

RESEARCH ARTICLE

Preliminary Study of Chitin Extraction from House Crickets (*Acheta Domesticus*) Through Green Process Using Deep Eutectic Solvent (DES) Chlorine Chloride - Urea

(Studi Pendahuluan Ekstraksi Kitin dari Jangkrik Rumah (*Acheta Domesticus*) Melalui Green Process dengan Menggunakan Deep Eutectic Solvent (DES) Kolin Klorida - Urea)

Febriana Azhar Athirah, Hilman Imadul Umam^{*)}, Salsabil Intan Nur Fadila, Teguh Pambudi, Meka Saima Perdani

Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Singaperbangsa, Karawang, Indonesia

ABSTRACT

Insects serve as a sustainable alternative source of chitin compared to crustaceans, due to their advantages in availability, reproductive rates, and resilience to environmental conditions. Chitin is a natural biopolymer widely utilized in various industries, including food, pharmaceuticals, and biotechnology. This study represents a preliminary investigation aimed at evaluating the effects of varying solution ratios and stirring times on the yield of chitin and the degree of acetylation (DA) obtained from insect chitin extraction using a Green Process with Deep Eutectic Solvent (DES) composed of Choline Chloride (ChCl) and Urea in a molar ratio of 1:2 (w/w). The extraction process involved varying the solution-to-raw material ratios (1:10, 1:15, 1:20) and stirring times (2, 4, 6 hours). Analysis was performed using FTIR to measure DA, and yield calculations were based on the mass comparison before extraction. The results indicated that the DA values and mass yields were lower than those reported in the literature, likely due to residual impurities and the incomplete removal of DES from the samples. The highest DA value of 78.44% was achieved in the sample with a 1:10 ratio and a stirring time of 6 hours, while several other samples exhibited lower DA values due to ineffective deproteinization. This preliminary study provides an important foundation for further research, emphasizing improvements in extraction and purification methods to enhance the quality of the produce.

Serangga menjadi sumber alternatif kitin yang berkelanjutan dibandingkan krustasea, karena memiliki keunggulan dari segi ketersediaan, tingkat pelestarian, dan ketahanan terhadap kondisi lingkungan. Kitin merupakan biopolimer alami yang banyak dimanfaatkan dalam berbagai industri, seperti pangan, farmasi, dan bioteknologi. Penelitian ini merupakan studi pendahuluan yang bertujuan untuk mengevaluasi pengaruh variasi rasio larutan dan waktu pengadukan terhadap rendemen kitin dan derajat asetilasi (DA) yang diperoleh dari ekstraksi kitin serangga dengan metode *Green Process* menggunakan *Deep Eutectic Solvent* (DES) *Choline Chloride* (ChCl) dan Urea dengan perbandingan rasio molar 1:2 (b/b). Proses ekstraksi dilakukan dengan memvariasikan rasio larutan dengan *raw material* (1:10, 1:15, 1:20) dan waktu pengadukan (2, 4, 6 jam). Analisis dilakukan menggunakan FTIR untuk mengukur DA, dan perhitungan rendemen dilakukan berdasarkan perbandingan massa dan sebelum diekstraksi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa nilai DA dan rendemen massa lebih rendah dibandingkan standar literatur, yang kemungkinan disebabkan oleh sisa pengotor serta kandungan DES yang belum sepenuhnya hilang dari sampel. Nilai DA tertinggi diperoleh pada sampel dengan rasio 1:10 dan waktu pengadukan 6 jam, yaitu sebesar 78,44%, sementara beberapa sampel lainnya menunjukkan nilai DA yang lebih rendah akibat proses deproteinasi yang belum sepenuhnya efektif. Studi pendahuluan ini memberikan dasar penting bagi penelitian lanjutan dengan perbaikan pada metode ekstraksi dan pemurnian untuk meningkatkan kualitas kitin yang dihasilkan.

Keywords: Chitin, Insect, Deep Eutectic Solvent (DES), Degree of acetylation.

^{*)}Corresponding author:
Hilman Imadul Umam
E-mail: hilman.imadul@ft.unsika.ac.id

PENDAHULUAN

Serangga menjadi kelompok hewan yang paling beraneka ragam dimuka bumi, dengan perkiraan total spesies mencapai 5,5 juta dengan menyumbang 80% populasi dari keberadaan hewan di bumi [1]. Selama

dalam kurun dua dekade terakhir, umumnya serangga hanya biasa dimanfaatkan sebagai pakan ternak seperti ikan ataupun unggas [2]. Sehingga, manusia mulai menyadari nilai ekonomi serangga yang dapat dimanfaatkan tidak hanya untuk pakan ternak. Di Eropa, sekitar 6 kilogram tepung protein yang

dihasilkan dari serangga pada tahun 2019-2020 digunakan sebagai pakan ternak. Selain sebagai sumber nutrisi yang bernilai, serangga juga menawarkan sumber nutrisi yang menjanjikan dan berkelanjutan, termasuk sebagai sumber kitin dan kitosan [3].

Menurut Hahn, dkk [4] selain krustasea dan jamur, serangga adalah sumber kitin lain yang menjanjikan dan berkelanjutan serta belum mendapat banyak perhatian sebelumnya. Serangga memiliki beberapa keunggulan dibandingkan dengan krustasea, yaitu keberadaannya tidak dipengaruhi kondisi cuaca, tingkat perkembangbiakannya yang tinggi, dan eksistensinya meluas di dunia [4]. Hasil kitosan dari serangga lebih tinggi daripada kerang, dan memiliki berbagai kegunaan, seperti kemampuan menahan air dan pengikatan lemak yang lebih tinggi daripada kitosan dari kulit udang. Misalnya, kitosan yang diekstrak dari kulit jangkrik, kepompong ulat sutera, ulat bambu, dan spesies belalang menunjukkan potensi kapasitas menahan air yang lebih tinggi (594 - 795%) dan kapasitas pengikatan lemak (275 - 645%) dibandingkan dengan kitosan kulit udang [5]. Berdasarkan hasil penelitian Ibitoye dkk, [5] yield kitin dan kitosan yang dihasilkan dari jangkrik masing-masing berkisar antara 4,3% - 7,1% dan 2,4% - 5,8%. Kitin dan kitosan dari jangkrik lebih baik dibandingkan dengan kitin yang diekstraksi dari udang, dan ditemukan menunjukkan beberapa kesamaan. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kitin dan kitosan jangkrik dan udang mempunyai derajat asetilasi dan deasetilasi yang sama yaitu masing-masing sebesar 108,1% dan 80,5% berdasarkan spektroskopi inframerah transformasi Fourier.

Umumnya proses ekstraksi kitin dapat dilakukan melalui metode kimia dengan menggunakan bahan kimia seperti NaOH dan HCl atau dengan pendekatan biologi yang memanfaatkan bakteri khusus. Meskipun metode kimia menjadi pilihan utama dalam proses ekstraksi dan pengolahan kitin. Namun, proses ini melibatkan proses demineralisasi dengan asam dan deproteinasi dengan basa, yang dapat berpotensi merusak lingkungan jika limbah yang dihasilkan tidak di kelola dengan baik [5]. Untuk mengatasi masalah ini, metode *green process* dengan menggunakan *Deep Eutectic Solvent* (DES) telah menjadi alternatif yang ramah lingkungan dalam proses ekstraksi kitin. DES merupakan campuran senyawa organik dan donor ikatan hidrogen, seperti *choline chloride* dan urea, yang

membentuk pelarut dengan toksisitas rendah, mudah terurai secara alami, tetapi juga mampu menggabungkan kedua proses (demineralisasi dan deproteinasi) dalam satu tahap [6]. Hal ini menjadikan DES lebih unggul karena efisien, hemat biaya, dan tidak menimbulkan dampak negatif bagi lingkungan. Selain itu, komponen DES dapat didaur ulang, terurai secara alami, dan terbuat dari bahan-bahan yang umumnya tidak berbahaya bagi lingkungan. [7]. Zhou dkk, [8] melakukan ekstraksi kitin menggunakan *Deep Eutectic Solvent* berupa *Choline Chloride:Urea* dengan temperatur 50°C dan 80°C pada lalat tentara hitam (*Hermetia illucens*). Berdasarkan penelitian tersebut, pada suhu 50°C 26.02 ± 0.65% dengan derajat deasetilasinya 74.55% dan pada suhu 80°C yield kitinnya sebesar 22.82 ± 0.56% dengan derajat deasetilasinya 80.19% [8]. Penelitian ini bertujuan untuk melakukan ekstraksi kitin dari serangga dari jangkrik rumah (*Acheta Domesticus*) melalui Green Process menggunakan *Deep Eutectic Solvent* dari *Choline Chloride* dan urea dengan perbandingan rasio 1:2 molar.

METODE PENELITIAN

Preparasi Serangga

Jangkrik Rumah (*Acheta Domesticus*) direndam dengan etil alkohol 96% pada suhu ruang selama 1 jam untuk menghilangkan kotoran. Kemudian dicuci dengan air deionisasi, dan dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 2 jam 30 menit. Selanjutnya digiling dengan menggunakan grinder hingga partikel berukuran 30 mesh.

Preparasi DES (*Deep Eutectic Solvents*)

Choline Chloride dan urea dengan perbandingan rasio molar 1 : 2 (b/b) atau dengan massa 1 : 1(b/b). Campuran senyawa diaduk kemudian dipanaskan menggunakan magnetic stirrer pada suhu 80°C dalam waktu 60 menit hingga homogen. DES kemudian disimpan dalam desikator untuk mencegah kelembaban penyerapan.

Ekstraksi Kitin dengan DES

Bubuk Jangkrik Rumah (*Acheta Domesticus*) dan pelarut DES dicampur bersama dengan perbandingan 1:10, 1:15, 1:20 (b/b) dalam erlenmeyer dan diaduk pada 300 rpm selama 2, 4, 6 jam pada suhu 80°C. Hasil ekstraksi yang diperoleh didinginkan sampai suhu kamar dan disentrifugasi (4.000 rpm) selama 5 menit sampai didapat endapan, selanjutnya disaring

menggunakan kertas saring *whatman*. Residu yang diperoleh dikeringkan dengan oven (80°C) selama 2 jam kemudian di dekolorisasi menggunakan H₂O₂ 5% (b/v) pada suhu ruang. Kitin yang diperoleh dikeringkan dengan oven pada suhu 100°C selama 1 jam.

Uji Karakteristik Kitin

Masing-masing sampel kitin dianalisis untuk mengetahui gugus fungsi dan keberadaan karakteristik pita IR yang merupakan karakteristik kitin menggunakan Jasco FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) ATR PRO ONE 4600 *type A*. Sampel dibuat pelat dengan KBr, kemudian dilakukan scanning pada daerah frekuensi antara 4000 cm⁻¹ sampai dengan 400 cm⁻¹ dengan resolusi 4 cm⁻¹.

Analisis Data

Kitin yang telah dihasilkan, dilakukan analisis untuk mengetahui nilai rendemen yang dihasilkan dan derajat asetilasi (DA). Rendemen kitin dihitung untuk mengetahui seberapa efisien proses ekstraksi yang dilakukan. Rendemen merupakan persentase dari bahan yang berhasil diekstraksi dibandingkan dengan jumlah bahan baku yang digunakan. Berdasarkan Poerio, dkk.[9] nilai rendemen dapat dihitung menggunakan persamaan berikut :

$$\text{Rendemen \%} = \frac{\text{Berat bahan yang diekstrak (g)}}{\text{Berat bahan awal (g)}} \times 100 \dots (1)$$

Derajat asetilasi (DA) adalah karakteristik fisikokimia penting yang mempengaruhi sifat fisik, kimia, dan biologi kitin. DA menunjukkan persentase N-asetilglukosamin pada biopolimer kitin. Derajat asetilasi kitin dapat ditentukan dengan menggunakan metode base-line, yaitu berdasarkan perbandingan nilai absorbansi pita serapan dari spektrum inframerah (FTIR). Berdasarkan dari Kasaai [10] terdapat beberapa persamaan untuk menentukan derajat asetilasi dengan menggunakan berbagai rasio penyerapan yang berbeda. Rasio A₁₃₂₀/A₃₄₅₀, memiliki korelasi antara nilai DA dengan rasio penyerapan yang dapat dinyatakan dengan persamaan sebagai berikut :

$$\frac{A_{1320}}{A_{3450}} = 0,03146 + 0,00226 \cdot DA \quad (R^2 = 0,95) \dots (2)$$

Dimana, A₁₃₂₀ merupakan nilai absorbansi pada Bilangan gelombang 1320 cm⁻¹ dan A₃₄₅₀ merupakan nilai absorbansi pada Bilangan gelombang 3450 cm⁻¹. Rasio A₁₃₂₀/A₁₄₂₀, berikut adalah persamaan hubungan antara nilai DA dengan rasio, yaitu :

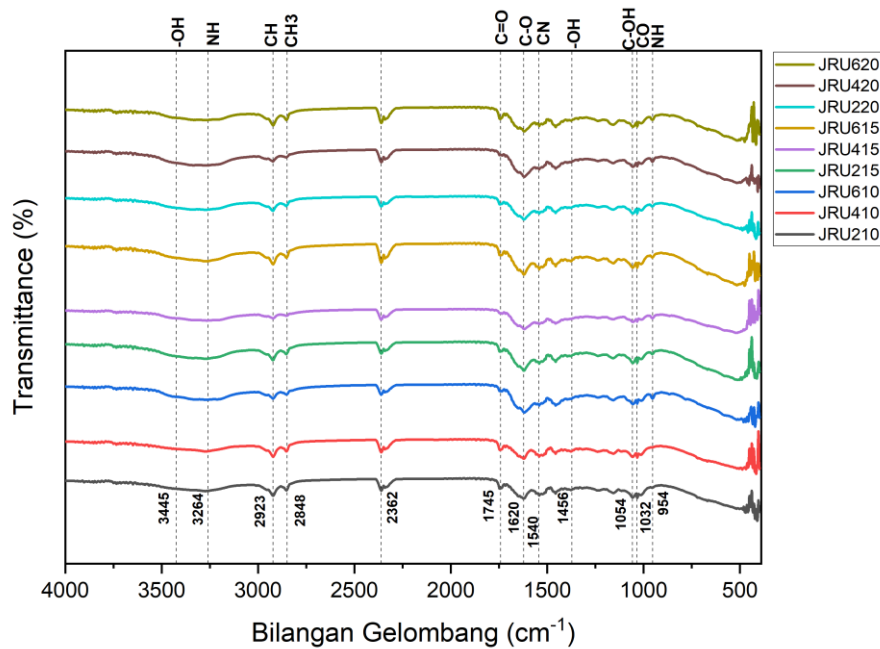
$$\frac{A_{1320}}{A_{1420}} = 0,3822 + 0,03133 \cdot DA \quad (R^2 = 0,99) \dots (3)$$

Dimana, A₁₃₂₀ merupakan nilai absorbansi pada Bilangan gelombang 1320 cm⁻¹ dan A₁₄₂₀ merupakan nilai absorbansi pada Bilangan gelombang 1420 cm⁻¹.

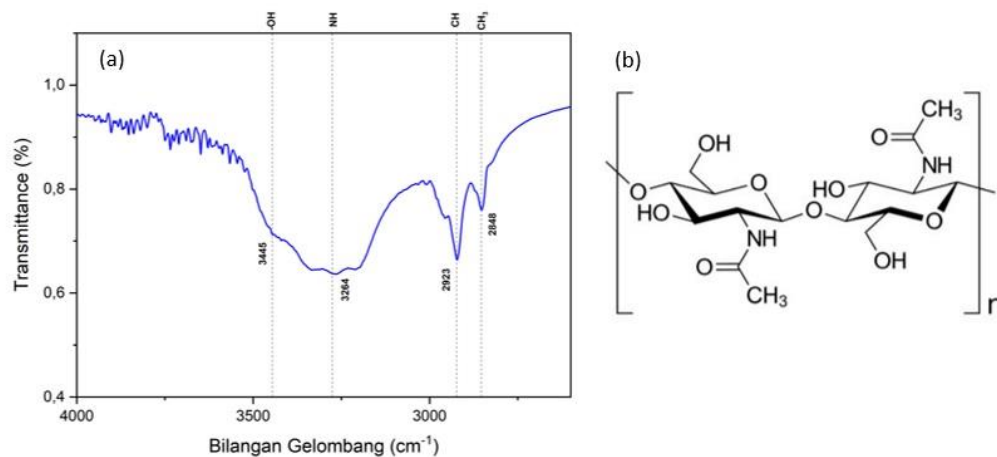
HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*)

Senyawa kitin merupakan biopolimer terbanyak kedua yang berada di alam dan biasanya diisolasi dari eksoskeleton jaringan berbasis kitin arthropoda seperti pada serangga, salah satunya jangkrik. Pada serangga jangkrik senyawa kitin berada pada eksoskeleton atau tulang bagi serangga. Eksoskeleton jangkrik telah diteliti, dimana mengandung kandungan kitin, protein, dan mineral seperti kalsium. Pengujian analisis karakteristik kitin dapat dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer FTIR dengan menampilkan bilangan gelombang dari hasil sampel jangkrik yang telah diuji. FTIR menganalisis bagaimana materi berinteraksi dengan radiasi infra merah, memungkinkan identifikasi spesies kimia dengan menentukan frekuensi penyerapan gugus fungsi yang berbeda dalam spektrum IR. Teknik ini secara efektif mengkonfirmasi keberadaan kitin karena teknik ini mengidentifikasi gugus fungsi karakteristiknya dalam spektrum seperti alkohol, Amida (ditemukan dalam kitin), gugus karbonil dan eter, muncul pada bilangan gelombang 3650 cm⁻¹, 1640 cm⁻¹, 3500 cm⁻¹, 1700 cm⁻¹ dan ~1100 cm⁻¹ masing-masing [11].



Gambar 1. Spektrum IR Kitin yang diekstraksi dari jangkrik rumah menunjukkan karakteristik dan gugus fungsi dominannya.



Gambar 2. (a) Spektrum IR khas kitin, dan (b) Struktur Kitin [3]

Hasil pengujian spektrofotometer FTIR ditunjukkan, pada Gambar 1 yang menggambarkan bagaimana rantai ikatan kimia yang ada pada sampel dan dapat menjelaskan senyawa atau zat apa yang terkandung didalamnya. Berdasarkan Gambar 1, dapat diketahui bahwa ada beberapa ikatan kimia yang ditandai dengan beberapa titik pita serapan gelombang. Tiap ikatan kimia memiliki titik serapan gelombang yang berbeda-beda dan menjadi indikator utama dalam penentuan hasil penelitian yang dilakukan. Gambar 1 menunjukkan spektrum IR dengan jelas yang mengungkapkan keberadaan semua gugus fungsi yang merupakan karakteristik struktur

kitin. Pita lebar pada 3445 cm^{-1} , menunjukkan adanya regangan (*Stretching Vibration*) gugus hidroksil (-OH), sedangkan pita yang sedikit lebih kuat pada 3264 cm^{-1} , menunjukkan regangan gugus (*Stretching Vibration*) -NH yang berasosiasi dengan gugus amida sekunder, khas kitin seperti pada Gambar 2 (a).

Selain itu, pita intensitas yang lebih rendah pada 2923 dan 2848 cm^{-1} , masing-masing berhubungan dengan peregangan gugus pita yang sedikit lebih kuat pada 3264 cm^{-1} , menunjukkan regangan gugus (*Stretching Vibration*) -NH yang berasosiasi dengan mide sekunder, khas kitin -CH dan -CH₃ seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2. Pita intensitas sedang

dikaitkan dengan peregangan gugus pita yang sedikit lebih kuat pada 3264 cm^{-1} , menunjukkan regangan gugus (*Stretching Vibration*) -NH yang berasosiasi dengan mide sekunder, khas kitin. Karbonil C=O dan C-O yang mengkonfirmasi struktur α (alfa) dari kitin yang diperoleh. Berdasarkan struktur kristalnya, kitin terdapat dalam tiga struktur kristal di alam, α -kitin ditunjukkan keberadaan pita diantara $1620 - 1745\text{ cm}^{-1}$.

Pita berikutnya, pada sekitar 1456 cm^{-1} menunjukkan pembengkokan (*Bending Vibration*) ikatan gugus hidroksil (-OH), membuktikan keberadaannya dalam senyawa yang diperoleh karena pita tersebut melengkapi pita pada 3434 cm^{-1} . Terakhir, pita intens dapat dilihat pada $1054, 1032$ dan 954 cm^{-1} di daerah sidik jari, yang berhubungan dengan regangan ikatan C-OH dari alkohol primer, regangan ikatan CO yang berhubungan dengan siklik 5-karbon eter, dan pembengkokan (*Bending Vibration*) ikatan NH dari gugus amino, masing-masing, selanjutnya menggambarkan struktur molekul kitin seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2(b). Namun, pada grafik FTIR, terdapat adanya pita yang berada di wilayah 1540 cm^{-1} .

Menurut Espinosa-Solís, A. dkk, [11], tidak adanya keberadaan pita pada wilayah sekitar 1540 cm^{-1} menunjukkan keberhasilan deproteinisasi. Pita dalam bilangan gelombang tersebut, biasanya menunjukkan adanya ikatan peptida. Oleh karena itu, kehadirannya menyiratkan bahwa masih adanya protein di dalam kitin. Hal ini juga menjadi alasan mengapa DA yang dihasilkan kecil, karena belum optimalnya proses deproteinasi yang dilakukan.

Rendemen Kitin

Berdasarkan pengaruh lama waktu pengadukan, hasil tersebut menunjukkan bahwa semakin lama waktu pengadukan nilai rendemen kitin semakin banyak seperti yang dapat dilihat pada Tabel 1. Dapat diamati bahwa setiap sampel jangkrik, meskipun memiliki perbedaan rasio yang berbeda, namun dengan waktu pengadukan yang sama selama 6 jam, menghasilkan nilai rendemen yang lebih tinggi, seperti JRU610 menghasilkan rendemen $85,12\%$, JRU620 menghasilkan $64,05\%$, dan yang paling tinggi pada sampel JRU615 menghasilkan rendemen $91,96\%$.

Hasil penelitian yang dilakukan oleh Saravana, dkk. [12] yang menyatakan bahwa lama waktu ekstraksi berpengaruh terhadap penurunan rendemen kitin.

Proses ekstraksi yang berkepanjangan menyebabkan hilangnya pengotor seperti abu, protein, dan mineral, yang mengakibatkan rendemen kitin menurun.

Hasil penelitian yang dilakukan menunjukkan, semakin lama waktu pengadukan, maka semakin tinggi rendemen kitin yang dihasilkan. Hal ini disebabkan oleh keberadaan kandungan *Deep Eutectic Solvent* (DES) yang masih terdapat dalam sampel kitin. Hal tersebut menunjukkan bahwa proses penyaringan dan pencucian ekstrak sampel kitin mungkin tidak berjalan dengan sempurna, yang mengakibatkan penambahan massa berat dalam hasil rendemen kitin. Seperti yang dijelaskan oleh Sarvana dkk, [12] ekstraksi yang berkepanjangan dapat menyebabkan hilangnya pengotor seperti protein. Namun, hasil analisis FTIR pada bilangan gelombang 1540 cm^{-1} menunjukkan terdapatnya gugus protein yang masih tertinggal dalam sampel. Dengan masih adanya protein di dalam sampel, sehingga memungkinkan penambahan massa berat rendemen kitin pada sampel.

Tabel 1. Rendemen kitin berdasarkan pengaruh perbandingan rasio solvent dan waktu pengadukan

Sample	Perbandingan Raw Material dengan Solvent	Waktu Pengadukan	Rendemen (%)
JRU210	1:10		61,59%
JRU215	1:15	2 Jam	59,62%
JRU220	1:20		52,84%
JRU410	1:10		60,87%
JRU415	1:15	4 Jam	55,46%
JRU420	1:20		61,02%
JRU610	1:10		85,12%
JRU615	1:15	6 Jam	91,96%
JRU620	1:20		64,05%

Berbeda dengan pengaruh perbandingan rasio raw material dengan solvent terhadap rendemen kitin dapat dilihat pada Tabel 1, dimana semakin bertambahnya volume larutan DES, semakin kecil rendemen kitin yang diperoleh. Sesuai dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Faldi. A, dkk. [13] bahwa semakin bertambahnya volume larutan, maka semakin kecil nilai rendemen. Hal ini disebabkan, karena jumlah pelarut yang lebih banyak dapat menyebabkan luas kontak antara pelarut dengan padatan pada saat proses semakin besar, sehingga dapat terjadinya proses pemisahan protein dan mineral yang optimal. Hasil rendemen kitin semua sampel dapat dilihat pada Tabel 1, sehingga dapat disimpulkan

bahwa hasil rendemen yang paling optimum berdasarkan dari pengaruh lama waktu pengadukan dan perbandingan rasio solvent dengan raw material diperoleh pada sampel JRU220 dengan rendemen kitin yang dihasilkan yaitu sebesar 52,84%.

Berdasarkan Tabel 1, hasil rendemen kitin yang dihasilkan berkisar antara 52,84% - 91,96%. Hal ini berbeda dengan literatur, dimana umumnya serangga hanya mengandung kitin sebesar 5 - 25% [4]. Berdasarkan dari penelitian Ibitoye. E, dkk [14] menunjukkan bahwa hasil kitin jangkrik rumah berkisar antara 4,3% - 7,1%, selain itu hasil dari penelitian lain menunjukkan hasil kitin yang didapatkan dari *field crickets* sebesar 8,5%, dari *Daphnia magna resting egg* sebesar 18%-21%, dan dari *Holotrichia parallela* sebesar 15%. Hal tersebut, disebabkan karena perbedaan spesies jangkrik dan serangga yang digunakan, dimana dikatakan bahwa perbedaan spesies dapat mempengaruhi hasil kitin pada serangga [14].

Selain itu, bisa juga disebabkan oleh sedikitnya jumlah sayap yang dimiliki jangkrik rumah dan perbedaan metode ekstraksi yang digunakan. Menurut, Kaya dan Baran [15] jenis kelamin juga dapat menentukan hasil kitin pada serangga, dimana pada serangga berkelamin jantan menghasilkan rendemen kitin yang lebih banyak yaitu sebesar 11,84%, dan pada serangga berkelamin betina menghasilkan rendemen kitin yaitu sebesar 4,71%. Sedangkan pada penelitian ini, jangkrik yang digunakan berjenis kelamin campuran.

Penelitian ini menunjukkan bahwa rendemen kitin yang dihasilkan lebih besar dibandingkan dengan literatur yang umumnya hanya berkisar antara 5-25%. Peningkatan rendemen ini disebabkan oleh beberapa faktor. Pertama, proses ekstraksi yang dilakukan tidak sepenuhnya menghilangkan larutan pelarut DES selama pencucian, sehingga menambah massa berat hasil rendemen kitin. Selain itu, proses penyaringan untuk memperoleh endapan kitin tidak berjalan secara optimal. Hal ini menyebabkan massa endapan yang tidak sempurna turut berkontribusi pada peningkatan berat rendemen kitin yang diperoleh. Data hasil FTIR juga menunjukkan adanya kandungan protein dalam sampel kitin, yang berkontribusi terhadap tambahan massa berat. Oleh karena itu, penelitian ini merupakan studi pendahuluan ekstraksi kitin yang memberikan

gambaran awal mengenai potensi peningkatan rendemen kitin, dan hasilnya dapat dijadikan dasar untuk penelitian lebih lanjut yang mempertimbangkan perbaikan dalam prosedur ekstraksi dan penyaringan.

Derajat Asetilasi Kitin

Tabel 2. Hasil nilai DA berdasarkan nilai absorbansi pada bilangan gelombang 1320cm^{-1} dan 3450cm^{-1}

Sample	Perbandingan Raw Material dengan Solvent	Waktu Pengadukan	%DA
JRU210	1:10		392,46
JRU215	1:15	2 Jam	164,71
JRU220	1:20		147,34
JRU410	1:10		2384,89
JRU415	1:15	4 Jam	303,43
JRU420	1:20		166,82
JRU610	1:10		420,03
JRU615	1:15	6 Jam	530,21
JRU620	1:20		3643,08

Derajat asetilasi *Degree of Acetylation* (DA) merupakan salah satu karakteristik fisikokimia yang penting dan sangat mempengaruhi sifat fisik, kimia, dan biologi dari kitin. Derajat asetilasi (DA) memiliki fungsi untuk menunjukkan persentase N-asetilglukosamin pada biopolimer kitin. Semakin tinggi DA atau semakin rendah derajat deasetilasi (DD), maka semakin stabil biopolimer kitin dan sulit bereaksi dengan senyawa lain. Berdasarkan dari Kasaa, (2009) terdapat dua persamaan untuk menentukan derajat asetilasi dengan menggunakan berbagai rasio penyerapan yang berbeda dari hasil spektrum absorpsi FTIR, yaitu rasio A_{1320}/A_{3450} dan rasio A_{1320}/A_{1420} . Pada rasio bilangan gelombang 1320cm^{-1} dan 3450cm^{-1} memiliki korelasi antara nilai DA dengan rasio penyerapan yang dapat dinyatakan pada persamaan (2). Hasil nilai korelasi derajat asetilasi dengan rasio penyerapan A_{1320}/A_{3450} untuk setiap perlakuan sampel kitin jangkrik dapat dilihat pada Tabel 2.

Pada rasio bilangan gelombang 1320cm^{-1} dan 1420cm^{-1} memiliki korelasi antara nilai DA dengan rasio penyerapan yang dapat dinyatakan pada persamaan (3) Hasil nilai korelasi derajat asetilasi dengan rasio penyerapan A_{1320}/A_{1420} setiap perlakuan sample kitin jangkrik dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Nilai DA berdasarkan nilai absorbansi pada bilangan gelombang 1320 cm⁻¹ dan 1420 cm⁻¹

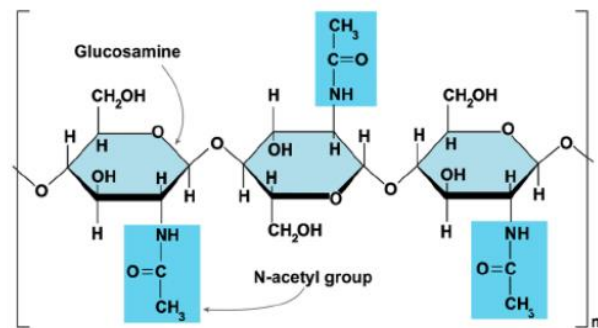
Sample	Perbandingan Raw Material dengan Solvent	Waktu Pengadukan	%DA
JRU210	1:10	2 Jam	27,75
JRU215	1:15		42,99
JRU220	1:20		4,56
JRU410	1:10	4 Jam	26,33
JRU415	1:15		28,07
JRU420	1:20		39,05
JRU610	1:10	6 Jam	78,44
JRU615	1:15		-18,76
JRU620	1:20		27,60

Berdasarkan pengaruh lama waktu pengadukan, hasil tersebut menunjukkan bahwa semakin lama waktu pengadukan nilai derajat asetilasi semakin tinggi seperti yang dapat dilihat pada tabel diatas. Dapat diamati bahwa setiap sampel jangkrik, meskipun memiliki perbedaan rasio yang berbeda, namun dengan waktu pengadukan yang semakin lama dari waktu 2 jam hingga 6 jam, mengalami tren kenaikan. Dimana semakin lama waktu reaksi, semakin tinggi nilai derajat asetilasi kitin [13], [16]. Hal tersebut disebabkan karena, kenaikan waktu reaksi mempengaruhi banyak penambahan gugus asetil pada struktur kitin. Dengan hal ini, kenaikan waktu reaksi dapat mempengaruhi banyak gugus amino yang telah diasetilasi pada molekul kitin tersebut atau dengan kata lain, bahwa semakin banyak gugus asetil yang terikat dengan gugus amino.

Begitupun dengan pengaruh rasio perbandingan pada nilai derajat asetilasi, hasil tersebut menunjukkan bahwa semakin banyak larutan yang digunakan, nilai derajat asetilasi semakin tinggi seperti yang dapat dilihat pada tabel diatas. Dapat diamati bahwa setiap sampel jangkrik dengan lama waktu yang konstan di 4 jam, mengalami tren kenaikan dengan semakin banyak larutan yang digunakan. Hal tersebut disebabkan dengan bertambahnya rasio larutan atau semakin banyak larutan yang digunakan, Dengan jumlah pelarut yang lebih banyak dapat menyebabkan luas kontak antara pelarut dengan padatan pada saat proses semakin besar, maka akan semakin tinggi reaksi yang berlangsung.

Seperti yang dikutip dari penelitian Novalina Nainggolan, dkk. [17], bahwa derajat asetilasi digunakan untuk menunjukkan persentase N-asetilglukosamin pada biopolimer kitin. N-asetilglukosamin sendiri merupakan molekul yang

terbentuk ketika gugus amino (-NH₂) pada glukosamin terikat dengan gugus asetil (-COOCH₃) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3. Dengan kata lain bahwa derajat asetilasi menunjukkan persentase seberapa banyak bertambahnya gugus asetil pada struktur kitin [18]. Sehingga, semakin banyak waktu yang digunakan, maka semakin banyak gugus asetil yang terikat dengan gugus amina. Begitupun dengan semakin banyaknya penggunaan larutan, maka semakin tinggi reaksi yang berlangsung. Namun, terlalu tingginya rasio larutan tidak selalu menghasilkan derajat asetilasi yang lebih tinggi. Penggunaan rasio larutan yang sangat tinggi dapat mengakibatkan masalah seperti reagen berlebihan, yang pada gilirannya dapat meningkatkan kemungkinan terjadinya reaksi samping atau pembentukan produk samping yang tidak diinginkan.



Gambar 3. Struktur N-asetilglukosamin (GlcNAc) dalam kitin, terdiri dari glukosamin yang terikat dengan gugus N-asetil pada posisi C2 (biru) [19]

Berdasarkan dari Tabel 3, hasil %DA yang paling optimum berdasarkan dari pengaruh lama waktu pengadukan dan perbandingan rasio solvent dengan raw material diperoleh pada sampel JRU420 dengan %DA yang dihasilkan yaitu sebesar 39,05%. Akan tetapi, hasil yang didapat belum sesuai dengan literatur, bahwa nilai DA kitin diatas 50%. Dari Tabel 3 dapat dilihat pada sampel JRU610 didapatkan hasil DA diatas 50% dengan nilai DA yang dihasilkan yaitu 78,44%. Hal ini sesuai dengan pengaruh waktu, sampel tersebut didapat pada lama waktu reaksi yaitu 6 jam. Namun, berbeda dengan sampel 6 jam lainnya yaitu JRU615 dan JRU620, nilai DA pada sampel tersebut dibawah 50%. Fenomena tersebut timbul akibat kombinasi antara durasi reaksi yang panjang dan tingginya rasio pelarutan, sehingga dapat mengakibatkan penurunan kualitas hasil reaksi asetilasi. Seperti yang sebelumnya dikatakan bahwa,

terlalu tinggi rasio larutan tidak selalu menghasilkan derajat asetilasi yang tinggi, karena dapat meningkatkan kemungkinan terjadinya reaksi samping atau pembentukan produk samping yang tidak diinginkan, sehingga pada sampel JRU615 dan JRU620 mengalami penurunan nilai DA.

Pada hasil persamaan (2) atau pada rasio perbandingan 1320 dan 3450, rata-rata yang dihasilkan berkisar antara 45% - 459,74% DA (Tabel 2). Berdasarkan penelitian Ibitoye. E, dkk [14] nilai DA yang dihasilkan dari ekstraksi jangkrik rumah sebesar 108,1%. Nilai DA yang lebih besar dari 100%, diketahui terdapat indikasi bahwa beberapa bahan anorganik masih tertinggal di dalam struktur polimer. Sehingga, dengan hal tersebut, peneliti berspekulasi DA yang dihasilkan pada persamaan dengan absorbansi di Bilangan gelombang 1320 dan 3450, masih terdapat beberapa bahan anorganik yang terdapat dalam sampel kitin yang diekstraksi dari jangkrik rumah. Beberapa peneliti lain, juga menghasilkan DA yang lebih dari 100%, misalnya pada udang DA sebesar 101,2% [20], 132,5% pada lebah [21], 151,7% pada kepiting mentah [22], 239,76% pada *Lentinula edodes*, 377,9% pada *Grifola frondosa* dan 560,9% pada *Hypsizygus marmoreus* [23]

Kitin umumnya memiliki nilai derajat asetilasi (DA) diatas 50% (DA>50%)[17]. Berdasarkan hasil pada Tabel 3, untuk nilai DA dengan absorbansi pada bilangan gelombang A_{1320} dan A_{1420} , didapatkan nilai rata-rata dibawah 50%. Fenomena ini disebabkan oleh adanya sisa kandungan DES pada sampel kitin, yang mempengaruhi rendahnya nilai DA yang diperoleh. Hal ini juga sejalan dengan hasil rendemen, dimana keberadaan sisa pelarut turut meningkatkan massa total. Selain itu, keberadaan protein yang terdeteksi dalam spektrum FTIR memperkuat bahwa proses deproteinasi selama ekstraksi belum berjalan secara efektif, sehingga berkontribusi pada rendahnya nilai DA. Oleh karena itu, hasil ini dapat menjadi catatan penting untuk penelitian selanjutnya, dengan mempertimbangkan bahwa penelitian ini merupakan studi pendahuluan yang masih memerlukan perbaikan pada tahap-tahap proses ekstraksi dan pemurnian.

Sumber kesalahan lebih lanjut dapat bersifat spesifik individu atau karena pengaturan dasar yang tidak tepat dalam spektrum dan pengotor dalam sampel, misalnya keberadaan protein dapat menyebabkan kesalahan yang menyebabkan tumpang tindih karakteristik puncak kitin dalam spektrum

inframerah sehingga menghasilkan nilai yang salah. Menurut pendapat penulis, spektrum inframerah yang digunakan untuk memperoleh informasi valid atau bahkan nilai kuantitatif dari kitin berbasis serangga memiliki kesimpulan yang terbatas. Dengan ini, FTIR merupakan alat bantu yang berguna untuk menentukan secara kualitatif keberadaan gugus fungsi, namun tidak untuk menyediakan data kuantitatif yang sangat bervariasi berdasarkan pengotor atau kandungan air dalam sampel [14].

KESIMPULAN

Rasio pelarut terhadap bahan baku dan waktu pengadukan memiliki pengaruh signifikan terhadap rendemen dan derajat asetilasi (DA) kitin yang dihasilkan. Semakin besar volume pelarut, rendemen kitin semakin kecil, namun DA cenderung meningkat, sedangkan semakin lama waktu pengadukan, rendemen kitin yang dihasilkan semakin tinggi. Kondisi terbaik diperoleh pada rasio 1:10 dan waktu pengadukan 6 jam menghasilkan DA tertinggi sebesar 78,44%. Meskipun demikian, nilai rendemen dan DA masih di bawah nilai literatur, yang disebabkan oleh sisa pengotor dan DES yang belum sepenuhnya tereliminasi, serta proses deproteinasi yang belum optimal. Oleh karena itu, pengembangan lebih lanjut pada metode ekstraksi dan pemurnian diperlukan untuk meningkatkan kualitas kitin yang dihasilkan.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima Kasih kepada Universitas Singaperbangsa Karawang yang telah memberikan dukungan finansial terhadap penelitian ini melalui Hibah Bersaing Penelitian Pemula No. 107/SP2H/UN64.10/LL/2024.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] D. Elisabeth, J. W. Hidayat, and D. U. Tarwotjo, "Kelimpahan dan keanekaragaman serangga pada sawah organik dan konvensional di sekitar Rawa Pening," *Jurnal Akademika Biologi*, vol. 10, no. 1, 2021.
- [2] P. Ichbal, D. M. Citrawathi, and N. P. S. R. Dewi, "Nilai palatabilitas serangga hama bagi kodok buduk (*Bufo melanostictus*) serta potensinya dalam mengendalikan hama serangga," *Jurnal Pendidikan Biologi Undiksha*, vol. 5, no. 3, pp. 146-155, 2018.

- [3] K. ur Rehman *et al.*, "Insect-derived chitin and chitosan: A still unexploited resource for the edible insect sector," *Sustainability*, vol. 15, no. 6, p. 4864, 2023.
- [4] T. Hahn, E. Tafi, A. Paul, R. Salvia, P. Falabella, and S. Zibek, "Current state of chitin purification and chitosan production from insects," Nov. 01, 2020, *John Wiley and Sons Ltd.* doi: 10.1002/jctb.6533.
- [5] K. Mohan *et al.*, "Green and eco-friendly approaches for the extraction of chitin and chitosan: A review," Jul. 01, 2022, *Elsevier Ltd.* doi: 10.1016/j.carbpol.2022.119349.
- [6] K. Mohan *et al.*, "Recent insights into the extraction, characterization, and bioactivities of chitin and chitosan from insects," *Trends Food Sci Technol*, vol. 105, pp. 17-42, 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2020.08.016>.
- [7] Z. Li *et al.*, "Recent advances in extraction and processing of chitin using deep eutectic solvents," *Chemical Engineering Journal*, vol. 446, p. 136953, 2022.
- [8] P. Zhou *et al.*, "Selectivity of deproteinization and demineralization using natural deep eutectic solvents for production of insect chitin (*Hermetia illucens*)," *Carbohydr Polym*, vol. 225, p. 115255, 2019.
- [9] A. Poerio, C. Petit, J.-P. Jehl, E. Arab-Tehrany, J. F. Mano, and F. Cleymand, "Extraction and physicochemical characterization of chitin from cicada orni sloughs of the south-eastern French mediterranean basin," *Molecules*, vol. 25, no. 11, p. 2543, 2020.
- [10] M. R. Kasaii, "Various methods for determination of the degree of N-acetylation of chitin and chitosan: A review," Mar. 11, 2009. doi: 10.1021/jf803001m.
- [11] A. Espinosa-Solís, A. Velázquez-Segura, C. Lara-Rodríguez, L. M. Martínez, L. Rodríguez-Sifuentes, and C. Chuck-Hernández, "Optimizing chitin extraction and chitosan production from domestic cricket flour," *Processes*, vol. 12, no. 3, p. 464, 2024.
- [12] P. S. Saravana *et al.*, "Deep eutectic solvent-based extraction and fabrication of chitin films from crustacean waste," *Carbohydr Polym*, vol. 195, pp. 622-630, Sep. 2018, doi: 10.1016/j.carbpol.2018.05.018.
- [13] A. Fadli, D. Drastinawati, O. Alexander, and F. Huda, "Pengaruh rasio massa kitin/naoh dan waktu reaksi terhadap karakteristik kitosan yang disintesis dari limbah industri udang kering," *Jurnal Sains Materi Indonesia*, vol. 18, no. 2, p. 61, Mar. 2018, doi: 10.17146/jsmi.2017.18.2.4166.
- [14] E. B. Ibitoye, I. H. Lokman, M. N. M. Hezmee, Y. M. Goh, A. B. Z. Zuki, and A. A. Jimoh, "Extraction and physicochemical characterization of chitin and chitosan isolated from house cricket," *Biomedical Materials*, vol. 13, no. 2, p. 025009, 2018.
- [15] M. Kaya and T. Baran, "Description of a new surface morphology for chitin extracted from wings of cockroach (*Periplaneta americana*)," *Int J Biol Macromol*, vol. 75, pp. 7-12, 2015.
- [16] M. L. Tsaih and R. H. Chen, "The effect of reaction time and temperature during heterogenous alkali deacetylation on degree of deacetylation and molecular weight of resulting chitosan," *J Appl Polym Sci*, vol. 88, no. 13, pp. 2917-2923, 2003.
- [17] K. N. Nainggolan, "Ekstraksi enzimatik kitin dan kitosandari limbah udang," *Manfish Journal*, vol. 4, no. 1, pp. 50-71, 2023.
- [18] S. Daud *et al.*, "Determination of degree of acetylation (DA) for chitin in Deep Eutectic Solvents (DES)," in *AIP Conference Proceedings*, AIP Publishing, 2022.
- [19] B. M. Knight, K. J. Edgar, J. J. De Yoreo, and P. M. Dove, "Chitosan as a Canvas for Studies of Macromolecular Controls on CaCO₃ Biological Crystallization," *Biomacromolecules*, vol. 24, no. 3, pp. 1078-1102, Mar. 2023, doi: 10.1021/acs.biomac.2c01394.
- [20] S. Liu *et al.*, "Extraction and characterization of chitin from the beetle *Holotrichia parallela* Motschulsky," *Molecules*, vol. 17, no. 4, pp. 4604-4611, 2012.
- [21] J. Majtán, K. Bíliková, O. Markovič, J. Gróf, G. Kogan, and J. Šimúth, "Isolation and characterization of chitin from bumblebee (*Bombus terrestris*)," *Int J Biol Macromol*, vol. 40, no. 3, pp. 237-241, 2007.
- [22] M.-T. Yen, J.-H. Yang, and J.-L. Mau, "Physicochemical characterization of chitin and chitosan from crab shells," *Carbohydr Polym*, vol. 75, no. 1, pp. 15-21, 2009.
- [23] M. Kaya *et al.*, "Comparison of physicochemical properties of chitins isolated from an insect (*Melolontha melolontha*) and a crustacean species (*Oniscus asellus*)," *Zoomorphology*, vol. 133, pp. 285-293, 2014.