

## SINTESIS KITOSAN SUKSINAT DARI KITOSAN DAN SUKSINAT ANHIDRID SERTA KARAKTERISTIKNYA

Arsyamelati<sup>1</sup>, Dodi Iskandar<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Universitas Lambung Mangkurat, <sup>2</sup> Politeknik Negeri Pontianak

Masuk: 8 Desember 2014, revisi masuk: 3 Januari 2015, diterima: 25 Januari 2015

### ABSTRACT

*The purpose of this study was to determine the effect of molecular weight of chitosan towards the solubility of chitosan succinate in water. The chitosan succinate was synthesized by succinilation method. In the synthesis, chitosan with different molecular weight, low molecular weight (LMW), medium molecular weight (MMW), high molecular weight (HMW) were reacted with succinate anhydride (1:10) for 24 hours. The infrared spectra of chitosan succinate, showed by wavenumber shift, indicating that there has been interaction between chitosan and succinate anhydride. Based on results of analysis of the characterization of chitosan succinate (Analysis of nitrogen, analysis of degree of substitution, and solubility test in water), succinate chitosan HMW (High Molecular Weight) has the highest level of solubility. At temperature of 80°C, it dissolves until 99.34% of solubility, the succinate chitosan has 2.98% of nitrogen content, and 0.60 of degree of substitution. From this research can be inferred that larger molecular weight of chitosan can lead into a higher degree of substitution and solubility values in water.*

**Keywords:** *chitosan, succinate anhydride, chitosan succinate.*

### INTISARI

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh berat molekul terhadap tingkat kelarutan kitosan suksinat dalam air. Kitosan suksinat disintesis menggunakan metode suksinilasi. Kitosan dengan perbedaan berat molekul yaitu *low molecular weight* (LMW), *medium molecular weight* (MMW), *high molecular weight* (HMW), masing-masing direaksikan dengan suksinat anhidrida (rasio mol 1:10) selama 24 jam. Spektra FTIR (*Fourier Transform Infrared*) pada kitosan suksinat menunjukkan pergeseran bilangan gelombang yang menunjukkan adanya interaksi antara kitosan dengan suksinat anhidrida. Berdasarkan hasil analisis karakterisasi kitosan suksinat (analisis kadar nitrogen, analisis derajat substitusi, dan uji kelarutan dalam pelarut air), kitosan suksinat HMW (*High Molecular Weight*) memiliki tingkat kelarutan tertinggi dibanding LMW dan MMW. Pada suhu 80°C kitosan suksinat larut dalam aquades hingga mencapai kelarutan 99,34%, memiliki kadar nitrogen sebesar 2,98% dan derajat substitusi sebesar 0,60. Dari penelitian ini dapat disimpulkan semakin besar berat molekul yang dimiliki kitosan menyebabkan nilai kelarutan kitosan suksinat dan derajat substitusi juga semakin besar.

**Kata kunci:** kitosan, suksinat anhidrida, kitosan suksinat.

### PENDAHULUAN

Permasalahan utama aplikasi kitosan adalah sifat kelarutan dalam air yang rendah. Menurut Knorr (1982), bahwa parameter utama yang mempengaruhi karakter kitosan adalah berat molekulnya (MW) dan derajat deasetilasi (DD). Sifat kelarutan kitosan dalam air

dapat diperbaiki dengan memodifikasi kitosan menjadi derivatnya. Salah satu senyawa derivat kitosan yang dapat larut air adalah karbosimetilkitosan (KMK), tidak beracun bersifat *biodegradable* serta *biocompatible* (Dwiyitno dkk., 2004). Modifikasi kitosan juga dilakukan oleh Noerati dkk., (2007), dimana sifat kelarutan kitosan suksinat dalam air dapat diperbaiki dengan mensubstitusikan gugus

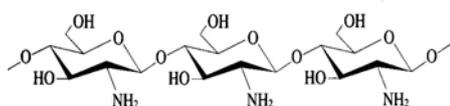
<sup>2</sup>dodi.iskandar2011@yahoo.com

asil pada rantai polimer kitosan menjadi kitosan suksinat. Modifikasi kitosan ini dengan suksinat anhidrida menghasilkan kitosan suksinat yang memiliki kelarutan dalam air yang tinggi. Modifikasi kitosan menjadi derivat tertentu terbukti dapat memperbaiki sifat kelarutan kitosan dalam pelarut air. Berdasarkan hal tersebut di atas maka dalam penelitian ini dilakukan modifikasi kitosan dengan variasi berat molekul untuk dapat mengetahui lebih lanjut bagaimana pengaruh berat molekul tersebut terhadap karakterisasi kitosan-suksinat dalam pelarut air sebagai langkah awal pemanfaatan kitosan yang lebih luas.

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui : pengaruh berat molekul kitosan terhadap kelarutan kitosan suksinat dalam pelarut air, pengaruh berat molekul kitosan terhadap derajat substitusi kitosan suksinat, pengaruh berat molekul kitosan terhadap kelarutan kitosan suksinat dalam pelarut air, dan pengaruh berat molekul kitosan terhadap derajat substitusi kitosan suksinat.

Proses deasetilasi merupakan proses penghilangan gugus asetil dari rantai molekul kitin. Proses ini menghasilkan kitosan dengan gugus amina ( $\text{NH}_2$ ) yang memiliki derajat kereaktifan kimia tinggi. Hal ini menyebabkan derajat deasetilasi (DD) merupakan sifat yang penting dalam produksi kitosan karena mempengaruhi sifat-sifat fisikokimia (Kim, 2004).

Proses kimia mengakibatkan terjadinya pemutusan rantai polimer secara acak. Hal ini menyebabkan berat molekul kitosan dapat terdistribusi luas dari ukuran kecil hingga yang berukuran besar (Meidina dkk., 2006). Secara umum, kitosan dengan berat molekul rendah dapat disiapkan dari kitosan dengan berat molekul tinggi melalui proses depolimerisasi. Gambar 1 menunjukkan struktur kimia dari kitosan.



Gambar 1. Struktur kimia kitosan

Derajat Deasetilasi Kitosan, derajat deasetilasi adalah suatu parameter mutu yang menunjukkan gugus asetil yang dapat dihilangkan dari rendemen kitosan. Semakin tinggi derajat deasetilasi kitosan, maka gugus asetil yang terdapat dalam kitosan tersebut semakin sedikit (Baxter *et al.*, 2005).

Derajat deasetilasi merupakan rasio unit 2-asetamido-2-deoksi-4-glukopiranososa dengan 2-amido-2-deoksi-4-glukopiranososa. Rasio ini berperan dalam kelarutan dan sifat larutannya. Campuran dengan derajat deasetilasi di bawah 60% tidak larut dalam pelarut asam encer dan digolongkan sebagai kitin, sedangkan campuran dengan derajat deasetilasi di atas 60% dapat larut dalam asam encer digolongkan sebagai kitosan (Fouda, 2005).

Berat Molekul Kitosan, panjang rata-rata dari rantai polimer dapat dilihat dari berat molekul (*molecular weight*) polimer. Berat molekul dari polimer pada dasarnya adalah penjumlahan dari berat molekul-molekul monomernya. Jadi semakin tinggi berat molekul dari suatu polimer tertentu, semakin besar panjang rata-rata dari rantai polimernya.

Kitosan memiliki berat molekul yang tinggi. Berat molekul dari kitosan bervariasi berdasarkan sumber materialnya dan metode preparasinya. Kitin memiliki berat molekul biasanya lebih besar dari 1 Da sementara berat molekul pada kitosan antara 100 kDa – 1200 kDa, bergantung pada proses dan kualitas produk (Kim, 2004).

Kelarutan Kitosan, kitosan dapat larut pada kondisi sedikit asam (di bawah pH 6) dengan memprotonasi gugus amino bebas ( $-\text{NH}_2$ ) menjadi amino kationik ( $-\text{NH}_3^+$ ). Pelarut kitosan yang biasa digunakan adalah asam asetat dan asam format. Sebagian besar orang melarutkan kitosan menggunakan asam asetat dengan konsentrasi 1%; 1,5%; 2% dan 2,5% (Kim, 2004).

Permasalahan terbatasnya tingkat kelarutan kitosan ini merupakan suatu hambatan utama pada aplikasi kitosan di berbagai bidang. Untuk mengatasi permasalahan tersebut kitosan diderivatisasi sehingga diperoleh turunan kitosan yang larut air. Beberapa pene-

litan yang telah dilakukan untuk memodifikasi kitosan agar dapat menaikkan kelarutannya di dalam air di antaranya karboksimetilkitosan, asetil kitosan, dan hidroksipropil kitosan (Hirano *et al.*, 2003; Park 2001).

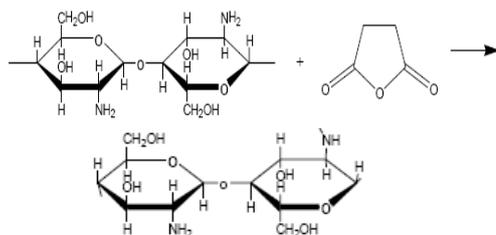
Penggunaan kitosan larut air dapat diprediksi jumlah pemakaiannya dalam industri pangan maupun non pangan. Untuk melihat standar kelarutan dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Deskripsi kelarutan berdasarkan Farmakope Indonesia edisi IV

Deskripsi	Jumlah kelarutan yang diperlukan untuk melarutkan 1 bagian Material
Sangat mudah larut	< 1
Mudah larut	1 – 10
Larut	10 – 30
Sedikit larut	30 – 100
Sukar larut	100 – 1000
Sangat sukar larut	1000 – 10000
Tidak larut	> 10000

(Sumber : Direktorat Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan, 1995)

Suksinilasi Kitosan, hasil sintesis yang dilakukan oleh Noerati dkk (2007) berupa kitosan suksinat yang larut dalam air pada kondisi optimum dengan kelarutan 50 g/L dan dikarakterisasi struktur molekul dengan FTIR dan sifat kelarutan dalam air. Turunan karboksilat yang disubstitusikan pada kitosan akan terjadi pada gugus amina kemudian diikuti substitusi pada gugus hidroksil. Hal ini disebabkan gugus amina yang lebih nukleofil dibanding gugus hidroksil. Reaksi kitosan dengan suksinat disajikan pada Gambar 2.



Gambar 2. Reaksi kitosan dengan suksinat anhidrida (Noerati dkk; 2007)

## METODE

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah thermometer, pemanas listrik, pengaduk magnet, alat destruksi dan distilasi, gelas beker, corong, kertas saring biasa, planktonet, termometer, alat sentrifugasi, oven, timbangan analitik, cawan porselin, spektrofotometer inframerah.

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah kitosan *low molecular weight* (LMW), *medium molecular weight* (MMW), *high molecular weight* (HMW), Suksinat Anhidrida, HCl 0,1 M, HCl 0,02 M, asam borat 2%, NaOH 60%, NaOH 0,1 M, CH<sub>3</sub>COOH 0,1 M, CH<sub>3</sub>COOH 2%, etanol 70%, metanol, dan akuades.

Sintesis kitosan-suksinat yang mana, kitosan dengan berat molekul yang berbeda (LMW;MMW;HMW) sebanyak ±4,025 gram dilarutkan dalam campuran asam asetat 2% dan metanol dengan rasio mol 1:1. Suksinat anhidrida ditambahkan pada larutan kitosan (rasio mol 1:10). Dilakukan pengadukan selama 3 jam kemudian dibiarkan selama 20 jam. Kelebihan asam dinaikkan pH-nya dengan NaOH 2 N sampai pH 9. Pada larutan ditambahkan etanol 70% sejumlah dua kali volume larutan NaOH sehingga terbentuk endapan produk. Endapan yang terbentuk dibilas dengan alkohol 70% sampai bebas alkali, kemudian dikeringkan.

Karakterisasi kitosan suksinat, analisis gugus fungsional kitosan suksinat dan gugus fungsional kitosan suksinat yang dihasilkan ditentukan dengan menggunakan pendekatan spektrofotometri IR. Serbuk kitosan dianalisis dalam bentuk pelet dengan KBr yang dianalisis serapan gugus-gugusnya pada rentang bilangan gelombang dari 4000-400 cm<sup>-1</sup>.

Analisis kadar nitrogen kitosan dan kitosan suksinat, Kadar nitrogen kitosan dan kitosan suksinat ditentukan berdasarkan metode Kjeldahl. Sejumlah kitosan (± 0,1 gram) dan kitosan-suksinat dimasukkan ke dalam labu destruksi. Sebanyak 5 mL asam sulfat pekat dan 1 gram selenium campuran ditambahkan ke dalam labu destruksi. Destruksi

dilakukan dengan pemanas listrik hingga larutan sampel menjadi jernih. Larutan hasil destruksi dimasukkan ke dalam labu distilasi Kjeldahl. Distilasi dilakukan dengan menambahkan NaOH 60% dan uap air (dari labu *steam*) ke dalam labu distilasi Kjeldahl. Hasil distilasi dialirkan ke dalam erlenmeyer yang berisi 10 mL asam borat 4% dan beberapa tetes indikator metil merah. Distilat yang dihasilkan kemudian dititrasi dengan HCl 0,02 M. Kadar nitrogen pada kitosan dan pada kitosan suksinat dihitung dengan persamaan :

$$N_{total}(\%) = \frac{\text{VolumenHCl}}{\text{massasampel}} \times 14 \text{ g/mol} \times [\text{HCl}] \times f \times 100\% \quad (1)$$

dimana:

Volume HC = mL  
 massa sampel =(mg)  
 f = faktor pengenceran  
 [HCl] = konsentrasi molar HCl

Analisis derajat substitusi (DS) kitosan suksinat, Sebanyak ± 100 mg serbuk dengan 10 mL NaOH 0,1 M. Campuran ini diaduk dengan stirrer pada suhu ruang selama 30 menit. Lalu ditambahkan indikator metil merah sebanyak 3 tetes. Kelebihan NaOH dititrasi dengan 0,1 M HCl yang telah dibakukan, sampai titik akhir titrasi yang ditandai dengan perubahan warna dari

$$\% \text{Kelarutan} = \frac{\text{berat kitosan suksinat terlarut (g)}}{\text{berat kitosan sampel (g)}} \times 100\% \quad (3)$$

$$\text{Jumlah kitosan suksinat terlarut (g)} = \frac{\text{jumlah kitosan suksinat terlarut (g)}}{\text{volume pelarut (L)}} \quad (4)$$

Analisis Data yang diperoleh diolah berdasarkan parameter yang diteliti. Analisis gugus fungsional kitosan suksinat ditentukan berdasarkan metode spektrofotometer infra merah. Puncak-puncak khas yang muncul pada spektrum kitosan suksinat hasil sintesis yang diperoleh dibandingkan dengan spektrum kitosan suksinat dari literatur.

Kadar nitrogen dalam kitosan dan kitosan suksinat ditentukan berdasarkan metode Kjeldahl dan dihitung dengan Persamaan (1). Kemudian dibuat grafik hubungan antara kitosan suksinat dengan kadar nitrogen.

merah muda menjadi bening. Dilakukan juga terhadap blanko.

Perhitungan derajat substitusi (DS) adalah :

$$DS = \frac{BM \cdot M(B-S)}{1000 \cdot W} \quad (2)$$

dimana :

W = berat sampel (gram)  
 B = volume HCl 0,1M pada blanko (mL)  
 S = volume HCl 0,1M pada sampel (mL)  
 M = molaritas HCl (mol/liter)  
 BM=berat molekul monomer kitosan (gram/mol)  
 DS=jumlah gugus hidroksil yang tersuksinilasi

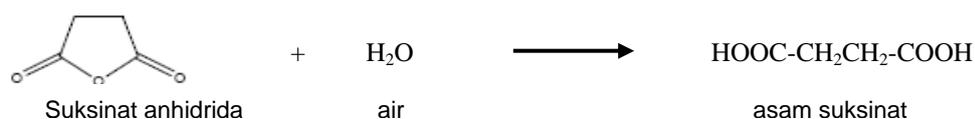
Uji kelarutan kitosan suksinat dalam air, Kelarutan dihitung dengan cara 0,5 g kitosan suksinat dilarutkan dalam 10 mL akuades dalam tabung reaksi. Setelah itu, larutan ini dipanaskan dalam *waterbath* pada perbedaan temperatur (27-32°; 40°; 60°; 80°C) selama 30 menit. Setelah dipanaskan, larutan tersebut disentrifugasi pada kecepatan 1500 rpm selama 20 menit. Kemudian larutan didekantasi dan dikeringkan sampai beratnya konstan. Kelarutan dapat dihitung berdasarkan persamaan 3 dan 4.

Data yang diperoleh pada analisis derajat substitusi akan dibuat grafik hubungan antara kitosan suksinat hasil sintesis dengan derajat substitusi. Sedangkan pada uji kelarutan akan dibuat grafik hubungan antara kitosan suksinat dengan kelarutan (%) dan jumlah zat terlarut dari kitosan suksinat (g/L) dalam pelarut air pada suhu-suhu yang ditentukan.

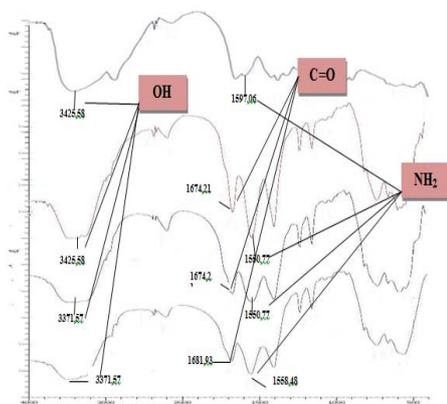
## PEMBAHASAN

Kitosan suksinat dibuat dengan melakukan reaksi kitosan dan suksinat anhidrid. Suksinilasi merupakan reaksi esterifikasi dimana gugus karboksilat dari suksinat anhidrida bereaksi dengan gugus hidroksil. Perbandingan mol antara kitosan dan suksinat anhidrida didasarkan pada penelitian yang dilakukan oleh Noerati dkk., (2007) yaitu pada kondisi optimum 1:10. Reaksi

suksinilasi ini berlangsung lama karena suksinat anhidrida sukar larut dalam air. Oleh sebab itu, diperlukan pengadukan terus menerus untuk membantu kelarutan suksinat anhidrida dan juga membantu menghomogenkan larutan. Larutan kitosan suksinat didiamkan selama satu malam agar reaksi berlangsung sempurna. Kelebihan asam pada larutan dinaikkan pH-nya hingga pH 9 dengan NaOH 2 N.



Analisis Gugus Fungsional Kitosan Suksinat, kitosan suksinat dianalisis menggunakan spektrofotometer FTIR untuk mengkarakterisasi interaksi yang terjadi antara kitosan dengan suksinat anhidrida. Selain spektra kitosan suksinat yang diperoleh, digunakan spektra kitosan literatur sebagai faktor pembanding untuk melihat keberhasilan dari reaksi yang terjadi antara kitosan dengan suksinat.



Gambar 3. Spektra Kitosan HMW (A) (Kamil, 2010); Spektra Kitosan Suksinat; (B) LMW; (C) MMW; (D) HMW (Sumber: Data primer yang diperoleh)

Perbandingan spektra hanya menggunakan spektra kitosan HMW, karena menurut penelitian Rahmadhani (2010) pada pembuatan kitosan, spektra kitosan dengan berat molekul yang berbeda tidak menunjukkan perbedaan serapan yang signifikan. Selain itu spektrum inframerah menunjukkan gugus

Penambahan NaOH bertujuan untuk mengontrol pH karena di dalam air suksinat anhidrida mudah terhidrolisis menjadi asam suksinat yang memiliki dua gugus asam karboksilat. Gugus ini akan melepas H<sup>+</sup> dan akan menyebabkan penurunan pH yang drastis. Adapun ilustrasi dari reaksi hidrolisis yang terjadi seperti terlihat pada Gambar 3.

fungsi apa saja yang terdapat pada suatu senyawa. Gugus utama yang ada pada kitosan adalah gugus amina dan gugus hidroksilnya. Seperti yang terlihat pada Gambar 4, spektra kitosan memperlihatkan adanya serapan gugus amina sekunder (-NH<sub>2</sub>) pada bilangan gelombang 1658,78 cm<sup>-1</sup> dan puncak yang muncul pada bilangan gelombang sekitar 3425,58 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya gugus hidroksil (OH). Jika dibandingkan dengan spektra kitosan, pada spektra kitosan suksinat baik LMW, MMW, maupun HMW masing-masing terjadi perubahan puncak serapan daerah karbonil dan adanya pergeseran bilangan gelombang dari gugus amina sekunder yang menunjukkan adanya ikatan amida, seperti terlihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Perbandingan bilangan gelombang (cm<sup>-1</sup>) dan gugus fungsi antara kitosan dengan kitosan suksinat

Bilangan gelombang Kitosan (cm <sup>-1</sup> )	Kitosan Suksinat			Gugus Fungsi
	LMW	MMW	HMW	
1597,06	1558,4	1550,7	1550,7	Amina sekunder (-NH <sub>2</sub> )
-	1681,9	1674,2	1674,2	Rentang C=O (amida)
3441,01	3387,0	3371,57	3379,29	Rentang -OH

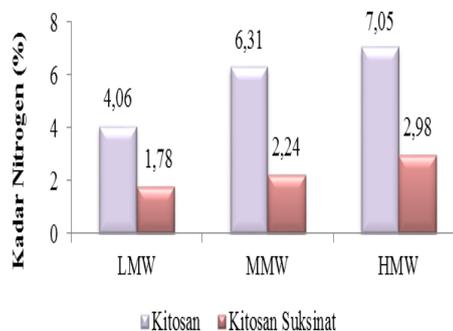
Pergeseran bilangan gelombang tersebut disebabkan oleh gangguan vibrasi dari gugus C=O dengan gugus amina sekunder (-NH<sub>2</sub>), yang terbentuk

dari interaksi antara kitosan dengan suksinat anhidrida. Hal ini menunjukkan terjadinya substitusi dari suksinat pada gugus amina membentuk amida. Munculnya puncak serapan karbonil karboksilat pada bilangan gelombang 1674,21-1681,93  $\text{cm}^{-1}$  pada spektra kitosan suksinat untuk yang LMW, MMW, maupun HMW menguatkan asumsi terjadinya substitusi dari gugus karboksilat pada kitosan. Bukti-bukti ini juga mempertegas bahwa suksinat anhidrida terikat secara kimia dengan kitosan.

Analisis Kadar Nitrogen Kitosan dan Kitosan Suksinat, Kadar nitrogen dari kitosan dan kitosan suksinat dianalisis menggunakan metode kjeldahl yang melalui tiga tahapan proses pengujian yaitu destruksi, distilasi, dan titrasi.

Kitosan dan kitosan suksinat dapat ditentukan jumlah nitrogennya dengan menambahkan campuran selenium sebagai katalis dan asam sulfat pekat sebagai pengoksidasi sehingga terjadi penguraian sampel menjadi unsur-unsurnya yaitu unsur-unsur C, H, O, N, S, dan P. Unsur N diubah menjadi senyawa amonium sulfat melalui proses distilasi yang bereaksi dengan NaOH. Distilat yang terbentuk ditampung dalam larutan asam borat 4% yang telah diberi indikator campuran. Larutan penampung ini berwarna merah muda dan akan berubah warna menjadi hijau muda karena terjadi reaksi asam borat dengan gas  $\text{NH}_3$ . Untuk mengetahui jumlah asam borat yang bereaksi dengan gas amonia yang terbentuk, maka larutan ini direaksikan dengan asam klorida dengan menggunakan metode titrasi. Titik ekuivalen dicapai pada saat warna larutan berubah kembali menjadi merah muda atau warna sebelum asam borat digunakan sebagai penampung distilat. Berdasarkan tahapan proses penentuan kadar nitrogen total dalam kitosan dan kitosan suksinat dapat diasumsikan bahwa ekuivalen asam klorida sama dengan ekuivalen kadar nitrogen total. Hasil analisis kadar nitrogen yang dihasilkan ditunjukkan pada Gambar 5. Berdasarkan Gambar 5, kadar nitrogen yang dimiliki oleh kitosan mengalami penurunan ketika menjadi kitosan suksinat. Penurunan kadar nitrogen ini disebabkan oleh

adanya perbedaan monomer ketika menjadi kitosan dan setelah bereaksi dengan suksinat anhidrida menjadi kitosan suksinat.



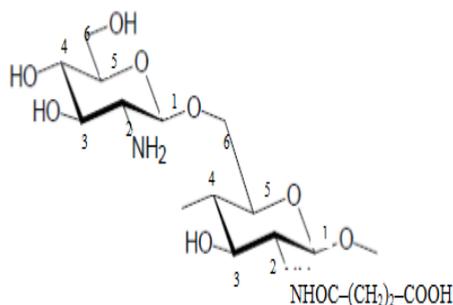
Gambar 5. Grafik Hubungan antara Kitosan dan Kitosan Suksinat dengan Kadar Nitrogen (Sumber: Data primer yang diperoleh)

Perbedaan monomer ini disebabkan karena gugus amina ( $-\text{NH}_2$ ) yang dimiliki kitosan tersubstitusi oleh gugus karboksil ( $-\text{COO}^-$ ) dari suksinat anhidrida dan menyebabkan rasio dari nitrogen berkurang setelah setelah reaksi suksinilasi terjadi. Seperti penelitian Mobarak *et. al.*, (2010), yang telah melakukan karakterisasi terhadap beberapa turunan kitosan, yaitu dengan mengetahui rasio dari nitrogen dimana ketika menjadi turunan kitosan, rasio dari nitrogen akan berkurang. Hasil ini mengindikasikan bahwa telah terjadi interaksi antara kitosan dengan suksinat anhidrida.

Kadar nitrogen yang diperoleh dari kitosan suksinat LMW, MMW, dan HMW masing-masing adalah 1,78%, 2,24%, dan 2,98%. Berdasarkan data tersebut dapat diketahui kitosan suksinat HMW yang memiliki kadar nitrogen tertinggi yaitu sebesar 2,98 %.

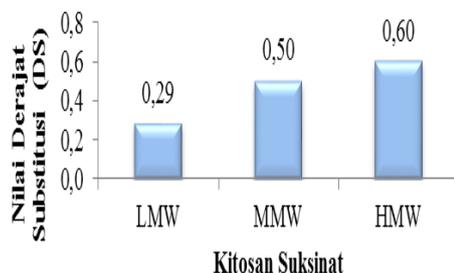
Analisis Derajat Substitusi (DS) Kitosan Suksinat, banyaknya jumlah gugus hidroksil yang tersubstitusi dinyatakan dalam derajat substitusi (DS). Menurut Hayes (1986), setiap monomer kitosan secara teoritis dapat mengalami substitusi di tiga tempat yaitu pada posisi N dan gugus hidroksil pada posisi O di  $\text{C}_3$  dan O di  $\text{C}_6$ , namun karena posisi N dan posisi O di  $\text{C}_6$  jauh lebih reaktif daripada O di  $\text{C}_3$ , maka substitusi kemungkinan besar hanya terjadi di

posisi N dan O di C<sub>6</sub>, sehingga nilai DS maksimum adalah 2.



Gambar 6. Ilustrasi ikatan gugus karboksil pada atom C<sub>2</sub> dan C<sub>6</sub> (Basmal *et al.*, 2005)

Derajat substitusi dianalisis dengan cara titrasi asam basa. Dari hasil perhitungan seperti terlihat pada Gambar 7 bahwa kitosan suksinat HMW memiliki nilai derajat substitusi yang paling tinggi dibandingkan dengan kitosan suksinat LMW dan MMW yaitu sebesar 0,60.



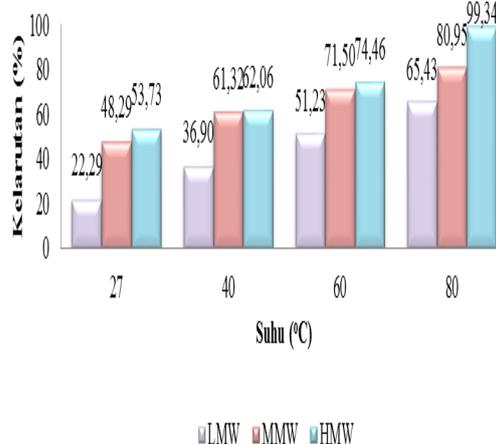
Gambar 7. Grafik Hubungan antara kitosan suksinat dengan derajat substitusi

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh, nilai DS cenderung meningkat dengan semakin tingginya berat molekul yang dimiliki kitosan. Hal ini mengacu pada analisis nitrogen sebelumnya yaitu pada Gambar 5, kitosan HMW yang memiliki kadar nitrogen paling tinggi, itu berarti bahwa kitosan HMW memiliki lebih banyak gugus amina (-NH<sub>2</sub>) sehingga lebih banyak peluang substitusi gugus karboksil (-COO<sup>-</sup>) dari suksinat anhidrida. Seperti penelitian yang telah dilakukan oleh Noerati *et al.*, (2007), bahwa substitusi suksinat anhidrida pada kitosan akan terjadi pada gugus amina terlebih dahulu kemudian diikuti

substitusi pada gugus hidroksil. Hal ini disebabkan oleh gugus amina yang lebih nukleofil dibandingkan dengan gugus hidroksil. Sehingga dapat disimpulkan bahwa semakin tinggi kadar nitrogen yang dimiliki oleh kitosan, maka semakin tinggi pula derajat substitusi yang dihasilkan.

Uji Kelarutan Kitosan Suksinat dalam Air, kelarutan dalam besaran kuantitatif didefinisikan sebagai konsentrasi zat terlarut dalam larutan jenuh pada suhu tertentu. Kelarutan kitosan suksinat merupakan salah satu parameter yang dapat dijadikan sebagai standar penilaian mutu kitosan suksinat. Semakin tinggi kelarutan kitosan suksinat berarti mutu kitosan yang dihasilkan semakin baik.

Uji kelarutan kitosan suksinat dilakukan dengan melarutkan kitosan suksinat dalam pelarut air pada suhu ruang (27-32°C) dan pada suhu yang bervariasi (40; 60; 80°C). Kelarutan (%) kitosan suksinat dalam pelarut air dapat dilihat pada Gambar 8.

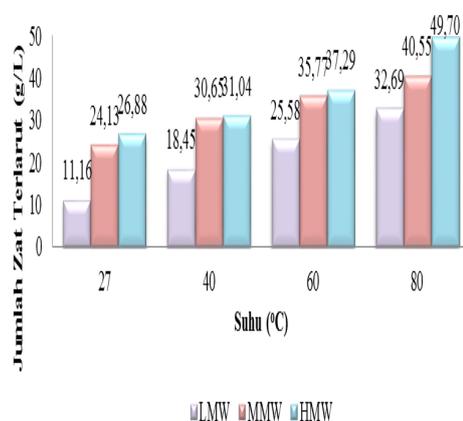


Gambar 8. Grafik hubungan antara kelarutan kitosan suksinat dengan suhu (%)

Berdasarkan teori, kelarutan suatu zat terlarut sangat erat hubungannya dengan panas pelarutan dari zat tersebut. Kelarutan zat terlarut akan bertambah dengan adanya kenaikan suhu (Svehla, 1990). Gambar 8 menunjukkan angka kelarutan (%) dimana kitosan suksinat dari kitosan HMW memiliki nilai kelarutan yang paling tinggi di setiap variasi suhu (27;40;60;80°C) masing-masing yaitu

53,73%, 62,06%, 74,46%, dan 99,34%. Semakin tinggi suhu maka kelarutan dalam pelarut air dari kitosan suksinat semakin meningkat dan berbanding lurus dengan berat molekul yang dimiliki oleh kitosan sendiri, yaitu semakin tinggi berat molekul, maka kelarutan dari kitosan suksinat juga meningkat.

Jumlah kitosan suksinat terlarut (g/L) meningkat dari kitosan suksinat LMW, MMW, dan HMW. Peningkatan tersebut berbanding antara jumlah zat terlarut dan berat molekul seperti terlihat pada Gambar 9.



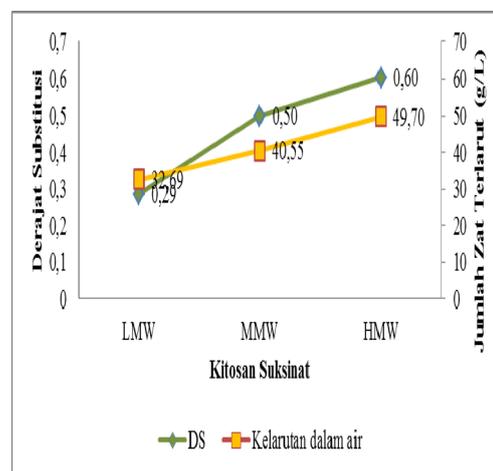
Gambar 9. Grafik Hubungan antara kelarutan kitosan suksinat dengan suhu

Berdasarkan Gambar 9 dapat terlihat bahwa kitosan suksinat HMW yang memiliki jumlah zat terlarut yang paling tinggi dalam setiap variasi suhu, yaitu masing-masing untuk suhu (27;40;60;80°C) adalah 26,88 g/L, 31,04 g/L, 37,29 g/L, dan 49,70 g/L.

Hasil dari analisis uji kelarutan kitosan suksinat sangat berhubungan erat dengan hasil dari analisis derajat substitusi sebelumnya dimana kitosan suksinat HMW memiliki nilai DS yang paling tinggi. Begitu juga pada uji kelarutan dalam pelarut air, ternyata memang kitosan suksinat dari kitosan HMW lah yang memiliki kelarutan paling tinggi di setiap perlakuan suhu baik dari suhu ruang maupun variasi suhu (40;60;80°C).

Gambar 10 menyatakan hubungan antara kitosan suksinat LMW, MMW, dan HMW dengan derajat substitusi dan kelarutan dalam air hasil sintesis. Pada gambar tersebut dapat dilihat bahwa

semakin besar berat molekul yang dimiliki kitosan dalam penelitian ini maka semakin besar derajat substitusi yang terjadi, demikian pula sifat kelarutannya di dalam air.



Gambar 10. Grafik hubungan antara kitosan suksinat dengan derajat substitusi dan kelarutan dalam air pada suhu 80°C

## KESIMPULAN

Dari hasil penelitian dan pembahasan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut : Kitosan LMW (kadar N 4,06%), kitosan MMW (kadar N 6,31%), dan kitosan HMW (kadar N 7,05%) memiliki nilai DS masing-masing sebesar 0,29;0,50; dan 0,60. Semakin besar berat molekul yang dimiliki kitosan pada penelitian ini, maka derajat substitusi yang dihasilkan oleh kitosan suksinat juga semakin besar.

Semakin besar berat molekul yang dimiliki kitosan pada penelitian ini, maka kelarutan kitosan suksinat dalam air juga semakin tinggi.

Untuk penelitian lebih lanjut agar dapat menghasilkan kitosan suksinat yang lebih tinggi tingkat kelarutannya diharapkan menggunakan kitosan dengan derajat deasetilasi yang lebih tinggi, sehingga kemungkinan potensi dari substitusi suksinat anhidrida akan lebih besar.

## DAFTAR PUSTAKA

Basmal, J, A. Prasetyo dan Y. Farida. 2007. Pengaruh Suhu Esterifikasi

- pada Pembuatan Karboksimetil Kitosan. *Jurn. Pen. Perikanan Indonesia*. Edisi Pasca Panen. Badan Riset Kelautan dan Perikanan. Jakarta. Vol. 2 : 99-106.
- Baxter, S. Zivanovic, S. and Weiss. J. 2005. *Molecular Weight and Degree of Acetylation of High-Intensity Ultrasonicated Chitosan*. *Food Hydrocolloids*. Vol. 19 : 821-830.
- Direktorat Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan. 1995. *Farmakope Indonesia*. Edisi IV. Departemen Kesehatan Republik Indonesia.
- Dwiyitno, J. Basmal dan Mulyasari, 2004. Pengaruh Suhu Esterifikasi terhadap Karakteristik Karboksilmetil Kitosan (CMCts). *Jurn. Pen. Perikanan Indonesia*. Edisi Pasca Panen. Badan Riset Kelautan dan Perikanan, DKP. Jakarta. Vol. 9 : 229-233.
- Fouda, M. M. G. 2005. *Use of Natural Polysaccharides in Medical Textile Applications*. Disertasi. Fachbereich Chemie Universitas Duisburg-Essen. Germany.
- Hayes, E. R. 1986. *NO-Carboxymethyl Chitosan and Preparative Method*. US Patens. Vol. 4: 699-719.
- Hirano S., Yasuhiro Yamaguchi and Mitsutomo. 2003. Water Soluble N-(n-Fatty Acyl) Chitosan Macromol. *J-Biosci*. Vol 6: 191.
- Kamil, Ikhsan. 2010. *Kajian Pengaruh Berat Molekul dan Konsentrasi terhadap Kestabilan Lapisan Kitosan pada Kain Katun*. Skripsi. FMIPA UNLAM. Banjarbaru.
- Khan, A.T., Khiang, P. K. and Seng, C. H. 2002. Reporting Degree of Deacetylation Values of chitosan: The Influence of Analytical Methods. *J. Pharm Pharmaceut Sci*. Vol. 5: 205-212.
- Kim S. F. 2004. *Physicochemical and Functional Properties of Crawfish Chitosan as Affected by Different Processing Protocols*. Tesis. Departement of Food Science Louisiana State University.
- Knorr D. 1982. Function Properties of Chitin and Chitosan. *J.Food.Sci*. Vol. 47: 36.
- Lim, S. 2002. *Synthesis of a Fiber-reactive Chitosan Derivative and Its Application to Cotton Fabric as an Antimicrobial Finish and Dyeing-improving Agent*. Thesis. Department of Fiber and Polymer Science, North Caroline State University.
- Liu N., Xi-Guang, C., Hyun-Jin P., Chen-Guang, L., Cheng-Sheng, L, Xiang-Hong, M. and Le-Jun, Y. 2006. Effect of MW and Concentration of Chitosan on Antibacterial Activity of Escherichia coli. *Carbohydr. Polym*. Vol. 64: 60-65.
- Meidina, Sogiono, Jenie, S. L., dan Suhartono M. T. 2006. *Aktivitas Antibakteri Oligomer Kitosan yang Diproduksi Menggunakan Kitionase dari Isolat B. licheniformis MB-2*. Makalah program Hibah Kompetensi B, Departemen Teknologi Pangan dan Gizi, Bogor.
- Mobarak, N.N. dan Abdullah, P. 2010. Synthesis and Characterization of Several Lauryl Chitosan Derivatives. *The Malaysian Journal of Analytical Sciences*. Vol 14 No 2: 82 – 99.
- Muzzarelli. 1985. "Studies on the Suitability of Chitinocistic Microorganism for Shrimp Waste Fermentation". Disertasi. University of Washington, New York.
- Muzzarelli dan M.G. Peter. 1997. *Chitin Handbook*. European Chitin Society. Italy. 109-132.
- No, H. K. Lee, S. H., Park, N. Y. and Meyers S. P. 2003. Comparison of Physicochemical, Binding and Antibacterial Properties of Chitosan prepared without and with Deproteinization Process. *J. Agr. Food Chem*. Vol. 51: 7659-7663.
- Noerati, Radjiman C. L., Achmad S., and Ariwahjoedi B. 2007. Sintesis Kitosan Suksinat Larut Air. *Akta Kimindo*. Vol. 2: 113 – 116
- Park, K. 2001. *Chitosan Processing: Influence of Process Parameters*

*during Acidic and Alkaline Hydrolysis and Effect of The Processing Sequence on The Resultant Chitosan's Properties.* Journal of Applied Polymer Science. Vol 80: 483-488.

Rahmadhani, A. 2010. Pengaruh Regenerasi Larutan Naoh terhadap Derajat Deasetilasi dan Berat Molekul Kitosan pada Proses Deasetilasi Kitin Secara Bertahap. Skripsi. FMIPA UNLAM. Banjarbaru.