

## PENGARUH VARIASI MASSA KITOSAN TERHADAP *YIELD* DALAM PEMBUATAN NANOEMULSI KITOSAN DENGAN METODE GELASI IONIK DAN *FREEZING*

Alvika Meta Sari<sup>1,\*</sup>, Tri Yuni Hendrawati<sup>1</sup>, Kiki Rizky Ananda<sup>1</sup>, Erdawati<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Muhammadiyah Jakarta

<sup>2</sup>Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Jakarta

\*Email: alvika.metasari@ftumj.ac.id

Diterima: 2 September 2019

Direvisi: 27 November 2019

Disetujui: 26 Februari 2020

### ABSTRAK

Kitosan sebagai salah satu biopolymer aktif mempunyai potensi besar dalam aplikasinya antara lain di bidang material, farmasi, dan pengolahan limbah. Untuk meningkatkan aktivitasnya, kitosan disintesa menjadi nanoemulsi kitosan untuk penghantar obat, flokulan, koagulan dan anti bakteri. Tujuan penelitian ini adalah untuk mencari pengaruh massa kitosan terhadap yield nanoemulsi kitosan dengan metode gelasi ionik dan mendapatkan massa kitosan yang optimum. Nanoemulsi kitosan disintesa dengan metode gelasi ionik yaitu proses reaksi antara kitosan dan *Sodium Tripoly Phospat* (STPP) dalam magnetic stirrer untuk mendapatkan ukuran nano pada berbagai variasi massa kitosan yaitu 0,5, 1, 1,5, 2, 2,5, dan 4 gram. Untuk menstabilkan emulsi maka dilakukan proses freezing dan dilanjutkan dengan sentrifugasi untuk mengurangi kadar air. Nanoemulsi yang didapatkan dihitung perolehan yield dan dilakukan analisa menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infrared*), XRD (*X-Ray Diffraction*), dan PSA (*Particle Size Analyzer*). Dari hasil penelitian didapatkan pengaruh massa kitosan terhadap yield adalah semakin besar kitosan yang ditambahkan maka yield yang didapatkan semakin besar serta ukuran nanoemulsi kitosan yang terbentuk juga semakin kecil. Pengaruh antara massa kitosan dan yield disajikan dalam persamaan  $y = 2,9125x + 81,309$  dengan  $R^2 = 0,7048$ . Massa kitosan yang optimum pada 2,5 gram dengan yield sebesar 91,76%.

**Kata kunci:** Nanoemulsi, Gelasi ionik, Kitosan, Massa, Sodium Tripoly Phospat

### ABSTRACT

*Chitosan is one of active biopolymer having wide potential application such as material, pharmacy, and water treatment. To increase its activity, chitosan synthesis in Nano emulsion to be utilized as drug delivery material, flocculant, coagulant, and anti-bacterial material. The purposes of this study were to get the effect of chitosan mass to nano emulsion chitosan yield and to achieved the optimum mass chitosan using ionic gelation method. Preparation of chitosan nanoemulsion was conducted using ionic gelation method by reaction between chitosan and Sodium Tripoly Phosphate (STPP) using a magnetic stirrer for the process of size reduction. Nano emulsion product was characterized using FTIR (Fourier Transform Infrared), XRD (X-Ray Diffraction), and PSA (Particle Size Analyzer). The result shows that the greater the amount of mass of chitosan used, the higher the yield obtained and the size of chitosan nanoemulsion formed reduced. The relationship between chitosan mass and yield yields the equation  $y = 2.9125x + 81.309$  with  $R^2 = 0.7048$ . The optimum chitosan obtained was 2.5gr of 91,76% yield nano emulsion chitosan.*

**Keywords:** Nanoemulsion chitosan, gelasi ionic, mass, sodium tripoly phosphat

## PENDAHULUAN

Kitosan merupakan polimer alami yang menarik karena memiliki kegunaan yang luas. Kitosan ditemukan dari ekstrak binatang berkulit keras oleh Ojier, ilmuwan dari Perancis tahun 1823. Sebagai salah satu senyawa turunan kitin, kitosan memiliki kandungan gugus amino reaktif dan grup fungsional hidroksil (Irianto dan Muljanah, 2011) dan kopolimer glukosamin dan N-acetylglukosamin (Khan *et al.*, 2002) Kegunaan kitosan antara lain adalah sebagai agen flokulan – koagulan (Hambali dkk, 2017; Sari dkk, 2016), pengawet bahan makanan, penghantar obat (Irianto dan Muljanah, 2011), adsorben gas buang kendaraan (Mariana dkk, 2012), dan membran (Ramadhanur dan Sari, 2015). Hal ini menyebabkan banyak dilakukan penelitian untuk pemanfaatan kitosan ini.

Untuk lebih mengefisienkan pemanfaatan kitosan, maka kitosan dikembangkan dalam bentuk nano baik nanopartikel maupun nanoemulsi yaitu dengan modifikasi struktur permukaannya. Beberapa penelitian tentang kitosan dalam bentuk nano adalah nanokitosan dengan metode gelasi ionik (Nadi dkk, 2014), metode pengendapan (Wahyudin dan Sari, 2012), metode intramolecular cros-linking (Bodnar, 2005), pengeringan semprot (Agnihotri *et al.*, 2004) dan *reverse micellar method* (Zhao *et al.*, 2011).

Kemampuan kitosan yang dimodifikasi permukaannya dalam bentuk nano menyebabkan adanya perubahan ukuran partikel dan sifat permukaannya. Sehingga kegunaannya menjadi semakin luas dan berkembang. Salah satunya adalah di bidang farmasi, yaitu sebagai hantaran obat dalam bentuk nano emulsi kitosan. Akan tetapi ada kekurangan nanoemulsi kitosan yaitu ketidakstabilan fisika dan ketidakstabilan kimia yang diakibatkan karena terjadinya agregasi (Abdelwahed *et al.*, 2006).

Ketidakstabilan tersebut terjadi karena masih banyaknya kandungan air sehingga kandungan airnya harus dikurangi atau dihilangkan. Pengurangan Kandungan air ini dapat dilakukan dengan proses *Freezing*. Proses *freezing* sering digunakan untuk menstabilkan nanokitosan dengan cara mengubah larutan atau suspensi dari

nanopartikel menjadi padatan (Abdelwahed *et al.*, 2006). Oleh karena itu dalam penelitian ini dibuat nanoemulsi dari kitosan dengan modifikasi metode gelasi ionik dan *freezing*.

## METODE PENELITIAN

Kitosan yang digunakan dari IPB dengan derajat deasetilasi (DD) sebesar 70% Asam asetat Yang diencerkan menjadi 2%, STPP food grade dengan konsentrasi 0,5%. Variabel tetap yaitu konsentrasi STPP sebesar 0,5 % dan waktu sentrifuge selama 30 menit dengan kecepatan pengadukan 10.000 rpm. Variabel bebas yang digunakan adalah massa kitosan yaitu 0,5 gr, 1 gr, 1,5 gr, 2 gr dan 2,5 gr.

Dalam penelitian ini, nanoemulsi kitosan ini dibuat dengan cara mereaksikan kitosan dengan STPP (*sodium tripoly phosphate*) dengan metode gelasi ionik untuk pembentukan struktur nano dan metode *freezing* untuk mengurangi air dan pembentukan struktur gel. Kitosan dilarutkan ke dalam 2% asam asetat 300 ml yang diaduk dengan magnetic stirrer. Setelah homogen, STPP 0,5% ditambahkan sebanyak 20 ml lalu diaduk selama 20 menit. Setelah homogen ulangi lagi penambahan STPP seperti langkah sebelumnya sampai habis dan terbentuk emulsi. Untuk mengurangi kadar air larutan dimasukan ke dalam freezer selama 24 jam. Metode *freezing* ini maka larutan emulsi akan membeku, kemudian akan mencair dan airnya dibuang. Setelah itu larutan emulsi disentrifuse pada kecepatan 10.000 rpm selama 30 menit. Lalu nanoemulsi ditimbang dan dihitung rendemennya. Hasil nanoemulsi kitosan disimpan dalam botol dan dimasukkan dalam kulkas untuk proses *freezing* lalu dikarakterisasi dengan FTIR, XRD dan PSA.

Dengan metode ini maka terjadi perubahan kitosan dari cair menjadi gel melalui interaksi ion - ion dari gugus ammonium kitosan dengan muatan negatif STPP.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Data Hasil

Pada penelitian ini bertujuan untuk menentukan massa kitosan optimum dalam

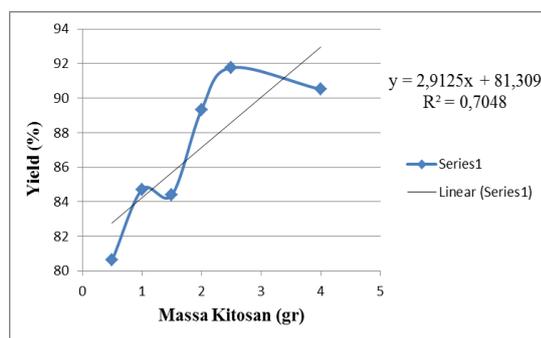
proses pembuatan nanoemulsi kitosan. Penelitian ini dilakukan dengan melarutkan kitosan dengan asam asetat 2% dalam 300 ml aquades dilakukan pengadukan hingga homogen kemudian larutan kitosan di campurkan dengan STPP 0,5% dalam 100ml aquades. Kemudian dilakukan pengadukan

menggunakan *magnetic stirrer* dalam waktu 100menit. Setelah larutan homogen masukkan ke dalam *Freezer* dengan waktu 24jam. Untuk memisahkan antara emulsi dan kandungan air dilakukan proses *sentrifuse*. Lalu dilakukan penimbangan untuk menentukan *yield* yang di dapat:

**Tabel 1.** Yield nanoemulsi kitosan yang dihasilkan terhadap massa kitosan

Variasi Massa (gr)	Berat Massa (gr)	Yield (%)
0,5	2,50	80,64%
1	3,05	84,72%
1,5	3,46	84,39%
2	4,11	89,34%
2,5	4,68	91,76%
4	3,20	90,5%

Dapat dilihat dari tabel 1 diatas bahwa *yield* nanoemulsi kitosan pada massa 0,5gr dengan konsentrasi STPP 0,5% didapatkan *yield* sebesar 80,64, massa 1gr didapatkan *yield* sebesar 84,72%, massa 1,5gr didapatkan *yield* sebesar 84,39%, massa 2gr didapatkan *yield* sebesar 89,34%, kemudian pada massa 2,5gr didapatkan *yield* sebesar 91,76%, lalu pada massa 4gr mengalami penurunan *yield* yaitu sebesar 90,5%. Secara lengkap hasil *yield* nanoemulsi kitosan terhadap variasi massa disajikan pada gambar berikut:



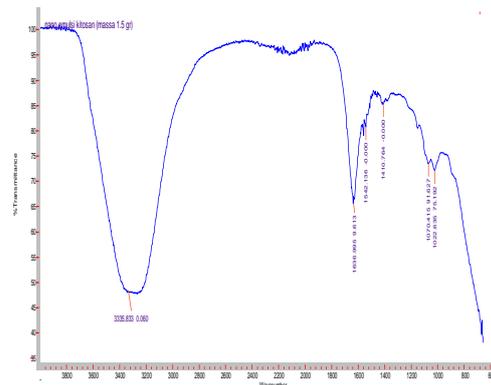
**Gambar 1.** Hasil pengaruh massa kitosan dengan *yield* nanoemulsi kitosan yang dihasilkan.

Persamaan yang didapat pada hubungan antara massa kitosan dengan hasil *yield* nanoemulsi kitosan adalah sebagai berikut  $y = 2,9125x + 81,309$  dengan  $R^2 = 0,7048$  yang mana y sebagai *yield* nanoemulsi kitosan dan x sebagai variabel massa kitosan. Dari grafik diatas terlihat bahwa pengaruh

massa kitosan didapatkan *yield* optimum pada massa 2,5gr sebesar 91,76%.

### Hasil Analisa FTIR (Fourier Transfer InfraRed)

Pada penelitian ini dilakukan uji *FTIR*. Dimana untuk mendeteksi gugus gugus fungsi yang terdapat di dalam kitosan.

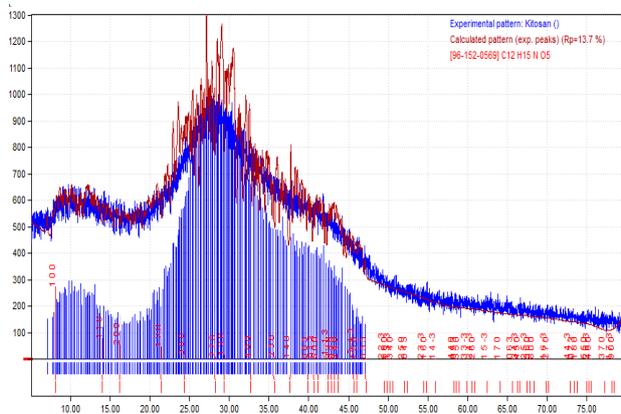


**Gambar 2.** Grafik *FTIR* nanoemulsi kitosan

Dapat dilihat dalam gambar diatas maka gugus fungsi NH-OH,CO,NH<sub>2</sub>, CH,CN,CH masing masing pada bilangan gelombang 3335,83 nm, 1636,99 nm, 1543,13nm, 1410,76nm, 1070,41nm, 1022,63nm. Gugus NH-OH ini akan membentuk jaringan hidrogen yang sangat kuat, sehingga tidak dapat larut dalam air. Gugus CO pada nanoemulsi kitosan ini berasal

dari gugus metanol yang melekat pada rantai polimer, sedangkan CH berasal dari rantai utama kitosan tersebut. Adanya gugus CH ini akan diperkuat dengan CH dari metil maupun metilen pada masing-masing polimer.

### Hasil Analisa XRD (X-Ray Diffraction)

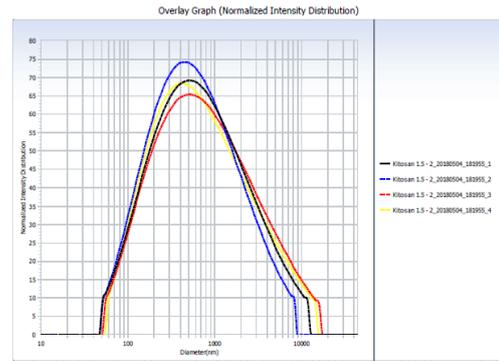


**Gambar 3.** Grafik XRD nanoemulsi kitosan

Gambar 3. menunjukkan difraktogram XRD dari nanoemulsi kitosan pada massa 1,5 gr. Garis x menyatakan  $2\theta$  (sudut datangnya cahaya), dan garis y menunjukkan counts (banyaknya sinar yang terpatul). Dapat dilihat dari hasil grafik tersebut bahwa puncak dari nanoemulsi kitosan dapat dilihat dari miller index (100), (110), (200), (120), (300), (220), (130), (230) pada nilai  $2\theta$   $8.00^\circ$ ,  $14.00^\circ$ ,  $16.00^\circ$ ,  $22.00^\circ$ ,  $24.00^\circ$ ,  $28.00^\circ$ ,  $29.00^\circ$ ,  $36.00^\circ$ . Miller index bertujuan untuk menunjukkan kristalinitas. Untuk kitosan itu sendiri kristal yang terbentuk adalah amorf.

### Hasil Analisa PSA (Particle Size Analyzer)

Uji PSA ini dilakukan untuk mengetahui sampel yang berukuran nano. Prinsip kerja dari PSA ini adalah dengan menembakan cahaya ke dalam sampel yang telah didispersikan oleh air.



**Gambar 4.** Grafik PSA nanoemulsi kitosan

Dari grafik tersebut dapat dilihat bahwa senyawa nanoemulsi kitosan massa 1,5gr dalam konsentrasi STPP 0,5% menunjukkan pada saat diameter 10% memiliki nilai rata-rata 130,9 dengan nilai rata-rata 1415,1nm, ini menandakan ukuran partikel nanoemulsi kitosan berukuran nano. Pada pengujian ini dilakukan pengulangan pengujian hingga empat kali dengan menghasilkan rata-rata ukuran partikel 1416,9nm. Dimana standar ukuran partikel nano adalah 0,1nm sampai 12.300nm.

### KESIMPULAN

Pada Penelitian ini dapat diambil kesimpulan bahwa pembuatan nanoemulsi kitosan dengan metode gelasi ionik yaitu kompleksasi polielektrolit antara kitosan yang bermuatan positif dengan STPP yang bermuatan negatif dengan proses pengecilan ukuran dengan magnetic stirrer. Serta bentuk dan ukuran nanoemulsi kitosan berskala nano, dengan ukuran 1415,1nm, dan massa optimum 2,5gr pada karakterisasi nanoemulsi kitosan adalah dengan perolehan yield sebesar 91,76%.

### UCAPAN TERIMA KASIH

Saya mengucapkan banyak terima kasih kepada Ibu Dr. Nurul Hidayati Fithriyah, ST, M.Sc. sebagai Ketua Jurusan Teknik Kimia Universitas Muhammadiyah Jakarta. Ibu Yustinah, ST, MT selaku Koordinator Penelitian Jurusan Teknik Kimia Universitas Muhammadiyah Jakarta. Ibu Alvika Meta Sari, ST, MChemEng sebagai Dosen Pembimbing Penelitian.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdelwahed, W., Degobert, G., Stainmesse, S., Fessi, H. 2006. *Freeze-drying of Nanoparticles: Formulation, Process and Storage Considerations*. *Advanced Drug Delivery Reviews* 58: 1688-1713.
- Agnihotri, S.A., Mallikarjuna, N.N, Aminabhavi, T.M. 2004. Recent advances on chitosan-based micro and nanoparticles in drug delivery. *Journal of Controlled Release*, Vol. 100, p. 5 – 28.
- Bodnar, M., Hartmann, J.F., and Borrbely, J. 2005. Preparation and Characterization of Chitosan-Based Nanoparticles. *Biomacromolecules* 2005, 6, 5, 2521 - 2527
- Hambali, M., Wijaya, E., dan Reski, A. 2017. Pembuatan Kitosan dan Pemanfaatannya sebagai Agen Koagulasi-Flokulasi. *Jurnal Teknik Kimia No.2*, Vol. 23. Pp. 104 – 113.
- Irianto, H.E. dan Muljanah, I. 2011. Proses dan Aplikasi Nanopartikel Kitosan sebagai Penghantar Obat. *Squalen* Vol. 6 No.01, pp. 1 – 8.
- Khan, T.A., Pek, K.K., Ch'ng, H.S., 2002. Reporting Degree of Deacetylation Values of Chitosan: The Influence of Analytical Methods. *J Pharmaceut.Sci* : 5 : 205 -213.
- Mariana, D., Rachmawati, S. dan Purnawan, I. 2012. Pendayagunaan Kitosan dari Kulit Udang Sebagai Adsorben Gas Buang Kendaraan Bermotor. *Jurnal Konversi*. Vol 1 No. 2.
- Nadia, L.M.H, Suptijah, P. dan Ibrahim, B. 2014. Praoduksi dan Karakterisasi Nano Kitosan Dari Cangkang Udang Windu dengan Metode Gelasi Ionik. *JPHPI*. Vol. 17 No. 2. Hal. 119 – 126.
- Ramadhanur, S., dan Sari, A.M. 2015. Pengaruh Konsentrasi Khitosan dan Waktu Filtrasi Membran Khitosan Terhadap Penurunan Kadar Fosfat dalam Limbah Deterjen. *Jurnal Konversi* Vol. 4 No. 1. Pp 40 – 52.
- Wahyudin, I., dan Sari, A.M. 2012. Pengaruh Waktu Pengadukan terhadap Rendemen Nanopartikel Kitosan pada Proses Pembuatan Nanopartikel Kitosan dengan Cara Pengendapan. *Jurnal Konversi*, Vol 1 No. 2. pp. 1 – 4.
- Zhao LM, Shi LE, Zhang ZL, Chen JM, Shi DD, Yang J, Tang ZX. 2011. Preparation and application of chitosan nanoparticles and nanofibers *Brazilian Journal Of Chemical Engineering*. 28 (3): 353-362.

