

OPTIMASI PROSES DEASETILASI KITIN BERBASIS *MICROWAVE* UNTUK PRODUKSI KITOSAN DENGAN DERAJAT DEASETILASI TINGGI

¹Ani Purwanti

¹Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas AKPRIND Indonesia

Jl. Kalisahak No.28, Gondokusuman, Kota Yogyakarta, Daerah Istimewa Yogyakarta 55222
Telp.(0274) 563029

ani4wanti@akprind.ac.id

ABSTRAK

Kitosan merupakan biopolimer hasil deasetilasi kitin yang banyak dimanfaatkan pada berbagai bidang karena bersifat biodegradable dan biokompatibel. Namun, proses deasetilasi konvensional cenderung memerlukan kondisi operasi yang ekstrim sehingga berpotensi menyebabkan degradasi rantai polimer dan penurunan yield kitosan. Penelitian ini bertujuan untuk mengoptimasi proses deasetilasi kitin berbasis microwave guna memperoleh kitosan dengan derajat deasetilasi (DD) $\geq 75\%$ dan degradasi massa yang minimal. Optimasi dilakukan secara simultan terhadap beberapa parameter proses, meliputi konsentrasi NaOH (40–70% b/v), suhu reaksi (60–80°C), daya microwave (300–600 W), dan rasio pelarut NaOH:kitin (1:10–1:20 b/v). Derajat deasetilasi ditentukan menggunakan analisis FTIR, sedangkan yield kitosan dihitung berdasarkan perbandingan massa kitosan kering terhadap massa awal kitin. Hasil penelitian menunjukkan bahwa peningkatan intensitas kondisi proses mampu meningkatkan derajat deasetilasi, namun secara bersamaan menurunkan yield kitosan akibat degradasi rantai polimer. Kondisi optimum diperoleh pada konsentrasi NaOH 60% (b/v), suhu 70 °C, daya microwave 450 W, dan rasio NaOH:kitin 1:15 (b/v), yang menghasilkan kitosan dengan derajat deasetilasi $\geq 75\%$ dan yield sekitar 70%. Hasil ini menunjukkan bahwa optimasi simultan parameter proses efektif dalam menghasilkan kitosan bermutu tinggi dengan efisiensi proses yang baik.

Kata Kunci : kitosan, deasetilasi, *microwave*, optimasi, kulit udang

PENDAHULUAN

Kitosan merupakan biopolimer alami hasil deasetilasi kitin yang banyak dimanfaatkan pada bidang pangan, farmasi, biomedis, dan lingkungan karena bersifat biodegradable, biokompatibel, serta tidak beracun. Kitin yang merupakan bahan baku kitosan umumnya diperoleh dari limbah cangkang hewan laut seperti udang dan kepiting yang jumlahnya melimpah sebagai produk samping industri perikanan [1]. Pemanfaatan limbah kulit udang sebagai sumber kitosan tidak hanya bernilai ekonomis, tetapi juga berkontribusi terhadap pengurangan limbah industri dan peningkatan nilai tambah sumber daya hayati.

Secara konvensional, proses deasetilasi kitin menjadi kitosan dilakukan menggunakan larutan alkali kuat dengan konsentrasi tinggi (40–70% NaOH), suhu tinggi (≥ 90 °C), serta waktu reaksi yang relatif lama [2]. Kondisi operasi yang ekstrim tersebut sering kali menyebabkan

degradasi rantai polimer kitosan, penurunan berat molekul, serta berkurangnya yield produk akibat terjadinya depolimerisasi dan pelarutan sebagian kitosan selama proses [3]. Selain itu, proses konvensional juga memerlukan konsumsi energi yang besar dan efisiensi proses yang relatif rendah, sehingga kurang sesuai untuk pengembangan proses yang berkelanjutan.

Penggunaan gelombang mikro (*microwave*) sebagai sumber energi alternatif dalam proses deasetilasi telah dikembangkan sebagai solusi terhadap keterbatasan metode konvensional. Pemanasan *microwave* bekerja secara volumetrik dan selektif melalui mekanisme pemanasan dielektrik, sehingga energi panas dapat dihasilkan langsung di dalam material reaktan [4]. Mekanisme ini memungkinkan laju reaksi yang lebih cepat, distribusi panas yang lebih merata, serta pengurangan waktu dan energi proses dibandingkan pemanasan konvensional [5]. Beberapa penelitian melaporkan bahwa deasetilasi berbasis *microwave* mampu meningkatkan derajat deasetilasi kitosan dalam waktu yang lebih singkat [6].

Namun demikian, sebagian besar penelitian terdahulu masih berfokus pada pengaruh satu parameter proses secara terpisah, seperti konsentrasi NaOH, waktu pemanasan, atau daya *microwave* [7]. Pendekatan peningkatan derajat deasetilasi melalui penguatan satu parameter tertentu tersebut belum sepenuhnya menggambarkan interaksi antarparameter yang secara simultan memengaruhi mutu kitosan. Selain itu, kajian mengenai hubungan antara peningkatan derajat deasetilasi (DD) dan degradasi massa atau penurunan yield kitosan masih relatif terbatas dan juga belum secara komprehensif membahas keterkaitan antara peningkatan DD dan stabilitas massa kitosan yang dihasilkan [2, 3, 8]. Dalam praktiknya, peningkatan DD yang agresif sering kali diikuti oleh akibat degradasi rantai polimer, sehingga menghasilkan kitosan dengan yield rendah dan potensi penurunan sifat fungsional [9]. Penurunan stabilitas struktur polimer akibat degradasi rantai kitosan dilaporkan dapat berpengaruh pada integritas struktur dan sifat mekanik polimer sehingga membatasi performa kitosan pada aplikasi biomedis [10, 11]. Hal ini mendorong diperlukan optimasi kondisi operasi yang seimbang.

Berbeda dengan penelitian sebelumnya yang umumnya mengevaluasi parameter proses secara terpisah, penelitian ini menggunakan pendekatan optimasi multivariabel berbasis *microwave* untuk mengkaji interaksi antarparameter deasetilasi secara simultan [1, 6, 7]. Pendekatan optimasi multivariabel memungkinkan evaluasi yang lebih menyeluruh dan komprehensif terhadap keseimbangan antara peningkatan derajat deasetilasi dan degradasi rantai polimer/ stabilitas massa kitosan, yang masih relatif terbatas dibahas dalam literatur, khususnya pada proses deasetilasi berbasis *microwave* [5, 8]. Dengan mempertimbangkan interaksi antara konsentrasi NaOH, suhu reaksi, daya *microwave*, dan rasio pelarut secara bersamaan, penelitian ini diharapkan mampu memberikan pemahaman yang lebih mendalam mengenai kondisi operasi optimum yang tidak hanya menghasilkan derajat deasetilasi tinggi, tetapi juga meminimalkan degradasi massa kitosan [4, 6].

Oleh karena itu, penelitian ini diarahkan pada optimasi simultan beberapa parameter kunci proses deasetilasi berbasis *microwave*, meliputi konsentrasi NaOH, suhu reaksi, daya *microwave*, dan rasio pelarut. Penelitian ini bertujuan untuk mengoptimasi parameter deasetilasi berbasis *microwave* guna memperoleh kitosan dengan derajat deasetilasi $\geq 75\%$ serta degradasi massa yang minimal, sehingga dihasilkan kitosan dengan mutu tinggi dan efisiensi proses yang lebih baik. Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi ilmiah dalam pengembangan proses produksi kitosan yang lebih efisien, terkontrol, dan berkelanjutan, serta berpotensi diaplikasikan pada skala yang lebih besar [1, 12].

METODE

Bahan dan Alat

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah kulit udang yang diperoleh dari industri pengolahan hasil perikanan. Bahan kimia yang digunakan meliputi natrium hidroksida (NaOH) dengan konsentrasi 40%, 50%, 60%, dan 70% (b/v), asam klorida (HCl) 1–3 M, serta akuades. Seluruh bahan kimia yang digunakan memiliki tingkat kemurnian pro analysis (p.a.).

Peralatan yang digunakan meliputi oven pengering, blender, ayakan 60–80 mesh, gelas beker, labu ukur, pengaduk magnetik, termometer, alat penyaring vakum, serta oven *microwave* dengan pengaturan daya dan suhu. Karakterisasi kitosan dilakukan menggunakan Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR).

Preparasi Kitin dari Kulit Udang

Kulit udang dicuci menggunakan air mengalir hingga bersih untuk menghilangkan sisa kotoran, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 80 °C selama 12 jam hingga berat konstan. Bahan kering digiling dan diayak hingga diperoleh ukuran partikel lolos 60 mesh dan tertahan 80 mesh.

Proses demineralisasi dilakukan dengan merendam 30 g serbuk kulit udang dalam larutan HCl 1–3 M dengan rasio bahan terhadap pelarut 1:10 (b/v), kemudian dipanaskan menggunakan *microwave* pada suhu 60 °C selama 8 menit. Endapan dicuci dengan akuades hingga pH netral dan dikeringkan pada suhu 80 °C. Tahap deproteinasi dilakukan dengan larutan NaOH 10% (b/v) pada rasio 1:10 (b/v) dan dipanaskan menggunakan *microwave* pada suhu 60 °C selama 8 menit. Endapan hasil deproteinasi dicuci hingga pH netral dan dikeringkan untuk memperoleh kitin [13, 14].

Proses Deasetilasi Berbasis *Microwave*

Proses deasetilasi dilakukan dengan menambahkan kitin ke dalam larutan NaOH dengan variasi konsentrasi 40–70% (b/v). Rasio kitin terhadap larutan NaOH divariasikan sebesar 1:10, 1:15, dan 1:20 (b/v). Campuran diproses menggunakan oven *microwave* dengan variasi suhu 60–80 °C dan daya 300–600 W selama waktu reaksi tetap (10–15 menit).

Setelah proses deasetilasi selesai, campuran didinginkan pada suhu ruang, disaring, dan dicuci menggunakan akuades hingga pH netral. Kitosan yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 80 °C hingga berat konstan sebelum dilakukan analisis lebih lanjut [15, 16].

Variabel Penelitian

Variabel bebas dalam penelitian ini meliputi konsentrasi NaOH, suhu deasetilasi, daya *microwave*, dan rasio pelarut terhadap bahan. Variabel terikat yang diamati adalah derajat deasetilasi dan yield kitosan. Variabel tetap meliputi ukuran partikel kitin, prosedur pencucian, waktu reaksi, dan metode pengeringan.

Desain Eksperimen

Penelitian ini menggunakan pendekatan desain penelitian seperti pada Tabel 1 untuk mengevaluasi pengaruh dan interaksi antarparameter proses terhadap derajat deasetilasi dan yield kitosan (degradasi massa kitosan) secara efisien [17].

Tabel 1. Desain Eksperimen Deasetilasi Berbasis *Microwave*

Faktor	Variasi 1	Variasi 2	Variasi 3
Konsentrasi NaOH (%)	40	60	70
Suhu (°C)	60	70	80
Daya <i>Microwave</i> (W)	300	450	600

Rasio NaOH : Kitin (b/v)	1:10	1:15	1:20
--------------------------	------	------	------

Analisis Derajat Deasetilasi

Derajat deasetilasi kitosan dianalisis menggunakan FTIR pada rentang bilangan gelombang 4000–400 cm^{-1} . Nilai derajat deasetilasi dihitung berdasarkan rasio absorbansi gugus amida ($\pm 1655 \text{ cm}^{-1}$) dan gugus hidroksil ($\pm 3450 \text{ cm}^{-1}$) menggunakan metode baseline [18].

Analisis Yield Kitosan

Yield kitosan dihitung berdasarkan perbandingan massa kitosan kering hasil deasetilasi terhadap massa awal kitin, dinyatakan dalam persen (%) sebagaimana ditunjukkan pada Persamaan (1):

$$\text{Yield (\%)} = \frac{\text{massa kitosan kering}}{\text{massa kitin awal}} \times 100$$

Analisis Data dan Optimasi Proses

Data dianalisis secara kuantitatif untuk mengevaluasi pengaruh parameter proses terhadap derajat deasetilasi dan yield kitosan. Kondisi optimum ditentukan berdasarkan kriteria derajat deasetilasi $\geq 75\%$ dengan degradasi massa minimal, yang ditunjukkan oleh nilai yield kitosan yang relatif tinggi [19].

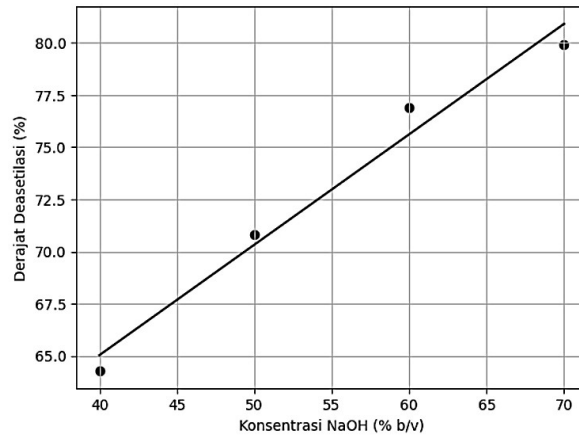
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengaruh Konsentrasi NaOH terhadap Derajat Deasetilasi dan Yield Kitosan

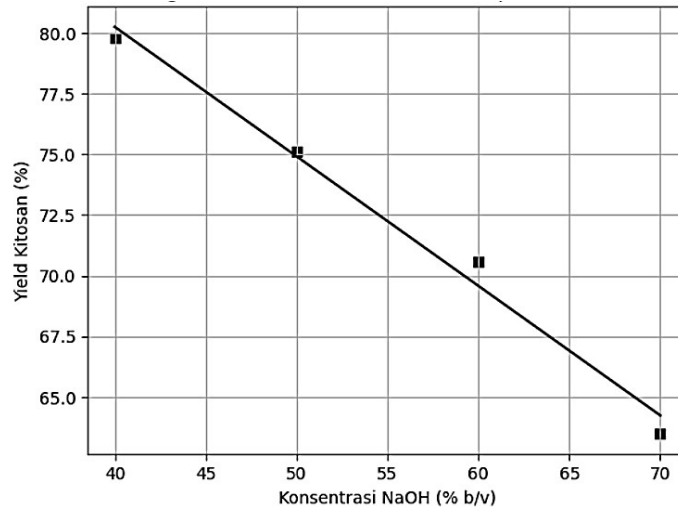
Konsentrasi NaOH merupakan parameter dominan dalam proses deasetilasi kitin karena secara langsung menentukan intensitas reaksi hidrolisis gugus asetil pada rantai polisakarida. Pengaruh konsentrasi NaOH terhadap derajat deasetilasi dan yield kitosan diamati pada kondisi suhu proses 70°C, rasio pelarut 1:15 (b/v), dan daya *microwave* 450 W. Hasil penelitian menunjukkan bahwa peningkatan konsentrasi NaOH dari 40% hingga 70% menyebabkan peningkatan derajat deasetilasi (DD) kitosan secara signifikan. Hasil percobaan pengaruh konsentrasi NaOH terhadap derajat deasetilasi dan yield kitosan terlihat pada Tabel 2, Gambar 1, dan Gambar 2.

Tabel 2. Pengaruh Konsentrasi NaOH terhadap Derajat Deasetilasi dan Yield Kitosan

Konsentrasi NaOH (% b/v)	Derajat Deasetilasi (%)	Yield Kitosan (%)
40	64,3	79,8
50	70,8	75,1
60	76,9	70,6
70	79,9	63,5



Gambar 1. Pengaruh Konsentrasi NaOH terhadap Derajat Deasetilasi Kitosan



Gambar 2. Pengaruh Konsentrasi NaOH terhadap Yield Kitosan

Pada konsentrasi NaOH 40%, nilai DD rata-rata mencapai 64,3%, menunjukkan bahwa proses deasetilasi belum berlangsung secara optimal. Kondisi ini disebabkan oleh keterbatasan jumlah ion hidroksida (OH^-) yang berperan dalam pemutusan ikatan amida pada gugus asetil kitin. Seiring peningkatan konsentrasi NaOH menjadi 50% dan 60%, nilai DD meningkat secara bertahap hingga mencapai kisaran 70,8–76,9%. Peningkatan ini mengindikasikan bahwa jumlah ion OH^- yang tersedia semakin mencukupi untuk mempercepat reaksi hidrolisis gugus asetil menjadi gugus amina bebas ($-\text{NH}_2$). Pada kondisi ini, reaksi deasetilasi berlangsung lebih efektif dan merata pada seluruh permukaan partikel kitin, sehingga derajat substitusi gugus amina meningkat secara signifikan [20]. Kenaikan ini menunjukkan bahwa peningkatan kekuatan alkali mempercepat reaksi hidrolisis gugus amida, sehingga lebih banyak gugus asetil terkonversi menjadi gugus amina bebas. Pada konsentrasi NaOH 60%, nilai DD meningkat lebih lanjut menjadi 76,9%, yang telah memenuhi kriteria kitosan bermutu tinggi ($\text{DD} \geq 75\%$).

Pada konsentrasi NaOH 70%, nilai DD tertinggi diperoleh, yaitu mencapai 79,9%. Peningkatan DD pada rentang 60-70% relatif kecil dibandingkan dengan kenaikan pada rentang 40-60%, yang menunjukkan bahwa reaksi deasetilasi mulai mendekati kondisi jenuh. Pada tahap ini, sebagian besar gugus asetil pada rantai kitin telah berhasil dilepaskan, peningkatan konsentrasi alkali hingga level ini tidak lagi memberikan peningkatan DD yang

signifikan, tetapi juga memicu reaksi samping berupa degradasi rantai polimer. Alkali pekat dalam kondisi suhu dan energi *microwave* yang cukup tinggi dapat menyebabkan pemutusan ikatan glikosidik β -(1 $\rightarrow$ 4) pada tulang punggung polisakarida, sehingga rantai kitosan mengalami depolimerisasi [21].

Dari Tabel 2 dan Gambar 2 menunjukkan bahwa dampak degradasi polimer ini tercermin jelas pada penurunan yield kitosan. Yield kitosan pada konsentrasi NaOH 40% masih relatif tinggi, yaitu sekitar 79,8%, karena struktur polimer masih relatif stabil dan kehilangan massa akibat degradasi masih minimal.

Peningkatan konsentrasi NaOH menjadi 50% menyebabkan penurunan yield menjadi 75,1%, sedangkan pada konsentrasi 60% yield turun lebih lanjut menjadi 70,6%. Penurunan ini mengindikasikan bahwa sebagian rantai kitosan mulai mengalami pemutusan ikatan glikosidik akibat kondisi alkali yang semakin kuat. Fenomena ini menjadi lebih jelas pada konsentrasi NaOH 60% dan 70%, di mana pada konsentrasi NaOH 60% yield mulai menurun hingga 70,6%, dan penurunan menjadi semakin signifikan pada konsentrasi 70%, dengan yield hanya berkisar 63,5%. Penurunan yield yang signifikan pada konsentrasi alkali tinggi menunjukkan bahwa meskipun derajat deasetilasi meningkat, degradasi massa kitosan juga meningkat. Penurunan massa akhir produk ini dimungkinkan karena sebagian kitosan bermassa molekul rendah yang terbentuk selama proses depolimerisasi terlarut atau terbuang selama tahap pencucian.

Hasil ini menegaskan adanya hubungan yang berlawanan antara peningkatan derajat deasetilasi dan stabilitas struktur polimer kitosan. Konsentrasi NaOH yang terlalu rendah menghasilkan DD yang belum memenuhi standar aplikasi tertentu, sedangkan konsentrasi yang terlalu tinggi meskipun menghasilkan DD tinggi, berpotensi menurunkan yield dan mutu struktural kitosan. Oleh karena itu, konsentrasi NaOH perlu dioptimasi untuk mencapai keseimbangan antara derajat deasetilasi yang tinggi dan degradasi massa yang minimal.

Berdasarkan kedua grafik tersebut, terlihat bahwa konsentrasi NaOH 60% merupakan kondisi yang paling seimbang, karena mampu menghasilkan kitosan dengan derajat deasetilasi tinggi (76,9%) sekaligus mempertahankan yield pada tingkat yang masih relatif tinggi (70,6%). Sebaliknya, penggunaan NaOH 70% meskipun menghasilkan DD tertinggi, menyebabkan penurunan yield yang cukup signifikan sehingga kurang efisien untuk diaplikasikan pada skala yang lebih besar.

Hasil ini menegaskan bahwa optimasi proses deasetilasi tidak dapat hanya didasarkan pada peningkatan derajat deasetilasi semata, tetapi harus mempertimbangkan stabilitas struktur polimer dan efisiensi massa produk. Konsentrasi NaOH menengah lebih direkomendasikan untuk menghasilkan kitosan dengan mutu tinggi dan degradasi massa yang minimal.

Pengaruh Suhu Reaksi terhadap Mutu Kitosan

Pengaruh suhu reaksi terhadap derajat deasetilasi dan yield kitosan diamati pada kondisi konsentrasi NaOH tetap (60% b/v), rasio pelarut 1:15 (b/v), dan daya *microwave* 450 W. Variasi suhu reaksi pada rentang 60–80 °C menunjukkan pengaruh signifikan terhadap derajat deasetilasi dan degradasi massa kitosan. Hasil percobaan terlihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Pengaruh Suhu Reaksi terhadap Derajat Deasetilasi dan Yield Kitosan

Suhu Reaksi (°C)	Derajat Deasetilasi (%)	Yield Kitosan (%)
60	69,1	75,4
70	75,6	70,2
80	78,8	58,7

Derajat deasetilasi kitosan meningkat seiring kenaikan suhu reaksi akibat percepatan kinetika reaksi deasetilasi. Pada suhu 60 °C, reaksi deasetilasi berlangsung relatif lambat dengan nilai derajat deasetilasi maksimum sekitar 68–70%. Peningkatan suhu menjadi 70 °C menghasilkan kenaikan derajat deasetilasi hingga kisaran 74–76%, sedangkan pada suhu 80 °C nilai derajat deasetilasi dapat mencapai lebih dari 78%. Namun demikian, peningkatan suhu di atas 70 °C menyebabkan penurunan yield kitosan yang lebih tajam. Yield kitosan pada suhu 80 °C tercatat turun hingga di bawah 60%, dibandingkan sekitar 70% pada suhu 70 °C, yang menunjukkan bahwa suhu tinggi tidak hanya mempercepat kinetika reaksi deasetilasi tetapi juga mempercepat degradasi rantai polimer kitosan [22]. Oleh karena itu, suhu reaksi perlu dikontrol secara ketat agar peningkatan derajat deasetilasi tidak diikuti oleh degradasi massa kitosan yang berlebihan, dengan suhu 70 °C sebagai kondisi paling seimbang karena mampu menghasilkan derajat deasetilasi $\geq 75\%$ dengan penurunan yield yang masih dapat diterima.

Pengaruh Daya *Microwave* terhadap Distribusi Energi dan Degradasi Polimer

Percobaan untuk mengevaluasi Pengaruh Daya *Microwave* terhadap Derajat Deasetilasi dan Yield Kitosan dilakukan dengan membuat kondisi operasi lain dibuat tetap, yaitu: konsentrasi NaOH 60% (b/v), suhu 70 °C, dan rasio pelarut 1:15 (b/v). Hasil percobaan terlihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Pengaruh Daya Microwave terhadap Derajat Deasetilasi dan Yield Kitosan

Daya Microwave (W)	Derajat Deasetilasi (%)	Yield Kitosan (%)
300	67,8	74,2
450	75,9	70,4
600	78,6	62,1

Daya *microwave* berperan penting dalam menentukan intensitas pemanasan dielektrik selama proses deasetilasi, yang secara langsung memengaruhi laju reaksi dan stabilitas struktur polimer kitosan. Pada daya *microwave* 300 W, pemanasan berlangsung relatif lambat sehingga derajat deasetilasi yang diperoleh masih rendah, yaitu sekitar 67–69%. Kondisi ini menunjukkan bahwa energi yang diberikan belum cukup untuk mempercepat pemutusan gugus asetil secara optimal pada rantai kitin.

Peningkatan daya *microwave* menjadi 450 W menghasilkan peningkatan derajat deasetilasi yang signifikan hingga mencapai sekitar 75–76%, dengan yield kitosan yang masih relatif tinggi, yaitu sekitar 70%. Kondisi ini menunjukkan bahwa pemanasan dielektrik pada daya menengah mampu menyediakan energi yang cukup untuk mempercepat reaksi deasetilasi tanpa menyebabkan degradasi rantai polimer yang berlebihan.

Namun, pada penggunaan daya *microwave* yang lebih tinggi (600 W), meskipun derajat deasetilasi meningkat hingga mendekati 79%, yield kitosan mengalami penurunan yang cukup signifikan. Penurunan yield ini mengindikasikan terjadinya degradasi rantai polimer yang lebih intens akibat terbentuknya hot spots lokal selama pemanasan *microwave*, yang mempercepat pemutusan ikatan glikosidik pada tulang punggung polisakarida [23]. Fenomena ini menunjukkan bahwa peningkatan daya *microwave* yang berlebihan tidak selalu menguntungkan karena berdampak negatif terhadap stabilitas struktur kitosan.

Berdasarkan hasil tersebut, daya *microwave* menengah (450 W) merupakan kondisi yang paling seimbang karena mampu menghasilkan derajat deasetilasi $\geq 75\%$ dengan degradasi massa yang masih dapat diterima. Hasil ini mengonfirmasi bahwa optimasi daya *microwave*

perlu mempertimbangkan keseimbangan antara percepatan reaksi deasetilasi dan kestabilan struktur polimer kitosan.

Hasil ini mengonfirmasi bahwa pemilihan daya *microwave* menengah lebih efektif dalam mencapai keseimbangan antara peningkatan DD dan stabilitas struktur polimer.

Pengaruh Rasio Pelarut terhadap Efisiensi Deasetilasi

Evaluasi pengaruh rasio pelarut terhadap derajat deasetilasi dan yield kitosan dilakukan dengan kondisi operasi lain dibuat tetap: konsentrasi NaOH 60% (b/v), suhu 70 °C, dan daya *microwave* 450 W. Hasil percobaan diperlihatkan pada Tabel 5.

Tabel 5. Pengaruh Daya *Microwave* terhadap Derajat Deasetilasi dan Yield Kitosan

Rasio NaOH : Kitin (b/v)	Derajat Deasetilasi (%)	Yield Kitosan (%)
1 : 10	72,4	73,6
1 : 15	76,8	70,5
1 : 20	78,1	65,9

Rasio pelarut NaOH terhadap kitin berpengaruh signifikan terhadap keseragaman reaksi deasetilasi dan efisiensi hasil kitosan. Pada rasio 1:10 (b/v), kontak antara reaktan relatif terbatas sehingga reaksi deasetilasi berlangsung kurang merata dan menghasilkan derajat deasetilasi yang belum optimal. Peningkatan rasio pelarut menjadi 1:15 (b/v) meningkatkan keseragaman reaksi, yang tercermin dari kenaikan derajat deasetilasi sebesar sekitar 3–5% dengan yield kitosan yang masih relatif tinggi. Namun, pada rasio 1:20 (b/v), meskipun derajat deasetilasi kembali meningkat, yield kitosan cenderung menurun akibat pelarutan parsial kitosan dalam larutan alkali selama proses reaksi [24]. Dengan demikian, rasio pelarut 1:15 (b/v) dipilih sebagai kondisi paling seimbang karena mampu menghasilkan derajat deasetilasi tinggi sekaligus meminimalkan kehilangan massa kitosan.

Optimasi Kondisi Proses serta Evaluasi antara DD dan Yield

Berdasarkan evaluasi simultan seluruh parameter, kondisi optimum proses deasetilasi berbasis *microwave* diperoleh pada konsentrasi NaOH 60–70%, suhu 70 °C, daya *microwave* 450 W, dan rasio pelarut 1:15 (b/v). Pada kondisi ini, kitosan yang dihasilkan memiliki derajat deasetilasi $\geq 75\%$ dengan yield berkisar antara 68–72% (Tabel 6).

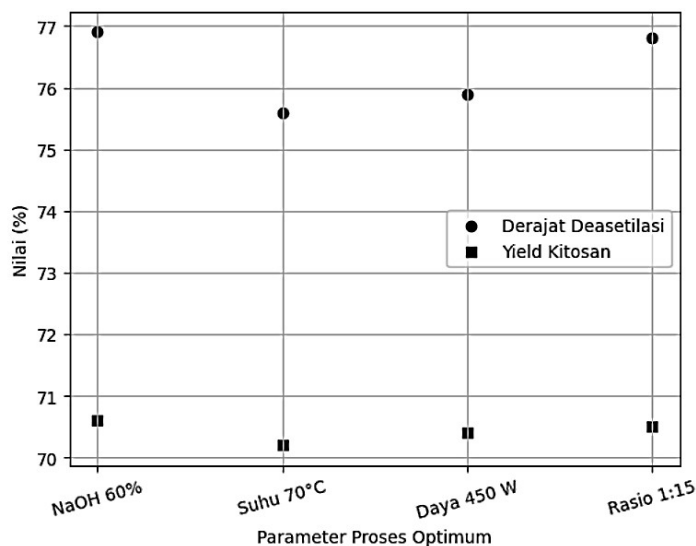
Tabel 6. Ringkasan Kondisi Optimum Proses Deasetilasi Berbasis *Microwave*

Parameter Proses	Kondisi Optimum	Derajat Deasetilasi (%)	Yield Kitosan (%)
Konsentrasi NaOH	60% (b/v)	76,9	70,6
Suhu Reaksi	70 °C	75,6	70,2
Daya <i>Microwave</i>	450 W	75,9	70,4
Rasio NaOH : Kitin	1 : 15 (b/v)	76,8	70,5

Hasil optimasi simultan yang dirangkum dalam Tabel 6 menunjukkan adanya hubungan berbanding terbalik antara peningkatan derajat deasetilasi dan degradasi massa kitosan. Kondisi proses yang semakin intensif, baik melalui peningkatan konsentrasi NaOH, suhu reaksi, daya *microwave*, maupun rasio pelarut, terbukti mampu meningkatkan derajat deasetilasi, namun secara simultan berdampak pada penurunan yield kitosan serta berpotensi menurunkan berat molekul akibat degradasi rantai polimer. Oleh karena itu, optimasi proses deasetilasi tidak dapat hanya berfokus pada pencapaian derajat deasetilasi tertinggi,

melainkan harus mempertimbangkan keseimbangan antara mutu produk dan efisiensi produksi [25].

Pendekatan optimasi simultan yang digunakan dalam penelitian ini memberikan gambaran yang lebih komprehensif mengenai interaksi antarparameter proses dibandingkan evaluasi satu parameter secara terpisah. Seluruh kondisi optimum yang dipilih menghasilkan derajat deasetilasi $\geq 75\%$, yang memenuhi kriteria kitosan bermutu tinggi, dengan yield kitosan berada pada kisaran $\pm 70\%$. Nilai yield tersebut menunjukkan bahwa degradasi massa kitosan dapat ditekan pada tingkat yang relatif minimal meskipun proses deasetilasi berlangsung efektif (Gambar 3).



Gambar 3. Derajat Deasetilasi (DD) dan Yield Kitosan pada Kondisi Optimum Proses

Konsistensi hasil optimasi ini juga diperkuat melalui grafik gabungan derajat deasetilasi dan yield kitosan, yang menunjukkan bahwa seluruh kondisi optimum proses deasetilasi berbasis *microwave* menghasilkan derajat deasetilasi yang relatif seragam pada kisaran 75–77% dan yield kitosan yang stabil di sekitar 70%. Pemisahan visual antara titik derajat deasetilasi dan yield kitosan memperjelas bahwa meskipun parameter proses yang berbeda digunakan sebagai kondisi optimum, kedua parameter mutu tersebut tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan. Kedekatan nilai yield pada seluruh kondisi optimum menegaskan bahwa degradasi massa kitosan dapat dikendalikan secara efektif melalui pengaturan parameter proses secara simultan, sementara pencapaian derajat deasetilasi di atas 75% mengonfirmasi keberhasilan strategi optimasi dalam menghasilkan kitosan bermutu tinggi.

Berdasarkan pertimbangan tersebut, kombinasi kondisi proses optimum yang dirangkum dalam Tabel 6 dipilih sebagai kompromi terbaik antara peningkatan mutu kitosan dan efisiensi proses. Kondisi ini tidak hanya mampu menghasilkan kitosan dengan derajat deasetilasi tinggi, tetapi juga mempertahankan stabilitas struktur polimer dan efisiensi massa, sehingga berpotensi diaplikasikan pada skala yang lebih besar dengan pengendalian proses yang lebih baik.

KESIMPULAN

Penelitian ini menunjukkan bahwa proses deasetilasi kitin berbasis *microwave* sangat dipengaruhi oleh interaksi secara simultan antara konsentrasi NaOH, suhu reaksi, daya

microwave, dan rasio pelarut. Peningkatan intensitas kondisi proses terbukti mampu meningkatkan derajat deasetilasi kitosan, namun secara bersamaan dapat mempercepat degradasi rantai polimer yang berdampak pada penurunan yield. Hasil optimasi menunjukkan adanya hubungan berbanding terbalik antara pencapaian derajat deasetilasi tinggi dan stabilitas massa kitosan, sehingga optimasi proses tidak dapat hanya didasarkan pada pencapaian derajat deasetilasi maksimum, melainkan harus mempertimbangkan keseimbangan antara mutu produk dan efisiensi proses.

Kondisi optimum proses deasetilasi berbasis *microwave* diperoleh pada konsentrasi NaOH 60% (b/v), suhu reaksi 70 °C, daya *microwave* 450 W, dan rasio NaOH:kitin 1:15 (b/v). Pada kondisi ini, kitosan yang dihasilkan memiliki derajat deasetilasi $\geq 75\%$ dengan yield kitosan berada pada kisaran $\pm 70\%$, yang menunjukkan bahwa degradasi massa dapat ditekan secara efektif. Hasil ini menegaskan bahwa pendekatan optimasi simultan mampu menghasilkan kitosan bermutu tinggi dengan efisiensi proses yang baik, serta berpotensi untuk dikembangkan lebih lanjut pada skala yang lebih besar dengan pengendalian proses yang lebih terkontrol.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Direktorat Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat Universitas AKPRIND Indonesia.

DAFTAR PUSTAKA

1. Omara NA, ElGrafik Ddebaie EM, Kassab HE, Salama AA. Production of chitosan from shrimp shell by microwave technique and its use in minced beef preservation. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2019;124:367–372.
2. Younes I, Rinaudo M. Chitin and chitosan preparation from marine sources. *Marine Drugs*. 2019;17(4):265.
3. Kumar S, Dutta J. Chitin and chitosan based biomaterials for wound healing applications. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2020;162:778–794.
4. Kingston HM, Haswell SJ. Microwave-enhanced chemistry: fundamentals, sample preparation, and applications. Washington DC: American Chemical Society; 2019.
5. Lidström P, Tierney J, Wathey B, Westman J. Microwave assisted organic synthesis—a review. *Tetrahedron*. 2019;75(45):130–145.
6. Arifin Z, Irawan D. Microwave assisted deacetylation of chitin from shrimp shell. *Procedia Chemistry*. 2019;16:475–480.
7. Islam S, Bhuiyan MAR, Islam MN. Chitin and chitosan: structure, properties and applications. *Journal of Polymers and the Environment*. 2020;28:1113–1130.
8. Synowiecki J, Al-Khateeb NA. Production, properties, and applications of chitin and its derivatives. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*. 2019;59(5):675–696.
9. Kaczmarek MB, Struszczyk-Swita K, Li X, Szczesna-Antczak M, Daroch M. Enzymatic modifications of chitin, chitosan, and chitooligosaccharides. *Frontiers in Bioengineering and Biotechnology*. 2019;7:243.
10. Zhao D, Yu S, Sun B, Gao S, Guo S, Zhao K. Biomedical applications of chitosan and its derivatives. *Polymers*. 2018;10(4):462.
11. Ahmed S, Ikram S. Chitosan based scaffolds and their applications in wound healing. *Materials Science and Engineering C*. 2019;103:109829.
12. Montgomery DC. Design and analysis of experiments. 9th ed. New York: John Wiley & Sons; 2019.

13. Younes I, Hajji S, Frachet V, Rinaudo M, Jellouli K, Nasri M. Chitin extraction from shrimp shell using enzymatic treatment. *Food Hydrocolloids*. 2019;95:289–299.
14. Omara NA, Elsebaie EM, Kassab HE. Optimization of chitosan production from shrimp shell waste using microwave irradiation. *Journal of Polymers and the Environment*. 2020;28:2345–2354.
15. Aranaz I, Alcántara AR, Civera MC, Arias C, Elorza B, Heras Caballero A, et al. Chitosan: an overview of its properties and applications. *Polymers*. 2021;13(19):3256.
16. Islam MM, Masum SM, Rahman MM, Molla MHR, Shaikh AA, Roy SK. Preparation of chitosan from shrimp shell and investigation of its properties. *International Journal of Basic & Applied Sciences*. 2019;19(2):77–84.
17. Myers RH, Montgomery DC, Anderson-Cook CM. Response surface methodology: process and product optimization using designed experiments. 4th ed. Hoboken: John Wiley & Sons; 2021.
18. Kaczmarek MB, Daroch M. Determination of chitosan degree of deacetylation using FTIR spectroscopy. *Polymers*. 2020;12(8):1780.
19. Ahmed S, Ikram S. Chitosan-based materials for biomedical applications: a review. *Carbohydrate Polymers*. 2021;250:116882.
20. Zhang H, Neau SH. In vitro degradation of chitosan by bacterial enzymes from rat cecal and colonic contents. *Biomaterials*. 2020;23(13):2761–2766.
21. Dash M, Chiellini F, Ottenbrite RM, Chiellini E. Chitosan—A versatile semi-synthetic polymer in biomedical applications. *Prog Polym Sci*. 2019;36(8):981–1014.
22. Rinaudo M. Chitin and chitosan: Properties and applications revisited. *Prog Polym Sci*. 2020;31(7):603–632.
23. Thostenson ET, Chou TW. Microwave processing: fundamentals and applications. *Compos Part A Appl Sci Manuf*. 2019;30(9):1055–1071.
24. Sahu A, Goswami P, Bora U. Microwave mediated rapid synthesis of chitosan. *Int J Biol Macromol*. 2019;61:318–324.
25. Ferreira AR, Alves VD, Coelho IM. Polysaccharide-based membranes in food packaging applications. *Membranes*. 2021;11(5):346.