

SINTESIS DAN KARAKTERISASI ADSORBEN KITOSAN BERBASIS LIMBAH CANGKANG UDANG MENGGUNAKAN *MICROWAVE ASSISTED EXTRACTION*

¹Sahrul Nizam Pratama*, ¹Abyan Naufal Imtiyaz, ¹Sri Redjeki

¹Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik dan Sains, Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Jawa Timur

Jl. Rungkut Madya, Gunung Anyar, Kecamatan Gunung Anyar, Kota Surabaya, Jawa Timur 60294

*Penulis korespondensi: 23031010078@student.upnjatim.ac.id

Abstrak.

Limbah cangkang udang merupakan residu hasil pengolahan laut yang melimpah dan mengandung kitin sebagai bahan baku kitosan yang berpotensi digunakan sebagai adsorben logam berat. Penelitian ini bertujuan mensintesis dan mengkarakterisasi kitosan menggunakan Microwave Assisted Extraction (MAE), dengan mengkaji pengaruh ukuran partikel dan konsentrasi NaOH pada proses deasetilasi. Cangkang udang diproses melalui demineralisasi dan deproteinisasi menggunakan iradiasi gelombang mikro pada daya 450 W selama 8 menit, kemudian dideasetilasi menggunakan NaOH 30–70% pada ukuran partikel 30–100 mesh selama 3 menit. Derajat deasetilasi (DD) dianalisis menggunakan FTIR, sedangkan karakteristik permukaan ditentukan melalui BET dan kemampuan adsorpsi Cu(II) diuji menggunakan AAS. Kitosan yang dihasilkan berupa bubuk putih tidak berbau dengan pH 7,6. Peningkatan konsentrasi NaOH meningkatkan DD, sedangkan ukuran partikel memberikan pengaruh yang lebih rendah. DD tertinggi sebesar 73,42% diperoleh pada ukuran 100 mesh dan NaOH 70%. Kitosan memiliki luas permukaan 147,407 m²/g dengan struktur berpori. Adsorpsi selama 10 menit menurunkan konsentrasi Cu(II) dari 9,2775 menjadi 4,1338 mg/L dengan efisiensi penghilangan 55,43%.

Kata kunci: Kitosan, Limbah cangkang udang, MAE, Derajat deasetilasi, Adsorpsi Cu(II)

Abstract.

Shrimp shell waste is an abundant byproduct of the seafood processing industry and contains chitin, a raw material for chitosan. Chitosan derived from this chitin has potential for use as a heavy metal adsorbent. This study aims to synthesize and characterize chitosan using Microwave-Assisted Extraction (MAE), by examining the effects of particle size and NaOH concentration on the deacetylation process. The shrimp shells were processed through demineralization and deproteinization using microwave irradiation at 450 W for 8 minutes, then deacetylated using 30–70% NaOH at a particle size of 30–100 mesh for 3 minutes. The degree of deacetylation (DD) was analyzed using FTIR, while surface characteristics were determined via BET analysis, and Cu(II) adsorption capacity was tested using AAS. The resulting chitosan was a white, odorless powder with a pH of 7.6. Increasing the NaOH concentration increased the DD, while particle size had a lesser effect. The highest DD of 73.42% was obtained at a particle size of 100 mesh and 70% NaOH. The chitosan had a surface area of 147.407 m²/g with a porous structure. A 10-minute adsorption process reduced the Cu(II) concentration from 9.2775 to 4.1338 mg/L, with a removal efficiency of 55.43%.

Keywords: Chitosan, Shrimp shell waste, MAE, Degree of deacetylation, Cu(II) adsorption

1. Pendahuluan

Limbah cangkang udang merupakan salah satu residu utama dari industri pengolahan hasil laut yang berpotensi menimbulkan permasalahan lingkungan apabila tidak dikelola dengan baik. Produksi udang yang tinggi menyebabkan jumlah limbah

cangkang yang dihasilkan juga besar, sementara bagian tersebut umumnya belum dimanfaatkan secara optimal. Cangkang udang mengandung kitin sekitar 15–40% yang dapat dikonversi menjadi kitosan melalui proses deasetilasi menggunakan larutan basa. Pemanfaatan cangkang udang sebagai bahan baku kitosan dapat menjadi salah satu upaya pengurangan limbah sekaligus menghasilkan material bernilai tambah. Kitosan merupakan biopolimer yang memiliki gugus fungsi amina ($-NH_2$) dan hidroksil ($-OH$) yang mampu berinteraksi dengan ion logam melalui kompleksasi dan interaksi elektrostatik, sehingga berpotensi digunakan sebagai adsorben logam berat. Kemampuan adsorpsi kitosan berkaitan dengan jumlah gugus amina bebas yang tersedia, sehingga derajat deasetilasi (DD) menjadi salah satu parameter penting dalam menentukan karakteristik dan kemampuan adsorpsinya (Crini & Badot, 2008; Rinaudo, 2006).

Karakteristik kitosan yang dihasilkan sangat dipengaruhi oleh kondisi proses sintesis, khususnya pada tahap deasetilasi. Konsentrasi NaOH merupakan salah satu faktor yang menentukan keberhasilan pelepasan gugus asetil dari struktur kitin menjadi gugus amina. Peningkatan konsentrasi NaOH dapat meningkatkan jumlah ion OH^- yang tersedia untuk bereaksi dengan gugus asetil, sehingga berpotensi meningkatkan DD. Narudin et al. (2022) menunjukkan bahwa DD meningkat secara nonlinier dengan peningkatan konsentrasi NaOH dan waktu reaksi pada proses deasetilasi. Selain kondisi kimia, karakteristik bahan baku berupa ukuran partikel juga dapat memengaruhi proses deasetilasi. Ukuran partikel yang lebih kecil memberikan luas permukaan kontak yang lebih besar sehingga memungkinkan penetrasi larutan NaOH ke dalam partikel berlangsung lebih efektif. Bradić et al. (2018) menunjukkan bahwa morfologi dan ukuran partikel memengaruhi berlangsungnya deasetilasi serta karakteristik kitosan yang dihasilkan. Oleh karena itu, pengaturan konsentrasi NaOH dan ukuran partikel menjadi penting untuk memperoleh kitosan dengan karakteristik yang sesuai sebagai adsorben.

Metode konvensional dalam sintesis kitosan umumnya menggunakan pemanasan eksternal yang membutuhkan waktu relatif panjang. Salah satu alternatif yang dapat digunakan adalah *Microwave Assisted Extraction* (MAE), yaitu metode yang memanfaatkan radiasi gelombang mikro untuk menghasilkan pemanasan volumetrik sehingga proses pemanasan dan reaksi dapat berlangsung lebih cepat. Penggunaan MAE dalam proses deasetilasi telah menunjukkan potensi dalam meningkatkan efisiensi proses dan menghasilkan kitosan dengan DD yang tinggi dalam waktu relatif singkat. Tahir et al. (2024), misalnya, melaporkan bahwa proses deasetilasi kitin dari limbah cangkang udang menggunakan radiasi microwave dapat menghasilkan DD hingga 96,45% pada kondisi optimum 63,41% NaOH, daya 227,28 W, dan waktu reaksi 3,34 menit. Hasil tersebut menunjukkan bahwa kondisi proses deasetilasi, khususnya konsentrasi NaOH, daya microwave, dan waktu reaksi, memiliki pengaruh terhadap DD kitosan. Meskipun demikian, penggunaan MAE dalam penelitian sebelumnya lebih banyak diarahkan pada optimasi kondisi radiasi dan waktu proses.

Berdasarkan penelitian terdahulu, kajian mengenai pengaruh kondisi sintesis terhadap karakteristik awal kitosan, khususnya keterkaitan antara ukuran partikel bahan baku dan konsentrasi NaOH pada proses deasetilasi menggunakan MAE, masih perlu dikaji lebih lanjut. Penelitian yang berfokus pada optimasi parameter microwave umumnya menitikberatkan pada daya radiasi dan waktu reaksi, sedangkan pengaruh ukuran partikel bahan baku terhadap proses deasetilasi belum menjadi fokus utama. Padahal, ukuran partikel dapat memengaruhi luas permukaan kontak dan perpindahan massa selama reaksi deasetilasi. Oleh karena itu, penelitian ini menggunakan ukuran partikel 30–100 mesh dan konsentrasi NaOH 30–70% pada proses deasetilasi dengan MAE. Karakteristik kitosan dievaluasi melalui derajat deasetilasi menggunakan FTIR dan

luas permukaan menggunakan BET, sedangkan potensi aplikasinya sebagai adsorben dievaluasi melalui adsorpsi ion Cu(II). Hipotesis penelitian ini adalah bahwa perbedaan ukuran partikel cangkang udang dan konsentrasi NaOH akan memengaruhi karakteristik kitosan, terutama DD dan luas permukaan, yang selanjutnya dapat memengaruhi kemampuan adsorpsinya terhadap ion Cu(II).

Berdasarkan permasalahan tersebut, penelitian ini bertujuan untuk mensintesis dan mengkarakterisasi adsorben kitosan berbasis limbah cangkang udang menggunakan metode Microwave-Assisted Extraction (MAE) dengan mengkaji pengaruh ukuran partikel cangkang udang dan konsentrasi NaOH pada tahap deasetilasi terhadap struktur kimia dan sifat fisik kitosan serta mengevaluasi potensinya sebagai adsorben ion logam berat Cu(II).

2. Bahan dan Metode

2.1. Bahan

Limbah cangkang udang diperoleh dari Restoran Ikan Bakar Cipanas di Surabaya, Jawa Timur; asam klorida (HCl) 3M untuk proses demineralisasi; natrium hidroksida (NaOH) 10% dan 50% untuk proses deproteinisasi dan diasetilasi; CuSO₄ untuk evaluasi adsorpsi; serta *aquadest* yang dibeli dari distributor bahan kimia Nirwana.

2.2. Metode

2.2.1 Sintesis Kitin

Produksi kitin dapat dilakukan melalui tiga proses: demineralisasi (penghilangan mineral), deproteinisasi (penghilangan protein), dan deasetilasi (penghilangan gugus asetil). Cangkang udang direbus selama 15 menit, kemudian dikeringkan dalam oven selama 2 jam, dan selanjutnya digiling dan diayak menjadi berbagai ukuran, yaitu 30 mesh, 40 mesh, 60 mesh, 80 mesh, dan 100 mesh. Hasilnya adalah bubuk cangkang udang.

Demineralisasi dilakukan untuk menghilangkan kalsium karbonat (CaCO₃) yang terkandung dalam bubuk cangkang udang. Hasil deproteinisasi dipindahkan ke gelas kimia dengan perbandingan volume 1:10 dan dicampur dengan larutan HCl 3 M. Campuran tersebut dipanaskan dalam microwave berdaya 450 watt selama 8 menit, kemudian disaring menggunakan kertas saring dan dicuci dengan air suling hingga pH filtratnya stabil. Setelah itu, sisa padatan dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 2 jam. Pada dasarnya, proses demineralisasi bertujuan untuk memisahkan ikatan kalsium dari cangkang udang.

Langkah selanjutnya adalah proses deproteinisasi, yang melibatkan pelarutan cangkang udang dalam larutan NaOH 10% dengan perbandingan 1:10. Larutan tersebut kemudian dipanaskan dalam microwave berdaya 450 watt selama 8 menit. Setelah itu, residu disaring dan dicuci dengan air suling hingga pH mencapai nilai netral. Terakhir, residu tersebut dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 2 jam. Pada dasarnya, proses deproteinisasi bertujuan untuk memisahkan ikatan protein dari cangkang udang dan membentuk natrium proteinat.

2.2.2 Sintesis Kitosan

Untuk memproduksi kitosan, langkah selanjutnya adalah deasetilasi (penghilangan gugus asetil). Produk yang telah dihilangkan proteinnya dituangkan ke dalam gelas kimia dengan perbandingan volume 1:20, kemudian ditambahkan larutan NaOH dengan berbagai konsentrasi (30, 40, 50, 60, 70%). Campuran tersebut dipanaskan dalam microwave dengan daya 450 watt selama 3 menit. Selanjutnya, residu dicuci dengan air

suling hingga pH-nya netral. Setelah itu, residu dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 2 jam.

Tingkat deasetilasi ditentukan berdasarkan perbandingan intensitas pita serapan yang muncul pada sekitar 1320 cm⁻¹ dan 1420 cm⁻¹ pada setiap produk dengan menggunakan persamaan Brugnerotto. Hal ini karena spektrum di sekitar 1420 cm⁻¹ mewakili getaran regangan gugus -CH₂ dalam -CH₂OH pada posisi C-6, yang digunakan sebagai salah satu puncak acuan. Sementara itu, puncak di sekitar 1320 cm⁻¹ berfungsi sebagai acuan kedua, yang berkaitan dengan pita karakteristik gugus amida, seperti -OH, -NH₂, dan -CO (Ghanem dkk., 2025).

$$DA\% = 31.92 * (A_{1320}/A_{1420}) - 12.20 \quad (1)$$

$$DD = 100 - DA \quad (2)$$

Dimana:

DA = Derajat asetilasi kitin (%)

A₁₃₂₀/A₁₄₂₀ = Rasio intensitas pita serapan di sekitar 1320 cm⁻¹ dan di sekitar 1420 cm⁻¹ untuk setiap produk

DD = Derajat deasetilasi (%)

2.2.3 Karakterisasi Kitosan

Hasil uji BET menggambarkan karakteristik porositas adsorben yang berperan penting dalam proses adsorpsi, karena luas permukaan yang tinggi menunjukkan lebih banyak situs aktif yang tersedia untuk mengikat ion logam (Efendi et al., 2024).

2.2.4 Proses Penyerapan Logam Cu

Kitosan yang telah terbentuk selanjutnya dilakukan uji adsorpsi dengan melakukan penyerapan ke larutan logam Cu²⁺, lalu menghitung persen penyerapannya dengan persamaan (3)

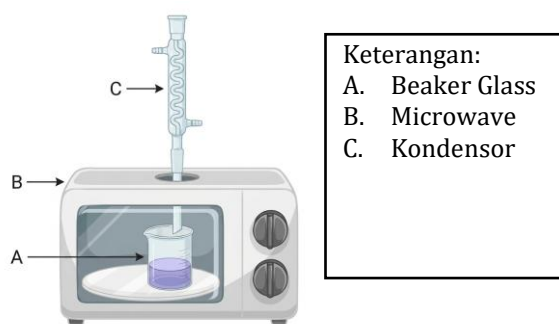
$$R (\%) = \frac{C_o - C_e}{C_o} \times 100\% \quad (3)$$

Dimana:

R = persentase penyerapan (%)

C_o = konsentrasi logam awal (mg/L)

C_e = konsentrasi logam akhir (mg/L)



Gambar 1. Rangkaian Alat MAE

3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Karakteristik Fisik Chitosan

Standar kualitas chitosan dapat bervariasi tergantung pada tujuan penggunaannya. Dalam penelitian ini, standar yang digunakan adalah standar dari Dalwoo (Korea) dan Protan Laboratory (Jepang), sebagaimana tercantum dalam Tabel 1 di bawah ini

Tabel 1. Chitosan Characteristic

Parameter	Standards		30 Mesh, 30%	100 Mesh, 70%
	Dalwoo Korea	Lab. Proton Jepang		
Wujud	Bubuk Putih atau Kuning	Larutan Jernih	Bubuk putih	Bubuk Putih
Ukuran Partikel	25-200 mesh	Serpihan sampai serbuk	<30 mesh (serbuk)	<100 mesh (serbuk)
Bau	Tidak berbau	Tidak berbau	Tidak berbau	Tidak berbau
pH	7-9	7-8	7,6	7,6

Sumber : (Rochima, 2014)

Sifat fisik kitin yang disintesis dari limbah cangkang udang menggunakan metode Ekstraksi Berbantuan Gelombang Mikro (MAE) dievaluasi melalui pengamatan organoleptik dan pengukuran pH untuk menilai keefektifan proses ekstraksi. Sebagaimana dirangkum dalam Tabel 1, kitin yang disintesis tersebut berwujud bubuk putih, tidak berbau, dan memiliki nilai pH 7,6 pada kondisi sintesis yang representatif. Karakteristik-karakteristik ini memenuhi persyaratan kualitas komersial untuk kitosan sebagaimana dilaporkan oleh (Rochima, 2014), yang menunjukkan bahwa protokol ekstraksi tersebut berhasil menghasilkan biopolimer murni yang sesuai untuk karakterisasi fisikokimia lebih lanjut dan aplikasi adsorpsi.

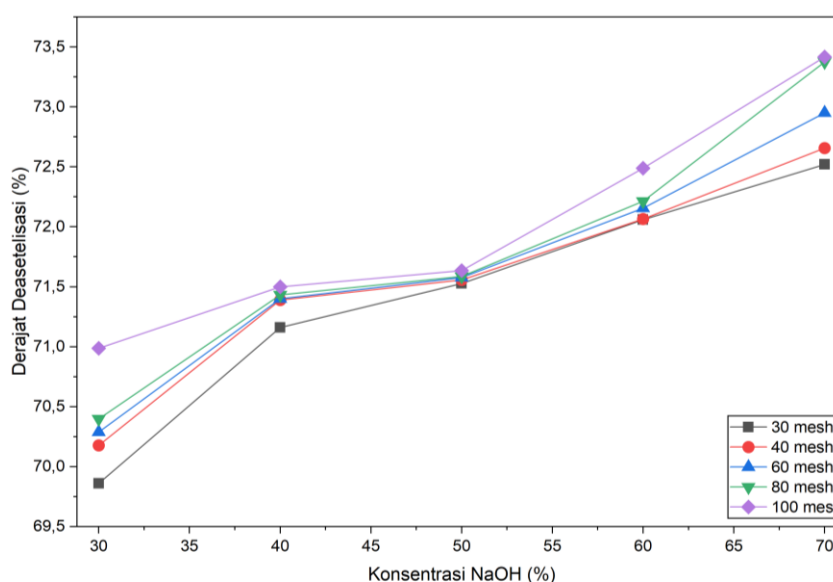
Warna putih yang ditunjukkan oleh kitosan hasil sintesis tersebut menandakan keberhasilan penghilangan mineral, protein, dan sisa pigmen selama proses demineralisasi, deproteinisasi, dan deasetilasi yang dilakukan secara berurutan. Perlakuan asam menghilangkan mineral anorganik, sedangkan perlakuan alkali menghidrolisis matriks protein dan mengurangi sisa pigmen, sehingga menghasilkan struktur kitosan yang lebih bersih (Novikov dkk., 2023). Proses yang dibantu MAE semakin meningkatkan efisiensi reaksi melalui pemanasan yang cepat dan merata, sehingga menghasilkan kitosan dengan warna putih yang khas dan residu pengotor yang minimal (Setha dkk., 2019). Sifatnya yang tidak berbau semakin menegaskan keefektifan proses pemurnian tersebut. Protein dan lipid yang tersisa dalam cangkang udang merupakan sumber utama bau tidak sedap akibat pembentukan senyawa degradasi yang mudah menguap. Tidak adanya zat-zat tersebut menunjukkan bahwa tahap deproteinisasi dan pencucian telah secara efisien menghilangkan kotoran organik sisa, sehingga menghasilkan kitosan murni dengan tingkat kontaminasi minimal yang, jika tidak, dapat mengganggu kinerja adsorpsinya. Kitosan yang disintesis tersebut memiliki nilai pH 7,6, yang masih berada dalam batas standar kualitas komersial (pH 7–9). Hasil ini menunjukkan bahwa tahap pencucian dan netralisasi secara efektif menghilangkan sisa asam klorida dan natrium hidroksida dari proses ekstraksi. Menjaga pH mendekati netral sangat penting karena hal ini menjaga stabilitas kimia polimer dan mencegah protonasi berlebihan pada gugus amino, sehingga mempertahankan situs adsorpsi aktif yang diperlukan untuk pengikatan ion logam selanjutnya (Abdou dkk., 2008).

Karakteristik fisik ini juga menunjukkan keefektifan proses *Microwave Assisted Extraction* (MAE). Pemanasan dengan gelombang mikro menghasilkan pemanasan volumetrik yang cepat dan merata melalui rotasi dipol molekul polar, sehingga mempercepat proses demineralisasi, deproteinisasi, dan deasetilasi sekaligus meminimalkan degradasi termal. Akibatnya, kitosan yang disintesis tetap mempertahankan penampilan komersial dan stabilitas kimia yang diinginkan meskipun

waktu pemrosesannya jauh lebih singkat. Secara keseluruhan, sifat organoleptik dan nilai pH yang diperoleh dalam penelitian ini menunjukkan bahwa sintesis berbasis MAE berhasil menghasilkan kitosan berkualitas komersial. Hasil-hasil ini juga menunjukkan bahwa proses pemurnian secara efektif mempertahankan struktur polimer, sehingga menjadi landasan yang tepat untuk evaluasi selanjutnya mengenai tingkat deasetilasi, karakteristik permukaan, dan kinerja adsorpsi Cu(II).

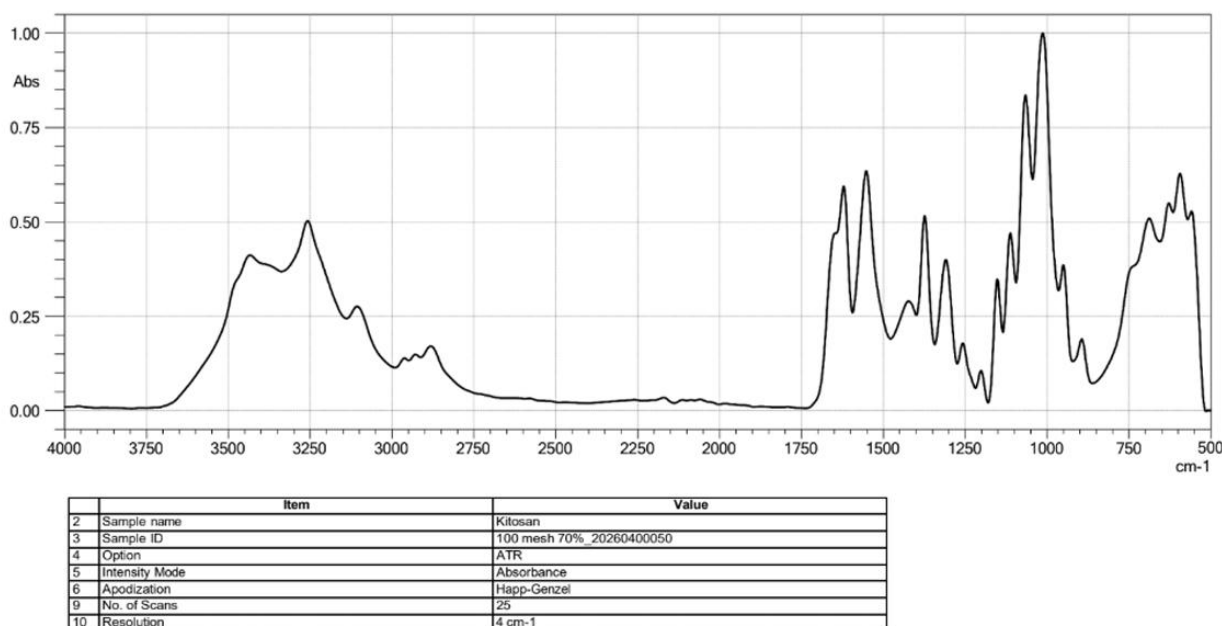
3.2. Pengaruh Konsentrasi NaOH dan Ukuran Partikel terhadap DD

Berdasarkan hasil analisis *Fourier-Transform Infrared* (FTIR), diperoleh data mengenai tingkat deasetilasi untuk berbagai konsentrasi NaOH sebagai pelarut deasetilasi dan ukuran partikel yang berbeda sebelum proses ekstraksi. Hubungan ini disajikan pada Gambar 2 sebagai berikut:



Gambar 2. Hubungan Antara Konsentrasi NaOH, Deasetilasi, dan Ukuran Partikel terhadap Tingkat DeasetilasiGraf

Tingkat deasetilasi (DD) yang diperoleh dari berdasarkan perbandingan intensitas pita serapan yang muncul pada sekitar 1320 cm^{-1} dan 1420 cm^{-1} pada setiap produk dengan menggunakan persamaan Brugnerotto seperti pada gambar 3.



Gambar 3. Grafik FTIR pada 100 mesh 70%

Pada gambar 3. Diketahui grafik Absorbansi pada intensitas pita 1320 cm^{-1} sebesar 0,0748 dan pada intensitas pita 1420 cm^{-1} sebesar 0,0616 sehingga dapat dicari DA% dengan persamaan (1) sebesar:

$$\text{DA}\% = 31.92 * (0,0748/0,0616) - 12.20 = 26,5837$$

Dan didapatkan derajat deasetilasi dengan persamaan (2):

$$\%DD = 100 - 26,5837 = 73,4162$$

Kitosan yang disintesis menggunakan Ekstraksi Berbantuan Gelombang Mikro (MAE) secara umum memenuhi standar kualitas komersial ($DD \geq 70\%$), kecuali sampel 30 mesh yang diolah dengan NaOH 30%. Nilai DD ditentukan menggunakan metode Brugnerotto berdasarkan rasio absorbansi pada 1320 dan 1420 cm^{-1} , yang mencerminkan konversi gugus asetil menjadi gugus amino bebas selama proses deasetilasi. Hasil-hasil ini menunjukkan bahwa MAE secara efektif mempercepat konversi kitin menjadi kitosan hanya dalam waktu 3 menit, jauh lebih singkat dibandingkan pemanasan konvensional, yang umumnya memerlukan waktu sekitar 2 jam pada suhu $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ untuk mencapai DD yang sebanding (Riani Kusmiati, 2020). Efisiensi tinggi MAE disebabkan oleh pemanasan dielektrik volumetrik, di mana iradiasi gelombang mikro memicu rotasi dipol yang cepat pada molekul polar, sehingga menghasilkan pemanasan internal yang merata di seluruh media reaksi. Mekanisme ini meningkatkan transfer massa antara NaOH dan matriks kitin, sehingga mempercepat penghilangan gugus asetil dan mempersingkat proses deasetilasi tanpa mengorbankan kualitas kitosan. Sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 1, peningkatan konsentrasi NaOH dari 30% menjadi 70% secara konsisten meningkatkan nilai DD untuk semua ukuran partikel. Konsentrasi alkali yang lebih tinggi menyediakan lebih banyak ion OH^- untuk memecah gugus asetamida, sehingga menghasilkan jumlah gugus amino bebas ($-\text{NH}_2$) yang lebih banyak. Tren ini sejalan dengan temuan (Narudin dkk., 2022), yang melaporkan adanya hubungan positif antara konsentrasi NaOH dan DD akibat peningkatan konversi gugus asetil selama proses deasetilasi alkali.

Ukuran partikel juga memengaruhi DD, meskipun pengaruhnya tidak sekuat pengaruh konsentrasi NaOH. Sampel berukuran 100 mesh secara konsisten menghasilkan nilai DD yang tinggi karena luas permukaan spesifiknya yang lebih besar memudahkan

kontak antara ion OH^- dan matriks kitin. Meskipun demikian, kurva DD untuk berbagai ukuran partikel tetap relatif berdekatan, yang menunjukkan bahwa hambatan difusi di dalam daerah kristalin membatasi pengaruh ukuran partikel pada waktu reaksi MAE yang singkat. Pengamatan serupa dilaporkan oleh (Mahdy Samar dkk., 2013), yang menyimpulkan bahwa pengaruh ukuran partikel sangat bergantung pada konsentrasi alkali dan lamanya reaksi. Secara keseluruhan, hasil-hasil ini menunjukkan bahwa konsentrasi NaOH merupakan faktor utama yang memengaruhi proses deasetilasi pada kondisi MAE. Temuan ini sejalan dengan (Rahayu dkk., 2025), yang juga mengamati peningkatan DD seiring dengan meningkatnya konsentrasi NaOH. Namun, konsentrasi alkali yang berlebihan harus dihindari karena ion OH^- tidak hanya dapat menghilangkan gugus asetil, tetapi juga memecah ikatan glikosidik, yang berakibat pada depolimerisasi dan kerusakan struktur kitosan (Tsaih & Chen, 2002).

3.3. Karakteristik Permukaan Kitosan

Karakterisasi BET digunakan untuk menentukan luas permukaan rata-rata. Berdasarkan hasil uji Brunauer-Emmett-Teller (BET), data luas permukaan beserta nilai acuan masing-masing diperoleh dan disajikan dalam Tabel 2 sebagai berikut:

Tabel 2. Hasil uji BET *Surface Area*

Metode	Luas Permukaan (m^2/g)	Karakteristik Kitosan	Referensi
<i>Microwave-Assisted Extraction</i> (MAE)	147,407	Poros	Penelitian Ini
Limbah Cangkang Udang	1,07	-	(Yanhong et al., 2025)
Konvensional	3,24	tidak poros	(Benazouz et al., 2025)
Konvensional	9,805	Mesoporos	(Miron et al., 2022)

Tabel 2 menyajikan luas permukaan spesifik dari kitin yang disintesis, yang mencapai $147,407 \text{ m}^2/\text{g}$, yang menunjukkan terbentuknya struktur dengan luas permukaan tinggi. Nilai ini jauh lebih tinggi daripada nilai-nilai yang dilaporkan untuk kitosan yang disintesis secara konvensional, seperti $3,24 \text{ m}^2/\text{g}$ (Benazouz dkk., 2025) dan $9,805 \text{ m}^2/\text{g}$ (Miron dkk., 2022), serta limbah cangkang udang yang tidak diolah ($1,07 \text{ m}^2/\text{g}$) (Yanhong dkk., 2025).

Luas permukaan yang jauh lebih besar tersebut menunjukkan bahwa proses MAE secara efektif meningkatkan pembentukan pori dan memenuhi persyaratan mendasar dari suatu adsorben yang efisien, yaitu luas permukaan spesifik yang tinggi (Atikah, 2017). Karakteristik permukaan yang unggul yang diperoleh melalui MAE disebabkan oleh pemanasan gelombang mikro volumetrik, yang memanaskan media reaksi secara merata di seluruh bahan, bukan dengan mentransfer panas dari permukaan melalui konduksi dan konveksi, seperti yang terjadi pada pemanasan konvensional (Oghbaei & Mirzaee, 2010). Pemanasan yang merata mempercepat penghilangan protein dan mineral selama proses deproteinisasi dan demineralisasi, sehingga menciptakan ruang kosong

yang berkembang menjadi pori-pori dan menghasilkan matriks yang lebih terbuka (Çelebi dkk., 2026; Yuan dkk., 2011). Selain itu, deasetilasi mengubah struktur polimer dengan mengubah gugus asetil menjadi gugus amino, sehingga mengurangi kristalinitas dan meningkatkan fleksibilitas rantai, yang selanjutnya berkontribusi pada pembentukan pori (Hwang dkk., 2002). Pancaran gelombang mikro juga mendorong pembentukan pori-pori halus dalam jumlah yang lebih banyak, bukan sekadar memperbesar pori-pori yang sudah ada (Bonifas dkk., 2008). Akibatnya, luas permukaan spesifik meningkat secara signifikan, sehingga menyediakan lebih banyak situs adsorpsi yang dapat diakses oleh ion logam dan meningkatkan potensi adsorpsi kitosan yang disintesis.

3.4. Kinerja Adsorpsi terhadap CuSO_4

Berdasarkan hasil uji Spektrofotometer Serapan Atom (AAS), diperoleh data mengenai adsorpsi Cu^{+} oleh kitosan dengan ukuran 100 mesh dan konsentrasi 70%, dengan persentase adsorpsi dihitung menggunakan Persamaan (3).

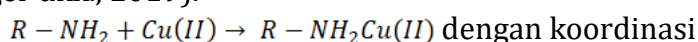
Data ini disajikan dalam Tabel 3 sebagai berikut:

Tabel 3. Data mengenai penyerapan tembaga (larutan CuSO_4) oleh kitosan 100-mesh, konsentrasi 70%, waktu interaksi 10 menit

No	Konsentrasi Tembaga (Cu) (mg/L)		Penurunan Konsentrasi Tembaga (Cu) (%)
	Sebelum Adsorpsi	Setelah Adsorpsi	
1	9,1398	4,1632	54,4498
2	9,3068	4,1411	55,5046
3	9,3876	4,0989	56,3371
Rata-rata	9,2775	4,1338	55,4305

Tabel 3 menyajikan konsentrasi Cu(II) sebelum dan sesudah adsorpsi menggunakan kitosan yang disintesis dengan metode MAE. Konsentrasi awal Cu(II) adalah 9,2775 mg/L, yang menurun menjadi 4,1338 mg/L setelah perlakuan dengan 0,5 g kitosan (100 mesh, 70% NaOH) selama 10 menit, yang setara dengan efisiensi penghilangan sebesar 55,43%. Hasil ini menunjukkan kemampuan adsorpsi yang tinggi dari kitin yang disintesis meskipun waktu kontak relatif singkat dan dosis adsorben rendah. Dibandingkan dengan kitosan yang disintesis secara konvensional, adsorben yang berasal dari MAE menunjukkan efisiensi adsorpsi yang lebih unggul. Riani dkk (2020). melaporkan penghilangan Cu(II) sebesar 63,61% dengan menggunakan 1,3 g chitosan yang disiapkan secara konvensional dan waktu kontak 20 menit. Meskipun persentase penghilangannya sedikit lebih tinggi, chitosan yang dihasilkan dari MAE mencapai kinerja yang sebanding dengan menggunakan massa adsorben kurang dari setengahnya dan waktu kontak hanya setengahnya, yang menunjukkan proses adsorpsi yang lebih efisien.

Peningkatan kinerja adsorpsi ini disebabkan oleh modifikasi struktural yang ditimbulkan oleh sintesis berbantuan gelombang mikro. Pemanasan volumetrik dengan gelombang mikro meningkatkan transfer energi dan memutus ikatan hidrogen antarmolekul di dalam matriks polisakarida, sehingga meningkatkan aksesibilitas gugus amino ($-\text{NH}_2$) dan hidroksil ($-\text{OH}$). Pada saat yang sama, perlakuan gelombang mikro mendorong pembentukan struktur mikro yang lebih berpori dengan luas permukaan efektif yang lebih besar, sehingga menghasilkan jumlah situs adsorpsi yang dapat diakses lebih banyak (Klinger dkk., 2019).



Adsorpsi Cu(II) terutama terjadi melalui pembentukan kompleks permukaan antara ion Cu^{2+} dan gugus amino kitosan, di mana pasangan elektron bebas pada nitrogen berkoordinasi dengan ion logam untuk membentuk kompleks yang stabil. Mekanisme koordinasi ini menjelaskan afinitas tinggi kitosan terhadap Cu(II), sebagaimana dilaporkan sebelumnya oleh (Wu et al., 2010) dan (An, 2020), dan sejalan dengan tingkat deasetilasi yang tinggi serta luas permukaan spesifik yang besar yang diperoleh dalam penelitian ini.

4. Kesimpulan

Sintesis kitin dari limbah cangkang udang menggunakan metode Ekstraksi Berbantuan Gelombang Mikro (MAE) telah berhasil dilakukan, dengan hasil yang memenuhi standar Dalwoo Korea dan Lab Proton Jepang. Konsentrasi NaOH dan ukuran partikel cangkang udang pada tahap deasetilasi terbukti memengaruhi tingkat deasetilasi kitin yang dihasilkan, dengan konsentrasi NaOH sebagai faktor yang lebih dominan. Kondisi optimal tercapai pada ukuran partikel 100 mesh dan konsentrasi NaOH 70%, yang menghasilkan tingkat deasetilasi tertinggi sebesar 73,42% serta luas permukaan BET sebesar $147,407 \text{ m}^2/\text{g}$ dengan struktur berpori. Kitosan yang disintesis dengan metode MAE menunjukkan kapasitas adsorpsi Cu^{2+} sebesar 55,43% dalam waktu 10 menit, yang menegaskan potensinya sebagai adsorben logam berat.

References

- Abdou, E. S., Nagy, K. S. A., & Elsabee, M. Z. (2008). Extraction and characterization of chitin and chitosan from local sources. *Bioresource Technology*, 99(5), 1359–1367. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2007.01.051>
- An, B. (2020). Cu(II) and As(V) adsorption kinetic characteristic of the multifunctional amino groups in chitosan. *Processes*, 8(9). <https://doi.org/10.3390/PR8091194>
- Atikah. (2017). EFEKTIFITAS BENTONIT SEBAGAI ADSORBEN PADA PROSES PENINGKATAN KADAR BIOETANOL. *Distilasi*, 2(2).
- Benazouz, K., Bouchelkia, N., Moussa, H., Boutheldja, R., Zamouche, M., Amrane, A., Parvathiraja, C., Al-Lohedan, H. A., Bollinger, J. C., & Mouni, L. (2025). Efficient Removal of Cu(II) from Wastewater Using Chitosan Derived from Shrimp Shells: A Kinetic, Thermodynamic, Optimization, and Modelling Study. *Water (Switzerland)*, 17(6). <https://doi.org/10.3390/w17060851>
- Bonifas, C. J., Marconnet, A., Perry, J., Booske, J. H., & Cooper, R. F. (2008). Microwave-induced mass transport enhancement in nano-porous aluminum oxide membranes. *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, 42(1), 13–22. <https://doi.org/10.1080/08327823.2007.11688576>
- Çelebi, M., Tav, A., Kaya, M. A., & Özdemir, Z. Ö. (2026). Scalable Production of Low-Molecular-Weight Chitosan: Comparative Study of Conventional, Microwave, and Autoclave-Assisted Methods. *Polymers*, 18(2), 213. <https://doi.org/10.3390/polym18020213>
- Crini, G., & Badot, P. M. (2008). Application of chitosan, a natural aminopolysaccharide, for dye removal from aqueous solutions by adsorption processes using batch studies: A review of recent literature. In *Progress in Polymer Science (Oxford)* (Vol. 33, Number 4, pp. 399–447). <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2007.11.001>
- Desvy Pratiwi, R., Muttaqien, S. El, Gustini, N., Salsabilla Difa, N., Syahputra, G., & Liyatur Rosyidah, A. ' . (2025). *Eco-friendly synthesis of chitosan and its medical application: from chitin extraction to nanoparticle preparation*. <https://doi.org/10.5599/adme>

- Sahrul Nizam Pratama, Abyan Naufal Imtiyaaz, Sri Redjeki
23031010078@student.upnjatim.ac.id: Sintesis dan Karakterisasi Adsorben Kitosan Berbasis Limbah Cangkang Udang Menggunakan *Microwave Assisted Extraction*
- Direktorat Jenderal Penguatan Daya Saing Produk Kelautan dan Perikanan Kementerian Kelautan dan Perikanan Republik Indonesia. (2023). *Profil Pasar Udang*.
- Fitriani, W. (2020). DAMPAK PEMBUANGAN LIMBAH INDUSTRI PENGELOLAHAN UDANG TERHADAP KUALITAS AIR DI ALIRAN SUNGAI KECING DESA CEBOLEK KIDUL KECAMATAN MARGOYOSO KABUPATEN PATI. *Open Journal System*, 2(1).
- Ghanem, S. N., Marzouk, M. I., Tawfik, M. E., & Eskander, S. B. (2025). Spectroscopic approaches for structural analysis of extracted chitosan generated from chitin deacetylated for escalated periods. *BMC Chemistry*, 19(1). <https://doi.org/10.1186/s13065-025-01558-3>
- Hwang, K. T., Jung, S. T., Lee, G. D., Chinnan, M. S., Park, Y. S., & Park, H. J. (2002). Controlling molecular weight and degree of deacetylation of chitosan by response surface methodology. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50(7), 1876–1882. <https://doi.org/10.1021/jf011167u>
- Klinger, C., Żółtowska-Aksamitowska, S., & Jesionowski, T. (2019). Isolation of chitin from *Aplysina Aerophoba* using a microwave approach. *Progress on Chemistry and Application of Chitin and Its Derivatives*, 24, 61–74. <https://doi.org/10.15259/PCACD.24.005>
- Lee, G. H., Jang, J. M., Jung, J. Y., & Ahn, J. H. (2025). Extraction of Chitin from Shrimp Shells using Microwave: Optimization of Protein Removal based on Central Composite Face-centered Design. *J. Korean Soc. Environ. Eng.*, 47(2).
- Mahdy, S. (2019). Optimization of Microwave technique conditions for Shrimp chitin deacetylation by response surface methodology. *Journal of Bioscience and Applied Research*, 5(1), 75–91. <https://doi.org/10.21608/jbaar.2019.109402>
- Mahdy Samar, M., El-Kalyoubi, M. H., Khalaf, M. M., & Abd El-Razik, M. M. (2013). Physicochemical, functional, antioxidant and antibacterial properties of chitosan extracted from shrimp wastes by microwave technique. *Annals of Agricultural Sciences*, 58(1), 33–41. <https://doi.org/10.1016/j.aosas.2013.01.006>
- Miron, A., Sarbu, A., Zaharia, A., Sandu, T., Iovu, H., Fierascu, R. C., Neagu, A. L., Chiriac, A. L., & Iordache, T. V. (2022). A Top-Down Procedure for Synthesizing Calcium Carbonate-Enriched Chitosan from Shrimp Shell Wastes. *Gels*, 8(11). <https://doi.org/10.3390/gels8110742>
- Narudin, N. A. H., Rosman, N. 'Aqilah, Shahrin, E. W. E., Sofyan, N., Hanif Mahadi, A., Kusriani, E., Hobley, J., & Usman, A. (2022). Extraction, characterization, and kinetics of N-deacetylation of chitin obtained from mud crab shells. *Polymers and Polymer Composites*, 30. <https://doi.org/10.1177/09673911221109611>
- Novikov, V. Y., Derkach, S. R., Konovalova, I. N., Dolgopyatova, N. V., & Kuchina, Y. A. (2023). Mechanism of Heterogeneous Alkaline Deacetylation of Chitin: A Review. In *Polymers* (Vol. 15, Number 7). MDPI. <https://doi.org/10.3390/polym15071729>
- Oghbaei, M., & Mirzaee, O. (2010). Microwave versus conventional sintering: A review of fundamentals, advantages and applications. In *Journal of Alloys and Compounds* (Vol. 494, Numbers 1–2, pp. 175–189). <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.01.068>
- Ozden Ozyalcin, Z., & Seyhun Kipcak, A. (2021). The effect of production parameters of crab and shrimp based chitosan on the adsorption of aluminum and lead. In *Sigma Journal of Engineering and Natural Sciences* (Vol. 39, Number 1). Yildiz Technical University Press.
- Rahayu, S., Masrurroh, Santjojo, D. J. D. H., Septiani, N., & Wirawan, R. (2025). Isolation and Characterization of Chitosan from Nacre of the Oyster Pearl Shell (*Pinctada Maxima*) as Biopolimer. *Journal of Physics: Conference Series*, 2980(1). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/2980/1/012026>

- Rahman, A., Haque, M. A., Ghosh, S., Shinu, P., Attimarad, M., & Kobayashi, G. (2023). Modified Shrimp-Based Chitosan as an Emerging Adsorbent Removing Heavy Metals (Chromium, Nickel, Arsenic, and Cobalt) from Polluted Water. *Sustainability (Switzerland)*, 15(3). <https://doi.org/10.3390/su15032431>
- Riani Kusmiati, A. (2020). Pemanfaatan Kitosan Dari Cangkang Udang sebagai Adsorben Logam Berat Pb pada Limbah Praktikum Kimia Farmasi. *JOURNAL OF LABORATORY ISSN*, 3(1), 4887.
- Rinaudo, M. (2006). Chitin and chitosan: Properties and applications. In *Progress in Polymer Science (Oxford)* (Vol. 31, Number 7, pp. 603–632). <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2006.06.001>
- Rochima, E. (2014). Kajian Pemanfaatan Limbah Rajungan dan Aplikasinya untuk Bahan Minuman Kesehatan Berbasis Kitosan. *Jurnal Akuatika Indonesia*, 5(1).
- Sebastian, J., Rouissi, T., Brar, S. K., Hegde, K., & Verma, M. (2019). Microwave-assisted extraction of chitosan from *Rhizopus oryzae* NRRL 1526 biomass. *Carbohydrate Polymers*, 219, 431–440. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.05.047>
- Setha, B., Rumata, F., & Silaban, B. B. (2019). KARAKTERISTIK KITOSAN DARI KULIT UDANG VANAME DENGAN MENGGUNAKAN SUHU DAN WAKTU YANG BERBEDA DALAM PROSES DEASETILASI.
- Tahir, I., Wijaya, K., Mudasir, Krismayanti, D., Saviola, A. J., Wahab, R. A., Amin, A. K., Saputri, W. D., & Pratika, R. A. (2024). Microwave Radiation-Assisted Chitin Deacetylation: Optimization by Response Surface Methodology (RSM). *Korean Journal of Materials Research*, 34(2), 85–94. <https://doi.org/10.3740/MRSK.2024.34.2.85>
- Tsaih, M. L., & Chen, R. H. (2002). *The Effect of Reaction Time and Temperature During Heterogenous Alkali Deacetylation on Degree of Deacetylation and Molecular Weight of Resulting Chitosan*.
- Wu, F. C., Tseng, R. L., & Juang, R. S. (2010). A review and experimental verification of using chitosan and its derivatives as adsorbents for selected heavy metals. In *Journal of Environmental Management* (Vol. 91, Number 4, pp. 798–806). Academic Press. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2009.10.018>
- Yanhong, F., Hongwei, L., Xiaochun, Y., & Bo, L. (2025). An environmentally effective separation strategy of chitin from shrimp shells based on steam explosion and supercritical carbon dioxide. *Industrial Crops and Products*, 224. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2024.120369>
- Younes, I., & Rinaudo, M. (2015). Chitin and chitosan preparation from marine sources. Structure, properties and applications. In *Marine Drugs* (Vol. 13, Number 3, pp. 1133–1174). MDPI AG. <https://doi.org/10.3390/md13031133>
- Yuan, Y., Chesnutt, B. M., Haggard, W. O., & Bumgardner, J. D. (2011). Deacetylation of chitosan: Material characterization and in vitro evaluation via albumin adsorption and pre-osteoblastic cell cultures. *Materials*, 4(8), 1399–1416. <https://doi.org/10.3390/ma4081399>