



Pemanfaatan Kitosan dari Cangkang Kepiting Bakau (*Scylla serrata*) dengan Metode *Microwave* sebagai Bahan Dasar Kapsul Obat

Mashuni Mashuni^{a*}, Muhammad Natsir^a, Wahyuni Mia Lestari^a, Fitri Handayani Hamid^a,
Muhammad Jahiding^b

^aJurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Halu Oleo, Kendari, Sulawesi Tenggara

^bJurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Halu Oleo, Kendari, Sulawesi Tenggara

*Corresponding author: mashuni2696@gmail.com

DOI: 10.20961/alchemy.17.1.42038.74-82

Received 12 August 2020, Accepted 25 January 2021, Published 08 March 2021

Kata kunci:

cangkang kepiting bakau;
microwave;
kapsul obat.

ABSTRAK. Cangkang kepiting bakau (*Scylla serrata*) mengandung senyawa kitin yang dapat ditransformasi menjadi kitosan sebagai bahan pembuatan kapsul obat. Proses transformasi ini masih perlu untuk dikembangkan lanjut. Penelitian ini bertujuan untuk menghasilkan kapsul obat berbahan dasar cangkang kepiting bakau dengan metode *microwave*. Metode isolasi kitin dari cangkang kepiting bakau meliputi proses deproteinasi, demineralisasi, dan dekolonisasi. Sintesis kitosan menggunakan metode *microwave* (daya 450 W selama 15 menit) dalam pelarut NaOH 50% (b/v) dengan perbandingan 1:20 (b/v), selanjutnya kitosan dihidrolisis menggunakan larutan HCl 20% (v/v) untuk menghasilkan glukosamin hidroklorida (GlcN HCl). Pembuatan kapsul obat dengan perbandingan GlcN HCl dan larutan sukrosa yaitu masing-masing 3:1, 3:3, dan 3:5. Rendemen kitosan yang diperoleh sebanyak 37,5% dengan derajat deasetilasi 83,8%. Kapsul obat diperoleh perlakuan terbaik pada perbandingan GlcN HCl-larutan sukrosa 3:1. Berdasarkan analisis terhadap spektra kapsul obat, diidentifikasi adanya gugus O–H, –CH₃, N–H, C–N, C–O, dan β-1,4-glikosidik. Karakteristik sifat fisik menunjukkan bahwa kapsul obat memiliki kadar air 12,7%, uji waktu hancur 13 menit 34 detik dan kelarutan dalam asam 3 menit 17 detik. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kitosan cangkang kepiting bakau telah memenuhi kriteria bahan dasar kapsul obat sesuai kriteria Farmakope Indonesia.

Keywords:

mangrove crab shells;
microwave;
drug capsules.

ABSTRACT. Utilization of Chitosan from Mangrove Crab Shell (*Scylla serrata*) using the Microwave Method as a Base Material for Medicinal Capsules. The mangrove crab shell (*Scylla serrata*) contains a chitin compound potentially transformed into chitosan as an ingredient for medicinal capsules. The research on this transformation process needs further developments. This research aims to produce chitin-based medicinal capsules of mangrove crab shells by microwave methods. The chitin isolation method of mangrove crab shells covers the process of deproteinization, demineralization, and decoloration. The synthesis of chitosan used microwave methods (450 W of power for 15 minutes) in the solvent of 50% NaOH (w/v) with a ratio of 1:20 (b/v). Chitosan was then hydrolyzed using 20% HCl (v/v) solution to produce glucosamine hydrochloride (GlcN HCl). Preparation of drug capsules with a ratio of GlcN HCl and sucrose solution, namely 3:1, 3:3, and 3:5, respectively. The chitosan yield was obtained as much as 37.5% with a deacetylation degree of 83.8%. The best treatment of the medicinal capsules was obtained on the ratio of GlcN HCl and sucrose solution 3:1. The FTIR analysis of medicinal capsules are identified by the presence of the O–H, –CH₃, N–H, C–N, C–O, and β-1,4-glycosidic. The physical characterization showed that the medicinal capsules have a water content of 12.7%, the test of destroyed time of 13 minutes 34 seconds, and soluble in acid that is 3 minutes 17 seconds. The results show that chitosan prepared from mangrove crab shell is potentially used as a basic ingredient for medicinal capsules because it met the criteria for Indonesian pharmacopoeial capsules.

PENDAHULUAN

Wilayah pesisir Indonesia memiliki berbagai macam tipologi habitat serta keanekaragaman biota yang tinggi. Salah satu bentuk ekosistem pesisir Indonesia adalah ekosistem hutan mangrove. Kekayaan alam dalam ekosistem hutan mangrove yang sering dimanfaatkan oleh masyarakat untuk dikonsumsi adalah kepiting bakau (*Scylla serrata*). Kepiting yang dikonsumsi dagingnya saja sekitar 20% dari beratnya, sehingga 80% berupa limbah cangkang kepiting (Supriyantini, 2007). Limbah cangkang kepiting tidak dimanfaatkan dengan baik dan umumnya dibuang saja ke lingkungan. Menurut penelitian (Focher et al., 1992), cangkang kepiting mengandung kitin sekitar 18,70% – 32,20%. Senyawa kitin yang terkandung dalam cangkang kepiting akan bernilai ekonomis tinggi jika dikonversi menjadi senyawa kitosan melalui metode deasetilasi (Trisnawati et al., 2013).

Kitosan adalah polisakarida yang terdiri dari monomer N-asetilglukosamin dan D-glukosamin dengan rumus umum $(C_6H_{11}NO_4)_n$ atau β -(1-4)-2-amino-2-deoksi-D-*glucopyranosa* (Trisnawati *et al.*, 2013; Pambudi *et al.*, 2018). Proses pembuatan kitosan meliputi 3 tahap, yaitu deproteinasi, demineralisasi, dan deasetilasi. Pemilihan metode deasetilasi dalam pembuatan kitosan secara konvensional membutuhkan pelarut yang banyak dan waktu lebih lama. Oleh karena itu, untuk mengatasi keterbatasan metode konvensional ini maka dikembangkan metode teknik non-konvensional yang bebas dari penggunaan pelarut banyak (Azmir *et al.*, 2013; Michel *et al.*, 2011). Selain itu, metode teknik non-konvensional dikembangkan untuk mendapatkan produk yang murni, sehingga berguna dalam berbagai macam aplikasi.

Microwave merupakan metode pemanasan tinggi dengan gelombang mikro. Metode *microwave* meningkatkan efisiensi dan efektivitas ekstraksi bahan aktif berbagai jenis rempah-rempah, tanaman herbal, dan buah-buahan (Chan *et al.*, 2015; Mashuni *et al.*, 2020) serta sebagai sumber energi eksternal untuk membantu mempercepat terjadinya suatu reaksi kimia (*microwave assisted reactions*) (Zaeni *et al.*, 2017; Wang *et al.*, 2018). Keuntungan dari teknologi berbasis *microwave* yaitu dapat membantu pengurangan proses kebutuhan energi, waktu pemanasan relatif singkat, proses mudah dan tepat, pemanasan yang selektif, mutu produk akhir lebih baik, dan meningkatkan kualitas bahan yang dihasilkan (Ingole, 2015). Menurut Sahu *et al.* (2009) and Setyawati *et al.* (2016), metode *microwave* menghasilkan kitosan dengan derajat deasetilasi tinggi serta memiliki berat molekul yang rendah sehingga dapat diaplikasikan sebagai bahan biomedis (Zhang *et al.*, 2020; Sahu *et al.*, 2009; Journot *et al.*, 2020).

Kitosan dimanfaatkan dalam berbagai bidang seperti bidang farmasi, pangan, mikrobiologi, pertanian, kesehatan, kosmetika dan lain-lain (Kurniasih *et al.*, 2018; Yanti *et al.*, 2018; Jayanudin and Lestari, 2020). Secara biologi, kitosan aman karena memiliki sifat biokompatibel, *biodegradable*, dan non-toksik sehingga aman digunakan diaplikasikan dalam industri ramah lingkungan. Di bidang kesehatan bermanfaat sebagai penyembuhan luka, regenerasi jaringan, bahan hemostatik, dan kapsul obat (Yanti *et al.*, 2018). Kitosan dari cangkang kepiting bakau dihidrolisis menggunakan asam menjadi glukosamin hidroklorida (GlcN HCl) (Zaeni *et al.*, 2017), sehingga dimanfaatkan sebagai bahan dasar pembuatan kapsul obat. GlcN HCl dapat larut dalam air karena adanya gugus -OH dan NH₃Cl pada unit-unit polimer yang sudah menjadi lebih kecil (Suptijah *et al.*, 2014)

Obat kapsul adalah sediaan padat yang terdiri dari obat dalam cangkang keras atau lunak yang dapat larut (Gunsel and Kanig, 1976; Suparman *et al.*, 2018). Bahan dasar yang umum digunakan dalam pembuatan kapsul obat pada industri farmasi yaitu gelatin, pati atau bahan dasar lain yang sesuai seperti kitosan. Berdasarkan paparan tinjauan literatur, penelitian ini bertujuan untuk mempelajari preparasi kitosan dari cangkang kepiting bakau untuk dimanfaatkan sebagai bahan baku dalam pembuatan kapsul obat menggunakan metode *microwave*.

METODE PENELITIAN

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu *microwave* (SHARP R-728(S)-IN), FTIR (Shimadzu 8400) dan SEM (Jeol Seri JSM-6360). Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu cangkang kepiting, natrium hidroksida (Merck), asam asetat (Merck), asam klorida (Merck), etanol (Merck), sukrosa, dan akuades.

Preparasi Sampel

Cangkang kepiting bakau berasal dari Kabupaten Bombana, Sulawesi Tenggara. Preparasi sampel yang dilakukan meliputi pembersihan sampel cangkang kepiting dari sisa-sisa daging yang masih menempel dan dikeringkan. Sampel cangkang kepiting kemudian digerus dengan ukuran 250 mesh.

Isolasi Kitin

Isolasi kitin dari cangkang kepiting bakau menggunakan metode hasil modifikasi dalam penelitian Arifin dan Irawan (2015) dan Zaeni *et al.* (2017). Proses deproteinasi dilakukan dengan menimbang cangkang kepiting halus sebanyak 200 g kemudian tambahkan larutan NaOH 3,5% (v/v) dengan perbandingan 1:10 (b/v), dimasukkan ke dalam *microwave* selama 15 menit dengan daya 100 W. Selanjutnya dilakukan proses demineralisasi, sampel hasil deproteinasi yang sebelumnya telah dikeringkan ditambahkan HCl 1 N dengan rasio 1:15 (b/v) diaduk selama 1 jam pada suhu kamar. Kemudian disaring dan residunya dicuci hingga pH netral lalu residu dikeringkan selama 24 jam pada suhu 50 °C. Setelah proses demineralisasi, proses penghilangan warna atau dekolonisasi sampel dilakukan dengan menggunakan pelarut aseton 1:5 (b/v) kemudian dидiamkan pada suhu ruang.

Sintesis Kitosan menggunakan *Microwave*

Sintesis kitosan menggunakan metode hasil modifikasi dalam penelitian Arifin dan Irawan (2015) dan Zaeni *et al.* (2017). Kitin ditimbang 1 g kemudian ditambahkan larutan NaOH 50% perbandingan (1:20 w/v). Campuran dimasukkan dalam *microwave* pada daya 450 W. Langkah selanjutnya adalah proses deasetilasi berulang dengan deasetilasi selama 3 jam berikutnya.

Pembuatan Glukosamin Hidroklorida (GlcN HCl)

Kitosan hasil deasetilasi akan dihidrolisis menjadi GlcN HCl. Hidrolisis dilakukan dengan menimbang kitosan dan direndam dalam asam klorida dengan perbandingan 9:1 (b/v) (Arifin and Irawan, 2015; Zaeni *et al.*, 2017). Kemudian dipanaskan selama 4 jam dengan suhu 90 °C. Hidrolisis dilanjutkan dengan proses sentrifugasi bubuk GlcN HCl dengan kecepatan 3000 rpm selama 15 menit. Endapan yang diperoleh dicuci dengan etanol, kemudian sentrifugasi kembali dengan kecepatan 3000 rpm selama 15 menit. Langkah selanjutnya endapan dikeringkan dalam oven dengan suhu 40 °C selama 4 jam.

Pembuatan Kapsul Obat

Formula bahan yang digunakan terdiri dari GlcN HCl, sukrosa, dan akuades dengan perbandingan masing-masing yaitu 3:1; 3:3, dan 3:5 dalam 10 mL akuades. Formula dibentuk menjadi adonan, kemudian dipanaskan dengan suhu 70 °C selama 40 menit serta diaduk hingga homogen. Pencetakan cangkang kapsul menggunakan cetakan kapsul modifikasi. Alat cetak (pin) dicelup kedalam adonan selama beberapa detik dengan suhu konstan 45 °C. Pin diangkat dari adonan kemudian ditempatkan pada posisi terbalik dan diangin-anginkan pada suhu ruangan selama 10 menit. Adonan kapsul yang melekat pada pin kemudian dikeringkan dalam oven suhu 55 °C selama 2 jam hingga mengering.

Karakterisasi FTIR dan SEM

Karakterisasi FTIR kitin, kitosan, GlcN HCl, dan GlcN HCl-sukrosa (3:1) menggunakan FTIR. Sampel dibuat pelet dengan KBr, kemudian dilakukan *scanning* pada daerah frekuensi antara 4500 cm⁻¹ sampai dengan 500 cm⁻¹. Karakterisasi SEM dari GlcN HCl-sukrosa (3:1) merupakan kapsul obat dengan perlakuan terbaik dengan perbesaran 5.000x dan 10.000x.

Uji Sifat Fisik Kapsul Obat

Uji Kadar Air (AOAC, 2005)

Kapsul ditimbang sebanyak 5 gram dan dimasukkan kedalam cawan kering yang diketahui bobotnya (W_a). Kapsul dan cawan dikeringkan dalam oven pada suhu 105 °C selama 1 jam. Kapsul dan cawan didinginkan pada suhu ruang kemudian ditimbang bobotnya (W_t) dan dihitung kadar air dengan persamaan (1).

$$\text{Kadar air (\%)} = \frac{w_t - w_a}{w_a} \times 100\% \quad (1)$$

Uji Waktu Hancur (Kapsulindo Utama, 2007)

Uji waktu hancur kapsul dilakukan dengan memasukan 10 buah sampel kapsul obat ke dalam 75 mL akuades (suhu akuades ditetapkan 37 °C), kemudian dicatat waktu sejak kapsul dimasukkan sampai salah satu di antara kapsul tersebut larut.

Uji Ketahanan dalam Larutan Asam (Kapsulindo Utama, 2007)

Pengukuran ketahanan dalam larutan asam dilakukan dengan memasukan 10 buah sampel kapsul obat kedalam 100 mL larutan HCl 0,35% (v/v), kemudian dicatat waktu sejak kapsul dimasukkan sampai salah satu di antara kapsul tersebut larut.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis Kitosan Menggunakan *Microwave*

Isolasi kitin bertujuan memisahkan mengubah gugus asetamida ($-\text{NHCOCH}_3$) pada kitin menjadi gugus amina ($-\text{NH}_2$) dengan menggunakan basa kuat dengan konsentrasi tinggi dari protein dan kalsium karbonat sehingga diperoleh kitin (Dompeipen *et al.*, 2016). Isolasi kitin dari cangkang kepiting bakau (*Scylla serrata*) dilakukan dengan tiga tahap reaksi yaitu deproteinasi, demineralisasi, dan dekolonisasi. Sintesis kitosan melalui metode deasetilasi menggunakan *microwave* dengan larutan alkali. Deasetilasi bertujuan menghilangkan gugus asetil

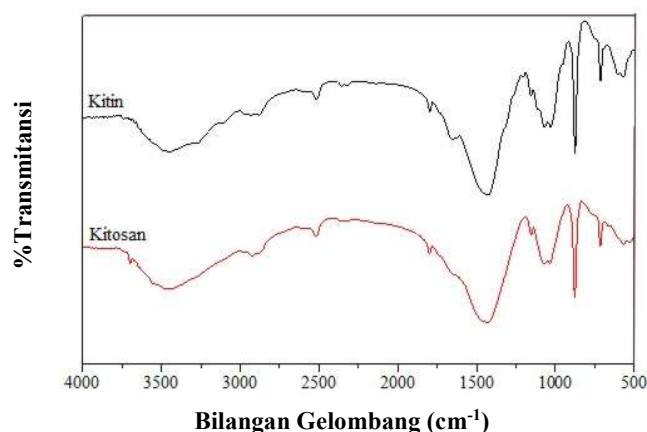
(-COCH₃) dengan menambahkan NaOH. Radiasi *microwave* dapat mempercepat laju reaksi 10 – 100 kali dibanding dengan penggunaan pemanas konvensional. Penggunaan gelombang mikro ini diharapkan dapat mempersingkat waktu reaksi dan didapat nilai derajat deasetilasi yang tinggi (Sahu *et al.*, 2009; Journot *et al.*, 2020).

Tabel 1. Rendemen sintesis kitosan

Proses	Massa (g)		Rendemen (%)	Hasil Pengamatan Visual
	Awal	Akhir		
Deproteinasi	200	148	74,00	Kuning kecoklatan
Demineralisasi	148	92	46,00	Putih kecoklatan
Deasetilasi	92	75	37,50	Putih

Karakterisasi Kitin dan Kitosan

Analisis gugus fungsi spektrum FTIR dilakukan untuk mengidentifikasi gugus fungsional yang terdapat dalam sampel kitin dan kitosan. Karakterisasi gugus fungsi FTIR disajikan dalam Gambar 1 dan Tabel 2.



Gambar 1. Spektrum FTIR (a) kitin dan (b) kitosan.

Berdasarkan perbandingan spektra IR kitin dan kitosan standar dari Balai Riset dan Standarisasi Industri, menunjukkan gugus fungsi pada masing-masing bilangan gelombang tidak jauh berbeda dengan standar sehingga dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil isolasi dari cangkang kepiting bakau menghasilkan kitin dan kitosan yang memenuhi standar.

Tabel 2. Puncak serapan FTIR kitin dan kitosan

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)			
	Kitin		Kitosan	
	Standar*	Penelitian ini	Standar*	Penelitian ini
OH <i>stretching</i>	3440,35	3444,87	3442,60	3442,94
Tumpang tindih OH (vs) NH ₂	-	-	3442,60	3442,94
NH (-NHCOCH ₃) <i>stretching</i> amida I	3268,63	3269,34	3442,60	3442,94
CH(CH ₃) <i>bending</i>	2961,32	2931,80	2922,80	2922,16
C=O (-NHCOCH ₃) <i>stretching</i> amida I	1661,50	1631,78	1660,55	1654,92
NH (-NHCOCH ₃) <i>bending</i> amida II	1558,90	1560,41	1587,94	1597,06
CN (-NHCOCH ₃) <i>stretching</i>	1259,54	1259,52	1259,54	1251,80
NH (R-NH ₂) <i>bending</i>	-	-	1587,94	1597,06
CH (-CH ₂) <i>bending sym</i>	1320,34	1321,24	1377,11	1379,10
C-O (-C-O-C-) <i>stretching asym</i>	1155,12	1159,22	1154,64	1151,50
C-O (-C-O-C-) <i>stretching sym</i>	1026,33	1031,92	1026,23	1080,14
β-1,4-glikosidik	752,33	750,31	897,41	894,97

*Sumber: Data Balai Riset dan Standarisasi Industri

Derajat Deasetilasi Kitosan

Kualitas kitosan diketahui dari besarnya persen derajat deasetilasi. Proses deasetilasi melibatkan penghilangan gugus asetil ($-\text{COCH}_3$) dari rantai molekul kitin, menyisakan gugus amina ($-\text{NH}_2$) yang memiliki reaktivitas tinggi. Derajat deasetilasi merupakan parameter penting dalam memproduksi kitosan karena dapat mempengaruhi sifat fisiknya sehingga dapat ditentukan aplikasi yang tepat bagi produk akhir kitosan. Semakin tinggi derajat deasetilasi, maka semakin banyak gugus asetil yang hilang, sehingga massa molekul semakin kecil. Derajat deasetilasi menunjukkan banyaknya gugus amina bebas pada polisakarida yang membedakan antara kitin dan kitosan. Derajat deasetilasi ditentukan berdasarkan spektrum FTIR dengan metode *base line* (garis dasar) menurut Domszy dan Roberts yaitu dengan mencatat puncak tertinggi dan mengukur pita dasar yang dipilih (Bahri *et al.*, 2015; Setyawati *et al.*, 2016).

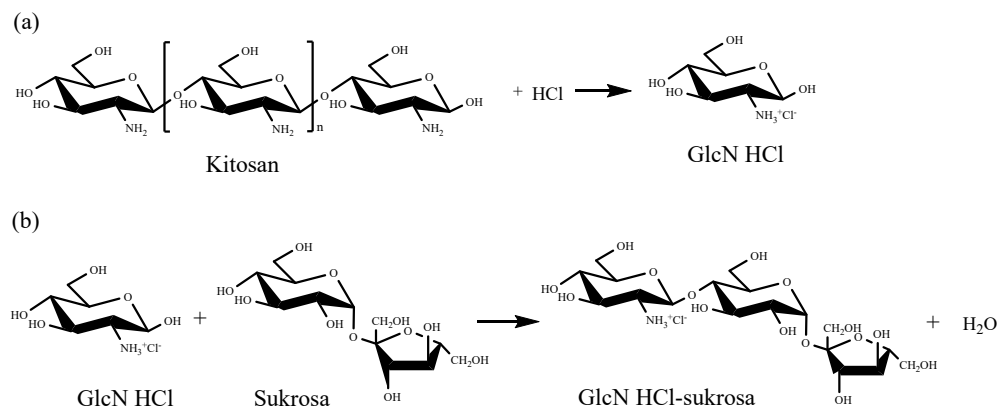
Tabel 3. Derajat asetilasi kitin dan derajat deasetilasi kitosan.

Uji Parameter	Kitin Standar	Kitin Hasil Penelitian	Kitosan Standar	Kitosan Hasil Penelitian
Derajat Asetilasi	<70%	54,2%	-	-
Derajat Deasetilasi	-	-	>70%	83,8%

Menurut Trisnawati *et al.* (2013), jika derajat deasetilasi <70% maka polimer disebut kitin dan apabila derajat deasetilasi >70% maka polimer disebut kitosan. Tabel 3 menunjukkan derajat deasetilasi hasil penelitian cangkang kepiting bakau yaitu 83,8%. Sintesis kitosan dari kitin dibuktikan dengan pemutusan ikatan antara gugus asetil kitin dengan atom nitrogen, (deasetilasi) sehingga berubah menjadi gugus amina (NH_2).

Glukosamin Hidroklorida (GlcN HCl)

GlcN HCl diperoleh dengan menghidrolisis kitosan dalam larutan HCl pada suhu 90 °C. Proses hidrolisis tidak memutuskan gugus asetil melainkan memotong polimer kitosan menjadi unit yang lebih kecil sehingga ion Cl^- dari HCl lebih mudah berikatan dengan gugus amina kitosan membentuk NH_3^+Cl^- . Ikatan hidroksil ($-\text{OH}$) menyebabkan GlcN HCl bersifat larut dalam air. Reaksi hidrolisis kitosan dengan asam klorida disajikan dalam Gambar 2.



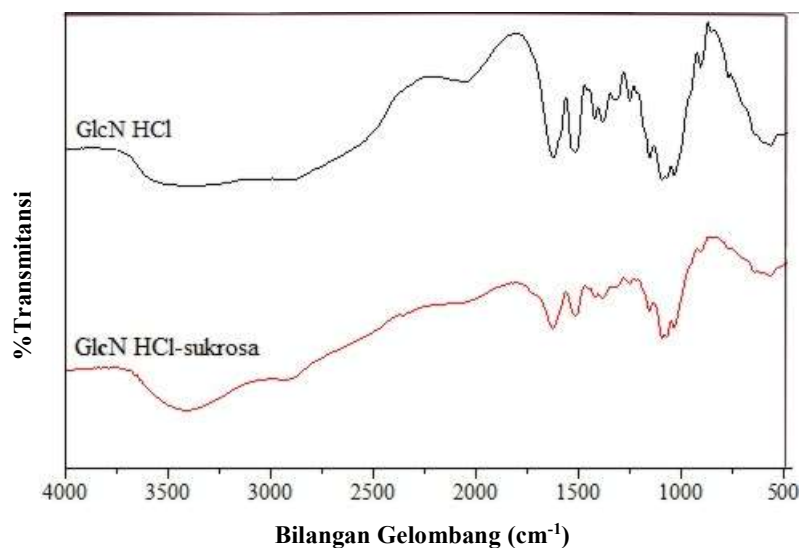
Gambar 2. Reaksi pembentukan (a) GlcN HCl dan (b) GlcN HCl-sukrosa.

Menurut standar USP (2006), penampakan glukosamin secara visual adalah putih. Ketika glukosamin dilarutkan dalam air maka larutan akan cenderung jernih dan tidak berwarna. Hal ini berbeda dengan warna GlcN HCl karena warna glukosamin hasil hidrolisis cenderung kekuningan. Hal ini diduga terjadi karena warna asal kitosan yang masih mengandung sedikit pigmen. Salah satu cara mengetahui tingkat keberhasilan material produk yaitu dengan melihat perbedaan kelarutan. Pengujian sifat fisik GlcN HCl disajikan dalam Tabel 4.

Tabel 4. Uji sifat fisik GlcN HCl.

Uji Parameter	Standar	Penelitian
Penampakan	Serbuk kecoklatan	Serbuk kecoklatan
Uji Kelarutan	Kelarutan dalam air	Larut dalam air
pH	3-5	5

Karakterisasi FTIR GlcN HCl untuk melihat gugus fungsi hasil penelitian dan standar disajikan pada Gambar 3 dan Tabel 5



Gambar 3. Spektrum FTIR (a) GlcN HCl dan (b) GlcN HCl-sukrosa 3:1.

Hasil spektrum FTIR menunjukkan bahwa spektrum GlcN HCl standar dan hasil penelitian hampir sama secara keseluruhan pita serapan gugus khas. Berdasarkan (Brugnerotto *et al.*, 2001 dan Mojarrad *et al.*, 2007) menjelaskan bahwa monomer GlcN HCl akan menunjukkan gugus fungsi $-OH$ pada 3350 cm^{-1} , sedangkan hasil yang didapatkan GlcN HCl menunjukkan gugus fungsi 3379 cm^{-1} masing-masing bilangan gelombang tidak jauh berbeda dengan standar sehingga dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil hidrolisis kitosan menggunakan HCl menghasilkan GlcN HCl yang memenuhi kriteria standar.

Tabel 5. Puncak serapan spektrum FTIR GlcN HCl standar dan hasil penelitian.

Gugus Fungsi	Bilangan gelombang (cm^{-1})		
	GlcN HCl		GlcN HCl-sukrosa 3:1
	Standar*	Penelitian	
OH stretch	3066 (lebar, kuat) 3368 (sedang)	3379	3415
Tekuk N—H	1615 (lemah) 1538 (tajam, lemah)	1622	1624
Ulur C—N	1334 (tajam, lemah) 1393 (sedang)	1382	1382
Glikosidik	1034 (lemah) 1027 (lemah)	1033	1033

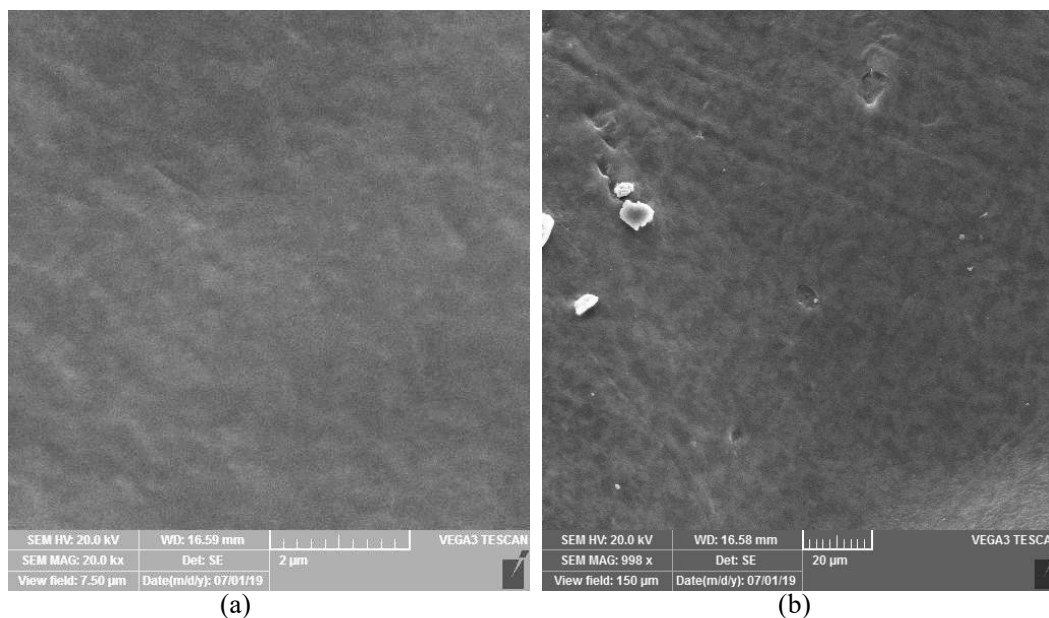
*Sumber: FTIR standar (Silverstein *et al.*, 2014)

Karakteristik dan Sifat Fisik Kapsul Obat

Sediaan material pembuatan kapsul obat berasal dari bahan dasar GlcN HCl-sukrosa. GlcN HCl dapat mempengaruhi sifat kelarutan kapsul obat dalam air sehingga memudahkan dalam penggunaannya terutama dalam tingkat kelarutan di dalam air. Kapsul obat yang dihasilkan tidak jauh berbeda dengan kapsul obat yang sering digunakan saat ini, sehingga dapat menjadi alternatif baru dalam pembuatan kapsul obat. Salah satu kelebihan dari bahan dasar GlcN HCl yaitu berbasis bahan alam dengan memanfaatkan bahan dasar cangkang kepiting dan juga bersifat ramah lingkungan. Inovasi terbaru ini dapat menjadi acuan dalam bidang kesehatan untuk pembuatan kapsul berbahan dasar GlcN HCl hasil isolasi dari cangkang kepiting bakau. Spektrum FTIR GlcN HCl-sukrosa 3:1 (Gambar 3b) menunjukkan adanya gugus yang hampir sama dengan GlcN HCl. Penambahan larutan sukrosa berguna untuk memperkuat struktur dari kapsul obat. Selain itu, sukrosa mengandung sekitar 8 gugus $-OH$ yang dalam hal ini dapat meningkatkan sifat hidrofilisitasnya.

Karakterisasi morfologi permukaan kapsul obat menggunakan SEM. Hasil SEM menunjukkan ada pori-pori

pada kapsul obat. Ukuran pori-pori mempengaruhi kecepatan difusi obat menuju lingkungan. Semakin kecil ukuran pori-pori maka semakin lambat kecepatan difusi obat. Analisis morfologi permukaan kapsul dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Karakterisasi SEM kapsul dengan perbesaran (a) 5.000x dan (b) 10.000x.

Berdasarkan Gambar 4 (a) terlihat permukaan yang halus dan kerapatan yang tinggi akan tetapi proses difusi tidak terjadi begitu cepat diakibatkan kerapatan pori yang besar sedangkan Gambar 4 (b) terlihat terbentuknya pori pada kapsul obat yang mengindikasikan dapat terjadi proses difusi. Uji parameter sifat fisik kapsul obat meliputi uji kadar air, waktu hancur dan kelarutan dalam asam. Uji sifat fisik obat disajikan dalam Tabel 6.

Tabel 6. Uji sifat fisik kapsul obat.

Uji Parameter	Perbandingan GlcN HCl-sukrosa	Hasil
Kadar air	3:1	12,7%
	3:3	14,1%
	3:5	16,1%
Waktu hancur	3:1	13 menit 34 detik
	3:3	14 menit 28 detik
	3:5	28 menit 30 detik
Kelarutan dalam asam	3:1	3 menit 17 detik
	3:3	4 menit 56 detik
	3:5	5 menit 15 detik

Uji kadar air merupakan parameter untuk mengetahui kadar air pada kapsul sehingga didapatkan kapsul dengan kadar air dari 20% atau lebih dari 60%. Jika kapsul mengandung banyak air akan lebih mudah ditumbuhi oleh bakteri yang menyebabkan kapsul obat tidak layak dikonsumsi. Hasil didapatkan bahwa pada perbandingan 3:1 dan 3:3 kapsul sudah memenuhi standar yang telah ditentukan. Pada penelitian (Junianto *et al.*, 2013), bahwa kapsul obat harus memiliki kadar air antara 12,5% sampai 15%. Adapun pada perbandingan GlcN HCl-sukrosa 3:5 tidak memenuhi standar yang telah ditentukan. Kadar air kapsul hasil pengeringan dipengaruhi oleh beberapa hal di antaranya suhu, kelembaban, dan waktu pengeringan.

Uji waktu hancur merupakan gambaran kapsul obat yang utuh yang mengalami degradasi menjadi partikel-partikel kecil sehingga tidak terlihat. Semakin cepat kapsul hancur maka akan semakin cepat pula kapsul terdislusi melepaskan zat aktif. Menurut Kemenkes RI (2014), bahwa waktu hancur kapsul obat yakni 15 menit atau kurang dari 30 menit. Suptijah *et al.* (2012) menyatakan bahwa lamanya waktu yang dibutuhkan kapsul untuk hancur dapat disebabkan ketebalan kapsul. Kapsul obat yang memiliki waktu hancur sesuai standar yaitu perbandingan 3:1 dan 3:3 telah memenuhi persyaratan yang telah ditetapkan pada Farmakope Indonesia.

Kapsul yang didapatkan berguna sebagai pembungkus sediaan obat yang harus mudah diserap atau dimetabolisme dalam tubuh. Kapsul yang dihasilkan memiliki pH 5. Kapsul harus larut dalam larutan asam dalam waktu kurang dari 5 menit. Kelarutan kapsul dalam larutan asam sangat berpengaruh karena apabila kapsul tidak larut maka berbahaya dalam tubuh. Efek negatif dari obat yang memiliki kelarutan yang rendah yaitu penyerapan buruk, efektivitas obat menjadi berkurang, dan dosis pemberiannya juga akan semakin tinggi (Departemen Kesehatan RI, 1995). Tabel 6. menunjukkan kelarutan kapsul dalam asam dari semua perbandingan telah lulus uji dikarenakan kapsul larut dalam asam dalam kurun waktu 5 menit.

KESIMPULAN

Isolasi kitosan dari cangkang kepiting bakau (*Scylla serrata*) dilakukan menggunakan metode *microwave* menghasilkan rendemen kitosan sebanyak 37,5% dengan derajat deasetilasi 83,8%. Komposisi terbaik GlcN-HCl dan sukrosa untuk kapsul obat yaitu perbandingan 3:1. Karakterisasi FTIR kapsul obat diidentifikasi adanya gugus -OH, -CH₃, N-H, C-N, -CO dan β-1,4-glikosidik dan karakteristik sifat fisik berdasarkan kadar air yaitu 12,7%, uji waktu hancur yaitu 13 menit 34 detik dan kelarutan dalam asam yaitu 3 menit 17 detik. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kitosan cangkang kepiting bakau dapat dijadikan bahan dasar sebagai komposisi kapsul obat karena telah memenuhi kriteria kapsul obat Farmakope Indonesia.

DAFTAR PUSTAKA

- AOAC, 2005. *Official Method of Analysis of The Association of Official Analytical Chemist*. Association of Officiating Analytical Chemists, Washington DC.
- Arifin, Z., and Irawan, D., 2015. Microwave-Assisted Deacetylation of Chitin from Shrimp Shells. In: *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia 'Kejuangan'*. Pengembangan Teknologi Kimia untuk Pengolahan Sumber Daya Alam Indonesia, 18 Maret 2015, Yogyakarta, pp. 1–5.
- Azmir, J., Zaiduk, I.S.M., Rahman, M.M., Sharif, K.M., Mohamed, A., Sahena, F., Jahurul, M.H.A., Ghafoor, K., Norulaini, N.A.N., and Omar, A.K.M., 2013. Techniques for Extraction of Bioactive Compounds from Plant Materials: A Review. *Journal of Food Engineering* 117(4), 426–436. doi: 10.1016/j.jfoodeng.2013.01.014.
- Bahri, S., Rahim, E. A., and Syarifuddin, 2015. Derajat Deasetilasi Kitosan dari Cangkang Kerang Darah dengan Penambahan NaOH secara Bertahap. *KOVALEN Jurnal Riset Kimia* 1(1), 36–42.
- Brugnerotto, J. Lizardi, J., Goycoolea, F.M., Argüelles-Monal, W., Desbrières, J., and Rinaudo, M., 2001. An Infrared Investigation in Relation with Chitin and Chitosan Characterization. *Polymer* 42 (8) 3569–3580. doi: 10.1016/S0032-3861(00)00713-8.
- Chan, C. H., Jian-Jiun, L., Rozita, Y., and Gek-Cheng, N., 2015. A Generalized Energy-Based Kinetic Model for Microwave-Assisted Extraction of Bioactive Compounds from Plants. *Separation and Purification Technology* 143(25), 152–160. doi: 10.1016/j.seppur.2015.01.041.
- Departemen Kesehatan RI, 1995. *Farmakope Indonesia IV*. Departemen Kesehatan RI, Jakarta.
- Dompeipen, E.J., Kaimudin, M., and Dewa, R.P., 2016. Isolasi Kitin dan Kitosan dari Limbah Kulit Udang. *Majalah Biam* 12(1), 32–38. doi: 10.29360/mb.v12i1.2326.
- Focher, B.A. Naggi, A., Torri, G. Cosani, A., and Terbojevich, M., 1992. Structural Differences Between Chitin Polymorphs and Their Precipitates From Solution Evidence From CP-MASS BrC-NMR.FT-IR and FT-Rahman Spectroscopy. *Carbohydrate Polymers* 17(2), 97–102. doi: 10.1016/0144- 8617(92)90101-U
- Gunsel and Kanig, J.L., 1976. *The Teory and Practice Of Industrial Pharmacy*, 2nd ed. Lea and Febiger, Philadelphia.
- Ingoles, M.A.D., 2015. Application Potential for Developments in Microwave Oven Systems. *SSRG International Journal of Electrical and Electronics Engineering*, 2(3), 11–13. doi: 10.14445/23488379/IJEEE-V2I3P104.
- Jayanudin, J., and Lestari, R.S.D., 2020. Enkapsulasi dan Karakterisasi Pelepasan Terkendali Pupuk NPK Menggunakan Kitosan yang Ditaut Silang Dengan Glutaraldehida. *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia* 16 (1), 110–125. doi: 10.20961/alchymy.16.1.34711.110-125.
- Journot, C., Nicolle, L., Lavanchy, Y., and Gerber-Lemaire, S., 2020. Selection of Water-Soluble Chitosan by Microwave-Assisted Degradation and pH-Controlled Precipitation. *Polymers* 12(6), 6–14. doi: 10.3390/polym12061274.
- Junianto, K., and Maulina, I., 2013. Karakteristik Cangkang Kapsul Yang Terbuat Dari Gelatin Tulang Ikan. *Jurnal Akuatika* 4(1), 46–54.
- Kapsulindo Utama, 2007. *Analysis Report on Pharmaceutical Capsule*. Kemenkes RI, 2014. *Farmakope Indonesia V*. Kementrian Kesehatan RI, Jakarta.

- Kurniasih, M., Purwati, Dewi, R.S., and Fatimah, S., 2018. Uji Aktivitas Antioksidan N-Metil Kitosan Berkelarutan Tinggi. *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia* 14(1), 107–118. doi: 10.20961/alchemy.14.1.15100.107-118.
- Mashuni, Muzuni, F. H., Kadidae, L. O., Jahiding, M., Ahmad, L. O., and Saputra, D., 2020. The Determination of Total Phenolic Content of Cocoa Pod Husk Based On Microwave-Assisted Extraction Method. *AIP Conference Proceedings* 2243(1), 1–10. doi: 10.1063/5.0001364.
- Michel, T., Destandau, E., and Elfakir, C., 2011. Evaluation of A Simple and Promising Method for Extraction of Antioxidants from Sea Buckthorn (*Hippophae Rhamnoides* L.) Berries: Pressurized Solvent-Free Microwave-Assisted Extraction. *Food Chemistry* 126(3), 1380–1386. doi: 10.1016/j.foodchem.2010.09.112.
- Mojarrad, J.S. Nemati, M., Valizadeh, H., Ansarin, M., and Bourbour, S., 2007. Preparation of Glucosamine from Exoskeleton of Shrimp and Predicting Production Yield by Response Surface Methodology. *Journal Agricultural and Food Chemistry* 55 (6), 2246–2250. doi: 10.1021/jf062983a.
- Pambudi, G.B.R., Ulfan, I., Harmami, Suprpto, Kurniawan, F., and Ni'mah, Y.L., 2018. Synthesis of water-soluble chitosan from crab shells (*Scylla serrata*) waste. *AIP Conference Proceedings*. The 3rd International Seminar on Chemistry, 18-19 Juli, 2018, Surabaya, pp. 1–8. doi: 10.1063/1.5082491.
- Sahu, A., Goswami, P., and Bora, U., 2009. Microwave Mediated Rapid Synthesis of Chitosan. *J Mater Sci: Mater Med* 20(8), 171–175. doi: 10.1007/s10856-008-3549-4.
- Setyawati, A., Pranowo, D., and Kartini, I., 2016. Effect of Microwave Irradiation on Synthesis of Chitosan for Biomedical Grade Applications of Biodegradable Materials. *Jurnal Imu-Ilmu MIPA* 16(2), 137–148. <https://doi.org/10.20885/eksakta.vol16.iss2.art8>.
- Silverstein, R.M., Webster, F.X., Kiemle, D.J., and Bryce, D.L., 2014. *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. 8th edn. Wiley, United States.
- Suparman, A., Herawati, D., and T, Z.F., 2018. Karakterisasi dan Formulasi Cangkang Kapsul dari Tepung Pektin Kulit Buah Cokelat (*Theobroma cacao* L.). *Jurnal Ilmiah Farmasi Farmasyifa* 2(2), 77–83. doi: 10.29313/jiff.v2i2.4646.
- Supriyantini, E., 2007. *Isolasi khitin dari limbah udang windu (Penaeus monodon) dan limbah kepiting bakau (Scylla serrata)*. Laporan Penelitian Universitas Diponegoro, Semarang.
- Suptijah, P., Ibrahim, B., and Ernawati, 2014. Pemanfaatan Limbah Krustasea dalam Pembuatan Glukosamin Hidroklorida dengan Metode Autoklaf. *Jurnal Teknologi Perikanan dan Kelautan* 5(2), 173–181.
- Suptijah, P., Suseno, S. H., and Kurniawati, K., 2012. Aplikasi Karagenan Sebagai Cangkang Kapsul Keras Alternatif Pengganti Kapsul Gelatin. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia* 15(3), 223–231. doi: 10.17844/jphpi.v15i3.21434.
- Trisnawati, E., Andesti, D., and Saleh, A., 2013. Pembuatan Kitosan dari Limbah Cangkang Kepiting sebagai Bahan Pengawet Buah Duku dengan Variasi Lama Pengawetan. *Jurnal Teknik Kimia* 19(2), 17–26.
- USP, 2006. *Glucosamine Hydrochloride*. In: United States Pharmacopeia (29th Ed.) & National Formulary (23rd Ed.). U.S. Pharmacopeia (USP) Convention Inc., Rockville, Maryland, pp. 2341.
- Wang, Y., Zhang, X., Qiu, D., Li, Y., Yao, L., and Duan, J., 2018. Ultrasonic assisted microwave synthesis of poly (Chitosan-co-gelatin)/polyvinyl pyrrolidone IPN hydrogel. *Ultrasonics Sonochemistry* 40(1), 714–719. doi: 10.1016/j.ultsonch.2017.08.003.
- Yanti, R., Drastinawati, and Yusnimar, 2018. Sintesis Kitosan dari Limbah Cangkang Kepiting dengan Variasi Suhu dan Waktu pada Proses Deasetilasi. *Jom FTEKNIK* 5(2), 1–7.
- Zaeni, A., Safitri, E., Fuadah, B., and Sudiana, I.N., 2017. Microwave-Assisted Hydrolysis of Chitosan from Shrimp Shell Waste for Glucosamine Hydrochlorid Production. *Journal of Physics: Conference Series* 846(1), 1–8. doi: 10.1088/1742-6596/846/1/012011.
- Zhang, X., Teng, Z., and Huang, R., 2020. Biodegradable Starch/Chitosan Foam via Microwave Assisted Preparation: Morphology and Performance Properties. *Polymers* 12(11), 13–17. doi: 10.3390/polym12112612.