

Pembuatan Glukosamin dari Kulit Udang Windu (*Penaeus monodon*) Melalui Hidrolisis dengan HCl Teknis dan Pemanasan

Glucosamine Production from Black Tiger Shrimp Shell (*Penaeus monodon*) Using Hydrolysis by Technical HCl and Heating

Hardoko^{1,2*}, William Soegiharto², Eveline²

¹Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Universitas Brawijaya,
Jalan Veteran No. 1 Malang 65115

²Jurusan Teknologi Pangan, Universitas Pelita Harapan,
Jalan M.H. Thamrin Boulevard 0-0, Lippo Karawaci, Tangerang 15811

*e-mail: hardoko@ub.ac.id atau oko63@yahoo.com

ABSTRAK

Udang windu (*Penaeus monodon*) mempunyai kandungan kitin dalam jumlah cukup besar pada cangkangnya sehingga berpotensi sebagai bahan baku dalam pembuatan glukosamin. Pembuatan glukosamin dari kitin dapat dilakukan dengan hidrolisis kimia menggunakan asam klorida (HCl). Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui efisiensi penggunaan HCl teknis pada konsentrasi, suhu dan lama pemanasan dalam produksi glukosamin. Tepung cangkang udang diperoleh dengan mengeringkan kulit udang dengan sinar matahari dan kemudian dikecilkan ukurannya. Kitin diperoleh dengan melakukan proses demineralisasi dan deproteinisasi pada tepung cangkang udang. Glukosamin diperoleh dengan menghidrolisis kitin dengan perendaman dalam larutan HCl teknis berkonsentrasi 23, 30, dan 37% dengan perbandingan 1: 9 (b / v) pada suhu 90 °C selama 4 jam. Hasil konsentrasi terbaik selanjutnya digunakan untuk menentukan suhu dan waktu pemanasan terbaik dari perlakuan 60, 70, dan 80 °C dan waktu pemanasan 2, 3, dan 4 jam. Penentuan konsentrasi terbaik dan suhu dan waktu pemanasan dipilih berdasarkan tingkat glukosamin tertinggi. Hasilnya menunjukkan bahwa penggunaan konsentrasi HCl teknis 37% dipilih sebagai perlakuan terbaik dengan kadar glukosamin 7511,46 mg /kg. Penggunaan suhu pemanasan 80°C dan waktu pemanasan 4 jam teripilih sebagai perlakuan terbaik dengan kadar glukosamin mencapai 10519,79 mg/kg. Glukosamin yang dihasilkan mempunyai kelarutan 89,65%, pH 3,82 dan berwarna kuning kemerahan ($^{\circ}$ Hue 77,16).

Kata kunci: Udang windu, kitin, glukosamin, HCl teknis

Pendahuluan

Indonesia sebagai negara maritim merupakan salah satu negara pengekspor hasil laut terbesar. Salah satu hasil laut yang banyak di ekspor adalah udang. Udang yang di ekspor biasanya dalam kondisi beku dan sudah diambil bagian kulit dan kepalanya. Pemanfaatan kulit udang di Indonesia masih kurang maksimal hanya dimanfaatkan sebagai pakan ternak. Kulit udang mengandung komponen-komponen seperti protein (25-40%), kalsium karbonat (45-50%), dan kitin (15-30%), tetapi besarnya kandungan tersebut tergantung pada jenis udangnya (Marganov, 2003).

Kitin merupakan polisakarida yang paling banyak terdapat di alam setelah selulosa dan keberadaannya di alam terikat dengan protein, mineral, dan berbagai macam mineral (Chang *et al.* 2001). Pada umumnya, kitin dapat diisolasi melalui tiga tahapan utama, yaitu tahap penghilangan mineral (demineralisasi) Ca_2CO_3 dengan perendaman dalam larutan HCl, tahap kedua yaitu tahap penghilangan protein (deproteinisasi) dengan perendaman dalam larutan NaOH ataupun secara enzimatik dengan enzim protease atau mikroorganisme, dan penghilangan pigmen (dekolorisasi) menggunakan etanol atau aseton absolut (Venugopal, 2009).

Glukosamin merupakan senyawa yang secara alami terdapat pada tubuh, terutama pada jaringan penghubung dan jaringan tulang rawan (Anderson *et al.* 2005). Glukosamin terbukti dapat menstimulasi produksi tulang rawan dan menghambat terjadinya perubahan metabolisme tulang pada penderita osteoarthritis (Towheed *et al.* 2005; Clegg *et al.* 2006).

Glukosamin merupakan salah satu senyawa gula amino yang ditemukan secara luas pada tulang rawan dan memiliki peranan yang sangat penting untuk kesehatan dan kelenturan sendi (EFSA, 2009). Pengolahan glukosamin hidroklorida dari kitin dilakukan melalui reaksi hidrolisis sederhana. Selama reaksi hidrolisis, kitin akan melewati proses deasetilasi dan depolimerisasi untuk menjadi glukosamin hidroklorida sebagai hasil dari perendaman di dalam larutan asam hidroklorida (Mojarrad *et al.* 2007). Asam klorida (HCl) yang digunakan dalam hidrolisis kitin umumnya adalah HCl murni atau *p.a* (*pure analysis*) seperti yang dilakukan oleh Tang *et al* (2001), Mojarrad *et al* (2007), Benavente (2015), Ernawati (2012), dan Dewi *et al* (2015). Harga HCl (*p.a*) jauh lebih mahal daripada HCl teknis. Oleh karena itu perlu dilakukan percobaan hidrolisis kitin dengan HCl teknis yang harganya jauh lebih murah daripada HCl *p.a*.

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan konsentrasi HCl teknis terbaik dalam produksi glukosamin hidroklorida (GlcN-HCl) dan menentukan kombinasi suhu dan lama pemanasan terbaik dalam produksi glukosamin hidroklorida (GlcN-HCl) berdasarkan parameter kadar glukosamin, kelarutan, dan rendemen glukosamin.

Materi dan Metode Penelitian

Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu kitin dari kulit udang windu (*Penaeus monodon*) yang diperoleh dari PT LOLA MINA, Muara Baru, Jakarta Utara. Bahan yang digunakan untuk analisis kimia yaitu akuades, HCl 1 M (*p.a*), NaOH 3,5% (*p.a*), HCl 37% (teknis), etanol 96% (*p.a*), larutan asam asetat 100% (*glacial*) (*p.a*), dan standar glukosamin hidroklorida (GlcN-HCl) yang diperoleh dari PT Sigma Aldrich.

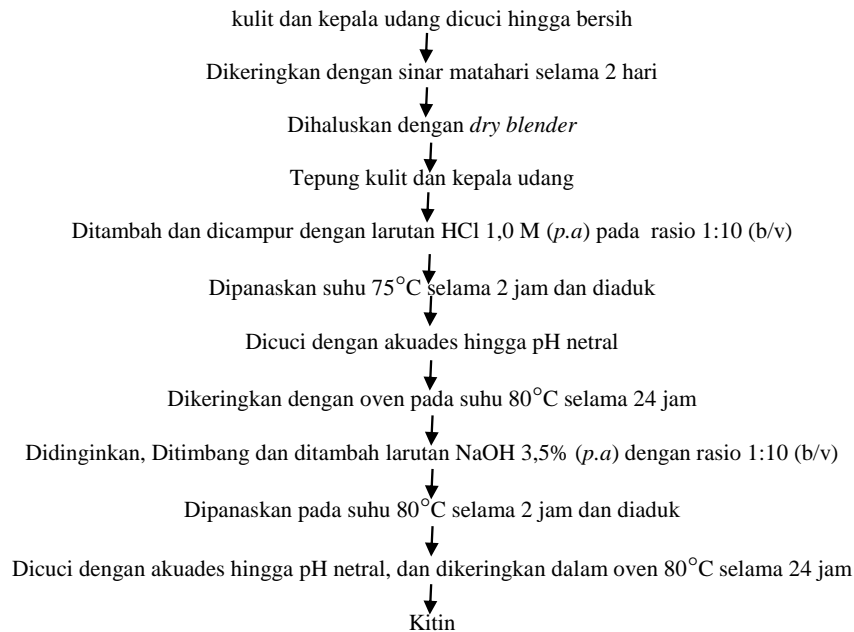
Metode Penelitian

Metode penelitian yang digunakan adalah metode experimental yang terbagi dalam dua tahap. Penelitian tahap I bertujuan untuk menentukan konsentrasi HCl teknis terbaik dalam menghidrolisis kitin dari kulit udang windu menjadi glukosamin-HCl. Penelitian tahap II bertujuan untuk menentukan suhu dan lama pemanasan terbaik dalam menghidrolisis kitin dengan HCl teknis berdasarkan konsentrasi HCl terbaik tahap I.

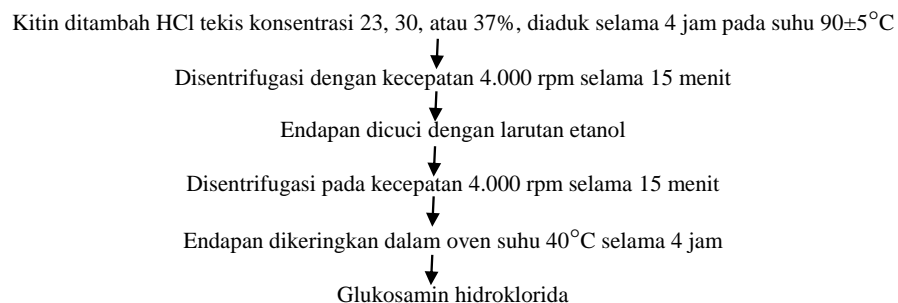
Penelitian tahap I

Tahapan pertama diawali dengan pembuatan kitin dari kulit udang windu menggunakan metode yang digunakan Agustina (2015) dan Antonino *et al.* (2015),

dilanjutkan dengan hidrolisis dengan HCl teknis konsentrasi 23, 30, dan 37% dengan rasio perbandingan antara sampel kitin dengan larutan HCl 1:9 (b/v) selama 4 jam pada suhu $90\pm 5^{\circ}\text{C}$. Proses pembuatan kitin dapat dilihat pada Gambar 1, sedangkan proses hidrolisis dengan HCl teknis dapat dilihat pada Gambar 2 berdasarkan metode yang digunakan Afridiana (2011).



Gambar 1. Diagram alir proses pembuatan kitin dari kulit udang windu. Sumber: Agustina (2015) dengan modifikasi



Gambar 2. Diagram alir proses hidrolisis kitin dengan HCl teknis. Sumber: Afridiana (2011) dengan modifikasi

Parameter yang diujikan dalam penelitian tahap I ini meliputi pengujian rendemen glukosamin (AOAC, 2005), uji kelarutan (Ernawati, 2012), analisis kadar air (AOAC, 2007), kadar protein (Bradford, 1976), dan kadar abu (AOAC, 2007) serta analisis Derajat Deasetilasi kitin dengan FT-IR (Kasai, 2008 dan Khan *et al.* 2012) dan Kadar Glukosamin Hidroklorida menggunakan Spektrofotometri UV-Vis (Ulfa, 2016).

Penelitian tahap II

Pada penelitian tahap II ini dilakukan berdasarkan perlakuan terbaik tahap I. Proses dilakukan sama dengan pada penelitian tahap I yaitu diawali dengan

pengolahan kulit udang windu (*Penaeus monodon*) menjadi kitin yang kemudian akan dihidrolisis menggunakan konsentrasi terbaik dari penelitian tahap I dan dilanjutkan dengan pembuatan glukosamin dengan perbedaan penggunaan suhu yaitu 60, 70, dan 80°C dan lama pemanasan yang berbeda yaitu 2, 3, dan 4 jam.

Parameter yang diujikan dalam penelitian tahap II ini yaitu meliputi pengujian rendemen glukosamin (AOAC, 2005), uji kelarutan (Ernawati, 2012), pH (SNI, 2004), Warna (Hutchings, 1999) dan Kadar Glukosamin Hidroklorida menggunakan Spektrofotometri UV-Vis (Ulfa, 2016).

Analisis data

Analisis data dilakukan menggunakan program SPSS 16.0. Pada penelitian tahap I menggunakan rancangan acak lengkap (RAL) satu faktor yaitu *One Way Anova* yang terdiri dari 3 level konsentrasi HCl teknis. Penelitian tahap II menggunakan rancangan acak lengkap (RAL) dua faktor yaitu menggunakan *Univariate-Two Way Anova* yang terdiri faktor yaitu suhu dan lama pemanasan.

Hasil dan Pembahasan

Karakteristik Fisik dan Kimia Kulit Udang Windu

Tabel 1. Karakteristik fisik dan kimia kulit udang windu

Parameter	Tepung kulit dan kepala udang windu (%)
Rendemen	27,18 ± 0,48
Kadar Air	8,55 ± 0,35
Kadar Abu	40,76 ± 0,54
Kadar Protein	29,17 ± 0,10

Hasil data pengukuran terhadap rendemen tepung kulit udang diperoleh rata-rata rendemen yang dihasilkan dari kepala udang basah menjadi tepung kulit udang kering yaitu 27,18 ± 0,48%. Hasil rendemen yang dihasilkan tidak berbeda jauh dengan penelitian yang dilakukan oleh Varun *et al.* (2017) yaitu rendemen yang dihasilkan sebesar 27,53 ± 0,71%, sehingga dapat dinyatakan bahwa penelitian yang dilakukan ini sudah sesuai dengan penelitian terdahulu.

Kadar air tepung kulit dan kepala udang yang dihasilkan memiliki kadar air sebesar 8,55 ± 0,35%. Hasil tersebut serupa dengan hasil penelitian yang telah dilakukan oleh Qin *et al.* (2010) yaitu diperoleh kadar air sebesar 8,7%. Hasil kadar air yang diperoleh ini menyatakan bahwa perlakuan pengeringan kulit serta cangkang kepala udang yang dikeringkan dibawah sinar matahari selama dua hingga tiga hari merupakan metode yang sesuai untuk mengeringkan kulit serta cangkang kepala udang sehingga menghasilkan hasil dengan tingkat kekeringan yang baik.

Kadar abu tepung kulit dan cangkang kepala udang menunjukkan kadar abu yang terkandung sebesar 40,76 ± 0,54%. Nouri *et al.* (2015) menyatakan bahwa kadar abu yang dihasilkan dari kulit udang kering dapat bervariasi hasilnya yaitu antara 30-50%. Hasil penelitian yang dilakukan oleh Islam *et al.* (2016) dan Paul

et al. (2015) terhadap kadar abu kulit udang windu menghasilkan hasil yang bervariasi yaitu 22,5% dan $30,66 \pm 0,35\%$. Kadar abu dari kulit udang memiliki hasil yang bervariasi disebabkan karena perbedaan pemberian komposisi pakan selama ternak dapat berpengaruh terhadap kandungan mineral yang terdapat pada kulit udang tersebut (Jeyasanta dan Patterson, 2015).

Hasil analisis kadar protein pada tepung kulit udang windu menghasilkan kandungan protein sebesar $29,17 \pm 0,10\%$. Hasil yang diperoleh dari penelitian ini sedikit dibawah hasil yang diperoleh berdasarkan teori Nouri *et al.* (2015) yaitu pada umumnya kulit udang mengandung protein sebesar 30-40%. Perbedaan ini dapat disebabkan oleh pemberian jenis serta komposisi pakan yang berbeda menyebabkan kadar protein yang berbeda.

Karakteristik Fisik dan Kimia Kitin

Tabel 2. Karakteristik fisik dan kimia kitin dari udang windu

Parameter	Kitin (%)
Rendemen	$16,04 \pm 0,25$
Kadar Air	$5,29 \pm 0,11$
Kadar Abu	$0,67 \pm 0,18$
Kadar Protein	$2,16 \pm 0,01$
Derajat Asetilasi	92

Hasil perhitungan terhadap rendemen kitin yang didapat nilai rendemen dengan rata-rata $16,04 \pm 0,25\%$ (bk). Hasil yang diperoleh ini serupa dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Hossain dan Iqbal (2014) yaitu rendemen yang diperoleh dari kulit udang berkisar antara 13% hingga 17%. Varun *et al.* (2017) juga memperoleh rendemen kitin sebesar lebih rendah yakni $14,72 \pm 0,57\%$ (bk). Perbedaan ini disebabkan oleh perbedaan suhu yang digunakan. Penelitian sebelumnya menggunakan suhu ruang sedangkan penelitian ini menggunakan suhu lebih tinggi yakni 75°C pada tahap demineralisasi dan 80°C pada tahap deproteinisasi.

Menurut Puspawati (2010) isolasi kitin akan menghasilkan rendemen yang lebih besar apabila tahapan isolasi dilakukan dengan urutan tahapan demineralisasi terlebih dahulu daripada tahapan deproteinisasi. Demineralisasi dilakukan terlebih dahulu dengan tujuan untuk menghilangkan kandungan mineral pada tepung kulit udang, namun disamping itu demineralisasi juga menyebabkan protein yang terdapat dalam filtrat menjadi mudah rusak dan tidak dapat dimanfaatkan kembali sehingga pada saat dilakukan tahap deproteinisasi protein dapat terdeproteinisasi secara optimal. Perlakuan deproteinisasi dapat dilakukan terlebih dahulu jika protein yang terdapat di dalam filtrat ingin digunakan atau dimanfaatkan kembali.

Kadar air kitin yang diperoleh dari penelitian ini adalah $5,29 \pm 0,11\%$ tidak jauh berbeda dengan kadar air kitin murni yakni 5,5% (Qin *et al.* 2010). Kadar

air kitin lebih kecil dibandingkan dengan tepung kulit udang. Penurunan kadar air pada kitin terkait dengan proses demineralisasi dan deproteinisasi sehingga air lebih mudah menguap, namun kontribusi penurunan kadar air terhadap kitin terbanyak disebabkan oleh perlakuan demineralisasi (Younes dan Rinaudo, 2015). Proses penurunan kadar air terjadi ketika larutan HCl yang digunakan pada tahapan demineralisasi mendekomposisi mineral yang terdapat pada kulit udang terutama pada kalsium karbonat menjadi garam kalsium yang larut dalam air disertai pelepasan molekul air dan gas CO₂. Proses ini yang menyebabkan menurunnya kadar air yang terdapat dalam kitin serta pada proses demineralisasi terbentuk gelembung ketika dilakukan penambahan larutan HCl pada tepung kulit udang.

Kadar abu pada kitin $0,67 \pm 0,18\%$, lebih kecil dibandingkan dengan yang diperoleh Qin *et al.* (2010) yaitu sebesar 2,2%. Menurut Hossain dan Iqbal (2014), salah satu faktor yang mempengaruhi kadar abu pada kitin yaitu penggunaan konsentrasi HCl yang semakin tinggi menyebabkan hasil kadar abu yang diperoleh akan semakin rendah, menandakan bahwa kandungan mineral yang terdapat dalam kitin semakin sedikit. Menurut Younes dan Rinaudo (2015), hal ini terjadi karena reaksi HCl pada proses demineralisasi yang mengubah kalsium karbonat menjadi garam kalsium larut air sehingga mengurangi mineral yang ada.

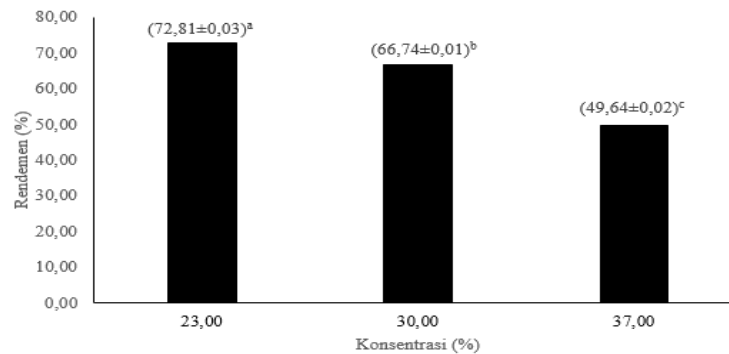
Kadar protein kitin sebesar $2,16 \pm 0,01\%$ jauh lebih kecil dari kadar protein tepung kulit udang. Hal ini terkait dengan proses deproteinisasi oleh basa NaOH menghasilkan natrium proteinat yang bersifat larut air. Menurut Martati *et al.* (2012) keefektifan proses deproteinisasi dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya konsentrasi larutan basa yang digunakan, lama proses deproteinisasi, serta penggunaan suhu deproteinisasi.

Derajat asetilasi kitin merupakan salah satu parameter utama dalam menentukan mutu kitin. Kitin yang diperoleh dari kulit udang windu mempunyai derajat asetilasi sebesar 92%. Menurut Paul *et al.* (2015) derajat asetilasi kitin komersial adalah $88,10 \pm 0,11\%$. Salah satu standar mutu kitin yaitu apabila memiliki derajat asetilasi lebih dari 85% atau derajat deasetilasi kurang dari 15% (Saleh *et al.*, 1999). Dengan demikian kitin yang dihasilkan sudah memenuhi standar kitin komersial.

Pengaruh HCl Teknis dalam Hidrolisis Kitin menjadi Glukosamin

Rendemen Glukosamin-HCl

Hasil analisis sidik ragam (Anova) menunjukkan bahwa rendemen glukosamin yang diperoleh berbeda nyata berdasarkan konsentrasi HCl teknis yang digunakan ($p < 0,05$). Hasil uji lanjut dengan Duncan secara ringkas dapat dilihat pada Gambar 3.

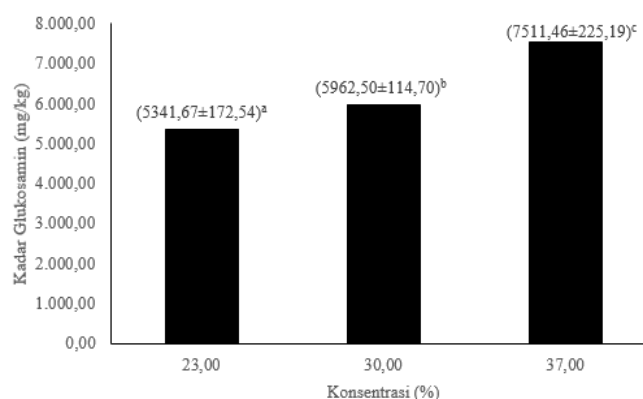


Keterangan: Perbedaan notasi menyatakan perbedaan nyata ($p < 0,05$)
 Gambar 3. Pengaruh konsentrasi HCl terhadap rendemen glukosamin-HCl

Gambar 3 menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi HCl teknis yang digunakan dalam hidrolisis kitin maka semakin rendah rendemen yang diperoleh. Rendemen tertinggi dihasilkan dari perlakuan pada konsentrasi HCl teknis 23%, sedangkan rendemen terkecil dari perlakuan konsentrasi HCl 37%. Mojarrad *et al.* (2007) menyatakan bahwa lama waktu hidrolisis dan konsentrasi asam merupakan faktor yang menentukan nilai rendemen dari glukosamin. Nurjannah (2016) konsentrasi HCl 37% menghasilkan rendemen sebesar 15,84%. Penurunan rendemen disebabkan oleh adanya reaksi berlebih selama proses hidrolisis kitin sehingga terjadinya kerusakan atau degradasi yang menyebabkan terbentuknya zat pengotor dan mempengaruhi nilai rendemen glukosamin yang dihasilkan. Semakin tinggi konsentrasi HCl yang digunakan menandakan semakin kuat kandungan asam yang terdapat dalam menghidrolisis kitin dan menyebabkan degradasi kitin yang berlebih dan menimbulkan zat pengotor sehingga rendemen glukosamin yang dihasilkan semakin berkurangnya dan sebaliknya.

Kadar Glukosamin Hasil Hidrolisis HCl Teknis

Hasil Anova menunjukkan bahwa terdapat perbedaan nyata kadar glukosamin yang dihasilkan oleh perlakuan konsentrasi HCl teknis ($p < 0,05$). Hasil uji lanjut dapat dilihat pada Gambar 4.



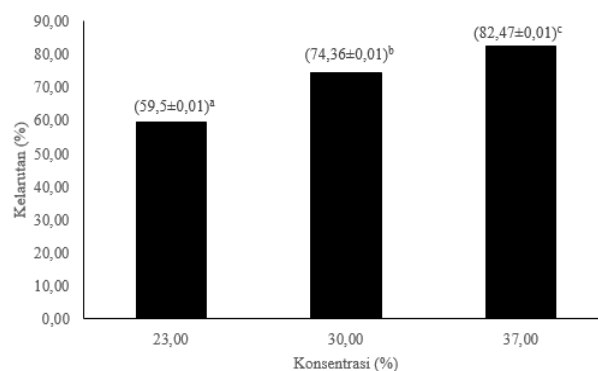
Keterangan: Perbedaan notasi menyatakan perbedaan signifikansi ($p < 0,05$)

Gambar 4. Pengaruh konsentrasi HCl terhadap kadar glukosamin-HCl

Kadar glukosamin tertinggi dihasilkan oleh penggunaan konsentrasi HCl 37%, sedangkan kadar glukosamin terendah dihasilkan oleh penggunaan konsentrasi HCl 23%. Kadar glukosamin yang dihasilkan lebih tinggi dibandingkan hasil penelitian Afridiana (2011) yang menggunakan HCl (*p.a*) yang menghasilkan glukosamin 4564 mg/kg. Dengan demikian HCl teknis yang digunakan lebih efektif dalam menghidrolisis glukosamin. Hasil kadar yang lebih tinggi juga dipengaruhi oleh bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu kitin dengan nilai derajat asetilasi yang lebih tinggi (92%) dibandingkan kitin yang dihasilkan oleh penelitian Afridiana (2011) yang hanya sebesar 65%. Menurut Mojarrad *et al.* (2007) kitin dengan derajat asetilasi yang tinggi menandakan tingkat kemurnian yang tinggi dan terbebas dari protein dan mineral, menyebabkan proses hidrolisis glukosamin menjadi lebih efektif. Penggunaan konsentrasi HCl yang tinggi memaksimalkan reaksi pemutusan ikatan glikosidik pada kitin sehingga menghasilkan monomer glukosamin dalam jumlah yang tinggi (Melati, 2014), namun rendemen yang dihasilkan lebih rendah (Nurjannah, 2016). Hal ini menandakan bahwa tingginya rendemen yang dihasilkan belum tentu sepenuhnya dapat merepresentasikan kandungan glukosamin yang dihasilkan. Hal ini barangkali terkait dengan rusaknya sebagian glukosamin oleh HCl menjadi pengotor.

Kelarutan Glukosamin-HCl

Hasil pengujian statistik ANOVA menunjukkan bahwa terdapat perbedaan nyata antara kelarutan dari glukosamin yang dihasilkan dari penggunaan tiga konsentrasi HCl yang digunakan ($p < 0,05$). Hasil uji lanjut dapat dilihat pada Gambar 5.



Keterangan: Perbedaan notasi menyatakan perbedaan signifikansi ($p < 0,05$)

Gambar 5. Pengaruh konsentrasi HCl terhadap kelarutan glukosamin-HCl

Gambar 5 menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi HCl teknis yang digunakan semakin tinggi pula tingkat kelarutan dari glukosamin yang terbentuk. Glukosamin dengan perlakuan konsentrasi HCl 37% memiliki tingkat kelarutan paling tinggi, sedangkan glukosamin yang terbentuk dengan perlakuan konsentrasi HCl 23% memiliki tingkat kelarutan paling rendah. Kelarutan glukosamin hasil hidrolisis dengan HCl teknis lebih tinggi daripada yang dibuat

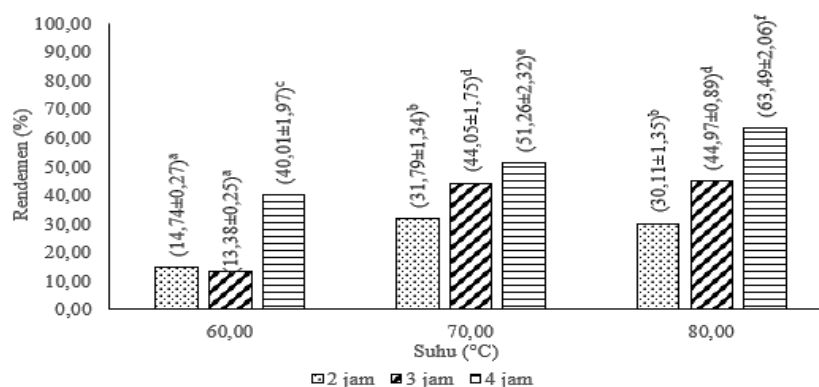
Melati (2014) yang menghasilkan tingkat kelarutan 60% oleh penggunaan konsentrasi HCl 15%.

Hasil kelarutan glukosamin yang dihasilkan berbanding lurus dengan kadar glukosaminnya. Hal tersebut menandakan bahwa produk bukan lagi dalam bentuk kitin melainkan telah terhidrolisis menjadi glukosamin.

Pengaruh Suhu dan Lama Pemanasan Terhadap Hidrolisis Kitin

Rendemen Glukosamin

Hasil Anova menunjukkan bahwa Perlakuan suhu dan lama pemanasan serta interaksi kedua perlakuan berpengaruh nyata terhadap rendemen glukosamin-HCl yang dihasilkan ($p < 0,05$). Hasil uji lanjut dapat dilihat pada Gambar 6.



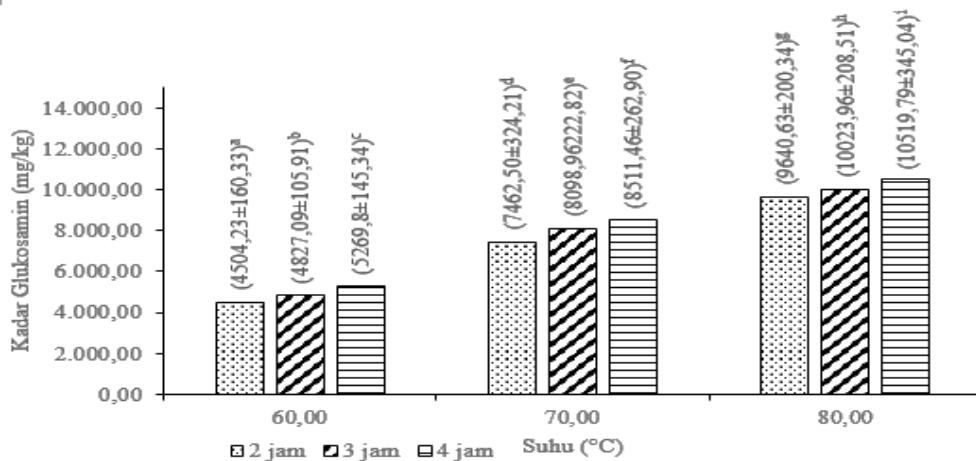
Keterangan: Perbedaan notasi menyatakan perbedaan signifikansi ($p < 0,05$)

Gambar 6. Pengaruh suhu dan lama pemanasan terhadap rendemen Glukosamin-HCl

Gambar 6 dapat dilihat bahwa rendemen glukosamin tertinggi diperoleh dari perlakuan suhu pemanasan 80°C serta lama pemanasan 4 jam dengan nilai rendemen 63,49%±0,02, sedangkan hasil rendemen glukosamin terendah dihasilkan dari perlakuan suhu 60°C dengan lama pemanasan 3 jam yaitu sebesar 13,38%±0,02. Hal ini menyatakan bahwa penggunaan suhu yang lebih tinggi serta lama pemanasan yang lebih lama mampu meningkatkan rendemen glukosamin yang dihasilkan. Namun apabila suhu serta lama pemanasan yang digunakan terlalu tinggi dapat menyebabkan timbulnya zat pengotor dan residu berlebih seperti yang dinyatakan oleh Mojarad (2007), juga hal ini diperkuat oleh Soltani *et al.* (2017) yang menggunakan suhu yang lebih tinggi yaitu 90 dan 110°C dan menghasilkan rendemen yang lebih rendah yaitu 46,30% dan 11,10% dibandingkan dengan penggunaan suhu 70°C yang menghasilkan rendemen 52,10%. Hasil rendemen yang didapat bukanlah merupakan faktor utama dalam keberhasilan proses hidrolisis kitin dalam menghasilkan glukosamin.

Kadar Glukosamin-HCl

Hasil Anova menunjukkan bahwa terdapat perbedaan nyata antara perlakuan suhu dan lama pemanasan, serta interaksi antara kedua perlakuan terhadap kadar glukosamin-HCl ($p < 0,05$). Hasil uji lanjut dapat dilihat pada Gambar 7.

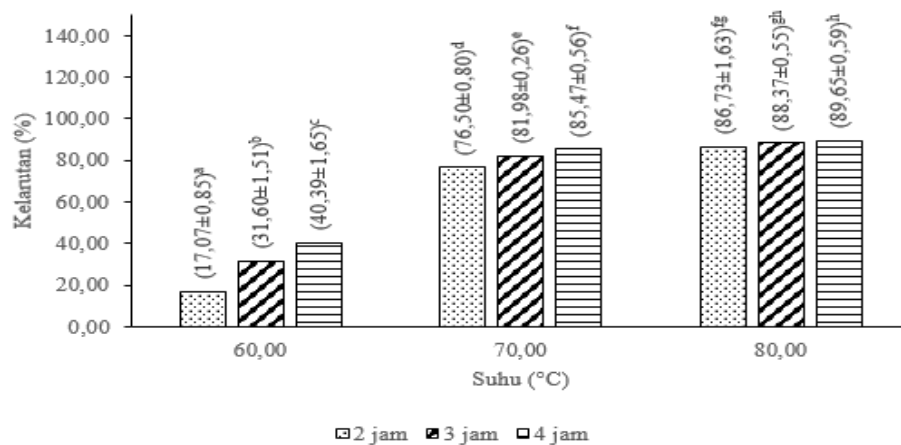


Keterangan: Perbedaan notasi menyatakan perbedaan nyata ($p < 0,05$)
 Gambar 7. Pengaruh suhu dan lama pemanasan terhadap kadar Glukosamin-HCl

Hasil kadar glukosamin tertinggi diperoleh berdasarkan perlakuan pada suhu 80°C selama 4 jam yaitu 10.519,79 mg/kg, sedangkan hasil kadar glukosamin terendah diperoleh berdasarkan perlakuan pada suhu 60°C selama 2 jam yaitu 4504,23 mg/kg. Hasil ini lebih tinggi daripada yang dilakukan oleh Sibi *et al.* (2013) yang menghasilkan glukosamin dengan kadar 3.320 mg/kg pada perlakuan suhu 90°C selama 75 menit. Sibi *et al.* (2013) menyatakan bahwa penggunaan suhu pemanasan yang tinggi serta waktu hidrolisis yang semakin lama dapat mendukung terjadinya proses pemutusan ikatan glikosidik pada kitin dan menghasilkan glukosamin dengan kadar yang tinggi, sedangkan penggunaan waktu hidrolisis yang singkat menyebabkan reaksi hidrolisis menjadi kurang optimal dalam menghidrolisis kitin menjadi glukosamin.

Kelarutan Glukosamin-HCl

Hasil Anova menunjukkan perbedaan nyata pada kelarutan glukosamin oleh perlakuan suhu dan lama pemanasan serta terdapat interaksinya ($p < 0,05$). Hasil uji lanjut dapat dilihat pada Gambar 8.

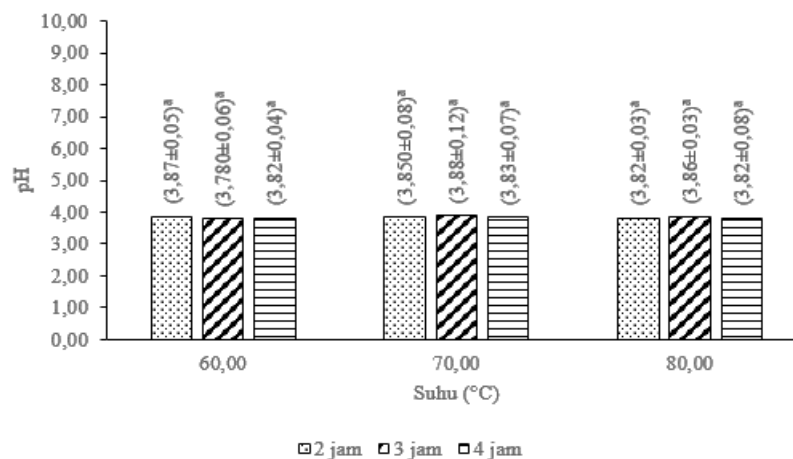


Keterangan: Perbedaan notasi menyatakan perbedaan nyata ($p < 0,05$)
 Gambar 8. Pengaruh suhu dan lama pemanasan terhadap kelarutan Glukosamin-HCl

Kelarutan glukosamin tertinggi diperoleh pada perlakuan suhu 80°C selama 4 jam yaitu $89,65\% \pm 0,59$ dan kelarutan terendah diperoleh pada perlakuan suhu 60°C selama 2 jam dengan hasil kelarutan $17,07\% \pm 0,85$. Hasil ini menyatakan bahwa pada kondisi pemanasan dengan suhu 80°C selama 4 jam, kitin terhidrolisis secara maksimal menjadi glukosamin sehingga menghasilkan glukosamin dalam jumlah banyak yang ditandai dengan kelarutannya dalam air. Hal ini sesuai dengan pernyataan Kralovec dan Barrow (2008) bahwa glukosamin yang terbentuk akan larut dalam air karena glukosamin bersifat larut air. Hasil ini juga memiliki tingkat kelarutan yang lebih tinggi dibandingkan yang dilakukan oleh Ernawati (2012) dengan tingkat kelarutan sebesar 15% dengan lama pemanasan 120 menit metode autoklaf.

pH Glukosamin HCl

Hasil Anova menunjukkan tidak ada perbedaan nyata antara perlakuan suhu dan lama pemanasan terhadap pH glukosamin-HCl yang dihasilkan ($p > 0,05$). Hasil uji lanjut dapat dilihat pada Gambar 9.



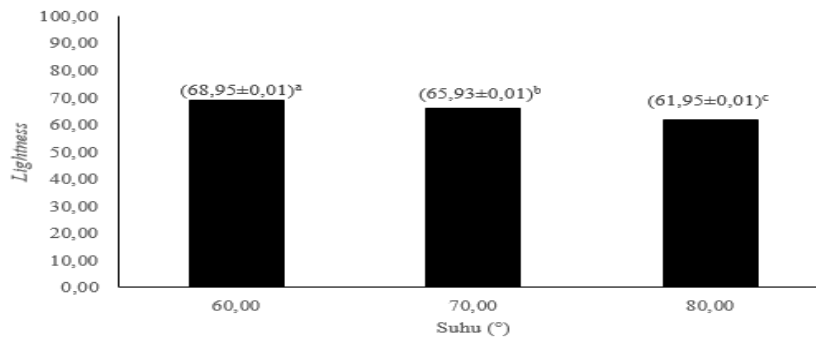
Keterangan: Perbedaan notasi menyatakan perbedaan nyata ($p < 0,05$)

Gambar 9. Pengaruh suhu dan lama pemanasan terhadap pH glukosamin-HCl

pH yang dihasilkan pada penelitian ini memiliki kisaran pH 3,73 hingga 3,98 yang menunjukkan bahwa produk yang dihasilkan tergolong asam. pH yang dihasilkan dalam penelitian ini sesuai dengan pH standar glukosamin-HCl berdasarkan standar USP (2006) yaitu 3,5 hingga 5,0. Menurut Chasanah (2016) pH glukosamin-HCl dipengaruhi oleh proses presipitasi produk menggunakan ethanol. Pada penelitian ini proses presipitasi dari produk hanya dilakukan sekali dan tidak dinetralkan sehingga produk bersifat asam.

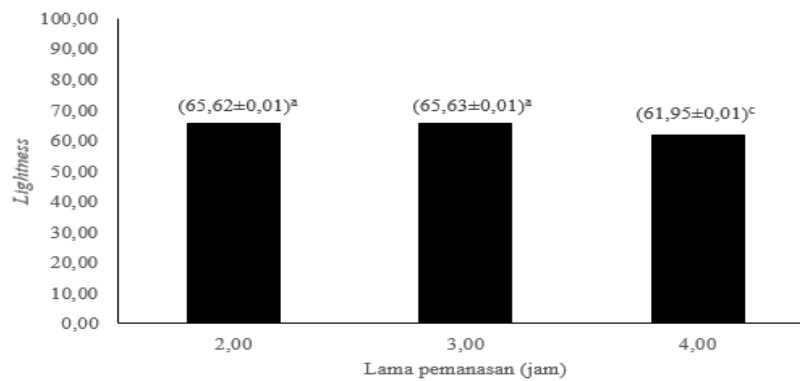
Warna Glukosamin HCl

Pengukuran warna dilakukan untuk mengetahui derajat keputihan dari produk glukosamin-HCl yang dihasilkan. Berdasarkan hasil Anova menunjukkan perbedaan nyata kecerahan (*Lightness*) warna glukosamin-HCl yang dihasilkan oleh perlakuan suhu dan lama pemanasan ($p < 0,05$), namun interaksi antara suhu dan lama pemanasan tidak berpengaruh nyata ($p > 0,05$). Hasil uji lanjut Duncan pada suhu dan lama pemanasan dapat dilihat pada Gambar 10. dan 11.



Keterangan: Perbedaan notasi menyatakan perbedaan nyata ($p < 0,05$)

Gambar 10. Pengaruh suhu terhadap *Lightness* glukosamin-HCl



Keterangan: Perbedaan notasi menyatakan perbedaan nyata ($p < 0,05$)

Gambar 11. Pengaruh lama pemanasan terhadap *Lightness* glukosamin-HCl

Gambar 10. menunjukkan bahwa nilai *Lightness* dari glukosamin-HCl akan mengalami penurunan seiring dengan peningkatan suhu pemanasan. Glukosamin-HCl yang dihasilkan dengan perlakuan suhu 60°C memiliki rata-rata nilai *Lightness* yaitu 68,95 yang menunjukkan nilai tertinggi sedangkan glukosamin-HCl yang dihasilkan dengan perlakuan suhu 80°C memiliki rata-rata nilai *Lightness* yaitu 61,95 yang menunjukkan nilai terendah. Sesuai dengan pernyataan Melati (2014) yang menyatakan bahwa penggunaan suhu yang tinggi dapat menyebabkan terbentuknya komponen furfural sehingga produk menjadi berwarna kecoklatan.

Gambar 11. menunjukkan bahwa nilai *Lightness* produk glukosamin-HCl akan mengalami penurunan seiring dengan lamanya waktu pemanasan. Glukosamin-HCl yang dihasilkan pada perlakuan lama pemanasan 3 jam memiliki rata-rata nilai *Lightness* yaitu 65,63 yang merupakan nilai tertinggi, sedangkan glukosamin-HCl yang dihasilkan pada perlakuan lama pemanasan 4 jam memiliki rata-rata nilai 61,95 yang merupakan nilai terendah. Hal ini disebabkan karena semakin lamanya waktu pemanasan menyebabkan semakin banyak reaksi *Maillard* yang terbentuk selama proses hidrolisis akibat adanya interaksi antara gula amino dengan asam kuat. Hal ini juga diperkuat dengan adanya penggunaan suhu tinggi sehingga terbentuknya komponen furfural yang menyebabkan produk mengalami perubahan warna menjadi kecoklatan.

Nilai *Hue* yang dihasilkan dari produk glukosamin pada penelitian ini memiliki nilai yang berkisar antara 75,35 hingga 79,02. Menurut Hutchings (1999) kisaran nilai *Hue* yang berkisar antara 54 hingga 90 menandakan warna dari produk cenderung berwarna kuning kemerahan (*Yellow-Red*), sehingga warna yang dihasilkan dari produk glukosamin dalam penelitian ini cenderung memiliki warna produk kuning kemerahan.

Kesimpulan

Penggunaan HCl teknis dalam hidrolisis dinilai efisien karena harga yang lebih murah namun tetap dapat mempertahankan kualitas produk glukosamin-HCl yang dihasilkan. Perlakuan hidrolisis 4 jam dengan konsentrasi HCl teknis 37% dipilih sebagai perlakuan tahap I terbaik dalam produksi glukosamin-HCl. Penggunaan HCl teknis pada konsentrasi 37% menghasilkan kadar glukosamin-HCl 7511,46 mg/kg.

Pada konsentrasi HCl teknis 37%, suhu 80°C dan lama hidrolisis kitin kulit udang windu 4 jam menghasilkan glukosamin tertinggi yakni mencapai 10519,79 mg/kg dengan kelarutan mencapai 89,65%, pH 3,82, dan warna kuning kemerahan.

Ucapan Terima Kasih

Terima kasih kepada Yayasan Universitas Pelita Harapan yang telah membantu pendanaan penelitian melalui skema penelitian LPPM UPH No 258/LPPM-UPH/VII/2017.

Daftar Pustaka

- Afridiana, N. 2011. Recovery glukosamin hidroklorida dari Cangkang Udang melalui Hidrolisis Kimiawi sebagai Bahan Sediaan Suplemen Osteoarthritis. *Skripsi*. Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Agustina, S. 2015. Isolasi Kitin, Karakterisasi, dan Sintesis Kitosan dari Kulit Udang. *Jurnal Kimia*. 9(2): 271-278.
- Anderson, J. W., Nicolosi R. J., Borzelleca J. F. 2005. Glucosamine Effects in Humans: A Review of Effects on Glucose Metabolism, Side Effects, Safety Considerations and Efficacy. *Food and Chemical Toxicology*. 43:187-201.
- Association of Official Analytical Chemistry (AOAC). 2005. *Official Methods of Analysis*. 18th Ed. Maryland: Association of Official Analytical Chemists Inc.
- Association of Official Analytical and Chemistry (AOAC). 2007. *Officials Methods of Analysis*. 18th Ed. Association of Official Analytical and Chemistry Inc., Maryland.
- Association of Official Analytical and Chemistry (AOAC). 1995. *Officials Methods of Analysis of AOAC Internasional*. Arlington, Virginia, USA.
- Bradford, Marion M. 1976. A rapid and sensitive method for the quantitation of microgram quantities of protein utilizing the principle of protein-dye binding. *Analytical Biochemistry* 72:248-254
- Chang, K. L., M. C. Tai, dan F. H. Cheng. 2001. Kinetics and products of the degradation of chitosan by hydrogen peroxide. *Journal of Agricultural Food Chemistry*. 49(10):4845-4851.

- European Food Safety Authority (EFSA). 2009. *Scientific Opinion on the substantiation of a health claim related to glucosamine hydrochloride and reduced rate of cartilage degeneration and reduced risk of development of osteoarthritis pursuant*. 7(10): 1358. Italy.
- Ernawati. 2012. Pembuatan Glukosamin Hidroklorida (GlcN HCl) dengan Metode Autoklaf. *Skripsi*. Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan. Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Hossain, M.S dan Iqbal, A. 2014. Production and characterization of chitosan from shrimp waste. *Journal Bangladesh Agriculture*. Univ. 12(1): 153-160.
- Islam, S.Z., Khan, M., dan Alam, A.K.M.N. 2016. Production of chitin and chitosan from shrimp shell wastes. *Journal Bangladesh Agriculture*. Univ.14(2): 253-259.
- Jeyasanta, K.I., dan Patterson, J. 2015. Different types of formulated feeds on the biochemical composition of cultured shrimp, *Penaeus monodon* (Fabricius, 1978). *World J. Fish & Marine Sci*. 7(1): 55-68.
- Kasaai, M. R. 2008. A Review of Several Reported Procedures to Determine the Degree of N-Acetylation for Chitin and Chitosan using Infrared Spectroscopy. *Carbohydrate Polymer*. 71: 497-508.
- Khan, T. A. K., Kok, Hung S. 2002. Reporting degree of deacetylation values of chitosan: the influence of analytical methods. *Journal of Pharmaceutical Science*. 5: 205-212.
- Kralovec, J. A., Barrow, C. J. 2008. *Marine Nutraceutical and Functional Foods: Glucosamine Production and Health Benefits*. Canada: CRC Press.
- Martati, E., Susanto, T., Yuniarta, dan Ulifah, I.A. 2012. Isolasi khitin dari cangkang rajungan (*Portunus pelagicus*) kajian suhu dan waktu proses deproteinasi. *Jurnal Teknologi Peertanian* 3(2): 129-137.
- Melati, E. 2014. Pembuatan glukosamin hidroklorida (GlcN HCl) dari kitin karapas udang dengan metode autoklaf. *Skripsi*. Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Mojarrad, J. S., Mahboob, N., Valizadeh, H., Ansarin, M., Bourbour, S. 2007. Preparation of Glucosamine from Exoskeleton of Shrimp and Predicting Production by Response Surface Methodology. *Journal of Agricultural and Chemistry*. 55:2246-2250.
- Paul, T ., Halder, S. K., Das, A., Ghosh, K., Mandal, A., Payra, P., dan Mondal, K.C. 2015. Production of chitin and bioactive materials from Black tiger shrimp (*Penaeus monodon*) shell waste by the treatment of bacterial protease cocktail. *3 Biotech* 5(4): 483-493.
- Puspawati, N.M., dan Simpen, I.N. 2010. Optimasi deasetilasi kitin dari kulit udang dan cangkang kepiting limbah restoran seafood menjadi kitosan melalui variasi konsentrasi NaOH. *Jurnal Kimia* 4(1): 79-90.
- Qin, Y., Lu, X., Sun, N., dan Rogers, R. D. 2010. Dissolution or extraction of crustacean shell using ionic liquids to obtain high molecular weight purified chitin and direct production of chitin films and fibers. *Green Chem* 12: 968-971.
- Soltani, M., Karimi, K., Zamani, A. 2017. Fungal Glucosamine: Production, Purification, and Characterization. *International Journal of Research Studies in Biosciences*. 5: 56-64.
- Towheed, T. E., Maxwell, L., Anastassiades, T. P., Shea, B., Houpt, J., Robinson, V., Hochberg, M. C., Wells, G. 2005. Glucosamine Therapy for Treating Osteoarthritis. *Cochrane Database Systematics Reviews*.
- Ulfa, Maria. 2016. Penentuan kadar glukosamin dari fermentasi kulit udang oleh *Mucor michei* dengan metode uji ninhidrin dan spektrofotometri Uv-Vis. *Skripsi*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung, Lampung.

- Varun, T.K., Senani, S., Jayapal, N., Chikkerur, J., Roy, S., Tekulapally, V.B., Gautam, M., dan Kumar, N. 2017. Extraction of chitosan and its oligomer from shrimp shell waste, their characterization and antimicrobial effect. *Vet World* 10(2): 170-175.
- Venugopal, V. 2009. *Marine Products for Healthcare: Seafood Processing Wastes: Chitin, Chitosan, and Other Compounds*. New York: CRC Press.
- Younes, I dan Rinaudo, M. 2015. Chitin and chitosan preparation from marine sources, structure, properties, and applications. *Mar Drugs Journal* 13(3):33-74.

