**LAPORAN TUGAS AKHIR**

# UJI PERBANDINGAN METODE PENENTUAN DERAJAT DEASETILASI KITOSAN MENGGUNAKAN SPEKTROSKOPI INFRA MERAH DAN METODE VOLUMETRI

**Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Derajat Ahli Madya Sains (A.,Md.,Si) di Program Studi D III Analisis Kimia**




**Disusun Oleh:**

**Nofa Armelia Sari**
**NIM : 17231021**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA**
**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**
**UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA YOGYAKARTA**
**2020**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

# UJI PERBANDINGAN METODE PENENTUAN DERAJAT DEASETILASI KITOSAN MENGGUNAKAN SPEKTROSKOPI INFRA MERAHDAN METODE VOLUMETRI

***COMPARATIVE TEST OF CHITOSAN DEACETYLATION DEGREE DETERMINATION USING INFRA RED SPECTROSCOPY AND VOLUMETRIC METHOD***




**Disusun oleh:**

**NOFA ARMELIA SARI**

**NIM: 17231021**

**PROGRAM STUDI DIII ANALISIS KIMIA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA**

**YOGYAKARTA**

**2020**

**HALAMAN PENGESAHAN**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**UJI PERBANDINGAN METODE PENENTUAN DERAJAT DEASETILASI KITOSAN MENGGUNAKAN SPEKTROSKOPI INFRA MERAH DAN METODE VOLUMETRI**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

**Nofa Armelia Sari**

**NIM: 17231021**

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir

Progra Studi D III Analisis Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia

Pada tangal 1 Agustus 2020

**Menyetujui.**

| **Ketua Program Studi** | **Pembimbing** |
|---|---|
| **Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si.** | **Yuli Rohyami, S.Si., M.Sc.** |
| **NIK. 132311102** | **NIDN. 0516078001** |

**HALAMAN PENGESAHAN**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**UJI PERBANDINGAN METODE PENENTUAN DERAJAT DEASETILASI KITOSAN MENGGUNAKAN SPEKTROSKOPI INFRA MERAH DAN METODE VOLUMETRI**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

**Nofa Armelia Sari**

**NIM: 17231021**

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 14 Agustus 2020

**Susunan Tim Penguji**

| | |
|---|---|
| **Pembimbing/ penguji** | **Yuli Rohyami, S.Si., M.Sc.** |
| | **NIDN. 0516078001** |
| **Penguji 1** | **Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.** |
| | **NIK. 006120101** |
| **Penguji 2** | **Bayu Wiyantoko, S.Si., M.Sc** |
| | **NIK. 132311101** |

**Mengetahui,**

**Dekan Fakultas MIPA UII**

**Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.**

**NIK. 006120101**

## PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir ini tidak terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya atau gelar lainnya di suatu Perguruan Tinggi dan sepengetahuan saya tidak terdapat bagian yang pernah ditulis dan diterbitkan orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta, 26 Agustus 2020

Penyusun,




Nofa Armelia Sari

## HALAMAN PERSEMBAHAN

**Alhamdulillahirabbil'alamin...**

Sujud serta syukur kehadirat Allah SWT yang telah memberikan rahmat yang tak terhingga sehingga semangat dankesehatan terjaga hingga menyelesaikan laporan tugas akhir yang masih jauh dari kata sempurna ini.

**Ibu, Bapak dan Kakak kakak tercinta...**

Teruntuk ibu terimakasih telah menjadi sosok ibu sekaligus bapak yang luar biasa yang selalu memberi dukungan material dan moral hingga saat ini, menjadikan alasan nofa untuk tetap semangat dalam setiap proses belajar hingga akhir hayat kelak. Bapak yang tersayang, terimakasih sudah menjadi panutan yang luar biasa yang mengantarkan nofa untuk mendaftar di Analis Kimia Universitas Islam Indonesia, terimakasih ya pak untuk semua pengorbanan dan jerih payahnya. Nofa selalu bersyukur dan bangga karena ada diantara bapak dan ibu. Teruntuk mbak Eva dan mas Andreas terimakasih sudah selalu menjadi penyemangat. Semoga Allah selalu memberikan keberkahan dalam keluarga kecil ini hingga ke surga-Nya amiin...

**Ibu Yuli Rohyami, S.Si, M.Si.**

Terimakasih banyak ya ibu atas segala bimbingan dan dukungan dalam segala proses penelitian hingga penyusunan Laporan Tugas Akhir ini. Terimakasih ibu menjadi sosok ibu yang luar biasa di kampus, menjadikan panutan semangat dalam menuntut ilmu serta berbesar hati dalam mengajarkan semua ilmu yang dimiliki. Semoga Allah memberikan keberkahan dalam keluarga ibu, diberikan kesehatan dan kebahagiaan, dimudahkan segala niat baiknya Aamiin.

**Dosen dan Staff Prodi DII Analisis Kimia UII**

Terimakasih banyak atas segala peran dan kontribusi Bapak Ibu Dosen serta seluruh Staff yang begitu luar biasa selama proses belajar di Analisis Kimia UII. Semoga Analisis Kimia semakin jaya dan berkembang serta menjadi pilihan banyak orang untuk belajar di UII. Diberikan keberkahan untuk memberi pelayanan pendidikan yang lebih baik lagi. Semoga seluruh ilmu yang telah bapak dan ibu berikan dapat senantiasa saya terapkan dan menjadikan manfaat yang luar biasa untuk banyak orang Amiin.

**Sahabat sahabat tersayang...**

Sahabat sahabatku dari SMP yang luar biasa Retno dan Diah Ayu terimakasih yaa selalu memberi semangat untuk setiap proses kehidupan yang luar biasa ini. Terimakasih tidak pernah meninggalkan walau nofa banyak kekurangan, nofa sayang kalian. Sahabat sahabatku dijogja Agus Daelami, Imas, Vika dan Maya terimakasih sudah menjadi teman seperjuangan yang begitu luar biasa, menjadikan semangat untuk menyelesaikan pendidikan ini. Untuk semua sahabat terimakasih banyak sudah saling mengingatkan dalam kebaikan semoga kalian sehat dan bahagia selalu. Dipermudah karir untuk kedepannya, dan dipertemukan di surga-Nya kelak Amiin.

**Untuk teman seangkatan Analisis Kimia UII 2017**

Semoga kita dapat dipertemukan dalam keadaan yang lebih baik, semoga kalian sukses selalu, dan jangan pernah berhenti semangat untuk menuntuk ilmu yaa. Nofa sayang kalian, terimakasih sudah mewarnai perjalanan berlajar nofa selama di UII, kalian luar biasa.

# KATA PENGANTAR

*Assalamu'alaikum warahmatullahi wabarakatuh*

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayahNya, shalawat dan salam semoga tercurah limpahkan kepada Nabi Muhammad SAW dan para sahabat yang senantiasa menunjukan umat Islam terhadap kebenaran agama-Nya. Berkat rahmat dan pertolongan-Nya penyusun dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir yang berjudul Uji Perbandingan Metode Penentuan Derajat Deasetilasi Kitosan Menggunakan Spektrsokopi Infra Merah dan Metode Volumetri. Studi ini membandingkan hasil analisis derajat deasetilasi menggunakan spektroskopi infra merahdengan metode volumetri menggunakan variasiindikator*phenoftalein,metil orange, conway*dan potensiometri.Metode spektroskopi infra merah direkomendasikan sebagai metode estimasi kasar, potensiometri direkomendasikan sebagai metode yang dapat digunakan rutin karena memiliki presisi dan akurasi yang baik, murah, dan mudah.Hasil penelitian diharapkan mampu memberikan rekomendasi dalam memilih metode analisis rutin dilaboratorium. Pemilihan metode yang tepat sesuai tujuan analisis diharapkan mendapat hasil presisi dan akurasi yang baik.

Laporan Tugas Akhir ini merupakan salah satu syarat memperoleh derajat Ahli Madya (A.Md.Si) DIII Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Yogyakarta. Selama proses penyusunan Laporan Tugas Akhir ini penyusun telah mendapatkan bantuan dan bimbingan serta pengarahan dari berbagai pihak, untuk itu pada kesempatan ini peyusun mengucapkan terimakasih kepada :

1. Bapak Prof. Riyanto, M.Si., Ph. D. selaku Dekan Fakultas Matematikan dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
2. Ibu Tri Esti Purbaningtias, M. Si. selaku Ketua Program Studi DIII Analisis Kimia.
3. Ibu Yuli Rohyami, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing Tugas Akhir.

Penyusunan laporan ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh karenaitu, penulis mengharapkan arahan, bimbingan, kritik dan saran yang membangun demi terciptanya laporan yang lebih baik.

*Wassalamu'alaikum warohmatullahi wabarakatuh*

Yogyakarta, 26 Agustus 2020

Penyusun

## DAFTAR ISI


HALAMAN JUDUL ..... i
HALAMAN PENGESAHAN ..... ii
HALAMAN PERNYATAAN ..... iv
HALAMAN PERSEMBAHAN ..... vi
KATA PENGANTAR ..... viii
DAFTAR ISI ..... x
DAFTAR GAMBAR ..... xii
DAFTAR TABEL ..... xiii
DAFTAR LAMPIRAN ..... xiv
INTISARI ..... xv
BAB I PENDAHULUAN ..... 1
1.1 Latar Belakang ..... 1
1.2 Rumusan Masalah ..... 3
1.3 Tujuan ..... 3
1.4 Manfaat ..... 3
BAB IILANDASAN TEORI ..... 4
2.1 Kitosan ..... 4
2.2 Sifat Fisikokimia Kitosan ..... 7
2.3 Penentuan Derajat Deasetilasi Kitosan ..... 8
2.3.1 Titrasi asam basa ..... 9
2.3.2 *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) ..... 11
BAB IIIMETODE PENELITIAN ..... 14
3.1 Alat ..... 14
3.2 Bahan ..... 14
3.3 Cara Kerja ..... 14
3.3.1 Penentuan kadar air kitosan ..... 14
3.3.2 Penentuan kadar abu kitosan ..... 14
3.3.3 Karakterisasi kitosan menggunakan instrumen FTIR .....15
3.3.4 Penentuan derajat deasetilasi kitosan secara titrimetri ..... 15

BAB IVHASIL DAN PEMBAHASAN ..... 17
4.1 Penentuan Kadar Air dan Kadar Abu Kitosan ..... 17
4.2 Penentuan Presisi dan Akurasi Kitosan Menggunakan Instrumen Frontier FT-IR ..... 18
4.3 Penentuan Presisi dan Akurasi Derajat Deasetilasi Kitosan secara Titrimetri ..... 22
BAB VKESIMPULAN DAN SARAN ..... 33
5.1 Kesimpulan ..... 33
5.2 Saran ..... 34
DAFTAR PUSTAKA ..... 35
LAMPIRAN ..... 37

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Struktur Kitosan ..... 5
Gambar 2. 2 Serbuk kitosan ..... 8
Gambar 2. 3 Gambar reaksi deasetilasi ..... 10
Gambar 2. 4 Spektra FTIR Kitosan..... 14
Gambar 4. 1 Spektrum Standar Kitosan 7 Replikasi..... 22
Gambar 4. 2 Kurva Titrasi Penentuan Derajat Deasetilasi Secara Potensiometri. 29
Gambar 4. 3 Kurva Titrasi Penentuan Derajat Deasetilasi Secara Potensiometri Replikasi 1-7 ..... 31

# DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1Sumber-Sumber Kitin dan Kitosan .....6
Tabel 2. 2Karakteristik kitosan .....9
Tabel 2. 3 Daftar Indikator Asam Basa.....12
Tabel 2. 4 Serapan FTIR karakteristik kitosan .....13
Tabel 4. 1Persentase Kadar Air dan Kadar Abu Kitosan .....20
Tabel 4. 2 Karakterisasi Spektrum FT-IR Kitosan.....23
Tabel 4. 3 Derajat Deasetilasi dengan FT-IR.....24
Tabel 4. 4Derajat Deasetilasi Menggunakan Indikator PP.....26
Tabel 4. 5Derajat Deasetilasi Menggunakan Indikator MO.....27
Tabel 4. 6Derajat Deasetilasi Menggunakan Indikator *Conway*.....28
Tabel 4. 7Derajat Deasetilasi Secara Potensiometri .....32
Tabel 4. 8 Hasil Uji *ANOVA* Metode Volumetri.....33
Tabel 4. 9 Hasil Uji *ANOVA* Metode Spektroskopi Infra Merah .....34

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Perhitungan Pengujian Kadar Air dan Abu ..... 37
Lampiran 2 Perhitungan Pengujian Derajat Deasetilasi Secara Titrasi ..... 37
Lampiran 3 Perhitungan Pengujian Derajat Deasetilasi Menggunakan FT-IR..... 44

# UJI PERBANDINGAN METODE PENENTUAN DERAJAT DEASETILASI KITOSAN MENGGUNAKAN *FROURIER TRANSFORMINFRA RED* DAN METODE VOLUMETRI

Nofa Armelia Sari
17231021
Program Studi D III Analisis Kimia
Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
Jl. Kaliuran KM 14,5 Yogyakarta 55584
Email: novaarmelia100@gmail.com

## INTISARI

Uji perbadingan metode penentuan derajat deasetilasi kitosan telah dilakukan menggunakan spektroskopi infra merahdan metode volumetri. Penentuan derajat deasetilasi menggunakan spektroskopi infra merahditentukan dengan metode *baseline* menggunakan persamaan 3-6, sedangkan metode volumetri didasarkan padatitrasi asam basa dengan variasi indikator, meliputi indikator *phenolftalein* (PP), *metil orange* (MO), *conway* (hijau bromkresol dan merah metal) dan potensiometri. Hasil derajat deasetilasi kitosan rata-rata menggunakan spektroskopi infra merah persamaan 3-6 berturut-turut 66,38%; 78,02%; 67,89%; 69,13%. Penentuan derajat deasetilasi metode titrasi pada indikator PP, MO, *conway* dan potensiometri secara berturut-turut didapatkan kadar 43,81%; 99,59%; 95,66%; 77,85%. Pengujian signifikansi nilai derajat deasetilasi menggunakan spektroskopi inframerah dan metode titrimetri dilakukan dengan menggunakan *ANOVA*. Berdasarkan penelitian, spektroskopi inframerah dengan persamaan 3-6 direkomendasikan sebagai metode untuk estimasi kasar derajat deasetilasi untuk kitosan dan turunannya. Perhitungan nilai derajat deasetilasi dengan presisi yang baik dan akurasi yang baik dihitung menggunakan persamaan 6. Penentuan derajat deasetilasi menggunakan volumetri direkomendasikan menggunakan titrasi potensiometri. Titrasi dengan indikator PP, MO, *conway* memiliki keterbatasan dalam mengamati titik akhir. Titrasi potensiometri memiliki presisi dan akurasi yang baik, menggunakan peralatan sederhana, mudah didapat, murah dan dapat diandalkan untuk analisis rutin.

Kata kunci: derajat deasetilasi, kitosan, FT-IR, volumetri

# BAB I
# PENDAHULUAN

## 1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan negara maritim yang sebagian wilayahnya adalah lautan. Hasil kekayaan dari laut merupakan salah satu sumber paling besar, salah satunya adalah udang. Udang merupakan salah satu golongan *Crustacea* yang memiliki kandungan protein yang cukup tinggi, baik pada bagian daging maupun kulit. Minat konsumen terhadap produk udang siap olah yang semakin meningkat membuat produsen banyak menjual udang yang sudah dibersihkan dari kulitnya. Masyarakat umumnya memanfaatkan udang pada bagian dagingnya saja dan kulitnya dibuang tanpa diolah dan menjadi limbah yang tidak memiliki nilai jual. Magnof (2003) menyatakan bahwa kandungan yang terdapat pada kulit udang adalah protein 25-40%, kalsium karbonat 45-50% dan kitin 15-20%, akan tetapi besar kandungan ketiga komponen tersebut tergantung pada jenis udang yang digunakan.

Limbah udang mencapai 35%-50% dari total berat udang, sedangkan limbah yang dihasilkan dari proses pembekuan udang, pengalengan udang, dan pengolahan kerupuk udang berkisar antara 30-75% (Swastawati dkk, 2008). Meningkatnya jumlah limbah udang menjadi masalah yang belum terselesaikan hingga saat ini. Manjang (1993) menyatakan bahwa pemanfaatan limbah udang dapat memberikan nilai tambah pada usaha pengolahan udang dan dapat menanggulangi masalah pencemaran lingkungan yang ditimbulkan, terutama masalah bau yang dikeluarkan serta estetika lingkungan yang kurang baik.Salah satu alternatif pemanfaatan kulit udang adalah sebagai produk kitosan, namun hingga saat ini banyak masyarakat yang belum mengetahui nilai ekonomis, manfaat, dan cara memproduksinya. Salah satu penyebab kurangnya pemanfaatan kulit udang menjadi produk kitosan adalah prosesnya yang cukup rumit.

Kitosan terdiri dari unit N-asetil glukosamin dan N glukosamin. Kitosan merupakan senyawa dengan rumus kimia poli (2-amino-2-dioksi-β-D-Glukosa) yang dapat dihasilkan dengan proses hidrolisis kitin menggunakan basa kuat. Kelompok hewan *crustaceae, insecta, fungi, mollusca, arthoproda* umumnya

mengandung bahan organik kitin. Kulit udang merupakan salah satu bahan untuk memproduksi kitin karena memiliki kandungan kitin yang cukup tinggi. terdeasetilasi pada gugus nitrogennya. Proses isolasi kitin meliputi dekolorisasi, deproteinasi dan demineralisasi. Kitin yang dihasilkan digunakan untuk melakukan isolasi kitosan melalui proses deasetilasi. Kitosan memiliki beberapa kegunaan sesai dengan bidang pemanfaatannya, dalam bidang pertanian kitosan dapat dimanfaatkan sebagai pengganti untuk bahan kimia yang berbahaya bagi lingkungan, dalam bidang pengolahan air kitosan dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan ultrafiltras, dan lain sebagainya (Kusmawati, 2009). Pemanfaatan kitosan semakin berkembangdiantaranya dalam industri farmasi, biokimia, bioteknologi, biomedikal, pangan, gizi, kesehatan, membran, pertanian, tekstil dan kertas ( Bahri dkk., 2015).

Salah satu parameter penting yang menentukan kualitas kitosan adalah derajat deasetilasi.Muatan gugus amina bebas derajat deasetilasi kitosan menentukan pengaplikasian kitosan (Mastuti, 2005). Derajat deasetilasi umumnya ditentukan secara volumetri atau menggunakan instrumen spektroskopi infra merah. Standar derajat deasetilasi kitosan minimal untuk industri pangan adalah 70 %, industri kosmetika 80% dan industri biomedia 90% (Yulina, 2011). Faktor faktor yang mempengaruhi derajat deasetilasi kitosan antara lain yaitu konsentrasi NaOH dalam isolasi kitosan, suhu dan waktu proses deasetilasi kitosan (Prasetyo, 2004).

Beberapa metode analisis sederhana yang digunakan untuk menentukan derajat deasetilasi kitosan meliputi titrasi potensiometri, spektroskopi UV-Vis, spektroskopi inframerah, metode analisis yang kompleks membutuhkan peralatan mahal seperti H-NMR spektroskopi dan C-NMR spektroskopi. Analisis derajat deasetilasi menggunakan H-NMR spektroskopi dan C-NMR spektrosokopi dianggap paling akurat, namun biaya analisis mahal serta preparasi membutuhkan waktu yang cukup lama sehingga kurang cocok dilakukan untuk analisis rutin. Metode titrasi menggunakan reagen yang murah serta peralatan yang digunakan mudah. Metode spektroskopi UV-Vis memiliki kelebihan peralatan mudah ditemukan di setiap laboratorium serta prosedur pengukuran yang mudah, namun membutuhkan waktu dalam membuat kurva kalibrasi.Spektrosokpi infra merah

merupakan metode analisis yang cepat, namun sinyal dari pengotor akan mempengaruhi hasil analisis pula (Biskup dkk., 2012).

Berdasarkan latar belakang yang diuraikan maka dilakukan uji perbandingan metode titrasi dengan spektrosokopi infra merah, metode analisa sederhana tersebut banyak diterapkan di laboratorium karena prosedur analisa yang mudah serta murah. Penelitian yang dilakukan meliputi penentuan kadar air, kadar abu, penentuan derajat deasetilasi kitosan menggunakan spektroskopi infra merah, penentuan derajat deasetilasi kitosan secara titrasi asam basa dengan variasi indikator *metil orange, phenoftalein, conway* (*methyl red* dan *bromecrosol green)* serta potensiometri. Tujuan penelitian ini adalah menguji perbandingan derajat deasetilasi derajat pada standar kitosan yang sama menggunakan metode analisis sederhana spektroskopi infra merah dan volumetri dengan variasi indikator ataupun potensiometri untuk memberikan rekomendasi dalam memilih metode. Pemilihan metode yang tepat sesuai tujuan analisis diharapkan mendapat hasil presisi dan akurasi yang baik sebagai rekomendasi metode untuk keperluan analisis rutin yang murah, mudah dan menggunakan peralatan sederhana.

**1.2 Rumusan Masalah**

Berdasarkan dari latar belakang tersebut, maka rumusan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Berapa hasil penentuan derajat deasetilasi kitosan menggunakan instrumen spektroskopi infra merah?
2. Berapa hasil penentuan derajat deasetilasi kitosan secara titrasi asam basa denganvariasi indikator*phenoftalein, metil orange, conway*dan potensiometri?
3. Apakah terdapat perbedaan yang signifikan antara penentuan derajat deasetilasi kitosan dengan instrumen spektroskopi infra merah dengan metode volumetri?

**1.1 Tujuan**

Tujuan yang ingin dicapai dari penelitian ini adalah:

1. Menentukan derajat deasetilasi kitosan menggunakan instrumen spektroskopi infra merah.

2. Menentukan derajat deasetilasi kitosan secara titrasi asam basa dengan variasi indikator *phenoftalein, metil orange, conway*dan potensiometri.
3. Menganalisis perbedaan penentuan derajat deasetilasi kitosan dengan instrumen FTIR dengan metode volumetri berdasarkan hipotesis uji statistika.

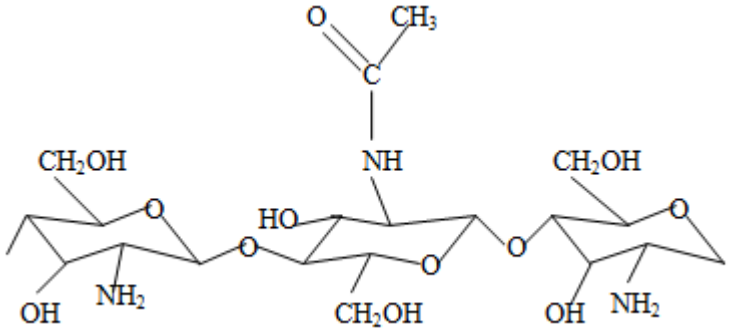
**1.2 Manfaat**

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang perbandingan derajat deasetilasi kitosan menggunakan FTIR dan metode volumetri dengan variasi indikator, yaitu indikator *phenoftalein, metil orange* dan *conway*. Data penelitian ini dapat dijadikan sebagai referensi untuk penentuan kualitas kitosan melalui parameter derajat deasetilasi.Pemilihan metode yang tepat sesuai tujuan analisis diharapkan mendapat hasil presisi dan akurasi yang baik sebagai rekomendasi metode untuk keperluan analisis rutin yang murah, mudah dan menggunakan peralatan sederhana.

# BAB II
# LANDASAN TEORI

## 2.1 Kitosan

Kitosan terdiri dari unit N-asetil glukosamin dan N glukosamin. Sifat bioaktif, biokompatibel, pengkelat, anti bakteri dan dapat terbiodegrasi Dengan adanya gugus reaktif amino pada atom C-2 dan gugus hidroksil pada atom C-3 dan C-6 dihasilkan dari modifikasi kitosan. Kitosan merupakan bahan yang baik untuk digunakan dalam berbagai bidang aplikasi dilihat dari sifat hidrofilik, reaktifitas kimia, kesanggupan membentuk film dan sifat mekanik yang baik (Kaban 2009).




**Gambar 2. 1Struktur Kitosan (Rifai, 2007)**

Kitosan merupakan senyawa dengan rumus kimia poli (2-amino-2-dioksi-β-D-Glukosa) yang dapat dihasilkan dengan proses hidrolisis kitin menggunakan basa kuat. Teguh (2003) menjelaskan bahwa kitosan berbentuk serpihan putih kekuningan, tidak berbau dan tidak berasa. Kitosan tidak larut dalam air, dalam asam sulfat, dalam larutan basa kuat, dalam pelarut-pelarut organik seperti dalam alkohol, dalam aseton, dalam dimetilformamida, dan dalam dimetil sulfoksida. Gugus fungsi yang membedakan kitosan dengan kitin adalah titosan murni mengandung gugus amino (NH2), sedangkan kitin murni mengandung gugus asetamida (NH -COCH3). Bobot molekul dan derajat deasetilasi akan mempengaruhi kelarutan kitosan. Sifat lain kitosan adalah tidak beracun, mudah mengalami biodegradasi dan polielektrolit kationik karena mempunyai gugus fungsional gugus amino. Gugus fungsi lain yang terdapat pada kitosan adalah gugus hidroksil primer dan sekunder yang mengakibatkan kitosan mempunyai kereaktifan kimia yang tinggi.

Kerangka hewan invertebrata kelompok *arthopoda sp, molusca sp, coelenterata sp, annelida sp, nematoda sp*, dan beberapa dari kelompok jamur adalah bahan utama yang digunakan untuk isolasi kitosan. Sumber kitosan lain ditemukan pada kulit cumi-cumi, bagian insang ikan, trackea. Hewan laut sebagai sumber utamanya ialah cangkang *crustaceae sp*, yaitu udang, *lobster*, kepiting, dan hewan yang bercangkang lainnya.

**Tabel 2. 1 Sumber-Sumber Kitin dan Kitosan**

| Jenis | Kadar Kitosan (%) |
|---|---|
| Jamur/ cendawan | 5-20 |
| Cumi-cumi | 3-20 |
| Kalajengking | 30 |
| Laba-laba | 38 |
| Kumbang | 35 |
| Ulat sutra | 44 |
| Kepiting | 69 |
| Udang | 70 |

Sumber: Sembiring (2011)

Sebanyak 20-30% senyawa kitin, 21% protein dan 40-50% mineral terkandung dalam cangkang. Kitin yang terdapat dalam cangkang Crustaceae sp sebagai mukopolisakarida yang berikatan dengan garam-garam anorganik, terutama kalsium karbonat ($CaCO_3$), protein dan lipida termasuk pigmen-pigmen, oleh sebab itu proses isolasi kitin dari cangkang udang melibatkan proses-proses pemisahan protein (deproteinasi) dan pemisahan mineral (demineralisasi). Proses untuk mendapatkankitosan dilanjutkan dengan proses deasetilasi. Proses deasetilasi umumnya menggunakan natrium hidroksida (NaOH).Proses pemisahan protein menggunakan natrium hidroksida, protein diekstraksi sebagai natrium proteinat yang larut. Umumnyamengurangi kadar protein dalam kulit udang efektif menggunakan larutan NaOH 2-3% dengan suhu 63-65$^oC$ selama waktu ekstraksi 1-2 jam. Proses penghilangan mineral yang terkandung dalam kulit kepiting disebut tahap demineralisasi, kandungan mineral utamanya adalah $CaCO_3$dan $Ca_3(PO)_4$. Pelarutan kalsium sebagai kalsium klorida dalam proses

demineralisasi efektif menggunakan asam klorida dengan konsentrasi lebih dari 10%.

Lebih dari 200 aplikasi dari kitin dan kitosan serta turunannya di industri makanan, pemrosesan makanan, bioteknologi, pertanian, farmasi, kesehatan, dan lingkungan yang saat ini sedang dikembangkan (Balley *et al*. 1977). Aplikasi kitosan di berbagai bidang tersebut ditentukan oleh karakterisasinya, sifat intrinsiknya yang meliputi derajat deasetilasi, kelarutan, viskositas, dan berat molekul (Muzzarelli *et al*., 1997). Penggunaan kitosan di berbagai bidang tersebut didukung oleh kualitas kitosan berdasarkan sifat intrinsiknya, yaitu kemurniannya, massa molekul dan derajat deasetilasi. Umumnya kitosan mempunyai derajat deasetilasi 75-100%. Penggunaan kitosan dalam bidang pertanian dan hortikultura, terutama untuk pertahanan tanaman dan peningkatan hasil, didasarkan pada polimer kitosan yang mengandung *glucosamine* ini berpengaruh terhadap sifat biokimia dan biologi molekuler dari sel tumbuhan (Hadwigerdkk., 2013).

Kitosan biasanya digunakan dalam perlakuan benih alami dan zat penembah pertumbuhan tanaman, dan sebagai zat biopestisida ramah lingkungan yang meningkatkan kemampuan tanaman untuk membela diri terhadap infeksi jamur. Cangkang *krustasea,* seperti *lobster,* kepiting, dan udang dan banyak organisme lain termasuk serangga dan jamur merupakan sumber biokontrol alami (Linden dkk., 2000). Pengaruh buruk pestisida mampu diatasi dengan sifat biokontrol kitosan. Kitosan yang dijadikan biopestisida dapat meningkatkan biokontrol biologis yang hemat biaya untuk pertanian dan hortikultura (Goosen dkk.,1996). Menurut Linden dan Stoner (2005) sifat kitosan memunculkan pertahanan bawaan alami dalam tanaman untuk menolak serangga, patogen, dan penyakit tanah dan baik bila diterapkan pada daun atau tanah. Kitosan mampu meningkatkan fotosintesis, mempromosikan dan meningkatkan pertumbuhan tanaman, merangsang serapan hara, meningkatkan perkecambahan dan meningkatkan kekuatan tanaman. Kitosan juga dapat digunakan dalam rekayasa pengolahan air sebagai bagian dari proses filtrasi.

## 2.2 Sifat Fisikokimia Kitosan

Umumnya polisakarida alami seperti selulosa, dekstrin, pectin, alginate, agar-agar, dan karagenan bersifat netral atau asam, sedangkan kitin dan kitosan bersifat basa (Kumar, 2000). Kitosan merupakan padatan amorf putih yang tidak larut dalam alkali dan asam mineral kecuali pada keadaan tertentu. Kitosan merupakan molekul polimer yang memiliki bobot molekul tinggi dengan viskositas yang baik dalam suasana asam (Onsoyen dan Skaugrud, 1990). Kitosan memiliki sifat fisik yang khas, yaitu tidak berbau, mudah dibentuk menjadi spons, larutan, gel, pasta, membrane dan serat yang sangat berperan dalam aplikasinya (Kaban, 2009).



**Gambar 2. 2 Serbuk kitosan**

Sifat kimia kitosan antara lain adalah polimer berbentuk linear, mempunyai gugus amino dan hidroksil yang aktif dan mempunyai kemampuan mengikat beberata jenis logam. Kelarutan kitosan sangat dipengaruhi oleh bobot molekul, derajat deasetilasi, dan rotasi spesifik. Kitosan dalam bentuk normal mampu mengkompleks ion logam berat berbahasya seperti mangan, tembaga, krom, cadmium, kobalt, merkuri, timbal, dan seng (Sugita dkk., 2009).

Kitosan memiliki kristalinitas yang disebabkan oleh ikatan hidrogen intermolekuler maupun intramolekuler lebih rendah dibandingkan kitin sehingga lebih mudah diaplikasikan dalam beberapa reagen. Kitosan tidak larut dalam beberapa pelarut organik seperti dimetilsulfoksida (DMSO), dimetilformamida (DMF), pelarut alkohol organik, piridin dan air. Kitosan memiliki kelarutan yang baik dalam asam format, asam asetat dan asam glutamat. Berat molekul kitosan bertambah dengan menurunnya kelarutan kitosan.

Berat molekul (BM) dan derajat deasetilasi (DD) merupakan parameter yang sangat berpengaruh pada sifat kitosan. Gugus asetil yang berkurang dari kitin menjadi gugus amino pada kitosan menunjukkan nilai derajat deasetilasi.

**Tabel 2. 2 Karakteristik kitosan (Badan Standardisasi Nasional, 2013)**

| No | Jenis Uji | Satuan | Persyaratan |
|---|---|---|---|
| 1 | Bentuk partikel | - | Serpihan sampai bubuk |
| 2 | Warna | - | Coklat muda sampai putih |
| 3 | Fisika | | |
| | Benda asing | - | Negatif |
| 4 | Kimia | | |
| | Derajat deasetilasi | % | Minimal 75 |
| | pH | - | 7-8 |
| | Kadar abu | % | Maksimal 5 |
| | Kadar air | % | Maksimal 12 |

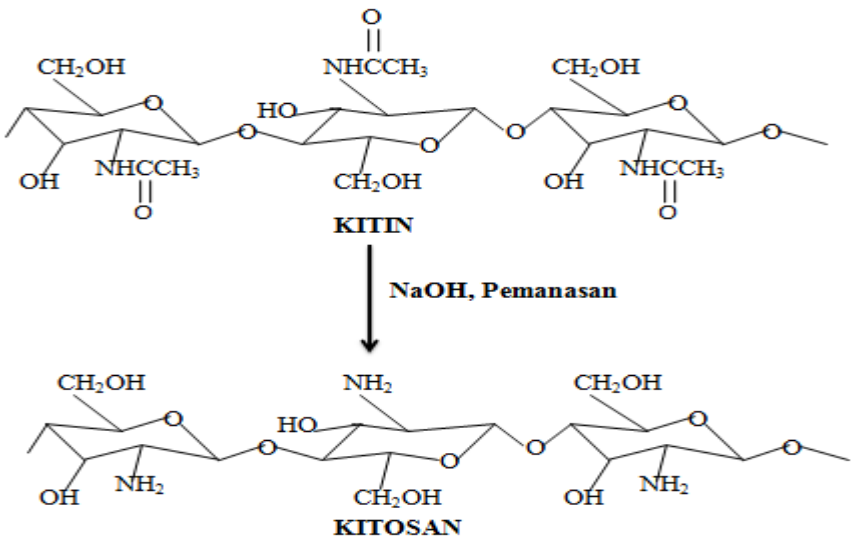
Sumber: Badan Standardisasi Nasional (2013)

### 2.3 Penentuan Derajat Deasetilasi Kitosan

Isolasi kitosan dihasilkan dari kitindengan menghilangkan gugus asetil ($CH_3$-CO)sehingga molekul dapat larut dalam larutan asam,proses pelepasan gugus asetil agar kitosan memilki karakteristik sebagai kation ini disebut sebagai deasetilasi. Deasetilasi yang hampir sempurna dapat dihasilkan menggunakan larutan NaOH yangpekat dan panas, tetapi produknya jugamengalami degradasi. Persentase deasetilasi dapat akan lebih tinggi dengan waktu yang lama dan suhu yang lebih tinggi, perpanjangan waktu dan kenaikan suhu juga akan menurunkan ukuranmolekul.

Salah satu manfaat kitosan adalah dapat digunakan sebagai bahan pengawet makananalami yang aman bagikesehatan. Senyawa kitosan berasal dari senyawakitin yang gugus asetilnya dihilangkan menggunakan natrium hidroksida (NaOH) seperti ditunjukkan pada Gambar 2.3. Banyaknya gugus amin ($NH_2$) yangterkandung dalam senyawa kitosan merupakan faktor yang paling berpengaruh terhadap kemampuan kitosan salah satunya sebagai pengawet makanan, namun banyaknyagugus amin tergantung pada gugus asetil

yangterambil. Jumlah gugus asetil yang terambildisebut sebagai derajat deasetilasi, sehinggasemakin tinggi derajat deasetilasi maka kualitas kitosan juga semakin baik.




**Gambar 2. 3 Gambar reaksi deasetilasi (Suhardi, 1992)**

Beberapa metode analisis sederhana yang digunakan untuk menentukan derajat deasetilasi kitosan meliputi titrasi potensiometri, spektroskopi UV-Vis, spektroskopi inframerah, metode analisis yang kompleks membutuhkan peralatan mahal seperti H-NMR spektroskopi dan C-NMR spektroskopi (Biskup dkk., 2012). Persentase perbandingan serapan gugus N-H dengan gugus C=O dari amida menunjukkan nilai derajat deasetilasi. Perbandingan serapan gugus N-H dengan gugus C=O dari amida tersebut dapat menunjukkan perubahan kuantitas gugus C=O dari amida. Kuantitas gugus C=O dari amida akan berkurang akibat proses deasetilasi sehingga adsorbansi gugus C=O dari amida juga akan mengalami penurunan. Kitin memiliki derajat deasetilasi <70%, sedangkan kitosan memiliki derajat deasetilasi ≥ 70%,. Derajat deasetilasi digunakan untuk membedakan polimer kitin dan kitosan (Nuraida, 2000).

### 2.3.1. Titrasi Asam Basa

Bronsted pada tahun 1923 mempresentasikan suatu pandangan baru tentang perilaku asam- basa yang mempertahankan kebenaran perlakuan kesetimbangan, tetapi Arhennius secara memberikan informasi dan konseptual lebih luas.

Bronsted memberikan artian, asam adalah segala zat yang dapat memberikan proton, dan basa adalah zat yang dapat menerima proton (Underwood, 2001).

$$HB \rightleftharpoons H^+ + B^-$$

Asam Basa

Titirasi asam-basa merupakan cara yang tepat dan mudah untuk menentukan jumlah senyawa-senyawa yang bersifat asam dan basa. Umumnya senyawa organik tidak larut dalam air. Titrasi asam basa melibatkan asam maupun basa sebagai titer ataupun titrant dengan menentukan kadar larutan asam atau sebaliknya. Titran ditambahkan titer tetes demi tetes sampai mencapai keadaan ekuivalenyang biasanya ditandai dengan berubahnya warna indikatorartinya secara stoikiometri titran dan titer tepat habis bereaksi. Keadaan konsentrasi asam sama dengan konsentrasi basa atau jumlah basa yang ditambahkan sama dengan jumlah asam yang dinetralkan disebut titik ekuivalen. Titik akhir titrasi adalah keadaan dimana titrasi dihentikan dengan cara melihat perubahan warna indikator disebut, titik akhir titrasi ini mendekati titik ekuivalen bisa juga melewati titik ekuivalen (Esdi, 2011).

Penentuan senyawa pada titrasi asam basa umumya menggunakan indikator. Indikator yang digunakan dapat berupa indikator universal atau lakmus biru, lakmus merah yang dimuat di laboratorium, atau juga dapat menggunakan indikator asam basa dengan bahan dari alam. Perbedaan suasana asam, basa maupun netral akan menyebabkan perubahan warna dari bahan-bahan (Ripani, 2009). Perubahan warna indikator dalam titrasi harus tepat pada saat titrant menjadi ekivalen dengan titrat agar tidak terjadi kesalahan titrasi (yakni selisih antara titik akhir dan titik ekivalen), maka trayek indikator harus mencakup pH larutan pada titik ekivalen, atau sangat mendekatinya (Raymond, 2004). Indikator akan menunjukkan perubahan warna pada pH tertentu. Berikut adalah daftar indikator asam basa yang ditunjukkan pada Tabel 2.3.

**Tabel 2. 3 Daftar Indikator Asam Basa**

| Nama | Trayek pH | Perubahan Warna |
|---|---|---|
| Biru timol | 1,2-2,8 | Merah-kuning |
| | 8,0-9,6 | Kuning-biru |
| Kuning metil | 2,9-4,0 | Merah-kuning |
| Jingga metil | 3,1-4,4 | Merah-jingga |
| Hijau bromkesol | 3,8-5,4 | Kuning-biru |
| Merah metil | 4,2-6,3 | Merah-kuning |
| Ungu bromkesol | 5,2-6,8 | Kuning-ungu |
| Biru bromtimol | 6,2-7,6 | Kuning-biru |
| Merah fenol | 6,8-8,4 | Kuning-merah |
| Ungu kresol | 7,6-,2 | Kuning-ungu |
| Fenolftalein | 8,3-10 | Tidak berwarna-merah |
| Timolftalein | 9,3-10,5 | Tidak berwarna-biru |
| Kuning alizarin | 10,0-12,0 | Kuning-ungu |

Penentuan derajat deasetilasi kitosan menggunakan titrasi asam basa didasarkan pada kitosan yang bersifat basa direaksikan dengan asam kuat secara secara berlebih, sisa asam akan dititrasi dengan basa kuat hingga terjadi perubahan warna.Titrasi didasarkan pada netralisasi berlebih dari gugus amina dengan asam klorida, kemudian asam klorida residual dititrasi dengan natrium hidroksida.Derajat deasetilasi (DD) dapat dihitung dengan persamaan (1) untuk titrasi asam basa dengan indikator dan rumus (2) untuk titrasi potensiometri.

$$DD\ (\%) = \frac{(C1 \times V1 - C2 \times V2)}{M \times 0{,}0994} \times 0{,}016 \times 100\% \quad \text{.....(1)}$$

Keterangan:

C1 adalah konsentrasi larutan HCl
V1 adalah volume larutan standar HCl
C2 adalah konsentrasi larutan standar NaOH
V2 adalah volume larutan standar NaOH
M adalah berat konstan kitosan
0,016 adalah berat molekul $NH_2$ dalam 1 $cm^3$ 0,1 $mol.dm^{-3}$ HCl dalam gram
0,0994 adalah nilai $NH_2$ teoritis

$$\%DD = \frac{203Q}{1+42Q} \times 100\% \quad \text{.....(2)}$$

### 2.3.2. Spektroskopi Infra Merah

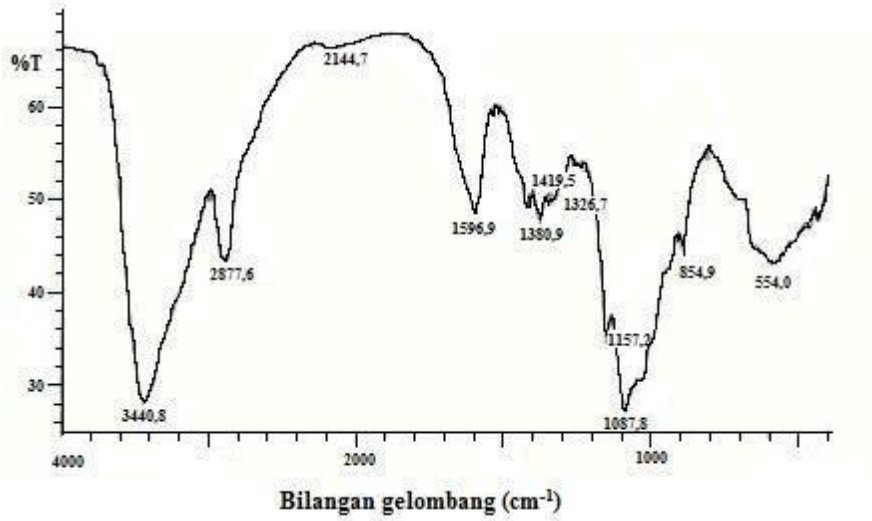
Salah satu metode yang paling umum digunakan untuk mengukur derajat deasetilasi adalah metode garis dasar spektroskopi infra merah(FTIR) yang pertama kali diajukan oleh Moore dan Robert pada tahun 1977. Kelebihan mengukur derajat deasetilasi dengan metode garis dasar spektroskopi IR yaitu relatif cepat, contoh tidak perlu murni, dan tingkat ketelitian tinggi dengan kisaran derajat deasetilasi contoh yang luas, dibandingkan dengan teknik titrimetri dan metode spektroskopi lainnya (Purwantiningsih, dkk., 2009). Gugus fungsi yang karakteristik dari spektra FTIR kitosan dapat dilihat pada tabel 2.4.

**Tabel 2. 4 Serapan FTIR karakteristik kitosan**

| Jenis Vibrasi | Bilangan Gelombang ($cm^{-1}$) |
|---|---|
| Vibrasi ulur OH | 3450, 3340 |
| Vibrasi ulurNH ($-NH_2$) | 3400 |
| Vibrasi ulur tidak simetris CH ($-CH_2-$) | 2926 |
| Vibrasi ulur simetris CH ($-CH_2-$) | 2864 |
| Vibrasi ulur C=O ( $-NHCOCH_3-$) | 1650 (lemah) |
| Vibrasi tekuk NH ($R-NH_2$) | 1596 |
| Vibrasi ulur CN | 1200-1020 |
| Vibrasi tekuk tidak simetris CH ($-CH_2-$) | 1418 |
| Vibrasi tekuk simetris CH ($-CH_2-$) | 1377 |
| Vibrasi ulur tidak simetris C-O (-C-O-C-) | 1082 |
| Vibrasi ulur simetris C-O (-C-O-C-) | 1033 |

Sumber: Gyliene *dkk.* (2003)

Gaya Van der Walls pada permukaan adsorben akan menyebabkan proses adsorbsi secara fisika dimana terjadi perbedaan energi atau gaya tarik Van der Walls adsorbat dan adsorben yang menyebabkan adsorbat terikat atau tertarik pada molekul adsorben. Atom-atom atau ion-ion yang sudah terikat dapat dilepaskan kembali dengan bantuan pelarut tertentu yang memiliki sifat yang sama dengan atom yang diikat terjadi dalam proses adsorbsi yang disebut dengan sifat*reversible.* Spektra FTIR kitosan dapat dilihat pada Gambar 2.4.

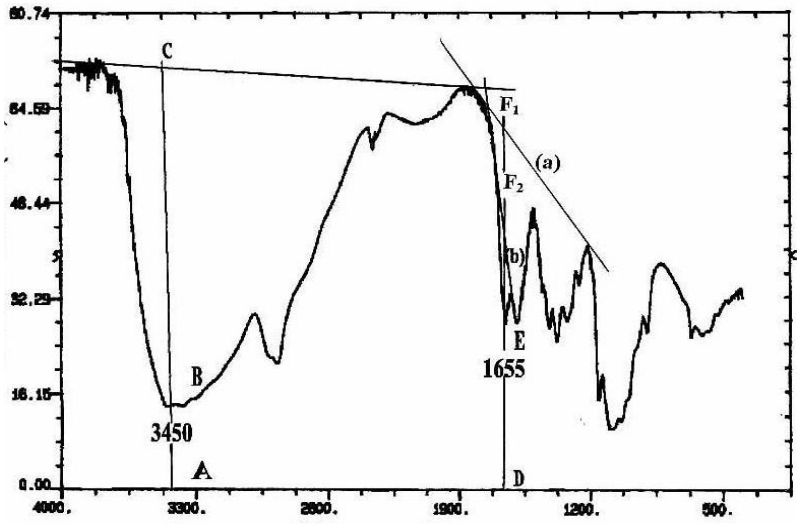



**Gambar 2. 4Spektra FTIR Kitosan (Kurniasih *et al.*, 2011)**

Gugus amino ($NH_2$) dalam kitosan relatif lebih banyak dibandingkan kitin sehingga lebih nukleofilik dan bersifat basa. Kitosan hasil deasetilasi kitin larut dalam asam encer seperti asam asetat dan asam formiat (Kumar, 2000).

Letak serapan khas gugus gugus amida pada bilangan gelombang 1655-1310 $cm^{-1}$sedangkan gugus hidroksil terletak pada bilangan gelombang 3550-3300 $cm^{-1}$. Nilai absorbansi dihasilkan berdasarkan transmitansi yang diperoleh pada masing-masing serapan. Khan *et al.* (2002) menjelaskan persamaan sederhana untuk menentukan absorbansi, DF1 sebagai *baseline* adan DF2 sebagai *baseline* b, DE, AC, dan AB menggambarkan ketinggian dari serapan gugus fungsional pada masing-masing panjang gelombang. Garis pada spektra FTIR ditarik dalam penentuan nilai DD ditampilkan pada Gambar 2.5.

Absorbansi pada serapan gugus amida dibandingkan dengan absorbansi pada serapan gugus hidroksil. Derajat deasetilasi merupakan perbandingan absorbansi amida dengan absorbansi hidroksil.




**Gambar 2.5 Garis dasar untuk *base line* (a) dan *base line* (b) (Khan *et al.*, 2002)**

Rumus menghitung derajat deasetilasi sebagai berikut:

$$\text{DDA (\%)} = \left(1 - \frac{A1655}{A3450} \times 1{,}15\right) \times 100\% \quad \text{.....(3)}$$

$$\text{DDA (\%)} = \left(1 - \frac{A1655}{A3450} \times \frac{1}{1{,}33}\right) \times 100\% \quad \text{.....(4)}$$

$$\text{DDA (\%)} = \left(\frac{A1655}{A2870} \times \frac{1}{1{,}33}\right) \times 100\% \quad \text{.....(5)}$$

$$\text{DDA (\%)} = \left(1 - \frac{A1320}{A1420} \times 0{,}3192\right) \times 100\% \quad \text{.....(6)}$$

# BAB III
# METODE PENELITIAN

## 3.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu neraca *Ohaus*, termometer alkohol 110$^{o}$C, oven *Memmert* UN 55, gelas beaker 100; 250; dan 500 mL *Pyrex Iwaki*, labu ukur 25; 100; 200; dan 500 mL *Pyrex Iwaki*, erlenmeyer 100 mL *Pyrex Iwaki*, buret 25 mL *Pyrex Iwaki*, batang pengaduk, cawan porselein 50 mL, krus porselein 50 mL, spatula, gelas arloji, corong kaca, pipet tetes, statif, klem, pipet ukur 5 dan 25 mL *Pyrex Iwaki*, bol pipet, instrumen FTIR *Thermo Nicolet Avatar 360* IR.

## 3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan yaitu standar kitosan (derajat deasetilasi 75%) diproduksi oleh *Sigma Aldrich*, akuades, kertas saring, larutan HCl 0,1 M, asam oksalat ($H_2C_2O_4$), larutan NaOH 0,1 M, indikator *phenolphthalein* (pp), indikator *methyl orange* (MO), indikator *conway (metil red*dan *bromocresol green)*, akuades, kertas saring dan tisu.

## 3.3 Cara Kerja

### 1. Penentuan Kadar Air Kitosan

Cawan porselein kosong yang telah dibersihkan ditimbang dan dicatat massanya sebagai W0, sebelumnya cawan porselen dikonstankan terlebih dahulu melalui pengovenan dan ditimbang beratnya hingga konstan. Sebanyak 0,1 gramstandar kitosan ditimbang dan dicatat massanya sebagai W1, kemudian dipanaskan menggunakan oven pada suhu 105$^{o}$C selama 3 jam kemudian didinginkan dalam desikator dan ditimbang massanya hingga konstan sebagai W2.

### 2. Penentuan Kadar Abu Kitosan

Krus porselen kosong yang telah dibersihkan ditimbang dan dicatat massanya sebagai W0, sebelumnya cawan porselen dikonstankan terlebih dahulu melalui pengovenan dan ditimbang beratnya hingga konstan. Sebanyak 0,1 gram standar kitosan ditimbang dan dicatat massanya sebagai W1, kemudian dipanaskan menggunakan *furnace* pada suhu 605$^{o}$C selama 4 jam kemudian didinginkan dalam desikator dan ditimbang massanya hingga konstan sebagai W2.

**3. Karakterisasi Kitosan Menggunakan Instrumen Spektroskopi Infra Merah**

Sebanyak 0,1 gram KBr dan 0,01 gram standar kitosan dicampur dalam mortal dan ditumbuk. Campuran dimasukkan dalam cetakan pelet yang sebelumnya telah dibersihkan, kemudian dipres dengan dengan alat penekan hidrolitik hingga menjadi pelet. Pelet KBr yang telah terbentuk dilepaskan, kemudian ditempatkan pada *tablet holder* untuk dilakukan pengukuran dengan alat FTIR.

**4. Penentuan Derajat Deasetilasi Kitosan Secara Volumetri**

Sebanyak 0,1 g standar kitosan ditimbang kemudian dilarutkan dengan 10 mL larutan HCl 0,1 M ke dalam erlenmeyer 100 mL dan ditambahkan 3 tetes indikator PP kemudian dititrasi menggunakan larutan NaOH 0,1 M hingga terjadi perubahan warna menjadi merah muda. Pengulangan Dilakukan 7 kali untuk penentuan presisi dan akurasi pengujian. Dilakukan langkah yang sama untuk indikator *metil orange,conway*dan potensiometri dengan masing-masing pengulangan 7 kali titrasi. Titrasi potensiometri dilakukan tanpa menggunakan indikator, pH diukur setiap penambahan 0,5 mL NaOH 0,1 M.

**1) Pembuatan larutan HCl 0,1 M**

Sebanyak 0,83 mL larutan HCl pekat 37 % dipipet ke dalam labu ukur 100 mL yang didalamnya telah berisi sedikit akuades, larutan kemudian ditera dengan akuades dan dihomogenkan. Larutan HCl yang diperoleh disimpan dalam botol gelap dan diberi label bahan kimia.

**2) Pembuatan larutan NaOH 0,1 M**

Sebanyak 1 gram kristal NaOH ditimbang dan dilarutkan dengan 10 mL akuades diaduk hingga padatan NaOH larut semua, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL dan ditera dengan akuades hingga tanda meniskus kemudian dihomogenkan. Larutan NaOH yang diperoleh disimpan dalam botol gelap dan diberi label bahan kimia, bila perlu lakukan penyaringan agar tidak ada endapan.

**3) Pembuatan indikator *phenoftalein* (PP) 1%**

Sebanyak 0,1 gram serbuk phenoftalein ditimbang, kemudian dilarutkan dalam gelas beker dengan 5 mL etanol 95%. Larutan dipindah ke labu ukur 10

mL, kemudian ditambah akuades hingga tanda tera. Larutan indikator dikocok hingga homogen kemudian disimpan dalam botol kaca.

**4) Pembuatan indikator *metil orange* (MO) 1 %**

Sebanyak 0,1 gram serbuk *metil orange* ditimbang, kemudian dilarutkan dalam gelas beker dengan 9 mL etanol 95%. Larutan dipindah ke labu ukur 10 mL, kemudian ditambah akuades hingga tanda tera. Larutan indikator *metil orange* dikocok hingga homogen kemudian disimpan dalam botol kaca.

**5) Pembuatan indikator *conway***

Sebanyak 0,1 grammerah metal (*methyl red*) dan 0,150 gram hijau bromkrosol (*bromecrosol green*) ditimbang kemudian dicampur dalam beker gelas. Campuran kemudian dilarutkan dengan sedikit etanol 95 %. Larutan dipindahkan ke labu ukur ukur 10 mL, kemudian ditambah kembali dengan etanol 95 % hingga tanda tera. Larutan indikator *conway* dikocok hingga homogen kemudian disimpan dalam botol kaca.

**6) Standardisasi NaOH**

Sebanyak 0,1263 g asam oksalat ditimbang kemudian dilarutkan dengan 25 mL akuades ke dalam erlenmeyer 100 mL dan dikocok hingga homogen. Larutan ditambah 3 tetes indikator PP kemudian dititrasi menggunakan larutan NaOH hingga terjadi perubahan warna.

**7) Standardisasi HCl**

Sebanyak 25 mL HCl 0,1 M di masukkan ke dalam erlenmeyer 100 mL dan ditambahkan 3 tetes indikator PP kemudian dititrasi menggunakan larutan NaOH 0,1 M hingga terjadi perubahan warna.

# BAB IV
# HASIL DAN PEMBAHASAN

## 4.1 Penentuan Kadar Air dan Kadar Abu Kitosan

Penentuan kadar air dan kadar abu kitosan didasarkan pada prinsip gravimetri. Prinsip penentuan kadar air adalah menentukan persentase kandungan air dalam kitosan dengan cara mengeringkan kitosan dalam *oven* pada suhu 105$^{o}$C selama tidak kurang dari 1 jam kemudian ditimbang hingga didapatkan berat konstan. Kadar air kitosan merupakan salah satu parameter terpenting karena menunjukkan kualitas kitosan, semakin rendah kadar air menunjukkan semakin baik kitosan. Kadar air kitosan umumnya dipengaruhi oleh lamanya proses pengeringan dalam pembuatan kitosan, luas permukaan yang digunakan dalam pengeringan kitosan serta jumlah kitosan yang dikeringkan dalam sekali pengeringan.

Prinsip penentuan kadar abu adalah menentukan persentase kandungan abu dalam kitosan dengan cara memanaskan kitosan dalam *furnace* pada suhu 605$^{o}$C selama tidak kurang dari 1 jam kemudian ditimbang hingga didapatkan berat konstan. Penentuan kadar abu kitosan ditujukan untuk mengetahui mineral yang terkandung dalam kitosan yang menunjukkan keberhasilan proses demineralisasi yang dilakukan. Semakin rendah kadar abu kitosan yang dihasilkan, maka mutu dan tingkat kemurnian kitosan akan semakin tinggi. Mineral dalam kitosan dipengaruhi oleh pengadukan dalam proses demineralisasi, pengadukan yang konstan akan menyebabkan panas merata sehinggan HCl dapat mengikat secara sempurna. Pengadukan yang tidak konstan akan menyebabkan panas tidak merata, sehingga pengikatan mineral oleh pelarut (HCl) tidak maksimal (Hartati dkk., 2002). Faktor lain yang mempengaruhi kandungan mineral dalam kitosan adalah pencucian kitosan hingga pH netral. Pelarut yang mengikat mineral dalam proses demineralisasi akan terbuang dan larut bersama air (Angka dan Suhartono, 2000). Mineral yang telah terlepas akan menempel kembali pada kitosan dikarenakan pencucian yang kurang sempurna sehingga menyebabkan kadar abu tinggi. Adapun kadar air dan kadar abu disajikan pada Tabel 4.1 sebagai berikut:

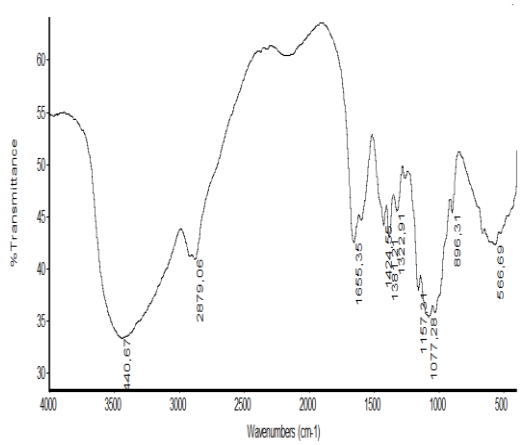
**Tabel 4. 1**Persentase Kadar Air dan Kadar Abu Kitosan

| Sampel Uji | Kadar Air (%) | Kadar Abu (%) |
|---|---|---|
| Standar kitosan | 1,49 | 2,39 |

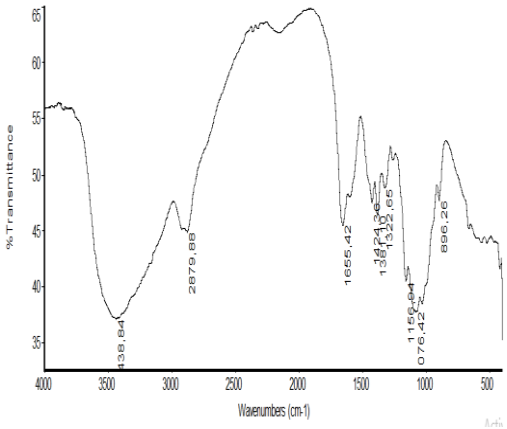
Badan standarisasi nasional menetapkan standar mutu kadar air kitosan ≤ 12%, sedangkan kadar abu ≤ 5%. Hasil analisis menunjukkan bahwa kadar air kitosan sebanyak 1,49% menunjukkan pengeringan yang cukup baik sehingga kadar air yang tersisa sedikit. Kadar air yang semakin kecil menunjukkan kualitas kitosan yang semakin baik. Kadar abu kitosan senilai 2,39% memenuhi standar mutu karena tidak lebih dari 5%. Persentase kadar abu yang menunjukkan maksimalnya proses demineralisasi baik pengadukan maupun pencucian kitosan, sehingga mineral mineral terbuang dari kitosan. Hasil penentuan kadar air dan kadar abu kitosan secara gravimetri menunjuukan bahwa kualitas kitosan baik sesuai standar mutu badan standarisasi nasional.Kadar air dalam penentuan derajat deasetilasi menggunakan metode titrasi asam basa digunakan sebagai faktor koreksi.

### 4.2 Penentuan Presisi dan Akurasi Kitosan Menggunakan Spektroskopi Infra Merah

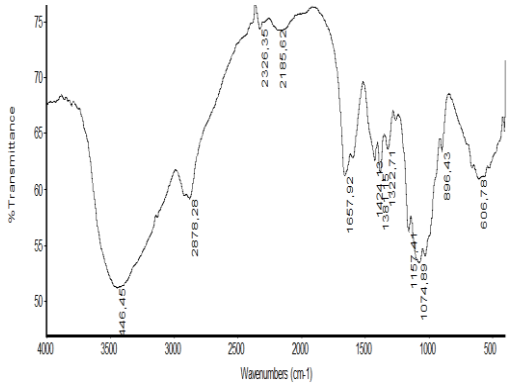
Kitosan dikarakterisasi menggunakan FT-IR untuk menganalisis gugus fungsi karakteristiknya kemudian dibandingkan dengan karakteristik pita serapan kitosan. Prinsip analisis FT-IR adalah reaksi radiasi elektromagnetik dengan sampel yang memiliki momen dipol permanen dan menentukan fraksi yang ada dalam sampel berdasarkan radiasi penyerapan energi dengan panjang gelombang tertentu (Stuartdkk., 2004). Ciri khas karakteristik kitosan adalah pada gugus amida dan gugus hidroksil. Letak serapan khas gugus gugus amida pada bilangan gelombang 1655-1310 $cm^{-1}$ sedangkan gugus hidroksil terletak pada bilangan gelombang 3550-3300 $cm^{-1}$. Hasil karakterisasi standar kitosan menggunakan spektroskopi infra merah dapat dilihat pada Gambar 4.1.


%Transmittance
Wavenumbers (cm-1)
3440,67
2879,06
1655,35
1322,91
1157,31
1077,28
896,31
566,69

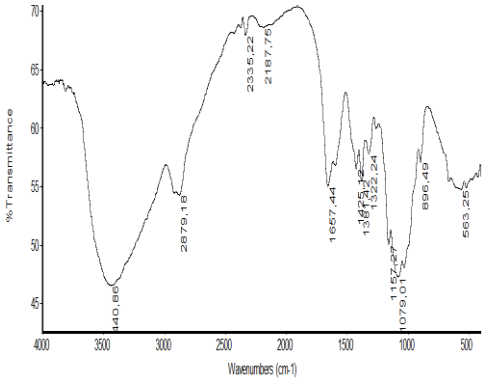
**(1)**


%Transmittance
Wavenumbers (cm-1)
3438,84
2879,88
1655,42
1322,65
1156,84
1076,42
896,26

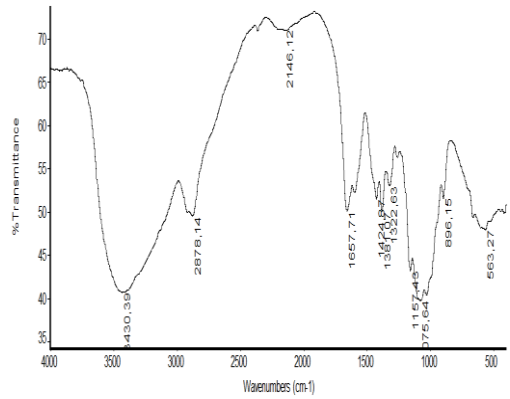
**(2)**


%Transmittance
Wavenumbers (cm-1)
3446,46
2878,28
2326,35
2165,62
1657,92
1322,71
1157,44
1074,89
896,43
606,78

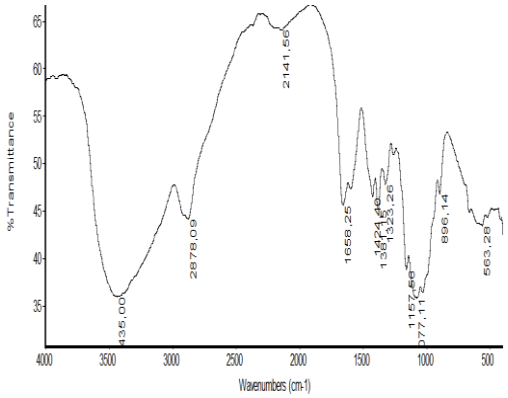
**(3)**


%Transmittance
Wavenumbers (cm-1)
3440,86
2879,18
2335,22
2187,75
1657,44
1322,24
1157,27
1079,01
896,49
563,26

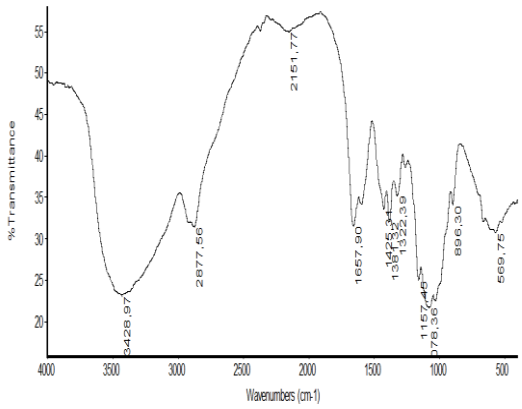
**(4)**


%Transmittance
Wavenumbers (cm-1)
3430,39
2878,14
2146,12
1657,71
1322,63
1157,45
1075,64
896,15
563,27

**(5)**


%Transmittance
Wavenumbers (cm-1)
3436,00
2878,09
2141,56
1658,25
1325,26
1157,66
1077,112
896,14
563,28

**(6)**




**(7)**

**Gambar 4. 1 Spektrum Standar Kitosan 7 Replikasi**

Menurut Dompeipen (2017) hasil analisis gugus fungsi spektrum FTIR menunjukkan adanya gugus fungsi O-H, N-H, C-H, C=O, C-O, C-N, C-O-C,β-1,4-glikosidik.Berdasarkan hasil analisisbilangan gelombang 1655,35 $cm^{-1}$ menunjukkan adanya gugus amida yang merupakan pita serapan gugus ikatan C=O, sedangkan bilangan gelombang3440,67 $cm^{-1}$ merupakan vibrasi gugus OH dan gugus $NH_2$. Spektrum salah satu standar kitosan tersebut menunjukkan karakteristik standar kitosan sesuai dengan karakteristik khas yaitu gugus amida dan hidroksil. Bilangan gelombang 2879,06 $cm^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi peregangan simetris ikatan C-H. Bilangan gelombang 1157,31 $cm^{-1}$ menunjukkan adanya ikatan antara C-N pada kitosan.Bilangan gelombang 896,31 $cm^{-1}$menunjukkan salah satu ciri khas kitosan yaitu adanya ikatan β-1,4-glikosidik. Karakteristik spektrum hasil analisis menunjukkan tidak adanya perbedaan yang signifikan dengan literatur. Rangkuman karakteristik spektrum kitosan dapat dilihat pada Tabel 4.2.

**Tabel 4. 2 Karakterisasi Spektrum FT-IR Kitosan**

| Gugus Fungsi | Bilangan Gelombang Kitosan Standar ($cm^{-1}$) | Bilangan Gelombang Kitosan ($cm^{-1}$) |
|---|---|---|
| Vibrasi pembengkokan O-H tumpang tindih vibrasi peregangan N-H | 3377,95 | 3440,67 |
| Vibrasi peregangan simetris C-H alifatik | 2922,80 | 2879,06 |
| Vibrasi peregangan C=O | 1660,55 | 1655,35 |
| Vibrasi peregangan C-H | 1422,73 | 1424,55 |
| Vibrasi peregangan simetris C-O | 1259,54 | 1322,91 |
| Vibrasi peregangan simetris C-N | 1154,64 | 1157,31 |
| Vibrasi peregangan C-O-C | 1077,93 | 1077,28 |
| Vibrasi ulur β-1,4-glikosidik | 897,41 | 896,31 |

Sumber: Dompeipen (2017)

Absorbansi pada serapan gugus amida dibandingkan dengan absorbansi pada serapan gugus hidroksil. Derajat deasetilasi merupakan perbandingan absorbansi amida dengan absorbansi hidroksil. Derajat deasetilasi kitosan dapat ditentukan menggunakan metode *baseline.*

Penentuan derajat deasetilasi kitosan standar kitosan dikarakterisasi menggunakan FTIR dengan pengulangan sebanyak 7 kali untuk menentukan presisi dan akurasi pengujian. Hasil analisis ditunjukkan pada Tabel 4.3

**Tabel 4. 3 Derajat Deasetilasi dengan FT-IR**

| Replikasi | Spektroskopi Inframerah (%) | | | |
|---|---|---|---|---|
| | **Persamaan 3** | **Persamaan 4** | **Persamaan 5** | **Persamaan 6** |
| 1 | 61,66 | 68,23 | 69,96 | 69,45 |
| 2 | 65,10 | 65,43 | 69,41 | 69,68 |
| 3 | 68,19 | 68,62 | 70,87 | 69,07 |
| 4 | 71,18 | 70,02 | 70,64 | 69,17 |
| 5 | 66,93 | 71,78 | 74,46 | 67,57 |
| 6 | 69,55 | 64,91 | 69,35 | 69,71 |
| 7 | 62,08 | 66,27 | 70,50 | 69,23 |
| Mean | 66,38 | 67,89 | 70,74 | 69,13 |
| %RSD | 5,47 | 3,70 | 2,47 | 1,06 |
| *CV Horwitz* | 1,06 | 1,06 | 1,05 | 1,06 |
| %Akurasi | 88,51 | 90,53 | 94,32 | 92,17 |

Presisi adalah kedekatan hasil dalam seragkaian pengukuran antara satu sama lain. Keseragaman nilai pengukuran ditunjukkan dalam %RSD, hasil pengukuran derajat deasetilasi menggunakan rumus 3, 4, 5, 6 menunjukkan %RSD masing-masing 5,47; 3,70; 2,47; 1,06%. %RSD yang baik ditunjukkan rumus 6 karena kurang dari 2%. %RSD yang cukup besar menunjukkan hasil pengukuran kurang seragam, hal tersebut mungkin disebabkan kinerja alat FTIR yang kurang optimal ataupun kurang homogennya serbuk kitosan. Akurasi adalah kedekatan nilai hasil analisis dengan nilai sebenarnya/ nilai acuan. Penentuan akurasi dihitung dengan membandingkan nilai derajat deasetilasi pengukuran dengan nilai derajat deasetilasi sebenarnya pada standar kitosan yang digunakan sebesar 75%. Tabel 4.3 menunjukkan bahwa penentuan derajat deasetilasi menggunakan spektroskopi

infra merah memiliki akurasi yang baik, karena nilai akurasi rumus 3, 4, 5, 6 memenuhi nilai akurasi 80-120%. Nilai akurasi tersebut menunjukkan bahwa hasil analisis cukup dekat dengan nilai sebenarnya.

### 4.3 Penentuan Presisi dan Akurasi Derajat Deasetilasi Kitosan Secara Volumetri

Metode titrasi dianggap sebagai metode yang murah dan peralatan mudah, namun waktu analisis relatif lama dalam preparasi maupun dalam proses titrasi (Biskup, 2012). Prinsip penentuan derajat deasetilasi (DD) kitosan secara titrimetri yaitu titrasi asam basa menggunakan NaOH 0,1 M sebagai titran dan kitosan yang dilarutkan dalam HCl 0,1 M sebagai pereaksi analit. Reaksi yang terjadi pada penentuan derajat deasetilasi ini adalah sebagai berikut:

$$NaOH_{(aq)} + HCl_{(aq)} \longrightarrow NaCl_{(aq)} + H2O_{(l)}$$

Penentuan derajat deasetilasi dengan titrasi asam kuat menggunakan HCl dan basa kuat NaOH menggunakan variasi indikator, yaitu indikator *phenolphatalein* (PP), *metil orange* (MO), *conway* dan potensiometri. Indikator akan mengalami perubahan warna ketika terjadi perubahan pH, biasanya mendekati titik ekuivalen (TE). Titik akuivalen adalah titik dimana asam dan basa tepat habis bereaksi. Hasil penentuan derajat deasetilasi menggunakan indikator PP dapat dilihat pada Tabel 4.4.

**Tabel 4. 4 Derajat Deasetilasi Menggunakan Indikator PP**

| Replikasi | Derajat Deasetilasi (%) |
|---|---|
| 1 | 44,20 |
| 2 | 43,38 |
| 3 | 44,16 |
| 4 | 44,11 |
| 5 | 43,25 |
| 6 | 44,98 |
| 7 | 42,56 |
| *Mean* | 43,81 |
| % RSD | 1,82 |
| *CV Horwitz* | 1,13 |
| % Akurasi | 58,41 |

Derajat deasetilasi yang ditentukan secara titrasi asam basa menggunakan indikator PP sebesar 43,81% menunjukkan persentase yang rendah karena kurang dari 70%, artinya mutu kitosan yang diuji karena memiliki derajat deasetilasi yang rendah. Nilai presisi menunjukkan kedekatan hasil antara nilai satu dengan yang lainnya, ditunjukkan dalam %RSD. %RSD yang didapat sebesar 1,82% menunjukkan ketelitian yang baik karena tidak lebih dari 2%. Penentuan akurasi dihitung dengan membandingkan nilai derajat deasetilasi pengukuran rata-rata dengan nilai derajat deasetilasi sebenarnya pada standar kitosan yang digunakan sebesar 75%. Nilai akurasi pada pengukuran dearajat deasetilasi secara titrasi menggunakan indikator PP sebesar 58,41%, nilai tersebut sangat kecil karena tidak masuk rentang nilai akurasi 80-120%. Nilai akurasi yang kecil menunjukkan bahwa hasil pengukuran berbeda cukup jauh dengan nilai derajat deasetilasi sebenarnya yaitu 75%. Penentuan derajat deasetilasi menggunakan indikator PP

memiliki trayek pH titik akhir titrasi berkisar pada 8,0-9,20 oleh karena itu penentuan derajat deasetilasi kitosan tidak dianjurkan menggunakan indikator PP karena memiliki kisaran perubahan warna pada pH tinggi. Kisaran perubahan warna pada pH tinggi akan terjadi pengendapan kitosan, oleh karena itu pengamatan titik akhir titrasi tidak dapat diamati dengan benar. Nilai Hasil penentuan derajat deasetilasi menggunakan indikator *metil orange* (MO) dapat dilihat pada Tabel 4.5.

**Tabel 4. 5 Derajat Deasetilasi Menggunakan Indikator MO**

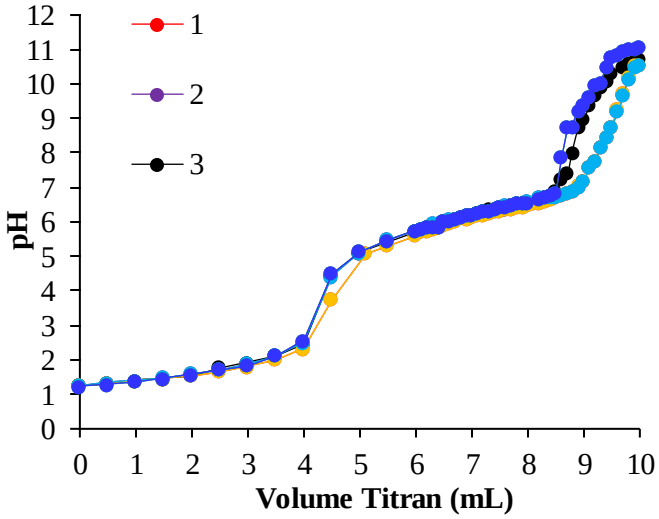
| **Replikasi** | **Derajat Deasetilasi (%)** |
|---|---|
| 1 | 99,42 |
| 2 | 98,65 |
| 3 | 100,10 |
| 4 | 100,10 |
| 5 | 101,66 |
| 6 | 97,67 |
| 7 | 99,52 |
| *Mean* | 99,59 |
| % RSD | 1,26 |
| *CV Horwitz* | 1,00 |
| % Akurasi | 132,78 |

Volume titik akhir titrasi yang lebih rendah dibandingkan titrasi menggunakan indikator PP disebabkan karena trayek pH indikator MO berkisar 3,2-4,4, artinya trayek pH indikator MO lebih rendah dibandingkan trayek pH indikator PP yang berkisar 8,3-10. Trakyek pH yang rendah menyebabkan volume titik akhir titrasi kecil, sehingga nilai derajat deasetilasi terlalu besar. Secara teoritis indikator MO dapat diterima dalam penentuan derajat deasetilasi kitosan dan turunannya (Zhang dkk., 2011), namun dalam analisis indikator MO tidak sesuai. % RSD yang didapat sebesar 1,26 %, namun nilai akurasi pada pengukuran dearajat deasetilasi secara titrasi menggunakan indikator MO sebesar 132,78%, nilai tersebut sangat besar karena tidak masuk rentang nilai akurasi 80-120%. Nilai akurasi yang besar menunjukkan bahwa hasil pengukuran jauh melampaui nilai derajat deasetilasi sebenarnya yaitu 75%. Hasil penentuan derajat deasetilasi menggunakan indikator *conway* dapat dilihat pada Tabel 4.6.

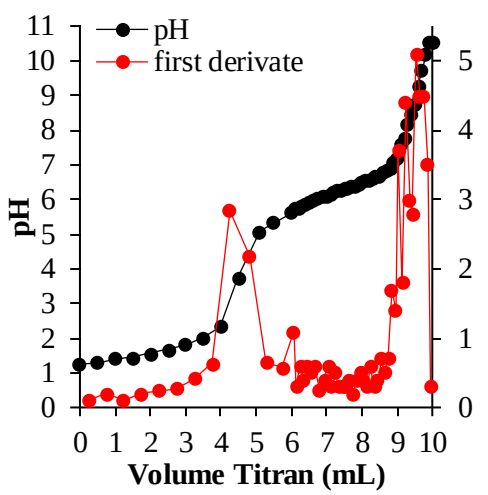
**Tabel 4. 6 Derajat Deasetilasi Menggunakan Indikator *Conway***

| Replikasi | Derajat Deasetilasi (%) |
|---|---|
| 1 | 97,96 |
| 2 | 94,75 |
| 3 | 97,28 |
| 4 | 95,44 |
| 5 | 94,94 |
| 6 | 95,44 |
| 7 | 93,79 |
| *Mean* | 95,66 |
| *CV Horwitz* | 1,01 |
| % RSD | 1,53 |
| %Akurasi | 127,55 |

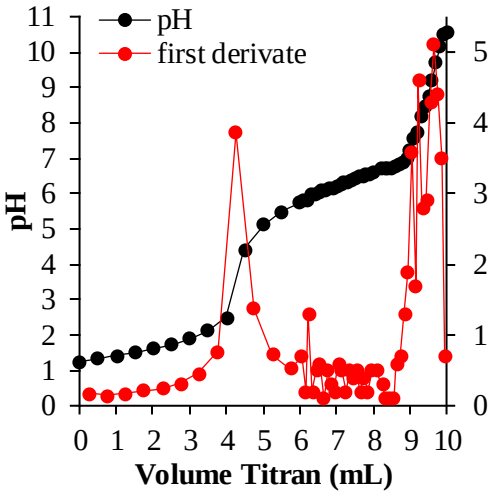
Indikator *conway* menggunakan campuran indikator merah metal yang memiliki kisaran pH 4,2 - 6,2 dan indikator hijau bromkrosol memiliki kisaran pH 3,8 - 5,4, dan termasuk indikator yang baik dalam penentuan derajat deasetilasi (Jiang dkk., 2017). Derajat deasetilasi yang ditentukan secara titrasi asam basa menggunakan indikator *conway* menunjukkan persentase yang tinggi karena lebih dari 70 %. % RSD yang didapat sebesar 1,53 % menunjukkan ketelitian yang baik karena tidak lebih dari 2%, namun nilai akurasi pada pengukuran dearajat deasetilasi secara titrasi menggunakan indikator *conway* sebesar 127,55%, nilai tersebut sangat besar karena tidak masuk rentang nilai akurasi 80-120%. Gabungan kedua indikator harusnya memberikan akurasi dan presisi yang baik. Ketidaksesuaian ini dapat disebabkan oleh kondisi standar kitosan yang memiliki kadar air yang relatif tinggi dan kemungkinan keterbatasan kelarutan kitosan pada pH rendah. Selama natrium hidroksida ditambahkan sebagai titran, pengamatan titik akhir titrasi harus dilakukan dengan cepat sebelum kitosan diendapkan. Pengamatan titik akhir titrasi asam basa dilakukan secara potensiometri pula.



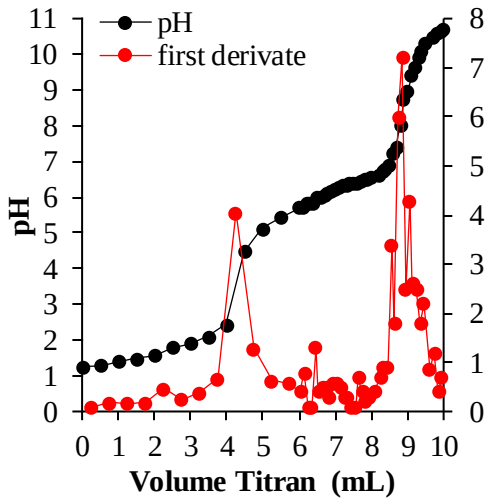

**Gambar 4. 2Kurva Titrasi Penentuan Derajat Deasetilasi Secara Potensiometri**


pH
first derivate
pH
Volume Titran (mL)

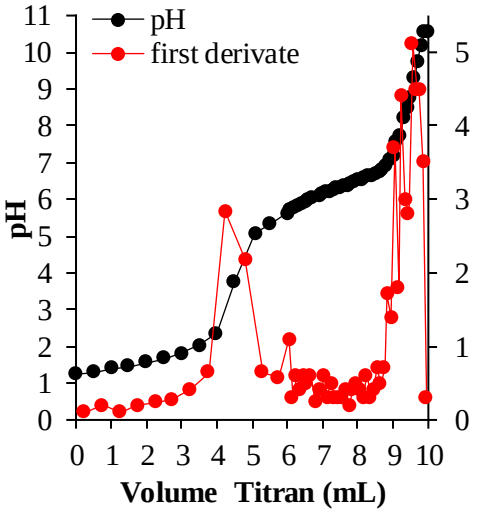
(1)


pH
first derivate
pH
Volume Titran (mL)

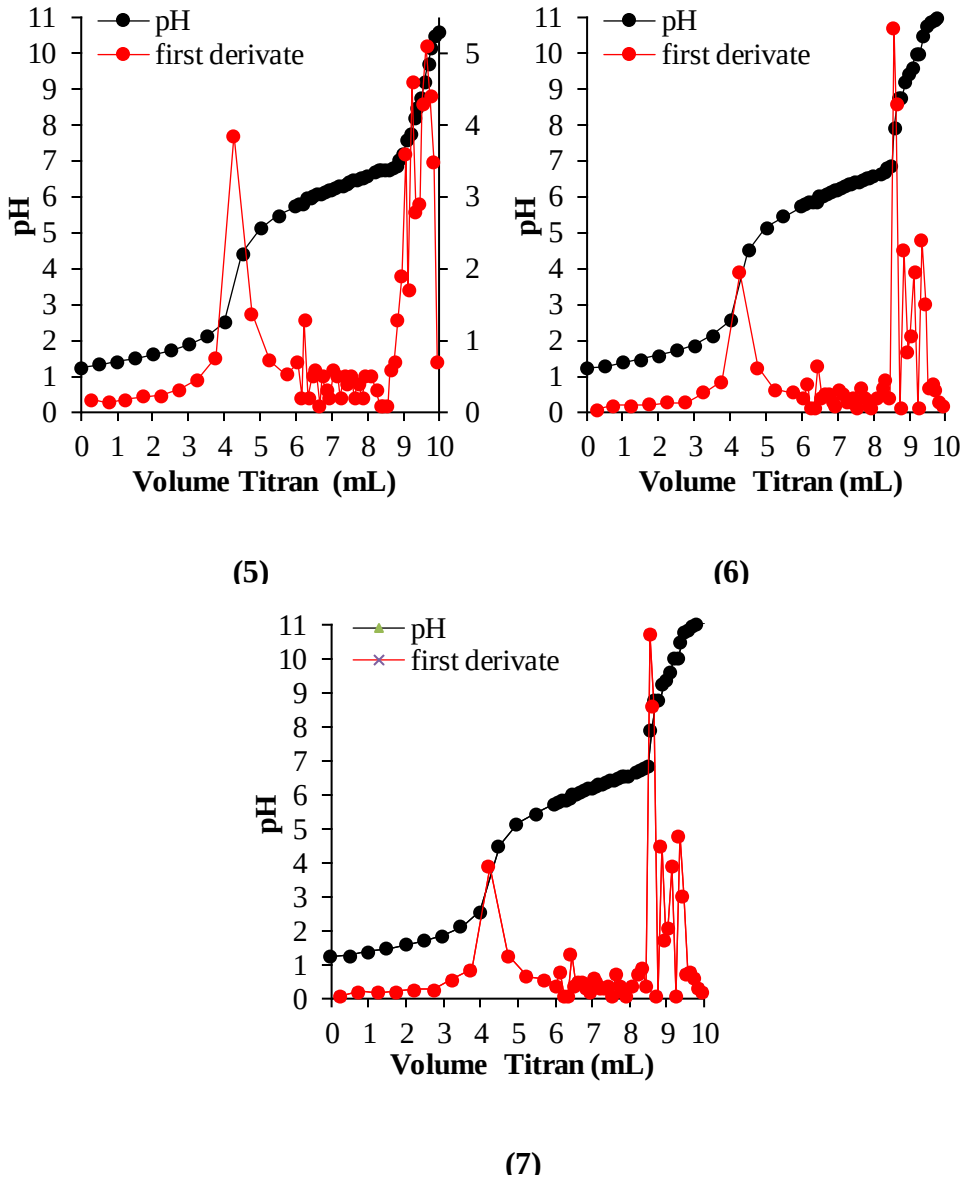
(2)


pH
first derivate
pH
Volume Titran (mL)

(3)


pH
first derivate
pH
Volume Titran (mL)

(4)




**Gambar 4. 3 Kurva Titrasi Penentuan Derajat Deasetilasi Secara Potensiometri Replikasi 1-7**

Gambar 4.3 menunjukkan kurva titrasi pada penentuan DAA dengan 7 replikasi. Kurva memiliki dua titik belok. Perbedaan volume kedua titik ini sesuai dengan asam yang bereaksi dengan kelompok amina dan memungkinkan untuk menghitung DDA (Biskup dkk., 2012). Titrasi didasarkan pada netralisasi berlebihan dari gugus amina dengan asam klorida dan asam klorida residual dititrasi dengan natrium hidroksida. Metode ini menggunakan reagen yang murahdan peralatan yang mudah diakses, tetapi membutuhkan waktu yang relatif

lama untuk persiapan dan titrasi (Biskup dkk., 2012). Titik akhir titrasi ditentukan dari kurva derivasi pertama yang disajikan pada Gambar 4.3.2**.**Berdasarkan Gambar 4.3.2 terdapat dua infleksi dan titik akhir titrasi ditentukan oleh perbedaan antara dua infeksi yang kemudiandigunakan untuk menentukan DDA. Hasil penentuan derajat deasetilasi kitosan secara titrasi asam basa potensiometri ditunjukkan pada Tabel 4.7.

**Tabel 4. 7 Derajat Deasetilasi Secara Potensiometri**

| Replikasi | Derajat Deasetilasi (%) |
|---|---|
| 1 | 80.43 |
| 2 | 80.43 |
| 3 | 76.28 |
| 4 | 80.43 |
| 5 | 80.43 |
| 6 | 73.47 |
| 7 | 73.47 |
| *Mean* | 77.85 |
| % RSD | 2.10 |
| *CV Horwitz* | 1,04 |
| %Akurasi | 103.80 |

Derajat deasetilasi yang ditentukan secara titrasi asam basa secara potensiometrimenunjukkan persentase yang tinggi karena lebih dari 70 %. % RSD yang didapat sebesar 2,10% menunjukkan ketelitian yang kurang baik karena lebih dari 2%, namun memiliki nilai akurasi yang baik sebesar 103,80%.

**4.4 Uji Banding Metode**

Penentuan derajat deasetilasi kitosan secara volumetri dengan indikator *fenolftalein*, indikator *metil orange*, indikator *conway* dan titrasi potensiometri.

Pengujian hipotesis dilakukan oleh $H_0$ : tidak ada perbedaan nilai derajat deasetilasi dengan *fenolftalein, metil oranye, conway*, dan titrasi potensiometri dan $H_a$ : ada perbedaan nilai derajat deasetilasi*dengan fenolftalein, metil orange, conway*, dan titrasi potensiometri.

**Tabel 4. 8 Hasil Uji *ANOVA* Metode Volumetri**

| ***Source of Variation*** | **SS** | **df** | **MS** | **F** | ***P-value*** | ***F crit*** |
|---|---|---|---|---|---|---|
| *Between Groups* | 13935,59 | 3 | 4645,198 | 4278,364 | $7{,}19\times 10^{-33}$ | 3,008787 |
| *Within Groups* | 26,0578 | 24 | 1,085742 | | | |
| Total | 13961,65 | 27 | | | | |

Tabel 4.8 menunjukkan bahwa hasil uji ANOVA dengan interval kepercayaan 95% memberikan hasil uji F (4278.364)> nilai F (3,0087), nilai *p-value* $<$ 0,05. Hasil uji statistik menunjukkan bahwa penentuan DDA dengan keempat indikator memberikan perbedaan nilai derajat deasetilasi yang signifikan.Titrasi dengan *fenolftalein, metil orange, conway* (metil merah dan bromokresol hijau) memiliki akurasi yang tidak berada pada kisaran 80 - 120%. Penentuan DDA menggunakan volumetrik direkomendasikan menggunakan titrasi potensiometri. Titrasi dengan indikator *fenolftalein, metil orange*, metil merah-hijau bromokresol memiliki keterbatasan dalam mengamati titik akhir. Kitosan memiliki kelarutan terbatas pada pH rendah dan pengamatan titik akhir titrasi harus dilakukan dengan cepat sebelum kitosan diendapkan. Titrasi potensiometri memiliki presisi yang baik dan akurasi yang baik untuk penentuan DDA menggunakan peralatan sederhana, tersedia, murah, presisi baik, akurat, dan dapat diandalkan untuk analisis rutin.

Penentuan derajat deasetilasi kitosan menggunakan instrumen spektroskopi infra merah ditentukan menggunakan metode *baseline* dengan persamaan 3-6. Pengujian hipotesis dilakukan oleh $H_0$ : tidak ada perbedaan nilai derajat deasetilasi dengan persamaan 3-6 dan $H_a$ : ada perbedaan nilai derajat deasetilasidengan persamaan 3-6.

**Tabel 4. 9 Hasil Uji *ANOVA* Metode Spektroskopi Infra Merah**

| *Source of Variation* | *SS* | *Df* | *MS* | *F* | *P-value* | *F crit* |
|---|---|---|---|---|---|---|
| *Between Groups* | 115,7895 | 4 | 28,94738 | 6,276072 | 0,000857 | 2,689628 |
| *Within Groups* | 138,3702 | 30 | 4,61234 | | | |
| *Total* | 254,1597 | 34 | | | | |

Tabel 4.4.1 menunjukkan bahwa hasil uji faktor tunggal ANOVA dengan interval kepercayaan 95% memberikan hasil uji F (6,276072)> nilai F (2,689628), nilai *p-value*0,000857< 0,05. Hasil uji statistik menunjukkan bahwa penentuan DDA dengan keempat persamaan memberikan perbedaan nilai derajat deasetilasi yang signifikan.Berdasarkan penelitian, spektrometri inframerah dengan persamaan 3-6 direkomendasikan sebagai metode untuk estimasi kasar derajat deasetilasi untuk kitosan dan turunannya. Nilai derajat deasetilasi dari persamaan 3 dan 4 dengan penyerapan pada 3450 dan 1655 $cm^{-1}$ dan persamaan 6 dengan absorpsi pada 1320 dan 1420 $cm^{-1}$ tidak berbeda secara signifikan tetapi penentuan derajat deasetilasi dengan persamaan 5 dengan penyerapan pada 2870 $cm^{-1}$ perbedaan yang signifikan. Perhitungan nilai derajat deasetilasi dengan presisi yang baik dan akurasi yang baik dihitung menggunakan persamaan. 6 . Metode ini memungkinkan standar kitosan kering dan perhitungan derajat deasetilasi membutuhkan kehati-hatian dalam menentukan *baseline* untuk mendapatkan presisi dan akurasi yang baik.

# BAB V

# KESIMPULAN DAN SARAN

## 4.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian uji perbandingan metode penentuan derajat deasetilasi kitosan menggunakan spektroskopi infra merah dan volumetri yang dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

1. Hasil derajat deasetilasi kitosan rata-rata dan ketidakpastian menggunakan spektroskopi infra merah persamaan 3-6 berturut-turut 66,38%; 78,02%; 67,89%; 69,13%, hal tersebut menunjukkan mutu kitosan yang kurang baik karena kurang dari 70%.
2. Penentuan derajat deasetilasi metode titrasi pada indikator PP, MO, *conway* dan potensiometri secara berturut-turut didapatkan kadar 43,81%; 99,59%; 95,66%; 77,85%.
3. Berdasarkan penelitian, spektrometri inframerah dengan persamaan 3-6 direkomendasikan sebagai metode untuk estimasi kasar derajat deasetilasi untuk kitosan dan turunannya. Nilai derajat deasetilasi dari persamaan 3 dan 4 dengan penyerapan pada 3450 dan 1655 $cm^{-1}$ dan persamaan 6 dengan absorpsi pada 1320 dan 1420 $cm^{-1}$ tidak berbeda secara signifikan tetapi penentuan derajat deasetilasi dengan persamaan 5 dengan penyerapan pada 2870 $cm^{-1}$ perbedaan yang signifikan. Perhitungan nilai DDA dengan presisi yang baik dan akurasi yang baik dihitung menggunakan persamaan 6. Titrasi potensiometri memiliki presisi dan akurasi yang baik, menggunakan peralatan sederhana, mudah didapat, murah dan dapat diandalkan untuk metode analisis rutin.

## 4.2 Saran

Saran yang bisa dilakukan utukmelanjtkan atau mengemvbangkan penelitian ini sebagai berikut:

1. Analis melakukan kalibrasi untuk setiap instrumen yang digunakan, terutama FT-IR agar hasil analisis yang didapat akurat serta presisi.

Kalibrasi juga dilakukan untuk alat ukur penting seperti buret, labu ukur dan neraca.

2. Kondisi lingkugan penelitian disesuaikan dan dijaga selama penelitian berlangsung.
3. Dilakukan validasi metode untuk menguji kesesuaian metode yang akan digunakan.

## DAFTAR PUSTAKA


Bahri, S., Rahim, E. A., Syarifuddin, S. 2015. Derajat Deasetilasi Kitosan dari Cangkang Kerang Darah dengan Penambahan NaOH Secara Bertahap. *Jurnal Riset Kimia*, 1(1).

Balley, J.E., and Ollis, D.F. 1977. *Biochemical Engineering Fundamental*.Tokyo: Mc. Graw Hill Kogakusha, ltd.

Biskup, R.C., Jarosinska, D., Rokita, B., Ulanski, P., Rosiak, J.M.2012. Progress on Chemistry and Application of Chitin and Derivates,**17**, 5-20.

Chang, Raymond. 2004. *Kimia Dasar: Konsep-konsep Inti. Ed. ke-3*. Jakarta: Erlangga.

Dompeipen, Edward J. 2017. Isolasi Identifikasi Kitin dan Kitosan dari Kuliy Udang Windu (Penaeus Monodon) Dengan Spektrosokopi Infra Merah. *Majalah Biam*, 13(01), 31-41.

Gyliene, O., Inga R., Rima, T., Ona, N.2003. Chemical Composition and Sorption Properties of Chitosan Produced from Fly Larva Shells. *Chemija (Vilnius)*, 14(3), 121-127.

Hadwiger, Lee A. 2013. Multiple effects of chitosan on plant systems: Solid science or hype. *Plant science.* 208, 42–9.

Hartati, F. K., Susanto, T., Rakhmadiono, S., Adi, L. 2002. Faktor-Faktor Yang Berpengaruh Terhadap Tahap Deproteinasi Menggunakan Enzim Protease Dalam Pembuatan Kitin Dari Cangkang Rajungan (*Portunus Pelagicus*). *Biosain*,2(1).

Jiang, Y., Fu, C., Wu, S., Liu, G., Guo, J., Su, Z. 2017. Determination of The Deacetylation Degree of Chitooligosaccharides. *Mar. Drugs*, 15,332.

Kaban J. 2009. *Modifikasi Kimia dari Kitosan dan Aplikasi Produk yang Dihasilkan*. Medan: Kimia FMIPA USU.

Khan, T. A., Peh, K. K., dan Chang, H. S. 2002. Reporting Degree of Deacetylation Valueof Chitosan; the Influence of Analytical Methods. *J Pharm Sci*, 5(3), 205-212.

Kumar, M. N. 2000. A Review of Chitin and Chitosan Applications, Reactive and Functional Polymers. Vol 46, Hal 1-27.

Kurniasih, M., Kartika, D. 2011. Sintesis dan karakterisasi fisika-kimia kitosan. *Jurnal Inovasi*. 5 (1), 42-48.

Kusumawati, N. 2009. Pemanfatan Limbah Kulit Udang sebagai Bahan Baku Pembuatan Membran Ultrafiltrasi. *Inotek*, 13 (2), 113-120.

Linden, James C., Stoner, Richard J., Knutson, Kenneth W., Gardner-Hughes, Cecilie A. 2000. Organic disease control elicitors. *Agro food industry hi-tec*,11 (5), 32–4.

Manjang, Y. 1993. Analisa ekstrak berbagai jenis kulit udang terhadap mutu khitosan. *J Andalas*, 12(5), 138-145.

Marganof. 2003. *Potensi Limbah Udang sebagai Penyerap Logam Berat (Timbal, Kadmium dan Tembaga) di Perairan*. Bandung: Program Pasca Sarjana Institut Teknologi.

Mastuti, W. 2005. Pengaruh Konsentrasi NaOH dan Suhu pada Proses Deasetilasi Khitin dari Kulit Udang.*Jurnal Teknik Kimia*, 4(1), 21-25.

Muzzarelli RAA, Rochetti R, Stanic V, Weckx M. 1997. Methods for the determination of the degree of acetylation of chitin and chitosan. *Chitin Handbook*.

Nuraida. 2004. Berbagai Ragam Pemanfaatan Polimer. Medan: Jurusan Kimia F-MIPA Universitas Sumatera Utara.

Onsoyen, E. Dan Skaugrud, O. 1990. Metal Recovery Using Chitosan. *J. Chem. Technol,* Vol 49.

Prasetyo, A. 2004. Pengaruh penambahan asam monokhloroasetat dan suhu pada pembentukan karboksimetil kitosan yang dihasilkan dari kitin yang berasal dari cangkang rajungan (*Portunus pelagicus)*. Skripsi. Fakultas Farmasi, Universitas Pancasila. Jakarta. 81 p

Purwaningsih, S. 2000. *Teknologi Pembekuan Udang*. Jakarta: Penebar Swadaya.

Rifai, D. N. R. 2007. *Karakterisasi Kitin, Kitosan dari Cangkang Hewan Mimi (Horseshoe crab) Menggunakan Spektrofotometri Inframerah*. Skripsi. Fakultas Sains dan Teknologi. Universitas Islam Negeri Malang. Malang. 4 Hal.

Sembiring, WB. 2011. *Penggunaan kitosan sebagai pembentuk gel danedible coating serta pengaruh penyimpanan suhu ruang terhadapmutu dan daya awet empek-empek.* Skripsi. Fakultas EkologiManusia. Institut Pertanian Bogor.

Sugita, P.,Sjahriza, A., Wukirsari, T., dan Wayono, D. 2009. *Kitosan Sumber Biomaterial Masa Depan*. Bogor : IPB Press.

Sularsih. 2012. Degrees of Chitosan Deacetylation From White Shrimp Shell Waste as Dental Biomaterials. *Dent. J*, Vol. 45, 17-21.

Swastawati, Fronte, dkk. Pemanfaatan Limbah Kulit Udang menjadi Edible Coating untuk Mengurangi Pencemaran Lingkungan. http://puslit2.petra.ac.id/ejournal/index.php/article/download/17554/17469/, diaksespada 1 Juni 2020.

Teguh, Devi Oktaviana. 2003. *Pembuatan dan Analisis Film Bioplastik dari Kitosan Hasil IradiasiKitin yang Berasal dari Kulit Kepiting Bakau*. Jakarta: Universitas Pancasila.

Yulina IK. 2011. Aktivitas Antibakteri Kitosan Berdasarkan Perbedaan Derajat Deasetilasi dan Bobot Molekul. Bogor: Institut Pertanian Bogor.

Zhang, A. J., Qin, Q. L., Zhang, H., Wang, H. T., Li, X.., Miao, L., Wu, Y. J. 2011. Preparation and Characteritation of Food Grade Chitosan from Housefly Larvae. *Czech J. Food Sci.*, 29, 616-623.

# LAMPIRAN

## Lampiran 1 Perhitungan Pengujian Kadar Air dan Abu

**Kadar air**

| W0 (gram) | W1 (gram) | W2 (gram) | W1-W2 | W1-W0 | % Air |
|---|---|---|---|---|---|
| 61,3513 | 61,4515 | 61,45 | 0,0015 | 0,1002 | 1,50 |

W0 = massa cawan kosong

W1 = massa cawan + sampel

W2 = massa cawan + sampel setelah dioven

$$\text{Kadar air} = \frac{W1-W2}{W1-W0} \times 100\%$$

$$= \frac{61{,}4515 \text{ gram} - 61{,}4500 \text{ gram}}{61{,}4515 \text{ gram} - 61{,}3513 \text{ gram}} \times 100\%$$

$$= 1{,}50\ \%$$

**Kadar abu**

| W0 (gram) | W1 (gram) | W2 (gram) | W2-W0 | W1-W0 | % Abu |
|---|---|---|---|---|---|
| 20,9135 | 21,0137 | 20,9159 | 0,0024 | 0,1002 | 2,40 |

W0 = massa cawan kosong

W1 = massa cawan + sampel

W2 = massa cawan + sampel setelah ditanur

$$\text{Kadar air} = \frac{W2-W0}{W1-W0} \times 100\%$$

$$= \frac{20{,}9159 \text{ gram} - 20{,}9135 \text{ gram}}{21{,}0137 \text{ gram} - 20{,}9135 \text{ gram}} \times 100\%$$

$$= 2{,}40\ \%$$

## Lampiran 2Perhitungan Pengujian Derajat Deasetilasi Secara Titrasi

**Standardisasi HCl 0,1 M**

| m asam oksalat (g) | volume NaOH (L) | mol NaOH | M NaOH | BM asam oksalat (gram/mol) |
|---|---|---|---|---|
| 0,1262 | 0,02055 | 0,0020 | 0,0970 | 126 |
| 0,1262 | 0,02075 | | | |
| **m rata rata** | **v rata-rata** | | | |
| 0,1262 | 0,02065 | | | |

$2NaOH + H_2C_2O_4 = Na_2C_2O_4 + 2H_2O$

$$M\ NaOH = \frac{2 \times \frac{m\ oksalat}{BM\ oksalat}}{volume\ titrasi}$$

$$= \frac{2 \times \frac{0{,}1262\ gram}{126\ gram/mol}}{0{,}02065\ L}$$

$= 0{,}0970$ mol/L

**Satndardisasi NaOH 0,1 M**

| Volume HCl (mL) | volume NaOH (mL) | mol HCl | M HCl | M NaOH standar |
|---|---|---|---|---|
| 25 | 22,6 | 2,4252 | 0,1075 | 0,0970 |
| 25 | 22,5 | | | |
| **m rata rata** | **v rata-rata** | | | |
| 25 | 22,55 | | | |

mol HCl = mol NaOH

$$M\ HCl = \frac{M\ NaOH \times Volume\ NaOH}{Volume\ HCl}$$

$$= \frac{0{,}0970 \frac{mmol}{mL} \times 22{,}55 mL}{25\ mL}$$

$= 0{,}1075$ mmol/mL

$= 0{,}1075$ mol/L

**Derajat deasetilasi menggunakan indikator PP**

| C1 (M) | V1 (mL) | C2 (M) | V2 (mL) | m kitosan (g) | % DD |
|---|---|---|---|---|---|
| 0,1075 | 10 | 0,0970 | 8,25 | 0,1002 | 44,20 |
| 0,1075 | 10 | 0,0970 | 8,3 | 0,1003 | 43,38 |
| 0,1075 | 10 | 0,0970 | 8,25 | 0,1003 | 44,16 |
| 0,1075 | 10 | 0,0970 | 8,25 | 0,1004 | 44,11 |
| 0,1075 | 10 | 0,0970 | 8,3 | 0,1006 | 43,25 |
| 0,1075 | 10 | 0,0970 | 8,2 | 0,1002 | 44,98 |
| 0,1075 | 10 | 0,0970 | 8,35 | 0,1004 | 42,56 |

$$\%DD = \frac{(C1 \times V1) - (C2 \times V2)}{m\ sampel \times 0{,}0994} \times 0{,}016 \times 100\ \%$$

C1 = Konsentrasi HCl (M)

C2 = Konsentrasi NaOH (M)

V1 = Volume HCl (mL)

V2 = Volume NaOH (mL)

**Sampel 1**

$$\%DD = \frac{\left(0{,}1075\frac{mol}{L}\times 10\ mL\right)-(0{,}0970\frac{mol}{L}\times 8{,}25\ mL)}{0{,}1002\ gram\times 0{,}0994}\times 0{,}016\times 100\ \%$$

$$= 44{,}20\ \%$$

**Sampel 2**

$$\%DD = \frac{\left(0{,}1075\frac{mol}{L}\times 10\ mL\right)-(0{,}0970\frac{mol}{L}\times 8{,}30\ mL)}{0{,}1003\ gram\times 0{,}0994}\times 0{,}016\times 100\ \%$$

$$= 43{,}38\ \%$$

**Sampel 3**

$$\%DD = \frac{\left(0{,}1075\frac{mol}{L}\times 10\ mL\right)-(0{,}0970\frac{mol}{L}\times 8{,}25\ mL)}{0{,}1003\ gram\times 0{,}0994}\times 0{,}016\times 100\ \%$$

$$= 44{,}16\ \%$$

**Sampel 4**

$$\%DD = \frac{\left(0{,}1075\frac{mol}{L}\times 10\ mL\right)-(0{,}0970\frac{mol}{L}\times 8{,}25\ mL)}{0{,}1004\ gram\times 0{,}0994}\times 0{,}016\times 100\ \%$$

$$= 44{,}11\ \%$$

**Sampel 5**

$$\%DD = \frac{\left(0{,}1075\frac{mol}{L}\times 10\ mL\right)-(0{,}0970\frac{mol}{L}\times 8{,}30\ mL)}{0{,}1006\ gram\times 0{,}0994}\times 0{,}016\times 100\ \%$$

$$= 43{,}25\ \%$$

**Sampel 6**

$$\%DD = \frac{\left(0{,}1075\frac{mol}{L}\times 10\ mL\right)-(0{,}0970\frac{mol}{L}\times 8{,}20\ mL)}{0{,}1002\ gram\times 0{,}0994}\times 0{,}016\times 100\ \%$$

$$= 44{,}98\ \%$$

**Sampel 7**

$$\%DD = \frac{\left(0{,}1075\frac{mol}{L}\times 10\ mL\right)-(0{,}0970\frac{mol}{L}\times 8{,}35\ mL)}{0{,}1004\ gram\times 0{,}0994}\times 0{,}016\times 100\ \%$$

$$= 42{,}56\ \%$$

| % DD (x) | ẋ | x-ẋ | $(x-\dot{x})^2$ | $\Sigma (x-\dot{x})2$ |
|---|---|---|---|---|
| 44,20 | 43,81 | 0,3958 | 0,1567 | 3,8031 |
| 43,38 | 43,81 | -0,4267 | 0,1821 | 3,8031 |
| 44,16 | 43,81 | 0,3517 | 0,1237 | 3,8031 |
| 44,11 | 43,81 | 0,3077 | 0,0947 | 3,8031 |
| 43,25 | 43,81 | -0,5560 | 0,3092 | 3,8031 |
| 44,98 | 43,81 | 1,1750 | 1,3805 | 3,8031 |
| 42,56 | 43,81 | -1,2475 | 1,5563 | 3,8031 |

SD $= \sqrt{\frac{\Sigma (\mathbf{x}-\dot{x})\mathbf{2}}{n-1}}$

$= \sqrt{\frac{3,8031}{7-1}}$

= 0,7961

%RSD $= \frac{SD}{\dot{x}} \times 100\ \%$

$= \frac{0,7961}{\mathbf{43,81}} \times 100\ \%$

= 1,82 %

% *Accuracy* $= \frac{\dot{x}}{\mu} \times 100\ \%$

$= \frac{43,81\%}{75\%} \times 100\ \%$

= 58,41 %

**Derajat deasetilasi menggunakan indikator MO**

| C1 (M) | V1 (mL) | C2 (M) | V2 (mL) | m sampel (g) | %DD |
|---|---|---|---|---|---|
| 0,1075 | 10 | 0,0970 | 4,7 | 0,1003 | 99,42 |
| 0,1075 | 10 | 0,0970 | 4,75 | 0,1003 | 98,65 |
| 0,1075 | 10 | 0,0970 | 4,65 | 0,1004 | 100,10 |
| 0,1075 | 10 | 0,0970 | 4,65 | 0,1004 | 100,10 |
| 0,1075 | 10 | 0,0970 | 4,55 | 0,1004 | 101,66 |
| 0,1075 | 10 | 0,0970 | 4,8 | 0,1005 | 97,67 |
| 0,1075 | 10 | 0,0970 | 4,7 | 0,1002 | 99,52 |

**Replikasi 1**

%DD $= \frac{\left(0,1075 \frac{mol}{L} \times 10\ mL\right) - (0,0970 \frac{mol}{L} \times 4,70\ mL)}{0,1003\ gram \times 0,0994} \times 0,016 \times 100\ \%$

= 99,42 %

**Replikasi 2**

$$\%DD = \frac{\left(0{,}1075\frac{mol}{L}\times 10\ mL\right)-(0{,}0970\frac{mol}{L}\times 4{,}75\ mL)}{0{,}1003\ gram\times 0{,}0994}\times 0{,}016\times 100\ \%$$

= 98,65 %

**Replikasi 3**

$$\%DD = \frac{\left(0{,}1075\frac{mol}{L}\times 10\ mL\right)-(0{,}0970\frac{mol}{L}\times 4{,}65\ mL)}{0{,}1004\ gram\times 0{,}0994}\times 0{,}016\times 100\ \%$$

= 100,10 %

**Replikasi 4**

$$\%DD = \frac{\left(0{,}1075\frac{mol}{L}\times 10\ mL\right)-(0{,}0970\frac{mol}{L}\times 4{,}65\ mL)}{0{,}1004\ gram\times 0{,}0994}\times 0{,}016\times 100\ \%$$

= 100,10 %

**Replikasi 5**

$$\%DD = \frac{\left(0{,}1075\frac{mol}{L}\times 10\ mL\right)-(0{,}0970\frac{mol}{L}\times 4{,}55\ mL)}{0{,}1004\ gram\times 0{,}0994}\times 0{,}016\times 100\ \%$$

= 101,66 %

**Replikasi 6**

$$\%DD = \frac{\left(0{,}1075\frac{mol}{L}\times 10\ mL\right)-(0{,}0970\frac{mol}{L}\times 4{,}80\ mL)}{0{,}1005\ gram\times 0{,}0994}\times 0{,}016\times 100\ \%$$

= 97,67 %

**Replikasi 7**

$$\%DD = \frac{\left(0{,}1075\frac{mol}{L}\times 10\ mL\right)-(0{,}0970\frac{mol}{L}\times 4{,}70\ mL)}{0{,}1002\ gram\times 0{,}0994}\times 0{,}016\times 100\ \%$$

= 99,52 %

| $\dot{x}$ | x-$\dot{x}$ | (x-$\dot{x}$)2 | $\Sigma$ (x-$\dot{x}$)$^2$ |
|---|---|---|---|
| 99,5893 | -0,1658 | 0,0275 | 9,4024 |
| 99,5893 | -0,9442 | 0,8914 | 9,4024 |
| 99,5893 | 0,5128 | 0,2630 | 9,4024 |
| 99,5893 | 0,5128 | 0,2630 | 9,4024 |
| 99,5893 | 2,0681 | 4,2770 | 9,4024 |
| 99,5893 | -1,9173 | 3,6761 | 9,4024 |
| 99,5893 | -0,0665 | 0,0044 | 9,4024 |

$$SD = \sqrt{\frac{\Sigma\,(x-\dot{x})2}{n-1}}$$

$$= \sqrt{\frac{9{,}4024}{7-1}}$$

$= 1{,}5671$

$\%RSD = \frac{SD}{\dot{x}} \times 100\ \%$

$= \frac{1{,}5671}{99{,}5893} \times 100\ \%$

$= 1{,}26\ \%$

$\%\ Accuracy = \frac{\dot{x}}{\mu} \times 100\ \%$

$= \frac{99{,}5893\%}{75\%} \times 100\ \%$

$= 132{,}78\ \%$

**Derajat deasetilasi menggunakan indikator *conway***

| C1 (M) | V1 (mL) | C2 (M) | V2 (mL) | m sampel (g) | %DD |
|---|---|---|---|---|---|
| 0,1075 | 10 | 0,0970 | 4,80 | 0,1002 | 97,96 |
| 0,1075 | 10 | 0,0970 | 5,00 | 0,1003 | 94,75 |
| 0,1075 | 10 | 0,0970 | 4,85 | 0,1001 | 97,28 |
| 0,1075 | 10 | 0,0970 | 4,95 | 0,1004 | 95,44 |
| 0,1075 | 10 | 0,0970 | 5,00 | 0,1001 | 94,94 |
| 0,1075 | 10 | 0,0970 | 4,95 | 0,1004 | 95,44 |
| 0,1075 | 10 | 0,0970 | 5,05 | 0,1005 | 93,79 |

**Replikasi 1**

$\%DD = \frac{\left(0{,}1075\frac{mol}{L} \times 10\ mL\right) - (0{,}0970\frac{mol}{L} \times 4{,}80\ mL)}{0{,}1002\ gram \times 0{,}0994} \times 0{,}016 \times 100\ \%$

$= 97{,}96\ \%$

**Replikasi 2**

$DD = \frac{\left(0{,}1075\frac{mol}{L} \times 10\ mL\right) - (0{,}0970\frac{mol}{L} \times 5{,}00\ mL)}{0{,}1003\ gram \times 0{,}0994} \times 0{,}016 \times 100\ \%$

$= 98{,}65\ \%$

**Replikasi 3**

$\%DD = \frac{\left(0{,}1075\frac{mol}{L} \times 10\ mL\right) - (0{,}0970\frac{mol}{L} \times 4{,}85\ mL)}{0{,}1001\ gram \times 0{,}0994} \times 0{,}016 \times 100\ \%$

$= 97{,}28\ \%$

**Replikasi 4**

$\%DD = \frac{\left(0{,}1075\frac{mol}{L} \times 10\ mL\right) - (0{,}0970\frac{mol}{L} \times 4{,}95\ mL)}{0{,}1004\ gram \times 0{,}0994} \times 0{,}016 \times 100\ \%$

$= 95{,}44\ \%$

**Replikasi 5**

$$\%DD = \frac{\left(0{,}1075\frac{mol}{L}\times 10\ mL\right)-(0{,}0970\frac{mol}{L}\times 5{,}00\ mL)}{0{,}1001\ gram\times 0{,}0994}\times 0{,}016\times 100\ \%$$

$$= 94{,}94\ \%$$

**Replikasi 6**

$$\%DD = \frac{\left(0{,}1075\frac{mol}{L}\times 10\ mL\right)-(0{,}0970\frac{mol}{L}\times 4{,}95\ mL)}{0{,}1004\ gram\times 0{,}0994}\times 0{,}016\times 100\ \%$$

$$= 95{,}44\ \%$$

**Replikasi 7**

$$\%DD = \frac{\left(0{,}1075\frac{mol}{L}\times 10\ mL\right)-(0{,}0970\frac{mol}{L}\times 5{,}05\ mL)}{0{,}1005\ gram\times 0{,}0994}\times 0{,}016\times 100\ \%$$

$$= 93{,}79\ \%$$

| $\dot{x}$ | $x-\dot{x}$ | $(x-\dot{x})^2$ | $\Sigma (x-\dot{x})^2$ |
|---|---|---|---|
| 95,6576 | 2,3069 | 5,3216 | 12,8848 |
| 95,6576 | -0,9044 | 0,8179 | 12,8848 |
| 95,6576 | 1,6248 | 2,6399 | 12,8848 |
| 95,6576 | -0,2212 | 0,0489 | 12,8848 |
| 95,6576 | -0,7151 | 0,5114 | 12,8848 |
| 95,6576 | -0,2212 | 0,0489 | 12,8848 |
| 95,6576 | -1,8698 | 3,4962 | 12,8848 |

$$SD = \sqrt{\frac{\Sigma (x-\dot{x})2}{n-1}}$$

$$= \sqrt{\frac{12{,}8848}{7-1}}$$

$$= 1{,}4654$$

$$\%RSD = \frac{SD}{\dot{x}}\times 100\ \%$$

$$= \frac{1{,}4654}{99{,}6576}\times 100\ \%$$

$$= 1{,}53\ \%$$

$$\%\ Accuracy = \frac{\dot{x}}{\mu}\times 100\ \%$$

$$= \frac{95{,}6576\ \%}{75\%}\times 100\ \%$$

$$= 127{,}54\ \%$$

**Derajat deasetilasi secara potensiometri**

$$\mathbf{\%DD = \frac{203Q}{1+42Q}\times 100\%}$$

**Q** $= \frac{\mathbf{N \times \Delta V}}{\mathbf{m}}$

| N | DV | Q | 203Q | 1+42Q | DDA |
|---|---|---|---|---|---|
| 0,0970 | 4,9 | 0,0048 | 0,9649 | 1,1996 | 80,4341 |
| 0,0970 | 4,9 | 0,0048 | 0,9649 | 1,1996 | 80,4341 |
| 0,0970 | 4,6 | 0,0045 | 0,9058 | 1,1874 | 76,2869 |
| 0,0970 | 4,9 | 0,0048 | 0,9649 | 1,1996 | 80,4341 |
| 0,0970 | 4,9 | 0,0048 | 0,9649 | 1,1996 | 80,4341 |
| 0,0970 | 4,4 | 0,0043 | 0,8665 | 1,1793 | 73,4742 |
| 0,0970 | 4,4 | 0,0043 | 0,8665 | 1,1793 | 73,4742 |

**Lampiran 4 Perhitungan Pengujian Derajat Deasetilasi Menggunakan FT-IR**

**DDA (%)** $= \left(\mathbf{1} - \frac{\mathbf{A1655}}{\mathbf{A3450}} \times \mathbf{1,15}\right) \times \mathbf{100}\%$

| Nama | DF2 | DE | A 1655 | AC | AB | A 3450 | DD |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Sampel 1 | 48 | 42 | 0,058 | 50 | 33,5 | 0,1739 | 61,66 |
| Sampel 2 | 49,75 | 45 | 0,0436 | 51,5 | 37 | 0,1436 | 65,10 |
| Sampel 3 | 65,5 | 61,25 | 0,0291 | 65 | 51 | 0,1053 | 68,19 |
| Sampel 4 | 58,75 | 55 | 0,0286 | 60,5 | 46,5 | 0,1143 | 71,18 |
| Sampel 5 | 56,25 | 50 | 0,0512 | 61 | 40,5 | 0,1779 | 66,93 |
| Sampel 6 | 50,75 | 45,5 | 0,0474 | 54 | 35,75 | 0,1791 | 69,55 |
| Sampel 7 | 39 | 31,5 | 0,0928 | 43 | 22,5 | 0,2813 | 62,08 |

$\%RSD = \frac{SD}{\dot{x}} \times 100\ \%$

$= \frac{3,6320}{66,38} \times 100\ \%$

$= 5,47\ \%$

$\%\ Accuracy = \frac{\dot{x}}{\mu} \times 100\ \%$

$= \frac{66,38}{75} \times 100\ \%$

$= 88,51\ \%$

**DDA (%)** $= \left(\mathbf{1} - \frac{\mathbf{A1655}}{\mathbf{A3450}} \times \frac{\mathbf{1}}{\mathbf{1,33}}\right) \times \mathbf{100}\%$

| Nama | DF2 | DE | A 1655 | AC | AB | A 3450 | DD |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Sampel 1 | 48 | 42 | 0,058 | 50 | 33,5 | 0,1739 | 74,93 |

| | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Sampel 2 | 49,75 | 45 | 0,0436 | 51,5 | 37 | 0,1436 | 77,18 |
| Sampel 3 | 65,5 | 61,25 | 0,0291 | 65 | 51 | 0,1053 | 79,20 |
| Sampel 4 | 58,75 | 55 | 0,0286 | 60,5 | 46,5 | 0,1143 | 81,16 |
| Sampel 5 | 56,25 | 50 | 0,0512 | 61 | 40,5 | 0,1779 | 78,38 |
| Sampel 6 | 50,75 | 45,5 | 0,0474 | 54 | 35,75 | 0,1791 | 80,09 |
| Sampel 7 | 39 | 31,5 | 0,0928 | 43 | 22,5 | 0,2813 | 75,21 |

$\%RSD = \frac{SD}{\dot{x}} \times 100\ \%$

$= \frac{2,3747}{78,02} \times 100\ \%$

$= 3,04\ \%$

$\%\ Accuracy = \frac{\dot{x}}{\mu} \times 100\ \%$

$= \frac{78,02}{75} \times 100\ \%$

$= 104,03\ \%$

$\mathbf{DDA\ (\%)} = \left(\frac{\mathbf{A1655}}{\mathbf{A2870}} \times \frac{\mathbf{1}}{\mathbf{1,33}}\right) \times \mathbf{100}\%$

| Nama | DF2 | DE | A 1655 | GH | GJ | A 2870 | DD |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Sampel 1 | 48 | 42 | 0,058 | 47,5 | 41 | 0,0639 | 68,23 |
| Sampel 2 | 49,75 | 45 | 0,0436 | 50,5 | 45 | 0,0501 | 65,43 |
| Sampel 3 | 65,5 | 61,25 | 0,0291 | 63,5 | 59 | 0,0319 | 68,62 |
| Sampel 4 | 58,75 | 55 | 0,0286 | 58,5 | 54,5 | 0,0308 | 70,02 |
| Sampel 5 | 56,25 | 50 | 0,0512 | 56 | 49,5 | 0,0536 | 71,78 |
| Sampel 6 | 50,75 | 45,5 | 0,0474 | 50,5 | 44,5 | 0,0549 | 64,91 |
| Sampel 7 | 39 | 31,5 | 0,0928 | 39,5 | 31 | 0,1052 | 66,27 |

$\%RSD = \frac{SD}{\dot{x}} \times 100\ \%$

$= \frac{2,5111}{67,89} \times 100\ \%$

$= 3,70\ \%$

$\%\ Accuracy = \frac{\dot{x}}{\mu} \times 100\ \%$

$= \frac{67,89}{75} \times 100\ \%$

= 90,53 %

$$\mathbf{DDA\ (\%) = \left(1 - \frac{A1320}{A1420} \times 0,3192\right) \times 100\%}$$

| Nama | IK | IL | A1320 | MN | MO | A1420 | DD |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Sampel 1 | 48 | 45 | 0,028 | 46 | 43 | 0,0293 | 69,45 |
| Sampel 2 | 51 | 48,5 | 0,0218 | 48,5 | 46 | 0,023 | 69,68 |
| Sampel 3 | 66 | 63 | 0,0202 | 64 | 61 | 0,0209 | 69,07 |
| Sampel 4 | 60 | 57,5 | 0,0185 | 58 | 55,5 | 0,0191 | 69,17 |
| Sampel 5 | 56 | 52,75 | 0,026 | 52,5 | 49,5 | 0,0256 | 67,57 |
| Sampel 6 | 50,5 | 47,5 | 0,0266 | 48 | 45 | 0,028 | 69,71 |
| Sampel 7 | 37,5 | 34,5 | 0,0362 | 35 | 32,1 | 0,0376 | 69,23 |

$$\%RSD = \frac{SD}{\dot{x}} \times 100\ \%$$

$$= \frac{0,7313}{69,13} \times 100\ \%$$

$$= 1,06\ \%$$

$$\%\ Accuracy = \frac{\dot{x}}{\mu} \times 100\ \%$$

$$= \frac{69,13}{75} \times 100\ \%$$

$$= 92,17\ \%$$

## Lampiran 5 Label Kitosan Sigma Aldrich

### Properties

| | |
|---|---|
| Related Categories | Activity, Activity Other, Biochemicals and Reagents, Carbohydrate adjuvants, Carbohydrates, More... |
| Quality Level | 200 |
| biological source | shrimp shells |
| assay | ≥75% (deacetylated) |
| form | powder or flakes |
| solubility | acetic acid: water: 10 mg/mL, slightly hazy to hazy (with extensive sonication) |
| | $H_2O$: insoluble |
| | organic solvents: insoluble |
| | Show More (11) |

### Description

**Application**
Forms gels with multivalent anions. Gives clear solutions that dry to strong, clear films.

Shrimp shell derived chitosan, deacetylated chitin (poly β-1,4-D-glucosamine), may be used as a biocompatible, antibacterial and environmentally friendly polyelectrolyte biomaterial with a variety of applications including uses in water treatment, chromatography, additives for cosmetics, textile treatment for antimicrobial activity, novel fibers for textiles, photographic papers, biodegradable films, biomedical devices, and microcapsule implants for controlled release in drug delivery. It may be derivatized to further expand its uses.[2][1]

**Packaging**
10, 25, 100, 500 g in poly bottle

**Features and Benefits**
Biocompatible, antibacterial and environmentally friendly polyelectrolyte with a variety of applications including water treatment, chromatography, additives for cosmetics, textile treatment for antimicrobial activity, novel fibers for textiles, photographic papers, biodegradable films, biomedical devices, and microcapsule implants for controlled release in drug delivery.

**Quality**
May contain foreign matter.