

KARAKTERISASI NANO KITOSAN DARI CANGKANG KERANG HIJAU DENGAN METODE GELASI IONIK

Nita Zul Arsyi¹, Eko Nurjannah², Darari Nur Ahlina³, Eni Budiayati⁴

Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Muhammadiyah Surakarta

Email: nita.dzul@gmail.com, ekonurjannah949@gmail.com

Abstract

Chitosan is one of the polymers that is being developed in the form of nanoparticles. Chitosan is obtained from the alkaline deacetylation of chitin, which can be found in the shells of green mussel. Meanwhile, chitosan nanoparticles can be prepared based on the ionic gelation of chitosan with tripolyphosphate anions. This paper present the study of chitosan that obtained from shells of green mussel. It also studied the effect of chitosan:NaTPP ratio and stirring speed to the particle size of chitosan nanoparticles. In order to determine the degree of deacetylation (DD), an analysis based on FTIR spectroscopy was performed. The characterization of chitosan nanoparticles was evaluated by an analysis based on UV-Vis spectroscopy and Particle Size Analyzer (PSA). The result showed that the yield of chitosan is 81,33% with DD 82,05%. As result of UV-Vis analysis, the identified effects were: at 200 rpm, the particle size increased from 4:1; 3:1; and 5:1 ratio, but inversely for the 300 rpm stirring speed. At 400 rpm, the particle size increase from 5:1; 4:1; and 3:1 ratio. Based on PSA analysis, sample that prepared at chitosan:NaTPP 5:1 and 400 rpm stirring speed gave the nano particles with size of 774,3 nm.

Keywords: *chitosan, nanoparticles, green shells, ionic gelation*

Abstrak

Kitosan adalah salah satu polimer yang sedang dikembangkan dalam bentuk nanopartikel. Kitosan diperoleh dari deasetilasi kitin, yang dapat ditemukan dalam cangkang kerang hijau. Sementara nanopartikel kitosan dapat dipreparasi menggunakan metode gelasi ionik dengan anion tripolifosfat. Penelitian ini mempelajari tentang isolasi kitosan dari cangkang kerang hijau. Selain itu juga mempelajari pengaruh rasio kitosan:NaTPP dan kecepatan pengadukan terhadap karakteristik nano kitosan. Untuk menentukan derajat deasetilasi (DD), dilakukan analisis menggunakan spektroskopi FTIR. Sedangkan karakterisasi nano kitosan dievaluasi berdasarkan analisis spektroskopi UV-Vis dan Particle Size Analyzer (PSA) untuk mengetahui ukuran partikel nano kitosan. Hasil penelitian menunjukkan bahwa rendemen kitosan cangkang kerang hijau sebesar 81,33% dengan DD 82,05%. Pada preparasi nano kitosan, berdasarkan analisis UV-Vis, ukuran partikel meningkat dari 4:1; 3:1; dan rasio 5:1 pada 200 rpm, tetapi berbanding terbalik pada kecepatan pengadukan 300 rpm. Sedangkan pada kecepatan pengadukan 400 rpm, ukuran partikel meningkat dari 5: 1; 4: 1; dan rasio 3: 1. Berdasarkan analisis PSA, sampel yang disiapkan pada chitosan: tpp 5: 1 dan 400 rpm kecepatan pengadukan memberikan partikel nano dengan ukuran 774,3 nm.

Kata kunci: *Nano partikel, kitosan, Kerang hijau, Gelasi ionik*

PENDAHULUAN

Penerapan nanoteknologi saat ini sedang mengalami perkembangan yang pesat. Termasuk dalam bidang ilmiah seperti *nano-medicine* maupun aplikasi yang berhubungan dengan medis lainnya. Salah satu nanoteknologi yang berkembang di dunia medis adalah nanopartikel kitosan. Kitosan dipilih karena sifat yang dimilikinya seperti, *biocompatible*, *biodegradable*, dan sifatnya yang nontoksik (Sandeep et al., 2013).

Kitosan tersusun atas distribusi acak *N-aceyl-D-glukosamine* dan *D-glucosamine-linked* β -(1-4) (Logithkumar et al., 2016). Kitosan diperoleh melalui deasetilasi senyawa kitin yang ditemukan pada cangkang *arthropoda*, *mollusca*, *fungi*, dan *algae* (Hamed et al., 2016). Salah satu sumber kitin adalah cangkang kerang hijau. Cangkang kerang hijau memiliki kandungan kitin sebesar 14 – 35% (Marganof, 2003) dan kitosan sebesar 20,62% (Hastuti and Tulus, 2015).

Kerang hijau (*Perna viridis* L.) merupakan salah satu sumber daya perikanan Indonesia yang banyak diperoleh melalui penangkapan di alam dan merupakan salah satu kerang yang berhasil dibudidayakan. Produksi kerang termasuk kerang hijau tersebut menghasilkan cangkang kerang hijau yang besar pula, sehingga berpotensi menimbulkan limbah yang dapat mencemari lingkungan.

Nanopartikel kitosan dapat dibuat melalui gelasi ionik. Gelasi ionik merupakan metode yang banyak dikembangkan karena prosesnya sederhana. Metode ini pertama kali diperkenalkan oleh (Bodmeier et al., 1989) yang menyiapkan nano kitosan dengan menambahkan larutan tripolifosfat (TPP) ke dalam larutan asam kitosan dengan pengadukan konstan. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui derajat deasetilasi kitosan dari cangkang kerang hijau yang akan digunakan dan mengetahui pengaruh

rasio volume larutan kitosan:larutan NaTPP serta kecepatan pengadukan terhadap karakteristik ukuran nano partikel kitosan.

METODE

Persiapan Cangkang Kerang Hijau

Cangkang kerang hijau yang dikumpulkan dari pedang kaki lima kerang hijau, terlebih dahulu dicuci menggunakan air mengalir untuk membersihkan sisa kotoran. Selanjutnya cangkang kerang hijau di keringkan dengan sinar matahari. Setelah itu cangkang ditumbuk hingga ukurannya menjadi lebih kecil. Kemudian dihaluskan menggunakan grinder sehingga menghasilkan serbuk halus. Serbuk cangkang kerang hijau selanjutnya diayak menggunakan ayakan 80 mesh.

Isolasi Kitosan Cangkang Kerang Hijau Tahap Deproteinasi

Sebanyak 70 gram serbuk cangkang kerang hijau dimasukkan kedalam labu leher tiga. Selanjutnya menambahkan larutan NaOH 3,5% (w/v) dengan perbandingan 1:10 (w/v). Kemudian dipanaskan pada suhu 70°C selama 2 jam dan disertai pengadukan. Setelah itu, campuran disaring dan dicuci menggunakan aquades hingga mempunyai pH netral. Padatan yang diperoleh dikeringkan didalam oven pada 60°C hingga berat konstan.

Tahap Demineralisasi

Serbuk hasil tahap deproteinasi dimasukkan kedalam labu leher tiga dan ditambahkan HCl 1N dengan perbandingan 1:10 (w/v). Campuran tersebut didiamkan pada suhu ruangan untuk perendaman. Setelah itu, dipanaskan pada suhu 75°C selama 1 jam dan disertai pengadukan. Selanjutnya campuran disaring dan dicuci menggunakan aquades hingga mempunyai pH netral. Padatan yang diperoleh dikeringkan didalam oven pada 60°C hingga berat konstan. Kemudian mendapatkan hasil produk kitin dari cangkang kerang hijau.

Tahap Deasetilasi

Sebanyak 10 gram serbuk kitin yang dihasilkan dimasukkan kedalam labu suhu 90°C selama 3 jam dan disertai pengadukan. Setelah itu, campuran disaring dan dicuci menggunakan aquades hingga mempunyai pH netral. Padatan yang diperoleh dikeringkan didalam oven pada 60°C hingga berat konstan. Setelah itu, mendapatkan hasil produk kitosan dari cangkang kerang hijau.

Pembuatan Nano Kitosan Metode Gelas Ionik

Membuat larutan kitosan 0,2% dalam larutan asam asetat. Larutan tersebut ditambahkan dengan larutan NaTPP 1% dengan variasi rasio larutan kitosan:larutan NaTPP 5:1; 4:1; 3:1 dan kecepatan pengadukan 300; 600; dan 900 rpm. pengadukan dilakukan selama 1 jam. Nano kitosan yang diperoleh berbentuk padatan terdispersi.

Penentuan Karakteristik Kitosan

Derajat deasetilasi kitosan ditentukan dengan menggunakan analisis Spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR). Pada analisis Spektroskopi FTIR, sampel kitosan dicampur dengan KBr hingga berbentuk pelet. Pelet KBr yang diperoleh kemudian dimasukkan ke tempat cuplikan dan direkam spektrum serapan inframerahnya pada bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹.

Karakterisasi Nano Kitosan

Nano kitosan yang diperoleh selanjutnya dilakukan karakterisasi menggunakan

leher tiga. Selanjutnya menambahkan NaOH 40%(w/v) dengan perbandingan 1:15 (w/v). Kemudian dipanaskan pada spektroskopi UV-vis dan *Particle Size Analyzer* (PSA) pada sampel terpilih. Analisa adsorbansi menggunakan Spektroskopi UV-Vis dilakukan untuk mengetahui kejernihan dari larutan atau sistem disperse, dengan menghitung persen transmitan yang dinyatakan berikut $A = -\log \%T$. Kemudian karakterisasi menggunakan *Particle Size Analyzer* (PSA) digunakan untuk pengukuran partikel nano kitosan. PSA menggunakan metode *laser diffraction*.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Isolasi Kitosan dari Cangkang Kerang Hijau

Preparasi bahan baku mencakup pencucian, pengeringan, dan penggilingan. Proses ini dapat mempermudah proses isolasi kitosan dari cangkang kerang. Selain itu juga dapat meningkatkan kualitas produk yang dihasilkan. Selanjutnya proses deproteinasi, merupakan proses penghilangan protein pada cangkang kerang hijau. Sedangkan demineralisasi bertujuan untuk menghilangkan mineral-mineral pada cangkang kerang hijau. Pada proses deasetilasi terjadi proses pemutusan gugus asetil pada kitin untuk menghasilkan kitosan. Proses ini merupakan proses utama dalam isolasi kitosan dari cangkang kerang hijau. Proses pemurnian dilakukan untuk mendapatkan kitosan yang lebih murni. Hasil rendemen yang diperoleh tahap demi tahap pada praktikum ini dirangkum dalam Tabel 1 di bawah ini:

Tabel 1. Proses isolasi kitosan cangkang kerang hijau

Proses	Rendemen (%)	Warna
Deproteinasi	92,452	Krem
Demineralisasi	46,477	Abu-abu
Deasetilasi	81,33	Putih Kecoklatan
Pemurnian	76,038	Putih

Berdasarkan tabel diatas rendemen terbesar dihasilkan pada proses deproteinasi, sedangkan rendemen terkecil diperoleh pada proses

demineralisasi. Hal ini menunjukkan bahwa protein yang terkandung dalam cangkang kerang hijau banyak yang hilang, namun kandungan mineralnya

lebih sedikit hilang. Sehingga mengakibatkan kitosan murni yang dihasilkan mengalami pemutusan asetil sebesar 81,33% dan berwarna putih.

juga ada analisis kadar air, kadar logam, dan warna. Hasil karakterisasi produk kitosan yang diperoleh dilihat dalam Tabel 2 dibawah ini:

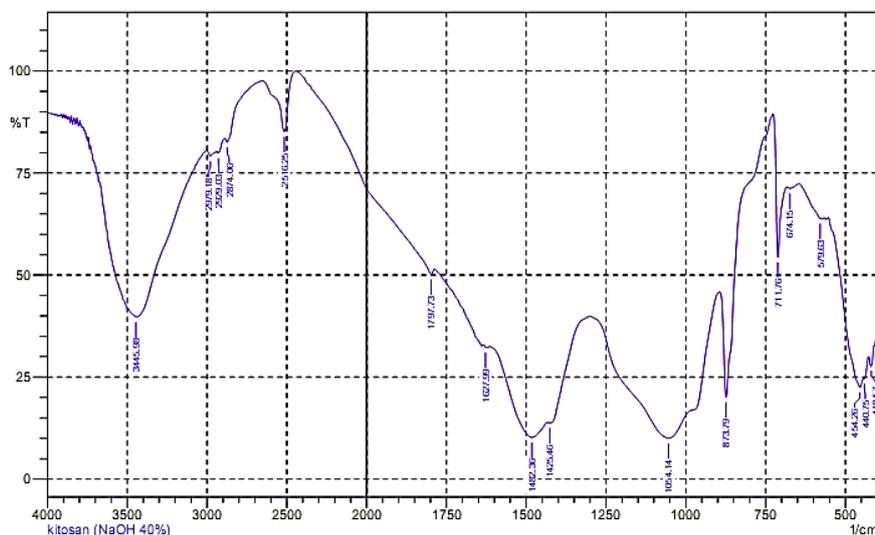
Karakterisasi kitosan yang paling penting adalah derajat deasetilasi (DD). Selain itu

Tabel 2. Hasil Karakterisasi Produk Kitosan

Jenis uji	SNI 7949:2013	Hasil Uji	Satuan
1. Warna	coklat muda sampai putih	Putih kecoklatan	-
2. Kadar air	maks 12	5	%
3. Kadar logam	maks 1	0,080	%
4. Derajat deasetilasi	min 75	82,05	%

Berdasarkan tabel diatas bahwa produk kitosan yang dihasilkan memenuhi spesifikasi berdasarkan Badan Standardisasi Nasional Tahun 2013 Nomor 7949 tentang standar mutu kitosan syarat mutu dan pengolahan. Pengeringan yang dilakukan bertujuan untuk menghilangkan kadar air pada cangkang kerang hijau. Kadar air dipengaruhi oleh proses pengeringan, lama pengeringan, jumlah kitosan yang

dikeringkan, luas tempat pengeringan dan sarana pengeringan (Saleh *et al.* 1994). Nilai DD dapat ditentukan dengan beberapa metode, salah satunya dengan analisis *Fourier Transform Infrared* (FTIR). Derajat deasetilasi kitosan yang terbentuk ditentukan dengan spektroskopi FTIR dengan bilangan gelombang berkisar 400-4000 cm^{-1} (Sandeep *et al.*, 2013). Spektra FTIR kitosan kerang hijau hasil percobaan ditunjukkan Pada Gambar 1.



Gambar 1. Spektra FTIR kitosan cangkang kerang hijau

Dari data spektra FTIR di atas dapat dilihat adanya pita serapan yang menunjukkan vibrasi dari gugus-gugus fungsi yang terdapat dalam kitosan. Data

lebih jelas mengenai gugus-gugus fungsi yang terdapat dalam kitosan dapat dilihat pada Tabel 3 dibawah ini:

Tabel 3. Karakteristik pita spektra FTIR kitosan hasil percobaan

Gugus fungsi	Bilangan gelombang kitosan uji (cm ⁻¹)	Rentang bilangan gelombang (cm ⁻¹) (Pavia et al., 2009)
O-H <i>stretching</i>	3445,98	3650-3200
N-H <i>stretching</i>	3445,98	3500-3300
N-H <i>bending</i>	1627,99	1640-1560
C-H <i>bending</i>	1425,46	1465-1370
C-N <i>stretching</i>	1054,14	1350-1000
C-O <i>stretching</i>	1054,14	1300-900

Dari spektra di atas, selanjutnya dihitung derajat deasetilasinya (DD). Penentuan DD dilakukan dengan metode *base line* yang dirumuskan oleh Baxter (Sabnis and Block, 1997). Diperoleh DD kitosan cangkang kerang hijau sebesar 82,05%. Hasil ini telah memenuhi standar mutu kitosan, dimana DD standar kitosan adalah $\geq 70\%$ (Nadia et al., 2014)

Nano Kitosan Cangkang Kerang Hijau Pembuatan nano kitosan cangkang kerang hijau dilakukan dengan metode gelas ionik. Hasil yang didapatkan dari nilai adsorbansi dan persen transmittan (%T) nano kitosan dilihat melalui spektroskopi UV-vis dalam Tabel 4 dibawah ini:

Tabel 4. Hasil Data Adsorbansi Nano Kitosan

Sampel	Volume kitosan:TPP	Kecepatan Pengadukan (rpm)	Adsorbansi (Å)	%T
A1	5:1	200	0,0621	0,8668
A2	5:1	300	0,0991	0,7960
A3	5:1	400	0,0300	0,9333
B1	4:1	200	0,0794	0,8329
B2	4:1	300	0,0363	0,9198
B3	4:1	400	0,0244	0,9454
C1	3:1	200	0,0650	0,8610
C2	3:1	300	0,0963	0,8011
C3	3:1	400	0,0334	0,9260

Berdasarkan tabel diatas bahwa dari nilai adsorbansi sepanjang waktu nano kitosan yang dianalisis akan diketahui jumlah partikel dalam larutan, sehingga akan mempengaruhi konsentrasi nano partikel. Pada perbandingan volume larutan kitosan:larutan TPP (5:1, 4:1, 3:1) mengalami peningkatan ukuran partikel saat kecepatan pengadukan 400 rpm. Sedangkan pada perbandingan volume larutan kitosan:larutan TPP 5:1 mengalami penurunan ukuran partikel saat kecepatan pengadukan 300 rpm.

Kemudian pada perbandingan volume larutan kitosan:larutan TPP 4:1 mengalami penurunan ukuran partikel saat kecepatan pengadukan 200 rpm. Selain itu pada perbandingan volume larutan kitosan:larutan TPP 3:1 mengalami penurunan ukuran partikel saat kecepatan pengadukan 300 rpm.

Selanjutnya mengambil 2 sampel yang akan mewakili sampel secara keseluruhan untuk pengukuran menggunakan *Particle Size Analyzer* (PSA). Berdasarkan data di atas, maka dipilih sampel C3 dan A3. Hasil karakteristik nano kitosan dapat dilihat dalam tabel 5 dibawah:

Tabel 5. Karakteristik Nano Kitosan

Sampel	Jenis Uji	Hasil	Satuan
C3	Warna	Putih Keruh	-
	Ukuran Partikel	6728,1	Nm
A3	Warna	Putih Keruh	-
	Ukuran Partikel	774,3	Nm

Berdasarkan tabel di atas, sampel C3 memiliki ukuran partikel 6728,1 nm, sedangkan sampel A3 sebesar 774,3 nm. Dari kedua sampel yang telah diuji, hanya sampel A3 yang memenuhi syarat sebagai nano partikel. Dimana nano partikel merupakan suatu partikel koloid atau padatan yang memiliki kisaran ukuran 1-1000 nm (Tiyaboonchai, 2003).

KESIMPULAN

Nano kitosan kerang hijau dapat dibuat dengan metode gelas ionik, sehingga menghasilkan karakterisasi sebagai berikut: Rendemen kitosan yang dihasilkan sebesar 81,33%.

Derajat deasetilasi kitosan yang digunakan sebagai nano partikel adalah sebesar 82,05%, sampel A3 memiliki ukuran partikel lebih kecil yaitu 774,3 nm dibandingkan dengan sampel C3 yaitu 6728,1 nm.

UCAPAN TERIMAKASIH

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada Kementerian Riset dan Teknologi yang telah mendanai penelitian ini melalui Program Kreativitas Mahasiswa tahun 2018 dan Bagian Kemahasiswaan Universitas Muhammadiyah Surakarta yang telah mengkoordinasi dalam kelancaran pelaksanaan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Bodmeier, R., Chen, H., Paeratakul, O., 1989. A Novel Approach to the Oral Delivery of Micro or Nanoparticles. *Pharm. Res.* 6, 413–417.
- Hastuti, B., Tulus, N., 2015. Sintesis Kitosan dari Cangkang Kerang (*Anadara inflata*) sebagai Adsorben Ion Cu^{2+} , Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan kimia Vii. Program Studi Pendidikan Kimia Universitas Sebelas Maret Surakarta.
- Marganof, 2003. Potensi Limbah Udang Sebagai. Potensi Limbah Udang Sebagai Penyerap Logam Berat (Timbal, Kadmium, dan Tembaga) di Perair.
- Pavia, D.L., Lampman, G.M., Kriz, G.S., Vyvyan, J.R., 2009. *Introduction to Spectroscopy*, 4th ed. Brooks/Cole, Washington.
- Pusat Data, Statistik, dan I., 2015. *Analisis Data Pokok Kelautan dan Perikanan 2015*. Jakarta.
- Sabnis, S., Block, L., 1997. Improved Infrared Spectroscopic Method for the Analysis of Degree of N-Deacetylation of Chitosan. *Polym. Bull.* 39, 67–71.
- Sandeep, A., Sangameshwar, K., Mukesh, G., Chandrakant, R., Avinash, D., 2013. A Brief Overview on Chitosan Application. *Indo Am. J. Pharm. Res.* 2013 3, 1564–1574.
- Tiyaboonchai, W., 2003. Chitosan Nanoparticles: A Promising System for Drug Delivery. *Naresuan Univ. J.* 11, 51–66.