

PEMBUATAN KITOSAN DARI LIMBAH SISIK IKAN (Variabel Suhu Ekstaksi dan Volume NaOH)

Dian Indah Pratiwi, Ani Purwanti

Jurusan Teknik Kimia, Institut Sains & Teknologi AKPRIND Yogyakarta

Email : indahdian089@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. Bahan baku yang berupa sisik ikan dikeringkan dibawah sinar matahari dan disangrai kemudian ditimbang sebanyak 95,00 g dan diekstraksi dengan larutan NaOH 5% dengan suhu operasi 65°C selama 2 jam. Selanjutnya dilakukan proses demineralisasi dengan menggunakan larutan HCl 0,5N, sehingga diperoleh kitin. Proses selanjutnya yaitu deasetilasi dengan memvariasikan suhu ekstraksi dan volume larutan NaOH, kitin sebanyak 10 g diekstraksi menggunakan larutan NaOH 40% 50 mL dengan waktu ekstraksi 1 jam, dengan memvariasikan suhu ekstraksi proses selanjutnya dilakukan ekstraksi dengan memvariasikan volume larutan NaOH. Kitosan yang dihasilkan dianalisis derajat deasetilasinya dengan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*).

Hasil penelitian dengan variasi suhu ekstraksi dan volume larutan NaOH 40% menunjukkan bahwa derajat deasetilasi kitosan tertinggi pada variasi suhu ekstraksi sebesar 77,21% sedangkan pada variasi penambahan volume NaOH sebesar 87,60% yang didapat dari proses deasetilasi menggunakan suhu 90°C dengan waktu pemanasan 2 jam.

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

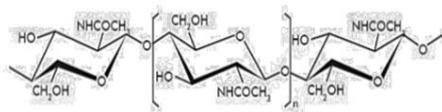
PENDAHULUAN

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

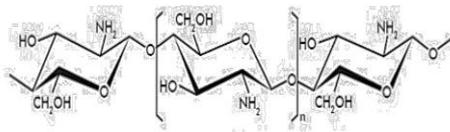
sekitar. Sisik ikan merupakan limbah yang belum dimanfaatkan dengan optimal, selama ini sisik ikan dimanfaatkan sebagai sumber kolagen. Dengan memanfaatkan limbah sisik ikan sebagai bahan baku pembuatan kitosan, maka dapat mengurangi pencemaran air, udara, dan tanah.

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 (NHCOCH₂) sehingga kitin menjadi sebuah polimer berunit N-asetil glukosamin. Unit monomer kitin memiliki rumus molekul C₈H₁₂NO₅ 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

Bahan

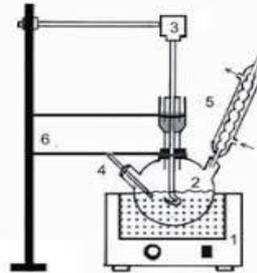
Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu sisik ikan, HCl 0,5N, NaOH 5%, NaOH 40% dan aquades.

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*.

Rangkaian Alat Ekstraksi



Gambar 3. Rangkaian Alat Ekstraksi

Keterangan :

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

Variabel Penelitian

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

- a. Suhu ekstraksi (60°C, 70°C, 80°C, 90°C dan 100°C)
- b. Volume pelarut (50 mL, 60 mL, 70 mL, 80 mL dan 90 mL)

PROSEDUR PENELITIAN

1. Persiapan Awal

Sisik ikan dicuci bersih dan dikeringkan dibawah sinar matahari hingga kering, kemudian sisik di sangrai.

2. Tahap Pembuatan Kitin

Deproteinasi

Proses ini dilakukan pada suhu 65 °C dengan menggunakan larutan NaOH 5% sebanyak 100 mL dengan perbandingan sisik ikan dengan NaOH (1 g 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.

Demineralisasi

Untuk menghilangkan mineralnya ditambahkan HCl 1N sebanyak 100 mL dengan perbandingan sisik ikan setelah deproteinasi dengan NaOH (1 g 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.

3. Tahap Pembuatan Kitosan

Kitin 10 gram dimasukkan ke dalam beaker glass, ditambahkan 50 mL NaOH 40%, dipanaskan pada suhu 60°C sambil diaduk selama 2 jam. Kemudian diulangi untuk volume NaOH 60 mL, 70 mL, 80 mL, dan 90 mL dengan suhu 70°C, 80°C, 90°C, dan 100°C, 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).

ANALISIS

1. Analisis Kadar Air

a. Pada Bahan Baku

Pengujian ini dilakukan dengan metode gravimetri yaitu dengan cara menimbang berat sisik ikan yang telah sangrai 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:

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

2. 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)

Analisis Derajat Deasetilasi
Penentuan DD dengan 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

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

Keterangan:

DD = Derajat Deasetilasi

A_{1655} = Absorbansi 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.

1,33 = Faktor 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 sangrai, dan kitin dilakukan di Laboratorium Proses Kimia Institut Sains & Teknologi AKPRIND Yogyakarta. Analisa kadar air dilakukan untuk mengetahui jumlah air yang terkandung dalam sisik ikan dan kitin. Setelah dilakukan pengujian diperoleh hasil kadar air pada sisik ikan sangrai sebesar 9,00%, dan kadar air pada kitin sebesar 7,57%. Sedangkan analisis kadar protein dan lemak dilakukan di Laboratorium Teknologi Hasil Perikanan – Universitas Diponegoro Semarang. Didapatkan hasil kadar protein pada bahan baku (sisik) sebesar 25,811% dan kadar lemak 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 didapatkan rendemen kitin sebesar 15,51%.

3. Pengaruh Suhu Ekstraksi terhadap Kitosan

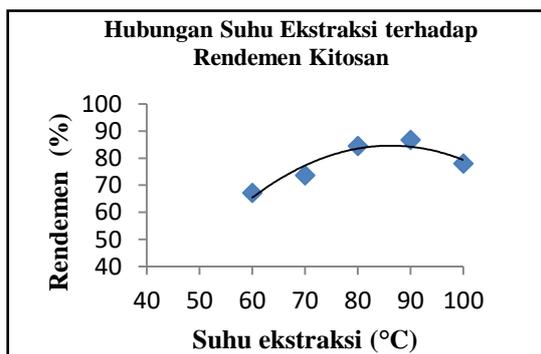
a. Pengaruh suhu ekstraksi terhadap rendemen kitosan

Digunakan kitin sebanyak 10 gram, volume pelarut NaOH 40% sebanyak 50 mL, dan waktu ekstraksi selama 1 jam suhu ekstraksi divariasi dari 60°C sampai 100°C. Data yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 2 dibawah ini.

Tabel 2. Pengaruh Suhu Ekstraksi terhadap Rendemen Kitosan

Suhu Ekstraksi (°C)	Rendemen (%)
60	67,14
70	73,64
80	84,47
90	86,64
100	77,97

Hasil penelitian diperoleh rendemen kitosan berkisar antara 67,14% hingga 86,64%. Pengaruh suhu ekstraksi yang digunakan terhadap jumlah rendemen (%) yang dihasilkan dari sisik ikan tercantum pada Gambar 4 dibawah ini.



Gambar 4. Grafik Hubungan Suhu Ekstraksi terhadap Rendemen Kitosan

Berdasarkan grafik tersebut menunjukkan bahwa semakin besar suhu

ekstraksi, maka semakin besar massa kitosan yang dihasilkan, tetapi setelah mencapai titik optimal yaitu pada suhu ekstraksi 90°C berat kitosan yang dihasilkan mengalami penurunan. Hal ini disebabkan karena faktor suhu dapat menghasilkan rendemen yang lebih tinggi. Menurut Tanasale (2010) suhu pemanasan pada proses deasetilasi yang terlalu tinggi akan mendegradasi polimer menjadi polimer yang memiliki berat molekul rendah. Aprianti dkk. (2012) menyatakan bahwa suhu dapat mempercepat reaksi deasetilasi namun apabila suhu terlalu tinggi, hal tersebut dapat menyebabkan pelepasan rantai asetilasi yang berlebihan pada kitin sehingga terbentuk partikel-partikel kitosan yang dihalus yang kemudian ikut terlarut dalam larutan NaOH selama proses deasetilasi berlangsung dan menyebabkan penurunan massa kitosan

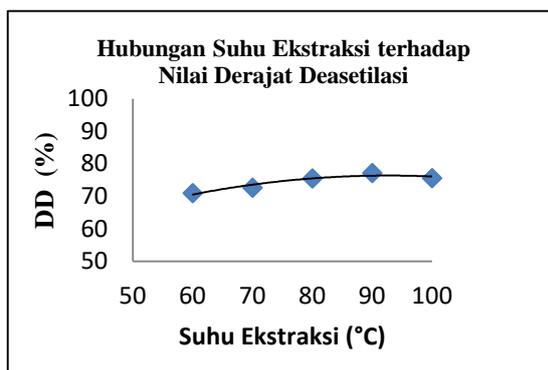
b. Pengaruh Suhu Ekstraksi terhadap Derajat Deasetilasi

Hasil kitosan yang diperoleh dengan variasi suhu ekstraksi dilakukan analisis derajat deasetilasi dengan alat spektrofotometri infra merah. Data yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 3 dibawah ini.

Tabel 3. Pengaruh Suhu Ekstraksi terhadap Nilai Derajat Deasetilasi

Suhu Ekstraksi (°C)	Derajat Deasetilasi (%)
60	70,99
70	72,72
80	75,50
90	77,21
100	75,66

Hasil penelitian diperoleh derajat deasetilasi kitosan berkisar antara 70,99% hingga 77,21%. Pengaruh suhu ekstraksi yang digunakan terhadap derajat deasetilasi (%) yang dihasilkan dari sisik ikan tercantum pada Gambar 5 dibawah ini.



Gambar 5. Grafik Hubungan Suhu Ekstraksi terhadap Nilai Derajat Deasetilasi

Berdasarkan grafik tersebut menunjukkan bahwa semakin besar suhu ekstraksi, maka semakin besar pula nilai derajat deasetilasinya, tetapi setelah mencapai titik optimal yaitu pada suhu ekstraksi 90°C nilai derajat deasetilasi mengalami penurunan. Hal ini disebabkan karena terjadi proses depolimerisasi dan putusnya gugus asetil amida pada kitosan. Menurut Masuti (2005), suhu pada proses deasetilasi berpengaruh terhadap nilai derajat deasetilasi kitosan yang dihasilkan. Suhu proses deasetilasi yang semakin tinggi akan meningkatkan laju reaksi. Karena, suhu dapat meningkatkan gerak antar molekul sehingga reaksi pemutusan gugus asetil akan berjalan semakin cepat.

4. Pengaruh volume NaOH terhadap Kitosan (produk)

a. Pengaruh volume NaOH terhadap rendemen kitosan

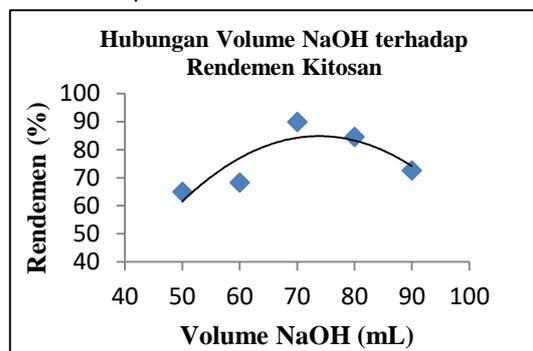
Pembuatan kitosan dari kitin (kadar air 7,57%), sebanyak 10 g kitin diekstraksi dengan larutan NaOH 40% dengan volume tertentu pada suhu 90°C selama 2 jam. Data yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 4 dibawah ini.

Tabel 4. Pengaruh Volume NaOH terhadap Rendemen Kitosan

Volume NaOH (mL)	Rendemen (%)
50	64,98
60	68,23
70	89,89
80	84,47
90	72,56

Hasil penelitian menunjukkan bahwa rata-rata rendemen kitosan yang diperoleh dari penelitian ini berkisar antara 64,98%

hingga 72,56%. Pengaruh penambahan volume NaOH terhadap jumlah rendemen (%) yang dihasilkan dari sisik ikan tercantum pada Gambar 6 dibawah ini.



Gambar 6. Grafik Hubungan Volume NaOH terhadap Rendemen Kitosan

Berdasarkan grafik tersebut menunjukkan bahwa semakin besar penambahan volume NaOH, maka semakin besar massa kitosan yang dihasilkan, tetapi setelah mencapai titik optimal yaitu pada penambahan volume NaOH 70 mL berat kitosan yang dihasilkan mengalami penurunan. Jumlah pelarut yang lebih banyak menyebabkan luas kontak antara pelarut dengan padatan pada saat proses, sehingga gugus asetil (-COCH₃) terlepas dari kitin (Fadli,Ahmad dkk,2017). Hal ini terjadi, karena pada proses deasetilasi terjadi pelepasan rantai asetilasi yang berlebihan pada senyawa kitin sehingga kitosan yang dihasilkan larut pada larutan NaOH.

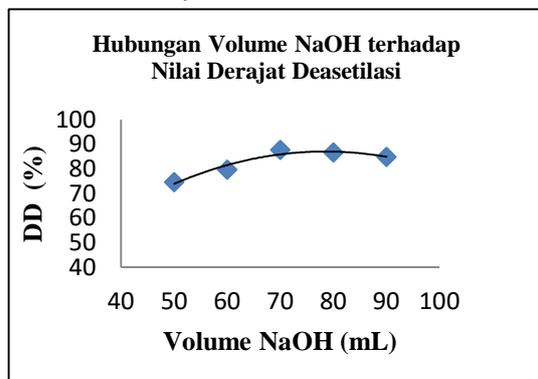
b. Pengaruh volume NaOH terhadap derajat deasetilasi

Hasil kitosan yang diperoleh dengan variasi volume NaOH dilakukan analisis derajat deasetilasi dengan alat spektrofotometri infra merah. Data yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 5 dibawah ini.

Tabel 5. Pengaruh Volume NaOH terhadap Nilai Derajat Deasetilasi

Volume NaOH (mL)	Derajat Deasetilasi (%)
50	74,57
60	79,59
70	87,60
80	86,60
90	84,79

Hasil penelitian diperoleh derajat deasetilasi kitosan berkisar antara 74,57% hingga 87,60%. Pengaruh volume NaOH yang digunakan terhadap derajat deasetilasi (%) yang dihasilkan dari sisik ikan tercantum pada Gambar 7 dibawah ini.



Gambar 7. Grafik Hubungan Volume NaOH terhadap Nilai Derajat Deasetilasi

Berdasarkan grafik tersebut menunjukkan bahwa semakin besar penambahan volume NaOH, maka semakin besar pula nilai derajat deasetilasinya, tetapi setelah mencapai titik optimal yaitu pada penambahan volume NaOH 70 mL nilai derajat deasetilasi mengalami penurunan. Hal ini disebabkan karena terjadi proses depolimerisasi dan putusya gugus asetil amida pada kitosan yang menyebabkan turunya nilai derajat deasetilasi pada kitosan tersebut.

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 deproteinasi, tahap demineralisasi dan tahap deasetilasi.
2. Semakin besar suhu ekstraksi, maka semakin besar massa kitosan yang dihasilkan dan semakin besar pula nilai derajat deasetilasinya.
3. Semakin besar volume NaOH, maka semakin besar massa kitosan yang dihasilkan dan semakin besar pula nilai derajat deasetilasinya.

SARAN

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat disarankan bahwa:

1. Perlu dilakukan penelitian lanjutan mengenai jenis pelarut yang dapat

meningkatkan kualitas kitosan yang dihasilkan.

2. Pada penelitian selanjutnya perlu dilakukan uji viskositas dan uji kadar nitrogen pada produk kitosan dan menambahkan variasi perbandingan kitin serta kecepatan pengadukan.

DAFTAR PUSTAKA

- Aji, A dkk. 2012. Pembuatan Kitosan dari Limbah cangkang Kepiting. *Jurnal Teknologi Kimia Unimal*. Hal 81-82.
- Aprianti, L dkk. 2012. Pengaruh Variasi Konsentrasi NaOH terhadap Nilai Derajat Deasetilasi pada Pembuatan Kitosan dari Cangkang Kulit Kepiting. *Universitas Sriwijaya*. Vol.18. Hal.39
- Fadli, Ahmad dkk. 2017. Pengaruh Rasio Massa Kitin/NaOH dan Waktu Reaksi terhadap Karakteristik Kitosan yang Disintesis dari Limbah Industri Udang Kering. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. Universitas Riau.
- Fernandez, dkk. 2008. *Characterization of Antimicrobial Properties on The Growth of Saureus of Novel Renewable Blands Gliadins and Chitosan of Interest in Food Packaging and Coating Applications, dalam studi 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.
- Masuti, E.W. 2005. Pengaruh Konsentrasi NaOH dan Suhu pada Proses Deasetilasi Kitin dari Kulit Udang. *Ekuilibrum*, 4 (1): 21-25.
- Muzzarelli, R.A.A., (1985), "Chitin in the Polysacarides", vol. 3, pp. 147, Aspinall (ed) Academic precc Inc., Orlando, San Diego.
- Suharjo dan Noor Harni. 2005. Ekstrak Chitosan dari Cangkang Udang Windu (*Penaeus Monodon Sp*) secara Fisik-kimia (Kajian Berdasarkan Ukuran Partikel Tepung Chitin dan Konsentrasi NaOH). *GAMMA Volume 1No.1*, September 2005; Hal 7-15.
- Tanasale, M. 2010. Kitosan Berderajat Deasetilasi Tinggi; Proses dan

- karakterisasi. Seminar Nasional Basic Science,2 :187-193.
- Trisnawati, E dkk. 2013. Pembuatan Kitosan dari Limbah Cangkang Kepiting sebagai Bahan Pengawet Buah Duku Variasi Lama Pengawetan. Jurnal Teknik Kimia. Vol.19. No.2. Hal. 18-20,22.
- Yogaswari, Vanadia. 2009. Karakteristik Kimia dan Fisik Ikan Gurami (*Osphronemus gouramy*). Institut Pertanian Bogor.