

PEMBUATAN KITOSAN DARI LIMBAH SISIK IKAN
(Variabel Konsentrasi Larutan NaOH dan Waktu Ekstraksi)

Novita Susanti, Ani Purwanti

Jurusan Teknik Kimia, Institut Sains & Teknologi AKPRIND Yogyakarta

Email: novitasusanti37@gmail.com

ABSTRAK

Sisik ikan merupakan limbah yang belum dimanfaatkan dengan optimal, selama ini sisik ikan dimanfaatkan sebagai sumber kolagen. Sisik ikan kering memiliki kadar air 9,00%, kadar protein 25,81% dan kadar lemak 7,64%. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui potensi sisik ikan sebagai bahan baku dalam pembuatan kitosan.

Pembuatan kitosan dilakukan melalui tiga tahap, yaitu tahap deproteinasi untuk menghilangkan protein yang terkandung dalam sisik ikan, tahap demineralisasi untuk menghilangkan mineral yang terkandung dalam sisik ikan, dan tahap deasetilasi untuk menghilangkan gugus asetil yang terdapat dalam kitin dan membentuk kitosan. Bahan baku berupa sisik ikan yang telah dikeringkan dibawah sinar matahari dan disangrai, ditimbang sebanyak 95,00 g kemudian diekstraksi dengan menggunakan larutan NaOH 5% selama 2 jam dengan suhu operasi 65°C dan dilanjutkan proses demineralisasi dengan menggunakan larutan HCl 0,5N selama 30 menit sehingga diperoleh kitin. Proses selanjutnya yaitu deasetilasi dengan memvariasikan konsentrasi larutan NaOH dan waktu ekstraksi. Kitin sebanyak 10 g diekstraksi menggunakan larutan NaOH 10% 50 mL dengan waktu ekstraksi 2 jam. Dengan memvariasikan konsentrasi larutan NaOH. Proses selanjutnya dilakukan ekstraksi dengan memvariasikan waktu ekstraksi. Kitosan yang dihasilkan dari proses ini dianalisis derajat deasetilasinya dengan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*).

Hasil penelitian menunjukkan bahwa derajat deasetilasi kitosan tertinggi pada variasi konsentrasi larutan NaOH 40% sebesar 87,28%, sedangkan pada variasi waktu ekstraksi sebesar 86,31 % yang didapat dari proses deasetilasi menggunakan suhu 90°C dengan waktu pemanasan 2 jam.

Kata kunci: *deproteinasi, demineralisasi, deasetilasi, derajat deasetilasi, kitin, kitosan*

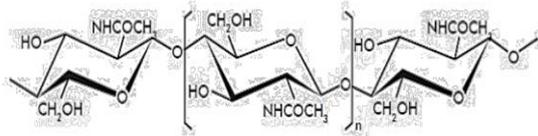
PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara maritim yang memiliki garis pantai terpanjang di dunia. Berdasarkan wawasan nusantara, segi sosial dan ekonomi, perikanan Indonesia memiliki peran yang penting karena wilayah negaranya terdiri dari lautan yang memiliki kekayaan potensial berupa sumber daya alam hayati terutama hasil perikanan (Suharjo dan Noor Harini, 2005).

Umumnya pencemaran limbah cair dalam bentuk minyak dan air bekas bilasan ikan dengan berbagai padatan tersuspensi seperti sisik ikan. Kurangnya pengelolaan dari limbah tersebut menimbulkan berbagai isu di bidang lingkungan yang dapat melebar ke permasalahan sosial dan kesehatan. Akibatnya limbah yang terus-menerus menumpuk dapat menimbulkan bebauan tidak sedap yang dapat mengganggu aktivitas serta penduduk sekitar, menurunnya keindahan lingkungan, serta menurunnya kualitas air yang bisa mencemari lingkungan dan mengganggu kesehatan masyarakat yang berada di area sekitar. Sisik ikan merupakan limbah yang belum dimanfaatkan dengan

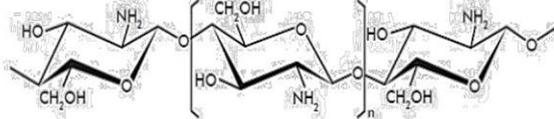
optimal, selama ini sisik ikan dimanfaatkan sebagai sumber kolagen. Dengan memanfaatkan limbah sisik ikan sebagai bahan baku pembuatan kitosan, maka dapat mengurangi pencemaran air, udara, dan tanah.

Kitin termasuk golongan polisakarida yang mempunyai berat molekul tinggi dan merupakan molekul polimer berantai lurus dengan nama lain β -(1-4)-2 asetamida -2-dioksi-D-glukosa (N-asetil-D-Glukosamin). Kitin memiliki struktur yang hampir sama dengan selulosa dimana ikatan yang terjadi antara monomernya terangkai dengan ikatan glikosida pada posisi β -(1-4). Perbedaan kitin dengan selulosa adalah gugus hidroksil yang terikat pada atom karbon yang kedua pada kitin diganti oleh gugus asetamida (NHCOCH_2) sehingga kitin menjadi sebuah polimer berunit N-asetil glukosamin. Unit monomer kitin memiliki rumus molekul $\text{C}_8\text{H}_{12}\text{NO}_5$ dengan kadar C 47%, H 6%, N 7% dan O 40%.



Gambar 1. Struktur kitin

Chitosan adalah poli 2-amino-2deoksi-β-D-glukosa, merupakan kitin yang terdeasetilasi, dimana gugus asetil pada kitin disubstitusikan oleh hidrogen menjadi gugus amino dengan penambahan larutan basa kuat berkonsentrasi tinggi (Fernandez,dkk,2008).



Gambar 2. Struktur kitosan

Suatu molekul dikatakan kitin bila mempunyai derajat deasetilasi (DD) sampai 10% dan kandungan nitrogennya kurang dari 7. Dan dikatakan kitosan bila nitrogen yang terkandung pada molekulnya lebih besar dari 7% berat dan derajat deasetilasi (DD) lebih dari 70% (Muzzarelli 1985).

Tabel 1. Standard Kitosan

Deasetilasi	≥ 70% jenis teknis dan >95% jenis farmasikal
Kadar abu	Umumnya <1%
Kadar air	2-10%
Kelarutan	Hanya pada pH ≥ 6
Kadar nitrogen	7-8,4%
Warna	Putih sampai kuning pucat
Ukuran partikel	5 ASTM Mesh
Viscositas	309 cps
E coli	Negatif
salmonella	Negatif

Sumber : Muzzarelli (1985) dan Austin (1988)

METODE PENELITIAN

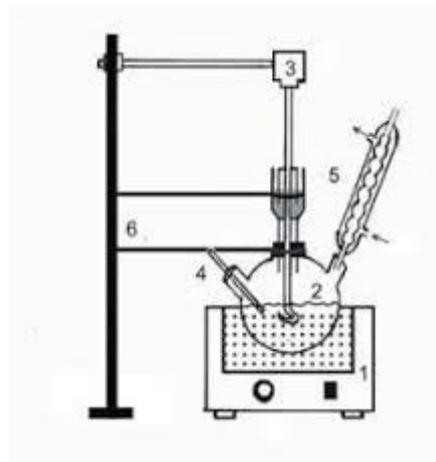
1. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu sisik ikan, HCl 1N, NaOH 5%, NaOH 10%, 20%, 30%, 35% ,40% dan aquades.

2. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah rangkaian alat ekstraksi, *beaker glass*, neraca analitik, kertas saring, pengaduk kaca, gelas ukur, labu takar, corong kaca, oven, desikator, penyaring *buchner*.

3. Rangkaian Alat Ekstraksi



Keterangan :

1. Water bath
2. Labu leher tiga
3. Motor pengaduk
4. Termometer
5. Pendingin spiral
6. Statif

4. Variabel penelitian

Dalam melakukan penelitian ini terdapat dua variabel yang digunakan pada proses pembuatan kitosan yaitu:

- a. Konsentrasi larutan NaOH (10%, 20%, 30%, 35% , dan 40%)
- b. Waktu ekstraksi (0,5 jam, 1 jam, 1,5 jam, 2 jam, 2,5 jam)

5. Prosedur Penelitian

- a. Persiapan Awal
Sisik ikan dicuci bersih dan dikeringkan dibawah sinar matahari hingga kering. Kemudian sisik di sangrai.
- b. Tahap Pembuatan Kitin
 - a) *Deproteinasi*
Proses ini dilakukan pada suhu 65 °C dengan menggunakan larutan NaOH 5% sebanyak 100 mL dengan perbandingan sisik ikan dengan NaOH = 1 : 10 (gr sisik/mL NaOH) dan diaduk selama 2 jam. Kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring, dan endapan yang diperoleh dicuci dengan menggunakan aquadest sampai pH netral, kemudian dikeringkan dengan oven.
 - b) *Demineralisasi*
Untuk menghilangkan mineralnya ditambahkan HCl 0,5N sebanyak 100 mL dengan perbandingan sisik ikan setelah de-proteinasi dengan NaOH = 1 : 10 (gr serbuk/ml NaOH) kedalam beaker glass. Kemudian direndam pada suhu 30°C (suhu kamar) selama

30 menit. Hasil yang didapatkan disaring dengan penyaring *buchner* yang diberi kertas saring. Lalu dicuci dengan aquadest sampai pH netral. Padatan yang diperoleh, dikeringkan kembali pada suhu kamar. Hasil dari proses ini disebut kitin.

6. Tahap Pembuatan Kitosan

Kitin 10 gram dimasukkan ke dalam beaker glass, ditambahkan 50 mL NaOH 10%, dipanaskan pada suhu 100°C sambil diaduk selama 2 jam. Kemudian diulangi untuk konsentrasi NaOH 20%, 30%, 35%, dan 40%. Selanjutnya, dilakukan dengan langkah yang sama untuk variasi waktu ekstraksi pada proses deasetilasi 0,5 jam, 1 jam, 1,5 jam, 2 jam, 2,5 jam, berat kitin dan lama pengadukan tetap, Larutan kitin disaring dan dicuci sampai pH netral. Keringkan pada suhu 30°C (suhu kamar). Kitosan yang dihasilkan ditimbang, dianalisis kadar air, rendemen dan derajat deasetilasi. Selanjutnya kitosan yang diperoleh dianalisis dengan menggunakan FTIR untuk mengetahui Derajat Deasetilasi (DD) (Trisnawati, E dkk. 2013).

7. ANALISIS

a. Analisis Kadar Air

a) Pada Bahan Baku

Pengujian ini dilakukan dengan metode gravimetri yaitu dengan cara menimbang berat sisik ikan yang telah disangrai sebanyak 10 gram, kemudian dilakukan proses pengeringan menggunakan oven pada suhu 105°C selama 30 menit. Kemudian dimasukkan kedalam desikator selama 5 menit untuk selanjutnya ditimbang kembali. Lakukan pengulangan proses tersebut hingga diperoleh berat konstan.

b) Pada Produk Kitosan

Produk kitosan dikeringkan menggunakan oven pada suhu 105°C selama 30 menit. Kemudian dimasukkan kedalam desikator selama 5 menit untuk selanjutnya ditimbang kembali. Lakukan pengulangan proses tersebut hingga diperoleh berat konstan. Kadar air dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{Kadar Air (\%)} = \frac{\text{berat sampel awal} - \text{berat sampel akhir}}{\text{berat sampel awal}} \times 100\%$$

b. Analisis Rendemen Kitosan

Kitosan yang telah dihasilkan dilakukan analisis untuk mengetahui rendemen pada kitosan yang dihasilkan. Analisis Rendemen kitosan dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{A}{B} \times 100\%$$

Dengan:

A= Berat Kitosan kering yang dihasilkan bebas air (gram)

B = Berat Kitin kering bebas air (gram)

c. Analisis Derajat Deasetilasi

Penentuan DD dengan metode spektroskopi IR dilakukan dengan metode *base line* Domszy & Robert (Khan dkk., 2002) dengan mencatat puncak tertinggi dan mengukur pita dasar yang dipilih. Rumus untuk perhitungan *base line* adalah

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

Dengan:

DD: Derajat Deasetilasi,

A_{1655} : Absorbansi pada bilangan gelombang 1655 cm^{-1} yang menunjukkan serapan karbonil dari amida.

A_{3450} : Absorbansi bilangan gelombang 3450 cm^{-1} yang menunjukkan serapan hidroksil dan digunakan sebagai standar internal.

Faktor 1,33: Nilai perbandingan $\frac{A_{1655}}{A_{3450}}$ untuk kitosan yang terdeasetilasi 100%.

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Analisis Bahan Baku

Pengujian analisis kadar air pada sisik ikan sangria dilakukan di Laboratorium Proses Kimia Institut Sains & Teknologi AKPRIND Yogyakarta. Analisa kadar air dilakukan untuk mengetahui jumlah air yang terkandung dalam sisik ikan. Setelah dilakukan pengujian diperoleh hasil kadar air pada sisik ikan sangrai sebesar 9,00. Sedangkan analisis kadar protein dan lemak pada di lakukan di Laboratorium Teknologi Hasil Perikanan – Universitas Diponegoro Semarang. Didapatkan hasil kadar protein pada bahan baku sebesar 25,811 % dan kadar lemak pada bahan baku sebesar 7,644 %.

2. Analisis kitin

Hasil kitin (padat) dari proses ekstraksi dinetralkan menggunakan aquades, kemudian di saring dengan menggunakan kertas saring dengan berat kertas saring kosong 0,8 g. Selanjutnya di oven hingga didapatkan berat konstan untuk dianalisa kadar air. Di peroleh

kadar air sebesar 7,57% . serta rendemen kitin sebesar 15,51%.

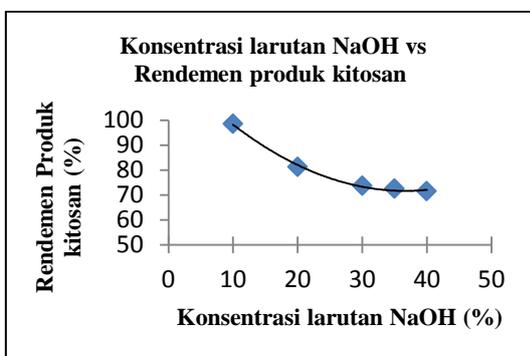
3. Pengaruh Konsentrasi larutan NaOH terhadap kitosan

a. Pengaruh Konsentrasi larutan NaOH terhadap Rendemen Kitosan

Pembuatan kitosan dari kitin (kadar air 7,57%), sebanyak 10 g kitin di ekstraksi dengan konsentrasi larutan NaOH tertentu sebanyak 50 mL pada suhu 100°C selama 2 jam.

No	Konsentrasi larutan NaOH (%)	Rendemen (%)
1	10	98,55
2	20	81,22
3	30	73,64
4	35	72,56
5	40	71,47

Hasil penelitian diperoleh rendemen kitosan berkisar antara 71,47 % dan 98,55 %. Pengaruh konsentrasi larutan NaOH yang digunakan terhadap jumlah rendemen (%) yang dihasilkan dari sisik ikan tercantum pada gambar.



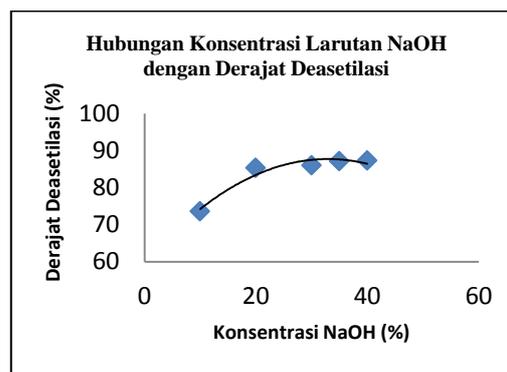
Berdasarkan grafik, hasil rendemen yang didapat pada konsentrasi larutan NaOH 10% hingga 30% mengalami penurunan yang signifikan, sedangkan pada konsentrasi larutan NaOH 30% hingga 40% mendekati konstan. Pada konsentrasi larutan NaOH 50%, hasil yang didapatkan sangat sedikit dan kitosan tersebut terjadi koagulasi yang menyebabkan kitosan sulit diendapkan dan mengalami kerusakan. Maka pada konsentrasi larutan NaOH 40%, proses tersebut berlangsung sempurna.

b. Pengaruh Konsentrasi NaOH terhadap Derajat Deasetilasi

Hasil kitosan yang diperoleh dengan variasi konsentrasi larutan NaOH dilakukan analisis Derajat Deasetilasi dengan alat spektrofotometri Infra Merah.

Konsentrasi NaOH (%)	Derajat Deasetilasi (%)
10	73,60
20	85,30
30	86,00
35	87,07
40	87,28

Hasil penelitian diperoleh derajat deasetilasi kitosan berkisar antara 73,60 % dan 87,28 %. Pengaruh konsentrasi larutan NaOH yang digunakan terhadap derajat deasetilasi (%) yang dihasilkan dari sisik ikan tercantum pada gambar



Berdasarkan grafik, semakin tinggi konsentrasi NaOH maka nilai Derajat Deasetilasinya semakin besar. Derajat deasetilasi kitosan dipengaruhi konsentrasi NaOH. Hal ini menunjukkan bahwa faktor konsentrasi NaOH berpengaruh dalam meningkatkan nilai Derajat deasetilasi sesuai dengan pernyataan Mastuti(2005) yaitu konsentrasi NaOH merupakan faktor penting yang dapat mempengaruhi nilai derajat deasetilasi kitosan karena NaOH dapat memutus ikatan antar karbon pada gugus asetil dengan atom N yang ada pada kitin.

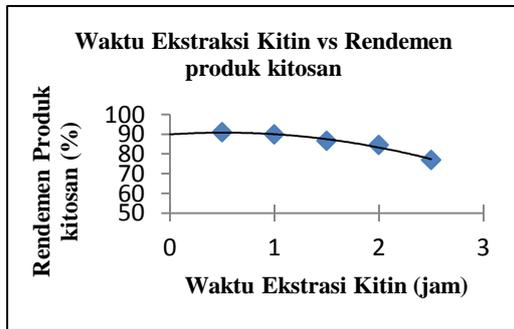
4. Pengaruh Waktu Ekstraksi terhadap Kitosan

a. Pengaruh lama waktu ekstraksi terhadap Rendemen Kitosan

Pembuatan kitosan dari kitin (kadar air 7,57%), sebanyak 10 g kitin di ekstraksi dengan waktu ekstraksi tertentu dengan konsentrasi larutan NaOH 40% sebanyak 50 mL pada suhu 90°C.

No	Waktu ekstraksi (jam)	Rendemen (%)
1	0,5	90,968
2	1	89,885
3	1,5	86,636
4	2	84,470
5	2,5	76,880

Hasil pengamatan menunjukkan bahwa rata-rata rendemen kitosan yang diperoleh dari penelitian ini berkisar antara 76,880 % hingga 90,968 %. Pengaruh waktu ekstraksi terhadap jumlah rendemen (%) yang dihasilkan dari sisik ikan tercantum pada gambar



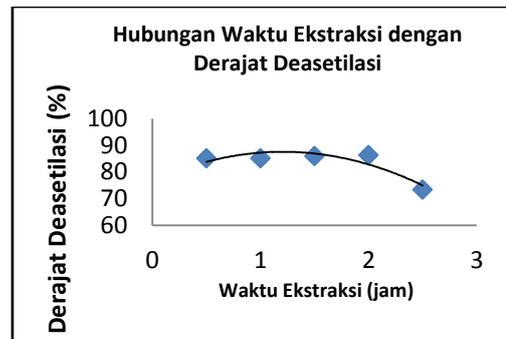
Berdasarkan grafik, hasil rendemen yang didapatkan pada waktu ekstraksi 0,5 jam hingga 2 jam tidak mengalami penurunan yang signifikan. Sedangkan pada waktu ekstraksi 2,5 jam mengalami penurunan yang signifikan. Semakin lama dalam proses ekstraksi maka semakin lama proses reaksi NaOH yang menyebabkan semakin banyak gugus asetil pada kitin yang tereduksi. Sehingga rendemen kitosan yang diperoleh semakin sedikit, tetapi kualitas kitosan menjadi lebih baik (Suharjo dan Harini, 2005).

b. Pengaruh Waktu Ekstraksi terhadap Derajat Deasetilasi

Hasil kitosan yang diperoleh dengan variasi waktu ekstraksi dilakukan analisis Derajat Deasetilasi dengan alat spektrofotometri Infra Merah.

Waktu ekstraksi (jam)	Derajat Deasetilasi (%)
0,5	85,06
1	85,09
1,5	85,90
2	86,31
2,5	73,38

Hasil penelitian diperoleh derajat deasetilasi kitosan berkisar antara 73,38 % dan 86,31 %. Pengaruh konsentrasi larutan NaOH yang digunakan terhadap derajat deasetilasi (%) yang dihasilkan dari sisik ikan tercantum pada gambar



Berdasarkan grafik, menunjukkan bahwa semakin lama proses ekstraksi maka semakin besar derajat deasetilasinya. Waktu proses yang terlalu singkat menyebabkan proses deasetilasi tidak berlangsung sempurna, dimana adisi hidroksil dari NaOH tidak memiliki waktu yang cukup untuk dapat mengeliminasi gugus asetil, sehingga pembentukan amina tidak banyak karena masih banyak gugus asetil (-COCH₃) pada kitin yang belum tereduksi. Peningkatan waktu pemanasan pada proses deasetilasi menyebabkan semakin lama reaksi antara molekul NaOH dengan kitin, maka proses adisi dan eliminasi dari reaksi juga semakin meningkat sehingga derajat deasetilasi yang dihasilkan juga semakin besar (Rokhati N, 2006). Namun pada waktu ekstraksi 2,5 jam terjadi penurunan yang disebabkan karena pada proses deasetilasi terjadi pelepasan rantai asetilasi yang berlebihan pada senyawa kitin sehingga kitosan yang dihasilkan larut pada larutan NaOH.

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan dapat diambil beberapa kesimpulan yaitu sebagai berikut:

1. Pembuatan kitosan dari sisik ikan meliputi tiga tahap proses, yaitu tahap de-proteinasi, tahap de-mineralisasi dan tahap de-asetilasi.
2. Semakin besar konsentrasi larutan NaOH, dan semakin lama proses ekstraksi, maka semakin kecil massa kitosan yang dihasilkan.
3. Semakin besar konsentrasi larutan NaOH, dan semakin lama proses ekstraksi, maka semakin besar nilai derajat deasetilasinya.

DAFTAR PUSTAKA

Aji, A dkk.2012. *Pembuatan Kitosan dari Limbah Cangkang Kepiting*. Jurnal Teknologi Kimia Unimal. Hal 81 – 82.

- Fernandez, dkk. 2008. *Characterization of Antimicrobial Properties on The Growth of S.aureus of Novel Renewable Blends of Gliadins and Chitosan of Interest in Food Packaging and Coating Applications*, dalam *Studi Analisis Antibakteri dari Film Gelatin-Chitosan Menggunakan Staphylococcus aureus oleh Mardian Darmanto, dkk, Prosiding Skripsi Semester Genap 2010/2012 ITS Surabaya*.
- Khan, T.A., Peh, K.K., dan Chang, H.S. 2002. *Reporting Degree of Deacetylation Values of Chitosan; The Influence of Analytical Methods*. J. Pharm. Sci Vol 5(3): 205-212
- Mastuti, E.W . 2005. Pengaruh Konsentrasi NaOH dan Suhu pada Proses Deasetilasi Kitin dari Kulit Udang. *Equilibrium*, 4 (1): 21 – 25
- Muzzarelli, R.A.A., (1985), "Chitin in the Polysaccharides", vol. 3, pp. 147, Aspinall (ed) Academic press Inc., Orlando, San Diego.
- Rokhati, N,. 2006. "Pengaruh Derajat Deasetilasi Kitosan dari Kulit Udang Terhadap Aplikasinya Sebagai Pengawet Makanan Reaktor. 10(2): 54 – 58
- Siregar, E C dkk. 2016. "Pengaruh Suhu dan Waktu Reaksi pada Pembuatan Kitosan dari Tulang Sotong (Sepia Officinalis)". Universitas Malikussaleh 5:2 . Hal 43.
- Suharjo dan Noor Harini. 2005. Ekstrak Chitosan dari Canggang Udang Windu (Penaeus Monodon Sp.) Secara Fisik-Kimia (Kajian Berdasarkan Ukuran Partikel Tepung Chitin dan Konsentrasi NaOH). GAMMA Volume 1 No.1, September 2005: Hal. 7-15.
- Tobing, M T L dkk.2011. Peningkatan Derajat Deasetilasi Kitosan dari Canggang Rajungan dengan Variasi Konsentrasi NaOH dan Lama Perendaman. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi* 14 (3). Hal 87
- Wahyuni, dkk. 2016. "Pengaruh Waktu Proses Deasetilasi Kitin dari Canggang Bekicot Terhadap Derajat Deasetilasi". KOVALEN, 2(1): 1-7
- Yogaswari, Vanadia. 2009. Karakteristik Kimia dan Fisik Ikan Gurami (*Osphronemus gouramy*). Institut Pertanian Bogor.