

PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI KITIN DAN KITOSAN DARI LIMBAH SISIK IKAN NILA (*Oreochromis niloticus*)

Received 18th September 2023,
Accepted 18th February 2024

DOI: 10.32938/jcsa.v2i1.5197

Maria Kotelma Sanak*, Sefrinus M. D Kolo, dan Matius Stefanus Batu

Program Studi kimia, Universitas Timor, Kefamenanu, TTU-NTT, Indonesia

*email :elma3048@gmail.com

Abstrak

Kitosan adalah biopolymer alami dengan kelimpahan terbesar kedua setelah selulosa. Kitosan merupakan produk diestilasi kitin melalui proses reaksi kimia. Limbah sisik ikan nila (*Oreochromis niloticus*) memiliki potensi untuk disintesis menjadi kitosan. Telah dilakukan isolasi kitosan dari limbah Ikan Nila. Produksi kitin dilakukan dengan proses deproteinasi dan demineralisasi. Biopolimer kitosan dihasilkan dari kitin melalui metode deasetilasi kitin menggunakan larutan basa (NaOH) dengan tujuan untuk menaikkan derajat deasetilasi (DD) dari kitosan. Dari hasil 4,50 g kitin diasetilasi menggunakan NaOH pada konsentrasi 50% diperoleh kitosan sebesar 3,87 g (86%). Deasetilasi kitosan tertinggi yaitu 63,92% pada perlakuan konsentrasi NaOH 50%. Analisa kadar air dan kadar abu serta penentuan viskositas kitosan telah memenuhi standar mutu kitosan. Kitin dan Kitosan diidentifikasi dengan spektroskopi infra merah (FT-IR) menghasilkan kitosan dengan serapan khas kitosan pada panjang gelombang 3371,56 cm^{-1} , 1022,59 cm^{-1} dan 1454,74 cm^{-1} .

Kata kunci: Kitosan, Kitin, Limbah Sisik Ikan Nila, Deasetilasi

1. Pendahuluan

Indonesia merupakan salah satu negara kepulauan terbesar di dunia dengan 17.508 gugusan pulau serta luas perairan laut Indonesia yang diperkirakan sebesar 5,8 juta km^2 dengan panjang garis pantai 95.181 km (Sudirman, 2008). Kondisi geografis ini memberi potensi yang besar di bidang perikanan. Ikan Nila (*Oreochromis niloticus*) merupakan salah satu hasil perikanan yang melimpah di perairan Indonesia. Pengolahan Ikan Nila memanfaatkan daging, namun tidak dengan tulang dan sisiknya. Sehingga pengolahan Ikan Nila meninggalkan limbah sisik ikan bagi lingkungan dengan menimbulkan bau yang tak sedap dan peningkatan jumlah bakteri di sekitar daerah pembuangan. Salah satu pemanfaatan limbah sisik ikan nila secara optimal yaitu diolah menjadi kitosan.

Kitosan ($\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NO}_4$)_n adalah senyawa berbentuk padatan amorf berwarna putih kekuningan dengan sifat polielektrolit dan dapat larut dalam asam pada pH sekitar 4-6,5 (Dom peipen, 2016). Kitosan diperoleh dari kitin yang merupakan zat pembentuk sisik ikan (Ifa, 2018) Kitin

($\text{C}_8\text{H}_{13}\text{O}_5$)_n merupakan biopolimer yang melimpah di alam, menduduki peringkat kedua setelah selulosa. Kitin merupakan polisakarida yang tidak beracun dan biodegradable dan dapat dimanfaatkan di berbagai bidang, namun secara alami kitin tidak memiliki tingkat asetilasi yang lengkap. Derajat deasetilasi kitin kurang dari 10% sehingga penggunaan kitin dibatasi oleh sifat-sifat yang tidak larut dan sulit dipisahkan dengan bahan lain yang terikat padanya seperti protein, sehingga untuk pemanfaatannya kitin perlu diubah menjadi kitosan (Prasetyaningrum et al., 2007).

Kitosan merupakan produk diestilasi kitin melalui proses reaksi kimia atau reaksi enzimatis (Ifa, 2018). Dalam industri modern kitin dan kitosan dapat dimanfaatkan dalam bidang industri, pertanian, farmasi, kesehatan, kosmetik, pengolahan air limbah, dan bioteknologi. Kitosan digunakan dalam pengolahan air limbah dan industri makanan untuk formula makanan sebagai pengikat, pembentuk gel, pengemulsi dan stabilizer (Ifa, 2018).

Penelitian tentang pembuatan kitosan telah banyak dilakukan, salah satunya yang dilakukan oleh Susanti dan Purwanti (2020) mensintesis kitosan dari sisik ikan dan memperoleh DD kitosan maksimum pada konsentrasi NaOH 10% sebesar 98,55%. Selain itu Agustina et al (2015) melaporkan pembuatan kitosan dari kulit udang dengan memperoleh DD kitosan sebesar 67,08%. Lesbani

^a. Address here.

^b. Address here.

^c. Address here.

*Corresponding author:

† Footnotes relating to the title and/or authors should appear here.

Electronic Supplementary Information (ESI) available: [details of any supplementary information available should be included here]. See DOI: 10.1039/x0xx00000x

et al (2011) mensintesis kitosan dari cangkang kepiting dan memperoleh DD kitosan 15,247%. Peneliti sebelumnya melakukan penelitian pembuatan kitosan dari kulit hewan laut dan air tawar, Namun baru sedikit yang melakukan penelitian menggunakan Ikan nila. Mengingat kitosan memiliki potensi industri dan nilai ekonomis yang baik, maka penting dilakukan penelitian untuk mengolah sisik ikan nila menjadi kitosan. Penelitian ini juga untuk mengurangi beban pencemaran lingkungan akibat sisik ikan nila yang tidak dimanfaatkan. Sehingga pada penelitian ini dilakukan pembuatan kitin serta kitosan menggunakan metode deasetilasi kitin menggunakan larutan basa (NaOH) dengan tujuan untuk menaikkan derajat deasetilasi (DD) dari kitosan. Struktur kitosan dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer Fourier Transform Infrared (FTIR).

2. Metodologi

2.1 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan antara lain, limbah sisik ikan Nila yang diambil dari Desa Wini, indikator pH universal, Natrium Hidroksida (Merck), Asam Klorida (Merck), Asam Asetat (Merck), dan akuades.

2.2 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas beker, erlenmeyer, labu ukur, pengaduk magnetik, blender, kertas saring, oven, desikator, neraca analitik, corong, pengaduk kaca, gelas arloji, pipet volume, pipet tetes, dan spektrofotometer FTIR.

2.3 Prosedur Kerja

Sampel sisik Ikan Nila dicuci dengan air bersih, dikeringkan dibawah sinar matahari langsung kemudian dihaluskan dan diayak menggunakan ayakan 100 mesh. Tahapan pembuatan kitosan meliputi deproteinasi, demineralisasi, dan deasetilasi kitin. Tahap deproteinasi menggunakan larutan NaOH 50% dengan perbandingan sampel dan pelarut 1:10 (b/v) dan pemanasan pada suhu 65 °C. Tahap demineralisasi, menggunakan larutan HCl 1,5 M, diaduk dan dipanaskan pada suhu 65 °C selama 1 jam. Selanjutnya disaring dan residu yang dihasilkan dicuci menggunakan akuades hingga pH netral, kemudian dikeringkan pada suhu 65 °C. Endapan akhir yang dihasilkan merupakan kitin kemudian dianalisis menggunakan Spektrofotometer FTIR. Tahap deasetilasi, menimbang kitin sebanyak 4,5 g dan menambahkan NaOH 50% (1:10, b/v). Pemanasan selama 4 jam pada

suhu 1200 °C. pengadukan menggunakan magnetic stirrer pada kecepatan 600 rpm. Kitosan dicuci hingga pH netral kemudian dikeringkan pada suhu 65°C selama 24 jam. Kitosan yang dihasilkan dilakukan uji FTIR, analisa kadar air, penentuan viskositas kitosan, penentuan derajat deasetilasi dan penentuan rendemen kitosan.

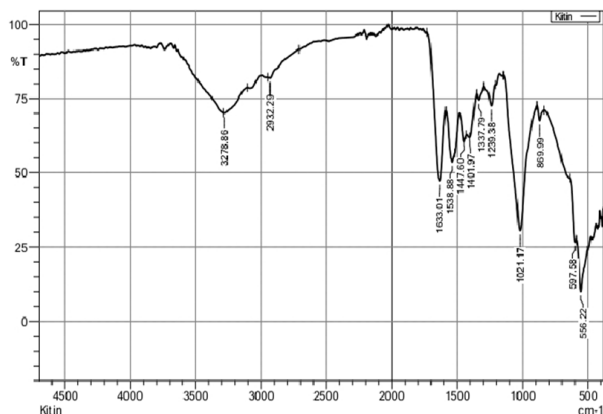
3. Hasil dan Pembahasan

1. Deproteinasi dan Demineralisasi sumber Kitin

Kitin sebagai pembuatan kitosan merupakan hasil isolasi sisik Ikan Nila dengan dua tahapan yaitu deproteinasi dan demineralisasi. Protein merupakan salah satu penyusun sisik ikan terikat secara kovalen dengan kitin sehingga harus dilepas. Proses deproteinasi sisik ikan nila dengan larutan basa semakin efektif dilakukan dengan proses pemanasan dan pengadukan untuk mempercepat pengikatan ujung rantai NaOH pada protein sehingga proses degradasi dan pengendapan protein berjalan sempurna (Azizati, 2019). Hasil pada proses deproteinasi yaitu terjadi pengurangan massa serbuk sisik ikan nila dari berat awal 100 g menjadi 31 g. Kadar protein dalam sisik ikan cukup tinggi yang ditunjukkan oleh pengurangan jumlah sampel yang cukup signifikan. Pelepasan protein dari sisik ikan Nila ditandai dengan warna larutan menjadi keruh kekuningan serta terbentuk busa. Sisik ikan nila bebas protein yang diperoleh dari tahap deproteinasi dilanjutkan dengan tahap demineralisasi. Sisik ikan nila juga mengandung 20-45% mineral anorganik, dimana jumlah terbanyak adalah CaCO_3 dan $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ dalam jumlah yang kecil (Ramlah et al., 2016). Kedua mineral ini lebih mudah terpisah dari kitin dibandingkan protein karena hanya terikat secara fisik dan akan larut dalam larutan asam encer melalui proses demineralisasi (Marganof, 2003). Pemilihan larutan HCl encer dalam proses demineralisasi karena keefektifitasnya memisahkan mineral dari kulit ikan nila dengan kata lain menghasilkan kitin dengan kandungan mineral yang lebih rendah (Romadhan et al., 2010). Hasil proses demineralisasi terjadi pengurangan massa sampel dari 31 gr menjadi 18 gr. Hal ini mengindikasikan bahwa kadar mineral dalam sisik ikan nila cukup tinggi. Setelah melalui tahap deproteinasi dan demineralisasi diperoleh serbuk kitin.

Analisis Gugus Fungsi kitin yang dihasilkan dari sisik ikan nila setelah proses deproteinase dan demineralisasi dikarakterisasi menggunakan spektroskopi infra merah (FTIR) untuk mengetahui gugus-gugus fungsi yang khas dari senyawa ini. Karakteristik pita pada spektrum inframerah kitin sisk ikan nila pada penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 1.

Pada spektra FTIR kitin yang bersumber dari sisik ikan Nila, terdapat puncak serapan gugus O-H tumpang tindih dengan gugus N-H sekunder terlihat pada peak yang melebar pada bilangan gelombang $3278,86\text{ cm}^{-1}$. karakteristik kitin terlihat pada puncak daerah serapan sekitar adanya gugus OH.

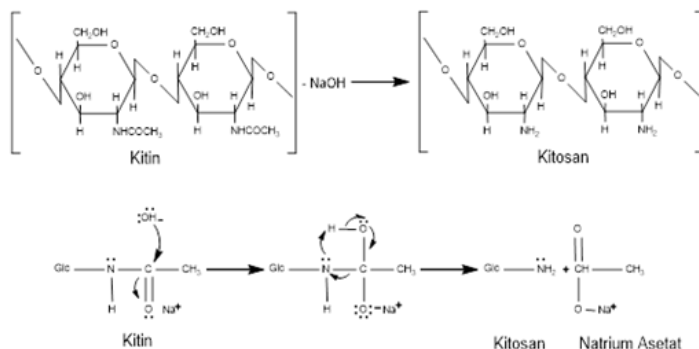


Gambar 1. Spektra FT-IR Kitin

Serapan lainnya yaitu CH alifatik pada bilangan gelombang $2932,29\text{ cm}^{-1}$ merupakan peregang simetris dan asimetris C-H yang menyatu pada pita uluran O-H sama seperti uluran N-H. Vibrasi ulur C=O pada $1633,01\text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan khas yang dimiliki oleh kitin karena memiliki gugus asetil. Vibrasi N-H bending amida II dan adanya peregang C-N amida III, terdapat pada puncak serapan pada daerah $1401,97\text{ cm}^{-1}$. Vibrasi C-O dalam cincin kitin sesuai dengan C-O stretching terlihat pada daerah serapan sekitar $1021,17$ dan memunculkan banyak puncak karena hidroksida dari kitin mengandung ikatan tunggal C-O. Semua daerah serapan yang ditemukan dalam spektrum hasil analisis gugus fungsi menggunakan FTIR menunjukkan sampel kitin yang diperoleh telah sesuai.

2. Deasetilasi Kitin menjadi Kitosan

Deasetilasi kitin merupakan proses transformasi kitin menjadi kitosan. Proses deasetilasi merupakan proses penghilangan gugus asetil (NHCOCH_3) pada kitin menjadi gugus amina (NH_2) (Syafri et al., 2018). Pada Langkah ini gugus asetil dihilangkan dengan menambahkan larutan alkali seperti NaOH. NaOH sebagai basa kuat berperan untuk menghidrolisis kitin menjadi kitosan. Struktur kristalin yang panjang pada kitin berikatan dengan ikatan hidrogen yang kuat antara gugus karboksilat dan atom nitrogen. Kitin bertindak sebagai amida dan NaOH bertindak sebagai basanya. Reaksi deasetilasi akan memutuskan ikatan karbon dengan nitrogen pada gugus asetil pada kitin (gugus asetamida) menjadi gugus amina (Azizati, 2019). Mekanisme reaksi hidrolisis kitin dengan NaOH menjadi kitosan ditunjukkan pada Gambar 2.

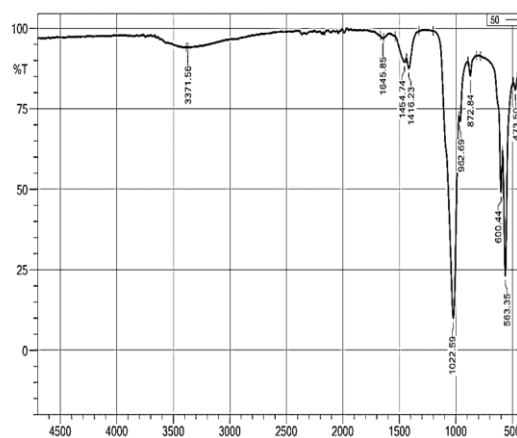


Gambar 2. Mekanisme reaksi hidrolisis kitin menjadi kitosan (Champagne, 2002)

Konsentrasi larutan NaOH tahap deasetilasi dalam penelitian ini yaitu 50% pada suhu 1200°C dalam 4 jam waktu reaksi. Besarnya derajat deasetilasi kitosan yang dihasilkan akan diketahui dari pengaruh konsentrasi terhadap rendemen karena derajat deasetilasi kitosan umumnya dipengaruhi konsentrasi NaOH serta suhu. Mastuti (2005) menjelaskan konsentrasi NaOH merupakan faktor utama yang akan mempengaruhi nilai derajat deasetilasi kitosan karena perannya memutuskan ikatan antar karbon pada gugus asetil dengan atom N yang ada pada kitin. Kitosan yang dihasilkan pada proses deasetilasi penelitian ini berpenampilan serbuk yang berwarna putih krem seperti dapat dilihat pada Gambar berikut:



Gambar 3. Serbuk kitosan dari sisik ikan nila (*Oreochromis niloticus*)



Gambar 4. Spektrum FTIR Kitosan

Spektrum FTIR yang terlihat pada Gambar 4 merupakan Spektrum FTIR Kitosan Sisik Ikan Nila dari konsentrasi larutan NaOH 50% dalam proses deasetilasi kitin menjadi kitosan. Serapan khas untuk kitosan terdapat pada bilangan gelombang yang menunjukkan adanya ikatan hidrogen dari gugus -OH yang tumpang tindih dengan rentangan -NH pada terlihat pada daerah $3371,56\text{ cm}^{-1}$. Munculnya serapan vibrasi bengkokan CH₂ pada bilangan gelombang $1416,23\text{ cm}^{-1}$. Serapan pada bilangan gelombang $1454,74\text{ cm}^{-1}$ menandakan adanya gugus C-H amina yang merupakan ciri khas senyawa kitosan. Serapan pada bilangan gelombang $1645,85\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan gugus C=O atau puncak amida yang masih muncul karena kitosan yang dihasilkan belum terdeasetilasi secara keseluruhan. Perbedaan yang terjadi setelah tahap deasetilasi yaitu adanya vibrasi pada gugus -NH₂ atau vibrasi kibasan N-H pada daerah $872,84\text{ cm}^{-1}$ yang tidak tampak pada kitin. Hasil pengujian FTIR menunjukkan bahwa telah terjadi pemutusan gugus kitin menjadi kitosan pada proses deasetilasi.

Pengujian kualitas dan kuantitas kitosan dari limbah ikan Nila juga dilakukan dengan pengujian terhadap analisa kadar air, penentuan viskositas kitosan, penentuan derajat deasetilasi dan penentuan rendemen kitosan yang ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Kualitas Kitosan

Uji Parameter	nilai
Analisa kadar air (%)	2,97
Analisa Kadar abu (%)	1,46
Viskositas (cP)	0,9604
Derajat Deasetilasi (%)	63,92
Rendemen (%)	86

Kualitas kitosan sebagai senyawa penyerap air atau sifatnya yang higroskopis merupakan salah satu parameter yang sangat penting untuk diuji. Kandungan kadar air kitosan sisik ikan nila pada penelitian ini cukup rendah yaitu 2,97%. Hal ini disebabkan pemanasan kitosan pada penelitian ini menggunakan oven pada suhu pemanasan yang stabil. Nilai ini telah memenuhi Standar mutu kitosan yang ditetapkan oleh EFSA (European Food Safety Authority) tahun 2010 yaitu $\leq 10\%$.

Keberhasilan proses demineralisasi yang dilakukan tercermin pada kualitas kadar abu kitosan. Nilai kadar abu dari kitosan sisik ikan Nila yang dihasilkan pada penelitian ini berkisar antara 1,46%. Nilai ini telah memenuhi standar kadar abu menurut Badan Standar Nasional (BSN) (2013) yaitu kadar abu kitosan yang diperoleh maksimal 5% (Mursida et al., 2018).

Penentuan viskositas kitosan menggunakan viskometer Ostwald dengan mengukur waktu yang dibutuhkan sejumlah volume larutan mengalir diantara dua tanda kalibrasi kemudian membandingkan waktu alir larutan dengan waktu alir air, penggunaan konsentrasi NaOH

sebesar 50% pada deasetilasi kitin sisik ikan nila memberikan nilai viskositas yang baik. Semakin besar derajat deasetilasi maka kitosan semakin aktif karena jumlah gugus asetil yang digantikan oleh gugus amina semakin banyak (Fadli et al., 2020). Derajat deasetilasi kitosan tertinggi terdapat pada perlakuan konsentrasi NaOH 50% deasetilasi yaitu 63,92%. Deasetilasi kitin menggunakan 50% konsentrasi larutan NaOH menghasilkan rendemen paling besar yaitu 86,0%.

4. Kesimpulan

Proses Deasetilasi kitosan pada konsentrasi NaOH 50% diperoleh derajat deasetilasi kitosan sebesar 63,92%. Kitosan yang dihasilkan dalam penelitian ini mempunyai kualitas yang sesuai untuk penggunaan umum yaitu derajat deasetilasi 60-85%. Serapan Spektrum FTIR terhadap kitosan pada panjang gelombang $3371,56\text{ cm}^{-1}$, $1022,59\text{ cm}^{-1}$ dan $1454,74\text{ cm}^{-1}$ dari sisik ikan Nila NaOH dalam proses deproteinasi, demineralisasi dan deasetilasi kitin menjadi kitosan menunjukkan bahwa pembuatan kitosan berhasil dilakukan

Referensi

- Agustina, S., Swantara, I. M. D., Suartha, I, N. 2015. Isolasi Kitin, Karakterisasi, dan Sintesis Kitosan dari Kulit Udang. *Jurnal Kimia* 9(2): 271-278.
- Dompeipen, E.J, Marni K. & Riardi P. D. 2016. Isolation of Chitin and Chitosan from Waste of Skin Shrimp. *Majalah BIAM*. 12 (01): 32-38.
- Ifa, La. eds. 2018. Pembuatan Kitosan Dari Sisik Ikan Kakap Merah. Yogyakarta: Universitas Muslim Indonesia.
- Mursida, Tasir, Sahriawati. 2018. Efektifitas Larutan Alkali Pada Proses Deasetilasi Dari Berbagai Bahan Baku Kitosan. *Journal Pengolahan Hasil Perikanan* vol. 21 nomor 2. Pangkep
- Prasetyaningrum, A., Rokhati, N., dan Purwintarsi, S. 2007. Optimasi Derajat Deasetilasi Pada Proses Pembuatan Chitosan dan Pengaruhnya Sebagai Pengawet Pangan. *Riset Teknologi*. 1(1):1-7.
- Sudirman, H., Karim, M. Y. 2008. Ikan Kerapu, Eksploitasi, Manajemen dan Budidaya. P. 129. Liberty. Yogyakarta.
- Susanti, N., & Purwati, A. 2020. Pembuatan Kiosan dari Limbah Sisik Ikan (Variabel Konsentrasi Larutan NaOH dan Waktu Ekstraksi). *Inovasi Proses*. 5(3): 40-45.
- Ramlah., Soekendarsi E., Hasyim Z & Hasan M.S. 2016. Perbandingan Kandungan Gizi Ikan Nila *Oreochromis niloticus* Asal Danau Mawang Kabupaten Gowa Dan Danau Universitas Hasanuddin Kota Makassar. *Jurnal Biologi Makassar (Bioma)*. 1(1): 39-46

Romadhon., Darmanto Y.S., Kurniasih R.A. 2019. Karakteristik Kolagen Dari Tulang, Kulit, Dan Sisik Ikan Nila. JPHPI. 22 (2): 403-410