

EKSPLORASI LIMBAH TULANG IKAN SUNU SEBAGAI SUMBER BIOMATERIAL KITOSAN: PROSES EKSTRAKSI DAN KARAKTERISTIKNYA

Sefrilita Risqi Adikaning Rani*, Ihsan, Asriani, Endang Riski

Program Studi Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Alauddin, Jl. H. M. Yasin Limpo No. 36, Gowa, 92113, Indonesia

*email: sefrilita.rani@uin-alauddin.ac.id

ABSTRAK

Limbah tulang ikan Sunu (*Epinephelus spp.*) merupakan sumber biomaterial potensial yang belum banyak dimanfaatkan secara optimal. Penelitian ini bertujuan untuk mengekstraksi dan mengkarakterisasi kitosan dari limbah tulang ikan Sunu melalui tiga tahapan utama, yaitu deproteinisasi, demineralisasi, dan deasetilasi. Keberhasilan proses deasetilasi ditunjukkan oleh perubahan signifikan pada spektrum FTIR, khususnya berupa penurunan intensitas puncak serapan pada 1650 cm^{-1} yang merupakan ciri khas gugus karbonil ($\text{C}=\text{O}$) dari ikatan amida, serta munculnya puncak baru atau peningkatan intensitas pada 1550 cm^{-1} yang mengindikasikan keberadaan gugus amina ($\text{N}-\text{H}$). Puncak-puncak tersebut menandakan bahwa sebagian besar gugus asetil telah berhasil dihilangkan dan digantikan oleh gugus amina bebas. Berdasarkan hasil perhitungan rasio intensitas absorbansi, diperoleh nilai derajat deasetilasi (DD) sebesar 94,42%, yang menunjukkan bahwa proses konversi kitin menjadi kitosan telah berlangsung dengan sangat baik. Kitosan yang diperoleh dari penelitian ini memiliki derajat deasetilasi dengan kualitas tinggi dan sesuai dengan standar kitosan komersial. Temuan ini mengindikasikan bahwa limbah tulang ikan Sunu dapat dimanfaatkan sebagai sumber alternatif kitosan dengan potensi aplikasi luas. Penelitian ini mendukung prinsip ekonomi sirkular dan memberikan solusi berkelanjutan dalam pengelolaan limbah organik hasil perikanan.

Kata Kunci: Kitosan; Tulang ikan Sunu; FTIR; Deasetilasi; Biomaterial, Adsorben logam berat; Pengolahan limbah.

ABSTRACT

[Title: Exploration Of Sunu Fish Bone Waste As A Source Of Chitosan Biomaterial: Extraction Process And Its Characteristics. Sunu fish bone waste (*Epinephelus spp.*) is a potential biomaterial source that has not been optimally utilized. This study aims to extract and characterize chitosan from Sunu fish bone waste through three main stages, namely deproteinization, demineralization, and deacetylation. The success of the deacetylation process was indicated by significant changes in the FTIR spectrum, specifically in the form of a decrease in the intensity of the absorption peak at 1650 cm^{-1} which is characteristic of the carbonyl group ($\text{C}=\text{O}$) of the amide bond, as well as the appearance of a new peak or an increase in intensity at 1550 cm^{-1} which indicates the presence of amine groups ($\text{N}-\text{H}$). These peaks indicate that most of the acetyl groups have been successfully removed and replaced by free amine groups. Based on the calculation of the absorbance intensity ratio, the deacetylation degree (DD) value of 94.42% was obtained, indicating that the conversion process of chitin into chitosan has taken place very well. The chitosan obtained from this study has a high quality degree of deacetylation and conforms to the standard of commercial chitosan. This finding indicates that Sunu fish bone waste can be utilized as an alternative source of chitosan with wide application potential. This study supports the principle of circular economy and provides a sustainable solution in the management of organic waste from fisheries.

Keywords: Chitosan, Sunu fish bones, FTIR, deacetylation, biomaterial, heavy metal adsorbent, waste treatment.

PENDAHULUAN

Limbah tulang ikan sering kali dianggap sebagai produk sampingan yang tidak bermanfaat dan berakhir sebagai polutan lingkungan. Namun, tulang ikan, khususnya dari jenis ikan Sunu (*Epinephelus spp.*), memiliki kandungan chitin yang cukup tinggi. Kandungan chitin dapat diolah menjadi kitosan melalui proses deasetilasi (A. Khan & Alamry, 2021) (Francis Suh & Matthew, 2000). Kitosan yang disintesis dari chitin secara umum dapat

dimanfaatkan sebagai biomaterial. Kitosan memiliki sifat biokompatibel, biodegradable, serta memiliki potensi aplikasi yang sangat luas, termasuk dalam bidang medis, farmasi, dan bioteknologi (Bakshi et al., 2020) (Husain et al., 2017) (Kostag & El Seoud, 2021). Sebagai biomaterial yang ramah lingkungan, kitosan memiliki berbagai keunggulan, antara lain sifat antimikroba, kemampuan membentuk film, serta sifat hemostatik yang mendukung proses penyembuhan luka (Fakhri et al., 2020) (Zhang et

al., 2021). Pemanfaatan limbah organik seperti tulang ikan sebagai sumber kitosan tidak hanya mendukung prinsip ekonomi sirkular, tetapi juga mengurangi dampak negatif limbah terhadap lingkungan (Sashiwa & Aiba, 2004)

Meskipun telah banyak penelitian mengenai kitosan yang dihasilkan dari limbah kulit udang dan cangkang kepiting, studi mengenai pemanfaatan tulang ikan sebagai sumber kitosan masih sangat terbatas. Sebagian besar penelitian yang ada berfokus pada kitosan yang berasal dari sumber laut lainnya seperti cangkang krustasea (Husain et al., 2017) (Francis Suh & Matthew, 2000). Kitosan merupakan polimer semi-kristalin yang diperoleh dari proses deasetilasi kitin, yang dapat ditemukan secara melimpah pada eksoskeleton krustasea dan sumber hewani lainnya. Polimer ini terdiri dari rantai linier unit D-glukosamin (hasil deasetilasi) dan N-asetil-D-glukosamin, yang menjadikannya *cationic polysaccharide* dengan muatan positif pada gugus amina (-NH₂). Sifat kationik inilah yang memberikan berbagai karakteristik unik pada kitosan, seperti biokompatibilitas, biodegradabilitas, serta aktivitas antimikroba yang sangat berguna dalam berbagai aplikasi biomedis, termasuk rekayasa jaringan dan penghantaran obat (Kim et al., 2023) (Madni et al., 2021).

Salah satu parameter penting dalam penilaian kualitas kitosan adalah derajat deasetilasi (DD), yang mengacu pada persentase gugus asetil yang telah dihilangkan dari kitin. Kitosan dengan DD tinggi (biasanya di atas 75%) menunjukkan sifat biokompatibilitas dan bioadhesif yang lebih baik. Nilai DD pada kitosan menunjukkan kemampuan yang lebih tinggi dalam aktivitas antimikroba. Derajat deasetilasi ini juga berperan penting dalam menentukan kelarutan kitosan. Kitosan dengan DD lebih tinggi lebih larut dalam larutan asam. Karakterisasi derajat deasetilasi dapat dilakukan menggunakan Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR). Perhitungan dapat dilakukan dengan melihat gugus serapan dalam puncak FTIR. Perhitungannya untuk menentukan derajat deasetilasi dilakukan dengan menggunakan metode Baseline. Menurut Khan 2002 digunakan persamaan sebagai berikut (T. A. Khan et al., 2002) :

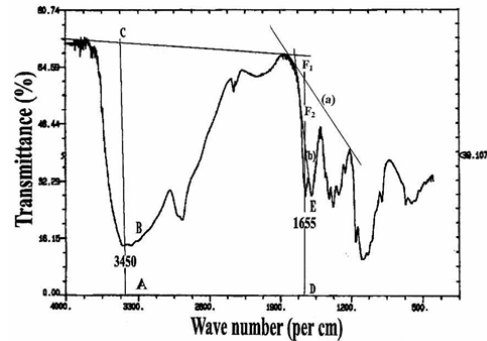
$$DD = \left[100 - \left(\frac{A_{1655}}{A_{3450}} \times \frac{100}{1,33} \right) \right] \% \quad (1)$$

Absorbansi gugus amina (A_{1655}) dapat diwakili oleh ekspresi matematika sederhana

$$A_{1655} = \log \frac{DF}{DE} \quad (2)$$

Dan untuk serapan untuk gugus hidroksil (A_{3450}) dihitung dengan

$$A_{3450} = \log \frac{AC}{AB} \quad (3)$$



Gambar 1. Spektrum IR kitosan yang menunjukkan dua garis dasar ('a' dan 'b') untuk menghitung absorbansi pita I amida terhadap rasio

Pada puncak FTIR di panjang gelombang 1650 cm⁻¹ mengindikasikan keberadaan gugus amida (C=O), sementara puncak di 1550 cm⁻¹ menunjukkan keberadaan gugus amina (N-H). Puncak-puncak ini memberikan indikasi tingkat deasetilasi yang dicapai selama proses ekstraksi. Berat molekul kitosan bervariasi dari 10 kDa hingga lebih dari 1.000 kDa, dan berpengaruh signifikan terhadap sifat fisik dan fungsional kitosan. Kitosan dengan berat molekul rendah lebih mudah larut dan menunjukkan aktivitas antimikroba yang lebih tinggi, sementara kitosan dengan berat molekul tinggi lebih cocok untuk aplikasi yang membutuhkan kekuatan mekanis, seperti scaffold untuk rekayasa jaringan. Kitosan bersifat larut dalam larutan asam lemah (misalnya asam asetat 1%), namun tidak larut pada pH netral atau basa, kecuali jika dimodifikasi. Sifat ini dikaitkan dengan struktur kationik kitosan, yang memungkinkan interaksi yang kuat dengan molekul bermuatan negatif, sehingga berperan dalam sifat bioadhesif dan antimikrobanya. Spektrum FTIR sering digunakan untuk memastikan kualitas kitosan yang dihasilkan. Beberapa puncak karakteristik yang diamati meliputi: 3400-3200 cm⁻¹: Vibrasi ulur dari gugus hidroksil (-OH). 1650 cm⁻¹: Vibrasi ulur dari gugus karbonil (C=O) amida. 1550 cm⁻¹: Vibrasi ulur dari gugus amina (N-H) merupakan vibrasi dari ikatan glikosidik (C-O-C). Karakteristik ini sangat penting untuk menentukan kemurnian dan efektivitas kitosan sebagai biomaterial dalam aplikasi biomedis, termasuk sebagai matriks scaffold, penghantaran

obat, dan agen penyembuh luka (Kim et al., 2023; Madni et al., 2021).

Beberapa studi awal menunjukkan bahwa tulang ikan, terutama dari spesies laut seperti *Epinephelus spp.* (ikan Sunu), memiliki kandungan kitin yang dapat dikonversi menjadi kitosan dengan kualitas tinggi (Rani et al., 2024). Meskipun demikian, kajian ilmiah yang tersedia masih didominasi oleh eksplorasi kitin dan kitosan yang berasal dari eksoskeleton krustasea, seperti udang dan kepiting. Hingga saat ini, pendekatan ilmiah yang secara khusus meneliti tulang ikan sebagai sumber alternatif biomaterial kitosan masih relatif terbatas. Oleh karena itu, penelitian ini berupaya mengisi kekosongan tersebut melalui pendekatan berkelanjutan dalam pemanfaatan limbah tulang ikan sebagai bahan baku yang potensial untuk produksi kitosan. Kajian mengenai karakteristik spesifik dari kitosan yang diekstraksi dari tulang ikan Sunu belum banyak dieksplorasi secara mendalam. Penelitian ini berupaya mengisi kesenjangan tersebut dengan mengeksplorasi metode ekstraksi kitosan dari limbah tulang ikan Sunu dan menganalisis potensi biomaterial ini dalam berbagai aplikasi. Fokus utama penelitian ini adalah memaksimalkan pemanfaatan limbah organik melalui inovasi dalam proses ekstraksi, yang dapat menghasilkan kitosan dengan kemurnian dan karakteristik yang dapat disesuaikan untuk aplikasi tertentu. Novelty dari penelitian ini terletak pada pendekatan yang berkelanjutan serta pemanfaatan sumber daya lokal yang selama ini belum dimanfaatkan secara optimal. Dengan demikian, penelitian ini tidak hanya memberikan kontribusi pada bidang material biomaterial dan biokomposit, tetapi juga mendukung inisiatif keberlanjutan dan pengelolaan limbah di sektor perikanan. Penelitian ini bertujuan untuk mengeksplorasi potensi limbah tulang ikan Sunu (*Epinephelus spp.*) sebagai sumber biomaterial kitosan melalui serangkaian proses ekstraksi dan karakterisasi. Kitosan hasil sintesis selanjutnya dianalisis menggunakan Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terbentuk. Untuk mengetahui dari kualitas hasil sintesisnya dilihat dari nilai derajat deasetilasinya. Beberapa potensinya diambil dari beberapa literature disesuaikan dengan kualitas dan karakteristik kitosan yang dihasilkan dalam penelitian ini.

METODE

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah tulang ikan Sunu yang diperoleh dari pasar lokal. Bahan kimia yang digunakan

meliputi larutan NaOH 1M, HCl 1M. Alat yang digunakan meliputi hot plate stirrer (magnetic stirrer), oven, spektrofotometer FTIR, mortar dan pestle, beaker, corong, kertas saring, serta pH meter.

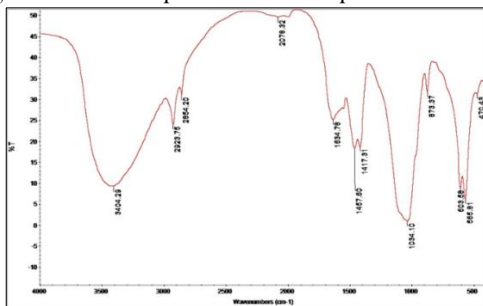
Penelitian ini dimulai dengan membersihkan limbah tulang ikan sunu dari sisa-sisa daging dan jaringan lunak dengan langkah direbus dalam air mendidih selama 30 menit. Setelah itu, tulang dibersihkan lebih lanjut, kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari selama 2-3 hari atau menggunakan oven pada suhu 60°C selama 24 jam. Tulang yang telah kering kemudian dihancurkan menjadi bubuk menggunakan blender. Kemudian serbuk di ayak dengan ayakan 100 mesh. Selanjutnya dilakukan tahapan ekstraksi. Proses ekstraksi kitosan dilakukan dalam beberapa tahapan, yaitu deproteinasi, demineralisasi, dan deasetilasi. Pada tahapan deproteinasi bubuk tulang ikan sunu kering yang sudah di ayak dilarutkan dalam larutan NaOH 1 M (b/v) pada suhu 80°C selama 2 jam di magnetic stirrer kecepatan 500 rpm. Setelah itu rendam selama 2 jam untuk menghilangkan kandungan protein. Setelah proses ini, bubuk disaring dan dicuci hingga mencapai pH netral, lalu dikeringkan pada suhu 60°C. Tahapan ekstraksi selanjutnya yaitu proses demineralisasi. Pada proses demineralisasi, bubuk hasil deproteinasi dilarutkan dengan larutan HCl 1M dengan rasio 1:10 (b/v) dan di stirrer selama 2 jam dengan temperature 80°C dengan magnetic stirrer kecepatan 500 rpm. Kemudian di diamkan selama 24 jam untuk menghilangkan mineral. Setelah itu, bubuk disaring dan dicuci dengan air suling hingga pH netral, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C.

Langkah terakhir adalah Deasetilasi. Pada proses ini diperlukan untuk mengubah kitin menjadi kitosan. Pada proses ini, larutan NaOH 1 M ditambahkan ke sampel dengan perbandingan 1:15 (b/v). Pengadukan menggunakan magnetic stirrer selama 2 jam dengan kecepatan 500 rpm dan suhu 70-80°C. Sampel kemudian dicuci kembali sampai pH netral dan dikeringkan. Tujuan dari proses ini adalah untuk menghilangkan gugus asetil yang terkandung dalam kitin dalam media basa pekat. Hasil akhirnya adalah kitosan murni yang dapat digunakan sebagai bahan dasar adsorben logam berat. Untuk memastikan keberhasilan ekstraksi kitosan, sampel yang dihasilkan dianalisis menggunakan spektrofotometer FTIR dengan rentang panjang gelombang 4000-400 cm^{-1} . Spektrum FTIR digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang ada, seperti gugus amina (N-H), karbonil (C=O), dan eter (C-O-C). Puncak yang

signifikan pada sekitar 1650 cm^{-1} (amida) dan 1550 cm^{-1} (amina) menunjukkan keberhasilan proses deasetilasi. Data spektrum FTIR yang diperoleh dianalisis untuk mengidentifikasi keberadaan dan intensitas gugus fungsi kitosan. Hasil analisis ini kemudian dibandingkan dengan spektrum kitosan standar komersial untuk mengevaluasi kemurnian dan kualitas kitosan yang dihasilkan. Persentase derajat deasetilasi dihitung untuk menentukan tingkat keberhasilan proses ekstraksi. Perhitungan Derajat Deasetilasinya dilakukan dengan menggunakan metode Baseline data FTIR dan dihitung dengan persamaan (1-3)

HASIL DAN PEMBAHASAN

Spektrum FTIR dari serbuk tulang ikan Sunu yang dihasilkan menunjukkan berbagai puncak yang berkaitan dengan komponen organik dan anorganik dalam sampel. Berdasarkan spektrum yang ditampilkan (gambar 2) Beberapa puncak utama telah diidentifikasi, yang menggambarkan keberadaan senyawa-senyawa spesifik yang dapat dihubungkan dengan bahan dasar untuk pembuatan kitosan. Puncak pada 3431.06 cm^{-1} dan 3606.16 cm^{-1} : Puncak lebar pada rentang ini menunjukkan adanya vibrasi ulur (stretching) dari gugus hidroksil (-OH). Hal ini menunjukkan bahwa sampel masih mengandung sejumlah besar air terikat dan senyawa organik, terutama polisakarida dan protein.

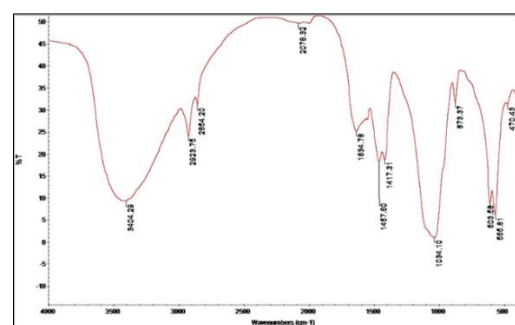


Gambar 2. Hasil TIR Sampel Serbuk Ikan Sunu

Menurut penelitian yang dilakukan oleh Kim et al. (2023), keberadaan gugus -OH yang kuat pada kitosan menunjukkan potensi sifat bioaktif seperti biokompatibilitas dan kemampuan adhesi (Kim et al., 2023). Puncak pada $1659,40\text{ cm}^{-1}$ dan $1573,66\text{ cm}^{-1}$: Puncak pada daerah ini menunjukkan vibrasi ulur dari gugus karbonil (C=O) yang berasal dari gugus amida, serta vibrasi ulur N-H yang mengindikasikan ikatan peptida. Ini menunjukkan adanya protein yang belum sepenuhnya terdegradasi selama proses persiapan serbuk tulang. Sesuai dengan Madni et al. (2021), gugus amida pada spektrum FTIR merupakan karakteristik penting

dari biomaterial berbasis kitosan yang menunjukkan keberhasilan proses deasetilasi dari kitin menjadi kitosan (Madni et al., 2021). Puncak pada 1084.37 cm^{-1} : Puncak ini mengindikasikan adanya vibrasi ulur dari ikatan glikosidik (C-O-C), yang merupakan indikasi keberadaan polisakarida. Dalam konteks ekstraksi kitosan, puncak ini relevan karena menunjukkan keberadaan rantai polisakarida yang dapat diolah lebih lanjut menjadi kitosan. Zhang et al. (2020) menyatakan bahwa keberadaan ikatan glikosidik penting untuk memastikan struktur dasar polisakarida tetap utuh sebelum dilakukan proses deasetilasi lebih lanjut (Zhang et al., 2021). Puncak pada 873.42 cm^{-1} : Puncak ini dapat dikaitkan dengan senyawa fosfat atau mineralisasi, yang umum terdapat pada tulang. Adanya senyawa mineral ini menunjukkan bahwa proses demineralisasi yang lebih lanjut diperlukan untuk memperoleh chitin murni sebelum proses konversi menjadi kitosan. F.Suh (2000) menggaris bawahi pentingnya proses demineralisasi dalam pembuatan kitosan berkualitas tinggi dari sumber hewani (Francis Suh & Matthew, 2000).

Serbuk tulang ikan Sunu yang dianalisis menunjukkan potensi sebagai bahan baku pembuatan kitosan, terutama karena adanya gugus-gugus fungsi yang relevan seperti -OH, amida, dan ikatan glikosidik yang diperlukan untuk konversi kitin menjadi kitosan. Keberadaan gugus amida (C=O) dan amina (N-H) pada spektrum menunjukkan bahwa material ini masih mengandung protein yang perlu dihilangkan melalui proses deproteinisasi lebih lanjut. Dari hasil analisis spektrum FTIR, serbuk tulang ikan Sunu terbukti mengandung komponen organik dan mineral yang relevan untuk produksi kitosan. Namun, diperlukan tahapan pemurnian lebih lanjut seperti demineralisasi, deproteinisasi, dan deasetilasi agar dapat menghasilkan kitosan dengan standar kualitas yang diinginkan .

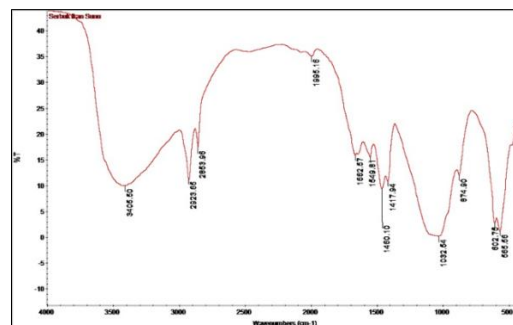


Gambar 2. Hasil FTIR sampel setelah proses deproteinisasi

Berdasarkan spektrum FTIR (gambar 3) dari sampel serbuk tulang ikan Sunu yang telah

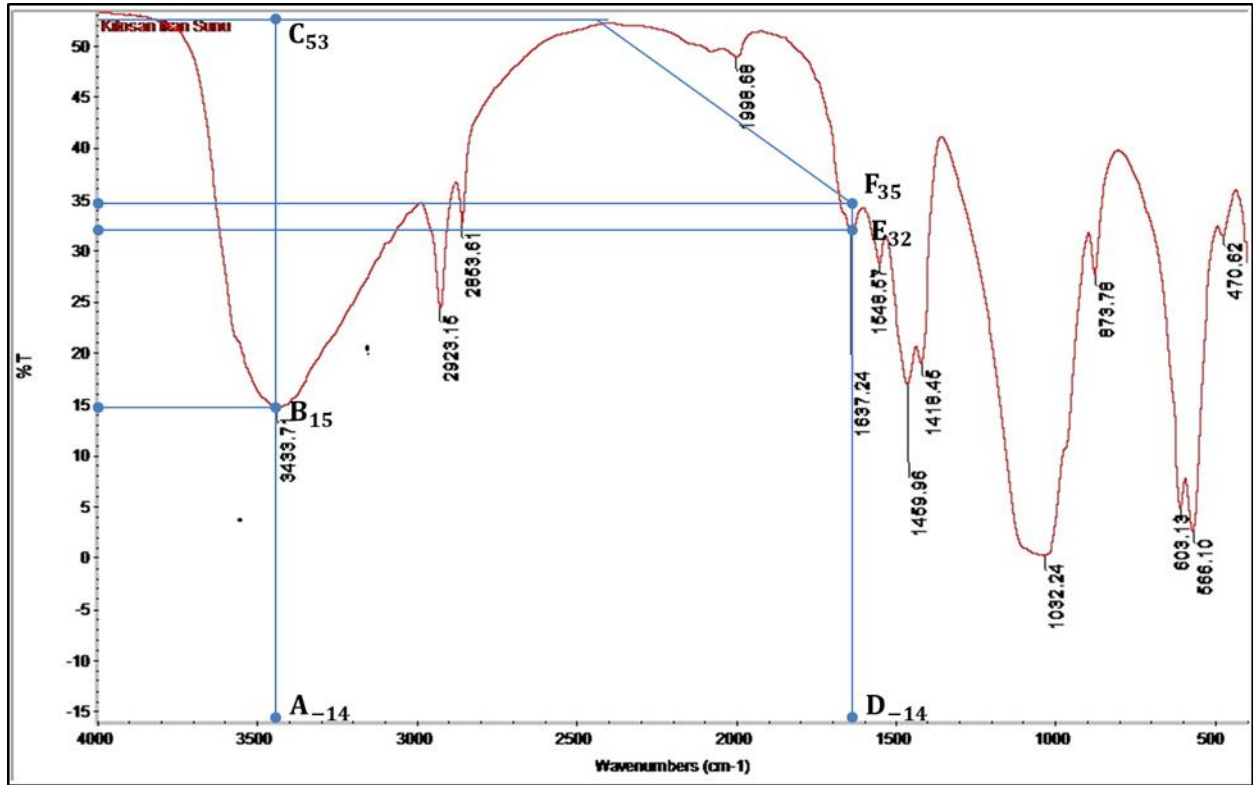
mengalami proses deproteinisasi, terdapat beberapa puncak yang menunjukkan perubahan signifikan pada gugus fungsi Puncak pada $3404,29\text{ cm}^{-1}$ merupakan puncak yang lebar di sekitar daerah ini menunjukkan vibrasi ulur (stretching) dari gugus hidroksil (-OH). Meskipun puncak ini juga terdeteksi pada spektrum sebelum deproteinisasi, intensitasnya berkurang, yang menunjukkan bahwa sebagian besar air terikat dan protein yang mengandung gugus -OH telah berhasil dihilangkan selama proses deproteinisasi. Kim et al. (2023) menyatakan bahwa gugus -OH yang kuat pada kitosan berkontribusi pada sifat bioadhesif dan biokompatibilitasnya (Kim et al., 2023). Puncak pada $1634,78\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur dari gugus karbonil (C=O) pada ikatan amida. Setelah deproteinisasi, puncak ini masih terlihat, namun intensitasnya menurun dibandingkan dengan spektrum sebelum deproteinisasi. Hal ini menunjukkan bahwa sebagian besar protein, yang merupakan sumber utama gugus amida, telah berhasil dihilangkan selama proses deproteinisasi. Menurut Madni et al. (2021), keberadaan gugus amida yang lebih rendah menunjukkan keberhasilan proses deproteinisasi dalam mempersiapkan bahan untuk ekstraksi kitin (Madni et al., 2021). Puncak pada $1417,31\text{ cm}^{-1}$ dan $1467,60\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi ulur dari gugus C-H alifatik. Keberadaan gugus ini menunjukkan kandungan senyawa organik yang tersisa meskipun proses deproteinisasi telah menghilangkan sebagian besar protein. Senyawa seperti lipid atau polisakarida kemungkinan yang masih tersisa. Puncak pada $1084,10\text{ cm}^{-1}$ mewakili vibrasi ulur dari ikatan glikosidik (C-O-C), yang menunjukkan bahwa polisakarida masih ada dalam sampel setelah proses deproteinisasi. Ini penting karena keberadaan polisakarida adalah dasar untuk konversi kitin menjadi kitosan. Menurut Zhang et al. (2020), keberadaan ikatan glikosidik yang stabil sangat penting untuk mempertahankan struktur dasar kitin sebelum proses deasetilasi (Zhang et al., 2021). Puncak pada $873,37\text{ cm}^{-1}$ mengindikasikan adanya sisa mineral atau senyawa fosfat, meskipun proses deproteinisasi telah dilakukan. Ini menunjukkan bahwa masih diperlukan proses demineralisasi untuk menghilangkan kandungan mineral yang tersisa sebelum melanjutkan ke tahap deasetilasi. Proses deproteinisasi bertujuan untuk menghilangkan protein dari sampel sehingga hanya tersisa komponen polisakarida dan mineral. Berdasarkan hasil spektrum FTIR, sebagian besar protein telah berhasil dihilangkan, yang dibuktikan dengan penurunan intensitas puncak pada daerah amida

(1634.78 cm^{-1}). Namun, sisa-sisa lipid dan mineral masih terlihat, yang memerlukan proses pemurnian lebih lanjut (Francis Suh & Matthew, 2000; Madni et al., 2021).



Gambar 3. Hasil FTIR sampel setelah proses demineralisasi

Spektrum FTIR gambar 4 memberikan informasi tentang gugus fungsi yang ada dalam sampel berdasarkan posisi dan intensitas puncak-puncak yang muncul. Pada puncak $3405,50\text{ cm}^{-1}$, puncak lebar dan kuat ini mengindikasikan vibrasi ulur O-H. Gugus ini bisa berasal dari air yang teradsorpsi, gugus hidroksil pada karbohidrat, atau gugus amina sekunder (N-H). Karena ini merupakan proses demineralisasi dalam sintesis kitosan, kemungkinan besar kontribusi dari gugus amina (N-H) dari kitin/kitosan mulai terlihat, selain dari air dan karbohidrat. Pada puncak serapan $2923,65\text{ cm}^{-1}$ dan $2853,96\text{ cm}^{-1}$, puncak-puncak ini menunjukkan vibrasi ulur C-H alifatik, menandakan keberadaan gugus metil (-CH₃) dan metilen (-CH₂). Gugus ini umum ditemukan pada lipida (lemak) dan komponen organik lainnya. Pada puncak serapan $1995,16\text{ cm}^{-1}$ puncak lemah ini merupakan *overtone* atau kombinasi dari vibrasi lain. Biasanya tidak digunakan untuk identifikasi gugus fungsi utama. Pada puncak serapan $662,67\text{ cm}^{-1}$ puncak ini penting dan kemungkinan besar menunjukkan vibrasi ulur C=O (gugus karbonil) dari amida (protein). Meskipun proses demineralisasi bertujuan menghilangkan mineral, kemungkinan masih ada sisa-sisa mineral dalam sampel. Pada puncak serapan $1549,81\text{ cm}^{-1}$ kemungkinan merupakan vibrasi tekuk N-H dari amina sekunder atau vibrasi ulur C-N dari amida. Pada puncak serapan $1460,10\text{ cm}^{-1}$ dan $1417,94\text{ cm}^{-1}$ ini umumnya dikaitkan dengan vibrasi tekuk C-H, yang menunjukkan keberadaan gugus metil dan metilen. Puncak serapan $1032,54\text{ cm}^{-1}$ ini sering dikaitkan dengan vibrasi ulur C-O, yang bisa berasal dari karbohidrat, eter, atau alkohol. Dalam konteks serbuk ikan sunu, kemungkinan besar berasal dari karbohidrat. Selain



Gambar 4. FTIR yang dihasilkan setelah proses deasetilasi pada serbuk tulang ikan Sunu

itu puncak-puncak di bawah 1000 cm^{-1} (misalnya 874.90 cm^{-1} , 602.76 cm^{-1} , 565.56 cm^{-1}) ini adalah *fingerprint region*. Puncak-puncak ini spesifik untuk senyawa tertentu dan sulit interpretasi dengan spektrum referensi.

Berdasarkan spektrum FTIR (gambar 5) yang dihasilkan setelah proses deasetilasi pada serbuk tulang ikan Sunu, dapat dilihat bahwa terdapat perubahan signifikan pada gugus fungsi yang terdeteksi, yang menunjukkan keberhasilan konversi kitin menjadi kitosan. Puncak pada 3433.71 cm^{-1} : Puncak lebar di sekitar daerah ini menunjukkan adanya vibrasi ulur (stretching vibration) dari gugus hidroksil (-OH), yang menunjukkan adanya interaksi hidrogen yang kuat dalam struktur kitosan. Keberadaan gugus -OH ini menunjukkan sifat hidrofilik dari kitosan, yang penting untuk aplikasi dalam penghantaran obat dan pembalut luka, seperti yang dijelaskan oleh Madni et al. (2021)(Madni et al., 2021). Puncak pada 1637.24 cm^{-1} : Puncak ini menunjukkan vibrasi ulur dari gugus karbonil (C=O) pada ikatan amida, yang menunjukkan bahwa sebagian besar gugus asetil telah dihilangkan selama proses deasetilasi. Diperoleh nilai derajat deasetilasinya sebesar 94,42% dalam penelitian ini. Derajat deasetilasi dihitung dengan menggunakan metode baseline. Untuk perhitungannya digunakan

analisa persamaan (1-3)Menghitung absorbansi pada bilangan gelombang A_{1655}

$$A_{1655} = \log \frac{DF}{DE}$$

$$A_{1655} = \log \left(\frac{49}{46} \right)$$

$$A_{1655} = 0,027$$

Menghitung absorbansi pada bilangan gelombang A_{3450}

$$A_{3450} = \log \frac{AC}{AB}$$

$$A_{3450} = \log \left(\frac{67}{29} \right)$$

$$A_{3450} = 0,364$$

Sehingga Derajat Deasetilasi (DD) diperoleh sebagai berikut:

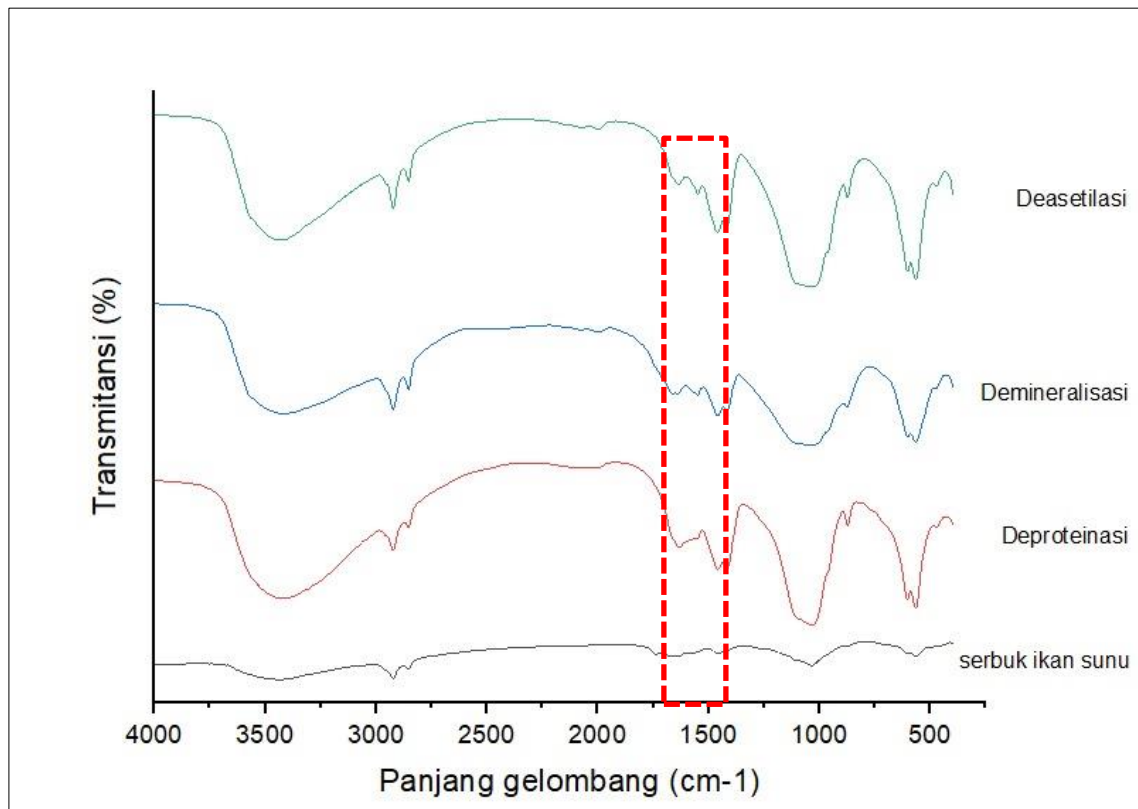
$$DD = \left[100 - \left(\frac{A_{1655}}{A_{3450}} \times \frac{100}{1,33} \right) \right] \%$$

$$= \left[100 - \left(\frac{0,027}{0,364} \times \frac{100}{1,33} \right) \right] \%$$

$$= (100 - 5,577) \%$$

$$= 94,42 \%$$

Derajat deasetilasi yang tinggi ($>75\%$) merupakan indikator kualitas kitosan yang baik untuk standar komersil. Puncak pada 1459.96 cm^{-1} dan 1418.46 cm^{-1} berkaitan dengan vibrasi gugus C-H dan N-H. Puncak tersebut yang menunjukkan keberadaan sisa-



Gambar 5. Hasil karakterisasi FTIR serbuk tulang ikan Sunu yang telah melalui proses sintesis berhasil dikonversi menjadi kitosan dengan derajat deasetilasi dilihat dari puncak serapan 1500 cm⁻¹ sampai dengan 1700 cm⁻¹

sisia struktur amina primer. Gugus amina ini penting karena memberikan muatan positif pada kitosan, yang memberikan sifat antimikroba dan bioadhesif yang unggul (Kim et al., 2023; Madni et al., 2021). Puncak pada 1032.24 cm⁻¹, puncak ini menunjukkan adanya ikatan C-O-C (ikatan glikosidik) yang menandakan keberadaan polisakarida. Puncak ini menunjukkan bahwa struktur dasar kitosan tetap terjaga setelah proses deasetilasi, sehingga memungkinkan kitosan yang dihasilkan memiliki kekuatan struktural yang baik (Zhang et al., 2021).

Tanda-tanda keberhasilan deasetilasi dan kualitas kitosan yang dapat dilihat dari analisis spektrum FTIR (gambar 6), keberhasilan proses deasetilasi dapat dilihat dari penurunan intensitas puncak karbonil (C=O) dan peningkatan puncak amina (N-H). Hal ini menunjukkan bahwa sebagian besar gugus asetil telah dihilangkan, sehingga meningkatkan derajat deasetilasi (DD) pada kitosan yang dihasilkan. Menurut Suh (2000), kitosan dengan DD tinggi menunjukkan sifat biokompatibilitas yang lebih baik dan aktivitas antimikroba yang lebih efektif, (Francis Suh & Matthew, 2000). Berdasarkan analisis di atas, kitosan yang dihasilkan dari serbuk tulang ikan Sunu

menunjukkan kualitas yang baik dengan derajat deasetilasi yang tinggi. Berdasarkan kajian literatur kitosan dengan Nilai Derajat deasetilasi yang tinggi dapat berpotensi dimanfaatkan diberbagai bidang. Penelitian Madni 2021 kitosan dapat sebagai media penghantaran obat. Kitosan yang memiliki sifat hidrofilik dan bermuatan positif dapat digunakan sebagai carrier untuk sistem penghantaran obat yang bertarget, seperti yang dijelaskan oleh Madni et al. (2021)(Madni et al., 2021). Berdasar penelitian oleh Zhang 2021, kitosan ini juga berpotensi sebagai pembalut luka dan rekayasa jaringan (Zhang et al., 2021). Sifat antimikroba dan biokompatibilitas kitosan menjadikannya ideal sebagai bahan dasar untuk pembalut luka yang dapat mempercepat penyembuhan luka serta sebagai scaffold dalam rekayasa jaringan(Kim et al., 2023; Zhang et al., 2021). Selain itu kitosan juga berpotensi sebagai agen antimikroba dan antiinflamasi. Menurut F. Suh 2000, kitosan dapat digunakan sebagai bahan aktif dalam produk perawatan kulit karena kemampuannya untuk menghambat pertumbuhan mikroba dan mengurangi peradangan(Francis Suh & Matthew, 2000). Penelitian oleh Madni et al. (2021)(Madni et al., 2021) menunjukkan bahwa kitosan dengan derajat deasetilasi tinggi memiliki kemampuan adsorpsi yang lebih baik, terutama

untuk ion logam berat seperti Pb^{2+} dan Cr^{3+} . Selain itu, Kim et al. (2023)(Kim et al., 2023) menggarisbawahi bahwa sifat antimikroba dan kelasi kitosan dapat ditingkatkan dengan memodifikasi kitosan melalui grafting atau crosslinking, sehingga meningkatkan kapasitas adsorpsi logam berat. Dalam penelitian Rahmaniah et al 2024 juga menyatakan bahwa kitosan berpotensi sebagai adsorben logam berat dilingkungan (Rahmaniah et al., 2024). Hasil karakterisasi FTIR (gambar 6) menunjukkan bahwa serbuk tulang ikan Sunu yang telah melalui proses deasetilasi berhasil dikonversi menjadi kitosan dengan derajat deasetilasi yang tinggi. Hal ini ditunjukkan oleh hilangnya gugus asetil dan munculnya gugus amina yang lebih dominan. Dengan kualitas yang sesuai, berdasar berbagai sumber referensi yang disebutkan sebelumnya, kitosan ini memungkinkan berpotensi besar untuk berbagai aplikasi biomedis dan farmasi, terutama sebagai agen antimikroba, pembalut luka bahan penghantaran obat dan juga aplikasi adsorbs logam berat di lingkungan.

KESIMPULAN DAN SARAN

Penelitian ini berhasil mengeksplorasi limbah tulang ikan Sunu sebagai sumber biomaterial kitosan melalui proses ekstraksi yang mencakup deproteinisasi, demineralisasi, dan deasetilasi. Berdasarkan analisis FTIR, keberhasilan proses deasetilasi pada kitosan yang terbuat dari limbah tulang ikan sunu dapat dilihat dari penurunan intensitas puncak karbonil ($C=O$) dan peningkatan puncak amina ($N-H$). Hal ini menunjukkan bahwa sebagian besar gugus asetil telah dihilangkan, sehingga meningkatkan derajat deasetilasi (DD) pada kitosan yang dihasilkan. Derajat deasetilasi (DD) yang dihasilkan pada penelitian ini yaitu sebesar 94,42% yang telah memenuhi standar kitosan dipasaran. Selain itu, keberadaan gugus hidroksil ($-OH$) pada 3489 cm^{-1} menunjukkan sifat hidrofilik yang ideal pada kitosan. Untuk memaksimalkan potensi kitosan ini, penelitian lebih lanjut disarankan, terutama dalam hal optimasi proses ekstraksi untuk meningkatkan kemurnian serta uji kemampuan dalam aplikasinya dalam kondisi lingkungan nyata. Dengan memanfaatkan limbah tulang ikan, penelitian ini tidak hanya memberikan solusi keberlanjutan, tetapi juga menciptakan nilai tambah dari bahan yang sebelumnya tidak dimanfaatkan.

DAFTAR PUSTAKA

Bakshi, P. S., Selvakumar, D., Kadirvelu, K., & Kumar, N. S. (2020). Chitosan as an

environment friendly biomaterial – a review on recent modifications and applications. *International Journal of Biological Macromolecules*, *150*, 1072–1083. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.10.113>

Fakhri, E., Eslami, H., Maroufi, P., Pakdel, F., Taghizadeh, S., Ganbarov, K., Yousefi, M., Tanomand, A., Yousefi, B., Mahmoudi, S., & Kafil, H. S. (2020). Chitosan biomaterials application in dentistry. *International Journal of Biological Macromolecules*, *162*, 956–974. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.06.211>

Francis Suh, J.-K., & Matthew, H. W. T. (2000). Application of chitosan-based polysaccharide biomaterials in cartilage tissue engineering: A review. *Biomaterials*, *21*(24), 2589–2598. [https://doi.org/10.1016/S0142-9612\(00\)00126-5](https://doi.org/10.1016/S0142-9612(00)00126-5)

Husain, S., Al-Samadani, K. H., Najeeb, S., Zafar, M. S., Khurshid, Z., Zohaib, S., & Qasim, S. B. (2017). Chitosan Biomaterials for Current and Potential Dental Applications. *Materials*, *10*(6), 602. <https://doi.org/10.3390/ma10060602>

Khan, A., & Alamry, K. A. (2021). Recent advances of emerging green chitosan-based biomaterials with potential biomedical applications: A review. *Carbohydrate Research*, *506*, 108368. <https://doi.org/10.1016/j.carres.2021.108368>

Khan, T. A., Peh, K. K., & Ch'ng, H. S. (2002). Reporting degree of deacetylation values of chitosan: The influence of analytical methods. *J. Pharm. Pharm. Sci*, *5*(3), 205–212.

Kim, Y., Zharkinbekov, Z., Raziyeva, K., Tabyldiyeva, L., Berikova, K., Zhumagul, D., Temirkhanova, K., & Saparov, A. (2023). Chitosan-Based Biomaterials for Tissue Regeneration. *Pharmaceutics*, *15*(3), 807. <https://doi.org/10.3390/pharmaceutics15030807>

Kostag, M., & El Seoud, O. A. (2021). Sustainable biomaterials based on cellulose, chitin and chitosan composites—A review. *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications*, *2*, 100079. <https://doi.org/10.1016/j.carpta.2021.100079>

- Madni, A., Kousar, R., Naeem, N., & Wahid, F. (2021). Recent advancements in applications of chitosan-based biomaterials for skin tissue engineering. *Journal of Bioresources and Bioproducts*, 6(1), 11–25. <https://doi.org/10.1016/j.jobab.2021.01.002>
- Rahmaniah, R., Isdar, E., & Rani, S. R. A. R. (2024). Sintesis Dan Karakterisasi Kitosan Berbasis Cangkang Landak Laut Sebagai Kandidat Absorban Logam Berat. *Journal Online Of Physics*, 9(2), 30–36.
- Rani, S. R. A., Ihsan, I., Asriani, A., & Putri, A. A. (2024). Potensi Pemanfaatan Limbah Tulang Ikan Sunu (*Plectropomus Leopardus*): Analisis FTIR dan XRF untuk Karakterisasi Serbuk Material. *JFT: Jurnal Fisika dan Terapannya*, 11(2), Article 2. <https://doi.org/10.24252/jft.v11i2.52274>
- Sashiwa, H., & Aiba, S. (2004). Chemically modified chitin and chitosan as biomaterials. *Progress in Polymer Science*, 29(9), 887–908. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2004.04.001>
- Zhang, C., Hui, D., Du, C., Sun, H., Peng, W., Pu, X., Li, Z., Sun, J., & Zhou, C. (2021). Preparation and application of chitosan biomaterials in dentistry. *International Journal of Biological Macromolecules*, 167, 1198–1210. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.11.073>