



**PENGGUNAAN BERBAGAI TEKANAN DAN WAKTU HIDROLISIS PADA
PRODUKSI GLUKOSAMIN HIDROKLORIDA DARI KITOSAN CANGKANG
BEKICOT (*Achatina fulica*)**

**[UTILIZING VARIOUS OF PRESSURES AND HIDROLYSIS TIMES ON
GLUCOSAMINE HYDROCHLORIDE PRODUCTION FROM SNAIL SHELLS
(*Achatina fulica*) CHITOSAN]**

Noviana Linawati Dewi^{1*}, Syaiful Bahri¹, Jaya Hardi¹

¹⁾*Jurusan Kimia Fakultas MIPA, Universitas Tadulako*

Diterima 12 Oktober 2015 , Disetujui 24 Desember 2015

ABSTRACT

This study aims to determine the effect of pressure and time hydrolysis to produce glucosamine hydrochloride with the highest yield and the best quality of the chitosan of a snail shell. The study used a completely randomized design (CRD) factorial design consisting of 2 factors with 5 variations of hydrolysis time (40; 50; 60; 70 and 80) minutes and 2 variations of pressure (1 atm and 2 atm). Each treatment is done twice so obtained 20 experimental units. The highest glucosamine hydrochloride was obtained in hydrolysis time of 80 minutes and a pressure of 1 atm. Yield of 7,54%. Test of solubility in distilled water at 20°C was obtained of $3,79 \cdot 10^{-3}$ Mol/L, while the maximum absorption of the UV-Vis with the addition of reagent Schales is at a wavelength of 420 nm.

Keywords: *Snails, Chitosan, Glucosamine, Hydrolysis Time, Pressure*

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh tekanan dan waktu hidrolisis untuk menghasilkan glukosamin hidroklorida dengan rendemen tertinggi dan kualitas terbaik dari kitosan cangkang bekicot. Penelitian menggunakan rancangan acak lengkap (RAL) pola faktorial yang terdiri dari 2 faktor dengan 5 variasi waktu hidrolisis (40; 50; 60; 70 dan 80) menit dan 2 variasi tekanan (1 atm dan 2 atm). Setiap perlakuan dilakukan sebanyak dua kali sehingga diperoleh 20 unit percobaan. Glukosamin hidroklorida tertinggi diperoleh pada waktu hidrolisis 80 menit dan tekanan 1 atm, rendemennya 7,54%. Uji kelarutannya dalam aquadest suhu 20°C diperoleh sebesar $3,79 \cdot 10^{-3}$ Mol/L, sedangkan serapan maksimum terhadap sinar UV-Vis dengan penambahan reagen Schales adalah pada panjang gelombang 420 nm.

Kata Kunci: *Bekicot, Kitosan, Glukosamin, Waktu Hidrolisis, Tekanan*

^{*}) *Corresponding Author : noviana1@gmail.com*

LATAR BELAKANG

Bekicot (*Achatina fulica*) termasuk sebagai golongan hewan lunak (mollusca) atau kelas gastropoda. Daging bekicot sering dimanfaatkan masyarakat sebagai pakan ternak, seperti itik dan ayam. Namun demikian, sering pula dimanfaatkan sebagai sumber protein dalam makanan karena banyak mengandung asam amino esensial. Sementara untuk cangkangnya hanya dimanfaatkan sebagai hiasan seperti gantungan kunci dan bahkan lebih banyak terbuang begitu yang selanjutnya mencemari lingkungan (Prihatman, 2000).

Cangkang bekicot dilaporkan mengandung senyawa kitin dengan rendemen 27,13% (Setyawan dkk., 2013). Kandungan kitin tersebut dapat dimanfaatkan untuk menghasilkan turunan senyawa yang memiliki manfaat besar, salah satunya adalah penambahan senyawa basa pada kitin, akan mengakibatkan terjadinya proses deasetilasi dan selanjutnya menghasilkan kitosan. Dilain pihak kitosan dapat diubah menjadi oligomer ataupun monomernya yang selanjutnya memiliki manfaat yang lain pula.

Hidrolisis kitosan akan menyebabkan pemutusan pada ikatan glikosidik dengan bantuan asam dapat menghasilkan kitooligosakarida dan juga monomer glukosamin (GlcN) dalam jumlah yang beragam (Cabrera dan Cutsem, 2005). Glukosamin merupakan senyawa gula amino yang banyak dimanfaatkan

untuk kesehatan. Pada bentuk Glukosamin Sulfat dan Glukosamin HCl banyak dimanfaatkan untuk perawatan kesehatan tulang atau sendi yang biasa disebut osteoarthritis (Zhou *et al.*, 2005). Selain itu, glukosamin juga memiliki aktivitas antikanker (Chesnokov *et al.*, 2014) dan antimikroba (Malik *et al.*, 2013).

Salah satu penelitian yang berkaitan dengan sintesis glukosamin dilakukan oleh Wardani (2010) tentang sintesis dan karakterisasi glukosamin hidroklorida berbasis kitosan. Hasil sintesis yang diperoleh dengan menggunakan HCl 4 N pada suhu 90 °C selama 120 menit, yaitu berupa padatan putih dengan titik leleh 188–190 °C. Rendemen yang diperoleh sebesar 87,93% dan kemurnian sebesar 86,70%. Keberadaan glukosamin hidroklorida pada hasil sintesis didukung oleh hasil karakterisasi yang dilakukan dengan uji titik leleh, FTIR, TLC, SEM, dan XRD. Afridiana (2011) mensintesis glukosamin hidroklorida dengan tingkat kemurnian sebesar 45,64% dari kitin udang menggunakan HCl 37% pada suhu 90 °C selama 4 jam. Ernawati (2012) berhasil mensintesis glukosamin dengan menggunakan autoklaf pada tekanan 1 atm selama 1 jam dan menggunakan HCl 8%. Glukosamin yang dihasilkan memiliki kelarutan sempurna dalam air, berbentuk serbuk berwarna putih kekuningan, nilai LoD 0,92%, titik leleh 190-192 °C, dan rendemen 69,80%.

Penggunaan autoklaf pada hidrolisis kitosan menjadi glukosamin hidroklorida

menggabungkan faktor tekanan dan waktu. Tekanan berperan penting dalam pemotongan ikatan polimer menjadi unit-unit yang lebih kecil. Keuntungan menggunakan autoklaf yaitu waktu yang digunakan untuk proses produksi glukosamin menjadi lebih cepat dan biaya produksi lebih murah.

Merujuk pada penelitian Ernawati (2012), yang berhasil mensintesis glukosamin dari kitosan menggunakan autoklaf hanya membutuhkan waktu hidrolisis 1 jam, lebih cepat dari pada tanpa menggunakan tekanan membutuhkan waktu hidrolisis lebih lama yaitu 2 jam. Oleh karena itu, dilakukan penelitian tentang produksi glukosamin dari kitosan cangkang bekicot dengan variasi tekanan dan waktu hidrolisis.

BAHAN DAN METODE

Bahan dan Peralatan

Bahan dasar yang digunakan adalah cangkang bekicot yang diperoleh dari desa Boilan, Kabupaten Buol, Sulawesi Tengah, sedangkan bahan kimia lain yang diperlukan dalam proses ekstraksi dan analisis mencakup NaOH, HCl 1 M, HCl Peekat, NaOCl 0,315%, GlcN-HCl standar, HCl 8%, Isopropil Alkohol (teknis), kertas indikator pH, aquadest, Reagen Schales dan asam asetat 2%.

Peralatan yang digunakan terdiri dari: neraca analitik, oven, autoklaf Hirayama Hiclave HVE-50, spektrofotometer FTIR Bruker, spektrofotometer Uv-Vis Perkin Elmer

Lamda 25, Melting Point aparatus tipe SMP 10, *hot plate* stirer, 1 set alat refluks, 1 set alat penyaring vakum, ayakan 60 mesh, termometer, viskometer oswald, labu alas datar, magnetik stirer, spatula, lumpang dan alu, gegep, botol semprot dan alat-alat gelas yang umum digunakan dalam laboratorium kimia.

Prosedur Penelitian

Ekstraksi kitin

Ekstraksi kitin menggunakan modifikasi metode Salami (1998) dalam Kusumaningsih dkk., (2004). Tepung cangkang bekicot yang telah diayak pada ukuran 60 mesh, dideproteinasi sebanyak 75 g menggunakan 750 ml NaOH 3,5% pada rangkaian refluks suhu $\pm 65^{\circ}\text{C}$ selama 2 jam. 50 g tepung kering hasil deproteinasi direfluks bersama dengan 750 ml HCl 1 N pada suhu $\pm 40^{\circ}\text{C}$ selama 30 menit untuk menghilangkan mineral dalam tepung. 50 g tepung bekicot yang telah kering selanjutnya dihilangkan warnanya (depigmentasi) menggunakan 500 ml NaOCl 0,315% dalam alat refluks suhu $\pm 40^{\circ}\text{C}$ selama 1 jam. Serbuk yang diperoleh merupakan serbuk kitin yang digunakan pembuatan kitosan.

Produksi Kitosan

Pembuatan kitosan dilakukan melalui proses deasetilasi kitin (modifikasi metode Salami, 1998 dalam Kusumaningsih dkk., 2004). Kitin sebanyak 30 g ditambahkan NaOH 60% sebanyak 600 ml dan direfluks sambil diaduk menggunakan magnetik stirer pada suhu 110°C selama 1 jam.

Padatan yang diperoleh disaring, dan dinetralkan pHnya serta dikeringkan dalam oven. Kitosan yang terbentuk selanjutnya ditentukan Derajat Deasetilasi dengan FTIR, kadar abu dan berat molekulnya.

Sintesis Glukosamin Hidroklorida (Modifikasi Cara Ernawati 2012)

Sebanyak 2,5 g kitosan direndam dalam larutan HCl 8% (Kitosan:HCl = 1:9) dan di autoklaf selama (40, 50, 60, 70 dan 80) menit pada tekanan 1 atm dan 2 atm. Sampel yang telah di autoklaf dicuci dengan larutan isopropil alkohol hingga mencapai pH 5 dan dikeringkan. Serbuk yang diperoleh merupakan glukosamin hidroklorida, selanjutnya ditentukan rendemen dan karakteristiknya untuk mendapatkan glukosamin hidroklorida terbaik. Karakterisasi meliputi penentuan kelarutan, spektrum UV-Vis, titik leleh, LoD (*Loss On Drying*), dan spektrum FTIR.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Kitin hasil ekstraksi dari cangkang Bekicot

Proses ekstraksi kitin terdiri dari 3 tahap yaitu deproteinasi, demineralisasi dan depigmentasi. Pada proses deproteinasi dilakukan dengan cara menambahkan NaOH 3,5%, tujuannya yaitu untuk menghilangkan protein yang terkandung dalam cangkang bekicot, karena protein akan larut dalam NaOH. Proses demineralisasi, yang bertujuan untuk menghilangkan mineral yang terkandung dalam sampel dengan

penambahan HCl 1 M. Komponen mineral utama yang terdapat dalam cangkang bekicot adalah kalsium karbonat (CaCO_3) (Cardenas *et al.* 2004 dalam Afridiana, 2011).

Hasil demineralisasi menghasilkan serbuk yang berwarna kecoklatan. Warna kecoklatan menandakan masih terdapat pigmen yang perlu dihilangkan, sehingga perlu dilakukan proses depigmentasi dengan penambahan NaOCl 0,315% bertujuan untuk menghilangkan pigmen warna dan memberikan warna yang cerah pada kitin yang diperoleh yaitu dari kecoklatan menjadi putih kecoklatan. Serbuk kitin cangkang bekicot yang diperoleh berwarna putih kecoklatan dengan rendemen 33,24%. Hasil ini hampir sama dengan rendemen kitin cangkang bekicot yang diperoleh oleh Setyawan dkk. (2013), yaitu 27,13%.

Kitosan dari cangkang Bekicot

Produksi kitosan dilakukan melalui proses deasetilasi kitin yang bertujuan untuk mengubah gugus asetil ($-\text{NHCOCH}_3$) menjadi gugus amina ($-\text{NH}_2$) dengan penambahan larutan NaOH 60%. Kitosan yang diperoleh berupa serbuk putih kecoklatan dengan rendemen sebesar 34,66% dari kitin, sedangkan dari sampel awal cangkang bekicot sebesar 11,52%. Berdasarkan penelitian Kusumaningsih dkk. (2004) dari cangkang bekicot rendemen kitosan yang dihasilkan adalah 6,95% dan Puspitasari (2007) dari cangkang bekicot adalah 6,46%. Kitosan

yang diperoleh, dikarakterisasi kadar abu, berat molekul, dan derajat deasetilasinya.

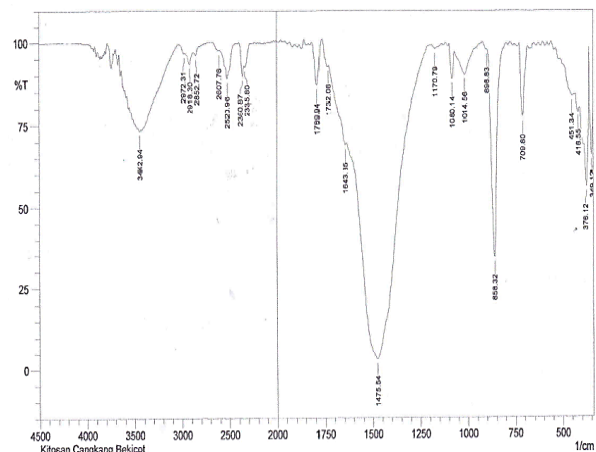
Kadar abu kitosan yang diperoleh pada penelitian ini yaitu 87,40%. Hasil ini lebih rendah daripada penelitian Puspitasari (2007), dari kitosan cangkang bekicot yaitu 95,00% dan lebih tinggi daripada penelitian Kusumaningsih (2004), dari kitosan cangkang bekicot yaitu 10,11%. Kadar abu yang diperoleh sangat tinggi dibandingkan dengan standar. Standar kadar abu kitosan niaga adalah $\leq 2\%$. Tingginya kadar abu pada kitosan diduga disebabkan karena pada proses demineralisasi kitin belum sempurna, sehingga kitosan yang diperoleh masih mengandung banyak mineral.

Derajat deasetilasi kitosan yang dihasilkan adalah 76,46%. Sementara penelitian Puspitasari (2007) adalah 58-75% dan Kusumaningsih (2004) adalah 74,78-77,99%. Hal ini telah sesuai dengan kitosan standar yaitu berkisar antara 60-100%. Namun belum memenuhi standar kualitas teknis, makanan dan farmasetis. Pujiastuti (2001) dalam Puspitasari (2007) menyebutkan standar kitosan kualitas teknis, makanan dan farmasetis berturut-turut sebesar 85%, 90% dan 95%. Semakin tinggi derajat deasetilasinya maka semakin banyak gugus amino pada rantai molekul kitosan sehingga kitosan akan semakin reaktif.

Berat molekul kitosan yang dihasilkan pada penelitian ini yaitu $5,85 \times 10^4$ g/mol. Hasil ini lebih rendah

dibandingkan penelitian El-Hefian, dkk (2009), yaitu $7,9 \times 10^5$ g/mol. Menurut (Cahyono, 2015) faktor-faktor yang mempengaruhi berat molekul adalah suhu dan panjang rantai polimer. Suhu yang tinggi akan menyebabkan rantai molekul pada kitosan akan terdepolimerisasi dan mengakibatkan terjadinya penurunan berat molekul. Karena suhu yang tinggi dapat menyebabkan degradasi pada kitosan. Sedangkan untuk panjang rantai polimer yaitu jika ukuran rantai polimernya menjadi kecil maka laju gerak translasinya menjadi cepat sehingga berat molekul menjadi rendah. Berat molekul kitosan bervariasi sesuai dengan sumber bahan mentah dan metode preparasinya.

Kitosan yang diperoleh dianalisis dengan spektrofotometer FTIR untuk menentukan gugus fungsi kitosan dan menentukan DD (Gambar 1).



Gambar 1. Hasil analisis FTIR kitosan

Pada gambar spektrum FTIR kitosan cangkang bekicot terlihat adanya pita serapan pada bilangan gelombang 3442.94 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi –OH ulur dan vibrasi NH_2 ulur yang

tumpang tindih. Pita serapan pada bilangan gelombang 2972.31-2852.72 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus fungsi CH_2 ulur, pita serapan pada bilangan gelombang 1643.35 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus fungsi $\text{C}=\text{O}$ amida, pita serapan pada bilangan gelombang 1170.79–898.83 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus fungsi $\text{C}-\text{O}-\text{C}$, dan pita serapan pada bilangan gelombang 858.32 cm^{-1} menunjukkan masih adanya mineral silika.

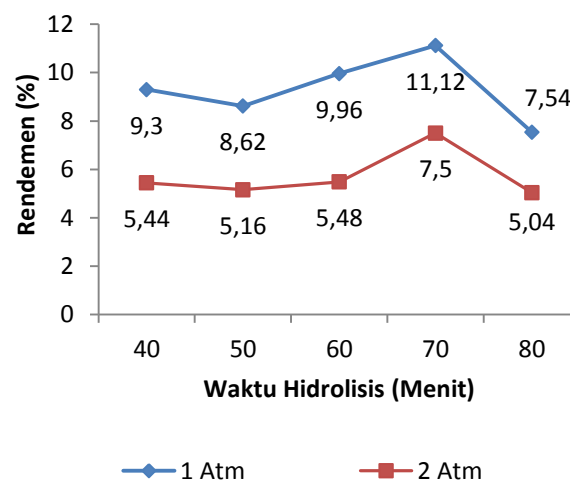
Glukosamin hidroklorida dari kitosan cangkang Bekicot

Proses pembuatan glukosamin hidroklorida pada penelitian ini merupakan modifikasi dari penelitian Ernawati (2012) yaitu menerapkan sistem hidrolisis bertekanan menggunakan autoklaf. Sehingga pada penelitian ini kitosan dihidrolisis dengan perlakuan tekanan 1 atm (120°C) dan 2 atm (132°C), dengan waktu hidrolisis (40, 50, 60, 70 dan 80) menit dengan menggunakan konsentrasi HCl 8%. Parameter spesifikasi glukosamin hidroklorida meliputi rendemen, kelarutan dan warna untuk mendapatkan hasil glukosamin terbaik, namun yang menjadi indikator utama untuk menentukan keberhasilan hidrolisis kitosan menjadi glukosamin hidroklorida adalah tingkat kelarutannya dalam air.

Rendemen glukosamin hidroklorida

Rendemen glukosamin hidroklorida tertinggi diperoleh pada waktu hidrolisis 70 menit baik pada 1 atm maupun 2 atm dan

merupakan waktu hidrolisis optimum (Gambar 2). Nilai rendemen glukosamin dipengaruhi oleh faktor suhu, konsentrasi asam, waktu pemanasan, dan tekanan yang diberikan (Ernawati, 2012).



Gambar 2. Grafik hubungan waktu hidrolisis terhadap rendemen glukosamin hidroklorida

Berdasarkan grafik di atas dapat dilihat bahwa waktu hidrolisis 70 menit merupakan waktu hidrolisis optimum. Sedangkan pada waktu hidrolisis 80 menit rendemen glukosamin hidroklorida yang dihasilkan menurun kembali. Hal ini menunjukkan adanya kerusakan senyawa kitosan bila dihidrolisis melebihi waktu optimumnya. Pengaruh tekanan terhadap rendemen glukosamin hidroklorida yaitu semakin tinggi tekanan yang digunakan menghasilkan rendemen glukosamin hidroklorida semakin kecil. Penurunan rendemen diduga terjadi karena pada tekanan tinggi tentunya diikuti dengan kenaikan suhu, sehingga terjadi kerusakan atau degradasi dan dapat membentuk senyawa furfural yang akhirnya akan

menurunkan rendemen glukosamin hidroklorida (Ernawati, 2012).

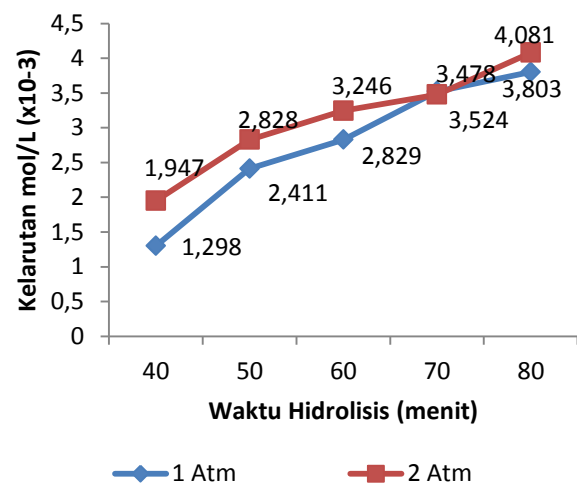
Adanya pengaruh interaksi waktu dan tekanan hidrolisis dibuktikan dengan analisis sidik ragam yang dilanjutkan dengan BNJ taraf 5% yang menghasilkan perbedaan tiap kombinasi. Dari hasil uji BNJ menunjukkan bahwa semua interaksi berbeda tidak nyata kecuali untuk waktu hidrolisis 70 menit pada tekanan 1 atm berbeda nyata dengan waktu hidrolisis (40, 50, 60 dan 80) menit pada tekanan 2 atm.

Pada penelitian ini rendemen yang dihasilkan sangat rendah apabila dibandingkan dengan penelitian Ernawati (2012) adalah 69,80% dan Cahyono (2015) adalah 65,33%. Hal ini terjadi karena kitosan yang digunakan masih mengandung mineral yang tinggi dibuktikan pada nilai kadar abu yang dihasilkan sangat tinggi (87,4%). Kadar abu yang tinggi disebabkan karena pada saat proses demineralisasi, mineral yang terdapat dalam sampel belum hilang sempurna, karena cangkang bekicot banyak mengandung mineral.

Kelarutan glukosamin hidroklorida

Kelarutan glukosamin yang terbaik ditunjukkan pada waktu 80 menit baik pada tekanan 1 atm maupun 2 atm. Uji kelarutan dilakukan menggunakan air bersuhu 20°C, semakin tinggi suhu pelarut yang digunakan maka kelarutan zat akan terjadi lebih cepat. Kelarutan cenderung berjalan lambat dalam pelarut bersuhu

rendah. Suatu zat yang larut dengan mudah pada pelarut bersuhu rendah mengindikasikan bahwa zat terlarut memiliki tingkat kelarutan yang baik (Ernawati, 2012). Fungsi tekanan pada autoklaf terhadap kelarutan tidak lagi memutus gugus asetil melainkan hanya memotong polimer kitosan menjadi unit yang lebih kecil sehingga ion Cl⁻ dari HCl lebih mudah berikatan dengan gugus amin kitosan membentuk NH₃Cl. Adanya gugus hidroksil O-H dan NH₃Cl pada unit karbon menyebabkan glukosamin hidroklorida bersifat larut dalam air (Ernawati, 2012).



Gambar 3. Grafik Hubungan Waktu Hidrolisis terhadap Kelarutan Glukosamin Hidroklorida

Berdasarkan Gambar 3, ditunjukkan bahwa semakin besar tekanan maka kelarutan glukosamin semakin tinggi. Begitu pula untuk suhu, semakin tinggi suhu maka kelarutan semakin tinggi (Cahyono, 2015). Sedangkan untuk waktu hidrolisis yaitu semakin lama waktu hidrolisis maka semakin tinggi kelarutannya.

Berdasarkan analisis sidik ragam dan dilanjutkan dengan uji BNJ taraf 5%, menunjukkan bahwa terjadi perbedaan yang nyata. Dari hasil uji pada tiap kombinasi menunjukkan bahwa untuk pengaruh utama waktu hidrolisis terhadap kelarutan, pada waktu hidrolisis (40, 50, 60 dan 70) menit berbeda nyata, namun untuk waktu hidrolisis 70 dan 80 menit berbeda tidak nyata. Sedangkan untuk interaksi waktu dan tekanan hidrolisis, waktu hidrolisis 40, 50, dan 60 menit baik pada tekanan 1 atm maupun 2 atm kelarutan glukosamin berbeda nyata. Sementara untuk waktu hidrolisis 60 menit pada tekanan 2 atm berbeda tidak nyata dengan waktu hidrolisis 70 menit baik pada tekanan 1 atm maupun 2 atm, tetapi berbeda nyata dengan waktu hidrolisis 80 menit. Namun demikian, waktu hidrolisis 70 menit pada 1 dan 2 atm berbeda tidak nyata dengan waktu hidrolisis 80 menit pada 1 atm, sedangkan waktu hidrolisis 80 menit pada 2 atm berbeda nyata dengan seluruh kombinasi lainnya, kecuali waktu hidrolisis 80 menit pada 1 atm. Berdasarkan hasil analisis tersebut, maka waktu hidrolisis 80 menit pada tekanan 1 dan 2 atm dapat diasumsikan sebagai perlakuan terbaik jika merujuk pada kelarutan glukosamin. Namun, apabila merujuk pada rendemen glukosamin, maka perlakuan waktu hidrolisis 80 menit pada tekanan 1 atm adalah perlakuan terbaik.

Spektrum Uv-Vis glukosamin hidroklorida

Glukosamin hasil degradasi kitin atau kitosan tidak dapat langsung dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis karena molekulnya tidak memiliki gugus kromofor. Untuk itu glukosamin direaksikan terlebih dahulu menggunakan Reagent Schales agar dapat menyerap sinar UV pada panjang gelombang yang lebih tinggi (Nasution, 2013). Pola spektrum warna glukosamin yang dihasilkan dari semua perlakuan sama, dengan panjang gelombang maksimum adalah 420 nm. Panjang gelombang maksimum glukosamin yang diperoleh sama dengan panjang gelombang maksimum glukosamin standar dan sintesis hasil dari penelitian Puspita (2007) dan Pratitis (2006) yaitu 420 nm.

Titik leleh glukosamin hidroklorida

Titik leleh glukosamin hidroklorida yang dihasilkan pada penelitian ini cukup baik dan telah sesuai dengan titik leleh glukosamin standar yaitu 185–189 °C dan hampir sama dengan hasil titik leleh Wardani, dkk (2010) yaitu 188-190°C dan Afridiana (2011) adalah 187-189°C dengan rentang titik leleh yang cukup kecil. Namun lebih kecil apabila dibandingkan dengan hasil hidrolisis Ernawati (2012), titik leleh yang dihasilkan adalah 190-193°C. Rentang titik leleh yang besar dapat menandakan bahwa glukosamin hasil sintesis yang diperoleh

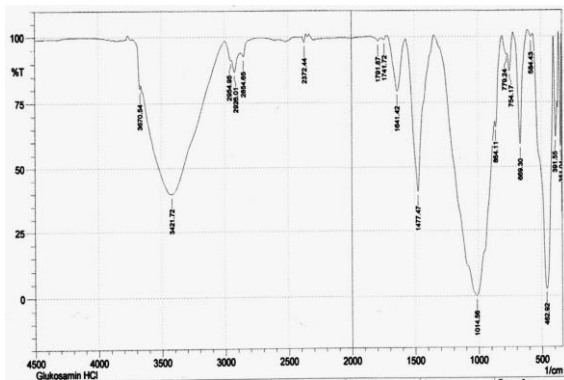
masih mengandung banyak oligomer (Wardani dkk., 2010).

Loss On Drying (LoD) glukosamin hidroklorida

Uji *loss on drying* (LoD) dilakukan untuk mengukur jumlah air dan bahan volatil yang terdapat pada sampel. Berdasarkan rata-rata hasil uji menunjukkan bahwa nilai pengurangan bobot glukosamin hidroklorida tidak lebih dari 1%, yaitu hanya mencapai 0,95%. Nilai LoD ini telah sesuai dengan standar yang disyaratkan oleh CARGIL, USP, dan EFSA, yaitu < 1%.

Spektrum FTIR glukosamin hidroklorida

Spektrum FTIR Glukosamin hidroklorida ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Hasil Analisis FTIR Glukosamin Hidroklorida

Berdasarkan Gambar spektrum FTIR glukosamin hidroklorida terlihat adanya pita serapan pada bilangan gelombang 3421,72 cm^{-1} . Pita ini merupakan pita serapan ulur O-H yang lebih dominan dengan garis lebar dibandingkan dengan ulur N-H. (Brugnerotto, 2001 dalam Wardani dkk.,

2010) menambahkan bahwa monomer GlcN HCl akan menunjukkan gugus O-H pada 3350 cm^{-1} sedangkan apabila berbentuk polimer, gugus O-H semakin mendekati 3450 cm^{-1} . Hal ini menunjukkan bahwa pada penelitian ini glukosamin hidroklorida yang dihasilkan masih mengandung banyak campuran oligomer. Sedangkan ikatan N-H ditandai dengan bilangan gelombang 1641,42 cm^{-1} yang merupakan gugus amida primer. Pada bentuk sampel padat, pita amida primer berada pada kisaran bilangan gelombang 1640-1620 cm^{-1} dan pita amida sekunder berada pada daerah bilangan 1550 cm^{-1} . Pita serapan ulur C-N pada penelitian ini tidak nampak pada spektrum, diduga terjadi tumpang tindih pada daerah serapan C-O-C glikosidik yang memiliki pita yang sangat lebar. Berdasarkan literatur bahwa pita serapan C-N ditunjukkan pada 1394 cm^{-1} (Mojarrad *et al.* 2007 dalam Wardani dkk., 2010). Sementara pada bilangan gelombang 1477,47 cm^{-1} merupakan pita serapan vibrasi tekuk C-O-H. Akan tetapi, pada daerah serapan tersebut juga terdapat vibrasi tekuk $-\text{CH}_3$. Pita serapan ulur CH_2 ditunjukkan pada 2854,65 cm^{-1} dan 2926,01 cm^{-1} sedangkan 669,30 cm^{-1} menunjukkan tekuk CH_2 . Pita pada 1014,56 cm^{-1} menunjukkan pita serapan ikatan glikosida.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa

glukosamin hidroklorida terbaik dihasilkan pada perlakuan waktu hidrolisis 80 menit pada tekanan 1 atm yaitu dengan rendemen 7,54% dan kelarutan $3,803 \cdot 10^{-3}$ mol/L.

DAFTAR PUSTAKA

- Afridiana, N. 2011. *Recovery Glukosamin Hidroklorida dari Cangkang Udang Melalui Hidrolisis Kimiawi Sebagai Bahan Sediaan Suplemen Osteoarthritis*. [Skripsi]. Bogor: Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan. Institut Pertanian Bogor.
- Cabrera, J. C dan Cutsem, P. V. 2005. Preparation of Chitooligosaccharides with Degree of Polymerization Higher than 6 by Acid or Enzymatic Degradation of Chitosan. *Biochem Eng J*. 25:165-172.
- Cahyono, E. 2015. *Produksi Glukosamin dengan Metode Hidrolisis Bertekanan sebagai Bahan Penunjang Kesehatan Sendi*. [Tesis]. Bogor: Sekolah Pascasarjana. Institut Pertanian Bogor.
- Chesnokov V, Gong B, Sun C, Itakura K. 2014. Anti-cancer activity of glucosamine through inhibition of N-linked glycosylation. *Cancer Cell International*. 14: 1-10.
- El-Hefian, E.A., Yahaya, A.H dan Misran, M. 2009. Characterisation of chitosan solubilised in aqueous formic and acetic acids. *Maejo Int. J. Sci. Technol*. 3(3): 415-425.
- Ernawati. 2012. *Pembuatan Glukosamin Hidroklorida (GlcNHCl) dengan Metode Autoklaf*. [Skripsi]. Bogor: Departemen Teknologi Hasil Perairan. Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan. Institut Pertanian Bogor.
- Malik S., Singh M., Mathur A. 2014. Antimicrobial Activity of Food Grade Glucosamine. *International Journal of Biotechnology and Bioengineering Research*. 4(4): 307-312.
- Nasution, A. K. 2013. *Pembuatan dan Karakteristik Glukosamin Hidroklorida dari Kitin Cangkang Belungkas (Tachypleus gigas)*. [Skripsi]. Medan: Departemen Kimia. FMIPA. Universitas Sumatera Utara.
- Kusumaningsih, T., Masykur, A., Arief, U. 2004. Pembuatan Kitosan dari Kitin Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*). *Biofarmasi*. 2 (2): 64-68.
- Pratitis, A. 2006. *Isolasi dan Karakterisasi Enzim Kitonase dari Bakteri Laut yang Berasosiasi dengan Spons*. [Skripsi]. Bogor: Progam Studi Teknologi Hasil Perikanan. Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan Institut Pertanian Bogor.
- Prihatman, K. 2000. *Budidaya Bekicot (Achatina spp.)*. Jakarta: TTG Budidaya Peternakan.
- Puspitasari, A. 2007. *Pembuatan dan Pemanfaatan Kitosan Sulfat dari Cangkang Bekicot (Achatina fulica) sebagai adsorben zat warna Remazol Yellow FG 6*. [Skripsi]. Surakarta: FMIPA Universitas Sebelas Maret.
- Puspita, E. 2007. *Studi Karakteristik Kitonase dari Isolat (Bacillus licheniformis) MB-2*. [Skripsi]. Bogor: Departemen Ilmu dan Teknologi Pangan. Fakultas Teknologi Pertanian Institut Pertanian Bogor.
- Setyawan FL., Darjito, Khunur MM. 2013. Pengaruh pH dan Lama Kontak pada Adsorpsi Ca^{2+} Menggunakan Adsorben Kitin Terfosforilasi dari Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*). *Kimia Student Journal*. 1(2): 201 – 207.

Wardani W K, Sugita P, Srijanto B. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Glukosamin Hidroklorida Berbasis Kitosan. Di dalam: Supena EDJ, Nugraheni EH, Hamim, Hasim, Indahwati, Dahlan K, editor. *Sains Sebagai Landasan Inovasi Teknologi dalam Pertanian dan Industri. Prosiding Seminar Nasional Sains III*; Bogor, 13 November 2010. Bogor: Fakultas MIPA Institut Pertanian Bogor. hlm 271 – 281.

Zhou JZ, Waszkuc T, Mohammed F. 2005. Determination of Glucosamine in Raw Materials and Dietary Supplements Containing Glucosamine Sulfate and/or Glucosamine Hydrochloride by High-Performance Liquid Chromatography with Fmoc-Su Derivatization: Collaborative Study. *Journal of AOAC International*. 88(4):1048-1058.