

Pembuatan Kitosan Dari Kitin Dari Limbah Tulang Dalam Cumi-Cumi

Making Chitosan from Chitin From Bone Waste in Squid

Yulianis*¹, MukhlisSanuddin², Nur Annisaq³

¹Jalan Tarmizi Kadir Pakuan baru, Jambi and 36126, Indonesia

²Jalan Tarmizi Kadir Pakuan Baru, Jambi and 36126, Indonesia

³ Jalan Yusuf Mukti, Bungo and 32711, Indonesia
STIKES HARAPAN IBU JAMBI

*Koresponding Penulis: yulianissaljazira@yahoo.com mukhlissanuddinmsc@gmail.com nurannisaq96@gmail.com

Abstrak

Cumi-cumi merupakan salah satu komoditas perikanan yang cukup penting. Belum banyak masyarakat mengetahui bahwa hewan ini memiliki tulang dalam cumi-cumi yang dibuang pada saat pengolahan daging cumi-cumi. Tulang dalam cumi-cumi dapat dimanfaatkan sebagai sumber bahan obat salah satunya kitosan. Kitin diperoleh dengan pemurnian menggunakan serbuk tulang dalam cumi-cumi untuk dilakukan proses deproteinasi dengan NaOH 3,5%, dan demineralisasi dengan HCl 1N. Kitosan diperoleh dari proses deasetilasi kitin menggunakan variasi pelarut NaOH 50% dan NaOH 60%. Hasil penelitian diperoleh kitosan dari metoda deasetilasi dengan NaOH 60% dengan derajat deasetilasi 73% sedangkan dengan NaOH 50% tidak menghasilkan kitosan.

Kata Kunci :Tulang dalam cumi-cumi, Kitin, Kitosan, Derajat Deasetilasi

Abstract

Squid is one of the fisheries commodities that is quite important. There are many people who do not know that these animals have bones that are usually discarded when processing squid meat. Bone in squid can be used as a source of medicinal ingredients, one of which is chitosan. Chitin was obtained by purification using bone powder in squid for deproteination process with 3.5% NaOH, and demineralization with 1N HCl. Chitosan was obtained from the chitin deacetylation process using a variation of 50% NaOH and 60% NaOH. The research results obtained chitosan from the method of deacetylation with 60% NaOH with a degree of deacetylation 73% while with 50% NaOH did not produce chitosan.

Keywords: *Bone in squid, Chitin, Chitosan, Degree of Deacetylation*

PENDAHULUAN

Cumi-cumi (*Loligo sp*) merupakan salah satu hasil laut yang sangat penting di dunia. Di Indonesia, masyarakat mengolah moluska laut ini sebagai berbagai macam masakan. Cumi-cumi adalah jenis cephalopoda yang dikenal dalam dunia.

perdagangan disamping sotong, ikan dan jugagurita. Namun masih belum banyak masyarakat yang mengetahui bahwa hewan ini memiliki tulang dalam cumi-cumi yang biasanya dibuang pada saat pengolahan daging cumi-cumi. Tulang dalam cumi-cumi dapat di manfaatkan sebagai sumber bahan obat.

Beberapa sumber kitin yang telah diuji mengenai isolasi kitin dan kitosan dari beberapa sumber yaitu cangkang bekicot dengan derajat deasetilasi sebesar 74,78 – 77,99 %, kitosan kulit udang dengan derajat deasetilasi 79,57% serta cangkang keping laut dengan derajat deasetilasi sebesar 40,90% (Agustina *et al.*, 2015)..

Proses pembuatan kitosan dari kitin dilakukan dengan beberapa proses yaitu deproteinisasi, demineralisasi dan deasetilasi. Berdasarkan uraian diatas maka peneliti tertarik untuk melakukan penelitian pembuatan kitosan dari kitin dari limbah tulang dalam cumi-cumi, menggunakan variasi NaOH 50% dan NaOH 60% dengan dua variasi pada proses deasetilasi untuk mendapatkan derajat deasetilasi yang optimal.

METODE PENELITIAN

Penelitian ini dilaksanakan di laboratorium Stikes Harapan Ibu Jambi, serta untuk uji FTIR dilakukan di Universitas Negeri Padang (UNP). Sampel di teliti dan di determinasi adalah tulang dalam cumi – cumi yang diperoleh dari hasil limbah restoran seafood yang ada dikota jambi. Tulang dalam cumi – cumi dicuci, dikeringkan dibawah sinar matahari tidak terpapar langsung, dihaluskan dengan menggunakan grinding dan diayak dengan ayakan 60 Mesh.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Determinasi

Hasil determinasi yang dilakukan di Universitas Andalas laboratorium patologi anatomik Fakultas Kedokteran Universitas Andalas menunjukkan bahwa tulang dalam cumi – cumi termasuk dalam golongan *loligo sp.*

Uji Identifikasi

Hasil dari uji kualitatif kitin menunjukkan, bahwa tulang dalam cumi – cumi positif mengandung kitin setelah dilakukan uji kualitatif kitin dengan I₂ dalam KI didapatkan warna merah jingga.

Randemen Kitin dan Kitosan

Hasil randemen kitin dari tulang dalam cumi – cumi yang diperoleh sebesar 29,970% sedangkan randemen non kitosan dari kitin dengan deasetilasi NaOH 50% sebesar 87,54%, dan hasil randemen kitosan dari kitin dengan deasetilasi NaOH 60% didapatkan hasil sebesar 88,15%.

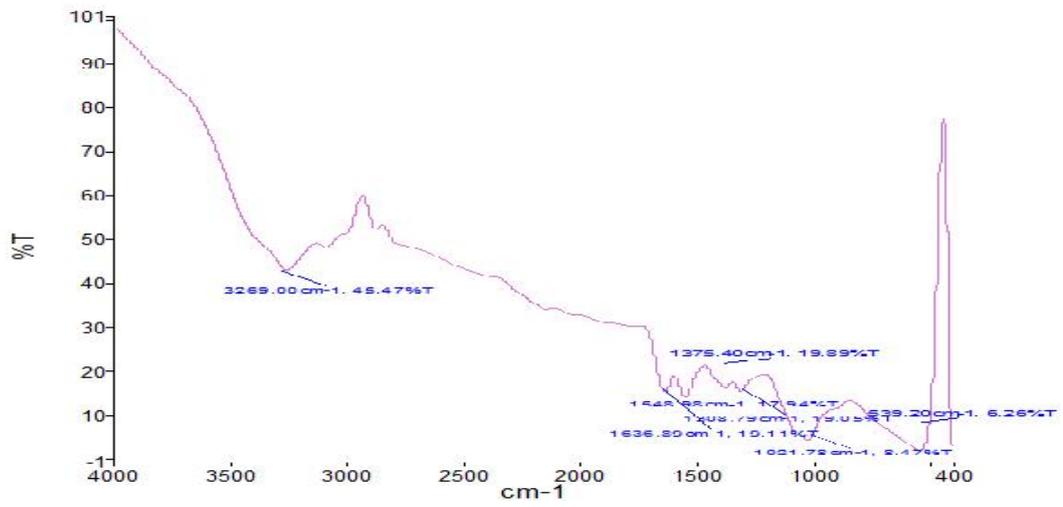
Uji Karakterisasi Kitosan

Hasil uji karakterisasi diperoleh hasil kitosan dalam bentuk serbuk, berwarna agak putih dan tidak berbau adapun hasil uji susut pengeringan kitosan yang diperoleh dari derajat deasetilasi dengan NaOH 50% sebesar 10% sedangkan NaOH 60% sebesar 80%. Hasil uji kelarutan kitosan menunjukkan bahwa kitosan larut dalam asam asetat 10%. Hasil uji kadar abu deasetilasi NaOH 60% sebesar 10%. Hasil dari derajat deasetilasi kitosan yang diperoleh dari hasil variasi NaOH 60% didapatkan hasil sebesar 73%.

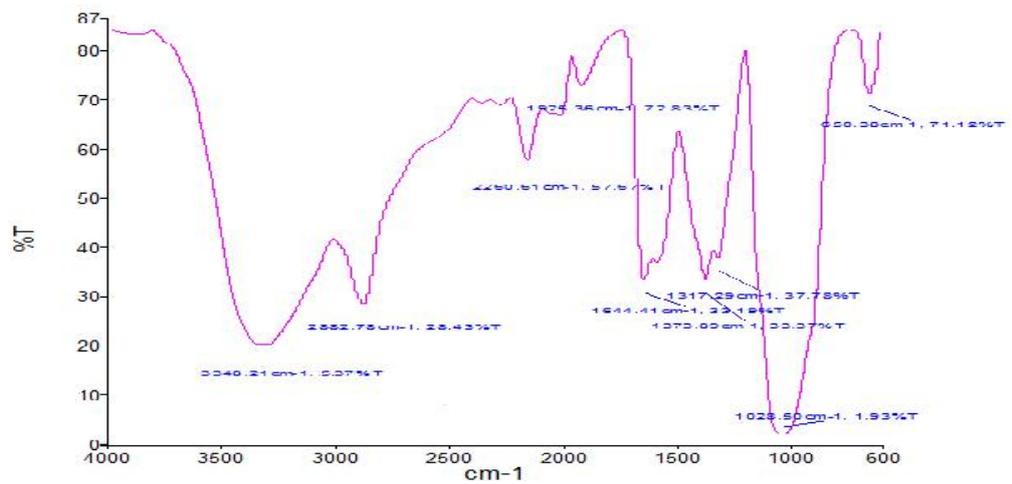
Tabel 1. Hasil uji FTIR dari kitosan proses deasetilasi dengan NaOH

No	Bilangan gelombang (cm ⁻¹) (Literatur)		Literatur kitosan	Gugus fungsi literatur	Hasil analisis gugus fungsi
	Non kitosan derajat deasetilasi NaOH 50%	Kitosan derajat deasetilasi NaOH 60%			
1	1375,40 (medium)	1373,89 (medium)	1470-1430	CH ₂ dan CH ₂	C-H
2	1639,89 (strong)	1644,41 (strong)	1650-1560	N-H	N-H
3	3269,00 (weight)	3348,21 (weight)	3800-2700	O-H dan N-H	O-H
4	-	2260,61 (medium)	2700-2250	NH ₂	NH ₂

Gambar 1. Hasil Analisa hasil deasetilasi kitosan dengan NaOH 50%



Gambar 2. Hasil Analisa deasetilasi kitosan dengan NaOH 60%



PEMBAHASAN

Pada proses pembuatan kitin dari limbah tulang dalam cumi-cumi sampel dibersihkan kemudian dikeringkan dan selanjutnya dihaluskan dengan menggunakan grinding dan diayak dengan ayakan 60 mesh sehingga diperoleh serbuk berwarna putih. Hasil sampel yang telah diayak digunakan untuk memperoleh kitin dengan proses deproteinisasi dengan menggunakan NaOH 3,5% yang bertujuan untuk memisahkan atau melepaskan ikatan protein yang terkandung dalam tulang dalam cumi-cumi larut dalam basa sehingga protein yang terikat secara kovalen pada gugus fungsi kitin akan terpisah, maka hasil dari deproteinisasi berbentuk serbuk berwarna putih (Agustina *et al.*, 2015).

Proses demineralisasi ini bertujuan untuk menghilangkan kandungan mineral yang terdapat pada tulang dalam cumi-cumi. Kandungan mineral tulang dalam cumi-cumi adalah CaCO₃, mineral yang terkandung dalam tulang dalam cumi-cumi ini lebih mudah dipisahkan dibandingkan protein karena mineral hanya terikat secara fisik. Pada proses demineralisasi hasil dari deproteinisasi direaksikan kembali dengan asam klorida (HCl) dengan persamaan reaksi



Proses yang terjadi pada tahap demineralisasi adalah mineral yang terkandung dalam limbah tulang dalam cumi-cumi bereaksi dengan HCl sehingga akan terjadi pemisahan mineral dari limbah tulang dalam cumi-cumi. Proses pemisahan mineral ditunjukkan dengan adanya gas CO₂ berupa gelembung udara pada saat larutan HCl ditambahkan dalam sampel sehingga penambahan dilakukan secara perlahan agar sampel tidak meluap (Agustina *et al.*, 2015).

Uji identifikasi kitin yang menghasilkan warna merah jingga menunjukkan bahwa sampel positif mengandung kitin, seperti penelitian yang dilakukan oleh (Artiningsih, Noor, & Natsir, 2003) yang mengatakan bahwa hasil identifikasi kitinnya berwarna merah jingga.

Hasil rendemen kitin adalah berat kitin yang dihasilkan setelah melewati proses deproteinisasi, dan demineralisasi dalam penelitian ini maka dihasilkan rendemen kitin sebesar 29,970% sedangkan pada penelitian yang dilakukan oleh (Wahyuni, Ridhay, & Nurakhirawati, 2018) diperoleh hasil rendemen kitin sebesar 34,63% penelitian yang lainnya dengan hasil rendemen yang berbeda didapatkan hasil rendemen sebesar 16% menurut (Dompeipen *et al.*, 2016) sementara didapat lagi hasil rendemen yang berbeda dari (Sukma & Lusiana, 2014) didapat hasil rendemen sebesar 89,71%. Perbedaan nilai rendemen ini diduga karena lamanya waktu proses deproteinisasi dan demineralisasi. Semakin lama

proses akan menyebabkan semakin banyaknya mineral dan protein yang tereliminasi sehingga menyebabkan berat kitin yang dihasilkan semakin kecil.

Proses kitin menjadi kitosan melalui proses deasetilasi. Proses deasetilasi merupakan proses penghilangan gugus asetil ($-\text{COCH}_3$) dari kitin dengan menggunakan larutan alkali agar berubah menjadi gugus (NH_2). Proses deasetilasi menggunakan natrium hidroksida (NaOH) dengan variasi konsentrasi NaOH 50% dan NaOH 60% pada suhu $90\text{-}100^\circ\text{C}$ selama waktu 2 jam. Penggunaan larutan alkali tinggi dengan suhu tinggi selama proses deasetilasi mempengaruhi besarnya derajat deasetilasi yang dihasilkan. Pada penelitian ini dilakukan dengan memvariasikan NaOH 50% dan NaOH 60% untuk menentukan derajat deasetilasi (Agustina *et al.*, 2015).

Rendemen kiasan diperoleh dari hasil deasetilasi (penghilangan gugus asetil) kitin. Rendemen kitosan berdasarkan berat kitosan yang dihasilkan dibagi dengan berat kitin yang diperoleh dalam penelitian dihasilkan rendemen dengan variasi NaOH 50% sebesar 87,53%, pada hasil deasetilasi kitin menggunakan NaOH 60% dihasilkan rendemen kitosan sebesar 88,14%, dan pada penelitian yang dilakukan oleh (Dompeipen *et al.*, 2016) diperoleh kitosan sebesar 63%, dan menyatakan bahwa ada kaitan antara berat molekul dengan rendemen. Rendemen kitosan menurun sejalan dengan meningkatnya konsentrasi larutan natrium hidroksida dan suhu.

Uji karakterisasi kitosan diperoleh untuk mengetahui mutu kitosan yang dihasilkan. Karakterisasi yang dilakukan meliputi perhitungan rendemen, uji susut pengeringan, uji kadar abu uji kelarutan dan derajat deasetilasi.

Susut pengeringan dan kadar abu merupakan parameter yang dijadikan standar mutu kitosan. Susut pengeringan yang tinggi menyebabkan kesegaran dan daya simpan kitosan menjadi lebih pendek. Kadar abu menunjukkan tingkat keberhasilan demineralisasi, sehingga rendahnya kadar abu menunjukkan kemurnian suatu kitosan (Masindin & Herdyastuti, 2017).

Karakterisasi kitosan menunjukkan bahwa kitosan memiliki susut pengeringan yang rendah pada variasi deasetilasi NaOH 50% diperoleh sebesar 10% sedangkan dengan NaOH 60% sebesar 8% pada spesifikasi kitosan yang menyatakan bahwa susut pengeringan kitosan $<10\%$. Udara dan tempat penyimpanan mempengaruhi susut pengeringan kitosan karena kitosan bersifat higroskopis. Susut pengeringan dapat mempengaruhi kadar air kitosan yang berpengaruh terhadap pertumbuhan mikroorganisme (Dompeipen *et al.*, 2016). Sedangkan kadar abu yang diperoleh dari memvariasikan NaOH 50% sebesar 12% dan kadar abu yang

diperoleh dari variasi NaOH 60% sebesar 10%, sedangkan kadar abu yang diperoleh dari hasil penelitian dari (Agustina, 2015) sebesar 0,17% pada spesifikasi kitosan menyatakan bahwa kadar abu <2%. Hal ini dapat disebabkan oleh proses demineralisasi yang kurang sempurna.

Kelarutan kitosan dalam asam asetat adalah salah satu parameter utama dalam standar penilaian mutu kitosan. Menurut (Rochima *et al.* 2004 ; Prisiska 2012), semakin tinggi kelarutan kitosan dalam asam asetat 10% menunjukkan mutu kitosan yang dihasilkan semakin baik. Kitosan yang dihasilkan memiliki kelarutan yang sempurna dalam asam asetat 10%.

Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa kelarutan kitosan dalam asam asetat 10% dapat larut dengan sempurna. Kelarutan kitosan dalam larutan asam asetat dipengaruhi oleh suhu dan lamanya perendaman dalam larutan NaOH.

Analisa kitosan dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam sampel penelitian yang digunakan. Dari hasil pengujian menggunakan FTIR, pada percobaan dengan variasi NaOH 50% menunjukkan bahwa sampel tidak menjadi kitosan dengan sempurna, hal ini dikarenakan hasil spektrofotometer FTIR menunjukkan bahwa tidak didapatkan gugus fungsi -NH pada sampel, dimana pita serapan bilangan gelombang fungsi -NH berkisar antara 1650-1560 cm^{-1} . Pada variasi NaOH 60% dengan absorbansi bilangan gelombang gugus amida 1644,41 cm^{-1} dengan nilai absorbansi bilangan gelombang gugus hidroksil -OH 3348,21 cm^{-1} sebesar 73%, sedangkan penelitian yang telah dilakukan oleh (Mohadi, Kurniawan, Yuliasari, & Hidayati, 2014) dengan sampel tulang cumi diperoleh derajat deasetilasi sebesar 70,42% dan (Hossain & Iqbal, 2014) kitosan kulit udang dengan derajat deasetilasi 79,57% serta cangkang kepiting laut dengan derajat deasetilasi sebesar 40,90% (Murniati, 2013).

Dari penelitian yang telah dilakukan maka didapatkan hasil kitosan dengan derajat deasetilasi yang paling baik 73% dari variasi NaOH 60%, hal ini sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh (Wahyuni *et al.*, 2018) dan (Murniati, 2013) yang menyatakan derajat deasetilasi >60% disebut sebagai kitosan.

KESIMPULAN

Berdasarkan dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa Kitosan yang dihasilkan dari deasetilasi dengan NaOH 60% merupakan derajat deasetilasi yang optimal yaitu 73%, sedangkan pada NaOH 50% tidak menghasilkan kitosan.

SARAN

Disarankan pada peneliti selanjutnya untuk melakukan penelitian mengenai pembuatan kitosan dari sampel tulang dalam cumi – cumi dapat mengaplikasikannya dalam bidang farmasi.

DAFTAR PUSTAKA

- Agustina, S., Swantara, M. D., & Suartha, I. N. (2015). Isolasi Kitin, Karakterisasi, dan Sintesis Kitosan dari Kulit Udang. *Jurnal Kimia*, 271–278.
- Artiningsih, A., Noor, A., & Natsir, H. (2003). Usaha Biokonversi Kitin Asal Kepiting Rajungan Menjadi Khitosan, *4 No 1*, 9–12.
- Dompeipen, E. J., Kaimudin, M., Dewa, R. P., Riset, B., Ambon, I., Cengkeh, J. K., & Ambon, B. M. (2016). Isolasi kitin dan kitosan dari limbah kulit udang, 92.
- Hossain, S. M., & Iqbal. (2014). Production and characterization of chitosan from shrimp waste. *J. Bangladesg Agril. I2 (1)*. 153-160.
- Masindin, T., & Herdyastuti, N. (2017). *Karakterisasi Kitosandari Cangkang Kerang Darah (Anadara granosa)*. *Journal of chemistry*. Universitas Surabaya
- Murniati, D. (2013). Isolasi Kitin dari Cangkang Kepiting Laut (*Portunus pelagicus* Linn). serta Pemanfaatannya untuk Adsorpsi Fe dengan Pengompleks 1, 10 -Fenatrolin, 3(1) 15-22.
- Rochima, E., Sugiyono, D.S, Suhartono, M.T. 2004. Dearajat Deasetilasi Kitosan hasil Reaksi enzimatis kitin deasetilasi isolat. *J. Ilmiah. Seminar Nasional dan Kongres Perhimpunan Ahli Teknologi Pangan Indonesia*, Bandung.
- Sukma, S., & Lusiana, S. E. (2014). Kitosan dari Rajungan Lokal *Portunus Pelagicus* Asal Probolinggo, Indonesia. *KIMIA.STUDENTJOURNAL*, 2(2), 506–512.
- Wahyuni, Ridhay, A., & Nurakhirawati. (2018). Pengaruh Waktu Proses Deasetilasi Kitin Dari Cangkang Bekicot *Achatina fulica* Terhadap Derajat Deasetilasi.