

KARAKTERISTIK DAN NILAI *SUN PROTECTING FACTOR* (SPF) KITOSAN DARI TULANG SOTONG (*Sepia officinalis*)

Ika Ristia Rahman*, Athiah Masykuroh
Akademi Farmasi YARSI, Pontianak Timur

*: ika.ristia.apt@gmail.com

ABSTRAK

Sotong (*Sepia officinalis*) memiliki cangkang *internal* yang biasa disebut dengan tulang sotong yang menghasilkan kitin yang lebih banyak dari pada kulit udang dan kulit kepiting. Tujuan penelitian ini adalah mengetahui karakteristik kitosan dari tulang sotong meliputi derajat deasetiliasi, kadar air, kelarutan, uji organoleptis (warna, bau, tekstur) serta pengujian nilai *sun protection factor* kitosan secara *invitro*. Pembuatan kitosan dilakukan dengan 3 tahapan yaitu deproteinasi, demineralisasi, dan deasetilasi. Deproteinasi dengan NaOH 4% dalam suhu 100°C selama 60 menit. Demineralisasi pada suhu ruang menggunakan larutan HCl 1M selama 120 menit. Deasetilasi menggunakan NaOH konsentrasi 50% pada suhu 100°C selama 60 menit. Karakterisasi kitosan meliputi derajat deasetiliasi, kadar air, kelarutan, uji organoleptis (warna, bau, tekstur). Pengujian nilai *sun protection factor* menggunakan spektrofotometer *UV-VIS* dibaca pada panjang gelombang 290-320 nm. Karakteristik kitosan yang dihasilkan sesuai standart kitosan yang digunakan dalam bidang industri dengan derajat deasetilasi 71%, rendemen 31%, kadar air 0.93%, larut dalam larutan asam asetat 2%, berwarna putih tidak berbau serta berbentuk serbuk. Kitosan dengan konsentrasi 3% memberikan nilai *sun protecting factor* 9 berpotensi sebagai tabir surya yang memberikan daya proteksi maksimal.

Kata kunci: tulang sotong, kitosan, karakteristik, spf

ABSTRACT

Cuttlefish (sepia officinalis) have internal shells commonly called cuttlebones which produce more chitin than shrimp shells and crab skins. The purpose of this study was to determine the characteristics of chitosan from cuttlebone including the degree of deacetylation, water content, solubility, organoleptic test (color, odor, texture) as well as testing the value of chitosan protecting the sun protection factor. Chitosan is made in 3 stages, namely deproteination, demineralization, and deacetylation. Deproteination with 4% NaOH at 100 ° C for 60 minutes. Demineralization at room temperature using 1M HCl solution for 120 minutes. Deacetylation using 50% NaOH concentration at 100 ° C for 60 minutes. Chitosan characterization includes the degree of deacetylation, moisture content, solubility, organoleptic test (color, odor, texture). Testing the value of sun protection factor using a UV-VIS spectrophotometer read at wavelengths from 290 to 320 nm. Characteristics of chitosan produced according to chitosan standards used in industry with a deacetylation rate of 71%, yield 31%, moisture content of 0.93%, soluble in acetic acid 2% solution, white odorless and powdery. Chitosan with a concentration of 3% gives the value of sun protecting factor 9 as a potential sunscreen that provides maximum protection power..

Keywords: *cuttlebone, chitosan, characteristics, spf*

PENDAHULUAN

Sotong (*Sepia officinalis*) merupakan golongan celopoda perairan dangkal. Ukuran sotong dapat mencapai 60 cm, memiliki cangkang internal yang biasa disebut tulang sotong atau *Cuttelbone*. Bentuk tulang sotong lonjong dengan ujung posterior bulat dan ujung anterior yang meruncing ke suatu titik¹. Tulang sotong menghasilkan kitin yang lebih banyak dari kulit udang, kulit kepiting dan kulit belangkas². Kitin merupakan bahan dasar pembentuk kitosan. Kitosan merupakan hasil diasetilisasi dari kitin. Tahapan proses pembuatan kitosan dari kitin ada 4 tahapan umum yaitu, deproteinisasi, demineralisasi, depigmentasi dan deasetilisasi. Kitosan memiliki sifat tidak larut dalam air tetapi larut dalam asam, memiliki viskositas yang tinggi ketika dilarutkan. Kitosan dapat dimanfaatkan sebagai polimer alami karena polimer kitosan dengan gugus amin bermuatan positif sedangkan polimer lain umumnya bermuatan netral dan negatif, selain itu kitosan juga aman atau bersifat non toksik,

dapat terbiodegradasi dan dapat mengabsorpsi³. Kitosan dapat diaplikasikan pada berbagai bidang seperti pertanian, biomedicine, makanan, kosmetik. Kitosan memiliki kemampuan sebagai anti oksidan⁴, sebagai anti bakteri⁵ dan sebagai biomedical pada luka bakar⁶.

Kitosan memiliki kemampuan membentuk *edible film* yang dapat berfungsi sebagai tabir surya fisik. Tabir surya memiliki kemampuan untuk melindungi kulit dari paparan sinar matahari dalam waktu lama yang akan menyebabkan kulit terbakar, bercak hitam dan kanker kulit. Tabir surya fisik bekerja dengan memantulkan sinar uv. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui karakteristik dan aktivitas *sun protecting factor* kitosan dari tulang sotong.

METODE PENELITIAN

Alat

Spektrofotometri UV-Visible (Shimadzu®) type 1700, timbangan digital (Ohaus®), labu takar (Pyrex®), *Becker glass* (Pyrex®), Viskometer broofield, mikropipet, pipet tetes, aluminium foil, alat uji

Fourier Transformation InfraRed (FTIR).

Bahan

Tulang sotong, asam asetat, asam klorida, natrium hidroksida, Kalium bromida, aquadest.

Pembuatan kitosan

100gram tulang sotong yang telah dikeringkan, kemudian dihaluskan. Dilanjutkan proses deproteinasi dengan menggunakan NaOH 4% pada suhu 100°C sambil dilakukan pengadukan, proses demineralisasi dengan menambahkan HCl 1M dengan perbandingan 1:15 (b/v) selama 120 menit pada suhu ruang. Tahapan deasetilasi dilakukan dengan cara mereaksikan hasil demineralisasi dan NaOH 50% dengan perbandingan 1:10 (b/v) pada suhu 100°C selama 60 menit, Hasil deasetilasi kemudian dicuci hingga pH netral kemudian dikeringkan. Kitosan yang diperoleh ditimbang selanjutnya dikarakterisasi derajat deasetiliasi, kadar air, kelarutan, uji organoleptis (warna, bau, tekstur) dan pengujian nilai *sun protecting factor* kitosan secara invitro.

Penentuan derajat deasetilasi

Penentuan derajat deasetilasi berdasarkan spektrum *Fourier Transformation InfraRed* (FTIR)¹. Penentuan persen derajat deasetilasi dengan metode *base line* Baxter membandingkan absorbansi pada bilangan untuk gugus amida-NH pada rentang 1650-1500 cm⁻¹ (A₁₆₅₅) dengan absorbansi pada bilangan gelombang gugus amida primer 3500-3200 cm⁻¹ (A₃₄₅₀). Rumus %DD

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

Keterangan :

A₁₆₅₅: nilai absorbansi pada 1655 cm⁻¹

A₃₄₅₀: nilai absorbansi pada 3450 cm⁻¹

Rendemen

Rendemen kitosan dihitung berdasarkan persentasi berat kitosan yang dihasilkan terhadap berat bahan baku sebelum diproses (⁷).

$$\%rendemen = \frac{\text{berat kitosan yang dihasilkan}}{\text{berat sampel awal}} \times 100\%$$

Kelarutan

Kitosan dilarutkan dalam asam asetat glasial dengan konsentrasi 2% pada perbandingan 1:100 (g/ml). hasil diamati dengan membandingkan kejernihan pelarut dan larutan kitosan⁷.

Uji organoleptis (warna, tekstur dan bau)

Kitosan yang didapatkan selanjutnya dilakukan uji organoleptis meliputi warna, testur dan bau, dilakukan menggunakan alat indra penciuman dan penglihatan.

Pengujian Kadar air

Sebanyak 1 gram kitosan dimasukan kedalam cawan proselen yang telah diketahui bobotnya. Cawan yang berisi kitosan dimasukan kedalam oven dengan suhu 105°C selama 3 jam. Cawan yang berisi kitosan dimasukan kedalam desikator dan ditimbang. Pengeringan dan penimbangan dilakukan tiap jam sampai didapat bobot konstan dan dihitung persentasi kadar air kitosan⁷.

Pengujian nilai *Sun Protecting Factor* (SPF) kitosan secara invitro

Pengujian nilai *sun protecting factor* pada kitosan dilakukan secara *in vitro* dengan alat spektrofotometer UV-VIS. Kitosan dibuat dalam 4 variasi konsentrasi yaitu 0,5%; 1%; 1,5% dan 2% dilarutkan dengan larutan asam asetat 1%. Larutan diultrasonikasi selama 5 menit lalu di saring. Larutan dibaca pada panjang gelombang 290-320 nm dengan

larutan asam asetat 1% sebagai blanko, nilai serapan dicatat. Hasil nilai serapan dicatat kemudian dihitung nilai SPFnya dengan menggunakan persamaan Mansyur⁸.

Analisis Data

Karakteristik kitosan yang meliputi kadar air, kelarutan, organoleptis dan derajat deasetilasi dideskripsikan. Pengujian nilai SPF kitosan dihitung menggunakan persamaan Mansyur dan dideskripsikan.

$$SPF = CF \times \sum_{290}^{320} EE(\lambda) \times I(\lambda) \times abs(\lambda)$$

Dimana:

CF = faktor koreksi;

EE = Spektrum efek eritema;

I = Spektrum intensitas matahari;

Abs = Absorbansi sampel

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sotong (*Sephia officinalis*) memiliki cangkang internal yang biasa disebut dengan tulang sotong yang mengandung kitin yang merupakan bahan pembuat kitosan. Transformasi kitin menjadi kitosan terjadi karena penghilangan gugus asetil pada kitin. Pembentukan kitosan terdiri dari 3 tahapan yang pertama proses deproteinasi yaitu

pelepasan ikatan protein dari kitin. Tulang sotong yang dihaluskan direaksikan dengan larutan NaOH 4% (1:10) dengan suhu 100°C. Setelah deproteinasi dilanjutkan tahapan demineralisasi yang bertujuan menghilangkan mineral pada kitin dengan mereaksikan hasil proteinase dengan larutan HCl 1 M (1:15). Tahap terakhir yaitu tahap deasetilasi merupakan proses perubahan gugus asetil (-NHCOCH₃) pada kitin menjadi gugus amina (-NH₂) dengan penambahan basa kuat seperti NaOH. Reaksi deasetilasi kitin pada dasarnya adalah suatu reaksi hidrolisis amida dari α-(1-4)-2-asetamida-2-deoksi-D-glukosa.

Konsentrasi ion OH⁻ sangat berpengaruh terhadap proses pelepasan gugus asetil dari gugus asetamida kitin. Semakin kuat suatu basa semakin besar konsentrasi OH⁻ dalam larutannya yang dapat meningkatkan kekuatan basa mempengaruhi proses deasetilasi gugus asetil dari gugus asetamida kitin. Reaksi pembentukan kitosan dari kitin merupakan reaksi hidrolisa suatu amida oleh suatu basa. Kitin bertindak sebagai amida dan NaOH

sebagai basanya. Mula-mula terjadi reaksi adisi, dimana gugus -OH⁻ masuk ke dalam gugus NHCOCH₃ kemudian terjadi eliminasi gugus CH₃COO sehingga dihasilkan suatu amina yaitu kitosan⁹.

Tabel 1. Hasil pengujian karakteristik kitosan tulang

Parameter uji	Hasil	Standar
Derajat deasetilasi	71 %	≥70 industri ≥ 95% pangan, farmasi ¹⁴
Rendemen	31%	-
Kadar Air	0.93%	≤10% ⁽¹²⁾
Kelarutan	Larut dalam asam asetat 2%	Larut dalam asam asetat 2% ¹²
Warna	Putih	Putih sampai kekuningan ¹²
Bau	Tidak berbau	Tidak berbau ¹²
Testur	Serbuk	Serbuk ¹²

Karakteristik kitosan

Rendemen kitosan adalah persentasi berat kitosan yang dihasilkan yaitu 31 gram terhadap berat bahan baku sebelum diproses 100gram tulang sotong, dari penelitian didapatkan hasil rendemen sebesar 31%⁷. Kadar air merupakan salah satu parameter yang sangat penting untuk menentukan mutu kitosan karena sifat kitosan yang higroskopis. Kadar air kitosan dari penelitian didapat sesuai standar yaitu sebesar 0.93%. Parameter uji

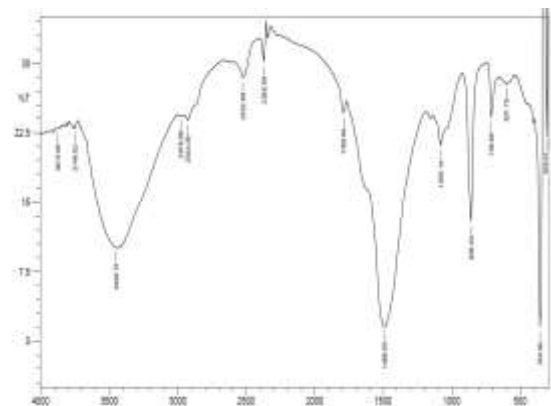
kelarutan kitosan dilakukan dengan melarutkan 1gram kitosan dengan larutan asam asetat 2%. Pengamatan dilakukan dengan membandingkan warna pelarut dengan larutan kitosan-asam asetat 2%. Semakin tinggi kelarutan kitosan berarti mutu kitosan yang dihasilkan semakin baik. Warna kitosan yang dihasilkan dari tulang sotong adalah putih seperti pada Gambar 1, tidak berbau dan berbentuk serbuk¹².



Gambar 1. Kitosan tulang sotong

Derajat deasetilasi (DD) merupakan salah satu parameter mutu kitosan. Nilai DD merupakan persentase gugus asetil yang hilang dari rendemen kitosan. Semakin tinggi derajat deasetilasi kitosan, maka gugus asetil kitosan semakin rendah sehingga interaksi antar ion dan ikatan hidrogennya akan semakin kuat. Derajat deasetilasi merupakan

parameter untuk mengetahui terbentuknya kitosan¹³. Besaran derajat deasetilasi kitosan yang diperuntukan dibidang industri minimal 70% dan $DD \geq 95\%$ dapat digunakan dalam bidang pengobatan¹⁴.



Gambar 2. Spektrum FTIR kitosan tulang sotong

Derajat deasetilasi kitosan dari tulang sotong pada penelitian ini didapatkan dengan perhitungan *base line* spektrum FTIR pada gambar 2 sebesar 71%. Ini menunjukkan bahwa kitosan dari tulang sotong termasuk dalam kategori kitosan teknis.

Kitosan memiliki banyak fungsi dan manfaat dalam berbagai bidang kehidupan seperti sebagai pemurni air dan sebagai antibakteri gram + dan gram - (Al-Manhel, 2016), sebagai pengabsorpsi logam Cu^{7} , kitosan sebagai pengawet pada makanan. Kitosan merupakan polimer bioaktif

yang dapat diaplikasikan karena memiliki aktivitas antibakteri, non-toksisitas, kemudahan modifikasi, dan biodegradasi¹¹.

Pengujian nilai SPF kitosan

Tabel 2. Hasil nilai spf kitosan dari tulang sotong dengan pelarut asam asetat

Konsentrasi kitosan	Nilai SPF	Nilai SPF invitro
0,5%	2 ^a	2,34
1%	2 ^a	2,35
2%	3 ^b	3,12
3%	9 ^c	8,95

Hasil kemampuan tabir surya yang dilihat dari besaran nilai spf kitosan dari berbagai variasi diuji statistik guna melihat perbedaan kemampuan tiap konsentrasi dari analisis hasil didapat pada Tabel 2. Pengujian nilai spf kitosan dilakukan dengan mengukur absorbansi sampel pada panjang gelombang 290nm-320 nm. Absorbansi yang digunakan adalah absorbansi tiap rentang 5 nm. Absorbansi tersebut digunakan pada persamaan masyur untuk menentukan nilai spf. Pada Tabel 2 dapat dilihat bahwa konsentrasi 0,5 % dan 1 % kitosan tidak memiliki perbedaan yang bermakna, sedangkan pada konsentrasi 2 % dan 3% masing-masing memiliki perbedaan yang signifikan terhadap semua konsentrasi.

Tabel 3. Kategori kemampuan proteksi

Nilai SPF	Kategori kemampuan proteksi
2-4	Proteksi minimal
4-6	Proteksi sedang
6-8	Proteksi ekstra
8-15	Proteksi maksimal
≥15	Proteksi ultra

Nilai *sun protection factor* adalah jumlah energi UV yang dibutuhkan untuk mencapai *minimal erythema dose* (MED) pada kulit yang dilindungi oleh suatu tabir surya, dibagi dengan jumlah energi UV yang dibutuhkan untuk mencapai MED pada kulit yang tidak diberikan perlindungan. MED didefinisikan sebagai jangka waktu terendah atau dosis radiasi sinar UV yang dibutuhkan untuk menyebabkan terjadinya erythema¹⁶. Suatu bahan dikatakan memiliki aktifitas tabirsurya salah satunya adalah dengan nilai *sun protection factor* (SPF). FDA menggolongkan keefektifan sediaan tabir surya berdasarkan SPF¹⁴.

Kategori kemampuan proteksi menurut Tabel 3 hasil pengujian nilai spf, kitosan konsentrasi 0,5%, 1% dan 2% memberikan proteksi minimal. Sedangkan pada konsentrasi 3% memberikan perlindungan maksimal. Dari hasil karakterisasi kitosan dari

tulang sotong, kualitas mutu kitosan masuk dalam standart kitosan yang diperuntukan dalam industri, sedangkan kemampuan sebagai tabir surya dilihat dari besaran nilai spf konsentrasi 3% memiliki kemampuan proteksi maksimal. Dapat disimpulkan kitosan memiliki potensi sebagai tabir surya.

KESIMPULAN

Karakteristik kitosan yang disintetis dari tulang sotong memberikan rendemen sebesar 31%, warna putih berbentuk serbuk tidak berbau, kadar air sebesar 0.93%, larut dalam larutan asam asetat 2% dan memiliki derajat deasetilasi sebesar 71% serta konsentrasi kitosan 3% berpotensi sebagai tabir surya yang memberikan daya proteksi maksimal.

UCAPAN TERIMAKASIH

Peneliti mengucapkan terimakasih kepada Direktorat Riset dan Pengabdian Masyarakat, Kemeterian Riset, Teknologi, dan Pendidikan Tinggi atas dukungan yang diberikan kepada peneliti berupa bantuan dana penelitian yang

menunjang berlangsungnya penelitian ini dengan baik.

DAFTAR PUSTAKA

- 1 Suhardi. 1993. *Khitin dan Khitosan*, Pusat Antar Universitas Pangan&Gizi. Universitas Gadjah Mada: Yogyakarta
- 2 Agusnar, Harry, (2005). Analisis sumber kitin dari limbah industry perikanan di Sumatra utara. *Jurnal Sains Kimia*. Vol 9, No.2, 2005: 85-86
- 3 Ambore, S. (2014). A brief overview on chitosan applications. (January)
- 4 Cerqueira-coutinho, C., Santos-oliveira, R., & Mansur, C. R. (2015). Development of a photoprotective and antioxidant nanoemulsion containing chitosan as an agent for improving skin retention. 593–604. <https://doi.org/10.1002/elsc.201400154>
- 5 Mohammad Sadegh Khakshoor, Jamileh Pazooki. (2015). Screening of antimicrobial potential of chitosan and polysaccharide extracted from cuttlebone of sepia pharaonis. *IJAPBS* ISSN: 2278-0246
- 6 Shabunin, A. S., Yudin, V. E., Dobrovolskaya, I. P., Zinovyev, E. V, Zubov, V., Ivan, E. M., & Morganti, P. (n.d.). Chitin / Chitosan Nanofibers: Processing and Biomedical Applications. <https://doi.org/10.3390/cosmetic6010016>
- 7 Agustina,Sry., Kurniasih, Yeti. 2013. Pembuatan kitosan dari

- cangkang udang dan aplikasinya sebagai adsorben untuk menurunkan kadar logam cu. *Seminar Nasional FMIPA UNDIKSHA III Tahun 2013*
- 8 Mansur, J. S., Breder M. N. R., Mansur, M.C.A. dan Azulay, R.D., 1986, *Determination of Sun Protecting Factor by Spectrofotometry*, 121-124, An. Bras, Dermatol, Rio de Janeiro
 - 9 Azhar, M., Efendi, J., Syofyeni, E., Lesi, R. M., dan Novalina, S. 2010. Pengaruhkonsentrasi NaOH dan KOH terhadapderajat deasetilasi kitin dari limbah kulitudang. *Eksakta* 1 (11).
 - 10 Al-Manhel, A. J., Al-Hilphy, A. R. S., & Niamah, A. K. (2018). Extraction of chitosan, characterisation and its use for water purification. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences*, 17(2), 186–190. <https://doi.org/10.1016/j.jssas.2016.04.001>
 - 11 Muxika, A., Etxabide, A., Uranga, J., Guerrero, P., & de la Caba, K. (2017). Chitosan as a bioactive polymer: Processing, properties and applications. *International Journal of Biological Macromolecules*, 105, 1358–1368. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.07.087>
 - 12 Goskonda S. R., 2009, *Handbook of Pharmaceutical Excipients*, Sixth Edition, Rowe R. C., Sheskey, P. J., Queen, M. E. (Editor), London, Pharmaceutical Press and American Pharmacists Assosiation, 754-755
 - 13 Knoor D. 2004. Functional properties of chitin and chitosan. *J. Food. Sci.*47 : 36 – 38.
 - 14 Muzzarelli, R. A. A., & Rocchetti, R. (1985). Determination of the degree of acetylation of chitosans by first derivative ultraviolet spectrophotometry. *Carbohydrate Polymers*. [https://doi.org/10.1016/0144-8617\(85\)90005-0](https://doi.org/10.1016/0144-8617(85)90005-0)
 - 15 Harry, R.G., Wilkinson, J.B. & Moore, R.J., 1982, *Harry's Cosmeticology*, 7th ed, 314-333, Chemical Publishing Company, New York
 - 16 Horwitz, SN., Keith AD., Snipes W., 1982, *Newer Sunscreen : Principle of Cosmetics for Dermatologist*, 210-220, The C.V Mosby Company, London