PENGARUH VARIASI KONSENTRASI ASAM ASETAT TERHADAP HASIL SINTESIS NANOKITOSAN DENGAN METODE GELASI IONIK

Putri Aurora Dewita[1)], **Ahmad Fadli**[2)], **Sunarno**[3)]
[1)]Mahasiswa Program Studi Teknik Kimia S1, [2)] Dosen Teknik Kimia
Laboratorium Material dan Korosi Jurusan Teknik Kimia Universitas Riau
Kampus Bina Widya Jl. H.R. Soebrantas Km 12,5 Simpang Baru Panam, Pekanbaru 28293
[1)]Email: putri.aurora.d@gmail.com

ABSTRACT

Industrial waste of dried shrimp shells contains chitin which can be used as raw material for chitosan synthesis. Along with the development of technology, product with using chitosan continues to be developed by physically modifying chitosan into nanochitosan so that it has a wider utilization than chitosan. This study was aimed to synthesize nanocitosan using the ionic gelation method and determine the effect of the acetic acid concentrations and sodium tripolyphosphate concentrations on the characteristics of nanochitosan. The procedure of nanochitosan synthesis by dissolved chitosan with acetic acid to obtain 0.2% chitosan solution and stirred with a magnetic stirrer. NaTPP solution with a chitosan volume ratio of NaTPP 5: 1 was added to the chitosan solution and stirred for 1 hour at a speed of 1200 rpm. Furthermore, the nanochitosan was characterized by using Particle Size Analyzer (PSA). The acetic acid concentrations used were 0.5% and 2%. The increase in acetic acid concentration (0.5% and 2%) with the constant of 0.5% NaTPP concentration causes the polydispersity index decrease (1.451 and 0.924).

Keywords: *acetic acid, ionic gelation, nanochitosan, sodium tripolyphosphate*

1. Pendahuluan

Udang merupakan salah satu biota laut yang bernilai ekonomis tinggi di Indonesia. Berdasarkan Badan Pusat Statistik Indonesia pada tahun 2018, ekspor udang di Indonesia sebesar 157.400 ton. Salah satu provinsi produsen udang di Indonesia adalah Provinsi Riau. Berdasarkan data Badan Pusat Statistik Provinsi Riau pada tahun 2018, produksi udang sebesar 1.569,67 ton. Produksi udang menghasilkan limbah udang yang terdiri dari bagian kepala, kulit dan ekor. Limbah kulit udang mengandung protein sebesar 25%-40%, kalsium karbonat 45%-50% dan kitin sebesar 15%-20% (Marganof, 2003). Pemanfaatan kandungan kitin pada kulit udang digunakan sebagai bahan baku sintesis kitosan.

Kitin merupakan poli (2-asetamido-2-deodoksi-β-(1,4)-D-glukopianosa) dengan rumus molekul $(C_8H_{13}NO_5)n$ yang tersusun atas 47% karbon, 6% hidrogen, 7% nitrogen dan 40% oksigen (Sugita dkk, 2009). Kitin dari limbah kulit udang disintesis dengan proses demineralisasi dan deproteinasi.

Kitin dapat dikonversi menjadi kitosan dengan proses deasetilasi. Kitosan merupakan senyawa yang memiliki rantai polisakarida (β-(1-4)-2-amino-2-deoksi-D-glukosa) dengan rumus molekul $(C_6H_{11}NO_4)_n$ (Tiyaboonchai, 2003). Kitosan memiliki karakteristik derajat deasetilasi (DD) lebih dari 70%. Kitosan tidak dapat larut dalam dalam larutan netral atau basa tetapi larut dalam asam-asam organik (Bahri dkk, 2015). Kelarutan kitosan dipengaruhi oleh bobot molekul dan derajat deasetilasi bergantung pada

sumber dan metode isolasi (Sugita dkk, 2009). Seiring perkembangan teknologi, peningkatan pemanfaatan kitosan terus dilakukan, yaitu dengan memodifikasi fisik kitosan menjadi ukuran partikel yang lebih kecil untuk pemanfaatan yang lebih luas. Pengembangan ukuran partikel ini mengarah pada ukuran nanopartikel (Nadia dkk, 2014).

Nanopartikel merupakan partikel yang berukuran 10-1000 nm (Mohanraj & Chen, 2006). Nanopartikel mempunyai keunggulan dibandingkan dengan material sejenis dengan ukuran yang lebih besar. Hal ini disebabkan oleh luas permukaan dan volume yang lebih besar, sehingga lebih bersifat reaktif (Suwarda & Maarif, 2013).

Nanopartikel kitosan atau nanokitosan dapat disintesis dengan beberapa metode, yaitu, *solvent evaporation, spontaneous emulsification, ionic gelation method*. Metode yang paling umum digunakan adalah *ionic gelation method* atau metode gelasi ionik. Kelebihan dari metode gelasi ionik dibandingkan dengan metode lain adalah prosesnya yang sederhana dan dapat dikontrol dengan mudah (Mardliyati dkk, 2012).

Proses metode gelasi ionik dilakukan dengan melarutkan kitosan dengan asam asetat dengan penambahan atau tanpa stabilizing agent, kemudian ditambahkan polianion atau polimer anionik yaitu natrium tripolifosfat (NaTPP) sehingga nanopartikel terbentuk secara spontan dengan pengadukan secara mekanik dalam suhu ruang (Calvo dkk, 1997).

2. Metode dan Bahan

2.1 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam sintesis nanokitosan adalah gelas kimia 100 ml, gelas ukur 5 ml dan 10 ml, labu ukur 50 ml dan 500 ml, *magnetic stirrer*, *magnetic stirring bar*, kertas indikator pH, buret, statif dan klem, timbangan analitik, batang pengaduk, spatula, cawan petri, pipet tetes, *aluminium foil*. Sedangkan Bahan yang digunakan adalah kitosan (DD 76,3%) yang disintesis dari limbah industri pengolahan udang kering di Desa Kuala Enok, Kec. Tanah Merah, Kab. Indragiri Hilir, Provinsi Riau, asam asetat glasial (*Merck*, Jerman), natrium tripolifosfat (*Merck*, Jerman) dan akuades (*Brataco Chemical*, Indonesia).

2.2 Prosedur Penelitian

Sintesis kitosan diperoleh dengan merujuk metode terbaik dari penelitian Thariq (2017). Pembuatan larutan asam asetat 0,5% dan 2% dilakukan dengan cara larutan asam asetat 100% diencerkan konsentrasinya menjadi 0,5% dan 2%. Larutan asam asetat 100% diambil 2,5 ml dan 10 ml untuk konsentrasi 0,5%, 1% dan 2%. Kemudian dimasukan ke dalam labu ukur 500 ml dan ditambahkan akuades sampai tanda batas.

Pembuatan larutan kitosan 0,2% dilakukan dengan cara kitosan 0,1 gram ditimbang dan dilarutkan ke dalam asam asetat 0,5% dan 2%.

Pembuatan larutan NaTPP 0,5% dilakukan dengan cara NaTPP ditimbang 0,25 gram kemudian dimasukan ke dalam labu ukur 50 ml dan ditambahkan akuades sampai tanda batas.

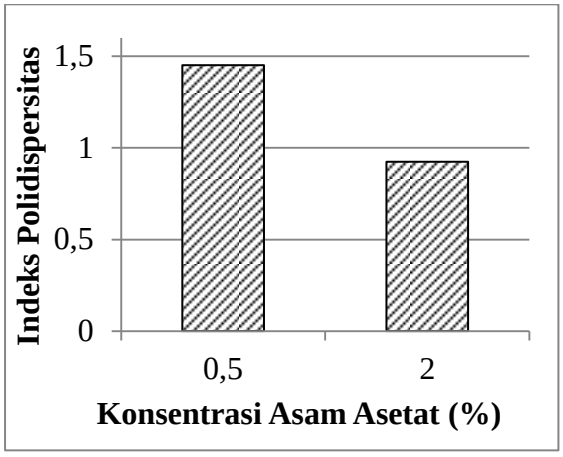
Sintesis nanokitosan dilakukan dengan cara larutan kitosan 0,2% dituangkan ke dalam gelas kimia, kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. Setelah 15 menit, larutan NaTPP 0,5% dengan rasio volume kitosan: NaTPP 5:1 ditambahkan secara perlahan-lahan ke dalam larutan kitosan. Pengadukan dilanjutkan selama 1 jam dengan kecepatan pengadukan 1200 rpm.

Nanokitosan dikarakterisasi dengan alat *Particle Size Analyzer* (PSA) untuk memperoleh data indeks polidispersitas dan ukuran partikel.

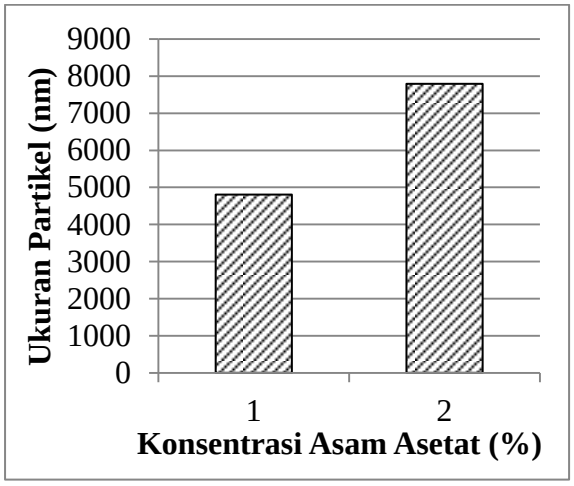
3. Hasil dan Pembahasan

Sintesis nanokitosan dilakukan dengan variasi konsentrasi asam asetat 0,5% dan 2% dengan konsentrasi NaTPP

0,5%. Hasil karakterisasi indeks polidispersitas dan ukuran partikel dapat dilihat pada Gambar 1 dan Gambar 2.



Gambar 1. Pengaruh Konsentrasi Asam Asetat terhadap Indeks Polidipersitas



Gambar 2. Pengaruh Konsentrasi Asam Asetat terhadap Ukuran Partikel

Berdasarkan Gambar 1, diperoleh indeks polidispersitas dengan konsentrasi asam asetat 0,5% dan 2% secara berturut-turut adalah 1,451 dan 0,924. Nilai indeks polidispersitas (IP) menunjukkan keseragaman ukuran partikel dan distribusi partikel pada sistem. Nilai indeks polidispersitas 0,01 sampai 0,5-0,7 untuk partikel monodispersi, sedangkan diatas 0,7 menunjukkan partikel polidsipersi. Partikel monodispersi menunjukkan ukuran partikel yang homogen dan distribusi partikel yang sempit, sedangkan polidispersi memilki ukuran paertikel yang heterogen dan distribusi partikel yang luas (Nidhin dkk, 2008).

Hasil penelitian menunjukkan distribusi partikel yang luas (IP>0,7). Hal ini disebabkan oleh derajat deasetilasi dari kiosan yang rendah (76,3%). Tinggi rendahnya derajat deasetilasi mempengaruhi kelarutan kitosan di dalam asam asetat. Semakin tinggi derajat deasetilasi kitosan maka kelarutan kitosan semakin baik. Kelarutan kitosan pada penelitian ini dapat diamati secara visual, yaitu, terdapat endapan partikel dalam larutan yang mengindikasikan bahwa kelarutan kitosan yang rendah. Kitosan dengan derajat deasetilasi yang tinggi ($\pm$ 90%), memiliki gugus amina yang tinggi, sehingga banyak gugus amina (NH_2) yang dapat terprotonasi menjadi gugus amino (NH_3^+). Kondisi kelarutan yang rendah mempengaruhi hasil sintesis nanokitosan yang dihasilkan saat penambahan NaTPP sebagai polianion.

Hasil sintesis nanokitosan berupa larutan suspensi putih mengindikasikan larutan mengalami agregasi dan membentuk flokulasi (Harahap, 2012). Agregasi yang terbentuk menyebabkan ukuran partikel yang heterogen dan distribusi ukuran partikel yang luas (Nidhin dkk, 2008).

Berdasarkan Gambar 2, ukuran partikel yang dihasilkan 4803,8 nm dan 7788,7 nm. Faktor yang mempengaruhi ukuran partikel tidak berukuran nanometer adalah rendahnya DD kitosan (76,3%) yang digunakan dan konsentrasi larutan kitosan yang digunakan terlalu tinggi dengan bahan baku kitosan produksi skala laboratorium. Menurut Desfajaya & Safriantina (2018), semakin tinggi konsentraasi asam yang digunakan, maka diameter partikel yang diperoleh semakin kecil.

Ukuran partikel hasil penelitian yang dihasilkan tidak sesuai teori, hal ini bisa disebabkan oleh prinsip alat *Particle Size Analyzer* (PSA) yang digunakan teknik *Dynamic Light Scattering* (DLS).

Teknik DLS digunakan untuk mengukur partikel monodispersi, sedangkan untuk polidispersi akan menghasilkan akurasi yang rendah. Pengukuran partikel polidispersi yang mengalami agregasi dengan teknik DLS menghasilkan pembacaan ukuran partikel yang lebih besar dibandingkan alat pengukuran partikel lain, seperti *Transmission Electron Microscopy* (TEM) (Raval dkk, 2019). Agregasi terjadi pada semua konsentrasi asam asetat (0,5% dan 2%) yang ditandai dengan nilai IP diatas 0,7, sehingga ukuran yang terbaca pada alat PSA berukuran mikrometer.

4. Kesimpulan

Ukuran partikel yang dihasilkan dari variasi konsentrasi asam asetat (0,5% dan 2%) tidak berukuran nanometer melainkan mikrometer. Semakin tinggi konsentrasi asam asetat (0,5% dan 2%) semakin kecil indeks polidispersitas yaitu, 1,45 dan 0,924. Semakin tinggi konsentrasi asam asetat, maka ukuran partikel yang dihasilkan semakin besar secara berturut-turut adalah 4803,8 nm dan 7788,7 nm.

Daftar Pustaka

Bahri, S., Rahim, E. A., & Syarifuddin. (2015). Derajat Deasetilasi Kitosan dari Cangkang Kerang Darah dengan Penambahan NaOH Secara Bertahap. *Kovalen*, 1(1), 36-42.

Calvo, P., Remunan-Lopez, C., Vila-Jato, J. L., & Alonso, M. J. (1997). Novel Hydrophilic Chitosan-Polyethylene Oxide Nanoparticles as Protein Carrier. *Journal of Applied Polymer Science*, 63(1), 125-132.

Desfajaya, N., & Sefriantina, Y. (2018). Synthesis Nanochitosan: The Effect of Acid Formic and Tripolyphosphate Concentration to Diameter and Polydispersity Index of Nanochitosan Particles. Seminar Nasional Teknik Kimia Kejuangan.

Harahap, Y. (2012). Preparasi dan Karakterisasi Nanopartikel Kitosan dengan Variasi Asam. *Skripsi*. Jakarta: Universitas Indonesia.

Mardliyati, E., Muttaqien, S. E., & Setyawati, D. R. (2012). Sintesis Nanopartikel Kitosan-Trypoly Phosphate dengan Metode Gelasi Ionik: Pengaruh Konsentrasi dan Rasio Volume terhadap Karakteristik Partikel. Prosiding Pertemuan Ilmiah Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Bahan.

Marganof. (2003). Potensi Limbah Udang sebagai Penyerap Logam Berat (Timbal, Kadmium, dan Tembaga) di Perairan. *Disertasi*. Progam Pasca Sarjana Institut Pertanian Bogor. Bogor.

Mohanraj, V.J., & Chen, Y. (2006). Nanoparticles : A Review. *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*, 5(1), 561-573.

Nadia, L. M. H., Suptijah, P., & Ibrahim, B. (2014). Produksi dan Karakterisasi Nano Kitosan dari Cangkang Udang Windu dengan Metode Gelasi Ionik. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 17(2), 119-126.

Nidhin, M., Indumathy, R., Sreeram, K. J., & Nair, B. U. (2008). Synthesis of Iron Oxide Nanoparticles of Narrow size Distribution on Polysaccharide Templates. *Bulletin of Materials Science*, *31*(1), 93-96.

Sugita, P., Wukirsari, T., Sjahriza, A., & Wahyono, D. (2009). Kitosan: Sumber Biomaterial Masa Depan. Bogor: IPB Press.

Suwarda, R., & Maarif, M. S. (2013). Pengembangan Inovasi Teknologi Nanopartikel Berbasis Pat untuk Menciptakan Produk yang Berdaya Saing. *Jurnal Teknik Industri*, 3(2), 104-122.

Tiyaboonchai, W. (2003). Chitosan Nanoparticles: A Promising System for Drug Delivery. *Naresuan University Journal*, 11(3), 51-66.

Raval, N., Maheshwari, R., Kalyane, D., Youngren-Ortiz, S. R., Chougule, M. B., & Tekade, R. K. (2019). Importance of Physicochemical Characterization of Nanoparticles in Pharmaceutical Product Development. *Basic Fundamentals of Drug Delivery*. Academic Press.