

Ekstraksi Kolagen dari Ikan Tuna Sirip Kuning dengan Bantuan Microwave

(*Microwave-Assisted Collagen Extraction of Yellowfin Tuna*)

Anitarakhmi Handaratri^{1*}, Mohammad Istnaeny Hudha²

^{1,2} Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Nasional Malang - Jln Raya Karanglo Km.2 Malang 65145

ARTICLE INFO

Article history

Received : 22 April 2021

Revised : 19 September 2021

Accepted : 22 September 2021

DOI :

<https://doi.org/10.33366/rekabuana.v6i2.2360>

Keywords :

yellowfin tuna; bone; collagen; microwave; acetic acid.

*e-mail corresponding author :

anitarakhmi@lecturer.itn.ac.id

ABSTRAK

Tuna sirip kuning banyak ditemukan di Kabupaten Malang, tulangnya merupakan hasil samping pengolahan ikan yang belum dimanfaatkan. Tulang dapat digunakan sebagai sumber kolagen. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh metode ekstraksi hidrolisis menggunakan iradiasi gelombang mikro terhadap kolagen yang dihasilkan. Perlakuan yang dilakukan pada penelitian ini adalah menambahkan 500 mL larutan 0,5M CH₃COOH dan memasukkannya ke dalam microwave dengan variasi waktu 1 - 5 jam dan daya 100 - 300 watt. Rendemen tertinggi diperoleh pada variabel daya gelombang mikro 100 watt dengan waktu proses 3 jam yaitu 9,32%. Hasil analisis FTIR menunjukkan adanya gugus fungsi Amida I, II, III, A, B, gugus alkena, cincin aromatik, dan asam karboksilat. Pengukuran kadar air diketahui 9,18%, kadar abu 0,03%, dan kadar lemak 0,26%.

PENERBIT

UNITRI PRESS

Jl. Telagawarna, Tlogomas-
Malang, 65144, Telp/Fax:
0341-565500



This is an open access article under the **Creative Commons Attribution-ShareAlike 4.0 International License**. Any further distribution of this work must maintain attribution to the author(s) and the title of the work, journal citation and DOI. CC-BY-SA

ABSTRACT

Yellowfin tuna is commonly found in Malang Regency, their bones are the untapped fishery byproducts. The bones can be used as a source of collagen. The purpose of this study was to delve the effect of the hydrolysis extraction method using microwave irradiation on the resulting collagen. The treatment carried out in this study was to add 500 mL of 0.5M CH₃COOH solution and put it in the microwave at various variable times of 1 - 5 hours and power 100 - 300 watts. The highest yield was obtained in the microwave power variable of 100 watts with a processing time of 3 hours, namely 9.32%. The results of FTIR analysis showed the presence of functional groups of Amide I, II, III, A, B, alkene groups, aromatic rings, and carboxylic acids. Measurement of water content is known to be 9.18%, ash content of 0.03%, and fat content of 0.26%.

Cara Mengutip : Handaratri, A., Hudha, M. I. (2021). Ekstraksi Kolagen dari Ikan Tuna Sirip Kuning dengan Bantuan Microwave. *Reka Buana : Jurnal Ilmiah Teknik Sipil dan Teknik Kimia*, 6(2), 104-111. doi:<https://doi.org/10.33366/rekabuana.v6i2.2360>

1. PENDAHULUAN

Kolagen merupakan salah satu biomaterial yang kegunaannya sangat luas di dalam industri[1]. Industri makanan memiliki permintaan yang tinggi terhadap kolagen dan gelatin karena kandungan proteinnnya dan sifat fungsionalnya tinggi. Antara lain kapasitas penyerapan air, pembentukan gel, dan kemampuan untuk membentuk dan menstabilkan emulsi.

Secara umum, kolagen komersial didapatkan dari tulang sapi, babi dan unggas yang memiliki asam amino yang tinggi sehingga mudah mengalami denaturasi pada suhu ruangan [2]. Sumber – sumber tersebut juga dapat menjadi sumber penyakit seperti BSE (Mad Cow Disease), transmissible spongiform encephalopathy (TSE) serta penyakit mulut dan kuku. Oleh karena itu kolagen yang berasal dari hewan air seperti ikan dapat menjadi suatu alternatif.

Pada penelitian ini sumber kolagen yang digunakan adalah tulang ikan tuna sirip kuning (Yellowfin tuna). Limbah ikan ini banyak dijumpai di daerah Sendang Biru Kabupaten Malang dan hidup di sepanjang Samudra Hindia [3]. Kandungan kolagen ikan tuna sirip kuning ini banyak mengandung glycine, proline dan hydroxyproline, glutamic acid, arginine, alanine, aspartic acid dan serine yang diperlukan dalam pembuatan suplemen makanan [4].

Berdasarkan penelitian Wulandari, dkk [5] kolagen yang didapat dengan perendaman kulit ikan gabus menggunakan asam asetat 0,2M memerlukan waktu 2 jam dan Nurhayati [6] kolagen dibuat dari bahan baku kulit ikan Nila, perlakuan dengan tambahan asam asetat 0,5 M menghasilkan komposisi asam amino dan suhu denaturasi yang lebih tinggi daripada konsentrasi asam asetat yang lebih tinggi. Sedangkan Singkuku, dkk [7] menghasilkan kolagen dari tulang ikan Cakalang yang direndam menggunakan asam klorida 0,2M selama 1-2 jam.

Ekstraksi kolagen diketahui secara luas menggunakan hidrolisa asam organik dan anorganik, hidrolisa enzimatik, dan dengan bantuan ultrasonik [8]. Penggunaan asam maupun basa sebagai agen hidrolisis memerlukan jumlah yang banyak dengan konsentrasi yang tinggi, serta lama prosesnya lebih dari 3 hari [9]. Limbahnya juga memerlukan penanganan lebih mahal. Sedangkan hidrolisa enzimatis memakan biaya yang besar dan peralatan ultrasonik diketahui mahal. Sehingga penggunaan microwave menjadi salah satu cara ekstraksi yang bersih dan hanya membutuhkan sedikit pelarut.

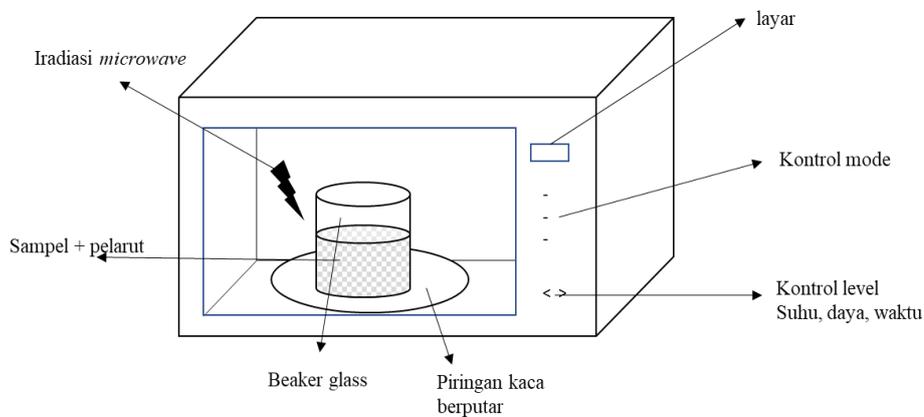
Teknologi proses menggunakan iradiasi *microwave* dapat meningkatkan laju reaksi kimia secara cepat, dan teknologi ini saat ini banyak diterapkan hampir di segala bidang, terutama teknik kimia. Cara *microwave* bekerja dengan melewatkan radiasi gelombang mikro pada molekul gula, lemak maupun air. Molekul yang dilewati akan menyerap energi electromagnet tersebut dan terjadi pemanasan dielektrik yang mempercepat reaksi.

Para peneliti melaporkan bahwa tingkat reaksi dengan bantuan gelombang mikro meningkat bila dibandingkan dengan reaksi konvensional, dengan faktor 5, hingga 1000.

Radiasi *microwave* akan menghasilkan fase larutan dinamis [10]. Kelebihan metode MAE digunakan pada penelitian ini dengan variasi daya, waktu dan suhu. Tujuan penelitian ini produk kolagen yang bisa diekstrak menggunakan metode Microwave diharapkan didapatkan dalam waktu yang singkat. Air dengan penambahan asam asetat dipilih sebagai pelarut karena kedua zat ini mudah didapatkan dan ramah lingkungan.

2. METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan adalah kulit dan tulang ikan Tuna, NaCl p.a., Aquades, CH₃COOH p.a., NaOH p.a. Alat – alat yang digunakan adalah *microwave* merk Samsung MW5000T Grill MWO kapasitas 30L, Erlenmeyer, beakerglass, tabung reaksi, pipet, gelas ukur, labu ukur, thermometer, timbangan, saringan, pHmeter.



Gambar 1. Skema peralatan ekstraksi

Limbah ikan tuna sirip kuning disimpan dalam pendingin pada suhu -20°C . Sampel berupa tulang yang telah dipisahkan dari limbah ikan tuna ditimbang sebanyak 50 gram dan direndam dalam larutan NaOH 1M selama 2 jam untuk menghilangkan protein non kolagen dan lemak. Sampel dicuci dengan air mengalir sampai pH 7 – 7,5. Ekstraksi kolagen menggunakan larutan CH₃COOH 0,5M sebanyak 500 mL dan dimasukkan ke dalam *microwave* pada berbagai waktu variabel 1 – 5 jam dan daya 100 – 300 watt. Ekstrak (supernatant) dan residu dipisahkan dengan saringan, kemudian dipresipitasi dengan NaCl 1M untuk mendapatkan presipitat kolagen. Presipitat dibiarkan selama 24 jam kemudian disentrifugasi pada 8000 rpm selama 30 menit. Produk kolagen dikeringkan dengan freeze dryer menjadi serbuk lalu dianalisa rendemen, kandungan air, abu dan lemak, serta gugus fungsinya menggunakan FTIR merk Shimadzu tipe IRPrestige 21 .

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1. Ekstraksi dengan Bantuan *Microwave*

Sebelum kolagen diekstrak dari limbah tulang ikan tuna, dilakukan *pre-treatment* untuk menghilangkan substansi yang tidak mengandung kolagen. Misalnya sisa - sisa daging dan lemak yang masih menempel pada tulang dengan tujuan meningkatkan yield selama

proses. Sesuai metode Tangka'a (2020)[11], dengan melakukan perendaman menggunakan NaOH 0,1 M selama 24 jam. Ekstraksi dilaksanakan dengan menggunakan perendaman dalam asam asetat dan dengan bantuan *microwave*. Dengan variable adalah daya yang digunakan *microwave* yaitu : 100 watt; 200 watt, 300 watt; dan waktu proses ekstraksi selama 1 jam, 2 jam, 3 jam, 4 jam dan 5 jam.

Asam asetat digunakan untuk menguraikan materi kimia pilinan heliks rantai kolagen segitiga menjadi rantai sederhana. Konsentrasi asam yang tinggi digunakan dalam proses ekstraksi dapat mempercepat terjadinya substitusi ion negatif pada garam dengan ion positif pada asam, sehingga dapat memutuskan struktur protein [6].



Gambar 2. Supernatan hasil ekstraksi (*kiri*) dan kolagen kering (*kanan*)

Hasil ekstraksi pada variabel daya 200 watt dan 300 watt selama 3 – 5 jam tidak tercapai karena sebelum waktu yang ditetapkan ternyata sampel meletup dan pelarut berkurang sebanyak 60% serta terjadi *browning*. Sehingga pada eksperimen ini tidak dilanjutkan untuk variable daya tersebut. Sampel kemudian disaring dan kolagen yang terlarut dalam larutan asam asetat dipresipitasi dengan NaCl dan disentrifugasi untuk didapatkan endapannya. Endapan dikeringkan dengan menggunakan freeze dryer.

3.2. Rendemen

Pada penelitian ini dilakukan karakterisasi rendemennya kemudian dilanjutkan dengan analisis proksimat. Rendemen merupakan perbandingan jumlah produk yang dihasilkan dari sebuah proses reaksi yang dinyatakan menggunakan satuan persen (%). Semakin tinggi nilai rendemen yang dihasilkan menandakan semakin tinggi jumlah produk yang dihasilkan sehingga menandakan semakin efektif prosedur yang digunakan.

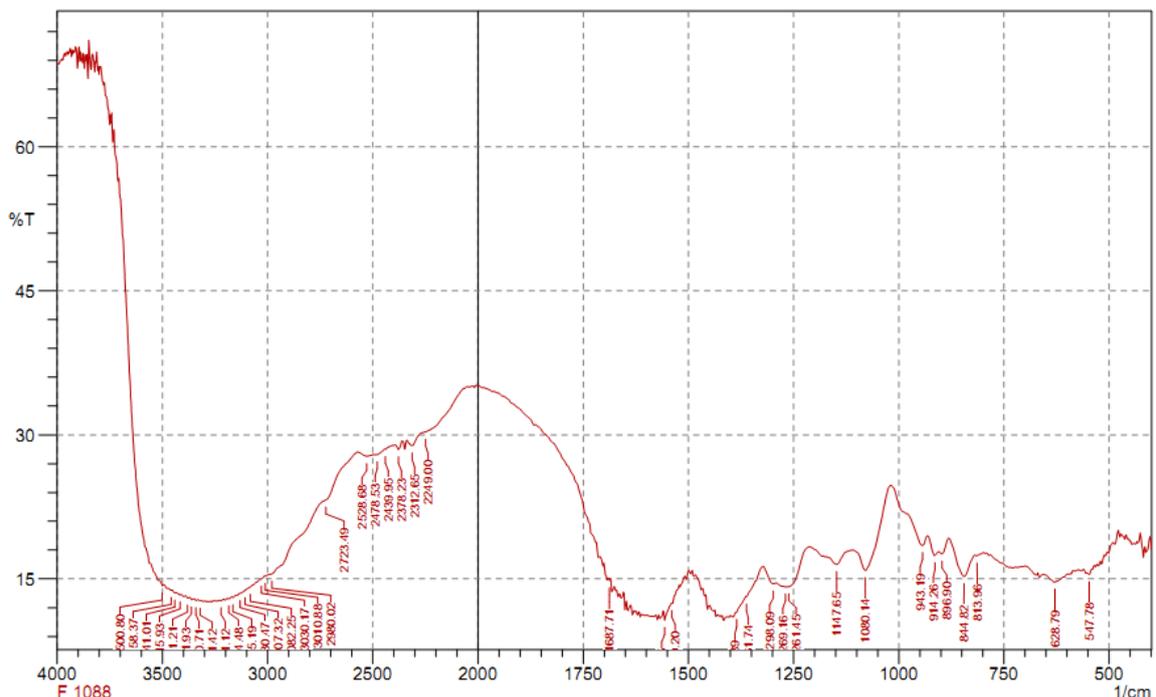
Tabel 1. Hubungan antara Variabel Daya – Waktu Ekstraksi dengan Rendemen

Daya – waktu	Rendemen (%)
100 watt - 1 jam	8,46
100 watt – 2 jam	9,22
100 watt – 3 jam	9,32
100 watt – 4 jam	7,84
100 watt – 5 jam	6,8
200 watt - 1 jam	9,11
200 watt – 2 jam	9,3

Hubungan pada Tabel 1 yang tampak dari eksperimen adalah antara daya *microwave*, waktu proses dan rendemen berfluktuasi. Rendemen terbesar didapatkan dengan variable 100 watt selama 3 jam. Rendemen yang rendah didapatkan pada proses di atas 3 jam. Nilai rendemen pada daya 100 watt dengan waktu 2 dan 3 jam hampir setara begitupula dengan hasil pada daya 200 watt selama 1 jam yang lebih cepat, menurut penelitian Dayva, dkk (2018)[12] waktu yang diperlukan untuk mendapatkan gelatin dengan hidrolisa asam klorida adalah selama 48 jam. Lama penggunaan gelombang *microwave* menyebabkan kenaikan suhu selama proses ekstraksi yang pada penelitian ini menunjukkan suhu 68°C untuk waktu proses tersebut. Kondisi denaturasi kolagen adalah 30°C sehingga kenaikan suhu akan mempengaruhi kualitas kolagen.

Semakin lama waktu proses menggunakan *microwave* pada daya antara 100 dan 200 watt, akan menurunkan rendemen karena kondisi larutan yang asam akan semakin meningkat. Kolagen yang terhidrolisis semakin banyak dan ikatan-ikatan peptida asam amino yang adalah struktur utama dari kolagen mengalami degradasi pada konsentrasi asam yang semakin tinggi. Komponen penyusun kolagen yang terdegradasi larut semakin banyak dan ikut terbuang pada proses pencucian *ossein* (matriks ekstraseluler organik tulang) berlangsung sehingga rendemen yang diperoleh semakin menurun.

3.3. Analisa FTIR



Gambar 3. Hasil analisa FTIR

Grup fungsional dilihat menggunakan spektroskopi FTIR menurut Gambar 3. Ikatan amida I terjadi pada panjang gelombang serapan antara 1600 and 1700 cm^{-1} untuk menganalisa protein. Amida-I adalah struktur sekunder protein yang ditunjukkan adanya C=O stretching vibration hydrogen bonding dengan COO, ikatan CN stretch, deformasi

CCN dan NH bending. Diketahui pula puncak absorpsi kolagen dari tulang *yellowfin* tuna ini adalah pada $1687,71\text{ cm}^{-1}$.

Daerah amida II muncul pada puncak $1539,2\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan gambaran ikatan -NH. Daerah puncak amida III dari penelitian sebelumnya muncul di 1240 cm^{-1} , sedangkan pada kolagen ini puncak berada di 1269 cm^{-1} . Semakin tinggi panjang gelombang yang diserap memperlihatkan ikatan silang *inter-molecular* yang terbuka yang menyebabkan hilangnya susunan molecular yang sebelumnya ada [13].

Munculnya daerah amida A dan B dengan puncak pada 3321 dan 3441 cm^{-1} mengindikasikan N-H *stretch* and O-H *stretch*. Puncak paling lebar pada 2980 cm^{-1} merupakan karakter puncak CH_2 *stretch* simetris dan asimetris [13]. Selain ditemukan gugus amida dari kolagen ikan tuna juga terdapat gugus alkena C-H *bend* pada puncak $914,26\text{ cm}^{-1}$. Muncul puncak pada panjang gelombang $600 - 900\text{ cm}^{-1}$ yang kemungkinan menunjukkan gugus fungsi C-H cincin aromatik. Sedangkan pada panjang gelombang $1080,14\text{ cm}^{-1}$ merupakan gugus fungsi alkohol/eter/asam karboksilat. Dapat disimpulkan dari pembacaan hasil analisa FTIR tersebut merupakan gugus – gugus fungsi yang dimiliki oleh karakteristik kolagen.

3.4. Analisa Proksimat

Tabel 2. Hasil analisa proksimat

Parameter	Hasil analisa	Metode Analisa
Kadar Air	$9,18 \pm 0,02\%$	Gravimetri
Kadar Abu	$0,03 \pm 0,00\%$	Gravimetri
Lemak	$0,26 \pm 0,00\%$	Ekstraksi Gravimetri

Kadar air merupakan parameter penting dari suatu produk pangan, karena kandungan air dalam bahan makanan ikut menentukan *acceptability*, kesegaran, dan daya tahan bahan tersebut [9]. Berdasarkan Tabel 2, kadar air yang diperoleh adalah 9,18% sedangkan standar SNI (1995) yaitu memiliki kadar air maksimum 16% [12]. Dalam proses ekstraksi ini, tulang ikan direndam dalam larutan asam asetat sehingga terjadi proses pengembangan. Larutan asam asetat akan masuk ke dalam sel dan menyebabkan terjadinya pemecahan ikatan hidrogen pada rantai peptida. Ion H^+ dari larutan asam berinteraksi dengan kolagen dimana sebagian ikatan hidrogen dalam tropokolagen akan terhidrolisis dan mulai kehilangan struktur triple heliksnya sehingga terjadinya pengembangan yang lebih besar terhadap struktur tulang. Gelombang iradiasi microwave mempercepat waktu dan memperluas kontak ion H^+ dengan tulang yang menyebabkan semakin meningkatnya kadar air karena ikatan hidrogen dalam tropokolagen akan terhidrolisis [14].

Kadar abu merupakan residu anorganik dari pembakaran bahan organik yang menjadi salah satu ukuran kemurnian dari kolagen. Kadar abu yang diperoleh adalah 0,03%. Kadar tersebut lebih rendah dari kadar yang dipersyaratkan SNI 8076:2014 mengenai kolagen kasar, yaitu 3,25% sebagai batas standar. Kadar abu ditentukan oleh proses demineralisasi,

semakin banyak mineral yang luruh maka nilai kadar abu semakin rendah [15]. Kadar abu kolagen dari tulang ikan tuna rendah dikarenakan banyaknya jumlah mineral yang ikut larut dalam proses perendaman dan pencucian.

Kadar lemak yang diperoleh adalah 0,26%. Sesuai standar SNI 8076:2014 adalah kadar lemak tidak melebihi batas 5%. Kadar lemak dalam pangan mempengaruhi kesehatan. Selain itu kadar lemak menggambarkan mutu dimana lemak yang teroksidasi dapat menurunkan nilai gizi, menyebabkan penyimpangan rasa dan bau [16].

4. KESIMPULAN

Ekstraksi kolagen dari tulang ikan Tuna sirip kuning dengan bantuan microwave menghasilkan rendemen tertinggi pada variasi daya 100 watt selama 3 jam. Waktu proses ini lebih singkat bila dibandingkan dengan ekstraksi menggunakan asam organik atau basa saja. Sesuai hasil analisa FTIR diketahui bahwa gugus – gugus fungsi yang muncul sesuai dengan karakter kolagen walaupun muncul juga puncak – puncak lain yang diasumsikan sebagai hasil samping dari iradiasi microwave. Kadar air, abu dan lemak telah memenuhi standar SNI. Penelitian perlu dilanjutkan pada berbagai konsentrasi asam asetat dengan daya dan waktu yang telah ditetapkan.

5. PENGHARGAAN

Penelitian ini didukung oleh pendanaan dari Lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat, Institut Teknologi Nasional Malang.

6. DAFTAR PUSTAKA

- [1] T. Lafarga and M. Hayes, “Bioactive peptides from meat muscle and by-products: generation, functionality and application as functional ingredients.,” *Meat Sci.*, vol. 98, no. 2, pp. 227–239, Oct. 2014, doi: 10.1016/j.meatsci.2014.05.036.
- [2] A. Aberoumand, “Comparative study between different methods of collagen extraction from fish and its properties,” *World Appl. Sci. J.*, vol. 16, no. 3, pp. 316–319, 2012.
- [3] A. Muqsit, R. Yusfiandayani, and M. S. Baskoro, “Pengelolaan Perikanan Tuna Sirip Kuning (*Thunnus Albacares*) dengan Menggunakan Rumpon di Perairan Kaur Provinsi Bengkulu,” 2016.
- [4] M. Nemati, N. Huda, and F. Ariffin, “Development of calcium supplement from fish bone wastes of yellowfin tuna (*Thunnus albacares*) and characterization of nutritional quality,” *Int. Food Res. J.*, vol. 24, no. 6, pp. 2419–2426, 2017.
- [5] W. Wulandari and P. Suptijah, “Effectiveness of Alkaline Pretreatment and Acetic Acid Hydrolysis on the Characteristics of Collagen from Fish Skin of Snakehead,” *J. Pengolah. Has. Perikan. Indones.*, vol. 18, no. 3, 2015, doi: 10.17844/jphpi.v18i3.11309.
- [6] N. Nurhayati, T. Tazwir, and M. Murniyati, “Ekstraksi dan Karakterisasi Kolagen Larut Asam dari Kulit Ikan Nila (*Oreochromis niloticus*),” *J. Pascapanen dan*

- Bioteknologi, Kelautan dan Perikanan.*, vol. 8, no. 1, p. 84, 2013, doi: 10.15578/jpbkp.v8i1.56.
- [7] F. T. Singkuku, H. Onibala, and A. T. Agustin, "EKSTRAKSI KOLAGEN TULANG IKAN CAKALANG (*Katsuwonus pelamis*) MENJADI GELATIN DENGAN ASAM KHLORIDA," *Media Teknol. Has. Perikanan.*, vol. 5, no. 3, p. 69, 2017, doi: 10.35800/mthp.5.3.2017.16846.
- [8] M. M. Schmidt *et al.*, "Collagen extraction process," *Int. Food Res. J.*, vol. 23, no. 3, pp. 913–922, 2016.
- [9] T. Fransiskha, "Optimasi Ekstraksi Gelatin dari Tulang Ikan Tuna (*Thunnus albacares*)," *J. WIYATA*, vol. 3, no. 1, pp. 11–16, 2016.
- [10] A. Lew, P. O. Krutzik, M. E. Hart, and A. R. Chamberlin, "Increasing rates of reaction: microwave-assisted organic synthesis for combinatorial chemistry," *J. Comb. Chem.*, vol. 4, no. 2, pp. 95–105, 2002, doi: 10.1021/cc010048o.
- [11] R. Tangkaa *et al.*, "Pengaruh Perbedaan Konsentrasi Asam Asetat dan Lama Ekstraksi Kolagen dari Kulit Ikan Situhuk Hitam (*Makaira indica*)," *Media Teknol. Has. Perikanan.*, vol. 8, no. 2, p. 44, 2020, doi: 10.35800/mthp.8.2.2020.27326.
- [12] D. P. Moranda, L. Handayani, and S. Nazlia, "Pemanfaatan limbah kulit ikan tuna sirip kuning (*Thunnus albacares*) sebagai gelatin: Hidrolisis menggunakan pelarut HCl dengan konsentrasi berbeda," *Acta Aquat.*, vol. 5, no. 2, pp. 81–87, 2018, doi: 10.29103/aa.v1i1.299.
- [13] K. Ilyas *et al.*, "Microwave-assisted synthesis and evaluation of type 1 collagen–apatite composites for dental tissue regeneration," *J. Biomater. Appl.*, vol. 33, no. 1, pp. 103–115, 2018, doi: 10.1177/0885328218773220.
- [14] P. Fauziyyah, N. L. A. Yusasrini, L. Putu, and T. Darmayanti, "Pengaruh Konsentrasi Larutan Asam Asetat Dan Lama Perendaman Terhadap Karakteristik Gelatin Kulit Ikan Mahi-Mahi (*Coryphaena hippurus*)," vol. 2, no. 2, 2017.
- [15] M. R. Marshall, "Ash Analysis," in *Food Analysis*, Boston, MA: Springer US, 2010, pp. 105–115.
- [16] R. Palungkun, *Aneka Produk Olahan Kelapa*, 3rd ed. Jakarta: Penebar Swadaya, 1996.