**, *Prosiding Seminar Nasional Rekayasa Kimia dan Proses 2004*, ISSN : 1411 – 4216.

[57] G. Asghari, A. Mostajeran, M. Shebli, 2009, **Curcuminoid and Essential Oil Components of Turmeric at Different Stages of Growth Cultivated in Iran**, *Research in Pharmaceutical Sciences*, 4 (1) : 55-61.

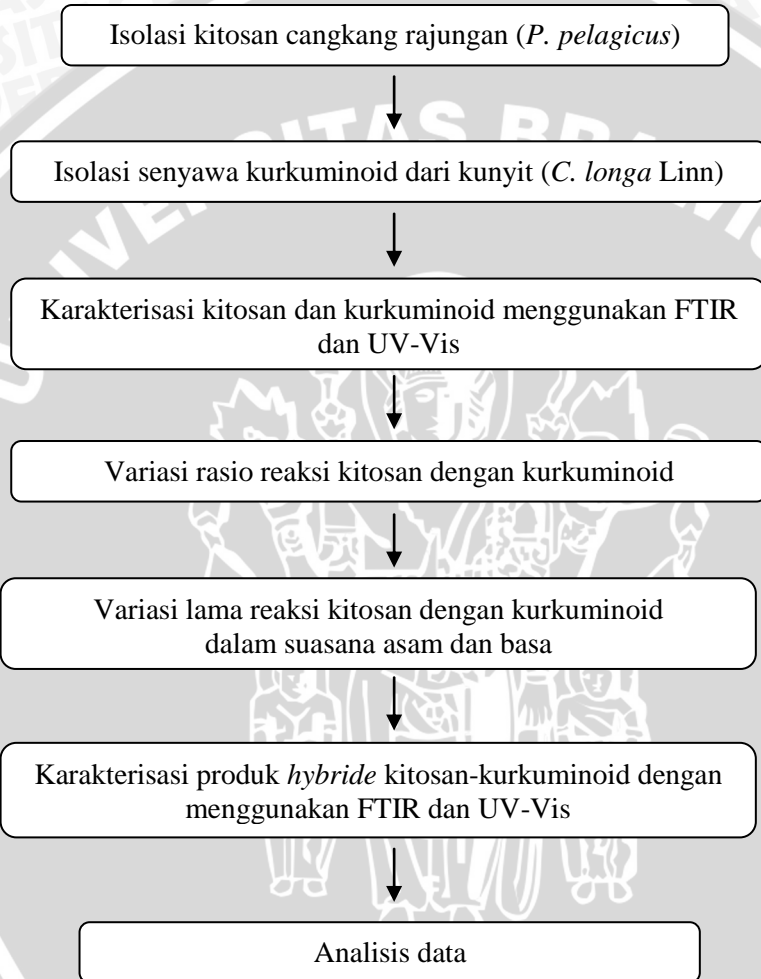
[58] P.R Krishna Mohan, G. Sreelakshmi C.V.V. Muraleedharan, Roy Joseph, 2012, **Water Soluble Complexes of Curcumin with Cyclodextrins : Characterization by FT-Raman Spectroscopy**, *Vibrational Spectroscopy*, 8 : 1-8.



## LAMPIRAN

### Lampiran A. Skema Kerja

#### A.1 Diagram Alir Penelitian



## A.2 Isolasi Kitosan Cangkang Rajungan (*P. pelagicus*)

### A.2.1 Preparasi cangkang rajungan

Cangkang rajungan

- Dicuci hingga bersih
- Dikeringkan di bawah sinar matahari selama  $\pm 7$  hari
- Dihaluskan dengan mortar
- Disaring dengan ayakan 50 mesh

Serbuk cangkang rajungan

### A.2.2 Demineralisasi

Serbuk cangkang rajungan

- Ditimbang sebanyak 50 gram dengan menggunakan neraca analitik
- Ditambahkan 200 mL HCl 2 N
- Diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 24 jam pada suhu kamar (25 °C)
- Disaring dengan menggunakan kertas saring

Endapan

- Dicuci dengan aquades hingga netral (pH 7)
- Disaring kembali
- Dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C
- Didinginkan dalam desikator
- Ditimbang untuk proses deproteinasi (hingga diperoleh berat konstan)

Kitin hasil demineralisasi

Filtrat

### A.2.3 Deproteinasi

Kitin hasil demineralisasi

- Ditimbang sebanyak 8 gram
- Dimasukkan ke dalam labu leher tiga-100 mL
- Ditambahkan 80 mL NaOH 4%
- Dirangkai seperangkat alat refluks
- Direfluks pada suhu 100 °C selama 12 jam sambil diaduk dengan *magnetic stirrer*
- Disaring dengan menggunakan kertas saring

Endapan

- Dicuci dengan aquades hingga netral (pH 7)
- Disaring kembali dengan menggunakan kertas saring
- Dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C
- Didinginkan dalam desikator
- Ditimbang untuk proses depigmentasi (hingga diperoleh berat konstan)

Kitin hasil deproteinasi

Filtrat

#### A.2.4 Depigmentasi

Kitin hasil deproteinasi

- Ditimbang sebanyak 7 gram
- Ditambah dengan 70 mL etanol 96%
- Diaduk dengan *magnetic stirrer* pada suhu kamar (25 °C)
- Disaring dengan menggunakan kertas saring

Endapan

- Dicuci dengan campuran aquades panas:aseton (1:1) sebanyak dua kali
- Disaring kembali
- Dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C
- Didinginkan dalam desikator
- Ditimbang hingga diperoleh berat konstan

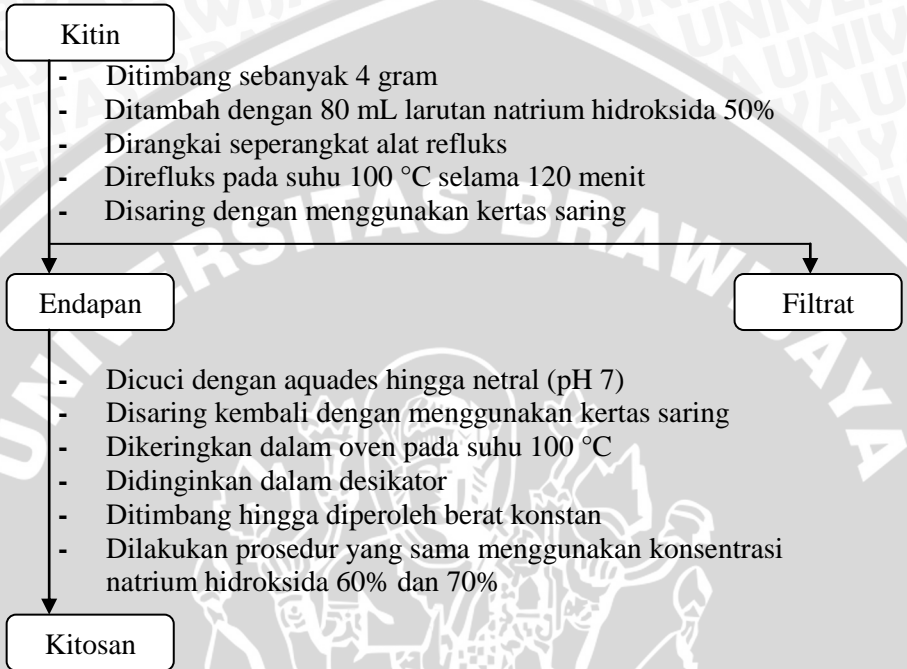
Kitin

Filtrat

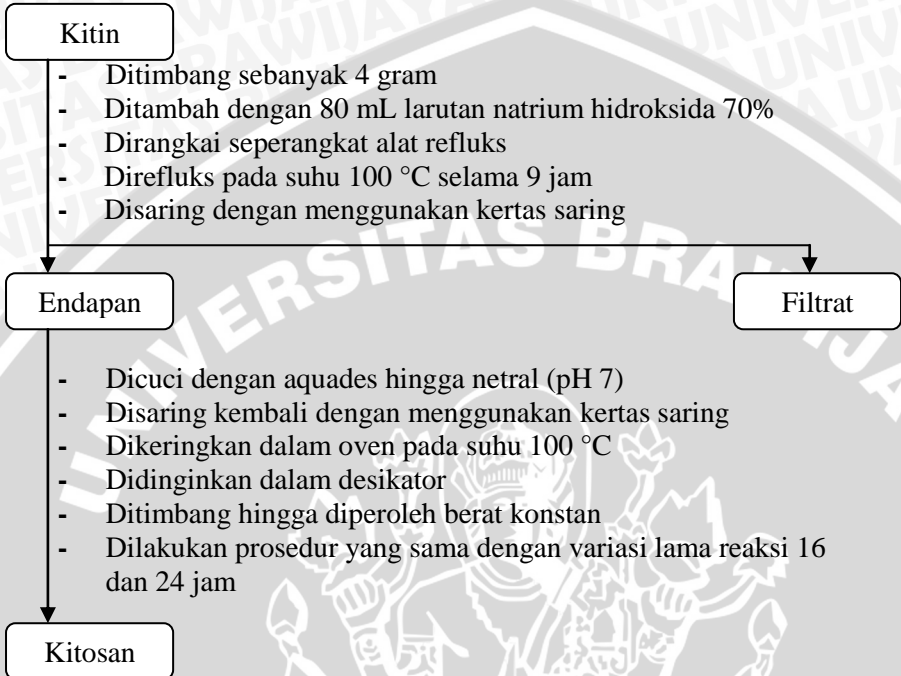


## A.2.5 Deasetilasi kitin

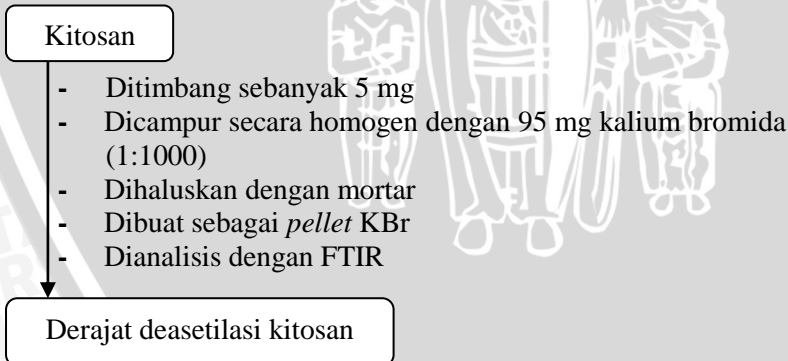
### A.2.5.1 Variasi konsentrasi basa



### A.2.5.2 Variasi lama reaksi



### A.2.6 Penentuan nilai derajat deasetilasi (DD)





### A.3 Isolasi Senyawa Kurkuminoid dari Kunyit (*C. longa* Linn)

#### Rimpang kunyit

- Dicuci hingga bersih
- Dikupas dan diiris tipis-tipis
- Dihaluskan dengan blender
- Ditimbang sebanyak 100 gram dengan menggunakan neraca analitik
- Dimasukkan ke dalam gelas kimia-500 mL
- Dilarutkan dengan aquades
- Ditambah dengan larutan NaOH 4% hingga mencapai pH 10-11
- Diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 15 menit
- Disaring

#### Filtrat

- Ditambah dengan asam asetat sedikit demi sedikit hingga mencapai pH 4-6
- Diekstraksi dengan n-heksana
- Ditampung dalam labu alas bulat-250 mL
- Dievaporasi menggunakan *rotary evaporator vacuum*
- Dianalisis dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

#### Kurkuminoid

#### Endapan

## A.4 Reaksi Kitosan dengan Kurkuminoid

### A.4.1 Variasi rasio kitosan-kurkuminoid

#### Kitosan

- Ditimbang sebanyak 20 mg
- Dilarutkan dengan sedikit aquades
- Ditambah dengan kurkuminoid yang telah dilarutkan dalam etanol 96%
- Dilakukan variasi rasio kitosan dan kurkuminoid (b/b) 1:1, 1:2, dan 1:4
- Diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 2 jam pada suhu kamar (25 °C)
- Disaring dengan menggunakan kertas saring

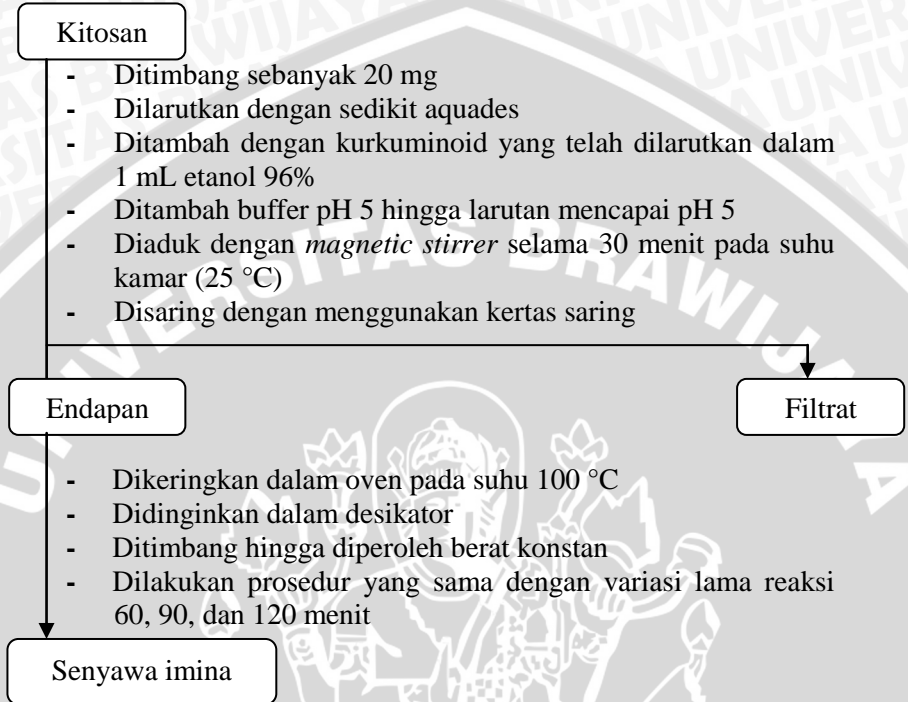
#### Endapan

- Dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C
- Didinginkan dalam desikator
- Ditimbang hingga diperoleh berat konstan

#### Senyawa imina

#### Filtrat

#### A.4.2 Variasi lama reaksi kitosan-kurkuminoid dalam suasana asam



### A.4.3 Variasi lama reaksi kitosan-kurkuminoid dalam suasana basa

#### Kitosan

- Ditimbang sebanyak 20 mg
- Dilarutkan dengan sedikit aquades
- Ditambah dengan kurkuminoid yang telah dilarutkan dalam 1 mL etanol 96%
- Ditambah buffer pH 8 hingga larutan mencapai pH 8
- Diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 30 menit pada suhu kamar (25 °C)
- Disaring dengan menggunakan kertas saring

#### Endapan

- Dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C
- Didinginkan dalam desikator
- Ditimbang hingga diperoleh berat konstan
- Dilakukan prosedur yang sama dengan variasi lama reaksi 60, 90, dan 120 menit

#### Senyawa imina

#### Filtrat

## Lampiran B. Tabel Perlakuan Reaksi Kitosan-Kurkuminoid

### B.1 Variasi Rasio Kitosan-Kurkuminoid

Rasio Kitosan-Kurkuminoid	Massa Kitosan (mg)	Volume Kurkuminoid (mL)	Waktu Reaksi (menit)
1:1	20,0	0,5	120
1:2	20,0	1,0	120
1:4	20,0	2,0	120

### B.2 Variasi Waktu *Stirrer* Reaksi Kitosan-Kurkuminoid dalam Suasana Asam dan Basa

Rasio Kitosan-Kurkuminoid	Massa Kitosan (mg)	Volume Kurkuminoid (mL)	Waktu Reaksi (menit)
1:2	20	1	0
1:2	20	1	30
1:2	20	1	60
1:2	20	1	90
1:2	20	1	120

## Lampiran C. Tabel Data Hasil Penelitian

### C.1 Rendemen Hasil Reaksi Deasetilasi

#### C.1.1 Variasi konsentrasi basa

Konsentrasi NaOH(%)	Berat Kitin (g)	Kitosan yang Diperoleh (g)	Rendemen (%)
50	4,00	1,38	34,50
60	4,00	1,00	25,00
70	4,00	0,94	23,50

#### C.1.2 Variasi lama reaksi deasetilasi

Lama Reaksi (Jam)	Berat Kitin (g)	Kitosan yang Diperoleh (g)	Rendemen (%)
9	4,00	1,54	38,50
16	4,00	1,17	29,25
24	4,00	1,85	46,25

## C.2 Nilai Derajat Deasetilasi (DD) Kitosan

### C.2.1 Variasi konsentrasi basa

Konsentrasi NaOH (%)	A <sub>3450</sub>	A <sub>1655</sub>	Derajat Deasetilasi (%)
50	0,32	0,21	50,66
60	0,29	0,08	79,26
70	0,33	0,09	79,49

### C.2.2 Variasi lama reaksi deasetilasi

Lama Reaksi	A <sub>3450</sub>	A <sub>1655</sub>	Derajat Deasetilasi (%)
9	0,44	0,15	74,37
16	0,15	0,03	84,96
24	0,25	0,04	87,96

Keterangan :

A<sub>3450</sub>= Absorbansi gugus -OH *overlapping* dengan -NH<sub>2</sub>

A<sub>1655</sub>= Absorbansi gugus asetamida (CH<sub>3</sub>CONH-)

$$A = \log P_0/P$$

Dimana P<sub>0</sub> adalah % transmitan pada garis dasar dan P % transmitan pada puncak minimum.

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

## C.3 Rendemen Hasil Reaksi Kitosan-Kurkuminoid

### C.3.1 Rendemen hasil reaksi

Rasio (b/b)	Berat Awal (mg)	Berat Akhir (mg)	Rendemen (%)
1:1	20,0	15,4	77,0
1:2	20,0	11,9	59,5
1:4	20,0	10,3	51,5

### C.3.2 Rendemen hasil reaksi dalam suasana asam

Waktu (Menit)	Berat Awal (mg)	Berat Akhir (mg)	Rendemen (%)
30	20,0	13,0	65,0
60	20,0	12,9	64,5
120	20,0	10,2	51,0

### C.3.3 Rendemen hasil reaksi dalam suasana basa

Waktu (Menit)	Berat Awal (mg)	Berat Akhir (mg)	Rendemen (%)
30	20,0	11,5	57,5
60	20,0	10,0	50,0
120	20,0	10,1	50,5

### C.3.4 Variasi rasio kitosan-kurkuminoid

Rasio Kitosan-Kurkuminoid	Intensitas OH	A <sub>OH</sub>	Intensitas CO	A <sub>CO</sub>	DS
1:1	0,179	0,747	0,292	0,535	0,544
1:2	0,150	0,824	0,251	0,600	0,553
1:4	0,199	0,701	0,293	0,533	0,578

Keterangan :

A<sub>OH</sub> = Absorbansi gugus hidroksil (-OH)

A<sub>CO</sub> = Absorbansi gugus karbonil (C=O)

Dengan :

A<sub>OH</sub> = - log (intensitas gugus OH)

A<sub>CO</sub> = - log (intensitas gugus CO)

DS = 0,76 x (A<sub>CO</sub>/A<sub>OH</sub>)

## Lampiran D. Perhitungan

### D.1 Rendemen Hasil Isolasi Kitin

$$\text{Rendemen(\%)} = \frac{\text{Berat akhir}}{\text{Berat awal}} \times 100\%$$

- Tahapan demineralisasi

$$\text{Rendemen(\%)} = \frac{36,62 \text{ g}}{50,00 \text{ g}} \times 100\% = 73,24\%$$

- Tahapan deproteinasi

$$\text{Rendemen}(\%) = \frac{6,57 \text{ g}}{8,00 \text{ g}} \times 100\% = 82,13\%$$

- Tahapan depigmentasi

$$\text{Rendemen}(\%) = \frac{6,28 \text{ g}}{7,00 \text{ g}} \times 100\% = 89,71\%$$

## D.2 Perhitungan Derajat Deasetilasi (DD)

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

dimana :  $A_{1655}$  = Absorbansi gugus hidroksil (-OH)

$A_{3450}$  = Absorbansi gugus asetamida ( $\text{CH}_3\text{CONH-}$ )

1,33 = Tetapan yang diperoleh dari perbandingan

$A_{1655}/A_{3450}$  untuk kitosan dengan asetilasi penuh

- Derajat deasetilasi (DD) kitin

$$\begin{aligned} \% \text{ DD} &= 1 - \left[ \left( \frac{0,11}{0,11} \right) \times \frac{1}{1,33} \right] \times 100\% \\ &= 24,82\% \end{aligned}$$

## D.3 Perhitungan Kadar Air

$$\text{Kadar air} (\%) = \frac{B_2 - B_3}{B_2 - B_1} \times 100\%$$

dimana :  $B_1$  = massa cawan kosong (g)

$B_2$  = massa cawan dan serbuk cangkang rajungan awal (g)

$B_3$  = massa cawan dan serbuk cangkang rajungan yang telah dikeringkan (g)

- Kadar air serbuk cangkang rajungan

$$\text{Kadar air} (\%) = \frac{B_2 - B_3}{B_2 - B_1} \times 100\%$$

$$\text{Kadar air} (\%) = \frac{39,90 - 39,72}{39,90 - 34,90} \times 100\% = 3,6\%$$



- Kadar air kitin hasil isolasi dari cangkang rajungan

$$\text{Kadar air (\%)} = \frac{B_2 - B_3}{B_2 - B_1} \times 100\%$$

$$\text{Kadar air (\%)} = \frac{14,87 - 14,86}{14,87 - 13,87} \times 100\% = 7,00\%$$

- Kadar air kitosan hasil isolasi dari cangkang rajungan

$$\text{Kadar air (\%)} = \frac{B_2 - B_3}{B_2 - B_1} \times 100\%$$

$$\text{Kadar air (\%)} = \frac{15,07 - 15,06}{15,07 - 14,07} \times 100\% = 1,00\%$$

#### D.4 Rendemen Hasil Isolasi Kurkuminoid

$$\text{Rendemen(\%)} = \frac{\text{Berat akhir}}{\text{Berat awal}} \times 100\%$$

- Isolasi ke-1

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{0,42 \text{ g}}{100 \text{ g}} \times 100\% = 0,42\%$$

- Isolasi ke-2

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{1,12 \text{ g}}{100 \text{ g}} \times 100\% = 1,12\%$$

- Isolasi ke-3

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{0,87 \text{ g}}{100 \text{ g}} \times 100\% = 0,87\%$$

#### D.5 Perhitungan Preparasi Larutan

##### D.5.1 Pembuatan larutan induk kurkuminoid 500 ppm

Sebanyak 1,12 gram kurkuminoid dilarutkan dalam 10 mL etanol

Massa kurkuminoid = 1,12 gram = 1120 mg

Kurkuminoid 112.000 ppm = 1,12 gram/10 mL  
= 1120 mg/10<sup>-2</sup> L

- Pembuatan larutan induk kurkuminoid 500 ppm

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 112.000 \text{ ppm} \times V_1 &= 500 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} \\ V_1 &= 0,040 \text{ mL} \\ &= 40 \mu\text{L} \end{aligned}$$

#### D.5.2 Pembuatan larutan kurva baku

- Pembuatan larutan kurkuminoid 200 ppm dari 500 ppm

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 500 \text{ ppm} \times V_1 &= 200 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} \\ V_1 &= 4,000 \text{ mL} \\ &= 4000 \mu\text{L} \end{aligned}$$

- Pembuatan larutan kurkuminoid 100 ppm dari 200 ppm

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 200 \text{ ppm} \times V_1 &= 100 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} \\ V_1 &= 5,000 \text{ mL} \\ &= 5000 \mu\text{L} \end{aligned}$$

- Pembuatan larutan kurkuminoid 90 ppm dari 100 ppm

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 100 \text{ ppm} \times V_1 &= 90 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} \\ V_1 &= 9,000 \text{ mL} \\ &= 9000 \mu\text{L} \end{aligned}$$

- Pembuatan larutan kurkuminoid 80 ppm dari 90 ppm

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 90 \text{ ppm} \times V_1 &= 80 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} \\ V_1 &= 8,900 \text{ mL} \\ &= 8900 \mu\text{L} \end{aligned}$$

- Pembuatan larutan kurkuminoid 70 ppm dari 80 ppm

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 80 \text{ ppm} \times V_1 &= 70 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} \\ V_1 &= 8,750 \text{ mL} \\ &= 8750 \mu\text{L} \end{aligned}$$

- Pembuatan larutan kurkuminoid 60 ppm dari 70 ppm

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\70 \text{ ppm} \times V_1 &= 60 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} \\V_1 &= 8,570 \text{ mL} \\&= 8570 \mu\text{L}\end{aligned}$$

- Pembuatan larutan kurkuminoid 50 ppm dari 60 ppm

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\60 \text{ ppm} \times V_1 &= 50 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} \\V_1 &= 8,333 \text{ mL} \\&= 8333 \mu\text{L}\end{aligned}$$

- Pembuatan larutan kurkuminoid 40 ppm dari 50 ppm

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\50 \text{ ppm} \times V_1 &= 40 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} \\V_1 &= 8,000 \text{ mL} \\&= 8000 \mu\text{L}\end{aligned}$$

- Pembuatan larutan kurkuminoid 30 ppm dari 40 ppm

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\40 \text{ ppm} \times V_1 &= 30 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} \\V_1 &= 7,500 \text{ mL} \\&= 7500 \mu\text{L}\end{aligned}$$

- Pembuatan larutan kurkuminoid 20 ppm dari 30 ppm

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\30 \text{ ppm} \times V_1 &= 20 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} \\V_1 &= 6,667 \text{ mL} \\&= 6667 \mu\text{L}\end{aligned}$$

- Pembuatan larutan kurkuminoid 10 ppm dari 20 ppm

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\20 \text{ ppm} \times V_1 &= 10 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} \\V_1 &= 5,000 \text{ mL} \\&= 5000 \mu\text{L}\end{aligned}$$

- Pembuatan larutan kurkuminoid 5 ppm dari 10 ppm

$$\begin{aligned}
 M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\
 10 \text{ ppm} \times V_1 &= 5 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL} \\
 V_1 &= 5,000 \text{ mL} \\
 &= 5000 \mu\text{L}
 \end{aligned}$$

## Lampiran E. Kurva Baku Kurkuminoid

### E.1 Pembuatan Kurva Baku Kurkuminoid

#### E.1.1 Kurva baku kurkuminoid

Konsentrasi dalam ppm (x)	Absorbansi (y)	x <sup>2</sup>	y <sup>2</sup>	xy
5	0,048	25	0,002304	0,24
20	0,236	400	0,055696	4,72
40	0,519	1600	0,269361	20,76
60	0,734	3600	0,538756	44,04
80	0,980	6400	0,960400	78,40
Σ		12025	1,826517	148,16

Berdasarkan data pada Tabel Lampiran E.1.1, diperoleh persamaan regresi sebagai berikut :

$$a = \frac{\sum xy}{\sum x^2} = 0,012$$

$$r = \frac{\sum xy}{\sqrt{\sum x^2 \sum y^2}} = 0,998$$

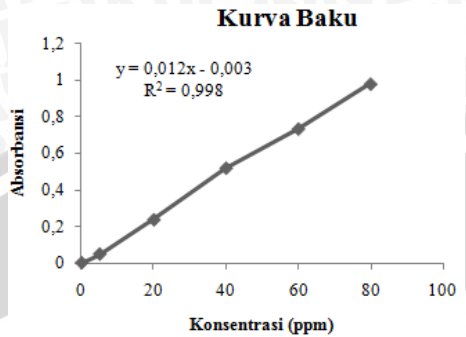
Persamaan regresi yang diperoleh dari kurva baku :  $y = 0,012x$ .

Berdasarkan Hukum Lambert-Beer, hubungan antara konsentrasi (ppm) dan absorbansi adalah :

$$A = abc$$

$$y = 0,012x$$

dimana A adalah absorbansi, b adalah ketebalan medium, dan c adalah konsentrasi larutan (ppm). Kurva baku kurkuminoid yang diperoleh dari perhitungan regresi linier, disajikan pada Gambar E.



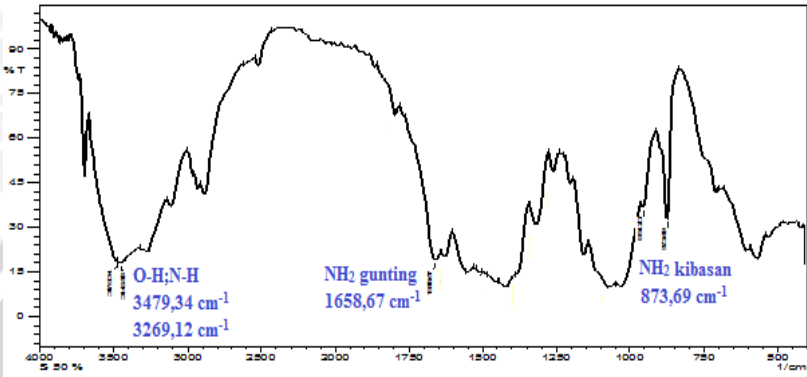
**Gambar E:** Kurva hubungan konsentrasi kurkuminoid terhadap absorbansi hasil pengukuran dengan spektrofotometer UV-Vis



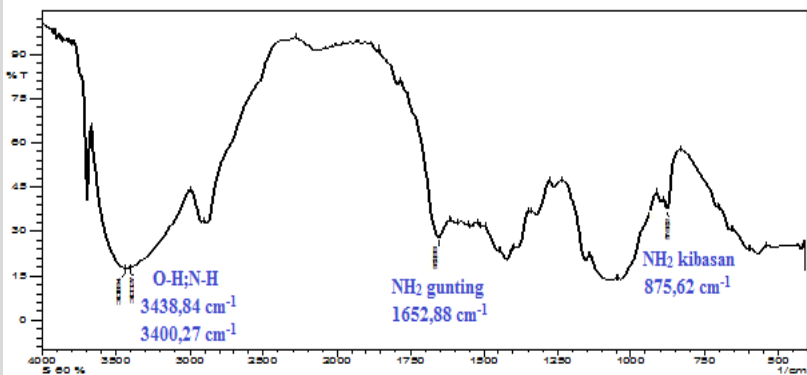
## Lampiran F. Spektra Hasil Karakterisasi Senyawa

### F.1 Spektra FTIR Kitosan Variasi Konsentrasi NaOH

#### F.1.1 Spektra FTIR kitosan NaOH 50%

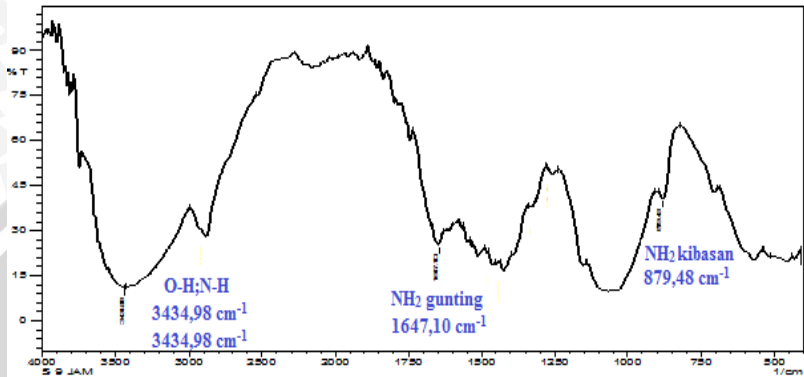


#### F.1.2 Spektra FTIR kitosan NaOH 60%

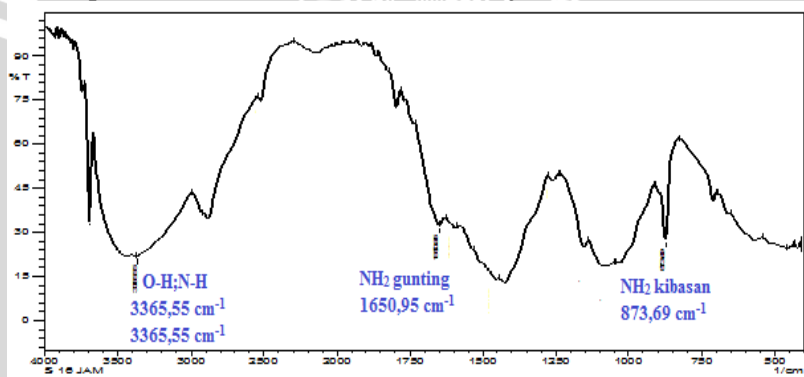


## F.2 Spektra FTIR Kitosan Variasi Lama Reaksi Deasetilasi

### F.2.1 Spektra FTIR kitosan lama reaksi 9 jam

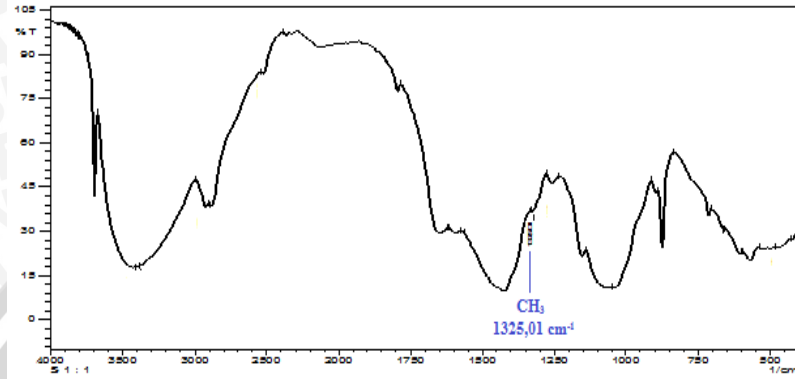


### F.2.2 Spektra FTIR kitosan lama reaksi 16 jam

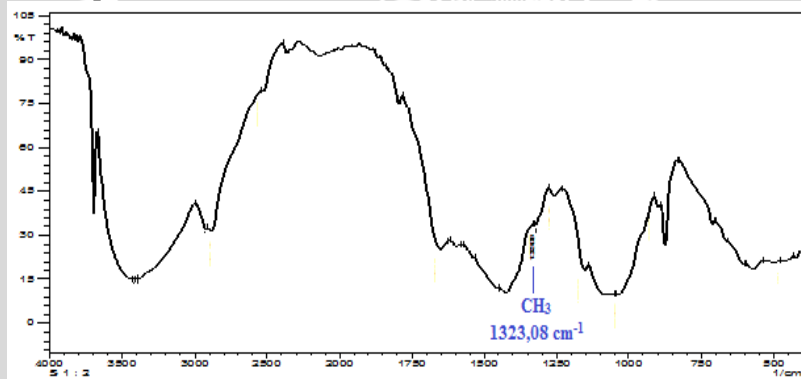


### F.3 Spektra FTIR Reaksi Kitosan-Kurkuminoid Variasi Rasio

#### F.3.1 Spektra FTIR kitosan-kurkuminoid (1:1)

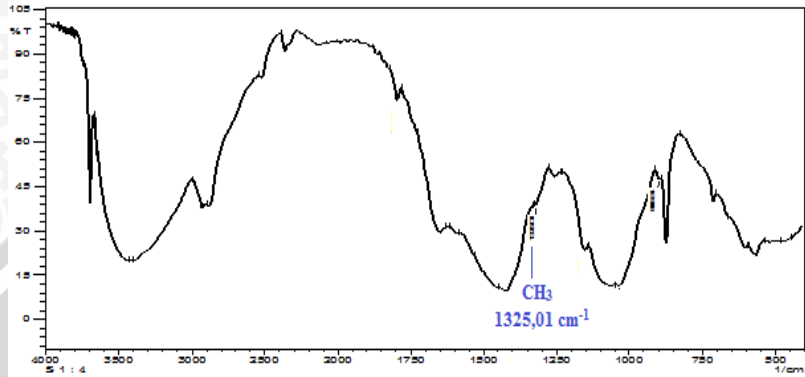


#### F.3.2 Spektra FTIR kitosan-kurkuminoid (1:2)

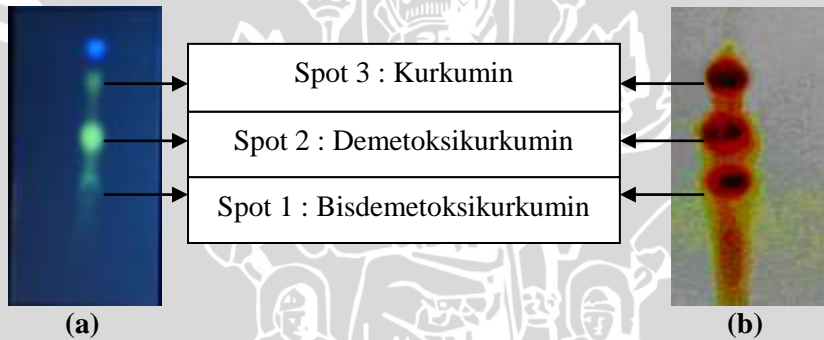




**F.3.3** Spektra FTIR kitosan-kurkuminoid (1:4)



**F.4** Hasil Analisis Kurkuminoid dengan KLT



Keterangan : (a) KLT hasil penelitian  
(b) KLT literatur

## Lampiran G. Dokumentasi Penelitian

### G.1 Isolasi Kitosan dari Cangkang Rajungan (*P. pelagicus*)

#### G.1.1 Preparasi cangkang rajungan



Cangkang rajungan



Penumbukan  
cangkang rajungan



Serbuk kasar  
cangkang rajungan

#### G.1.2 Demineralisasi



Demineralisasi



Serbuk hasil demineralisasi

#### G.1.3 Deproteinasi



Proses deproteinasi



Hasil deproteinasi



Serbuk kitin

### G.1.4 Depigmentasi



Proses depigmentasi



Kitin hasil depigmentasi

### G.1.5 Deasetilasi



Proses deasetilasi kitin dengan refluks



Serbuk kitosan

## G.2 Isolasi Kurkuminoid dari Rimpang Kunyit

### G.2.1 Ekstraksi dengan n-heksana



Fasa organik

Fasa air

Ekstraksi kurkuminoid dengan pelarut n-heksana

**G.2.2** Kurkuminoid hasil isolasi dari rimpang kunyit (*C. longa* Linn)



Kurkuminoid

**G.3** Hasil Reaksi Kitosan-Kurkuminoid

**G.3.1** Variasi rasio kitosan-kurkuminoid



Filtrat sisa hasil reaksi



Padatan (serbuk)

**G.3.2** Variasi lama reaksi kitosan-kurkuminoid dalam suasana asam



Filtrat sisa hasil reaksi



Padatan (serbuk)

### G.3.3 Variasi lama reaksi kitosan-kurkuminoid dalam suasana basa



Filtrat sisa hasil reaksi



Padatan (serbuk)

