

Optimasi Proses Deasetilasi Kitin menjadi Kitosan dari Selongsong Maggot menggunakan RSM

Rendy Ardianto dan Rizka Amalia*

*Jurusan Teknologi Rekayasa Kimia Industri, Sekolah Vokasi, Universitas Diponegoro
Jl. Prof. Soedarto Tembalang, Semarang, 50275, Indonesia
Email: amaliarizka@live.undip.ac.id*

Abstrak

Maggot (*Hermetia illucens*) adalah organisme yang berasal dari telur Black Soldier Fly (BSF) dan salah satu organisme pembusuk karena mengonsumsi bahan-bahan organik untuk bertahan hidup. Di Indonesia budidaya Black Soldier Fly (BSF) semakin diminati belakangan ini. Dalam budidaya Black Soldier Fly selalu menghasilkan limbah berupa selongsong Black Soldier Fly yang masih belum banyak digunakan yaitu sekitar 2/5 dari total produksi. Saat ini selongsong maggot belum banyak dimanfaatkan. Padahal, selongsong maggot berpotensi menjadi bahan baku alternatif dalam produksi kitosan. Dengan demikian, Black Soldier Fly (BSF) ini merupakan sumber baru biopolimer kitin yang menarik untuk diteliti dan digunakan dalam berbagai aplikasi. Untuk produksi kitin sendiri ada 3 tahap yaitu meliputi proses demineralisasi, deproteinasi, dan depigmentasi. Untuk mengubah kitin menjadi kitosan dilakukan proses deasetilasi. Nilai derajat deasetilasi sangat mempengaruhi kualitas kitosan yang dihasilkan. Faktor-faktor utama yang menentukan keberhasilan proses deasetilasi adalah suhu dan waktu ekstraksi. Oleh karena itu, penelitian ini dilakukan untuk mengetahui optimasi produksi kitosan berbasis selongsong maggot dengan variasi waktu dan suhu. Optimasi suhu dilakukan pada variasi suhu deasetilasi 60°C, 70°C, 80°C dan variasi waktu 8, 10, dan 12 jam dengan metode Response Surface Methodology (RSM). Derajat deasetilasi tertinggi diperoleh saat suhu 84,14214°C dengan waktu 10 jam menghasilkan 93,03823%

Kata kunci : maggot, selongsong, kitosan, deasetilasi, RSM.

Abstract

Optimization of the Chitin Deacetylation Process to Chitosan from Maggot Sleeves using RSM

*Maggot (*Hermetia illucens*) is an organism that comes from Black Soldier Fly (BSF) eggs and is one of the decaying organisms because it consumes organic materials to survive. In Indonesia, the cultivation of the Black Soldier Fly has been increasingly in demand lately. In Black Soldier Fly cultivation, it always produces waste in the form of Black Soldier Fly casings which are still not widely used, which is around 2/5 of the total production. Currently maggot casings have not been used much. In fact, maggot sleeves have the potential to become alternative raw materials in chitosan production. Therefore, the Black Soldier Fly (BSF) is an interesting new source of biopolymer chitin for research and use in various applications. For the production of chitin itself there are 3 stages which include the process of demineralization, deproteination, and depigmentation. To convert chitin into chitosan, a deacetylation process is carried out. The degree of deacetylation greatly affects the quality of the chitosan produced. The main factors that determine the success of the deacetylation process are temperature and extraction time. Therefore, this research was conducted to determine the optimization of chitosan production based on maggot sleeves with variations in time and temperature. Temperature optimization was carried out at various deacetylation temperatures of 60oC, 70oC, 80oC and time variations of 8, 10 and 12 hours using the Response Surface Methodology (RSM) method. The highest degree of deacetylation was obtained at 84.14214°C for 10 hours to produce 93.03823%*

Keywords : maggot, sleeve, chitosan, deacetylation, RSM.

PENDAHULUAN

Maggot (*Hermetia illucens*) merupakan salah satu organisme pembusuk yang berasal dari telur *Black Soldier Fly* (BSF) (Silmina *et al.*, 2011). Di Indonesia budidaya *Black Soldier Fly* (BSF) semakin diminati belakangan ini. Hal ini disebabkan karena fase belatung dari BSF memiliki kadar protein yang tinggi (mencapai 40%) sehingga banyak dibudidayakan sebagai bahan baku protein alternatif. Dalam budidaya *Black Soldier Fly* (BSF) selalu menghasilkan limbah berupa selongsong *Black Soldier Fly* (BSF) yang masih belum banyak digunakan yaitu sekitar 40% dari total produksi (Wahyuni *et al.*, 2020). Selongsong maggot dihasilkan pada saat pupa berganti kulit ke tahap instar berikutnya. Kandungan dari selongsong maggot meliputi protein 44,5%, lemak 7,7%, abu 9,9%, dan 23% kitin (Liu *et al.*, 2017) (Soetemans *et al.*, 2020). Saat ini selongsong maggot belum banyak dimanfaatkan. Padahal, selongsong maggot berpotensi menjadi bahan baku alternatif dalam produksi kitosan.. Penelitian Selvina (2021) melaporkan bahwa selongsong maggot dapat diaplikasikan menjadi *edible coating* yang dapat mengawetkan buah anggur selama 7 hari. Dengan demikian, *Black Soldier Fly* (BSF) ini merupakan sumber baru biopolimer kitin yang menarik untuk diteliti dan digunakan dalam berbagai aplikasi.

Kitin merupakan biopolimer alami yang paling melimpah kedua setelah selulosa. Kitin bersumber tidak hanya dari selongsong maggot saja melainkan berasal dari krustasea dan jamur (Dompeipen, 2017). Penelitian oleh (Arif *et al.*, 2013) melaporkan kandungan kitin pada kulit udang putih sebesar 19,38%, kandungan kitin pada cangkang kepiting laut sebesar 55,56% (Murniati & Mudasir, 2013), dan pada cangkang kerang hijau sebesar 43,86% (Sikana *et al.*, 2016). Namun, produksi kitin dari selongsong maggot belum banyak diteliti. Pada salah satu penelitian oleh Wahyuni *et al.* (2020) melaporkan kandungan kitin pada selongsong maggot sebesar 5,78%. Untuk produksi kitin sendiri ada 3 tahap yaitu meliputi proses demineralisasi, deproteinasi, dan depigmentasi. Untuk mengubah kitin menjadi kitosan dilakukan proses deasetilasi.

Kitosan merupakan senyawa yang dihasilkan dari kitin dan mempunyai struktur kimia yang sama dengan kitin. Kitosan dibentuk dari kitin yang

dilanjutkan ke proses deasetilasi yaitu dengan mereaksikan alkali dengan konsentrasi tinggi dengan waktu yang relatif lama dan suhu tinggi. Perbedaan kitin dan kitosan adalah pada setiap cincin molekul kitin terdapat gugus asetil (-CH₃-CO) pada atom karbon kedua, sedangkan pada kitosan terdapat gugus amina (-NH).

Penelitian oleh Iffa (2018) melaporkan bahwa sisik ikan kakap merah menghasilkan kitosan dengan derajat deasetilasi sebesar 73,40%. Sartika *et al.*, (2016) meneliti proses deasetilasi cangkang rajungan dan mendapatkan hasil derajat deasetilasi sebesar 70,73%, kitosan pada tulang dalam cumi-cumi menghasilkan kitosan dengan derajat deasetilasi 73% (Yulianis *et al.*, 2020), dan cangkang kerang darah menghasilkan kitosan dengan derajat deasetilasi sebesar 89,95% (Bahri *et al.*, 2015). Sementara kandungan pada selongsong maggot sendiri pada penelitian Wahyuni *et al.* (2020) menghasilkan derajat deasetilasi 71,12%. Derajat deasetilasi sangat mempengaruhi kualitas kitosan yang dihasilkan. Derajat deasetilasi kitin yang sesuai SNI 7949:2013 yaitu minimal 75%.

Faktor-faktor utama yang menentukan keberhasilan proses deasetilasi adalah suhu dan waktu. Semakin meningkat suhu maka semakin banyak gugus asetil yang terlepas dari kitin sehingga meningkatkan derajat deasetilasi kitosan yang dihasilkan. Namun jika suhu terlalu tinggi dapat merusak struktur kitin (Siregar, 2016). Sedangkan semakin tinggi derajat deasetilasi akan semakin baik kitosan yang diperoleh (Setha *et al.*, 2019). Pada penelitian ini akan dilakukan untuk optimasi produksi kitin dan kitosan berbasis selongsong maggot dengan variasi waktu dan suhu proses deasetilasi. Optimasi suhu dilakukan pada variasi suhu deasetilasi 60°C, 70°C, 80°C dan variasi waktu 8, 10, dan 12 jam dengan metode *Response Surface Methodology* (RSM).

METODOLOGI

Alat yang digunakan yaitu gelas beaker, labu takar, gelas ukur, pipet tetes, neraca analitik, timbangan, stopwatch, kertas saring, gelas arloji, cawan petri, kaca pengaduk, *magnetic stirrer*, termometer, klem dan statif, saringan, blender, pisau, dan corong kaca. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah selongsong maggot 500 gram, HCl 3 M, NaOH 2 M, KMnO₄ 1%, Asam Oksalat 1%, dan Aquadest.

Rancangan percobaan pada penelitian ini dengan metode *Respons Surface Methodology* (RSM) dengan variabel tetap konsentrasi HCl 3 M, NaOH 2 M, KMnO₄ 1%, Asam Oksalat 1%, dan NaOH pada deasetilasi i 50%. Sedangkan variabel bebas meliputi suhu ekstraksi 60°C, 70°C, 80°C dan waktu ekstraksi 8 jam, 10 jam, 12 jam.

Proses ekstraksi dilakukan 4 tahap yaitu demineralisasi, deproteinasi, depigmentasi, dan deasetilasi. Proses demineralisasi dilakukan perendaman menggunakan larutan HCl 3 M dengan perbandingan 1:10 selama 36 jam. Sampel disaring dengan saringan 500 mesh dan residunya dicuci sampai netral pH-nya dengan aquadest (Wang *et al.*, 2020). Proses deproteinasi dilakukan perendaman menggunakan NaOH 2 M dengan perbandingan 1:10 selama 36 jam. Sampel yang sudah direndam, disaring dan dicuci sampai netral dengan metode yang sama. Proses depigmentasi atau penghilangan pigmen dilakukan melalui perendaman dan pengadukan dengan kecepatan 150 rpm. Selongsong maggot direndam dengan pelarut 100 mL KMnO₄ 1% kemudian dilanjutkan dengan perendaman 100 ml Asam oksalat 1% masing-masing selama 2 jam. Setelah dilakukan ekstraksi kitin, kemudian kitin yang didapatkan dicuci sampai netral dan dikeringkan. Timbang kitin untuk mengetahui rendemen dari hasil ekstraksi kitin. Proses deasetilasi dilakukan dengan perendaman larutan NaOH 50% dengan perbandingan massa kitin dan pelarut 1:30 (g/ml). Kemudian pengadukan dilanjutkan dengan menggunakan *magnetic stirrer* yang diaduk di atas *hot plate* menggunakan suhu dan waktu tertentu. Optimasi suhu dilakukan pada variasi suhu deasetilasi 60°C, 70°C, 80°C dengan variasi waktu 8, 10, dan 12 jam.

Bahan setengah jadi berupa kitin dianalisis kandungannya dengan FTIR. Kitosan yang dihasilkan dianalisa kadar air, kadar abu, kadar nitrogen, FTIR, dan derajat deasetilasi dengan cara titrasi. Derajat deasetilasi dapat dihitung dengan rumus :

$$\% DD = \frac{C1V1 - C2V2}{M \times 0,0994} \times 0,016 \times 100\%$$

Keterangan : C1 = Konsentrasi larutan HCl; V1 = Volume larutan standar HCl; C2 = Konsentrasi larutan standar NaOH; V2 = Volume larutan

standar NaOH; M = Berat konstan kitosan; 0,016 = Berat molekul NH₂ dalam 1 cm³ 0,1 mol.dm⁻³ HCl dalam gram; 0,0994 = Nilai NH₂ teoritis

HASIL DAN PEMBAHASAN

Ekstraksi Kitin dari Selongsong Maggot

Pada penelitian ini, proses ekstraksi kitin dilakukan dengan 3 tahapan yaitu demineralisasi, deproteinasi, dan depigmentasi. Proses demineralisasi merupakan proses penghilangan mineral yang terdapat di dalam selongsong maggot, mineral yang terkandung di dalamnya dalam bentuk kalsium karbonat (CaCO₃) dan kalsium fosfat (Ca₃(PO₄)₂) (Mursida *et al.*, 2018). Pada saat proses demineralisasi ditandai dengan adanya gas CO₂ yang berupa gelembung udara pada saat selongsong maggot dimasukkan ke dalam larutan HCl 3 M (Mursida *et al.*, 2018). Hasil dari proses demineralisasi yang telah dicuci menjadi lebih lunak karena telah kehilangan kandungan mineral dan protein sehingga menghasilkan padatan serbuk berwarna hitam (Younes & Rinaudo, 2015). Dilanjutkan dengan proses deproteinasi yaitu ion Na⁺ akan mengikat ujung rantai protein yang bermuatan negatif sehingga akan larut dengan pelarut NaOH (Rohima, 2014). Dilakukan pencucian sampel pada setiap proses sampai netral bertujuan agar tidak terjadi perubahan pH yang ekstrim ketika perpindahan dari larutan yang sangat asam ke larutan yang akan sangat basa yang dapat menyebabkan kerusakan pada sampel (Sugita & Wukirsari, 2019). Proses selanjutnya yaitu depigmentasi, menurut Budiyo (2016) proses ini merupakan proses yang menentukan keberhasilan proses dari deproteinasi karena mempengaruhi warna kitosan yang dihasilkan. Proses ini menggunakan larutan KMnO₄ untuk menghilangkan pigmen yang masih terikat dengan kitin. Hasil depigmentasi menunjukkan perubahan warna kitin menjadi putih kekuningan. Setelah dilakukan 3 tahapan ekstraksi tersebut didapatkan rendemen sebesar 93%.

Karakterisasi Fisik dan Kimia Kitosan

Kitin yang sudah terbentuk akan diubah menjadi kitosan dengan proses deasetilasi. Proses deasetilasi dilakukan dengan pengadukan dan perendaman NaOH 50% yang ditujukan untuk

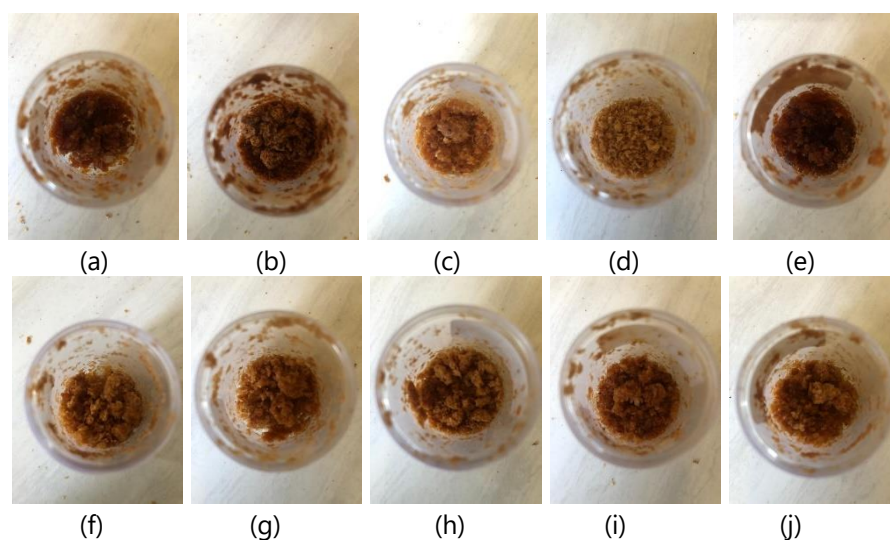
memutus ikatan antara karbon pada gugus asetil dengan atom nitrogen pada kitin sehingga berubah menjadi gugus amina (NH_2). Menggunakan konsentrasi NaOH 50% karena dianggap lebih ekonomis dan ramah lingkungan dibanding dengan konsentrasi yang lebih tinggi. Selain itu, penggunaan konsentrasi yang lebih tinggi sangat dihindari karena semakin besar konsentrasi basa yang digunakan untuk deasetilasi akan meningkatkan kemungkinan terjadinya tumbukan dalam reaksi deasetilasi (Azhar *et al.*, 2010). Kitin tahan terhadap basa karena memiliki unit yang berstruktur kristalin dan adanya ikatan hidrogen yang meluas antar atom nitrogen dan gugus hidroksil (Savitri *et al.*, 2010). Hasil kitosan dapat dilihat pada Gambar 1.

Kitosan yang didapat dari kitin melalui proses deasetilasi dengan variasi suhu dan waktu ekstraksi menghasilkan karakterisasi warna yang berbeda dari warna coklat hingga putih kekuningan. Menurut Melati (2014), suhu berpengaruh pada warna dan penampilan fisik kitosan dimana ekstraksi kitosan dengan suhu yang tinggi akan cenderung lebih putih kekuningan dan penampilan fisiknya akan semakin mendekati serbuk jika dibandingkan dengan ekstraksi pada suhu rendah. Karakterisasi penampilan fisik kitosan yang dihasilkan pada proses deasetilasi pada suhu 80 °C dan waktu 8 jam memiliki warna putih

kekuningan dan memiliki bentuk kepingan serbuk serta tekstur yang halus seperti pada Gambar 1. Hasil percobaan ini sudah menghasilkan warna dan tekstur kitosan yang baik dan sudah memenuhi SNI 7949:2013 dimana kitosan yang baik harus memiliki warna putih yang cenderung kekuningan dengan tekstur berupa serbuk yang halus.

Kitosan dengan kadar air dan kadar abu terendah didapatkan pada suhu ekstraksi 84,14214 °C selama 10 jam sebesar 7,65% dan 4,82%. Kitosan dengan kadar air dan kadar abu tertinggi sebesar 42,37% dan 20,01% didapatkan pada ekstraksi suhu 55,85786 °C selama 10 jam. Menurut SNI7949:2013, kitosan yang baik harus memiliki kadar air maksimal 12% dan kadar abu maksimal 5%.

Berdasarkan hasil percobaan dengan Tabel 1 didapatkan bahwa nilai rendemen terbesar 93,947 % dengan suhu 70°C dan waktu 7,17 jam sedangkan rendemen terkecil pada suhu 80°C dengan waktu 12 jam menghasilkan rendemen 80,435%. Pada Tabel 1 ini juga menjelaskan bahwa semakin tinggi suhu dan semakin lama waktu reaksi maka semakin kecil hasil rendemen yang diperoleh. Hal ini terjadi karena proses deasetilasi yang menyebabkan banyak gugus asetil pada kitin yang tereduksi dan berubah menjadi kitosan sehingga rendemen semakin turun (Wahyuni *et al.*, 2016). Hal tersebut juga sesuai dengan pernyataan Wiyarsi & Priyambodo (2009) dimana kitosan yang



Gambar 1. (a) Suhu 60°C 8 Jam (b) Suhu 60°C 12 Jam (c) Suhu 80°C 8 Jam (d) Suhu 80°C 12 Jam (e) Suhu 55,86°C 10 Jam (f) Suhu 84,14°C 10 Jam (g) Suhu 70°C 7,17 Jam (h) Suhu 70°C 12,83 Jam (i) Suhu 70°C 10 Jam (j) Suhu 70°C 10 Jam

Tabel 1. Karakterisasi Fisik dan Kimia Kitosan

Run	Suhu (°C)	Waktu (Jam)	Kadar Air (%)	Kadar Abu (%)	Warna
1	60	8	42,68	19,36	Coklat
2	60	12	41,75	19,02	Coklat
3	80	8	10,92	8,74	Putih kekuningan
4	80	12	9,58	5,88	Putih kekuningan
5	55,85786	10	42,37	20,01	Coklat
6	84,14214	10	7,65	4,82	Putih kekuningan
7	70	7,17157	37,95	18,97	Kuning kecoklatan
8	70	12,82843	27,39	14,45	Kuning kecoklatan
9	70	10	31,23	18,69	Kuning kecoklatan
10	70	10	31,97	17,47	Kuning kecoklatan

telah mengalami proses demineralisasi, deproteinasi, depigmentasi, dan deasetilasi akan mengakibatkan bobot kitosan menurun yang disebabkan komponen mineral dan protein akan larut dalam larutan HCl dan NaOH.

Derajat deasetilasi merupakan parameter keberhasilan proses deasetilasi. Menurut Siregar (2016) suhu dan waktu berpengaruh terhadap derajat deasetilasi dimana semakin tinggi suhu maka semakin banyak gugus asetil yang terlepas dari kitin sehingga derajat deasetilasi semakin meningkat. Sedangkan pada suhu rendah reaksi berjalan dengan lambat sehingga deasetilasi tidak sempurna. Namun jika suhu terlalu tinggi dapat merusak struktur dari kitosan sendiri. Penelitian ini didapatkan derajat deasetilasi tertinggi pada suhu ekstraksi 84,14214°C dengan waktu 10 jam menghasilkan 93,03823% dan derajat deasetilasi terendah pada suhu 60°C dengan waktu 12 jam menghasilkan 88,53119%. Hasil tersebut lebih besar dari penelitian yang dilakukan oleh Wahyuni *et al.* (2020) dimana pada suhu 80°C menghasilkan derajat deasetilasi sebesar 75,98%. Dalam penelitian ini, derajat deasetilasi dapat dikatakan sudah memenuhi SNI 7949:2013 dimana derajat deasetilasi kitosan minimal 75%. Namun, kadar nitrogen yang didapatkan pada ekstraksi kitosan dengan suhu 84,14 °C selama 10 jam sebesar 41%. Kitosan dengan kadar nitrogen 41% belum memenuhi SNI kitosan karena kadar nitrogen kitosan menurut SNI 7949:2013 maksimal 5%. Hal tersebut disebabkan kurang optimalnya proses deproteinasi menyebabkan kandungan protein kitosan besar. Proses deproteinasi sangat menentukan seberapa banyak protein yang hilang dari kitosan.

Rendemen Kitosan

Berdasarkan Tabel 1, rendemen yang didapat akan dianalisa dengan metode RSM (*Response Surface Methodology*) dimana metode tersebut sebuah teknik statistika empiris yang digunakan untuk analisis regresi. Teknik statistika empiris ini digunakan untuk menyelesaikan persamaan multivariable secara simultan yang menggunakan data multivariabel- kuantitatif (Yulianto *et al.*, 2018). Telah banyak jenis penelitian yang telah menggunakan *Response Surface Methodolgy* (RSM) dalam berbagai optimasi. Optimasi ekstraksi kitin dari pupa selongsong maggot dilakukan melalui 10 percobaan menggunakan variabel suhu dan waktu. Nilai test (t) menunjukkan nilai lebih besar dari nilai percobaan (p). Keakuratan model ini dapat diketahui dari harga koefisien determinasi (R^2). Nilai R^2 memberikan ukuran seberapa banyak variabilitas dalam nilai-nilai respon yang diamati dapat dijelaskan oleh variabel percobaan dan interaksi mereka. Harga R^2 ini dapat menyimpulkan bahwa nilai yang diperkirakan dengan model mendekati nilai yang diperoleh dari hasil percobaan. Nilai R^2 selalu berada di antara 0 dan 1. Semakin dekat nilai R^2 terhadap 1, menunjukkan bahwa model tersebut baik dalam memprediksi respon (Yulianto *et al.*, 2018). Dalam percobaan ini, nilai koefisien determinasi ($R^2 = 0,98968$). Hal ini menunjukkan bahwa 98,968% menunjukkan variabilitas dalam respon dapat dijelaskan oleh model pada Tabel 2.

Pada Gambar 2 menunjukkan hubungan antara suhu dan waktu ekstraksi selongsong maggot terhadap rendemen kitosan dimana semakin lama waktu dan semakin besar suhu

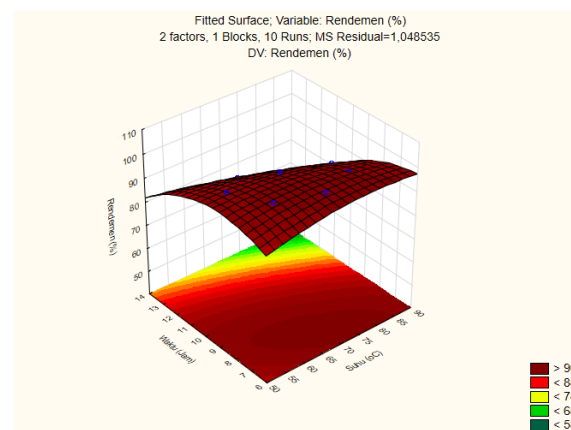
ekstraksi maka rendemen akan semakin menurun. Pada plot *Response Surface* mengindikasikan kondisi operasi optimum pada suhu 71°C dengan waktu 7,1 jam menghasilkan rendemen >96%. Dengan menerapkan persamaan regresi polinomial orde dua, pada response fitted surface variabel suhu dan waktu didapatkan persamaan :

$$Z = -15,814555406214 + 1,7729313132926X - 0,007948125000012X^2 - 14,542173847575Y - 0,56732812500003Y^2 + 0,09061250000005XY$$

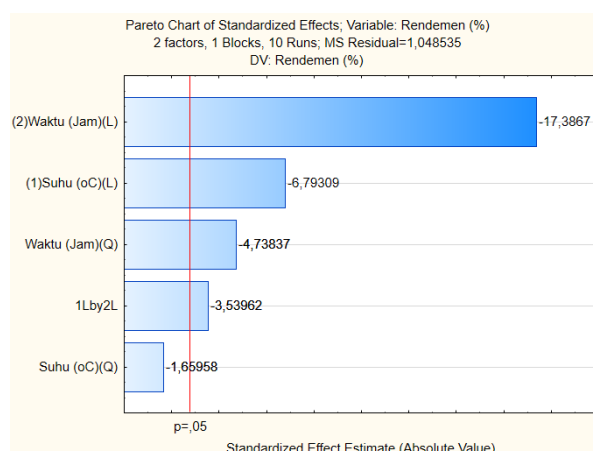
Keterangan: Z = *response* (rendemen); X = suhu (°C); Y = waktu (jam).

Kedekatan nilai yang diperkirakan dengan model mendekati nilai yang diperoleh dari hasil

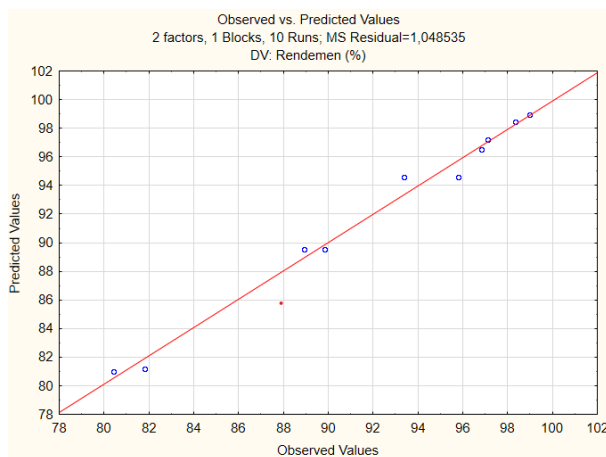
percobaan disajikan pada Gambar 4. Nilai plot didalam grafik menunjukkan korelasi yang cukup memuaskan antara nilai-nilai percobaan dan perkiraan, karena penyimpangan antara nilai tersebut mendekati garis yang linear. Koefisien regresi dapat diperjelas dengan diagram pareto (Gambar 3) untuk setiap variabel. Dari blok diagram pareto, tampak variabel yang paling mempengaruhi adalah waktu dan diikuti oleh suhu. Hal tersebut sesuai dengan pernyataan Wahyuni *et al.* (2016) yang menjelaskan bahwa semakin tinggi suhu dan semakin lama waktu reaksi maka semakin kecil hasil rendemen yang diperoleh yang dikarenakan proses deasetilasi sehingga banyak gugus asetil pada kitin yang tereduksi dan berubah menjadi kitosan yang menyebabkan rendemen semakin turun.



Gambar 2. Response Fitted Surface Variabel Suhu dan Waktu terhadap (%) Rendemen Kitosan



Gambar 3. Diagram Pareto terhadap (%) Rendemen Kitosan



Gambar 4. Perbandingan Data Percobaan dan Perkiraan (%) Rendemen Kitosan

Tabel 2. Data Estimasi Efek

Faktor	Efek	Standard Error
(1) Suhu (°C) (L)	-4,9186	0,724063
Suhu (°C) (Q)	-1,5896	0,957846
(2) Waktu (Jam) (L)	-12,5891	0,724063
Waktu (Jam) (Q)	-4,5386	0,957846
1L by 2L	-3,6245	1,023980
Rata – rata	94,6050	0,724063
R ²		0,98968

Hasil dari respon permukaan tingkat kedua yang sesuai dalam bentuk ANOVA yang ada pada Tabel 3. Hal ini diperlukan untuk menguji signifikansi dan kecukupan model. Nilai P yang didapatkan pada penelitian ini sebagian besar kurang dari 0,01 sehingga dapat menunjukkan bahwa model tersebut cukup untuk memprediksi rendemen dalam rentang variabel yang diteliti. Pada Tabel 3, suhu (L), waktu (L), waktu (Q), dan 1L by 2L menunjukkan signifikan dalam mempengaruhi rendemen pada ekstraksi selongsong maggot dikarenakan nilai p kurang dari 0,05. *Fisher rasio varians*, nilai $F (=S^2_r/S^2_e)$ merupakan ukuran statistik yang valid dari seberapa baik faktor menjelaskan variasi dalam data tentang *mean*. Semakin besar nilai F, maka semakin menunjukkan keseragaman (Yulianto *et al.*, 2018). Dari Tabel 3 didapat nilai F hitung sebesar 386,1776 sedangkan dari F tabel dengan $\alpha = 0,05$ didapatkan hasil 0,192598. Jadi, nilai F hitung > F tabel maka dikatakan H_0 ditolak, atau ada perbedaan sangat

nyata pada setiap variabel. Sehingga dapat dikatakan bahwa ANOVA dari model regresi menunjukkan korelasi signifikan.

Parameter optimasi untuk ekstraksi kitin dari pupa selongsong maggot terhadap suhu dan waktu ditentukan dengan *critical value* (nilai kritis). Sehingga, nilai kritis untuk optimasi % rendemen kitosan dicapai saat suhu 70,62426°C, waktu 7,17639 jam, dan % rendemen kitosan 98,97156%.

Derajat Deasetilasi

Berdasarkan data Tabel 1 hasil derajat deasetikasi dianalisa dengan metode *response surface methology*. Pada Gambar 5 menunjukkan hubungan antara suhu dan waktu ekstraksi selongsong maggot terhadap derajat deasetilasi kitosan. Berdasarkan plot *Response Surface* mengindikasikan kondisi operasi optimum pada suhu 84°C dengan waktu 9,6 jam menghasilkan rendemen >93%. Dengan menerapkan analisis regresi berganda pada data percobaan, diperoleh

persamaan polinomial tingkat dua untuk mewakili perolehan derajat deasetilasi sebagai berikut :

$$Z = 101,27835010269 - 0,076617339186873X - 0,00081705625000002X^2 - 1,6290132609613Y - 0,04080140625Y^2 + 0,028183875XY$$

Keterangan: Z = *response* (derajat deasetilasi); X = suhu (°C); Y = waktu (jam).

Optimasi proses ekstraksi kitosan dengan menggunakan selongsong maggot dilakukan melalui 10 kali percobaan menggunakan variabel suhu dan waktu. Keakuratan jenis model ini dapat diketahui dari harga koefisien determinasi (R²). Dimana didapatkan nilai R² sebesar 0,89584 yang

menunjukkan bahwa 89,584% dari variabilitas dalam respon dapat dijelaskan oleh model Tabel 5.

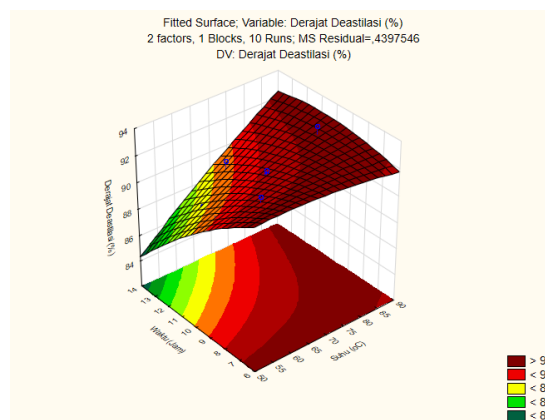
Kedekatan nilai yang diperkirakan dengan model mendekati nilai yang diperoleh dari hasil percobaan disajikan pada Gambar 7. Nilai plot didalam grafik menunjukkan korelasi yang cukup memuaskan antara nilai-nilai percobaan dan perkiraan, karena penyimpangan antara nilai tersebut mendekati garis yang linear. Koefisien regresi dapat diperjelas dengan diagram pareto (Gambar 6) untuk setiap variabel. Dari blok diagram pareto, tampak variabel yang paling mempengaruhi adalah waktu yang kemudian diikuti oleh suhu. Menurut Siregar (2016) menyatakan bahwa semakin lama waktu deasetilasi maka semakin besar derajat deasetilasi yang

Tabel 3. Analisa Varian Model Persamaan Polinomial Ekstraksi Kitosan dari Selongsong Maggot

Faktor	SS	dF	MS	F	p
(1)Suhu (°C)(L)	48,3857	1	48,3857	46,1460	0,002452
Suhu (°C)(Q)	2,8879	1	2,8879	2,7542	0,172336
(2)Waktu (Jam)(L)	316,9686	1	316,9686	302,2966	0,000064
Waktu (Q)	23,5418	1	23,5418	22,4521	0,009048
1L by 2L	13,1370	1	13,1370	12,5289	0,024022
Error	4,1941	4	1,0485		
Total SS	406,4042	9		386,1776	

Tabel 4. Nilai Prediksi (%) Rendemen Kitosan pada Nilai Kritis dari Suhu dan Waktu Ekstraksi Selongsong Maggot

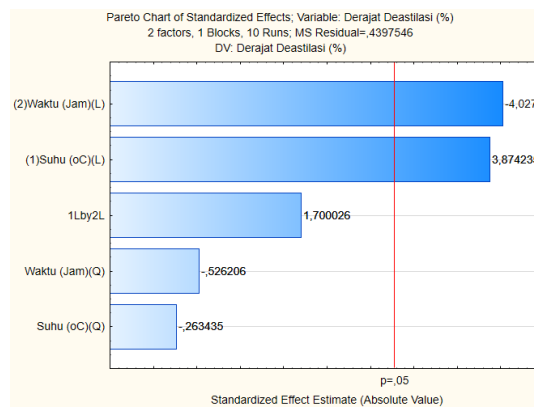
Faktor	Nilai Minimum Perlakuan	Nilai Kritis	Nilai Maksimum Perlakuan
Suhu (°C)	55,85786	70,62426	84,14214
Waktu (Jam)	7,17157	7,17639	12,82843
Perkiraan % Rendemen		98,97156	



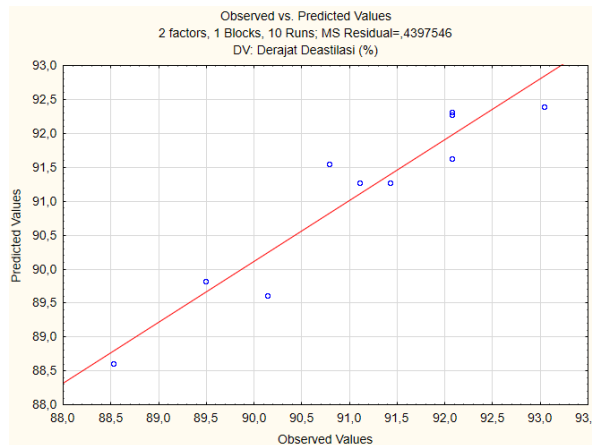
Gambar 5. Response Fitted Surface Variabel Suhu dan Waktu terhadap (%) Derajat Deasetilasi

Tabel 5. Data Estimasi Efek

Faktor	Efek	Standard Error
(1) Suhu (°C) (L)	1,81667	0,468911
Suhu (°C) (Q)	-0,16341	0,620311
(2) Waktu (Jam) (L)	-0,32641	0,468911
Waktu (Jam) (Q)	1,12735	0,620311
1L by 2L	1,12735	0,663140
Rata – rata	91,27	0,468911
R ²		0,89584



Gambar 6. Diagram Pareto Pengaruh Terhadap (%) Derajat Deasetilasi



Gambar 7. Perbandingan Data Percobaan dan Perkiraan (%) Derajat Deasetilasi

dihasilkan. Jika suhu semakin meningkat maka semakin banyak gugus asetil yang terlepas dari kitin sehingga meningkatkan derajat deasetilasi kitosan yang dihasilkan. Sedangkan pada suhu yang rendah reaksi akan berjalan dengan lebih lambat.

Hasil dari respon permukaan tingkat kedua yang sesuai dalam bentuk ANOVA yang ada pada Tabel 6. Hal ini diperlukan untuk menguji signifikasi

dan kecukupan model. Pada Tabel 6, Nilai p pada suhu (L) dan waktu (L) menunjukkan signifikan dalam mempengaruhi derajat deasetilasi pada ekstraksi selongsong maggot dikarenakan nilai p kurang dari 0,05. *Fisher rasio varians*, nilai F (= S^2r/S^2e) merupakan ukuran statistik yang valid dari seberapa baik faktor menjelaskan variasi dalam data tentang *mean*. Semakin besar nilai F, maka semakin menunjukkan keseragaman (Yulianto *et*

al., 2018). Dari tabel ANOVA didapat nilai F hitung sebesar 34,46928 sedangkan dari F tabel dengan $\alpha = 0,05$ didapatkan hasil 0,192598. Jadi, nilai F hitung $>$ F tabel maka dikatakan H_0 ditolak, atau ada perbedaan sangat nyata pada setiap variabel. Sehingga dapat dikatakan bahwa ANOVA dari model regresi menunjukkan korelasi signifikan.

Parameter optimasi untuk ekstraksi kitosan dari selongsong maggot terhadap suhu dan waktu ditentukan dengan *critical value* (nilai kritis). Sehingga, nilai kritis untuk optimasi % derajat deasetilasi kitosan dicapai saat suhu 78,91901°C, waktu 7,29424 jam, dan % derajat deasetilasi kitosan 92,31386%.

Analisa FTIR

Kitin dan kitosan dikarakterisasi dengan FTIR untuk menganalisis dan mengetahui gugus fungsi kitin dan kitosan yang didapat. Prinsip analisis FTIR yaitu mereaksikan radiasi elektromagnetik dengan sampel yang memiliki momen dipol permanen dan menentukan fraksi yang ada dalam sampel berdasarkan radiasi penyerapan energi dengan panjang gelombang tertentu (Armelia, 2020). Hasil FTIR dapat dilihat pada Gambar 8.

Hasil bilangan spektrum kitin dapat dilihat pada Gambar 8. Berdasarkan hasil analisis FTIR pada kitin terdapat beberapa gugus fungsi didalamnya yaitu gugus NH, CH, C=O, C-O-C, dan gugus lainnya. Senyawa kitin mengandung gugus NH yang merupakan termasuk gugus senyawa Amida dimana gugus tersebut dapat diserap pada bilangan gelombang 3140-3320 cm^{-1}

(Kristianingrum, 2016). Dengan FTIR, gugus NH pada sampel kitin didapatkan pada bilangan gelombang 3265,14 cm^{-1} . Senyawa kitin mengandung gugus CH khususnya senyawa Alkana dimana senyawa tersebut dapat diserap dengan bilangan gelombang 2852-2926 cm^{-1} . Pada sampel kitin yang dianalisa, gugus CH diserap tepatnya pada bilangan gelombang 2921,96 cm^{-1} . Senyawa kitin juga mengandung gugus C=O yaitu Karbonil dimana gugus tersebut dapat diserap dengan kisaran bilangan gelombang 1650 cm^{-1} . Gugus C=O pada sampel kitin ditemukan pada bilangan gelombang 1626,06 cm^{-1} . Gugus C-O-C atau senyawa Eter juga terkandung dalam kitin yang mana gugus tersebut dapat diserap dengan bilangan gelombang 1230-1270 cm^{-1} . Sampel kitin terindikasi gugus C-O-C tepatnya pada bilangan gelombang 1238,97 cm^{-1} .

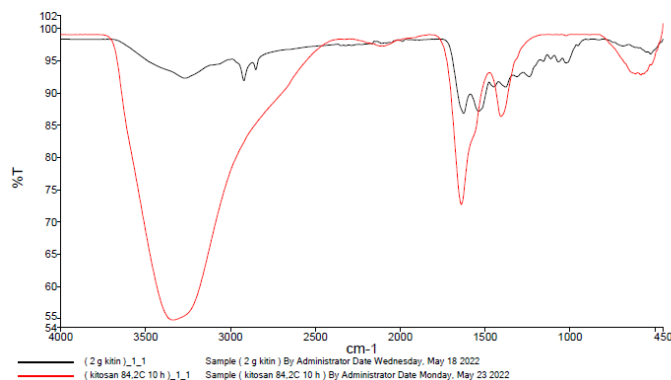
Karakteristik kitosan memiliki ciri khas pada gugus amida dan gugus hidroksil (Armelia, 2020). Hasil bilangan spektrum kitosan dapat dilihat pada Gambar 8. Kitosan mengandung beberapa gugus fungsi diantaranya gugus OH, C=O, dan gugus lainnya. Gugus OH merupakan gugus senyawa Alkohol yang terdapat pada kitosan dimana gugus tersebut dapat diserap dengan bilangan gelombang 3333-3704 cm^{-1} (Kristianingrum, 2016). Sedangkan pada sampel kitosan ditemukan gugus OH pada bilangan gelombang 3340,19 cm^{-1} . Senyawa kitosan juga mengandung gugus C=O yaitu senyawa karbonil yang dapat diserap di kisaran gelombang 1650 cm^{-1} . Sampel senyawa kitosan terindikasi gugus C=O pada bilangan

Tabel 6. Analisa Varian Model Persamaan Polinomial Ekstraksi Kitosan dari Selongsong Maggot

Faktor	SS	dF	MS	F	p
(1)Suhu (°C)(L)	6,60058	1	6,600585	15,00970	0,017929
Suhu (°C)(Q)	0,03052	1	0,030518	0,06940	0,805230
(2)Waktu (Jam)(L)	7,13423	1	7,134228	16,22320	0,015762
Waktu (Q)	0,12176	1	0,121765	0,27689	0,626571
1L by 2L	1,27093	1	1,270929	2,89009	0,164350
Error	1,75902	4	0,439755		
Total SS	16,88730	9		34,46928	

Tabel 7. Nilai Prediksi (%) Derajat Deasetilasi pada Nilai Kritis dari Suhu Dan Waktu Ekstraksi Selongsong Maggot

Faktor	Nilai Minimum Perlakuan	Nilai Kritis	Nilai Maksimum Perlakuan
Suhu (°C)	55,85786	78,91901	84,14214
Waktu (Jam)	7,17157	7,29424	12,82843
Perkiraan (%) Derajat Deasetilasi		92,31386	



Gambar 8. Hasil Spektrum Kitin dan Kitosan

gelombang 1639,93 cm⁻¹. Pada analisa FTIR ini tidak ditemukan gugus amida (NH₂) dikarenakan gugus tersebut merupakan senyawa volatil yang mudah menguap pada suhu kamar.

Perbandingan karakterisasi struktur senyawa kitin dan kitosan dapat dilihat ada Gambar 8. Perbedaan yang signifikan dapat dilihat pada bilangan gelombang 3400 cm⁻¹ dan 1650 cm⁻¹. Pada bilangan gelombang 3400 cm⁻¹, kitosan memiliki gugus OH lebih banyak daripada kitin dikarenakan kitosan sudah mengalami proses deasetilasi dengan larutan NaOH yang menyebabkan gugus OH pada kitosan akan semakin bertambah. Gugus OH pada NaOH akan berikatan dengan kitin sehingga membentuk kitosan. Sedangkan pada bilangan gelombang 1650 cm⁻¹, kitosan memiliki kandungan gugus C=O lebih besar dari kitin yang disebabkan proses desetilasi menghasilkan produk samping berupa Sodium Asetat yang dapat dilihat dari serapan gugus C=O semakin besar.

KESIMPULAN

Proses ekstraksi kitosan dengan bahan baku selongsong maggot telah dilakukan dalam penelitian ini. Variabel bebas yang digunakan yaitu suhu dan waktu. Rendemen kitosan tertinggi diperoleh pada suhu 70°C dengan waktu 7,17157 jam diperoleh rendemen sebesar 98,981%. Dan kandungan kitosan terendah diperoleh saat suhu 80°C dengan waktu 12 jam memperoleh presentase rendemen 80,435%. Derajat deasetilasi tertinggi diperoleh saat suhu 84,14214°C dengan waktu 10 jam menghasilkan 93,03823% dan derajat deasetilasi terendah dengan suhu 60°C dengan waktu 12 jam menghasilkan 88,53119%. Hal ini menandakan bahwa suhu dan waktu ekstraksi

sangat berpengaruh untuk pembentukan kitosan. Pada proses deproteinasi menghasilkan kitosan yang masih banyak mengandung protein. Pada penelitian selanjutnya disarankan untuk mengkaji pengoptimalan pada proses deproteinasi untuk menghasilkan kitosan yang memiliki kadar protein kitosan yang sesuai dengan SNI 7949:2013.

DAFTAR PUSTAKA

- Arif, A.R., Ischaidar, N.H. & Dali, S. 2013. Isolasi kitin dari limbah udang putih (*Penaeus merguensis*) secara enzimatik. *Seminar Nasional Kimia 2013*, p.10-16.
- Armelia, N. 2020. Uji Perbandingan Metode Penentuan Derajat Deasetilasi Kitosan Menggunakan Spektroskopi Infra Merah Dan Metode Volumetri. Repository UII.
- Azhar, M., Efendi, J., Sofyeni, E., Lesi, R.F. & Novalina, S. 2010. Pengaruh Konsentrasi Naoh Dan Koh Terhadap Derajat Deasetilasi Kitin Dari Kulit Udang. *Eksakta*, 1(11): 1-8.
- Badan Standarisasi Nasional. 2013. Kitosan - Syarat Mutu Dan Pengolahan. SNI 7949:2013
- Bahri, S., Rahim, E.A. & Syarifuddin, S. 2015. Derajat deasetilasi kitosan dari cangkang kerang darah dengan penambahan naoh secara bertahap. *Kovalen: Jurnal Riset Kimia*, 1(1):36-42
- Budiyono. 2016. Karakterisasi Kitin Dan Kitosan Asal Kulit Pupa Ulat Sutera Liar (*Attacus atlas* L.) Dari Perkebunan Teh Walini Purwakarta. [Skripsi]. Bogor (Id): Institut Pertanian Bogor.
- Dompeipen, E.J., 2017. Isolasi dan identifikasi kitin dan kitosan dari kulit udang Windu (*Penaeus monodon*) dengan spektroskopi inframerah. *Majalah Biam*, 13(1):31-41.
- Ifa, L. 2018. Pembuatan kitosan dari sisik ikan kakap merah. *Journal of Chemical Process Engineering*,

- 3(1):47-50.
- Kristianingrum, S. 2016. Handout Spektroskopi Infra Merah (Infrared Spectroscopy, IR). Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta
- Liu, X., Chen, X., Wang, H., Yang, Q., ur Rehman, K., Li, W., Cai, M., Li, Q., Mazza, L., Zhang, J. & Yu, Z. 2017. Dynamic changes of nutrient composition throughout the entire life cycle of black soldier fly. *PLoS One*, 12(8):p.e0182601.
- Melati, E. 2014. Pembuatan glukosamin hidroklorida (GlcN HCl) dari kitin karapas udang dengan metode autoklaf. [Skripsi]. Bogor (Id): Institut Pertanian Bogor.
- Murniati, D. & Mudasir, M. 2013. Isolasi Kitin dari Cangkang Kepiting Laut (*Portunus pelagicus* Linn.) serta Pemanfaatannya untuk Adsorpsi Fe dengan Pengompleks 1, 10-fenantrolin. *None*, 3:p.108292.
- Mursida, M., Tasir, T. & Sahriawati, S. 2018. Efektifitas Larutan Alkali pada Proses Deasetilasi dari Berbagai Bahan Baku Kitosan. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 21(2):356-366. DOI: 10.17844/Jphpi.V21i2.23091.
- Rochima, E., 2014. Kajian pemanfaatan limbah rajungan dan aplikasinya untuk bahan minuman kesehatan berbasis kitosan. *Jurnal Akuatika*. 5(1): 71-82.
- Sartika, I.D., Alamsjah, M.A., & Sugijanto, N.E.N. 2016. Isolasi dan karakterisasi kitosan dari cangkang rajungan (*Portunus pelagicus*). *Jurnal Biosains Pascasarjana*, 18(2):98-111. DOI: 10.20473/jbp.v18i2.2016.98-111
- Savitri, E., Soeseno, N. and Adiarto, T., 2010. Sintesis kitosan, poli (2-amino-2-deoksi-D-Glukosa), skala pilot project dari limbah kulit udang sebagai bahan baku alternatif pembuatan biopolimer. Repository. UPN "Veteran" Yogyakarta
- Selvina, R., Karakterisasi dan Aplikasi Kitosan Selongsong Pupa Black Soldier Fly sebagai Edible Coating pada Anggur Merah (*Vitis vinifera*). Repository IPB University
- Setha, B., Rumata, F., & Silabab, B. 2019. Characteristics of Chitosan from White Leg Shrimp Shells Extracted Using Different Temperature and Time of the Deasetilation Process. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 22(3):498-507.
- Sikana, A.M., Ningsih, N.F., Saputri, M.R., Wandani, S.A. and Ambarwati, R., 2016. Pemanfaatan Limbah Cangkang Kupang Sebagai Sumber Kitin dan Kitosan. *Sains dan Matematika*, 4(2):50-54
- Silmina, D., Edriani, G. & Putri, M. 2011. Efektifitas berbagai media budidaya terhadap pertumbuhan maggot *Hermetia illucens*. IPB Bogor.
- Siregar, E.C., Suryati, S. & Hakim, L. 2017. Pengaruh suhu dan waktu reaksi pada pembuatan kitosan dari tulang sotong (*Sepia officinalis*). *Jurnal Teknologi Kimia Unimal*, 5(2):37-44.
- Soetemans, L., Uyttebroek, M. & Bastiaens, L., 2020. Characteristics of chitin extracted from black soldier fly in different life stages. *International Journal of Biological Macromolecules*, 165:3206-3214.
- Sugita, P. & Wukirsari, T. 2019. *Kitosan: sumber biomaterial masa depan*. PT Penerbit IPB Press.
- Wahyuni, S., Selvina, R., Fauziah, R., Prakoso, H.T., Priyono, P. & Siswanto, S. 2020. Optimasi Suhu dan Waktu Deasetilasi Kitin Berbasis Selongsong Maggot (*Hermetia ilucens*) menjadi Kitosan. *Jurnal Ilmu Pertanian Indonesia*, 25(3):373-381.
- Wahyuni, W., Ridhay, A. & Nurakhirawati, N. 2016. Pengaruh Waktu Proses Deasetilasi Kitin Dari Cangkang Bekicot (*Achatina Fulica*) Terhadap Derajat Deasetilasi. *Kovalen: Jurnal Riset Kimia*, 2(1): 1-7. DOI: 10.22487/J24775398.2016.V2.I1. 6039.
- Wang, H., ur Rehman, K., Feng, W., Yang, D., ur Rehman, R., Cai, M., Zhang, J., Yu, Z. and Zheng, L., 2020. Physicochemical structure of chitin in the developing stages of black soldier fly. *International Journal of Biological Macromolecules*, 149:901-907.
- Wiyarsi, A. & Priyambodo, E. 2009. Pengaruh konsentrasi kitosan dari cangkang udang terhadap efisiensi penyerapan logam berat. *Laporan Penelitian. Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta*.
- Younes, I. & Rinaudo, M., 2015. Chitin and chitosan preparation from marine sources. Structure, properties and applications. *Marine drugs*, 13(3):1133-1174. DOI: 10.3390/Md13031133..
- Yulianis, Y., Sanuddin, M. & Annisaq, N., 2020. Pembuatan Kitosan Dari Kitin Dari Limbah Tulang Dalam Cumi-Cumi. *Journal of Healthcare Technology and Medicine*, 6(1):62-69.
- Yulianto, M., Paramita, V., Hartati, I. & Amalia, R. 2018. Response surface methodology of pressurized liquid water extraction of curcumin from curcuma domestica val. *Rasayan Journal of Chemistry*, 11:1564-1571.