



Microwave-Assisted Deacetylation of Chitin from Shrimp Shells

Zainal Arifin^{1*}, dan Dedy Irawan¹

¹Jurusan Teknik Kimia, Politeknik Negeri Samarinda, Jl. Dr. Ciptomangunkusumo, Kampus Gunung Lipan, Samarinda, Kalimantan Timur 75131

*E-mail: iffien_solo@yahoo.com

Abstract

The microwave has been used for various applications of organic synthesis. Microwave was used in this study in order to transform chitin to chitosan. The process of deacetylation of chitin was done by varying heating time 3, 7, 11, and 15 minutes under of power of 400 W. Two grams of chitin were mixed with 40 mL of NaOH solution 70% in a beaker glass. The mixture put into the apparatus microwave in constant temperature at 70°C. Chitosan was washed until neutral and then was dried in oven. The Degree of Deacetylation (DD) were analyzed using Fourier Transform Infrared (FTIR) instrument. The results that showed the degree of deacetylation is 85.32% was achieved at reaction time in 15 minutes. The parameters of chitosan such as moisture content, ash content, and viscosity were obtained 9.23%, 0.16% and 58.05 cP, respectively.

Keywords: chitin, chitosan, microwave

Pendahuluan

Teknologi gelombang mikro telah banyak digunakan untuk berbagai aplikasi dalam industri pangan dan kimia. Gelombang mikro dapat digunakan sebagai sumber tenaga untuk memanaskan dan mengeringkan suatu bahan, dan mengkatalisis reaksi kimia dalam pembuatan bahan industri dan pertanian (Liu dkk., 2005). Penggunaan gelombang mikro memberikan banyak keuntungan antara lain: waktu *startup* dan pemanasan yang relatif singkat, efisiensi energi dan biaya proses, pengawasan proses yang mudah dan tepat, pemanasan yang selektif, mutu produk akhir yang lebih baik dan dapat meningkatkan kualitas bahan kering (Sumnu, 2001). Gelombang mikro sering juga digunakan sebagai sumber eksternal untuk membantu mempercepat terjadinya suatu reaksi kimia (*microwave assisted reactions*).

Produksi kitosan dengan metode kimiawi telah banyak dilakukan. Prosesnya membutuhkan larutan alkali kuat dengan konsentrasi tinggi, suhu tinggi, dan waktu yang lama. Sehingga diperlukan inovasi teknologi untuk membuat proses produksi berjalan lebih efisien dengan hasil yang lebih optimal dan waktu yang lebih singkat. Pada penelitian ini inovasi teknologi yang digunakan untuk proses deasetilasi kitin berbasis limbah kulit udang adalah dengan memanfaatkan gelombang mikro (*microwave*). Radiasi *microwave* dapat mempercepat laju reaksi 10-100 kali dibanding dengan penggunaan pemanas konvensional. Penggunaan gelombang mikro ini diharapkan dapat mempersingkat waktu reaksi dan didapat nilai derajat deasetilasi yang tinggi.

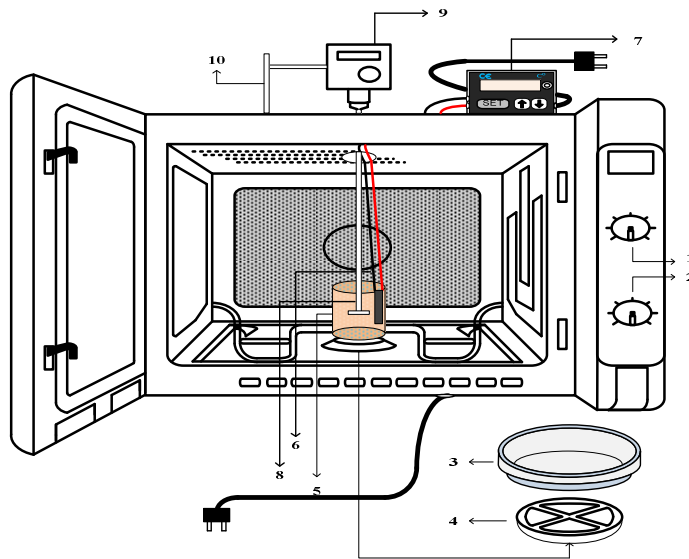
Metodologi

Pada penelitian ini sampel kitin yang akan digunakan diperoleh dari hasil penelitian Dumais (2013) dengan derajat deasetilasi sebesar 63,25%. Bahan-bahan kimia seperti NaOH dan Asam Asetat diperoleh dari Merck. Peralatan yang digunakan antara lain: satu set *oven microwave* Electrolux EMM2007x frekuensi 2,45Ghz, alat *mixer* Eurostardigital, Ika Labortechnik, gelas kimia, oven Memmert, furnace WiseThem, dan viskometer Brookfield model LV (spindle #3). Rangkaian alat penelitian terlihat seperti **Gambar 1**.

Ditimbang kitin (2 gram) yang berukuran -20+30 No. Mesh kemudian ditambahkan larutan NaOH konsentrasi 70% dengan perbandingan 1:20 (b/v). Campuran dimasukkan dalam alat *oven microwave* yang bekerja pada daya 400 Watt. Reaksi deasetilasi dilakukan selama 3, 7, 11 dan 15 menit pada suhu 70°C. Kitosan dicuci hingga netral kemudian dikeringkan. Kitosan dianalisis kadar air (SNI 06-3730-1995), kadar abu (AOAC, 1999), viskositas, dan derajat deasetilasinya. Derajat deasetilasi (DD) kitosan dianalisis menggunakan FTIR pada bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹. Interpretasi nilai derajat deasetilasi kitosan menggunakan metode baseline Sabnis dan Block (1997) yang persamaannya adalah:



$$DD = 97,67 - \left[\left(\frac{A_{1655}}{A_{3450}} \times 26,486 \right) \right] \quad (1)$$



Keterangan gambar:

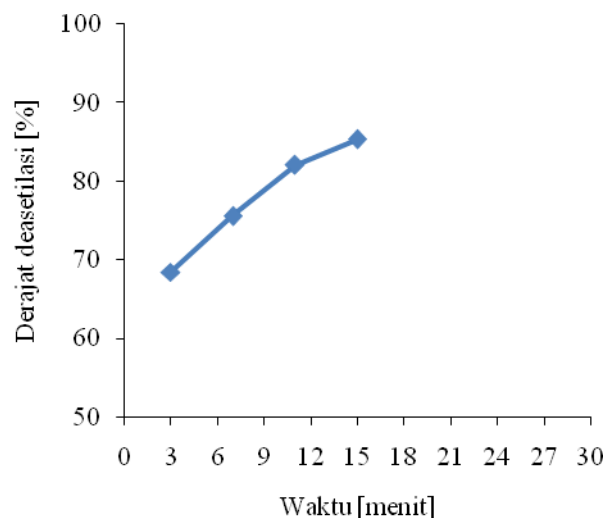
1. Pengatur daya
2. Pengatur waktu
3. Priring putar
4. Penyangga piring
5. Gelas kimia
6. Termokopel
7. Termostat
8. Batang pengaduk
9. Motor pengaduk
10. Statif

Gambar 1. Rangkaian alat *microwave*

Hasil dan Pembahasan

Gelombang mikro dalam *oven microwave* akan memutar molekul air. Molekul air merupakan molekul polar artinya ada sisi atau kutub yang bermuatan negatif dan sisi lainnya bermuatan positif seperti jarum kompas. Jika salah satu kutub atau kedua kutub berada pada medan listrik sejenis yang berasal dari gelombang mikro maka akan terjadi gaya tolak menolak menyebabkan molekul air akan berputar. Karena rotasi tersebut akan terjadi gesekan dan akan timbul panas (Lee, 2000). Panas inilah yang akan dimanfaatkan.

Untuk mengetahui pengaruh waktu deasetilasi, dilakukan variasi waktu antara 3-15 menit pada penggunaan konsentrasi NaOH 70%. Suhu deasetilasi ditetapkan 70°C. Pemilihan suhu sebesar 70°C didasarkan pada beberapa hasil penelitian yang telah dilakukan sebelumnya (Sakti, 2011; Dono, 2012; Dumais, 2013). Sedangkan variasi waktu dipilih di bawah 30 menit untuk melihat efektivitas teknologi gelombang mikro dibanding yang lain seperti ultrasonik dan konvensional. Berdasarkan kecepatan dan keseragaman transfer panas yang dihasilkan dari gelombang mikro, waktu reaksi deasetilasi dapat dipersingkat. Pengaruh waktu radiasi gelombang mikro terhadap nilai derajat deasetilasi terlihat seperti pada **Gambar 2**.



Gambar 2. Pengaruh waktu radiasi derajat deasetilasi



Peningkatan waktu reaksi berpengaruh terhadap derajat deasetilasi yang diperoleh. Pada rentang waktu reaksi 3 menit sampai 15 menit terjadi peningkatan nilai derajat deasetilasi dan terjadi penurunan derajat deasetilasi pada berbagai daya yang digunakan. Pada saat menggunakan daya 400 Watt, derajat deasetilasi yang diperoleh semakin meningkat seiring bertambahnya waktu reaksi. Peningkatan derajat deasetilasi lebih dari 5% terjadi pada waktu reaksi 3-11 menit. Sedangkan peningkatan 3,25% terjadi pada waktu reaksi 11 menit ke 15 menit. Diperkirakan jika waktu reaksi ditambah lagi, maka kecenderungannya justru terjadi penurunan derajat deasetilasi.

Fenomena menurunnya derajat deasetilasi dapat disebabkan karena bertambahnya waktu reaksi dan daya yang digunakan. Namun dalam makalah ini tidak dibahas pengaruh daya *microwave*. Selain berpengaruh pada nilai derajat deasetilasi, kenaikan waktu reaksi akan menurunkan berat molekul kitosan yang dihasilkan, sehingga viskositas kitosan juga rendah (Sahu dkk., 2009). Daya *microwave* dan waktu reaksi merupakan dua faktor yang saling mempengaruhi. Kombinasi daya yang rendah dan waktu reaksi yang panjang merupakan pilihan yang bijak mengingat kombinasi tersebut dapat menghindari terjadinya degradasi termal produk. Semakin lama waktu reaksi, radiasi gelombang mikro yang dipancarkan semakin besar sehingga radiasi yang diserap oleh komponen reaksi semakin besar. Adanya orientasi komponen reaksi terhadap medan elektromagnet yang besar akan menghasilkan konversi energi kinetik menjadi energi panas yang besar pula sehingga gerak acak molekul semakin besar. Gerak acak molekul yang semakin besar menyebabkan tumbukan antar molekul yang semakin besar.

Pada suhu tertentu molekul-molekul cairan mempunyai energi tertentu dan bergerak dengan kecepatan tertentu. Kenaikan suhu akan menyebabkan bertambahnya energi molekul-molekul gas, sehingga kecepatan menguap senyawa-senyawa dalam campuran reaksi akan semakin besar. Pada penelitian ini, *oven microwave* yang digunakan tanpa modifikasi yaitu tidak dilengkapi dengan kondensor sehingga uap yang keluar dari bahan akan keluar dari reaktor.

Hasil deasetilasi pada waktu 3 menit tidak larut dalam asam asetat 1%, sedangkan pada 7 menit larut sebagian. Perbandingan hasil deasetilasi dengan metode lain terlihat pada **Tabel 1**. Hasil produk deasetilasi yang larut sempurna adalah pada waktu 15 menit yang kemudian di uji kualitasnya meliputi ukuran partikel, kadar air, kadar abu, warna larutan, derajat deasetilasi dan viskositas (**Tabel 2**). Secara umum kitosan hasil penelitian sesuai dengan standar kualitas kitosan yang disyaratkan (Bastaman, 1989; Sugita dkk, 2009).

Tabel 1. Perbandingan Hasil Penelitian.

Parameter	Rokhati (2006)	Arifin, dkk. (2011)	Dono (2012)	Penelitian Ini
Metode	Termokimia	Termokimia	Termokimia-Ultrasonik	<i>Microwave</i>
Konsentrasi NaOH (%)	50	70	70	70
Suhu (°C)	100	100	70	70
Waktu (menit)	60	60	30	15
Derajat Deasetilasi (%)	71,2	80,59	85,02	85,32
Kelarutan dalam Asam Asetat 1%	Larut	Larut	Larut	Larut

Tabel 2. Hasil Pengujian Produk Deasetilasi (Kitosan).

Parameter	Standar	Penelitian Ini
Ukuran Partikel	Serpihan sampai bubuk	Serpihan
Kadar Air (%)	≤10	9,23
Kadar Abu (%)	≤2	0,16
Warna Larutan	Jernih	Jernih
Derajat Deasetilasi (%)	≥70	85,32
Viskositas Rendah (cP)	<200	58,05

Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

1. Kondisi operasi reaksi deasetilasi terbaik sebagai fungsi waktu adalah 15 menit dengan daya *microwave* sebesar 400 Watt.
2. Kitosan yang dihasilkan memiliki kadar air 9,23%, kadar abu 0,16%, viskositas 58.05 cP dan derajat deasetilasi 85,32%.

Daftar Pustaka

Arifin, Z., Irawan, D., Rahim, M., 2011, *Produksi Kitosan Berbasis Limbah Udang Delta Mahakam: Tinjauan Proses dan Aplikasi*, Interpena, Yogyakarta.





- Bastaman, S., 1989, Studies on Degradation and Extraction of Chitin and Chitosan from Prawn Shell (*Nephrops norvegicus*), *Thesis*, The Queen's University of Belfast England, England.
- Dono, A., 2012, Pengaruh Konsentrasi NaOH dan Waktu Pada Proses Deasetilasi Kitin Menjadi Kitosan Berbantuan Ultrasonik, *Tugas Akhir*, Politeknik Negeri Samarinda, Samarinda.
- Dumais, Y., 2013, Kinetika Reaksi Deasetilasi Kitin Menjadi Kitosan Berbantuan Ultrasonik, *Tugas Akhir*, Politeknik Negeri Samarinda, Samarinda.
- Lee, 2000, How Microwaves Work", pp.1-3, Colorado University, Colorado.
- Liu, Z., Peng, L. and Kennedy, JF., 2005, The Technology of Molecular Manipulation and Modification Assisted by Microwaves as Applied to Starch Granules, *Carbohydrate Polymers*, 61, 374-378.
- Rokhati, N., 2006, Pengaruh Derajat Deasetilasi Khitosan dari Kulit Udang Terhadap Aplikasinya Sebagai Pengawet Makanan, *Reaktor*, Vol. 10, No. 2, hal 54-58.
- Sahu, A., Goswami, P., Bora, U., 2009, Microwave Mediated Rapid Synthesis Of Chitosan, *Jurnal Mater Sci*, 2009: 171-175.
- Sakti, LD., 2011, Optimasi Proses Deasetilasi Kitin Pada Pengolahan Limbah Udang Delta Mahakam Menjadi Kitosan, *Tugas Akhir*, Politeknik Negeri Samarinda, Samarinda.
- Sabnis, S., dan Block, L.H., 1997, Improved Infrared Spectroscopic Method for The Analysis of Degree of N-Deacetylation of Chitosan. *Polym Bull.*, 39, pp. 67-71.
- Sugita, P., Wukirsari, T., Sjahriza, A., Wahyono, D., 2009, *Kitosan Sumber Biomaterial Masa Depan*, IPB Press, Bogor.
- Sumnu, G., 2001, A Review on Microwave Baking of Foods, *International Journal of Food Science & Technology*, 36 (2):117-127.





Lembar Tanya Jawab
Moderator: Jarot Raharjo (Pusat Teknologi Material, BPPT)
Notulen : Adi Ilcham (UPN "Veteran" Yogyakarta)

1. Penanya : Sri Suhenry (UPN "Veteran" Yogyakarta)
Pertanyaan : Apakah bahan baku (kitin) yang digunakan pada proses deasetilasi dengan metode yang berbeda (konvensional dan ultrasonik) sama atau berbeda?
Jawaban : Bahan baku yang digunakan untuk kedua proses tersebut sama.
2. Penanya : Aspiyanto (LIPI)
Pertanyaan : Produk kitosan yang dihasilkan dari penelitian ini dapat digunakan untuk apa?
Jawaban : Kitosan dapat digunakan untuk pengawet makanan, farmasi, biomedical, dan lain-lain.
3. Penanya : Betty Ika Hidayah, Universitas Muhammadiyah Purwokerto
Pertanyaan : Struktur α dan β kitosan didasarkan pada apa?
Jawaban :
 - α dan β kitosan diidentifikasi berdasarkan FTIR
 - Produk yang dihasilkan adalah α -kitosan, yaitu teridentifikasi gugus amina pada bilangan gelombang 1650 dan 1559 cm^{-1} sekaligus.

