



**Chemical Engineering
Journal Storage (CEJS)**

home page journal:
<https://ojs.unimal.ac.id/cejs/index>

**Chemical
Engineering
Journal
Storage**

**PENGARUH VARIASI KONSENTRASI ASAM SITRAT DAN SUHU
PADA TAHAP DEMINERALISASI UNTUK PEMBUATAN KITOSAN
DARI LIMBAH TULANG SOTONG (*SEPHIA OFFICINALIS*)**

Emil Izmilia, Suryati, Masrullita, Sulhatun, Rizka Nurlaila.

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Malikussaleh

Kampus Utama Cot Teungku Nie Reuleut, Muara Batu, Aceh Utara – 24355

Korespondensi: e-mail: suryati@unimal.ac.id

Abstrak

Kitosan merupakan produk turunan dari polimer kitin, yang sudah mengalami proses deasetilasi. Proses demineralisasi adalah penghilangan kandungan mineral yang terdapat pada tulang sotong. Kandungan mineral dalam tulang sotong adalah CaCO_3 , mineral yang terkandung dalam tulang sotong ini lebih mudah dipisahkan dibandingkan protein karena mineral hanya terikat secara fisik. Tujuan dari pelaksanaan penelitian ini adalah untuk mengkaji faktor apa yang mempengaruhi proses pembuatan kitosan dari limbah tulang sotong dengan menggunakan variasi konsentrasi asam sitrat dan suhu pada tahap demineralisasi serta mengkaji karakterisasi apa saja yang terdapat didalam kitosan dari tulang sotong. Uji terhadap kitosan dari limbah tulang sotong ini ialah berupa uji rendemen, uji derajat deasetilasi, uji kelarutan kitosan, uji kadar air dan uji gugus fungsi. Penelitian ini sebelumnya sudah pernah dilakukan menggunakan tulang sotong dengan variasi suhu dan waktu pemanasan deasetilasi sebesar 70°C , 80°C , 90°C , 100°C dan waktu 40 menit, 50 menit, 60 menit, 70 menit, namun pada penelitian ini menggunakan tulang sotong dengan variasi konsentrasi asam sitrat dan suhu pemanasan demineralisasi sebesar 40%, 50%, 60% dan 70% dan suhu 50°C , 60°C , 70°C dan 80°C . Maka didapatkan hasil dari penelitian ini yang terbaik berupa: Rendemen dan kelarutan pada konsentrasi asam sitrat 70% suhu 80°C sebesar 47,42% dan 85,33%, Kadar air dan derajat deasetilasi pada konsentrasi asam sitrat 40 % suhu 80°C sebesar 9,12% dan 77,34%. Serta gugus fungsi pada konsentrasi asam sitrat 40 % suhu 80°C dengan gugus fungsi OH ulur pada puncak bilangan gelombang 3534cm^{-1} , NH_2 ulur pada puncak bilangan gelombang 3356cm^{-1} , Bilangan gelombang 2989cm^{-1} memperlihatkan gugus fungsi CH ulur, dan bilangan gelombang 1656cm^{-1} menunjukkan gugus fungsi C=O amida.

Kata Kunci: Asam Sitrat, Demineralisasi, Kitosan, Suhu dan Tulang Sotong.

DOI : <https://doi.org/10.29103/cejs.v3i4.10342>

1. Pendahuluan

Wilayah perairan Indonesia merupakan sumber cangkang hewan invertebrate laut berkulit keras (*Crustacea*) yang mengandung kitin secara berlimpah. Kitin yang terkandung dalam *crustacea* berada dalam kadar yang cukup tinggi berkisar 20-60% tergantung spesiesnya. Limbah berkitin di Indonesia yang dihasilkan saat ini sekitar 56.200 ton pertahu (Rochima, 2007).

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% (Sry Agustina, I Made Dira Swantara, 2015).

Preparasi kitosan berlangsung melalui tahapan demineralisasi, deproteinasi, dan deasetilasi. Kitin yang diperoleh dapat diubah menjadi kitosan dengan cara merubah gugus asetamida (-NHCOCH) pada kitin menjadi gugus amina (-NH) (Mursida et al., 2018). Proses pengerjaan kitosan terbagi atas dua tahap yaitu isolasi kitin (deproteinasi, demineralisasi) dan dilanjutkan dengan proses deasetilasi kitin menjadi kitosan atau penghilangan gugus asetil.

Kitosan mempunyai banyak kegunaan, antara lain untuk flokulasi, menyembuhkan luka, penguat kertas, sarana penghantar obat dan gen serta biomaterial untuk imobilisasi (Irianto & Muljanah, 2011).

Salah satu komoditas perikanan Indonesia yang berorientasi ekspor adalah sotong. Sotong merupakan salah satu jenis biota laut yang biasa dijadikan panganan atau *seafood*. Bagian sotong yang pada umumnya dikonsumsi hanya bagian dagingnya saja, sedangkan tulangnya tidak dimanfaatkan sehingga hanya menjadi limbah. Limbah yang berasal dari sotong juga bervariasi berkisar antara 65 – 85% dari berat sotong, tergantung dari jenisnya (Dewi et al., 2015). Limbah tulang sotong dapat menimbulkan masalah pencemaran lingkungan terutama masalah penumpukan dan bau yang dikeluarkan. Kitosan adalah polimer alami yang dihasilkan dari proses deasetilasi kitin. Kitosan menjadi salah satu jenis material yang sedang banyak dikembangkan beberapa waktu belakangan ini. Hal ini

disebabkan karena sifat kitosan yang bioaktifis, biokompatibel, biodegradasi, tidak beracun dan antimikroba (Irianto & Muljanah, 2011).

Proses demineralisasi bertujuan untuk menghilangkan kandungan mineral yang terdapat pada tulang sotong. Kandungan mineral tulang dalam sotong adalah CaCO_3 , mineral yang terkandung dalam tulang sotong ini lebih mudah dipisahkan dibandingkan protein karena mineral hanya terikat secara fisik. Tulang sotong dapat dijadikan bahan untuk membuat kitin dan kitosan.

Pada penelitian proses pembuatan kitosan dari limbah tulang sotong peneliti melakukannya dengan beberapa tahap proses yaitu deproteinisasi, demineralisasi dan deasetilasi. Berdasarkan uraian diatas maka peneliti tertarik untuk melakukan penelitian karakteristik kitosan dari limbah tulang sotong dengan memvariasikan konsentrasi Asam Sitrat pada tahap demineralisasi, Asam sitrat dikategorikan aman digunakan pada makanan oleh semua badan pengawasan makanan nasional dan internasional utama, peneliti tertarik menggunakan asam sitrat dari pada asam klorida karena bahaya larutan asam klorida bergantung pada konsentrasi larutannya. Badan Perlindungan Lingkungan Amerika Serikat memasukkan asam klorida sebagai zat beracun. Maka peneliti menggunakan variasi Asam Sitrat 40%, 50%, 60% dan 70%. Serta dengan memvariasikan suhu 50°C, 60°C, 70°C dan 80°C. Dengan delapan variasi pada proses demineralisasi untuk mendapatkan derajat deasetilasi yang terbaik dan menetapkan ukuran ayakan sampel yakni ayakan 50 mesh dalam jangka waktu selama 30 menit.

2. Bahan dan Metode

Bahan dan peralatan yang diperlukan dalam penelitian ini antara lain adalah tulang sotong, aquadest, asam sitrat, asam asetat, NaOH dan untuk peralatannya terdiri dari *beaker glass* 1000 mL, oven, *hotplate*, termometer, *beaker glass* 500 mL, kertas saring, spatula, neraca digital, *beaker glass* 50 mL, gelas kimia, corong, erlenmayer, alat *mesh*, *stirrer*.

Penelitian ini terdiri dari empat tahap yaitu persiapan bahan baku (tulang sotong), demineralisasi, deproteinasi dan deasetilasi,. Variabel bebas yang dilakukan yaitu terhadap konsentrasi asam sitrat tahap demineralisasi: 40%, 50%,

60% dan 70% dan suhu pemanasan tahap demineralisasi : 50⁰C, 60⁰C, 70⁰C dan 80⁰C.

Pembuatan kitosan dari tulang sotong yakni diawali dengan Proses demineralisasi. Proses ini bertujuan untuk menghilangkan garam-garam organik atau kandungan mineral yang ada pada tulang sotong. Kandungan mineral utamanya adalah CaCO₃ dan Ca₃(PO₄)₂. Pada tahap ini mineral yang terkandung dalam tulang sotong bereaksi dengan Asam sitrat sehingga terjadi pemisahan mineral dari tulang sotong tersebut. Proses pemisahan mineral ditunjukkan dengan adanya gelembung udara (busa) pada saat larutan Asam sitrat ditambahkan pada sampel. Selanjutnya dilanjutkan dengan proses deproteinasi. Tujuan dari proses ini untuk memisahkan atau melepas ikatan-ikatan antara protein dan kitin. Proses deproteinasi ini dapat dilakukan dengan menggunakan bahan kimia seperti mereaksikannya dengan basa kuat NaOH dengan komposisi tertentu maupun dengan cara menggunakan bantuan mikroba. Pada tahap deproteinasi, protein yang terkandung didalam kulit udang larut dalam basa sehingga protein yang terikat secara kovalen pada gugus fungsi kitin akan terpisah. Dan proses terakhir yaitu proses deasetilasi. Proses deasetilasi merupakan proses penghilangan gugus asetil (-COCH₃) dari kitin dengan menggunakan larutan alkali agar berubah menjadi gugus amina (NH₂). Pemutusan gugus asetil dengan gugus nitrogen perlu dilakukan dengan konsentrasi 40% pada suhu 70⁰C selama 2 jam. Penggunaan larutan dengan konsentrasi dan suhu tinggi dapat mempengaruhi besarnya derajat deasetilasi yang dihasilkan.

Karakterisasi kitosan dilakukan dengan uji rendemen, kadar air, kelarutan kitosan, derajat deasetilasi dan gugus fungsi.

a. Rendemen

Rendemen diperoleh dari perbandingan antara berat kering kitosan yang dihasilkan dengan berta bahan baku (Zahiruddin et al., 2008). Perhitungan rendemen menunjukkan banyaknya kitosan kering yang dihasilkan dari limbah tulang sotong yang diproses. Besarnya rendemen dapat dihitung dengan rumus dibawah :

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{\text{berat kitosan yang dihasilkan}}{\text{berat kitin}} \times 100\% \quad (1)$$

b. Kadar Air

Pengujian kadar air kitosan mengacu pada metode BSN (2006b). Metode yang digunakan dalam penentuan kadar air adalah metode gravimetri. Berikut langkah yang dilakukan dalam pengujian kadar air.

Cawan kosong dimasukkan terlebih dahulu kedalam oven minimal 2 jam dengan suhu 105 °C. Cawan kosong yang telah dimasukkan kedalam oven dipindahkan kedalam desikator sekitar 30 menit sampai mencapai suhu ruang lalu bobot cawan kosong ditimbang (A). Sampel kitosan 0,5 gram dimasukkan kedalam cawan kosong dan ditimbang (B). Cawan yang telah diisi sampel dimasukkan kedalam oven dengan suhu 105 °C selama 15 menit. Setelah cawan dioven, cawan dipindahkan dengan menggunakan *crusstang* kedalam desikator selama 30 menit setelah itu ditimbang (C) dan dilakukan perhitungan dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{Kadar Air (\%)} = \frac{B - C}{B - A} \times 100 \% \quad (2)$$

Keterangan :

A = massa cawan kosong (g)

B = massa cawan + sampel awal (g)

C = massa cawan + sampel kering (g)

c. Kelarutan Kitosan

Analisis kelarutan kitosan menurut Sry Agustina, I Made Dira Swantara, (2015) dilakukan dengan melarutkan kitosan kedalam asam asetat dengan konsentrasi 2% dengan perbandingan 1:100 (g/ml) lalu difiltrasi.

$$\text{Ketidaklarutan (\%)} = \frac{\text{berat akhir}}{\text{berat awal}} \times 100 \%$$

$$\text{Kelarutan (\%)} = 100 \% - \text{ketidaklarutan} \quad (3)$$

d. Derajat Deasetilasi

Derajat deasetilasi merupakan parameter yang sangat penting untuk menentukan mutu dari kitosan. Derajat deasetilasi menunjukkan presentase gugus asetil yang dapat dihilangkan dari kitin sehingga dihasilkan kitosan. Penggunaan derajat deasetilasi sebagai salah satu parameter mutu kitosan disebabkan karena

adanya gugus asetil pada kitosan yang dapat menurunkan efektivitas kitosan. Derajat deasetilasi kitosan ditentukan dengan menggunakan *FTIR* (*Fourier Transformed Infra Red*). Derajat deasetilasi dihitung dari perbandingan antara absorbansi pada 1655 cm^{-1} dengan absorbansi 3450 cm^{-1} dengan rumus :

$$\% \text{ DD} = 100 - \left[1 - \left(\frac{A_{1655}}{A_{3450}} \right) \times \frac{1}{1,33} \right] \times 100\% \quad (4)$$

Keterangan :

(A₁₆₅₅) amida = absorbansi pada 1655 cm^{-1} pada pita amida sebagai kandungan grup N-asetil

(A₃₄₅₀) hidroksil = absorbansi pada 3450 cm^{-1} pada pita analisa kadar protein.

e. **Gugus Fungsi**

Kitin dan kitosan hasil preparasi dikarakterisasi dengan menggunakan spektroskopi inframerah (*FTIR*) untuk mengetahui gugus – gugus fungsi karakteristiknya.

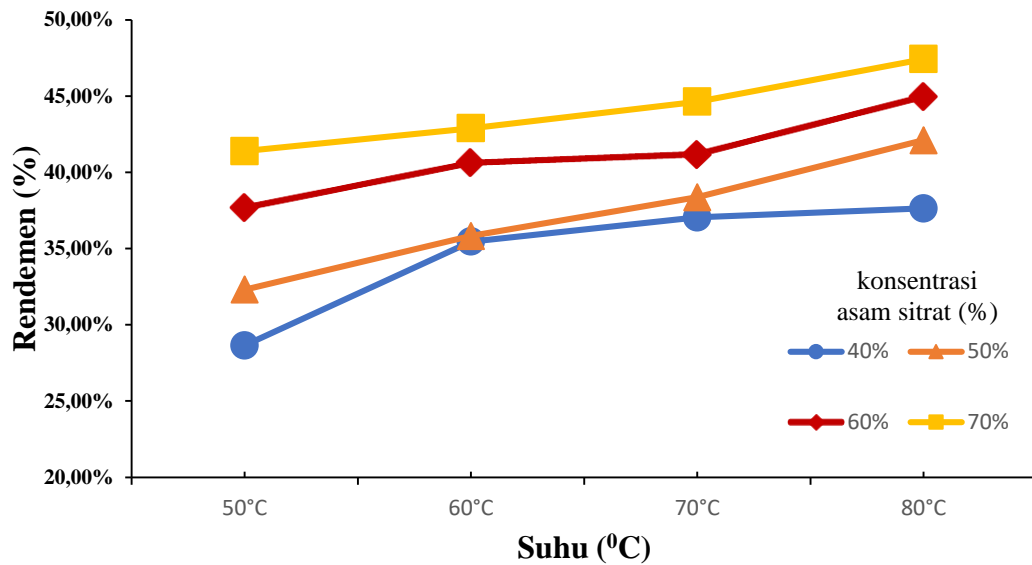
3. Hasil dan diskusi

3.1 Pengaruh konsentrasi asam sitrat pada tahap demineralisasi dalam proses pembuatan kitosan dari tulang sotong terhadap rendemen, kadar air, dan kelarutan

3.1.1 Rendemen

Hasil rendemen kitosan dapat dilihat dari gambar 2 berupa grafik hasil % dari rendemen tiap sampelnya.

Berdasarkan gambar 2 menunjukkan hasil % nilai dari rendemen kitosan tiap sampelnya mengalami kenaikan. Dimana nilai rendemen tertinggi terdapat di variasi konsentrasi asam sitrat 70 % pada suhu $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ yakni 47,42% dan nilai rendemen terendah terdapat pada variasi konsentrasi asam sitrat 40 % pada suhu $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ yakni 28,65%.



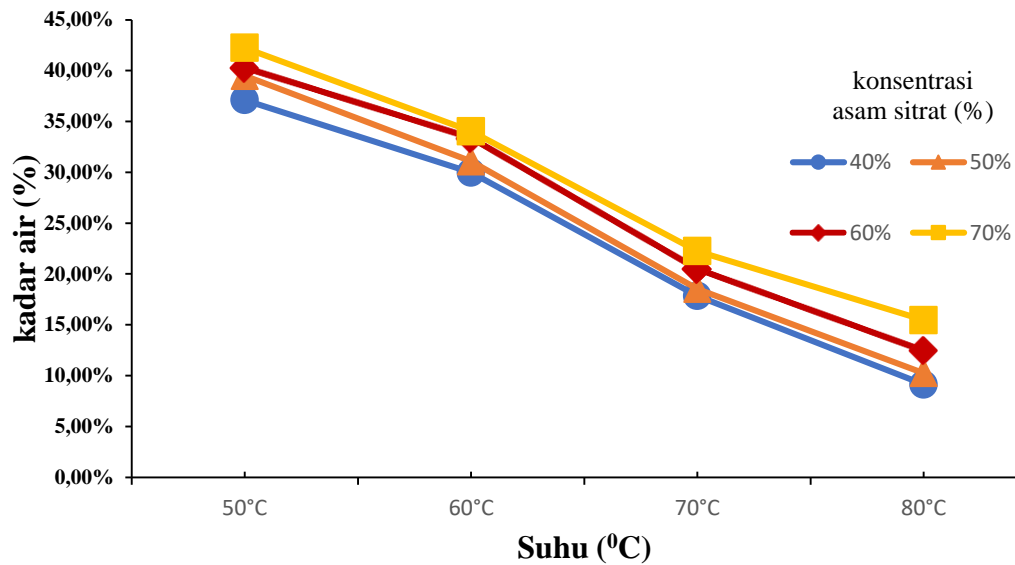
Gambar 2 Hubungan variasi konsentrasi asam sitrat demineralisasi dan variasi suhu terhadap rendemen kitosan dari tulang sotong (%)

Peningkatan jumlah rendemen kemungkinan disebabkan oleh jumlah substitusi atom H⁺ yang terdapat pada kitosan dengan gugus CH₂COO dari asam monokloroasetat semakin meningkat. Menurut Cahyono, (2018) jumlah rendemen kitosan dipengaruhi oleh konsentrasi reagen, temperatur, waktu reaksi, dan ukuran partikel. Rendemen yang rendah belum tentu memiliki kualitas kitosan yang didapat tidak baik. Oleh karena itu kecilnya rendemen tidak mempengaruhi kualitas kitosan yang dihasilkan. Karena mutu atau kualitas kitosan dipengaruhi oleh kadar air, kadar abu, derajat deastilasi (Witriansyah et al., 2019).

3.1.2 Kadar Air

Hasil kadar air kitosan dapat dilihat dari gambar 3 berupa grafik hasil % dari kadar air tiap sampelnya.

Berdasarkan gambar 3 menunjukkan hasil % nilai dari kadar air kitosan tiap sampelnya mengalami penurunan disetiap suhunya namun mengalami kenaikan disetiap konsentrasinya. Dimana nilai kadar air tertinggi terdapat di variasi konsentrasi asam sitrat 70 % pada suhu 50 °C yakni 37,10 % dan nilai rendemen terendah terdapat pada variasi konsentrasi asam sitrat 40 % pada suhu 80°C yakni 9,12%.



Gambar 3 Hubungan variasi konsentrasi asam sitrat demineralisasi dan variasi suhu terhadap kadar air kitosan dari tulang sotong(%)

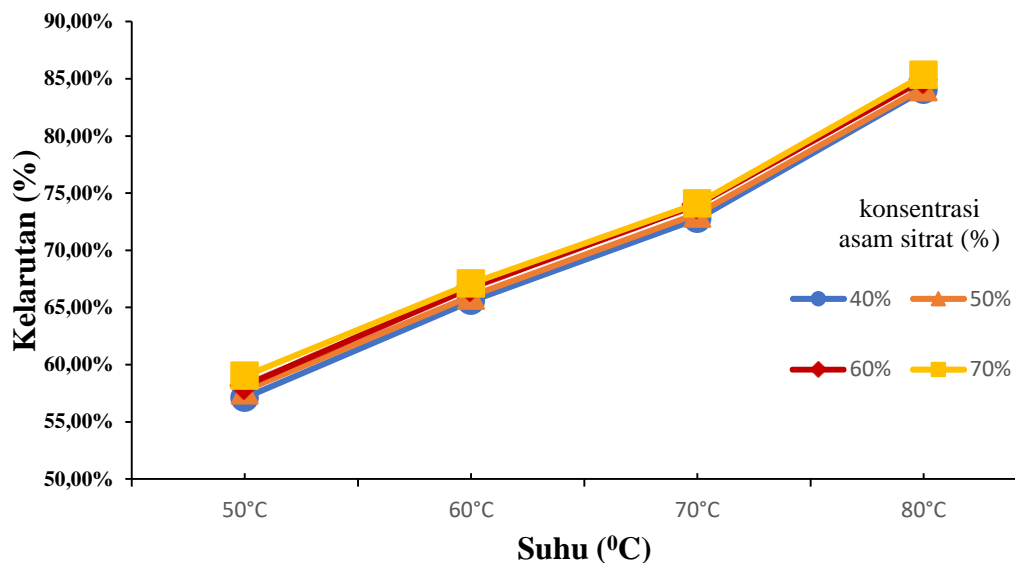
Hal ini disebabkan karena konsentrasi yang semakin tinggi menyebabkan air yang terkandung akan semakin banyak diserap namun pada saat kenaikan suhu kadar air yang terkandung akan berkurang dan menguap setelah pemanasan. Penentuan kadar air memperlihatkan jumlah kandungan air dalam kitosan. Kadar air dalam kitosan diketahui dari banyaknya air yang menguap setelah pemanasan. Nilai kadar air kitosan uji sesuai dengan standar kitosan komersial (SNI) yaitu $\leq 12\%$.

Merujuk pada penelitian (Siregar, Ety Centaury., Suryati. & Hakim, 2016) Pada grafik kadar air dapat dilihat bahwa semakin tinggi suhu deasetilasi kitosan maka semakin tinggi pula kadar air yang didapat. Waktu deasetilasi juga mempengaruhi nilai dari kadar air kitosan. Sampel kitosan yang dihasilkan dari limbah tulang sotong mempunyai kandungan air yang bervariasi antara 1,03-9,98%. Nilai ini masih termasuk dalam standar kitosan. Waktu deasetilasi tidak mempengaruhi kadar air kitosan, dapat dilihat dengan tidak beraturannya grafik yang didapat.

Dari hasil pengukuran kadar air tersebut, dapat diketahui bahwa kitosan dari tulang sotong memiliki kadar air yang sesuai dengan standarnya. Hal ini disebabkan karena semakin tinggi konsentrasi Asam sitrat maka kandungan air akannya akan bertambah (Rochima, 2007).

3.1.3 Kelarutan Kitosan

Hasil kelarutan kitosan yang dihasilkan pada masing masing sampel mendapatkan perlakuan yang sama namun yang membedakkannya di konsentrasi asam sitratnya dan suhu pemansannya pada tahap demineralisasi. Dapat dilihat dari gambar 4 berupa grafik hasil % dari kelarutan kitosan tiap sampelnya.



Gambar 4 Hubungan variasi konsentrasi asam sitrat demineralisasi dan variasi suhu terhadap kelarutan kitosan dari tulang sotong (%)

Berdasarkan gambar 4 menunjukkan hasil % nilai dari kelarutan kitosan tiap sampelnya mengalami kenaikan nilai. Dimana nilai kelarutan tertinggi terdapat divariasi konsentrasi asam sitrat 70 % pada suhu 80 °C yakni 85,33 % dan nilai rendemen terendah terdapat pada variasi konsentrasi asam sitrat 40 % pada suhu 50°C yakni 57,09 %.

Kelarutan kitosan dalam larutan asam asetat dapat dipengaruhi oleh lamanya perendaman dalam larutan NaOH dan konsentrasi pelarut NaOH (Rochima, 2007). Pada proses deasetilasi kitosan 3 tahap terjadi regenerasi larutan NaOH yang akan menstabilkan kapasitas rasio pelarut dan konsentrasi NaOH sehingga proses pemutusan gugus asetil dapat berlangsung secara maksimal yang akan meningkatkan jumlah gugus amina yang dihasilkan dalam reaksi deasetilasi dibandingkan dengan perlakuan tanpa adanya regenerasi NaOH.

Kelarutan kitosan dalam asam asetat merupakan salah satu parameter yang dapat dijadikan sebagai standar penilaian mutu kitosan. Semakin tinggi kelarutan kitosan dalam asam asetat 2% berarti mutu kitosan yang dihasilkan semakin baik (Rochima, 2007).

3.2 Pengaruh suhu pemanasan pada tahap demineralisasi dalam proses pembuatan kitosan dari tulang sotong terhadap rendemen, kadar air, dan kelarutan.

3.2.1 Rendemen.

Hasil rendemen kitosan yang dihasilkan pada masing masing sampel mendapatkan perlakuan yang sama namun yang membedakkannya di suhu pemanasannya pada tahap demineralisasi. Masing masing mengalami kenaikan dari tiap hasil kitosan yang didapatkan diduga dipengaruhi oleh proses pembuatan kitosan.

Berdasarkan gambar 2 menunjukkan hasil % nilai dari rendemen kitosan tiap sampelnya mengalami kenaikan. Dimana nilai rendemen tertinggi terdapat di variasi konsentrasi asam sitrat 70 % pada suhu 80 °C yakni 47,42% dan nilai rendemen terendah terdapat pada variasi konsentrasi asam sitrat 40 % pada suhu 50°C yakni 28,65%.

Semakin tinggi suhu maka reaksi yang terjadi juga semakin banyak sehingga substitusi yang terjadi juga semakin besar dan berpengaruh pada hasil akhir rendemen. Sesuai dengan reaksi kimia yang menyatakan bahwa semakin tinggi suhu maka reaksi akan berjalan lebih cepat (Rochima, 2007). Proses demineralisasi berpengaruh terhadap rendemen kitosan, selain pengaruh konsentrasi pelarut yang tinggi, waktu dan suhu perendaman tulang sotong didalam larutan asam sitrat akan mempengaruhi penurunan kadar mineral pada proses pembuatan kitosan.

3.2.2 Kadar Air

Hasil kadar air kitosan yang dihasilkan pada masing masing sampel mendapatkan perlakuan yang sama namun yang membedakkannya di suhu pemanasan pada tahap demineralisasi.

Berdasarkan gambar 3 menunjukkan hasil % nilai dari kadar air kitosan tiap sampelnya mengalami penurunan disetiap suhunya namun mengalami kenaikan disetiap konsentrasinya. Dimana nilai kadar air tertinggi terdapat di variasi konsentrasi asam sitrat 70 % pada suhu 50 °C yakni 37,10 % dan nilai rendemen terendah terdapat pada variasi konsentrasi asam sitrat 40 % pada suhu 80°C yakni 9,12%. Hal ini disebabkan karena konsentrasi yang semakin tinggi menyebabkan air yang terkandung akan semakin banyak diserap namun pada saat kenaikan suhu kadar air yang terkandung akan berkurang dan menguap setelah pemanasan.

Pada saat suhu pemanasan semakin tinggi yang digunakan, maka kandungan air yang tinggal dalam kitosan semakin kecil karena air yang terikat dalam tulang sotong mengalami penguapan disuhu tinggi (Rochima, 2007). Kadar air pada kitosan dipengaruhi oleh proses pada saat pengeringan, lama pengeringan, jumlah kitosan yang dikeringkan dan luas permukaan tempat kitosan dikeringkan.

Sifat kitosan salah satunya ialah higroskopis dialam, sehingga dalam penyimpanan kitosan mampu menyerap uap air disekitarnya. Penyimpanan kitosan didalam toples kaca kedap udara akan lebih baik dalam menjaga supaya kadar airnya tidak bertambah.

3.2.3 Kelarutan

Hasil kadar air kitosan yang dihasilkan pada masing masing sampel mendapatkan perlakuan yang sama namun yang membedakkannya di suhu pemanasannya pada tahap demineralisasi. Dapat dilihat dari Gambar 4.4 berupa grafik hasil % dari kadar air tiap sampelnya.

Berdasarkan gambar 4 menunjukkan hasil % nilai dari kelarutan kitosan tiap sampelnya mengalami kenaikan nilai. Dimana nilai kelarutan tertinggi terdapat divariasi konsentrasi asam sitrat 70 % pada suhu 80 °C yakni 85,33 % dan nilai rendemen terendah terdapat pada variasi konsentrasi asam sitrat 40 % pada suhu 50°C yakni 57,09 %.

Kelarutan kitosan dalam asam asetat merupakan salah satu parameter yang dapat dijadikan sebagai standar penilaian mutu kitosan. Semakin tinggi kelarutan kitosan dalam asam asetat 2% berarti mutu kitosan yang dihasilkan semakin baik (Sry Agustina, I Made Dira Swantara, 2015).

3.3 Derajat Deasetilasi

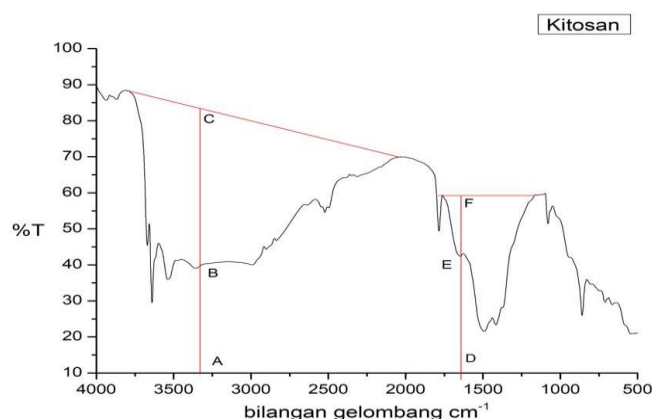
Hasil derajat deasetilasi dengan konsentrasi asam sitrat 40 % pada suhu 80°C didapatkan hasil derajat deasetilasinya sebesar 77,34 %. Parameter derajat deasetilasi yang ditentukan berdasarkan jumlah gugus asetil yang dapat dihilangkan pada tahap deasetilasi kitin menjadi kitosan.

Derajat deasetilasi kitosan ditentukan dengan metode garis dasar pada hasil *FTIR* kitosan (Dewi et al., 2015). Prinsip penentuan derajat deasetilasi adalah perbandingan nilai absorbansi amida dalam gugus asetil dan gugus hidroksil yaitu pada panjang gelombang 1655 cm⁻¹ dan 3450 cm⁻¹ (Dewi et al., 2015).

Nilai derajat deasetilasi pada penelitian ini dihitung menggunakan *FTIR* (*Fourier Transformed Infra Red*) yang mengacu pada penelitian Liu et al., (2006). Derajat deasetilasi dihitung dari perbandingan antara absorbansi pada 1655 cm⁻¹ dengan absorbansi 3450 cm⁻¹ maka didapatkan hasil derajat deasetilasi dari konsentrasi asam sitrat 40 % suhu 80 °C yaitu sebesar 77,34%. Derajat deasetilasi akan semakin tinggi bila suhu pemanasannya juga semakin tinggi dan waktu reaksinya semakin lama (Fadli et al., 2018). Hasil derajat deasetilasi pada kitosan sudah mencukupi sesuai dengan standar mutu kitosan yakni $\geq 70 \%$.

3.4 Gugus Fungsi

Gugus fungsi pada konsentrasi asam sitrat 40 % suhu 80 °C dapat dilihat dari gambar 5.



Gambar 5 Spektra *FTIR* kitosan dari tulang sotong konsentrasi asam sitrat 40% suhu 80 °C.

Dari gambar 5 terlihat dari OH ulur pada puncak bilangan gelombang 3534 cm^{-1} dan NH_2 ulur pada puncak bilangan gelombang 3356 cm^{-1} . Bilangan gelombang 2989 cm^{-1} memperlihatkan gugus fungsi CH ulur, dan bilangan gelombang 1656 cm^{-1} menunjukkan gugus fungsi C=O amida. Grafik Spektra *FTIR* kitosan penelitian ini sudah menunjukkan adanya pita serapan amida dan gugus hidroksil yang mencirikan kitosan pada umumnya. Dapat dilihat pada gambar 5 memperlihatkan grafik *FTIR* kitosan tulang sotong pada konsentrasi asam sitrat 40 % suhu 80 $^{\circ}\text{C}$.

4. Simpulan dan Saran

Pada uji rendemen dan kelarutan kitosan dari tulang sotong didapatkan hasil % yang paling baik yaitu pada konsentrasi asam sitrat 70 % suhu 80 $^{\circ}\text{C}$ yakni sebesar 47,42% dan 85,33%. Pada uji kadar air kitosan dari tulang sotong didapatkan hasil % yang paling baik yaitu pada konsentrasi asam sitrat 40 % suhu 80 $^{\circ}\text{C}$ yakni sebesar 9,12%. Pada uji derajat deasetilasi dilihat dari gugus fungsi Spektra *FTIR* didapatkan hasil % yang dipilih yaitu pada konsentrasi asam sitrat 40 % suhu 80 $^{\circ}\text{C}$ yakni sebesar 77,34%. Pada uji gugus fungsi menunjukkan hasil bahwa, terdapat gugus fungsi OH ulur pada puncak bilangan gelombang 3534 cm^{-1} dan NH_2 ulur pada puncak bilangan gelombang 3356 cm^{-1} . Bilangan gelombang 2989 cm^{-1} memperlihatkan gugus fungsi CH ulur, dan bilangan gelombang 1656 cm^{-1} menunjukkan gugus fungsi C= O amida.

Penulis menyarankan bahwa untuk penelitian selanjutnya hendaknya dapat menggunakan variasi konsentrasi asam sitrat yang lebih tinggi, konsentrasi NaOH yang lebih tinggi, suhu yang lebih tinggi, waktu pemanasan yang terbaik, serta peralatan laboratorium yang lebih memadai kedepannya. Karena hasil dari setiap penelitian berpengaruh terhadap analisa yang akan didapatkan.

5. Daftar Pustaka

1. Badan Standardisasi Nasional. 2013. SNI 7948-2013: *Kitin - Syarat Mutu dan Pengolahan*. Dewan Standardisasi Nasional. Jakarta (ID).
2. Cahyono, E. (2018). Karakteristik Kitosan Dari Limbah Cangkang Udang Windu (*Panaeus monodon*). *Akuatika Indonesia*, 3(2), 96. <https://doi.org/10.24198/jaki.v3i2.23395>
3. Departemen Kelautan dan Perikanan. 2000. *Statistik Data Perikanan*. Departemen Kelautan dan Perikanan. Jakarta.
4. Dewi, sulianti tiara, Maulana, indra topik, & Syafnir, L. (2015). Analisis Kandungan Asam Lemak pada Sotong (*Sepia Sp.*) dengan Metode Kg-Sm. *Prosiding Penelitian SPeSIA Unisba*, 1(02), 125–130. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.29313/v0i0.1647>
5. Fadli, A., Drastinawati, D., Alexander, O., & Huda, F. (2018). *Pengaruh rasio massa kitin/NaOH dan waktu reaksi terhadap karakteristik kitosan yang disintesis dari limbah industri udang*. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 18(2), 61. <https://doi.org/10.17146/jsmi.2017.18.2.4166>
6. Heriyanto, H., Intansari, H., & Anggietisna, A. 2012. *Pembuatan Membran Kitosan Berikatan Silang*. *Teknika: Jurnal Sains Dan Teknologi*, 8(2), 114. <https://doi.org/10.36055/tjst.v9i2.6694>
7. Kusmiati, A. R., & Hayati, N. (2020). *Pemanfaatan kitosan dari cangkang udang sebagai adsorben logam berat Pb pada limbah praktikum kimia farmasi*. *Indonesian Journal of Laboratory*, 3(1), 6. <https://doi.org/10.22146/ijl.v3i1.60789>
8. La Ifa, L. I., Artiningsih, A., Julniar, J., & Suhaldin, S. 2018. *Pembuatan Kitosan Dari Sisik Ikan Kakap Merah*. *Journal Of Chemical Process Engineering*, 3(1), 43. <https://doi.org/10.33536/jcpe.v3i1.194>
9. Mursida, Tasir, & Sahriawati. 2018. *Efektifitas Larutan Alkali pada Proses Deasetilasi*. *Jphpi*, 21(2), 356–366. <https://doi.org/10.17844/jphpi.v21i2.23091>
10. Rochima, E. (2007). Karakterisasi Kitin Dan Kitosan Asal Limbah Rajungan Cirebon Jawa Barat. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 10(1), 9–22. <https://doi.org/10.17844/jphpi.v10i1.965>

11. Setha, B.; Rumata, F.; Sillaban, B. 2019. Karakteristik Kitosan Dari Kulit Udang Vaname Dengan Menggunakan Suhu dan Waktu Yang Berbeda dalam Proses Deasetilasi. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 22(3), 498–507. <https://doi.org/10.17844/jphpi.v22i3.29317>
12. Siregar, Ety Centaury., Suryati., & Hakim, L. 2016. Jurnal Teknologi Kimia Unimal *pembuatan kitosan dari tulang sotong*. 2(November), 37–44. <https://doi.org/10.29103/jtku.v5i2.88>
13. Triastiningrum, C. D., & Purnomo, A. 2017. *Perbandingan Kemampuan Kitosan dari Limbah Kulit Udang dengan Aluminium Sulfat untuk Menurunkan Kekeruhan Air dari Outlet Bak Prasedimentasi IPAM Ngagel II*. Jurnal Teknik ITS, 5(2), 1–7. <https://doi.org/10.12962/j23373539.v5i2.18968>
14. Triastiningrum, C. D., & Purnomo, A. 2017. *Perbandingan Kemampuan Kitosan dari Limbah Kulit Udang dengan Aluminium Sulfat untuk Menurunkan Kekeruhan Air dari Outlet Bak Prasedimentasi IPAM Ngagel II*. Jurnal Teknik ITS, 5(2), 1–7. <https://doi.org/10.12962/j23373539.v5i2.18968>
15. Wittriansyah, K., Soedihono, S., & Satriawan, D. (2019). Aplikasi Kitosan Emerita sp. Sebagai Bahan Pengawet Alternatif pada Ikan Belanak (Mugil cephalus)
<i>[Chitosan Emerita sp. as a Preservative Alternative in Mugil cephalus]<i>. *Jurnal Ilmiah Perikanan Dan Kelautan*, 11(1), 34–42. <https://doi.org/10.20473/jipk.v11i1.12458>