

Tersedia online di: <http://ejournal-balitbang.kkp.go.id/index.php/jkpt>

The Effect of Pretreatment With Different Concentrations of Palm Tree Vinegar on The Gelatin Characteristics of Waste Fish Scales

Pengaruh Pre Treatment Dengan Konsentrasi Cuka Lontar yang Berbeda Terhadap Karakteristik Gelatin dari Limbah Sisik Ikan

Stevin Eben Haezer Landukura¹, dan Krisman Umbu Henggu^{1#}

¹Program Studi Teknologi Pengolahan Hasil Perikanan, Universitas Kristen Wira Wacana Sumba

Jl. R. Suprapto No.35, Waingapu, Prailiu, Sumba Timur, Kabupaten Sumba Timur,Nusa Tenggara Timur

E-mail: krisman@unkriswina.ac.id

(Diterima: 1 November 2022; Diterima setelah perbaikan: 15 Oktober 2023; Disetujui: 16 Oktober 2023)

ABSTRACT

Fish scales have a fairly high protein content, one of which is collagen. Therefore, it is necessary to conduct research related to the use of fish scales as gelatine, which is one of the collagen derivative products. This study used a completely randomized design consisting of 5 treatments of vinegar concentration, namely 10% palm vinegar immersion, 20%, 30%, 40%, 50%. The results showed that the protein content of gelatin from fish scales ranged from 39.95–47.35%, with the lowest protein content in the 10% lontar vinegar treatment, which was 39.95, while the highest protein content was at the 40% lontar vinegar concentration, which reached 47.35%. The average ash content of fish scale gelatin produced in this study was in the range of 46.58%–50.20%, with the lowest ash content found in the 50% palm vinegar pre-treatment, which was 46.58%. On the other hand, the highest ash content was at 30% vinegar concentration, which reached 50.2%. The results of functional group analysis showed that there was absorption of amide A, amide I, amide II, and amide III groups, indicating that the resulting product was gelatin. The most optimal treatment of palm vinegar concentration in this study was found at 40% palm vinegar concentration, namely 48.11% ash content and 47.35% protein, although the protein content did not meet commercial gelatin standards.

KEYWORDS: Vinegar palm; Gelatin; Waste; Pre treatment; Fish scales

ABSTRAK

Sisik ikan merupakan hasil samping yang diperoleh dari pengolahan ikan yang umumnya dibuang dan tidak dimanfaatkan. Komposisi organik yang terkandung dalam sisik ikan seperti protein *fibrous* memiliki potensi untuk dikembangkan sebagai gelatin dengan metode asam organik. Penelitian ini menggunakan Rancangan Acak Lengkap yang terdiri dari perlakuan konsentrasi cuka lontar yakni 10%, 20%, 30%, 40%, 50%. Hasil penelitian menunjukkan kandungan protein gelatin dari sisik ikan berkisar 39,95%-47,35%, dengan kadar protein terendah pada perlakuan cuka lontar 10% yakni 39,95%, sedangkan kadar protein tertinggi berada pada konsentrasi cuka lontar 40% yang mencapai 47,35%. Rerata kadar abu gelatin sisik ikan yang dihasilkan pada penelitian ini yaitu berkisar 46,58%-50,20%, dengan kadar abu terendah terdapat pada perlakuan *pre treatment* cuka lontar 50% yakni 46,58%. Sebaliknya kadar abu tertinggi berada pada konsentrasi cuka 30% yang mencapai 50,2%. Hasil analisis gugus fungsi menunjukkan terdapat serapan gugus Amida A, amida I, amida II dan amida III yang menunjukkan bahwa produk yang dihasilkan adalah gelatin. Perlakuan konsentrasi cuka lontar paling optimal pada penelitian ini terdapat pada konsentrasi cuka lontar 40% yakni kadar abu sebesar 48,11% dan protein 47,35% walaupun kandungan protein belum memenuhi standar gelatin komersial.

KATA KUNCI: Cuka lontar; Gelatin; Limbah; *Pre treatment*; Sisik ikan

Korespondensi: Program Studi Teknologi Pengolahan Hasil Perikanan, Universitas Kristen Wira Wacana Sumba
E-mail: krisman@unkriswina.ac.id

PENDAHULUAN

Sumba Timur merupakan salah satu kabupaten yang memiliki luas lautan mencapai 8.373,53 km² dan panjang garis pantai mencapai 433,6 km (Badan Pusat Statistik, 2016). Data penangkapan ikan tahun 2019 menyebutkan Kabupaten Sumba Timur memiliki total produksi hasil tangkap sebesar 9.159 ton (Badan Pusat Statistik, 2016). Berdasarkan data tersebut dimungkinkan $\frac{3}{4}$ dari total bobot ikan merupakan limbah misalnya tulang, jeroan, kepala dan sisik (Koli et al., 2012). Salah satu limbah yang tidak dimanfaatkan dan dibiarkan mencemari lingkungan adalah sisik. Permasalahan ini seringkali ditemukan pada pasar ikan tradisional maupun limbah pengolahan rumah tangga.

Limbah sisik ikan diketahui memiliki kandungan mineral sebesar 2%, kadar air 70% dan protein mencapai 27% yang tersusun atas senyawa kolagen dan *ichtylepidin* (Wu et al., 2017). Kandungan protein yang cukup tinggi pada limbah sisik ikan tersebut dapat dimanfaatkan sebagai sumber protein fibrous (kolagen) (Hartati, 2010), biopeptida (Nurdiani et al., 2017) dan gelatin (Zhang et al., 2010). Gelatin merupakan polipeptida yang dihasilkan melewati proses hidrolisis parsial kolagen. Gelatin umumnya dimanfaatkan untuk meningkatkan elastisitas, ketebalan dan emulsifikasi suatu produk (Lin et al., 2017). Selain itu, gelatin juga diaplikasikan dalam beberapa industri seperti pangan, fotografi dan kosmetik (*lipstick*, shampo, sabun) (Atma et al., 2018).

Pada hakikatnya proses hidrolisis kolagen dalam sintesis gelatin merupakan peristiwa denaturasi kolagen khusus pada rantai *triple-helix* yang tersusun atas residu asam amino prolin, hidroksprolin dan glisin (Qhairul et al., 2021). Rantai *triple-helix* tersebut kemudian menjadi rantai yang lebih pendek dan memiliki sifat larut dalam air. Hal ini dapat terjadi melalui perlakuan kondisi pH asam yang mampu memotong rantai *triple-helix* dengan protein non kolagen lainnya. Ekstraksi gelatin dari sisik ikan telah dilakukan oleh beberapa peneliti dengan berbagai metode misalnya secara enzimatik (Khalaf et al., 2021), *hydrothermal* (Y. Zhang et al., 2019), sintesis basa (Kouhdasht et al., 2018) dan sintesis asam (Beishenaliev et al., 2019).

Secara umum, metode ekstraksi gelatin yang sering dilakukan ialah ekstraksi asam yang dikombinasikan dengan *hydrothermal* dibandingkan metode basa (alkali) dan enzimatik. Hal ini dikarenakan metode asam memiliki keunggulan yakni kuantitas rendemen yang cukup banyak, menghasilkan gelatin tipe A dan proses hidrolisis yang relatif cepat. Namun, penggunaan pelarut asam anorganik seperti *hydrochloride acid* (HCl) diduga akan berdampak negatif terhadap keamanan produk gelatin yang dihasilkan,

apabila proses ekstraksinya tidak dilakukan dengan baik. Menurut (Alipal et al., 2019) residu klorin (*chloride*) yang masih terdapat pada struktur gelatin hasil ekstraksi dapat menyebabkan toksitas terhadap sistem pencernaan. Oleh sebab itu, penggunaan senyawa asam organik dari bahan alam sebagai bahan katalis alternatif dalam *pre treatment* gelatin perlu dilakukan. Salah satu senyawa alami yang memiliki pH asam dan berpotensi digunakan sebagai pelarut dalam *pre treatment* gelatin ialah cuka lontar (Istiqlaal, 2018).

Cuka lontar merupakan produk yang dihasilkan dari fermentasi buah nira (*Borassus flabellifer linn*) dengan nilai derajat keasaman mencapai pH 2,5-4,0. (Baihaqi et al., 2022). Ketersediaan cuka lontar di Provinsi Nusa Tenggara Timur cukup banyak dan sering dijumpai di kalangan masyarakat. Penggunaan cuka lontar sebagai pelarut dalam ekstraksi gelatin tulang ikan tuna telah dilaporkan oleh (Istiqlaal, 2018) hasil penelitian tersebut menunjukkan konsentrasi cuka lontar 3% dengan lama ekstraksi 6 minggu, menghasilkan rendemen 13,07%, kadar air 4,61%, abu 7,12%, pH 4,54, viskositas 20,17 cPs. Pemanfaatan cuka lontar tersebut perlu eksplorasi lebih lanjut pada material lain penghasil gelatin, salah satunya ialah limbah sisik ikan. Oleh sebab itu, tujuan penelitian ini yaitu untuk karakterisasi komposisi kimia gelatin dari limbah sisik ikan dengan perlakuan konsentrasi cuka lontar yang berbeda.

BAHAN DAN METODE

Waktu dan Tempat

Penelitian telah dilaksanakan di Laboratorium Fakultas Sains Dan Teknologi Universitas Kristen Wira Wacana Sumba pada bulan September-November 2021. Analisis kimia proksimat (kadar abu, protein) dilakukan di Laboratorium PAU (Pusat Antar Universitas) Intitut Pertanian Bogor dan analisis gugus fungsi dilakukan di Laboratorium Departemen Kimia Anorganik Institut Pertanian Bogor.

Alat dan Bahan

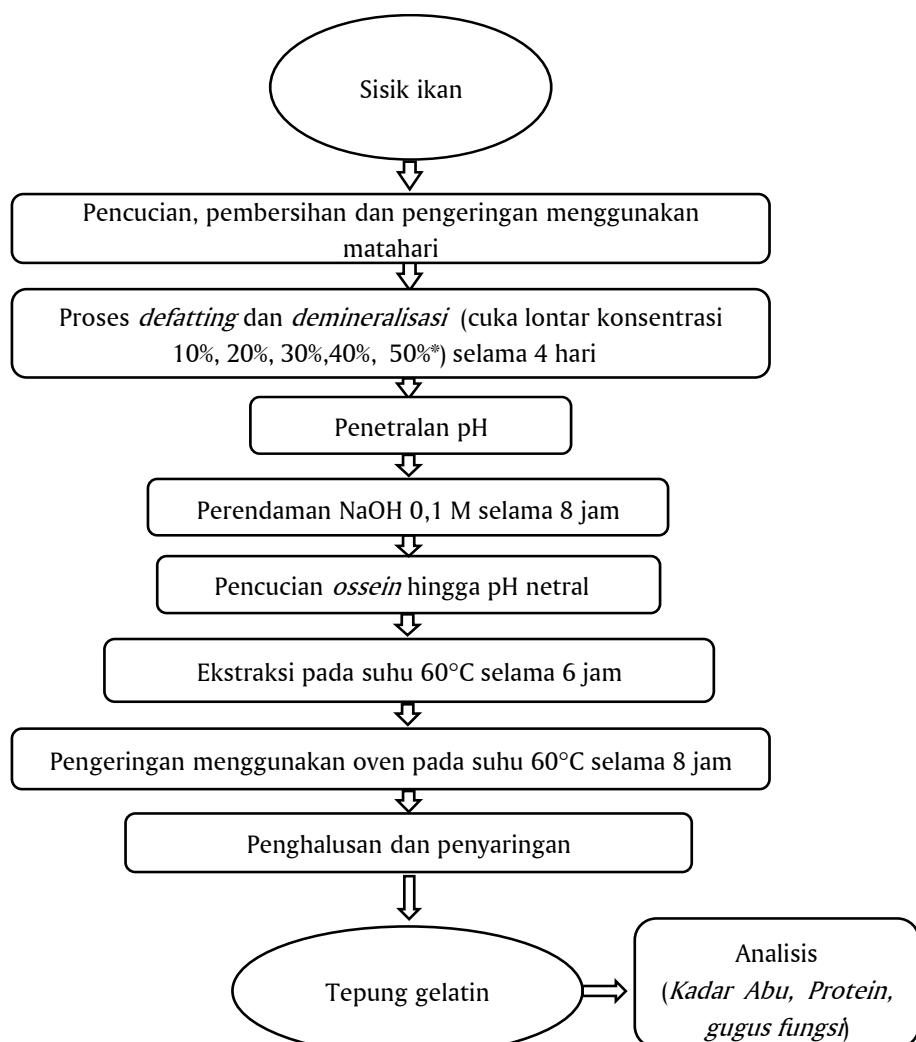
Alat yang digunakan pada penelitian ini terdiri atas *waterbath* (Mammert®), *furnance Type 14* (Daihan®), desikator vakum (Duran™), gelas *beaker* (Pyrex®), gelas ukur (Pyrex®), cawan porselen (*Muffle furnace*), *Fourier-transform infrared spectroscopy* (FTIR) (Bruker® Tensor™ 27, Jerman), spatula, kain *blacu*, ayakan 100 mesh, timbangan analitik (Fujitsu® FS-AR), sedangkan bahan baku yang digunakan berupa limbah sisik ikan yang dikoleksi dari penampungan limbah perikanan pasar Inpres Kota Waingapu dan cuka lontar (*Borassus Flabellifer L*). Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam analisis laboratorium ialah akuades, Natrium hidroksida (NaOH) (*anhydrous 98% purity*

Sigma-Aldrich USA), Selenium dioksida (SeO_2) (grade 98% purity Sigma-Aldrich USA), Asam sulfat (H_2SO_4) (97% purity Merck, Germany), Asam borat (H_3BO_3) (99,5% purity Merck, USA), Asam klorida (HCl) (37% purity Merck, Germany), Merkuri (II) oksida (HgO) (Merck KGaA Germany), Kalsium Sulfat (K_2SO_4) (EMSURE® Germany), Asam sulfat (H_2SO_4), Asam borat (HBO_3) (grade 95%-97%, EMSURE® Germany) Natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) (grade 95%-97%, EMSURE® Germany) dan Kalium bromide (KBr) (grade 98% purity Sigma-Aldrich USA).

Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian ini mengacu pada penelitian (Istiqlaal, 2018) yang dimodifikasi. Adapun tahapan penelitian yang dilakukan yakni bahan baku limbah sisik ikan yang diperoleh dari pasar tradisional Kota Waingapu, Sumba Timur dicuci dengan air dingin untuk mengeliminasi kotoran yang menempel. Selanjutnya, direndam dalam air panas pada suhu 100°C selama 30 menit lalu dikeringkan dengan bantuan sinar matahari selama 6 Jam.

Tahap *defatting* dan demineralisasi dilakukan dengan merendam sisik ikan selama 4 hari ke dalam larutan cuka lontar yang telah difermentasi 1 minggu dengan rerata derajat keasaman (pH) 3,5. Adapun perlakuan konsentrasi larutan cuka lontar yang dicobakan yakni 10%, 20%, 30%, 40%, 50%. Setelah melewati proses *defatting* sampel tersebut dicuci menggunakan akuades hingga mencapai pH netral dan diperoleh ekstrak kasar protein *fibrous (ossein)*. *Ossein* tersebut dimasukkan ke dalam gelas ukur berkapasitas 1000 mL untuk diekstraksi dengan rasio sampel dan akuades 1:2 (b/v). Selanjutnya, diekstraksi pada suhu 60°C selama 6 Jam sambil dilakukan proses pengadukan secara konstan. Setelah melewati proses ekstraksi, sampel selanjutnya dikeringkan dalam oven dengan suhu 60°C selama 8 Jam dan diperoleh gelatin kering. Gelatin tersebut kemudian dianalisis karakteristik kimia yang meliputi kadar air, protein dan gugus fungsi. Prosedur penelitian ekstraksi gelatin dari limbah sisik ikan dengan perlakuan konsentrasi larutan cuka lontar yang berbeda dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Flowchart ekstraksi gelatin dari sisik ikan (*) modifikasi (Istiqlaal, 2018)
Figure 1. Flowchart of gelatin extraction from fish scales (*) modified by (Istiqlaal, 2018)

Karakterisasi Ekstrak Gelatin

a. Uji kadar abu (AOAC 1999)

Pengujian kadar abu dilakukan dengan memanaskan cawan porselen yang berisikan sampel gelatin 2 g pada *furnance Type 14* (Daihan®) dengan suhu 600°C selama 4 jam. Setelah pemanasan tersebut cawan yang berisikan sampel dikeluarkan dan didinginkan dalam desikator vakum (*Duran™*) selama 30 menit. Perhitungan kadar abu menggunakan rumus sebagai berikut :

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

Keterangan : A = Berat (sampel+cawan) awal (g)

B = Berat (sampel+cawan) akhir (g)

C = Berat sampel (g)

b. Uji kadar protein (AOAC 1999)

Penentuan kadar protein gelatin menggunakan metode kjeldahl yang meliputi destruksi, destilasi dan titrasi. Tahap destruksi, diawali dengan menimbang 1 g sampel lalu dimasukkan ke dalam labu *kjeldahl* kemudian ditambahkan HgO 40 mg, K_2SO_4 1,9 mg dan H_2SO_4 2 mL. Selanjutnya labu *kjeldahl* diletakkan pada alat pemanas dengan suhu 430°C di dalam ruang asam selama 1,5 jam hingga larutan menjadi bening. Hasil destruksi didinginkan dan diencerkan dengan 20 mL aquades secara perlahan lalu dilanjutkan dengan proses destilasi. Tahap destilasi dilakukan dengan menyiapkan alat *keltec system* kemudian labu *kjeldahl* yang berisi sampel hasil destruksi dipindahkan ke alat destilasi. Letakkan erlenmeyer berkapasitas 125 mL yang berisikan 5 mL HBO_3 dan 1 mL tetes indikator. Larutan indikator dibuat dari campuran metil merah (2-(*N,N-dimethyl-4-aminophenyl*) azobenzene-carboxylic acid) 0,2% dan biru metilen (*Methyltioninium klorida*) 0,2% dalam 5 mL alkohol. Larutan hasil destruksi yang telah berisikan indikator lalu ditambahkan 10 mL larutan $\text{NaOH-Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan dilakukan destilasi hingga tertampung destilat 15 mL. Hasil destilat tersebut dilanjutkan dengan proses titrasi menggunakan HCl 0,02 N hingga warna destilat berubah menjadi merah bata. Volume HCl yang digunakan dalam proses titrasi dicatat kemudian dilanjutkan dengan perhitungan kadar protein menggunakan rumus sebagai berikut :

$$\% \text{Nitrogen} = \frac{(A - B) \times N \text{ HCl} \times 14}{mg \text{ sampel}} \times 100$$

Kadar protein = % Nitrogen × Faktor konversi

Keterangan :

A = mL titrasi sampel

B = mL titrasi blanko

Faktor konversi = 6,25

c. Analisis gugus fungsi (AOAC 1999)

Analisis gugus fungsi menggunakan instrumen Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) (Bruker® Tensor™ 27, Jerman). Sampel uji ditimbang 2 mg lalu dicampur 200 mg KBr dan dibentuk pellet menggunakan *hand press* kemudian diletakkan pada *prime chamber*. Pengukuran spektrum sampel uji dilakukan menggunakan spektrofotometer FTIR dengan detektor di daerah inframerah tengah (4000-400 cm^{-1}) pada resolusi 4 cm^{-1} . Spektrum sampel yang dihasilkan menunjukkan puncak serapan bilangan transmisi pada bilangan gelombang sampel uji. Spektrum sampel kemudian dianalisis unsur-unsur yang terdeteksi berdasarkan puncak serapan bilangan gelombang transmisi.

Analisis Data

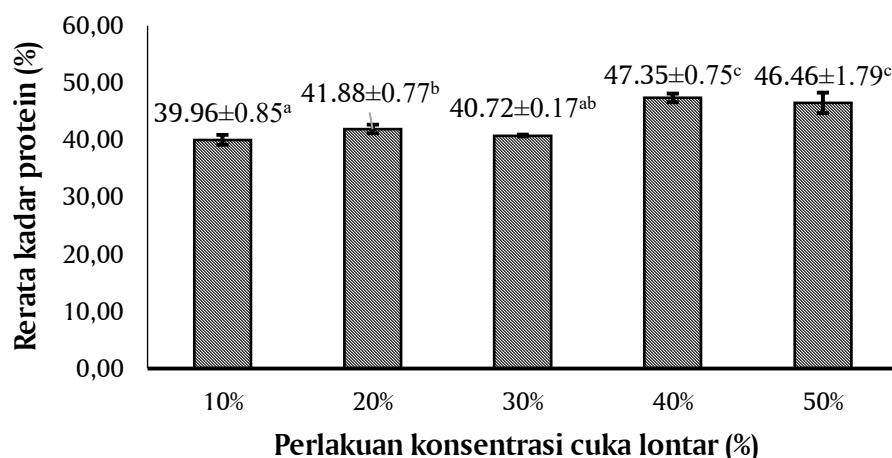
Penelitian ini menggunakan Rancangan Acak Lengkap (RAL) yang terdiri dari 5 perlakuan konsentrasi asam cuka yaitu cuka lontar A_1 (10%), A_2 (20%), A_3 (30%), A_4 (40%), A_5 (50%), masing-masing perlakuan diulang sebanyak 4 kali sehingga diperoleh jumlah satuan percobaan sebanyak 20 unit percobaan. Analisis data yang digunakan dalam penelitian ini adalah sidik ragam kovarian (ANOVA) satu arah dan apabila terdapat pengaruh nyata pada masing-masing taraf perlakuan ($P \geq 0,05$) maka akan dilakukan uji lanjut DMRT dengan taraf kepercayaan 95% ($\alpha=0,05$). Sedangkan analisis gugus fungsi dilakukan secara deskriptif dengan membandingkan data yang dihasilkan berdasarkan studi literatur.

HASIL DAN BAHASAN

Kadar Protein

Gelatin merupakan protein yang dihasilkan melalui hidrolisis kolagen (Hashim et al., 2015). Salah satu karakteristik mutu gelatin ialah memiliki kandungan protein yang tinggi yakni berkisar antara 84%-90% (Badan Standardisasi Nasional, 2004). Adapun rerata kadar protein gelatin yang diekstraksi dari hasil samping sisik ikan dengan perlakuan *pre treatment* cuka lontar pada konsentrasi yang berbeda dapat dilihat pada Gambar 2.

Rerata kadar protein gelatin yang dihasilkan pada penelitian ini yaitu berkisar antara 39,95%-47,35%, dengan kadar protein terendah pada perlakuan *pre treatment* cuka lontar konsentrasi 10% yakni 39,95%, sebaliknya kadar protein tertinggi berada pada konsentrasi cuka lontar 40% yang mencapai 47,35%. Penggunaan konsentrasi cuka lontar yang berbeda pada proses *pre treatment* memiliki korelasi positif terhadap tingginya kadar protein gelatin (Gambar 2). Analisis statistik menunjukkan *pre treatment*



Gambar 2. Pengaruh *pre treatment* dengan konsentrasi cuka lontar yang berbeda terhadap kadar protein gelatin sisik ikan

Figure 2. Effect of pre treatment with different concentrations of palm vinegar on fish scale gelatin protein content

menggunakan larutan cuka lontar dengan konsentrasi yang berbeda (10%, 20%, 30%, 40%, 50%) memberikan pengaruh nyata ($P<0,05$) terhadap kandungan protein gelatin sisik ikan yang dihasilkan. Hal ini menunjukkan bahwa cuka lontar berpotensi sebagai salah satu palarut alami dalam *pre treatment* ekstraksi gelatin.

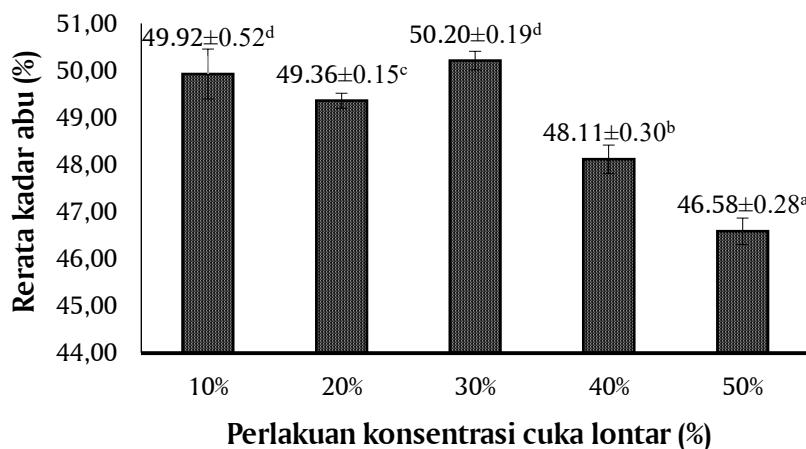
Kandungan protein ekstrak gelatin dari limbah sisik ikan (Gambar 2) lebih rendah dibandingkan kandungan protein gelatin dari sisik ikan mujair (*Oreochromis mossambicus*) dengan *pre treatment* HCl 4% yang mencapai 69,83% (Zakaria et al., 2015). Demikian pula, kandungan protein gelatin dari limbah sisik ikan *Catla catla* yang dihasilkan dengan proses demineralisasi berganda menggunakan H_2SO_4 0,2% dan asam sitrat 0,7% memiliki kandungan protein gelatin sebesar 69,25% (Jakhar et al., 2019). Selain itu, kadar protein gelatin dari limbah sisik ikan yang dihasilkan dalam penelitian ini (Gambar 2) belum memenuhi standar mutu gelatin berdasarkan SNI 01-3735-1995 yang mensyaratkan kandungan protein gelatin berkisar antara 84%-90% (Badan Standardisasi Nasional, 2004). Hal ini diduga karena cuka lontar yang digunakan sebagai pelarut (*pre treatment*) tergolong dalam senyawa asam organik dengan kondisi asam lemah yang berdampak terhadap kurang optimumnya proses demineralisasi dibandingkan asam mineral (HCl, H_2SO_4 , HNO₃, H_3BO_3) yang memiliki kondisi asam kuat. Menurut (Gbenebor et al., 2018) senyawa asam organik cenderung kurang efektif dalam proses demineralisasi dibandingkan penggunaan asam mineral seperti HCl. Namun, penggunaan konsentrasi pelarut asam mineral (HCl, H_2SO_4 , HNO₃, H_3BO_3) yang tinggi saat demineralisasi dan ekstraksi dapat menyebabkan protein mengalami denaturasi dan berdampak terhadap kerusakan struktur primer protein gelatin (Saputra et al., 2015).

Kadar Abu

Zat organik yang tidak ikut tereliminasi pada proses pembakaran zat organik dinyatakan sebagai kadar abu. Jenis zat organik tersebut dapat berupa garam-garam mineral antara lain yakni natrium, klor, kalsium, fosfor, magnesium, dan belerang (Mismawati et al., 2022). Nilai kadar abu dalam suatu bahan pangan menunjukkan besarnya jumlah mineral yang terkandung dalam suatu bahan pangan tersebut. Adapun rerata nilai kadar abu gelatin dari hasil samping sisik ikan dengan *pre treatment* perendaman cuka lontar yang berbeda disajikan pada Gambar 3.

Rerata kadar abu gelatin sisik ikan yang dihasilkan pada penelitian ini yaitu berkisar 46,58%-50,20%, dengan kadar abu terendah terdapat pada perlakuan *pre treatment* cuka lontar 50% yakni 46,58%. Sebaliknya kadar abu tertinggi berada pada konsentrasi cuka 30% yang mencapai 50,2%. Kadar abu ekstrak gelatin yang dihasilkan pada penelitian ini tergolong tinggi jika dibandingkan rerata kadar abu gelatin dari tulang ikan tuna yang diproses melalui *pre treatment* cuka lontar 3% dengan perendaman selama 6 minggu yakni 7,12% (Istiqlaal, 2018). Begitu pula kadar abu gelatin sisik ikan *Catla catla* dengan kombinasi perlakuan asam mineral (HCl dan H_2SO_4) yang hanya mencapai 1,03% (Jakhar et al., 2019). Penggunaan kombinasi asam HCl 0,5 M dan ultrasonikasi juga menghasilkan rerata kadar abu gelatin sisik ikan karper (*Hypophthalmichthys nobilis*) sebesar 0,67% (Tu et al., 2015). Walaupun demikian, penggunaan cuka lontar sebagai pelarut (*pre treatment*) dalam penelitian ini terbukti memberikan pengaruh nyata ($P<0,05$) terhadap kadar abu gelatin yang diekstraksi dari limbah sisik ikan.

Grafik nilai kadar abu gelatin sisik ikan dengan *pre treatment* cuka lontar terlihat menghasilkan nilai kadar



Gambar 3. Kadar abu gelatin sisik ikan

Figure 3. Fish scale gelatin ash content

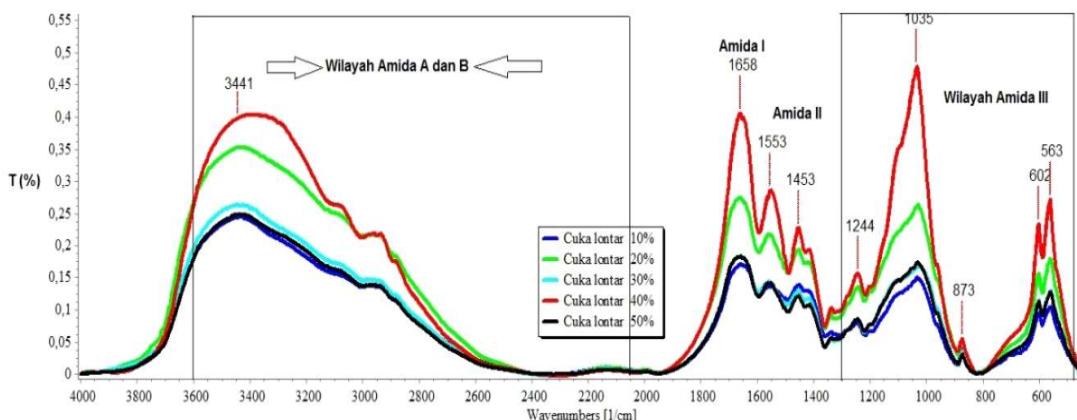
abu yang cenderung menurun seiring dengan adanya peningkatan konsentrasi cuka lontar. Hal tersebut menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi cuka lontar yang digunakan maka semakin tinggi jumlah ion H^+ yang dibutuhkan untuk mengeliminasi pengotor seperti garam-garam mineral. Namun penggunaan cuka lontar (*pre treatment*) dalam penelitian ini belum efektif dalam demineralisasi. Hal ini terlihat pada rerata kadar abu yang dihasilkan (Gambar 3) belum memenuhi standar kadar abu gelatin maksimal 3,25% (Badan Standardisasi Nasional, 2004). Kadar abu memiliki hubungan dengan demineralisasi, semakin tinggi demineralisasi maka kadar abu yang dihasilkan cenderung rendah (Lateef et al., 2020). Dugaan kurang efektifnya penggunaan cuka lontar dalam demineralisasi karena senyawa tersebut tergolong dalam asam organik yang memiliki banyak atom karbon (R-COOH), sebaliknya asam mineral (senyawa asam sintetik) cenderung murni sehingga kinetika demineralisasi lebih efektif dibandingkan asam organik. Hal ini diperkuat oleh (Gbenebor et al., 2018) yang menyatakan asam organik misalnya golongan asam sitrat, asam asetat, cenderung tidak efektif dalam demineralisasi dibandingkan penggunaan asam an-organik (asam mineral) seperti *sulfuric acid* (H_2SO_4), *hydrochloric acid* (HCl), *nitric acid* (HNO_3) maupun *boric acid* (H_3BO_3). Dugaan lain tingginya kadar abu pada ekstrak gelatin dalam penelitian ini yakni kondisi bahan baku sisik yang tidak berasal dari satu jenis ikan. Hal ini menyebabkan kandungan mineral pada limbah sisik ikan cenderung bervariasi.

Gugus Fungsi

Gugus fungsi merupakan interpretasi komponen penyusun gelatin dari limbah sisik ikan melalui serapan transmisi yang dihasilkan oleh FTIR. Identifikasi gugus fungsi didasarkan pada perubahan vibrasi molekul akibat modifikasi valensi secara elektrostatik akibat

ikatan kimia antar molekul. Nilai transmitan yang terdeteksi pada setiap ikatan molekul berada panjang gelombang tertentu dan masing-masing memiliki spektrum yang berbeda (Rohman et al., 2020). Hasil analisis gugus fungsi terhadap ekstrak gelatin yang dihasilkan dalam penelitian ini (Gambar 4 dan Tabel 1) menunjukkan bahwa umumnya vibrasi yang digambarkan pada gugus fungsi yakni ikatan metil, alkene, hidroksil dan eter. Jenis-jenis ikatan tersebut terbagi dalam 5 klasifikasi yakni serapan amida A, B, I, II, dan III. Hasil analisis gugus fungsi menunjukkan adanya serapan atau vibrasi pada panjang gelombang $3441-3431\text{ cm}^{-1}$ dengan bentuk kurva yang melebar pada produk yang dihasilkan melalui proses *pre treatment* menggunakan konsentrasi cuka lontar yang berbeda. Hal ini membuktikan bahwa terdapat serapan gugus amino (N-H) (Muyonga et al., 2004). Serapan tersebut berasal dari vibrasi asam amino alifatik sederhana misalnya glisin, alanin, valin, leusin dan isoleusin (Trivella et al., 2010). Nilai vibrasi pada $\sim 3440\text{ cm}^{-1}$ tertinggi diperoleh pada *pre treatment* cuka lontar 40% dan 50% dengan nilai transmisi berturut-turut yakni 56,31% dan 56,90%. Hal ini menunjukkan bahwa serapan amino alifatik pada ekstrak gelatin dengan perlakuan pada *pre treatment* cuka lontar 40% dan 50% cukup kuat dibandingkan perlakuan *pre treatment* 10%, 20% dan 30%.

Puncak serapan vibrasi selanjutnya yakni pada panjang gelombang $2148-2132\text{ cm}^{-1}$ (Amida B) memiliki bentuk kurva melebar dengan nilai serapan FTIR yang hampir sama (Tabel 1) pada perlakuan *pre treatment* cuka lontar 10%, 20% dan 30%. Sedangkan pada perlakuan cuka lontar 40% dan 50% tidak terdeteksi (DM) vibrasi molekul. Menurut (Nandiyanto et al., 2019) menyatakan bahwa wilayah serapan CH_3 (gugus alkyne) umumnya berada pada $\sim 2140\text{ cm}^{-1}$. Gugus alkyne yang terdeteksi tersebut merupakan vibrasi yang ditimbulkan oleh residu lemak yang terkandung



Gambar 4. Spektrum gugus fungsi gelatin sisik ikan dengan perlakuan pre treatment (cuka lontar) yang berbeda
Figure 4. Spectrum of fish scale gelatin functional groups with different pre-treatment (palm vinegar)

Tabel 1. Sebaran nilai serapan persentase transmitan gugus fungsi gelatin sisik ikan dengan perlakuan pre treatment (cuka lontar) yang berbeda

Table 1. Distribution of absorption values for the percentage transmittance of the gelatin functional group of fish scales with different pre-treatment (palm vinegar)

Daerah wilayah serapan (cm⁻¹)	Bilangan gelombang cm⁻¹ (T%)					Vibrasi
	PCL 10%	PCL 20%	PCL 30%	PCL 40%	PCL 50%	
Amida A dan B 3600-2100	3431 (54,57) 2132 (98,21)	3434 (39,77) 2140 (98,21)	3441 (44,37) 2148 (97,66)	~3441 (56,90) DM	3439 (56,90) DM	- NH stretching - CH ₂ assymetrical stretching - CH ₃ symmetric stretching
Amida I 1700-1600	1659 (65,65)	1660 (39,29)	1659 (53,09)	1658 (65,77)	1655 (67,71)	- Regangan bending C=O - Ikatan N-H dan regangan COC
Amida II 1560-1400	1554 (72,18) 1456 (74,46)	1560 (52,96) 1452 (59,15)	1559 (60,48) 1454 (64,12)	1553 (72,25) 1453 (75,72)	1555 (73,07) 1455 (72,70)	- N-H bending - CH ₂ assymetrical stretching - CH ₂ symmetric stretching
Amida III 1250-559	1250 (82,29) 1033 (67,90) 873 (92,12) 601 (76,79) 561 (74,26)	1242 (69,88) 1031 (33,46) 873 (88,15) 602 (58,33) 562 (53,57)	1244 (73,23) 1031 (54,44) 872 (88,49) 602 (70,28) 559 (66,42)	1244 (82,09) 1035 (67,15) 873 (93,14) 602 (77,15) 563 (74,50)	1244 (83,42) 1033 (70,82) 872 (81,45) 602 (80,37) 561 (78,62)	- N-H bending - C-O stretching

Keterangan :

DM : Dismissed

PCL : Perlakuan Cuka Lontar

dalam gelatin. Hal ini diperkuat oleh (Pachetti et al., 2020) yang menyatakan bahwa vibrasi $\sim 2144 \text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi lipid *unsaturated*.

Puncak serapan berikutnya terdeteksi pada kisaran $1660\text{-}1655 \text{ cm}^{-1}$, puncak serapan ini menunjukkan adanya regangan ikatan ganda gugus C=O (karbonil) bending ikatan N-H, dan regangan COO⁻. Hal ini menunjukkan bahwa *pre treatment* menggunakan konsentrasi cuka lontar yang berbeda memiliki puncak serapan yang sama pada wilayah Amida I. Nilai vibrasi

tertinggi diperoleh pada *pre treatment* cuka lontar 40% dan 50% dengan nilai transmisi berturut-turut yakni sebesar 65,77% dan 77,71%. Menurut (Ahmad & Benjakul, 2011) kisaran panjang gelombang 1700-1600 cm^{-1} merupakan puncak serapan yang dapat digunakan untuk mengkarakterisasi *triple helix*. Ikatan *triple helix* merupakan ikatan primer pada struktur tiga dimensi atau menjadi penciri utama protein gelatin. Beberapa asam amino yang berkontribusi terhadap struktur *triple helix* misalnya glisin, prolin dan hidroksiprolin (Bigi et al., 2004). Dengan demikian dapat disimpulkan

bahwa gelatin yang dihasilkan dengan *pre treatment* konsentrasi cuka lontar yang berbeda (Gambar 4) teridentifikasi struktur *triple helix* sebagai penciri utama gelatin.

Puncak serapan amida II pada gelatin yang dihasilkan melalui *pre treatment* cuka lontar menghasilkan vibrasi pada panjang gelombang $1560\text{-}1450\text{ cm}^{-1}$. Serapan amida II tersebut disebabkan oleh adanya deformasi ikatan N-H dalam protein. Menurut (Ahmad & Benjakul, 2011) serapan amida II merupakan deformasi N-H dan C-N *stretching* dari kelompok CH₂ (Glisin dan prolin). Daerah serapan ini berhubungan dengan adanya deformasi tropokolagen menjadi rantai- α (Hashim et al., 2015). Sedangkan gelatin yang dihasilkan melalui *pre treatment* cuka lontar memiliki daerah serapan pita amida II pada $\sim 1555\text{ cm}^{-1}$ dengan nilai vibrasi tertinggi terdapat *pre treatment* cuka lontar dengan konsentrasi 40% yakni 72,25% dan 75,72%. Hal ini sejalan dengan pernyataan (Barth, 2000) bahwa pada puncak serapan $1400\text{-}1465\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi gugus C-N yang merupakan rantai samping dari asam amino prolin.

Daerah spesifik terakhir dari gelatin yang dihasilkan menggunakan *pre treatment* cuka lontar terlihat pada serapan panjang gelombang $1250\text{-}559\text{ cm}^{-1}$. Hasil identifikasi pita amida III pada gelatin hasil *pre treatment* cuka lontar terdapat pada panjang gelombang $1250\text{-}1240\text{ cm}^{-1}$. (Hashim et al., 2015) daerah pita amida III menunjukkan adanya serapan gugus N-H *bending* dan C-O *stretching*. Sementara (Nurilmala et al., 2017) menyatakan pada panjang gelombang $1300\text{-}1200\text{ cm}^{-1}$ merupakan puncak serapan yang berhubungan dengan adanya struktur *triple helix*. Hal ini membuktikan bahwa gelatin sisik ikan hasil *pre treatment* cuka lontar masih memiliki sebagian kecil struktur kolagen yang masih belum terkonversi menjadi gelatin. Hasil identifikasi gelatin selanjutnya yaitu pada panjang gelombang $1035\text{-}1031\text{ cm}^{-1}$. Puncak serapan pada $1040\text{-}1030\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi yang ditunjukkan untuk mengidentifikasi keberadaan mineral karbonat (regangan C-O simetris) (Henggu, 2021). Daerah ini mengkarakterisasi material non-protein yang terkandung dalam sisik. Sedangkan pada gelatin hasil *pre treatment* cuka lontar teridentifikasi puncak serapan pada $\sim 1030\text{ cm}^{-1}$, dengan demikian dapat diartikan bahwa gelatin sisik ikan hasil *pre treatment* cuka lontar masih mengandung mineral karbonat. Puncak serapan selanjutnya pada gelatin hasil *pre treatment* cuka lontar terdapat pada kisaran panjang gelombang $800\text{-}500\text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan untuk golongan senyawa alkil halida (bromida, chlorin). Keseluruhan kurva spektra FTIR pada gelatin sisik ikan dengan perlakuan *pre treatment* cuka lontar memiliki intensitas serapan amida A sampai amida III yang

semakin besar dengan puncak serapan pada amida III hampir tak terlihat/teridentifikasi. Hal ini menunjukkan bahwa kolagen telah berhasil dinaturasi menjadi gelatin.

KESIMPULAN

Perlakuan cuka lontar dengan konsentrasi yang berbeda memberikan pengaruh nyata terhadap kadar protein dan abu gelatin sisik ikan. Perlakuan optimal pada penelitian ini terdapat pada konsentrasi cuka lontar 40% yakni menghasilkan gelatin dengan kadar abu sebesar 48,11%, protein 47,35%. Akan tetapi nilai kadar protein gelatin yang dihasilkan dalam penelitian ini masih belum memenuhi standar mutu gelatin yang mensyaratkan nilai maksimum kadar protein dan abu yakni sebesar 90%. Hasil analisis gugus fungsi (FTIR) yaitu terdapat serapan gugus Amida A, amida I, amida II dan amida III yang menunjukkan bahwa produk yang dihasilkan adalah gelatin.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahmad, M., & Benjakul, S. (2011). Characteristics of gelatin from the skin of unicorn leatherjacket (*Aluterus monoceros*) as influenced by acid pre-treatment and extraction time. *Food Hydrocolloids*, 25(3), 381–388. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2010.07.004>
- Alipal, J., Mohd Pu'ad, N. A. S., Lee, T. C., Nayan, N. H. M., Sahari, N., Basri, H., Idris, M. I., & Abdullah, H. Z. (2019). A review of gelatin: Properties, sources, process, applications, and commercialisation. *Materials Today: Proceedings*, 42, 240–250. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.12.922>
- Atma, Y., Ramdhani, H., Mustopa, A. Z., Pertiwi, M., & Maisarah, R. (2018). Karakteristik Fisikokimia Gelatin Tulang Ikan Patin (*Pangasius sutchi*) Hasil Ekstraksi Menggunakan Limbah Buah Nanas (*Ananas comosus*). *Agritech*, 38(1), 56. <https://doi.org/10.22146/agritech.29821>
- Badan Pusat Statistik. (2016a). *Profil Umum Kabupaten Sumba Timur Tahun 2016*. Badan Pusat Statistik.
- Badan Pusat Statistik. (2016b). *Profil Umum Kabupaten Sumba Timur Tahun 2016*. Badan Pusat Statistik.
- Badan Standardisasi Nasional. (2004). Badan Standar Nasional. In *Standar Nasional Indonesia tentang Spesifikasi Komposisi Sampah Organik Domestik*.
- Baihaqi, L., Wisanti, W., & Putri, E. K. (2022). Pemanfaatan Tradisional dan Pengetahuan Lokal Tanaman Lontar (*Borassus flabellifer* L.) oleh Masyarakat Pamekasan Madura. *LenteraBio : Berkala Ilmiah Biologi*, 11(1), 208–216. <https://doi.org/10.26740/lenterabio.v11n1.p208-216>

- Barth, A. (2000). The infrared absorption of amino acid side chains. *Progress in Biophysics and Molecular Biology*, 74(3–5), 141–173. [https://doi.org/10.1016/S0079-6107\(00\)00021-3](https://doi.org/10.1016/S0079-6107(00)00021-3)
- Beishenaliev, A., Lim, S. S., Tshai, K. Y., Khiew, P. S., Moh'd Sghayyar, H. N., & Loh, H. S. (2019). Fabrication and preliminary in vitro evaluation of ultraviolet-crosslinked electrospun fish scale gelatin nanofibrous scaffolds. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 30(6). <https://doi.org/10.1007/s10856-019-6264-4>
- Bigi, A., Panzavolta, S., & Rubini, K. (2004). Relationship between triple-helix content and mechanical properties of gelatin films. *Biomaterials*, 25(25), 5675–5680. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2004.01.033>
- Gbenebor, O. P., Adeosun, S. O., Adegbite, A. A., & Akinwande, C. (2018). Organic and mineral acid demineralizations: effects on crangon and Liocarcinus vernalis – sourced biopolymer yield and properties. *Journal of Taibah University for Science*, 12(6), 837–845. <https://doi.org/10.1080/16583655.2018.1525845>
- Hartati, I., Kurniasari, L. (2010). Kajian produksi kolagen dari limbah sisik ikan secara ekstraksi enzimatis. *Jurnal Ilmiah Momentum*, 6(1), 33–35.
- Hashim, P., Mohd Ridzwan, M. S., Bakar, J., & Mat Hashim, D. (2015). Collagen in food and beverage industries. *International Food Research Journal*, 22(1), 1–8.
- Henggu, K. U. (2021). Morphological characteristics and chemical composition of Cuttlebone (*Sepia* sp.) at Muara Angke fishing port, Jakarta Indonesia. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 718(1). <https://doi.org/10.1088/1755-1315/718/1/012034>
- International, A. (n.d.). *By Authority Of THE UNITED STATES OF AMERICA Legally Binding Document*.
- Istiqlaal, S. (2018). Karakteristik Gelatin Tulang Ikan Tuna Dengan Perendaman cuka Lontar Dari Nusa Tenggara Timur. *Jphpi*, 21(3), 443–450.
- Jakhar, J. K., Kumar, A., & Vardia, H. K. (2019). *Extraction of Gelatin from Skin and Scale of Indian Major Carps Extraction of Gelatin from Skin and Scale of Indian Major Carps*. January.
- Khalaf, A. A., Alsamir, M., & Al-temimi, W. K. A. (2021). Enzymatic and Thermal Extraction of Gelatin from Fish Scales and study its Sensory Properties. *International Journal of Pharmaceutical Research*, 13(02). <https://doi.org/10.31838/ijpr/2021.13.02.172>
- Koli, J. M., Basu, S., Nayak, B. B., Patange, S. B., Pagarkar, A. U., & Gudipati, V. (2012). Functional characteristics of gelatin extracted from skin and bone of Tiger-toothed croaker (*Otolithes ruber*) and Pink perch (*Nemipterus japonicus*). *Food and Bioproducts Processing*, 90(3), 555–562. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2011.08.001>
- Kouhdasht, A. M., Moosavi-Nasab, M., & Aminlari, M. (2018). Gelatin production using fish wastes by extracted alkaline protease from *Bacillus licheniformis*. *Journal of Food Science and Technology*, 55(12), 5175–5180. <https://doi.org/10.1007/s13197-018-3449-7>
- Lateef, H. U., Kazmi, M., Tabish, A. N., Cheema, I. I., & Rashid, M. I. (2020). Effect of demineralization on physiochemical and thermal characteristics of wheat straw. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization and Environmental Effects*, 00(00), 1–10. <https://doi.org/10.1080/15567036.2020.1791288>
- Lin, L., Regenstein, J. M., Lv, S., Lu, J., & Jiang, S. (2017). An overview of gelatin derived from aquatic animals: Properties and modification. *Trends in Food Science and Technology*, 68, 102–112. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2017.08.012>
- Mismawati, A., Fajar, B., Diachanty, S., & Zuraida, I. (2022). *Komposisi Proksimat dan Profil Mineral Tulang dan Sisik Ikan Papuyu (Anabas KOMPOSISI PROKSIMAT DAN PROFIL MINERAL TULANG DAN SISIK IKAN PAPUYU (Anabas testudineus)*. September, 1–8.
- Muyonga, J. H., Cole, C. G. B., & Duodu, K. G. (2004). Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopic study of acid soluble collagen and gelatin from skins and bones of young and adult Nile perch (*Lates niloticus*). *Food Chemistry*, 86(3), 325–332. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2003.09.038>
- Nandiyanto, A. B. D., Oktiani, R., & Ragadhita, R. (2019). How to read and interpret ftir spectroscope of organic material. *Indonesian Journal of Science and Technology*, 4(1), 97–118. <https://doi.org/10.17509/ijost.v4i1.15806>
- Nurdiani, R., Vasiljevic, T., Singh, T. K., & Donkor, O. N. (2017). Bioactive peptides from fish by-products with anticarcinogenic potential. *International Food Research Journal*, 24(5), 1840–1849.
- Nurilmala, M., Jacoeb, A. M., & Dzaky, R. A. (2017). Quality of Cultured Wader Pari During Storage at Different Temperature. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 20(2), 339. <https://doi.org/10.17844/jphpi.v20i2.18049>
- Pachetti, M., Zupin, L., Venturin, I., Mitri, E., Boscolo, R., D'amico, F., Vaccari, L., Crovella, S., Ricci, G., & Pascolo, L. (2020). Ftir spectroscopy to reveal lipid and protein changes induced on sperm by capacitation: Bases for an improvement of sample selection in art. *International Journal of Molecu-*

- lar Sciences, 21(22), 1–16. <https://doi.org/10.3390/ijms21228659>
- Qhairul, N., Mohd, I., Razali, R. S., Ismail, N. K., Ramli, R. A., Rozzamri, A., Bakar, J., & Shaarani, S. (2021). *Application of Green Technology in Gelatin Extraction/*:
- Rohman, A., Windarsih, A., Erwanto, Y., & Zakaria, Z. (2020). Review on analytical methods for analysis of porcine gelatine in food and pharmaceutical products for halal authentication. *Trends in Food Science and Technology*, 101, 122–132. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2020.05.008>
- Saputra, R. H., Widiastuti, I., & Supriadi, A. (2015). Karakteristik Fisik dan Kimia Gelatin Kulit Ikan Patin (Pangasius pangasius) dengan Kombinasi Berbagai Asam dan Suhu. *Jurnal Teknologi Hasil Perikanan*, 4(1), 29–36.
- Trivella, A., Gaillard, T., Stote, R. H., & Hellwig, P. (2010). Far infrared spectra of solid state aliphatic amino acids in different protonation states. *Journal of Chemical Physics*, 132(11). <https://doi.org/10.1063/1.3356027>
- Tu, Z. cai, Huang, T., Wang, H., Sha, X. mei, Shi, Y., Huang, X. qin, Man, Z. zhou, & Li, D. jun. (2015).
- Physico-chemical properties of gelatin from big-head carp (*Hypophthalmichthys nobilis*) scales by ultrasound-assisted extraction. *Journal of Food Science and Technology*, 52(4), 2166–2174. <https://doi.org/10.1007/s13197-013-1239-9>
- Wu Suo-Lian, Kang Huai-Bin, & Li Dong-Jiao. (2017). Technology for Extracting Effective Components from Fish Scale. *Journal of Food Science and Engineering*, 7(7), 351–358. <https://doi.org/10.17265/2159-5828/2017.07.003>
- Zakaria, S., Hidayah, N., & Bakar, A. (2015). *Extraction and Characterization of Gelatin from Black Tilapia (Oreochromis niloticus) Scales and Bones*. 77–80. <https://doi.org/10.15242/iicbe.c0815040>
- Zhang, F., Xu, S., & Wang, Z. (2010). *Food and Bioproducts Processing Pre-treatment optimization and properties of gelatin from freshwater fish scales*. 9(May), 185–193. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2010.05.003>
- Zhang, Y., Tu, D., Shen, Q., & Dai, Z. (2019). Fish scale valorization by hydrothermal pretreatment followed by enzymatic hydrolysis for gelatin hydrolysate production. *Molecules*, 24(16), 1–14. <https://doi.org/10.3390/molecules24162998>