

Pembuatan Kitosan dari Kulit Udang dengan Ekstraksi Menggunakan *Microwave*

Ani Purwanti¹, Eka Sulistyaningsih², Kirana Alika Shania Indradi³, Chantica Saraswaty Putri Bunganaen⁴

^{1,3,4} Jurusan Teknik Kimia, Institut Sains dan Teknologi Akprind Yogyakarta

² Jurusan Teknik Industri, Institut Sains dan Teknologi Akprind Yogyakarta

Korespondensi: ani4wanti@akprind.ac.id

ABSTRAK

Penelitian untuk membuat kitosan dari kulit udang dilakukan dengan ekstraksi menggunakan gelombang mikro. Gelombang mikro merupakan sumber tenaga untuk memanaskan maupun menjadi katalis dalam suatu reaksi kimia. Penggunaan gelombang mikro mempunyai keuntungan, yaitu waktu proses yang singkat, efisiensi energi, pengawasan proses yang mudah, serta menghasilkan mutu hasil yang baik. Isolasi kitin dilakukan melalui beberapa tahapan yaitu demineralisasi, deproteinasi, dan deasetilasi. Proses deasetilasi kitin dilakukan dengan menggunakan lama waktu pemanasan yaitu 3, 7, 11, dan 15 menit dan konsentrasi NaOH sebesar 20%, 30%, 40%, dan 50%. Kitin sebanyak 1:20 (m/v) dicampurkan dengan NaOH pada tahap deasetilasi. Campuran diletakkan dalam oven *microwave* dan dipanaskan pada suhu 60°C. Kitosan dicuci sampai mencapai pH netral kemudian dikeringkan dalam oven sampai diperoleh massa yang konstan. Karakterisasi dilakukan menggunakan instrumen *Fourier Transform Infrared (FTIR)* dan kemudian dihitung derajat deasetilasinya. Dari perhitungan diperoleh hasil yang optimal dengan derajat deasetilasi kitosan 69,7954%, kadar air sebesar 1,90%, dan kadar abu 0,163% dengan waktu proses deasetilasi selama 3 menit dan menggunakan konsentrasi NaOH 50%.

Kata kunci: Kitin, Kitosan, Gelombang Mikro

ABSTRACT

The research has been conducted to make chitosan from shrimp shell with extraction using microwave. Microwave is a source of energy for heating and as a catalyst in a chemical reaction. The use of microwaves has advantages, namely short processing time, energy efficiency, easy process control, and produces good quality results. Isolation of chitin is done through three stages, namely demineralization, deproteination, and deacetylation. The process of deacetylation of chitin was done by varying heating time 3, 7, 11, and 15 minutes and varying NaOH concentration 20%, 30%, 40%, and 50%. 1:20 (mass/volume) of chitin were mixed with NaOH at the stage of deacetylation. The mixture put into the apparatus microwave in constant temperature at 60oC. Chitosan was washed until neutral and then was dried in oven until the mass was constant. The characterization was carried out using the Fourier Transform Infrared (FTIR) instrument and then the degree of deacetylation was calculated. The results that showed the degree of deacetylation is 69,7954%, water content 1.90%, and ash content 0.16% was achieved at reaction time in 3 minutes and NaOH concentration in 50%.

Keyword: Chitin, Chitosan, Microwave

1. PENDAHULUAN

Komoditas udang di Indonesia diekspor ke luar negeri dalam bentuk tanpa kepala, ekor, dan kulitnya. Bagian udang yang dibuang disebut dengan limbah udang, yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan kerupuk udang, terasi, dan bahan campuran pakan ternak. Di negara maju seperti Jepang dan Amerika, limbah udang dimanfaatkan dalam berbagai bidang industri seperti pangan, pertanian, kesehatan, farmasi, dan biokimia. Salah satu produk dari limbah udang yang sudah dikembangkan dan dimanfaatkan dalam industri adalah kitosan.

Kandungan kulit udang berupa protein (25-40%), kitin (15-20%), dan kalsium karbonat (45-50%). Kitosan merupakan biopolimer yang dihasilkan dari deasetilasi kitin. Kitosan lebih ramah lingkungan karena merupakan bahan alami yang biodegradable serta tidak beracun [1]. Proses pembuatan kitosan terdiri dari tiga proses utama yaitu proses penghilangan mineral melalui proses demineralisasi, proses penghilangan protein melalui proses deproteinasi, dan proses penghilangan gugus asetil atau disebut dengan proses deasetilasi [2], [3].

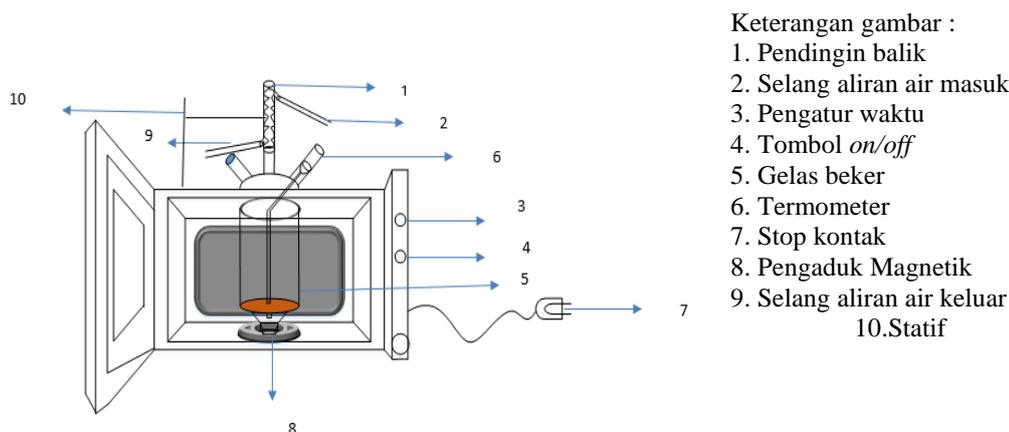
Pada saat ini produksi kitosan masih dilakukan dengan metode kimiawi konvensional. Proses ini memerlukan larutan alkali (NaOH) dengan konsentrasi yang tinggi, suhu yang tinggi, serta waktu proses yang

lama. Kondisi proses ini menyebabkan proses pembuatan kitosan menjadi kurang efisien. Oleh karena itu, perlu dilakukan suatu inovasi teknologi dalam pembuatan kitosan sehingga proses produksi menjadi lebih efisien dalam hal kebutuhan bahan kimia dan waktu yang digunakan, tetapi tetap diperoleh hasil kitosan yang lebih optimal [4].

Gelombang mikro (*microwave*) merupakan salah satu inovasi teknologi yang sudah mulai digunakan dalam berbagai industri pangan dan kimia, salah satunya dalam pengolahan kitosan dari limbah udang. *Microwave* dapat sebagai sumber energi untuk memanaskan atau mengeringkan suatu bahan, dan dapat juga bertindak sebagai katalis reaksi kimia dalam proses industri. Beberapa keuntungan dalam penggunaan *microwave* antara lain waktu pemanasan yang cepat, mempunyai efisiensi energi tinggi, dan biaya proses yang relatif lebih murah. Beberapa penelitian terdahulu tentang pembuatan kitosan menggunakan *microwave* sudah banyak dilakukan, tetapi masih menggunakan *microwave* yang berdaya besar untuk menghasilkan kitosan dengan derajat deasetilasi yang tinggi [5], [6], [7], waktu proses untuk proses demineralisasi dan deasetilasi yang relatif masih lama [7], [8]. Oleh sebab itu penelitian tentang proses pembuatan kitosan dari limbah kulit udang yang berasal dari daerah Cirebon menggunakan *microwave* dengan daya rendah perlu dilakukan untuk beberapa variabel proses deasetilasi.

2. METODE PENELITIAN

Proses pembuatan kitosan dari kulit udang, meliputi proses preparasi sampel, proses pembuatan serbuk kitin (demineralisasi dan deproteinasi), serta proses deasetilasi kitin menjadi kitosan menggunakan peralatan seperti terlihat pada Gambar 1. Kulit udang yang digunakan dalam penelitian ini berasal dari Pasar Kanoman, Cirebon. Tahap persiapan sampel serbuk kulit udang, pertama bahan baku yaitu kulit udang dicuci menggunakan air mendidih sebanyak 5 kali untuk menghilangkan semua kotoran, lalu dicuci dengan akuades, dan dikeringkan pada 85°C selama 4 jam dalam oven. Kemudian kulit udang kering dihancurkan menggunakan blender lalu disaring sehingga diperoleh serbuk kulit udang yang lolos saringan 60 mesh dan tertahan 80 mesh.



Gambar 1. Rangkaian alat pembuatan kitosan

Tahap selanjutnya adalah pembuatan serbuk kitin dengan proses demineralisasi dan deproteinasi. Pada tahap demineralisasi bahan baku serbuk kulit udang, ditimbang sebanyak 30 gram kemudian dimasukkan ke dalam gelas beker 600 ml dan ditambahkan 300 ml larutan HCl 3 M. Rasio bahan baku dengan larutan asam yang digunakan 1/10 (b/v) [9]. Kemudian sampel dipanaskan selama 8 menit dengan daya 450 W menggunakan *microwave* pada suhu 60°C. Kemudian campuran disaring dan dicuci dengan akuades menggunakan penyaring vakum sampai diperoleh filtrat hasil penyaringan yang netral (pH 7). Padatan hasil kemudian dioven pada suhu 80°C selama 18 jam.

Endapan kering hasil proses demineralisasi dimasukkan ke dalam gelas beker 600 ml dan ditambahkan larutan NaOH 10% dengan perbandingan 1/10 (b/v) [9]. Campuran kemudian ditempatkan di oven *microwave* selama 8 menit dan pada suhu 60°C. Sampel kemudian disaring dan dicuci dengan air suling menggunakan penyaring vakum sampai netral, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 80°C selama 18 jam.

Kitin yang telah terbentuk pada proses deproteinasi, selanjutnya diproses deasetilasi dengan menambahkan larutan NaOH dengan kadar tertentu dengan perbandingan 1:20 (b/v) [9]. Proses deasetilasi dilakukan dengan memasukkan kitin dan larutan NaOH 50% ke dalam gelas beker 600 mL. Sampel kemudian

dimasukkan dalam oven *microwave* yang bekerja pada daya 450 Watt dengan variasi proses pemanasan selama 3, 7, 11, dan 15 menit. Dari hasil percobaan menggunakan variasi waktu tersebut kemudian dilakukan proses deasetilasi yang sama dengan melakukan variasi konsentrasi NaOH yang digunakan yaitu 20%, 30%, 40%, dan 50%. Proses deasetilasi dilakukan selama 3 menit pada suhu 60°C, sampel hasil kemudian disaring dan dicuci dengan akuades menggunakan penyaring vakum, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 80°C selama 18 jam.

Kitosan hasil proses deasetilasi kemudian dianalisis kadar airnya [10]. Analisis kadar air dilakukan dengan cara cawan porselein yang telah dibersihkan kemudian dipanaskan dalam oven pada suhu 110°C selama 30 menit. Kemudian didinginkan dalam eksikator selama 5 menit dan ditimbang. Sampel kitosan sebanyak 1 gram dimasukkan ke dalam cawan porselein. Cawan beserta sampel dipanaskan dalam oven pada suhu 80°C selama 30 menit. Selanjutnya didinginkan dalam eksikator selama 5 menit dan ditimbang. Lakukan berulang-ulang sampai diperoleh berat yang konstan. Kemudian kadar air dihitung dengan menggunakan rumus seperti terlihat pada persamaan 1.

$$\text{Kadar air (\%)} = (\text{berat bahan awal} - \text{berat bahan akhir}) / (\text{berat bahan awal}) \times 100\% \quad (1)$$

Analisa lain yang dilakukan adalah analisa kadar abu dengan menggunakan alat *muffle furnace* [10]. Proses analisa dilakukan dengan beberapa tahapan yaitu kurs porselein yang telah dibersihkan, kemudian dipanaskan dalam oven pada suhu 110°C selama 30 menit kemudian ditunggu hingga dingin dan ditimbang. Masukkan bahan dengan massa tertentu dalam kurs porselein tersebut, kemudian dibakar dalam *muffle furnace*. Selanjutnya krus porselein dan sampel dimasukkan ke dalam eksikator dan ditimbang. Kadar abu dapat dihitung berdasarkan rumus seperti terlihat pada persamaan (2).

$$\text{Kadar Abu} = ((\text{berat krus} + \text{abu}) - \text{berat kurs}) / (\text{berat kitosan}) \times 100\% \quad (2)$$

Sampel kitosan juga dianalisa derajat deasetilasinya. Analisis derajat deasetilasi dilakukan dengan FTIR dan dianalisis di Laboratorium Terpadu UII. Kitosan dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk menganalisis gugus fungsi karakteristiknya kemudian dibandingkan dengan pita serapan kitosan. Ciri khas karakteristik kitosan adalah pada gugus amida dan gugus hidroksil. Letak serapan khas gugus amida pada bilangan gelombang 1655-1310 1/cm sedangkan gugus hidroksil pada gelombang 3550-3300 1/cm [11]. Nilai derajat deasetilasi dapat dihitung dengan rumus baseline baxter, seperti terlihat pada persamaan (3).

$$\%DD = 100 - \left[\left(\frac{A_{1655}}{A_{3450}} \right) \times 1,15 \right] \times 100\% \quad (3)$$

3. HASIL DAN ANALISIS

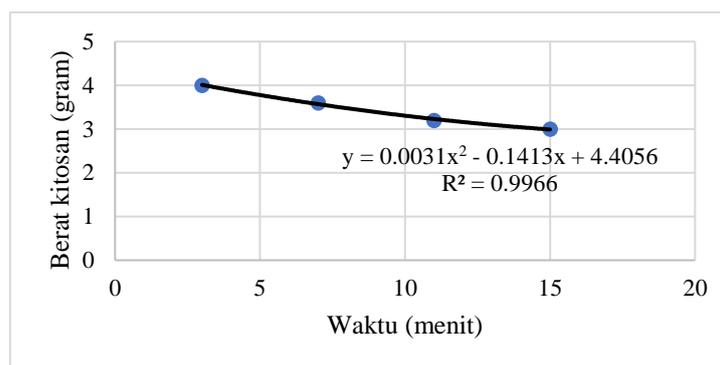
Dalam proses menggunakan *microwave*, memanfaatkan panas yang ditimbulkan oleh system ini. Gelombang mikro dalam oven *microwave* akan memutar molekul air. Molekul air yang merupakan molekul polar memiliki kutub yang bermuatan negatif dan sisi lain yang bermuatan positif. Apabila salah satu kutub atau kedua kutub berada pada medan listrik sejenis yang berasal dari gelombang mikro, maka akan terjadi gaya tolak menolak yang menyebabkan molekul air akan berputar. Karena proses rotasi tersebut maka akan terjadi gesekan sehingga timbul panas [12].

Dalam penelitian ini diperoleh data pengaruh lama waktu pemanasan dengan oven *microwave* terhadap jumlah serbuk kitosan yang dihasilkan dan juga kadar air serta kadar abu kitosan hasil, seperti terlihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Data berat, kadar air, dan kadar abu kitosan hasil pada proses dengan variasi waktu pemanasan

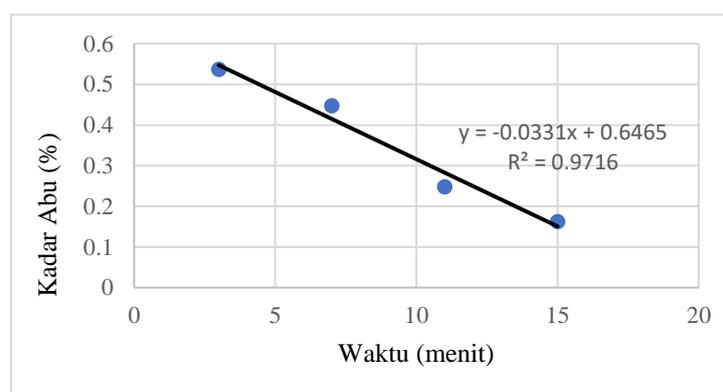
Waktu (menit)	Berat kitosan (gram)	Kadar air (%)	Kadar abu (%)
3	4	8,333	0,537
7	3,6	6,716	0,448
11	3,2	4,317	0,248
15	3	4,263	0,163

Berdasarkan data hasil penelitian pada Tabel 1, dapat dibuat grafik hubungan antara waktu pemanasan pada proses deasetilasi dengan berat kitosan yang dihasilkan seperti pada Gambar 2 berikut.



Gambar 2. Hubungan antara waktu deasetilasi dengan berat kitosan hasil.

Pada Tabel 1 dan Gambar 2 diatas dapat dilihat bahwa semakin lama waktu pemanasan dengan *microwave* maka berat kitosan yang dihasilkan semakin sedikit. Hasil kitosan terbanyak adalah pada waktu pemanasan 3 menit yaitu sebanyak 4 gram. Sedangkan grafik hubungan antara waktu pemanasan dengan kadar abu yang diperoleh dari Tabel 1 dapat dilihat pada Gambar 3 berikut.



Gambar 3. Hubungan antara waktu deasetilasi dengan kadar abu kitosan.

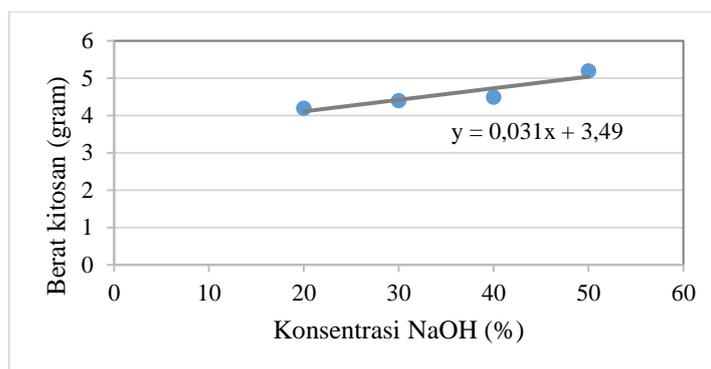
Dari data yang diperoleh dari Tabel 1 dan Gambar 3 diatas dapat dilihat bahwa semakin lama waktu pemanasan maka semakin rendah kadar abunya hal ini berarti semakin lama waktu pemanasan maka semakin baik mutu kitosan, karena kadar mineral yang terkandung dalam kitosan semakin rendah. Berdasarkan data kualitas standar kitosan dalam dunia perdagangan memiliki nilai komersial untuk standar abu sebesar <2% (berat kering). Dari variasi lama waktu pemanasan dalam *microwave*, diperoleh hasil yang paling optimal yaitu proses pemanasan selama 3 menit dengan hasil kitosan sebanyak 4 gram, kadar air sebesar 0,833%, dan kadar abu sebesar 0,537%. Kitosan yang diperoleh pada kondisi ini memiliki derajat deasetilasi sebesar 58,1890%.

Selanjutnya untuk data pengaruh konsentrasi NaOH yang digunakan dalam proses deasetilasi dengan oven *microwave* terhadap jumlah serbuk kitosan yang dihasilkan dan juga kadar air serta kadar abu kitosan hasil, seperti terlihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Data berat, kadar air, dan kadar abu kitosan hasil pada proses dengan variasi konsentrasi NaOH dengan waktu deasetilasi selama 3 menit

Konsentrasi NaOH (%)	Berat kitosan (gram)	Kadar air (%)	Kadar abu (%)
20	4,2	9,52	2,507
30	4,4	4,76	1,778
40	4,5	4,76	1,233
50	5,2	1,9	0,481

Berdasarkan data hasil penelitian pada Tabel 2, dapat dibuat grafik hubungan antara konsentrasi NaOH pada proses deasetilasi dengan berat kitosan yang dihasilkan seperti pada Gambar 4 berikut.



Gambar 4. Hubungan antara konsentrasi NaOH dengan berat kitosan.

Berdasarkan data di atas dapat dilihat bahwa semakin besar konsentrasi NaOH maka semakin banyak kitosan yang dihasilkan. Hal ini bisa terjadi dikarenakan larutan NaOH yang pekat dapat mengubah kitin menjadi kitosan lebih sempurna pada saat proses deasetilasi. Hasil optimal yang diperoleh dari penelitian ini adalah proses deasetilasi menggunakan larutan NaOH 50% dengan kitosan hasil 5,2 gram, kadar air 1,9%, kadar abu sebesar 0,481%, dan derajat deasetilasi sebesar 69,7954 %. Perbandingan kitosan yang dihasilkan dengan kitosan standar, adalah seperti terlihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil pengujian kitosan dengan variabel lama waktu pemanasan

Parameter	Standar	Penelitian ini
Ukuran Partikel	Serpihan-serbuk	Serpihan
Kadar Air (%)	≤ 10	1,9
Kadar Abu (%)	≤ 2	0,481
Derajat Deasetilasi (%)	≥ 70	69,7954

Apabila dibandingkan dengan penelitian terdahulu, misalnya penelitian deasetilasi kitin menggunakan *microwave* [13], dengan konsentrasi NaOH 70%, suhu proses 70°C, waktu deasetilasi selama 15 menit, diperoleh kitosan dengan derajat deasetilasi sebesar 85,32%. Menurut percobaan yang dilakukan pada proses deasetilasi kitin [8], dengan proses deproteinasi selama 2 jam, demineralisasi selama 1 jam pada 75°C, dan proses deasetilasi dengan *microwave* selama 15 menit, menghasilkan kitosan dengan derajat deasetilasi sebesar 62,72%.

4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut semakin lama waktu pemanasan dengan *microwave* akan menghasilkan hasil kitosan yang lebih sedikit, sedangkan dengan semakin besar konsentrasi NaOH yang digunakan pada tahap deasetilasi pada sintesis kitosan menggunakan *microwave* menghasilkan jumlah kitosan yang semakin meningkat. Pada penelitian ini diperoleh hasil yang optimum pada proses deasetilasi selama 3 menit, dengan konsentrasi NaOH yang digunakan sebesar 50%, dan suhu pemanasan 60°C. Pada proses tersebut diperoleh hasil kitosan dengan derajat deasetilasi sebesar 69,7954, kadar air sebesar 1,9%, serta kadar abu 0,163%. Derajat deasetilasi kitosan hasil penelitian ini masih belum memenuhi standar yang disyaratkan yaitu ≥ 70%, sehingga masih perlu dilakukan proses optimasi lanjutan.

UCAPAN TERIMA KASIH

Kami ucapkan terima kasih yang setinggi-tingginya kepada Lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat, Institut Sains & Teknologi AKPRIND Yogyakarta atas dana penelitian yang diberikan sehingga penelitian ini dapat dilaksanakan dengan baik.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Suhardi. Kitin dan Kitosan. Yogyakarta: Pusat Antar Universitas Pangan dan Gizi PAU Universitas Gajah Mada. 1992.
- [2] Tolaimatea A, Desbrieresb J, Rhazia M, Alaguic A. Contribution to the Preparation of Chitins and Chitosans with Controlled Physico-chemical Properties. *Polymer*. 2003, 7939–7952.
- [3] Rege PR, Lawrence HB. Chitosan Processing: Influence of Process Parameters during Acidic and Alkaline Hydrolysis and Effect of the Processing Sequence on the Resultant Chitosan's Properties. *Carbohydr. Res.* 1999. 321: 235-245
- [4] Kurniasih M, Kartika D. Sintesis dan Karakterisasi Fisika-Kimia Kitosan. *Jurnal Inovasi*. 2011. 5 (1): 42-48

-
- [5] Samar M. Physicochemical, Function, Antioxidant, and Antibacterial, Properties of Chitosan Extracted from Shrimp Wastes by Microwave Technique. *Annals of Agricultural Science*. 2013. 58(1): 33-41.
- [6] Lashini A. Eco-friendly Extraction and Characterization of Chitin and Chitosan from the Shrimp Shell Waste via Microwave Irradiation. *Process Safety and Environmental Protection*. 2016. 395-405.
- [7] Ibrahim A. Effect of some Extraction Techniques on Properties and Economic of Chitosan obtained from Shrimp Shells Waste. *Egyptian Journal of Aquatic Biology & Fisheries*. 2019. 23(2): 123-131.
- [8] Zaeni A. Efek Microwave pada Proses Deasetilasi Kitin dari Limbah Cangkang Udang. *Jurnal Aplikasi Fisika*. 2017. 13(2): 48-53.
- [9] Lahsini A. Rapid and Efficient Extraction of Chitin and Chitosan for Scale-up Production: Effect of Process Parameters on Deacetylation Degree and Molecular Weight. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2019. 1092-1102.
- [10] Sudarmaji. *Prosedur Analisa untuk Bahan Makanan dan Pertanian*. Yogyakarta: Liberty. 1994.
- [11] Khan TA. Reporting Degree of Deacetylation Values of Chitosan: The Influence of Analytical Methods. *J Pharm Pharmaceut Sci*. 2002. 5(3): 205-212.
- [12] Lee. *How Microwaves Work*. Colorado: Colorado University. 2000: 1-3.
- [13] Arifin Z. *Microwave-Assisted Deacetylation of Chitin from Shrimp Shells*. Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia "Kejuangan" Pengembangan Teknologi Kimia untuk Pengolahan Sumber Daya Alam Indonesia. 2000: B2-1-B2-5.