

Kandungan Gelatin Ekstrak Limbah Tulang Ikan Bandeng (*Chanos chanos*) dengan Variasi Konsentrasi Asam Sitrat

Tahirah Hasan¹, Endah Dwijayanti^{1,*}

¹Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Makassar, Makassar 90245, Sulawesi Selatan

*email korespondensi: endahdwijayanti.dty@uim-makassar.ac.id

Received : 10 Februari 2022; **Revised** : 23 Februari 2022; **Accepted** : 28 April 2022; **Published** : 28 Mei 2022

ABSTRAK

Gelatin adalah molekul polipeptida yang berasal dari kolagen yang merupakan protein utama penyusun jaringan kulit dan tulang pada hewan, salah satunya pada tulang ikan bandeng. Kolagen merupakan protein bermolekul besar yang diperoleh dengan cara ekstraksi dalam suasana asam. Penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui pengaruh variasi konsentrasi asam sitrat terhadap kandungan gelatin ekstrak tulang ikan bandeng (*Chanos chanos*). Metode penelitian meliputi tahap degreasing pada suhu 60 – 70 °C selama 30 menit, demineralisasi dengan variasi konsentrasi asam sitrat ekstraksi dilakukan menggunakan akuades dalam waterbath pada suhu 70° C selama enam jam dan penentuan rendemen gelatin. Karakteristik gelatin dilakukan dengan uji fisik dan kimia. Uji fisik meliputi uji viskositas, penentuan pH, dan uji daya serap air sedangkan uji kimia meliputi analisis kadar air, kadar abu, dan kadar protein. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kandungan gelatin ekstrak limbah tulang ikan bandeng dengan variasi konsentrasi asam sitrat 5%, 7%, 9%, 11%, dan 13% berbanding lurus terhadap kandungan gelatin yaitu semakin tinggi konsentrasi asam sitrat semakin banyak kandungan gelatin yang diperoleh dimana kandungan gelatin tertinggi terdapat pada konsentrasi 13% sebesar 9,78%. Berdasarkan analisis data dengan ANAVA, konsentrasi asam sitrat berpengaruh sangat nyata terhadap kandungan gelatin yang diperoleh. Karakteristik fisik dan kimia gelatin ikan bandeng meliputi viskositas 16,25 cP; daya serap air 4,20 mL/g; pH 4,57; kadar air 13,12%; abu 1,67%; dan protein 69,26%.

Kata-kata kunci: asam sitrat; gelatin; tulang ikan bandeng; variasi konsentrasi

PENDAHULUAN

Limbah ikan merupakan salah satu permasalahan terbesar dalam industri pengolahan ikan karena dapat mencemari lingkungan baik di darat maupun diperairan. Tulang ikan merupakan salah satu limbah dari ikan yang masih mengandung protein cukup tinggi. Salah satu jenis ikan yang banyak terdapat di Sulawesi Selatan adalah ikan bandeng (*Chanos chanos*). Kandungan yang terdapat dalam tulang ikan bandeng, yaitu fosfor sebesar 3%, kalsium sebesar 4%, dan protein sebesar 32% (Adawiyah & Selviastuti, 2014). Salah satu produk yang dapat diperoleh dari limbah ikan adalah gelatin (Atma, 2016).

Gelatin adalah molekul polipeptida yang berasal dari kolagen yang merupakan protein utama penyusun jaringan kulit dan tulang pada hewan. Sumber, umur hewan, dan jenis kolagen merupakan faktor intrinsik yang mempengaruhi sifat gelatin (Johnston-Banks, 1990). Produksi gelatin dari spesies alternatif non-mamalia semakin penting, sebagian besar cara untuk meningkatkan produk yaitu dari proses industri ikan dan unggas. Habitat asal ikan baik tropis dan spesies air hangat sub-tropis memiliki sifat reologi dan termostabilitas yang serupa dengan gelatin mamalia sehingga dapat digunakan untuk aplikasi serupa (Gómez-Guillén et al., 2011).

Gelatin banyak digunakan dalam industri sebagai bahan tambahan dan berfungsi sebagai *stabilizer* dan *emulsifier* sehingga dapat membuat dan mempertahankan sistem emulsi. Gelatin dimanfaatkan oleh industri pangan, farmasi, kosmetika, dan fotografi.

Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah tulang ikan bandeng (*Chanos-chanos*) dengan menggunakan metode hidrolisis asam. Salah satu jenis asam yang biasa digunakan untuk ekstraksi senyawa gelatin adalah asam sitrat. Asam sitrat merupakan asam organik lemah yang dapat melepas proton dalam larutan. Proton dari asam sitrat akan berinteraksi dengan gugus karboksil dari kolagen dan dapat merusak ikatan intra dan antar molekul tropokolagen sehingga mudah dikonversi menjadi kolagen. Selain itu,

penelitian yang dilakukan Fatimah & Jannah (2009) menunjukkan kandungan gelatin berbanding lurus terhadap konsentrasi asam sitrat dan konsentrasi tertinggi pada penelitian sebelumnya adalah 9%. Oleh karena itu, dilakukan penelitian lebih lanjut dengan menaikkan konsentrasi asam sitrat agar diperoleh konsentrasi yang sesuai untuk menghasilkan senyawa gelatin dengan kualitas terbaik pada tulang ikan bandeng (*Chanos chanos*). Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi konsentrasi asam sitrat terhadap kandungan gelatin ekstrak tulang ikan bandeng (*Chanos chanos*).

EKSPERIMEN

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan adalah *moisture analyzer* DSH-SO-I, *pan*, cawan, desikator, *hot plate*, oven, grinder, labu ukur, thermometer, pH meter, pipet volum, corong, sentrifugasi, tanur, neraca analitik, viskometer, *vortex*, dan *waterbath*. Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah tulang ikan bandeng (*Chanos chanos*), asam sitrat ($C_6H_8O_7$), akuades (H_2O), dietil eter (C_2H_5)₂O p.a MERCK, reagen Folin Ciocalteu, kertas saring *Whatman*, natrium karbonat (Na_2CO_3) p.a MERCK, natrium hidroksida (NaOH) p.a MERCK, tembaga (II) sulfat ($CuSO_4$) p.a MERCK, natrium kalium tartarat ($KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$) p.a MERCK, *Trichloroacetic Acid* (TCA) ($C_2HCl_3O_2$), dan *Bovine Serum Albumin* (BSA).

Instrumen

Spektrofotometer UV-Vis (PG Instrument UK, Model: T80+). Kondisi operasi, panjang gelombang: 380 – 780 nm, sumber sinar: tungsten halogen dan deuterium, monitor: digital LCD display, dimensi: 524×420×230, tipe fotometrik: absorbansi, transmisi, energi.

Prosedur Kerja

Proses Ekstraksi

a. *Degreasing* (Santoso et al., 2015)

Tulang ikan bandeng direndam dalam air bersuhu 60 – 70 °C selama 30 menit, dibersihkan dari sisa-sisa daging dan lemak yang masih menempel dengan air mengalir. Dipotong kecil-kecil selanjutnya dikeringkan dan dibagi menjadi lima bagian sesuai variasi konsentrasi asam sitrat yang digunakan dan diberi kode A₁, A₂, A₃, A₄, dan A₅.

b. *Demineralisasi* (Fatimah & Jannah, 2009)

Sampel direndam dalam larutan asam sitrat dengan konsentrasi 5%, 7%, 9%, 11%, dan 13%. Perbandingan antara tulang ikan dan larutan asam sitrat 1:3 (m/v). Proses perendaman dilakukan selama 48 jam untuk menghilangkan mineral, selanjutnya dicuci dengan akuades hingga pH 5.

c. *Ekstraksi dan Pengeringan* (Hido et al., 2021)

Sampel hasil demineralisasi diekstraksi dalam *waterbath* menggunakan akuades dengan perbandingan 1:3 (m/v) pada suhu 70 °C selama 6 jam kemudian didinginkan dan disaring menggunakan kertas saring *Whatman*. Sampel dikeringkan dengan oven pada suhu 50 °C selama 24 jam. Gelatin yang terbentuk ditepungkan menggunakan *grinder*. Tepung gelatin ditimbang untuk mengetahui rendemen gelatin dan dilakukan analisis secara fisik dan kimia gelatin.

d. *Penentuan Rendemen* (Liu et al., 2009)

Rendemen diperoleh dari perbandingan berat kering gelatin yang dihasilkan dengan berat sampel tulang ikan. Besarnya rendemen dapat diperoleh dengan menggunakan persamaan (1).

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{\text{Berat gelatin yang diperoleh}}{\text{Berat sampel tulang ikan kering}} \times 100\% \quad (1)$$

Uji Fisik Gelatin

a. Uji Viskositas (Arnesen & Gildberg, 2007)

Sampel ditimbang seberat 6,67 g kemudian dilarutkan dalam air suling pada suhu 60 °C. Kemudian larutan gelatin dimasukkan ke dalam labu ukur dan dicukupkan volume larutan dengan air suling hingga 100 mL. Larutan gelatin kemudian dimasukkan ke dalam gelas *beaker* dan diukur viskositasnya dengan menggunakan viskometer.

b. Penentuan pH (Yolanda, 2016)

Sampel dilarutkan dalam 100 mL aquadest pada suhu 80 °C, selanjutnya pengukuran pH dilakukan pada suhu 25 °C menggunakan pH meter yang telah dikalibrasi terlebih dahulu.

c. Uji Daya Serap Air (Yolanda, 2016)

Sampel gelatin dimasukkan ke dalam tabung sentrifugasi kemudian ditambahkan akuades dan di-*vortex*. Dispersi gelatin didiamkan pada suhu ruang (25 °C) selama 30 menit sebelum disentrifugasi pada kecepatan 4800 rpm selama 25 menit. Supernatan disaring menggunakan kertas saring *Whatman* dan volume hasil penyaringan dihitung dengan persamaan (2). Hasil dinyatakan sebagai mL air yang terabsorpsi per gram gelatin.

$$\text{Daya Serap Air ml/g} = \frac{\text{volume awal (ml)} - \text{volume supernatan (ml)}}{\text{Bobot awal gelatin (g)}} \quad (2)$$

Analisis Kimia Gelatin (AOAC, 2005)

a. Kadar Air

Pengukuran kadar air pada sampel menggunakan alat *moisture analyzer* DSH-SO-I. Sampel diletakkan diatas *pan* dan ditimbang seberat 0,5 gram. Kemudian ditutup bagian *cover* dan dilakukan pengukuran kadar air sekitar 15-25 menit.

b. Kadar Abu

Cawan dikeringkan dalam oven selanjutnya dimasukkan ke dalam desikator dan ditimbang berat cawan tersebut. Disiapkan sampel kemudian ditimbang seberat 2 gram ke dalam cawan tersebut, lalu dimasukkan ke dalam tanur dengan suhu 600 °C sampai sampel tersebut menjadi abu. Setelah menjadi abu kemudian didinginkan pada desikator, kemudian ditimbang Setelah itu dihitung kadar abu dengan persamaan (3).

$$\% \text{Kadar abu} = \frac{\text{Berat abu (gram)}}{\text{Berat awal}} \times 100\% \quad (3)$$

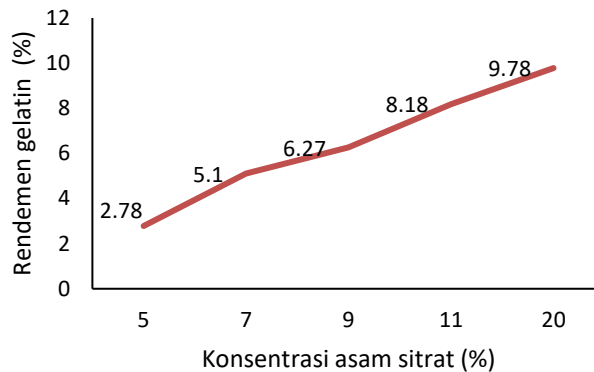
c. Kadar Protein

Analisis kadar protein dilakukan dengan metode *Lowry* dengan membuat reagen *Lowry*, larutan standar protein dan *Bovine Serum Albumin* (BSA) dengan berbagai konsentrasi dimulai dari 0,1 – 1,0 ppm. Sampel ditambahkan akuades selanjutnya ditambahkan TCA 10% dan disentrifugasi pada 3000 rpm selama 10 menit. Endapan yang terbentuk ditambahkan dietil eter dan disentrifugasi kembali. Setelah itu, dibiarkan mengering pada suhu ruang. Endapan kering ditambahkan akuades dan dihomogenkan. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis T80+.

HASIL DAN DISKUSI

Proses ekstraksi tulang ikan bandeng menjadi gelatin melalui beberapa tahap. Tahap awal adalah *degresing atau cleaner* merupakan proses untuk membersihkan sisa-sisa daging dan lemak. Tahap selanjutnya dilakukan demineralisasi dengan perendaman menggunakan asam sitrat berbagai variasi konsentrasi (5, 7, 9, 11, dan 13 %) pada suhu 60 – 70 °C. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan Nurilmala et al. (2020) pada proses preparasi gelatin menggunakan suhu 65 °C. Proses demineralisasi bertujuan untuk menghilangkan garam kalsium dan garam-garam lainnya sehingga diperoleh *ossein*. *Ossein* merupakan kolagen yang berasal dari tulang atau kulit yang telah mengalami proses penghilangan garam-garam fosfat dan karbonat (Meyer, 1960).

Tulang ikan bandeng hasil perendaman dengan larutan asam sitrat diekstraksi dengan akuades. Prinsip ekstraksi yaitu merusak ikatan hidrogen antar molekul tropokolagen sehingga proses ini akan mengubah serat kolagen yang tidak larut dalam air menjadi larut air dan mudah dicerna yang disebut gelatin. Ekstrak yang diperoleh kemudian di hitung persen rendemen menggunakan persamaan (1) sehingga diperoleh data yang terlihat pada **Gambar 1**.



Gambar 1. Diagram rendemen gelatin

Berdasarkan **Gambar 1** diketahui bahwa semakin tinggi konsentrasi asam, semakin banyak persen rendemen yang diperoleh. Hal ini disebabkan oleh adanya proses pengikatan mineral kalsium dalam tulang ikan bandeng sehingga menyebabkan terbebasnya kolagen dalam tulang ikan bandeng. Ikatan yang kemungkinan terpecah pada proses ini yaitu ikatan hidrogen, ikatan hidrofobik, ikatan ionik, dan ikatan Van der Waals yang terbentuk diantara rantai polipeptida sehingga terbukanya ikatan molekul (Winarno, 2008). Terjadinya peningkatan ini juga berkaitan dengan banyaknya jumlah kolagen yang terkonversi dan mengalami transformasi menjadi gelatin akibat pengaruh asam. Peningkatan konsentrasi asam menyebabkan terjadinya peningkatan konsentrasi ion H⁺ dalam larutan *curing* yang pada akhirnya akan mempercepat terjadinya proses hidrolisis. Laju hidrolisis yang semakin cepat cenderung meningkatkan jumlah molekul kolagen yang terkonversi menjadi gelatin hingga berdampak pada meningkatnya nilai rendemen. Peningkatan jumlah ion H⁺ dapat mempercepat laju hidrolisis kolagen. Bila laju hidrolisis semakin besar maka pemecahan triple heliks menjadi komponen α , β , γ , atau mono heliks juga semakin besar yang menyebabkan kolagen yang terkonversi menjadi gelatin akan semakin banyak (Kofodziejska et al., 2008). Hal ini juga sesuai dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Said et al. (2011) yang menunjukkan nilai gelatin dari proses produksi yang menggunakan bahan *curing* asam asetat (CH₃COOH 0,5 M) terdapat pada konsentrasi paling tinggi yaitu konsentrasi 9%.

Tabel 1. Hasil Analisis Sidik Ragam (ANOVA) pada Rendemen Gelatin Tulang Ikan Bandeng

ANOVA					
RENDEMEN	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
BETWEEN GROUPS	58,690	4	14,672	13,932	0,006
WITHIN GROUPS	5,266	5	1,053		
TOTAL	63,956	9			

Hasil analisis sidik ragam **ANOVA (Tabel 1)** menunjukkan bahwa pengaruh perlakuan variasi konsentrasi asam sitrat (Sig. 0,006) berpengaruh sangat nyata pada taraf kepercayaan 5% (0,05) terhadap rendemen yang dihasilkan. Hasil yang diperoleh menunjukkan kadar gelatin tertinggi terdapat pada konsentrasi 20 % sebesar 9,78%. Gelatin yang diperoleh dilakukan pengujian diantaranya uji fisik meliputi uji viskositas, uji pH, dan daya serap air (**Tabel 2**) serta analisis kimia dengan parameter uji meliputi kadar air, abu dan protein (**Tabel 3**).

Hasil uji fisik menunjukkan bahwa nilai viskositas meningkat dengan meningkatnya konsentrasi asam sitrat, sedangkan daya serap air semakin berkurang dengan nilai pH berada pada suasana asam. Menurut Wulandari et al. (2013), faktor yang berpengaruh pada viskositas gelatin antara lain keberadaan komponen non kolagen, suhu, dan berat molekul serta struktur protein. Gelatin dengan kandungan hidroksi prolin yang tinggi, mempunyai sifat viskoelastik yang tinggi (Gómez-Guillén et al., 2001).

Berdasarkan **Tabel 2**, hasil karakteristik fisik gelatin menunjukkan pada konsentrasi asam sitrat 5% dan 7% nilai viskositas gelatin tulang ikan masing-masing sebesar 5,5 dan 7 cP. Hasil ini telah memenuhi standar mutu gelatin menurut *Gelatin Manufactures Institute of America* (GMIA, 2012) karena berada pada kisaran nilai viskositas 1,5 – 7,5 cP. Pada parameter lainnya yaitu daya serap air dan pH semua variasi konsentrasi telah memenuhi standar dengan kisaran berada diantara 3,8 - 5,5.

Tabel 2. Hasil Karakteristik Fisik Gelatin

Parameter Uji	Konsentrasi Asam Sitrat (%)				
	5	7	9	11	13
Viskositas (cP)	5,5	7	13,75	15,25	16,25
Daya Serap Air (mL/g)	6,80	5,80	5,20	4,80	4,20
pH	5,40	5,03	4,89	4,62	4,57

Tabel 3. Hasil Karakteristik Kimia Gelatin

Parameter Uji	Konsentrasi Asam Sitrat (%)				
	5	7	9	11	13
Kadar Air (%)	13,54	12,01	13,60	12,77	13,12
Kadar Abu (%)	2,11	1,87	1,93	1,80	1,67
Protein (%)	34,74	39,03	51,17	59,98	69,26

Hasil uji karakteristik kimia gelatin (**Tabel 3**) menunjukkan nilai kadar air dan kadar abu tersebut memenuhi Standar Nasional Indonesia (1995) yaitu kadar air gelatin maksimum 16% dan kadar abu yaitu maksimum 3,25%, sedangkan kadar protein semakin meningkat dikarenakan semakin banyak ikatan asam amino yang terpecah sehingga semakin banyak protein yang larut pada saat dilakukan proses ekstraksi. Tingginya jumlah protein yang larut menyebabkan kadar protein dalam produk gelatin juga cenderung meningkat, peningkatan konsentrasi larutan akan meningkatkan kolagen yang terlarut.

Hasil yang diperoleh pada penelitian ini sedikit lebih rendah dibandingkan standar SNI yaitu berkisar antara 84 – 90% dibandingkan dengan bahan baku gelatin komersial. Akan tetapi, gelatin hasil uji yang telah dilakukan menunjukkan tulang ikan bandeng dapat dijadikan sebagai sumber alternatif dibandingkan gelatin yang umumnya terbuat dari tulang sapi.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian, analisis data, dan pembahasan yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa konsentrasi asam sitrat berbanding lurus terhadap kandungan gelatin yang diperoleh dan kandungan gelatin tertinggi yang diperoleh yaitu pada konsentrasi 13% sebesar 9,78%.

DAFTAR PUSTAKA

- Adawiyah, A. R., & Selviastuti, R. (2014). Serburia suplemen tulang ikan bandeng dengan cangkang kapsul alginat untuk mencegah osteoporosis. *Jurnal Ilmiah Mahasiswa*, 4(1). <https://ejournal.undip.ac.id/index.php/jim/article/view/10891>
- AOAC International. (2005). *Official methods of analysis* (W. Horwitz, Ed.; 18th edition, 2005). AOAC International. Gaithersburg, Mary Land 20877-2417, USA
- Arnesen, J. A., & Gildberg, A. (2007). Extraction and characterisation of gelatine from Atlantic salmon (*Salmo salar*) skin. *Bioresource Technology*, 98(1), 53–57. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2005.11.021>
- Atma, Y., & Ramdhani, H. (2017). Identifikasi gelatin dari tulang ikan patin hasil ekstraksi menggunakan kulit nanas dengan elektroforesis vertikal. *Jurnal.Umj.Ac.Id/Index.Php/Semnastek*. <https://jurnal.umj.ac.id/index.php/semnastek/article/view/1918>
- Fatimah, D., & Jannah, A. (2008). *Efektivitas penggunaan asam sitrat dalam pembuatan gelatin tulang ikan bandeng (Chanos-chanos forskal)*. <http://ejournal.uinmalang.ac.id/index.php/Kimia/article/view/1663>

- Gelatin Manufacturers Institute of America. (2012). Gelatin handbook. In *US Customer Service* (Vol. 563, Issue 888). <http://www.nitta-gelatin.com>
- Gómez-Guillén, Carmen, M., & Montero, P. (2001). Extraction of gelatin from megrim (*Lepidorhombus boscii*) skins with several organic acids 2 3 4. *J Food Sci.*, 66(2), 213–216.
- Hido, F., Sompie, M., & Pontoh, J. (2021). Pengaruh perbedaan suhu ekstraksi terhadap kekuatan gel, viskositas, dan rendemen gelatin ceke ayam kampung. *Zootec*, 41(2), 451–456.
- Johnston-Banks F.A. (1990). Gelatine. In: Harris P. (eds) food gels. In *Springer, Dordrecht*. Elsevier Science Publishers. https://doi.org/10.1007/978-94-009-0755-3_7
- Kołodziejaska, I., Skierka, E., Sadowska, M., Kołodziejcki, W., & Niecikowska, C. (2008). Effect of extracting time and temperature on yield of gelatin from different fish offal. *Food Chemistry*, 107(2), 700–706. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2007.08.071>
- Liu, H.Y. & Han, J. & Guo, S.D. (2009). Characteristics of the gelatin extracted from Channel Catfish (*Ictalurus Punctatus*) head bones. *LWT - Food Science and Technology*. 42. 540-544. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2008.07.013>
- Meyer, L. H. (1960). *Food-chemistry*. Reinhold Publishing Corporation. <https://ia601607.us.archive.org/30/items/in.ernet.dli.2015.549657/2015.549657>.
- Nurilmala, M., Hizbullah, H. H., Karnia, E., Kusumaningtyas, E., & Ochiai, Y. (2020). Characterization and antioxidant activity of collagen, gelatin, and the derived peptides from Yellowfin Tuna (*Thunnus albacares*) skin. *Marine Drugs*, 18(2). <https://doi.org/10.3390/md18020098>
- Said, M. I., Likadja, J. C., & Hatta, M. (2011). Effect of time and curing concentration on quantity and quality of goat skin gelatin produced by acid process. *JITP*, 1(2). <https://doi.org/10.20956/jitp.v1i2.671>
- Santoso, C., Surti, T., & Sumardianto. (2015). Perbedaan penggunaan konsentrasi larutan asam sitrat dalam pembuatan gelatin tulang rawan ikan pari mondol (*Himantura gerrardi*). In *Jurnal Pengolahan dan Bioteknologi Hasil Perikanan* (Vol. 4, Issue 2). <http://www.ejournal-s1.undip.ac.id/index.php/jpbhp>
- Standar Nasional Indonesia. (1995). Mutu dan cara uji gelatin. <http://sispk.bsn.go.id/SNI/DaftarList?q=01-3735-1995#>
- Winarno, F. G. (2008). *Kimia pangan dan gizi*. PT. Gramedia Pustaka Utama. Jakarta
- Wulandari, W., Supriadi, A., & Purwanto, B. (2013). Pengaruh defatting dan suhu ekstraksi terhadap karakteristik fisik gelatin tulang ikan gabus (*Channa striata*) [The effect of defatting and extraction temperature on the physical properties of snakehead fish bone gelatin]. *Fishtech*, 11(01). <https://doi.org/10.36706/fishtech.v2i1.1101>
- Yolanda, H. (2016). *Ekstraksi dan evaluasi gelatin dari kulit sapi yang telah mengalami proses buang bulu menggunakan hidrolisis asam*. <https://repository.uinikt.ac.id>