

## Effect of Microwave Irradiation on Synthesis of Chitosan for Biomedical Grade Applications of Biodegradable Materials

Amri Setyawati<sup>a\*</sup>, Deni Pranowo<sup>b</sup> and Indriana Kartini<sup>b</sup>

<sup>a\*</sup>)Program Studi Kimia, Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta, Indonesia, email:  
[amri.setyawati@uii.ac.id](mailto:amri.setyawati@uii.ac.id), +62 85646460319

<sup>b</sup>)Jurusan Kimia, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta, Indonesia

### ABSTRACT

Microwave assisted chitosan synthesis as biodegradable material for biomedical application has been done. The purpose of this research is to synthesis of chitosan with high DD and low molecular weight using microwave energy, the study of reaction conditions include parameters of power and reaction time. Chitosan was prepared by deacetylation of chitin with 60% NaOH solution. Conventional method has been done by reflux for 90 minutes, resulting chitosan with DD of 79.5%, 72.6% yields and molecular weight 6051 g/mol. Green chemistry method using microwave radiation at 800 Watts for 5 minutes has produced chitosan with highest DD, yield and molecular weight of 86%, 75% and 3797 g/mole respectively. Synthesis of Chitosan by microwave radiation method can save 10x electrical energy for the reaction, also rapidly and effectively to produce chitosan with low molecular weight compared to conventional methods

Keywords: Chitin, Chitosan, Microwave Reaction

### INTISARI

Sintesis kitosan dengan energi gelombang mikro sebagai bahan biomedis yang biodegradable telah berhasil dilakukan. Tujuan dari penelitian ini yaitu sintesis kitosan dengan DD yang tinggi dan berat molekul yang rendah menggunakan energi gelombang mikro, dengan kajian kondisi reaksi meliputi paramater daya dan waktu reaksi. Kitosan dibuat melalui deasetilasi kitin dengan larutan NaOH 60%. Metode konvensional melalui cara refluks selama 90 menit, menghasilkan kitosan dengan DD sebesar 79,5%, rendemen 72,6% dan berat molekul 6051 g/mol. Metode *green chemistry* menggunakan radiasi gelombang mikro menghasilkan kitosan dengan DD tertinggi 86% dan rendemen 75% yang diperoleh pada daya 800 Watt selama 5 menit. Sintesis kitosan dengan radiasi gelombang mikro dapat menghemat 10x energi listrik untuk reaksi, sangat cepat dan efektif serta menghasilkan kitosan dengan berat molekul rendah dibandingkan dengan metode konvensional

Kata kunci: Kitin, Kitosan, Reaksi Gelombang Mikro.

## PENDAHULUAN

Wilayah perairan Indonesia merupakan sumber cangkang hewan tidak bertulang belakang berkulit keras (*Crustacea*) yang mengandung kitin berlimpah. Kepiting bakau (*Scylla serrata*) merupakan salah satu komoditas penting perikanan Indonesia. Pengolahan daging kepiting baik untuk diekspor maupun konsumsi dalam negeri menghasilkan limbah cangkang (kaki dan kepala). Limbah ini belum dimanfaatkan dengan baik bahkan sebagian besar merupakan limbah yang juga turut mencemari lingkungan (Anonim, 2005). Padahal 20-30% limbah tersebut mengandung senyawa kitin yang dapat bernilai ekonomis tinggi jika dimanfaatkan menjadi senyawa kitosan (Haryani dkk, 2007). Kitosan dengan derajat deasetilasi minimal 70% umumnya dimanfaatkan untuk industri pangan dan adsorben (Fajarwati dkk, 2016) untuk industri kosmetika serta biomedis sedikitnya 80-90% (Wongpanit dkk, 2011).

Beberapa metode yang telah dilaporkan untuk mensintesis kitosan dari kitin antara lain dengan suhu tinggi dalam keadaan basa, enzim deasetilasi (Patil dkk., 2000) perendaman berkala (Emmawati dkk., 2007) dan refluks dan pencucian

berulang (Junaidi dkk., 2009). Kebanyakan pada reaksi N-Deasetilasi kitin, kesetimbangan akan tercapai apabila dilakukan dengan refluks. Cara ini dalam banyak hal kurang menguntungkan, diantaranya tidak ramah lingkungan, prosesnya tidak mudah dikendalikan, dan kitosan yang dihasilkan memiliki berat molekul dan derajat deasetilasi yang tidak seragam (Tsigos dkk., 2000).

Beberapa tahun terakhir radiasi gelombang mikro telah menarik banyak sekali perhatian dan menjadi sangat populer dalam membentuk reaksi kimia yang bersih, aman, murah. Moreno dkk. (2005) juga melaporkan gelombang mikro merupakan metode yang sangat baik untuk membantu menghasilkan persen hasil yang tinggi dan waktu reaksi yang lebih singkat. Oleh karena itu, metode sintesis dengan gelombang mikro telah dinyatakan sebagai metode sintesis kimia hijau yang ramah lingkungan. Sahu dkk. (2009) melakukan sintesis kitosan dengan bantuan gelombang mikro dengan daya 900 Watt dan Alishahi dkk. (2009) melakukan ini dengan daya 400 Watt. Derajat deasetilasi kitosan dilaporkan meningkat dengan meningkatnya waktu radiasi gelombang mikro (Sahu dkk., 2009). Namun, karena rata-rata peneliti

menggunakan peralatan gelombang mikro dengan daya yang berbeda-beda, hasil dari penelitian-penelitian ini menjadi sulit dibandingkan. Oleh karena itu, perlu suatu kajian yang menerangkan pengaruh daya gelombang mikro terhadap derajat deasetilasi dan berat molekul kitosan. Selain itu, dengan gelombang mikro diharapkan akan diperoleh kitosan dengan derajat deasetilasi yang cukup tinggi serta memiliki berat molekul yang rendah untuk diaplikasikan sebagai bahan biomedis.

Dalam penelitian ini dilakukan sintesis kitosan dengan teknik refluks dan radiasi gelombang mikro serta mempelajari beberapa parameter yang mempengaruhi seperti daya, waktu radiasi, serta perbandingan konsumsi energi. Dengan demikian penelitian ini dapat memberikan solusi kepada masyarakat mengenai pengelolaan limbah cangkang kepiting, memberikan pengenalan metode baru yang cepat dan lebih aman dalam sintesis kitosan dengan prinsip kimia hijau menggunakan gelombang mikro serta menghasilkan produk kitosan yang bagus dengan tingkat *biomedical grade*.

## **METODE PENELITIAN**

### **Bahan Penelitian**

Limbah cangkang kepiting yang digunakan diambil dari rumah makan kepiting Cak Gundul Jl. Palagan, Mlati Sleman, Yogyakarta. Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini berkualitas p.a. dari Sigma Aldrich dan Merck (HCl, NaOH, NaCl, kertas pH universal, indikator pp dan etanol).

### **Peralatan Penelitian**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain peralatan gelas, *blender* Philips HR 2815/A, ayakan 100 mesh, cawan porselen, kompor listrik IKA<sup>®</sup> C-MAG HS7, termometer, seperangkat alat pengaduk magnet, seperangkat alat refluks, oven *microwave* Sharp R-268RW-IN, teflon tertutup, FTIR Shimadzu Prestige-21, XRD-6000 Shimadzu, dan viskometer Obbelohde.

### **Prosedur Penelitian**

#### **Tahap Persiapan**

Cangkang kepiting yang diperoleh sebagai limbah usaha kuliner dikumpulkan dan dicuci bersih. Cangkang tersebut kemudian dikeringkan, dihaluskan dan diayak dengan ayakan ukuran 100 mesh. Langkah selanjutnya yaitu serbuk cangkang

keping tersebut dikeringkan pada suhu 45 °C selama 24 jam di dalam oven.

### Isolasi kitin

Demineralisasi dilakukan dengan mencampurkan 50 g serbuk cangkang keping dengan 500 mL larutan HCl 5%. Campuran diaduk dengan pengaduk magnet selama 3 jam kemudian disaring, dicuci dan dikeringkan selama 24 jam dalam oven pada suhu 45 °C.

Deproteinasi dilakukan dengan mereaksikan 16 g hasil demineralisasi dengan 160 mL larutan NaOH 4% (b/v). Campuran ini direfluks selama ± 1 jam. Padatan hasil deproteinasi dicuci, disaring, dan dikeringkan selama 24 jam dalam oven pada suhu 45 °C. Hasil serbuk kitin ini kemudian dianalisis dengan FTIR dan XRD.

### Sintesis kitosan dengan cara konvensional

Deasetilasi kitin dilakukan dengan mereaksikan 2 g kitin dengan 20 mL larutan NaOH 60% b/v. Campuran ini direfluks selama ± 1 jam. Serbuk hasil deasetilasi dicuci, disaring, dan dikeringkan dalam oven pada suhu 45 °C selama 24 jam. Kitosan kemudian dikarakterisasi dengan FTIR dan XRD.

### Sintesis kitosan dengan gelombang mikro

Sebanyak 1 g kitin dipindahkan ke dalam teflon kemudian ditambahkan 10 mL larutan NaOH 60% (b/v). Setelah homogen larutan dipindahkan ke dalam oven gelombang mikro dengan daya 800 Watt kemudian dipanaskan selama 2 menit. Produk yang dihasilkan dicuci, disaring dan dikeringkan di dalam oven selama 24 jam pada suhu 45 °C. Kitosan kemudian dikarakterisasi dengan FTIR dan XRD.

### Penentuan penggunaan dan efisiensi energi

Efisiensi energi dalam penelitian ini dihitung dengan Persamaan 4.  $Q_{th}$  merupakan kebutuhan energi untuk memanaskan suatu reaksi kimia dan  $Q_{el}$  merupakan konsumsi energi dari energi listrik.  $Q_{th}$  dan  $Q_{el}$  dapat dihitung dengan Persamaan 1 dan 3.

$$Q_{th} = \Delta T \times cp \times m \quad (1)$$

$$P = V \times I \quad (2)$$

$$Q_{el} = P \times t \quad (3)$$

Keterangan:

T : suhu (K)

cp: kapasitas panas spesifik ( $\text{JKg}^{-1}\text{K}^{-1}$ )

P : daya listrik (Watt atau  $\text{Js}^{-1}$ )

V: Voltase (Volt)

I : Arus (Ampere)

t : waktu (s)

Efisiensi ( $\eta$ ) menunjukkan seberapa besar

energi listrik bisa dikonversi menjadi energi panas yang terpakai. Efisiensi didefinisikan lebih lanjut pada Persamaan 4.

$$\eta_t = Q_{th}/Q_{el} \quad (4)$$

#### **Mempelajari pengaruh waktu radiasi gelombang mikro terhadap DD kitosan**

Sebanyak 1 g kitin dipindahkan ke teflon tertutup kemudian ditambahkan 10 mL larutan NaOH 60 % (b/v) setelah homogen larutan dipindahkan ke dalam oven gelombang mikro 800 Watt kemudian dipanaskan dengan variasi waktu: 1, 2, 3, 4, dan 5 menit. Produk yang dihasilkan dicuci hingga netral, disaring dan dikeringkan di dalam oven selama 24 jam pada suhu 45 °C.

#### **Mempelajari pengaruh daya radiasi gelombang mikro terhadap DD kitosan**

Sebanyak 1 g kitin dipindahkan ke teflon tertutup kemudian ditambahkan 10 mL larutan NaOH 60 % (b/v) setelah homogen larutan dipindahkan dalam oven gelombang mikro dengan waktu optimum yang di peroleh dari langkah sebelumnya, kemudian dipanaskan dengan beberapa variasi daya yaitu 240, 400, 560 dan 800 Watt. Produk yang dihasilkan dicuci hingga netral, disaring dan dikeringkan dalam oven selama 24 jam pada suhu 45 °C. Serbuk kitosan kemudian dianalisis menggunakan FTIR dan XRD.

#### **Penentuan berat molekul kitosan**

Berat molekul kitosan ditentukan secara viskometer kinematik Obbelohde di Laboratorium Teknologi Minyak (Bumi Gas dan Batubara Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik UGM. Dari data ini, diperoleh viskositas spesifik melalui persamaan berikut:

$$\eta_{sp} = \frac{t-t_0}{t_0} \text{ atau } \eta_{sp} = (\eta_{rel}) - 1 \quad (5)$$

$$\eta_{rel} = \frac{\eta_{sampel}}{\eta_{pelarut}} \quad (6)$$

$\eta_{sp}$ : viskositas spesifik, t: waktu yang diperlukan untuk mengalirnya larutan sampel dan  $t_0$ : waktu yang diperlukan untuk mengalirnya pelarut dan  $\eta_{rel}$ : viskositas relatif. Viskositas kinematik diperoleh dengan mempertimbangkan densitas larutan sehingga viskositas spesifik dan kinematik dipengaruhi oleh konsentrasi larutan. Viskositas intrinsik diperoleh dari persamaan Huggins:

$$\frac{\eta_{sp}}{c} = [\eta] + k^1[\eta]^2C \quad (7)$$

Keterangan:

$\eta_{sp}$ : viskositas spesifik      c : konsentrasi  
 $k^1$  : konstanta huggins       $\eta_0$ : viskositas pelarut  
 $\eta$  : viskositas larutan       $[\eta]$ : viskositas intrinsik sampel

Berat molekul kitosan diukur berdasarkan viskositas instrinsik. Viskositas intrinsik dan berat molekul dihubungkan dengan persamaan Mark-Houwink:

$$[\eta] = K M^\alpha \quad (8)$$

dengan menggunakan harga  $\alpha = 0,930$  dan  $K = 1,81 \times 10^{-3} \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$  (Carvera dkk., 2004).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Isolasi Kitin

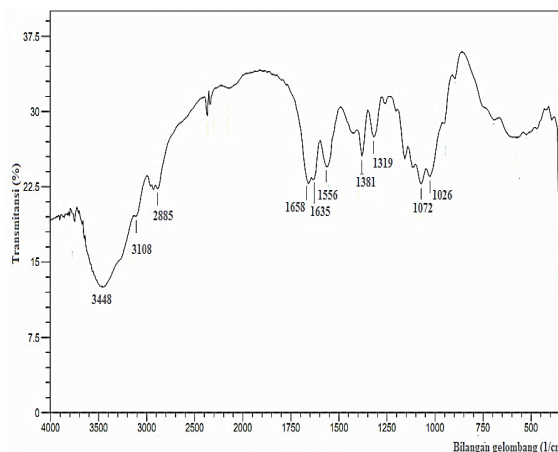
Isolasi kitin dari cangkang kepiting dilakukan melalui beberapa tahap yakni proses demineralisasi menggunakan asam klorida dengan pengadukan dan deproteinasi menggunakan natrium hidroksida dengan pemanasan. Kitin yang dihasilkan berwarna coklat muda dengan rendemen  $13,02 \pm 0,3\%$ . Hasil ini lebih besar daripada hasil isolasi kitin dari cangkang kepiting yang didapat oleh Tretenichenko dkk (2006) sebesar  $9,8\%$ , namun lebih kecil dibanding hasil Rahayu (2009) yaitu sebesar  $27,5\%$ . Perbedaan ini tergantung pada jenis spesies, serta faktor lingkungan hidup kepiting seperti perbedaan musim (Aranaz dkk., 2009).

Kitin yang diperoleh dianalisis menggunakan FTIR untuk mengetahui struktur dan derajat deasetilasinya. Spektra inframerah kitin beserta interpretasi serapan gugus fungsinya ditunjukkan pada Gambar 1 dan Tabel 1.

Untuk memastikan bahwa yang diisolasi adalah benar-benar kitin, maka dilakukan analisis struktur dengan XRD.

Effect of Microwave Irradiation on Synthesis of Chitosan for Biomedical Grade Applications of Biodegradable Materials  
(Amri Setyawati, Deni Pranowo and Indriana Kartini)

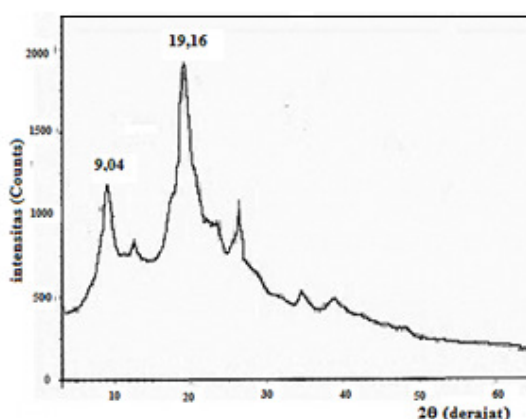
Difraktogram XRD isolat kitin disajikan pada Gambar 2.



Gambar 1. Spektrum inframerah kitin

Tabel 1. Interpretasi pita serapan vibrasi

Daerah serapan ( $\text{cm}^{-1}$ )	Jenis vibrasi
3448	Vibrasi ulur gugus $-\text{OH}$ dan $-\text{NH}$
3271; 3109	Vibrasi tekuk $\text{N-Hsp}^3$
1658; 1635(tajam)	Vibrasi tekuk $\text{C=O}$ dan $\text{C-N}$
2885 (lemah)	Vibrasi ulur $\text{C-Hsp}^3$ simetri
1381	Vibrasi $-\text{CH}^3$ terminal
1157	Vibrasi ulur $\text{C-O}$



Gambar 2. Difraktogram XRD kitin

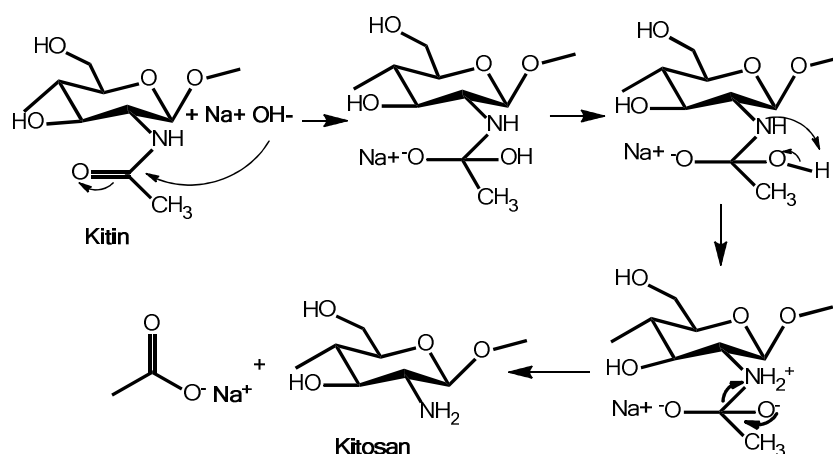
Menurut Muzzareli (1997) kitin mempunyai 2 puncak difraksi khas pada  $2\theta$   $9,04^\circ$  dan  $19,16^\circ$ . Adanya puncak pada  $2\theta$   $12,49^\circ$ ;  $23,24^\circ$ ; dan  $38,91^\circ$  merupakan puncak dari mineral  $\text{CaCO}_3$  (JCPDS no. 13-219) sedangkan puncak pada  $2\theta$   $26,25^\circ$  merupakan puncak dari mineral  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  (JCPDS no. 09-0348).

### Sintesis Kitosan

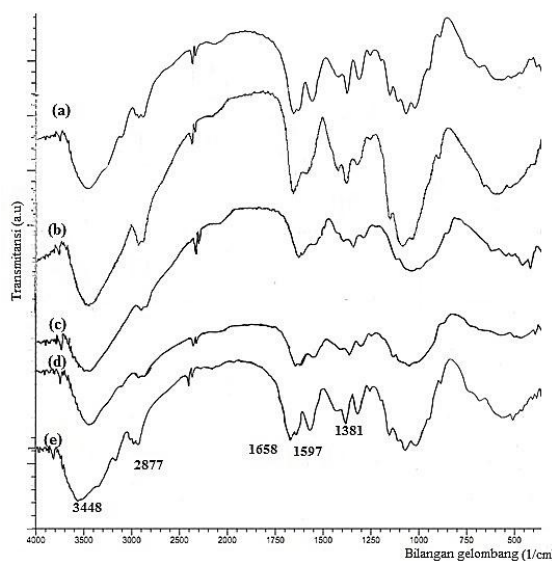
Reaksi pembentukan kitosan dari kitin merupakan reaksi hidrolisis suatu amida oleh suatu basa. Kitin bertindak sebagai amida dan NaOH sebagai basanya. Mekanisme reaksi deasetilasi kitin menjadi kitosan disajikan pada Gambar 3.

Dalam penelitian ini sintesis kitosan dilakukan dengan dua cara yaitu dengan cara konvensional melalui pemanasan

dengan refluks dan dengan cara *green chemistry* melalui bantuan radiasi gelombang mikro. Perubahan kitin menjadi kitosan ini dievaluasi menggunakan FTIR dan XRD untuk mengetahui strukturnya kemudian dihitung derajat deasetilasi serta rendemennya. Spektra FTIR kitin dan kitosan hasil sintesis ditampilkan pada Gambar 4. Dari spektrum FTIR pada Gambar 4, terlihat ada pengurangan ketajaman puncak pada bilangan gelombang  $2877\text{ cm}^{-1}$  dari spectrum (a) ke spectrum (b), (c), dan (d). Daerah ini merupakan pita serapan gugus C-H  $\text{sp}^3$ . Hal ini mengindikasikan berkurangnya gugus C-H  $\text{sp}^3$  dari kitin akibat bereaksi dengan basa kuat menjadi kitosan.



Gambar 3. Mekanisme reaksi deasetilasi kitin menjadi kitosan



Gambar 4. Perbandingan spektrum FTIR kitin dan kitosan: (a) Spektrum FTIR kitin, (b) K-kon, (c)K-MWg, (d)K-MWT1 dan (e)K-MWT2

Untuk memastikan yang hilang adalah gugus C-H  $sp^3$  dari gugus asetil maka dilihat pula intensitas pada bilangan gelombang 1381  $cm^{-1}$ . Pada daerah ini gugus fungsi yang terekam adalah C-H  $sp^3$  terminal. Terjadi penurunan ketajaman puncak dari spektrum (a) ke spektrum (c), (d), (e) sehingga kuat dugaan gugus asetil telah berkurang.

Dari spektrum FTIR dapat diketahui DD kitosan yaitu dengan menghitungnya dengan metode Khan dkk. (2002). Data DD serta rendemen dari proses ini disajikan pada Tabel 2. Data pada Tabel 2 menunjukkan bahwa DD yang dihasilkan pada metode refluks 90 menit (K-kon) tidak

berbeda signifikan dengan DD kitosan yang dihasilkan dari metode gelombang mikro (K-MWg, K-MWT1, dan K-MWT2) atau bisa dikatakan gugus asetil yang lepas dari gugus glukosamin tidak berbeda signifikan. K-MWg merupakan sintesis kitosan dengan gelombang mikro yang dilakukan dengan wadah gelas Beaker, K-MWT1 dilakukan dengan teflon tertutup dan K-MWT2 dilakukan dengan teflon terbuka.

Tabel 2. Data hasil sintesis kitosan dengan metode konvensional dan radiasi gelombang mikro pada wadah reaksi yang berbeda

Jenis kitosan	Waktu radiasi	Daya (Watt)	DD (%)	Rendemen (%)
K-kon	90 menit	1035	79,5	72,6
K-MWg	2 menit	800	81,5	48,0
K-MWT1	2 menit	800	81,6	65,0
K-MWT2	2 menit	800	76,8	72,0

Namun pada metode refluks, nilai DD tersebut dicapai dengan waktu 90 menit sedangkan dengan radiasi gelombang mikro hanya 2 menit. Tabel 2 menunjukkan sintesis kitosan dengan radiasi gelombang mikro dapat menghasilkan kitosan dengan waktu reaksi yang lebih singkat daripada dengan metode konvensional.

Indikator yang lain yaitu efisiensi energi. Tabel 3 menunjukkan bahwa metode gelombang mikro lebih hemat energi listrik karena dapat menghasilkan



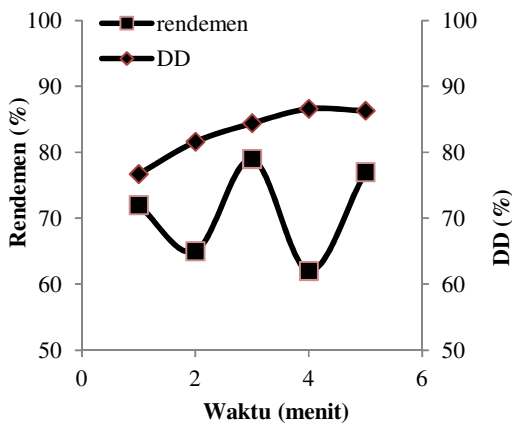
kitosan dengan efisiensi 10 kali lebih tinggi dibandingkan dengan refluks.

Tabel 3. Penggunaan dan efisiensi energi

Metode	Kebutuhan energy (kJ)	Energi disediakan (kJ)	Effisiensi (%)
Refluks	28,9948	1676,7	0,36
Gelombang mikro	14,4974	0009,6	31,86

**Pengaruh waktu radiasi terhadap DD dan rendemen**

Gambar 5 menunjukkan adanya kenaikan DD kitosan seiring dengan kenaikan waktu radiasi gelombang mikro. DD tertinggi diperoleh pada lama waktu radiasi 4 menit yaitu 86,6% dan tidak berbeda jauh dengan 5 menit yaitu 86,3% pada daya 800 Watt.



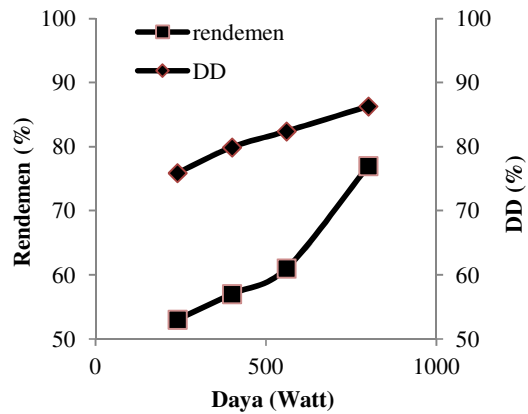
Gambar 5. Grafik pengaruh waktu radiasi gelombang mikro terhadap DD dan rendemen sintesis kitosan.

Pada awal radiasi, penambahan waktu radiasi sangat signifikan meningkatkan DD kitosan, namun semakin

besar waktu radiasi, penambahan waktu radiasi tidak terlalu signifikan menaikkan angka DD kitosan.

**Pengaruh Daya Radiasi terhadap DD dan Berat Molekul**

Gambar 6 menunjukkan adanya kenaikan DD kitosan seiring dengan naiknya daya gelombang mikro. Walaupun DD tertinggi didapatkan dari reaksi deasetilasi gelombang mikro dengan daya 800 Watt selama 5 menit. Sintesis kitosan dengan gelombang mikro selama 5 menit, mulai dari daya 400 Watt efektif untuk menghasilkan kitosan yang dapat diaplikasikan untuk keperluan medis.



Gambar 6 Grafik pengaruh daya radiasi gelombang mikro terhadap DD dan rendemen sintesis kitosan

Tabel 4 menunjukkan adanya penurunan berat molekul kitosan seiring dengan naiknya daya gelombang mikro. Hal ini semakin memperkuat hipotesis bahwa

menaikkan daya gelombang mikro akan meningkatkan intensitas gelombang yang terpancar, sehingga asupan energi juga semakin besar.

Tabel 4. Perbandingan berat molekul kitosan hasil sintesis dengan metode konvensional dan radiasi gelombang mikro

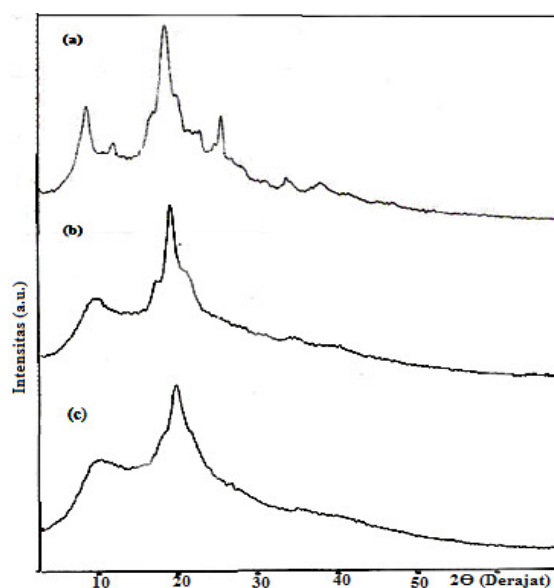
Jenis kitosan	Daya (Watt)	BM (g/mol)
GM daya 240 W	240	8791
Konvensional (Refluks)	1035	6051
GM daya 400 W	400	4255
GM daya 560 W	560	4492
GM daya 800 W	800	3794

Banyaknya energi yang didapatkan selain digunakan untuk deasetilasi rantai amida untuk melepaskan gugus asetil, juga digunakan untuk memutus rantai polimer kitosan menjadi kitosan dengan rantai lebih pendek dan memiliki berat molekul yang lebih rendah.

Selanjutnya dilakukan analisis XRD untuk mengetahui perubahan komposisi dan kristalinitas kitosan, baik hasil deasetilasi dengan refluks maupun dengan gelombang mikro. Hasil analisis ini yaitu difraktogram kitin dan kitosan, disajikan pada Gambar 7.

Pola difraksi sinar-X dari kitin dan kitosan mempunyai 2 puncak difraksi utama pada posisi yang sama yaitu muncul puncak pada  $2\Theta=9,6^\circ$  dan  $2\Theta=19,5^\circ$  hal ini sesuai dengan data yang didapatkan oleh

Muzarelli (1997). Tidak munculnya puncak-puncak pada  $2\Theta=12,49^\circ$ ;  $23,24^\circ$ ;  $26,25^\circ$ ;  $28,95^\circ$  serta  $38,91^\circ$  menandakan mineral-mineral  $\text{CaCO}_3$  dan  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  yang masih terikat saat masih dalam bentuk kitin telah hilang pada saat reaksi deasetilasi.



Gambar 7. Difraktogram (a) Kitin, (b) Kitosan hasil refluks dan (c) Kitosan hasil sintesis dengan gelombang mikro

Jika dilihat lebih teliti maka dari difraktogram (a) ke difraktogram (b) dan (c) pada  $2\Theta=9,6^\circ$  dan  $2\Theta=19,5^\circ$  mengalami penurunan intensitas dan pelebaran puncak. Spektra (c) memiliki karakteristik puncak yang paling melebar, terutama puncak pada  $2\Theta=9,6$ . Kitosan memiliki intensitas yang lebih rendah dan puncak yang melebar daripada kitin. Hal ini menunjukkan bahwa kristalinitas kitosan yang terbentuk lebih kecil dibandingkan dengan kitin atau

kitosan yang terbentuk berbentuk amorf. Lebarnya puncak di  $2\theta=9,6^\circ$  pada difraktogram (c) yang melebihi lebarnya puncak di  $2\theta$  yang sama pada spektra (b) diperkirakan karena hasil kitosan yang disintesis dengan gelombang mikro lebih amorf daripada kitosan yang disintesis dengan refluks

## KESIMPULAN

Metode gelombang mikro dapat mendeasetilasi kitin lebih efektif, hemat energi dan lebih singkat daripada metode refluks. DD kitosan meningkat seiring dengan naiknya waktu dan daya radiasi gelombang mikro, sedangkan berat molekul kitosan yang dihasilkan menurun berbanding terbalik dengan daya radiasi gelombang mikro. Kondisi optimum yang diperoleh untuk sintesis kitosan dengan gelombang mikro yaitu 5 menit dengan daya 800 Watt menghasilkan DD sebesar 86,3% dengan rendemen 77%.

## UCAPAN TERIMAKASIH

Terimakasih kepada Direktorat Jendral Pendidikan Tinggi Indonesia (DIKTI), atas bantuan dana via PKM-P DIKTI 2012.

## PUSTAKA

Anonim. 2005. *Laporan Statistik Perikanan Jawa Timur Tahun 2005*. Dinas

Effect of Microwave Irradiation on Synthesis of Chitosan for Biomedical Grade Applications of Biodegradable Materials

(Amri Setyawati, Deni Pranowo and Indriana Kartini)

Kelautan dan Kelautan Jatim. Surabaya: DKP.

Alishahi, A., Mirvaghevi, A., Tehrani, M.R., farahmand, H., Shojaosadati, S.A., Dorkoosh, F.A., dan Elsabee, M.Z., 2011. Enhancement and Characterization of Chitosan Extraction from the Wastes of Shrimp Packaging Plants. *J. Polym. Environ.* 19. 776-783.

Aranaz, I., Mengibar, M., Harris, R., Panos, I., Miralles, B., Acosta, N., galed, G., and Heras, A., 2009. Funcional Characterization of Chitin and Chitosan. *J. Current. Chem. Bio.* 3. 203-230.

Emmawati, A., Jenie, B.S.L., dan Fawzya, Y.N., 2007. Kombinasi Perendaman Dalam Natrium Hidroksida dan Aplikasi Kitin Deasetilasi terhadap Kitin Kulit Udang untuk Menghasilkan Kitosan dengan Berat Molekul Rendah, *J. Teknologi Pertanian.* 3(1). 12-18.

Fajarwati, F.I., Sugiharto, E., dan Siswanta, D., 2016. Film of Chitosan-Carboxymethylcellulose Polyelectrolyte Complex as Methylene Blue Adsorbent. *Eksakta.* 16(1).

Haryani, K., Hargono, dan C. S. Budiayati. (2007). Pembuatan Khitosan Dari Kulit Udang untuk Mengadsorpsi Logam Krom ( $Cr^{6+}$ ) dan Tembaga (Cu). *Reaktor.* 11 (2). 86 – 90.

Junaidi, A.B., kartini, I., dan Rusdiarso, B., 2009. Preparasi Kitosan Melalui Deasetilasi Kitin Secara Bertahap

- dan Sifat Fisikokimianya. *Indo. J. Chem.* 9 (3). 369-372.
- Khan, T.A., Peh, K.K., and Cheng, H.S., 2002. Reporting Degree of Deacetylation Values of Chittosan: The Influence of Analytical Methods. *J. Pharm. Sci.* 5(3). 205-212.
- Moreno, A., Hoz, D.L.A., and Di'az-Ortiz, A., 2005. Microwaves in organic synthesis. Thermal and non-thermal microwave effects. *Chem. Soc. Rev.*, 34. 164–178.
- Muzzarelli R.A.A., Rochetti, R., Stanic, V., dan Weckx, M., 1997. *Methods for the Determination of the Degree of Acetylation of Chitin and Chitosan*, Chitin Handbook. European Chitin Soc. Grottamare.
- Patil, R.S., Chormade, V., dan Desphande, M.V., 2000. Chytinolytic Enzymes an Exploration. *Enz. Microb. Technol.* 26. 473-483.
- Rahayu, E., 2009. Pengaruh Konsentrasi Kitosan pada Pembuatan Komposit Kitosan Lempung. *Skripsi*. Jurusan Kimia FMIPA UGM. Yogyakarta.
- Sahu, A., Goswami, P., dan Bora, U., 2009. Microwave Mediated Rapid Synthesis of Chitosan. *J. Mater. Sci. Lett.* 20. 171-175.
- Tretenichenko, E.M.; Datsun, V.M.; Ignatyuk, L.N.; Nud'ga, L.A., 2006. Preparation and Properties of Chitin and Chitosan from a Hydroid Polyp. *Russ. J. Appl. Chem.* 79. 1341–1346.
- Tsigos, I., Martinou, A., Kafetzopoulos and Bouriotis, V., 2000. Chitin Effect of Microwave Irradiation on Synthesis of Chitosan for Biomedical Grade Applications of Biodegradable Materials (Amri Setyawati, Deni Pranowo and Indriana Kartini)
- Deacetylases: New Versatile Tools in Biotechnology. *J. Tibtech. Rev.* 18. 305-312.
- Wongpanit, P., Sanchavanakit, N., Pavasant, P., Supaphol, P., Tokura, S., Rujivanit, R., 2011. Preparation and Characterization of Microwave-treated Carboxymethyl Chitin and Carboxymethyl Chitosan Films for Potential Use in Wound Care Application. *J. Macromolecul Bioscience.* 5. 1001-1012.