

Pembuatan Nano Kitosan dengan Metode Gelasi Ionik Menggunakan SEM (Scanning Elektron Microscopy)

Pratiwi One^{1*}, Astin Lukum², La Alio³, Erni Mohamad⁴, Kostiawan Sukamto⁵

¹⁻⁵Universitas Negeri Gorontalo, Indonesia

Alamat: Jalan Prof.Dr.Ing. BJ. Habibie, Kabupaten Bone Bolango, Indonesia

Korespondensi penulis: pratiwione36@email.com*

Abstract. This study aims to determine how nano chitosan is produced through the ionic gelation method. The process of making nano chitosan is carried out using variations in chitosan concentrations of 1%, 5%, and 10%, and using a magnetic stirrer. Morphological tests were carried out using Scanning Electron Microscopy (SEM) to observe the shape and size of the particles formed. The addition of TPP (Trisodium Tripolyphosphate) as a crosslinker and certain surfactants are used to increase particle stability. Treatment for ± 2 hours showed optimal results in terms of a more homogeneous particle size distribution. Based on the results of SEM observations, it is known that increasing the concentration and time settings and the use of appropriate surfactants can reduce wrinkles in nano chitosan particles. The particle size obtained is in the range of 278–350 nm. Thus, the ionic gelation method has proven effective in producing uniform nano chitosan and has good morphology for further applications.

Keywords: Chitosan, Ionic Gelation, NaTTP, SEM (Scanning Elektron Microscopy)

Abstrak. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui bagaimana nano kitosan yang dihasilkan melalui metode gelasi ionik. Proses pembuatan nano kitosan dilakukan dengan menggunakan variasi konsentrasi kitosan sebesar 1%, 5%, dan 10%, serta menggunakan alat bantu magnetic stirrer. Uji morfologi dilakukan dengan menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM) untuk mengamati bentuk dan ukuran partikel yang terbentuk. Penambahan TPP (Trisodium Tripolyphosphate) sebagai crosslinker dan surfaktan tertentu digunakan untuk meningkatkan kestabilan partikel. Perlakuan selama ± 2 jam menunjukkan hasil yang optimal dalam hal distribusi ukuran partikel yang lebih homogen. Berdasarkan hasil pengamatan SEM, diketahui bahwa peningkatan konsentrasi dan pengaturan waktu serta penggunaan surfaktan yang sesuai dapat mengurangi kerutan pada partikel nano kitosan. Ukuran partikel yang diperoleh berada dalam rentang 278–350 nm. Dengan demikian, metode gelasi ionik terbukti efektif dalam menghasilkan nano kitosan yang seragam dan memiliki morfologi yang baik untuk aplikasi lebih lanjut.

Kata kunci: Kitosan, Gelasi Ionik, NaTTP, SEM (Scanning Electron Microscopy)

1. LATAR BELAKANG

Saat ini, nanoteknologi tengah mengalami perkembangan yang pesat. Misalnya, dalam bidang ilmu pengetahuan seperti nanomedicine atau aplikasi yang terkait dengan bidang medis lainnya. Salah satu nanoteknologi yang paling menonjol yaitu dalam bidang medis adalah nanopartikel kitosan. Kitosan dipilih karena karakteristiknya, yang meliputi tidak beracun, biokompatibel, dan mudah terurai. (Sandeep et al., 2013).

Kitosan merupakan polisakarida alami yang tidak beracun, dapat terurai secara hayati, dan bersifat biokompatibel. Kitosan juga memiliki gugus amina bebas (NH₂) yang memberikannya kualitas polikationik, sehingga berpotensi dan bermanfaat dalam industri pangan dan nonpangan. Setelah beberapa lama bekerja, kitosan dapat digunakan sebagai antimikroba. (Mahesa et al. 2011), sebagai anti inflamasi (Olivira et al. 2012), sebagai

antikanker (Kuppusamy dan Karuppaiah, 2012) dan sebagai antioksidan (Rajalakshmi et al., 2013).

Salah satu metode yang digunakan untuk nanopartikel kitosan yaitu metode gelasi ionik. Gelasi ionik adalah metode yang banyak menarik perhatian peneliti dikarenakan prosesnya yang sederhana, serta dapat dikontrol dengan mudah. Prinsip pembentukan nanopartikel pada metode ini merupakan terjadinya interaksi elektrostatik antara gugus amina pada kitosan yang bermuatan positif dengan polianion NaTTP yang bermuatan negatif membentuk struktur intramolekul tiga dimensi.

Pembentukan Kemampuan kitosan untuk dimanfaatkan dalam berbagai bidang industri modern, seperti farmasi, biokimia, dan lain-lain, telah mendorong berkembangnya berbagai penelitian penggunaan kitosan. Kitosan dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan kitosan yang kemudian diolah kembali menjadi kitosan yang berukuran nanopartikel dan memiliki lebih banyak manfaat (Permatasari aulia et al., 2020).

Dengan ukuran yang biasa, nanopartikel kitosan mempunyai daya serap yang lebih baik dan kemampuan yang lebih baik sebagai agen antibakteri dan antijamur. (Komariah ade, 2016). Salah satu kemajuan dalam penggunaan kitosan sebagai antijamur adalah penggunaannya dalam ukuran nanopartikel. Jika dibandingkan dengan kitosan biasa, kitosan nano memiliki aktivitas kelarutan dan antijamur yang lebih tinggi. Hal ini sesuai dengan penelitian Saharan et al., (2013) Bila diaplikasikan secara in vitro, kitosan nano dapat menghambat pertumbuhan *A. alternative*, *Macrophomina phaseolina*, dan *Rhizoctonia solani* masing-masing sebesar 89,5%, 63%, dan 60,1%, sedangkan secara in vivo dapat menghambat pertumbuhan penyakit yang disebabkan oleh *A. solani* dan *Fusarium oxysporum* pada tanaman tomat masing-masing sebesar 87,7% dan 61,1%. (Suwignyo Sukmono et al., 2021).

2. KAJIAN TEORITIS

Kitosan, yang berasal dari deasetilasi kitin, adalah biopolimer alami dengan rumus $(C_6H_{11}NO_4)_n$. Kitin termasuk bahan alami kedua paling umum di alam setelah selulosa. Kitin dapat ditemukan di berbagai sumber, termasuk krustasea (kepiting, lobster, udang, krill, copepoda, amphipoda), serangga, beberapa alga, dan jamur (Sonawane et al., 2015).

Kitosan adalah senyawa yang bermanfaat untuk meningkatkan fiksasi nitrogen, yang berdampak pada pertumbuhan tanaman. Ini juga berguna untuk menyerap logam berat, antimikroba, pelapis makanan, penjernih air, dan sifat antibakteri. Kitosan, kitin diperoleh melalui proses deproteinisasi, demineralisasi, dan deasetilasi. Hal ini memiliki beberapa manfaat untuk berbagai keperluan. (Ianca, 2010).

Salah satu tujuan penggunaan nanoteknologi adalah untuk membuat material dengan skala nanometer, menyelidiki dan merekayasa sifatnya, dan mendesain-ulangnya dalam bentuk, ukuran, dan fungsi yang diinginkan. Sebagai material partikulat dengan paling sedikit satu dimensi kurang dari 100 nm, nanopartikel memiliki luas permukaan yang besar terhadap perbandingan volume (Irianto H. E, & Muljanah I., 2011).

Gelasi ionik adalah salah satu metode paling sederhana yang diterapkan untuk memproduksi sistem penghantar berbasis polimer (Antasionasti I et al, 2020). Gelasi ionik, yaitu kompleksasi polielektrolit antara kitosan penghasil positif dan tripolifosfat penghasil negatif (Nadia et al., 2014). Gelasi ionik diikuti oleh kompleksasi polielektrolit dengan polielektrolit berlawanan. Kekuatan mekanik partikel yang terbentuk akan ditingkatkan dengan terbentuknya ikatan silang. Kitosan, suatu polimer kationik, memiliki kemampuan untuk bereaksi dengan ion yang memiliki banyak valent, seperti tripolifosfat. Pengerasan tetapan cair tersebar dalam fase minyak atau organik dapat digunakan untuk membentuk partikel melalui metode gelasi ionik (Hartari Sari., 2021).

Karena murah dan mudah dibuat, metode gelasi ionik adalah metode yang paling umum untuk menghasilkan nanopartikel kitosan dari bawah ke atas. Prinsip metode gelasi ionik adalah bahwa gugus amino kitosan bermuatan positif dan gugus polianion negatif berinteraksi elektrostatis. Polianion yang dapat digunakan yaitu natrium tripolifosfat (NaTTP) (Hardiningtyas D. S et al., 2022).

3. METODE PENELITIAN

Pembuatan nanokitosan ini dibuat dengan metode gelasi ionik dengan menggunakan pengaduk magnet. Metode ini memiliki keunggulan dibandingkan dengan metode lain karena memungkinkan proses homogenisasi antara kitosan dan bahan gelasi ionik dikontrol secara seragam dan pada kecepatan alat yang tinggi. Dengan demikian, metode ini digunakan untuk menghasilkan nanopartikel yang lebih efektif

4. HASIL DAN PEMBAHASAN

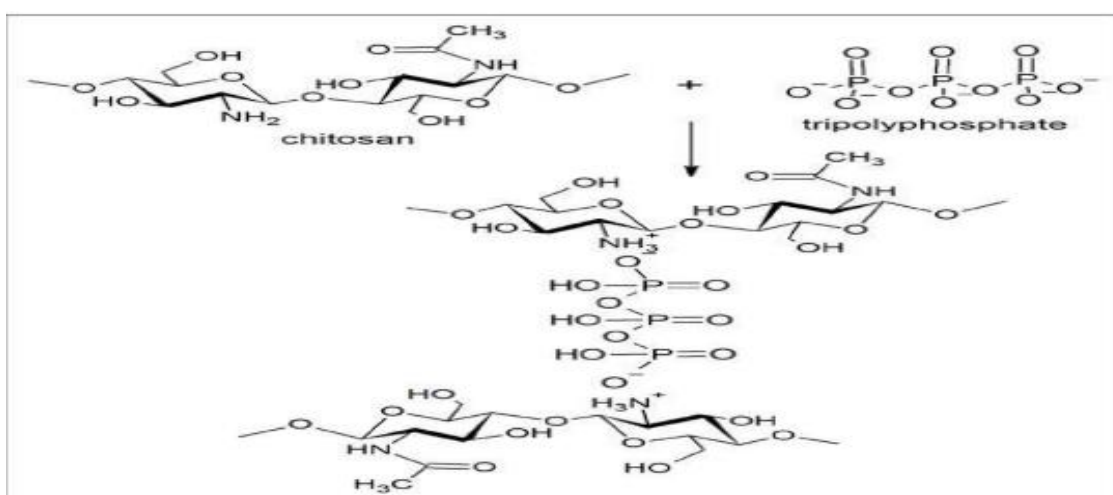
1. Karakterisasi Nano Kitosan

Dalam penelitian ini, nano-Kitosan dibuat melalui metode gelasi ionik, yang terdiri dari dua tahap yaitu: penggorengan magnetik dan oven. Tahap yang pertama, yaitu tahap Menimbang kitosan masing-masing 1%, 5% dan 10% atau 1 gr, 5 gr dan 10 gr. Kemudian Menuangkan kitosan kedalam gelas kimia melarutkan dengan asam asetat 100 mL, mengaduknya dengan batang pengaduk hingga homogen. Selanjutnya, menyaring larutan asam asetat dan kitosan yang telah dilarutkan. Menuangkan larutan sebanyak 5 mL, 1% Tween 80,

yang dapat digunakan untuk mencampur gel satu dengan gel lainnya. Dalam kitosan, surfaktan (Tween 80) diberikan secara tetes demi tetes.. Kemudian menambahkan 10 mL NaTTP 0,1% yang telah diencerkan dengan aquadest. Setelah itu, gelasi ion digunakan untuk membuat nanopartikel kitosan dan pengaduk magnet digunakan selama dua jam untuk mengurangi ukurannya. Dengan menggunakan magnetic stirrer, proses gelasi berlangsung selama dua jam pada suhu kamar dengan pengadukan konstan.

Menurut Mi (2010) dan Komariah (2010), tujuan ditambahkan TPP adalah untuk menciptakan ikatan ionik antar molekul kitosan sehingga dapat digunakan sebagai bahan adsorptif.. Jumlah naopartikel kitosan dikurangi dengan penambahan TPP. TPP memperkuat matriks nanopartikel kitosan, yang mungkin menjadi penyebabnya. Semakin banyak ikatan saling yang tercipta antara kitosan dan TPP, akan semakin kuat pula molekul amilosanya. Kehadiran amilosa juga membuat struktur bioplastik menjadi kuat dan kompak.

Gambar di bawah ini menunjukkan reaksi pembentukan gel antara kitosan dan natrium tripolifosfat (TPP) melalui interaksi ionik. Kitosan merupakan polisakarida yang tersusun dari unit glukosamin dengan gugus amino bebas ($-NH_2$) yang bersifat kationik dalam larutan asam.



Gambar 1. Mekanisme reaksi Cross-link kitosan (2-deoksi,2 asetolamin,20glukosa) dengan NaTTP (Na₅P₃O₁₀) (Sumber : Qonitannisa S. et al., 2020).

Sementara itu, TPP adalah senyawa polianion yang mengandung lima gugus fosfat bermuatan negatif. Dalam proses reaksi, gugus amino dari kitosan berinteraksi secara elektrostatik dengan gugus fosfat dari TPP, membentuk ikatan silang (crosslinking) yang menghubungkan beberapa rantai kitosan melalui jembatan fosfat dari TPP. Hasil dari reaksi ini adalah terbentuknya kompleks chitosan-TPP berbentuk jaringan tiga dimensi yang menyerupai gel. Kompleks ini memiliki banyak aplikasi, khususnya di bidang farmasi dan bioteknologi,

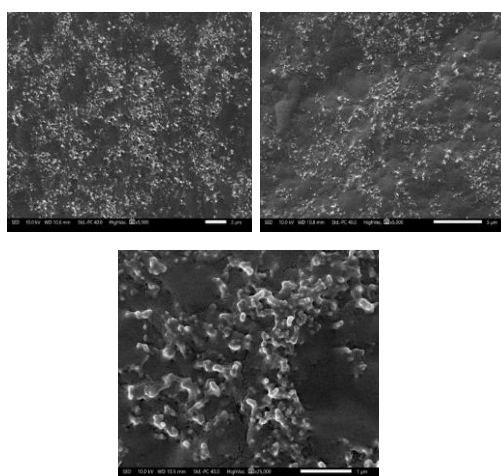
seperti dalam pembuatan nanopartikel untuk sistem penghantaran obat, karena sifatnya yang biokompatibel dan kemampuannya untuk terurai secara aman.

Pada struktur kimia diatas juga terlihat bahwa Dalam proses transformasi partikel kitosan dari suatu larutan menjadi partikel, reaksi ionik cross-link berperan dan silang dengan gugus amino kitosan lainnya terhubung oleh ion fosfat. Jenis pengikatan ini disebut dengan fosfat.. Ikatan saling silang terjadi karena adanya pendinginan tiba-tiba selama proses persiapan. Ion fosfat terbentuk ketika ion radikal fosfat deaktivasi. Kitosan yang terdepolimerisasi mempunyai rantai molekul yang lebih pendek daripada kitosan komersil. Dengan demikian, pembentukan nanopartikel dengan metode bottomup ini menghasilkan nanopartikel dengan berat molekul yang lebih kecil. Beberapa faktor penting, termasuk konsentrasi kitosan, pH, dan konsentrasi TPP, dapat memengaruhi pembentukan ikatan silang antara kitosan dan TPP. Dalam medium basa, ion tripolifosfat dan OH terbentuk, tetapi ion NH_3^+ dalam kitosan diikat oleh ion tripolifosfat dalam media asam. Interaksi antar kitosan dan NaTPP menghasilkan nanopartikel kitosan ikatan silang yang biokompatibel (Qonitaninnsa S. et al., 2020).

2. Karakterisasi Menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

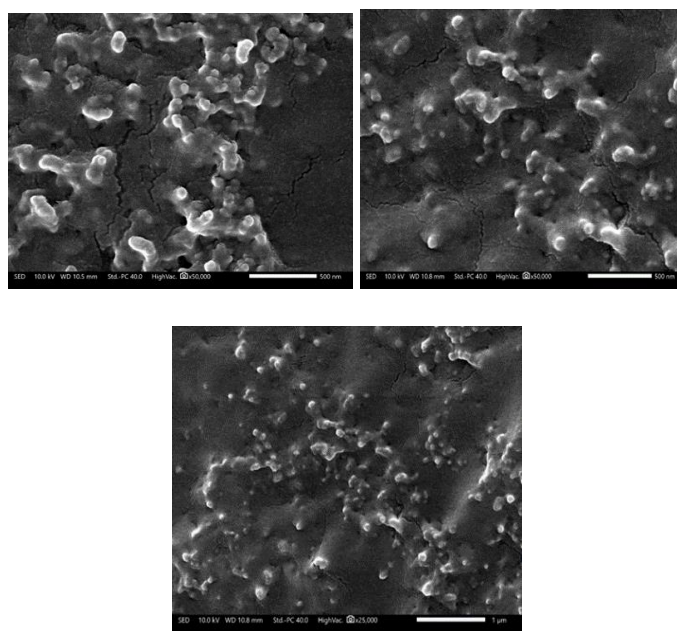
Hasil SEM nanopartikel kitosan yang dihasilkan dengan metode pengaduk magnetik dengan waktu 120 menit dan kecepatan maksimal, menunjukkan partikel berbentuk bulatan, menyerupai bola dan mempunyai kerutan. Penelitian Suptijah (2011) menunjukkan bahwa partikel yang kecil dan paling stabil diperoleh dengan magnetic stirrer perlakuan 400 nm dan 450 nm. Pengolahan dengan pengaduk magnet menghasilkan ukuran partikel yang kecil dan paling stabil yaitu 278 nm - 350 nm.

Setelah dilakukan karakteristik dari ketiga sampel menggunakan SEM dapat diperoleh data yang dihasilkan uji SEM yaitu:



Gambar 2. Hasil SEM 1 %

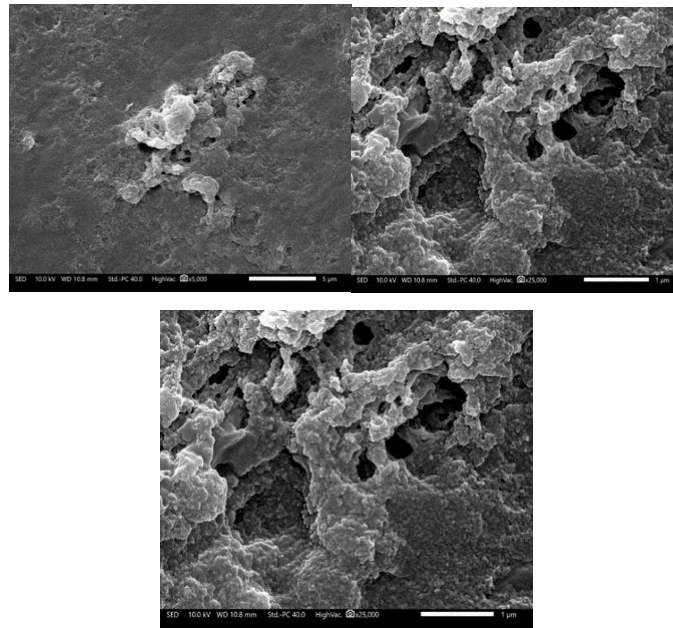
Gambar SEM yang dianalisis menggunakan instrumen JEOL JSM-IT700HR dengan pembesaran 5500x menunjukkan permukaan material dengan tekstur kasar dan distribusi partikel berukuran mikro, dengan skala 2 μm yang mengindikasikan ukuran partikel dalam rentang nanometer hingga mikrometer; mode vakum tinggi dan detektor elektron sekunder digunakan untuk mendapatkan citra dengan kontras tinggi, menunjukkan variasi komposisi atau topografi material, sementara struktur granular serta variasi ukuran dan bentuk partikel pada permukaan dapat diamati secara jelas.



Gambar 3. Hasil SEM 5%

Pada konsentrasi 5% ini, terlihat bahwa nanokitosan memiliki permukaan yang tidak rata dengan banyak tonjolan-tonjolan kecil atau gumpalan-gumpalan di seluruh area permukaan. Morfologi permukaan ini menunjukkan struktur berpori dan kasar, yang khas untuk bahan pada skala nano. Ukuran Partikel Berdasarkan skala bar 5 nm, ukuran partikel nanokitosan yang tampak bervariasi namun umumnya berada dalam rentang nanometer. Konsentrasi nanokitosan ini dapat digunakan pada penghantar obat, adsorpsi atau katalis.

Morfologi nanokitosan yang terlihat pada gambar ini sangat dipengaruhi oleh metode sintesis yang digunakan, termasuk parameter seperti pH: Pada kondisi pH tertentu, molekul kitosan akan mengalami protonasi yang memengaruhi kelarutannya, pembentukan nanopartikel, dan ukuran partikel yang dihasilkan. Konsentrasi kitosan dan bahan kimia lain yang ditambahkan dapat mempengaruhi ukuran dan distribusi partikel. Konsentrasi yang tinggi sering menyebabkan peningkatan agregasi, sementara konsentrasi yang terlalu rendah dapat menghasilkan partikel yang tidak stabil.



Gambar 4. Hasil SEM 10%

Struktur nanokitosan tampak menunjukkan adanya penggumpalan atau agregasi partikel. Hal ini sering terjadi pada nanopartikel, terutama kitosan, karena interaksi antarmolekul yang kuat melalui ikatan hidrogen atau gaya van der Waals. Agregasi ini bisa mempengaruhi stabilitas dan distribusi nanopartikel, yang perlu diperhatikan jika nanokitosan ini digunakan dalam aplikasi yang memerlukan suspensi stabil. Adanya area gelap pada gambar menunjukkan pori atau ruang kosong di antara partikel, yang memberikan sifat berpori pada nanokitosan. Sifat ini dapat dimanfaatkan dalam aplikasi seperti penyerapan, karena porositas memungkinkan nanokitosan untuk menyerap zat lain dengan lebih baik.

Sifat berpori dan luas permukaannya yang tinggi membuat nanokitosan cocok untuk aplikasi penyerapan logam berat dalam pengolahan air. Antimikroba: Nanokitosan juga dikenal memiliki sifat antimikroba yang baik, sehingga cocok digunakan dalam pembalut luka atau bahan antimikroba. Nanokitosan sering dibuat melalui metode bottom-up, seperti gelasi ionik atau emulsifikasi, untuk mencapai ukuran dan stabilitas tertentu. Stabilitas ini perlu dikontrol, misalnya dengan menambahkan agen penstabil atau surfaktan jika digunakan dalam larutan. Secara keseluruhan.

5. KESIMPULAN DAN SARAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan pada produksi nanopartikel kitosan dengan 3 variasi yaitu 1%, 5% dan 10% menggunakan metode gelasi ionik dengan perlakuan pengaduk magnet, tidak semua berhasil dilakukan berdasarkan hasil produksi kitosan dengan perlakuan waktu ± 2 jam yaitu karakterisasi nanokitosan dengan konsentrasi 1%, 5%, dan 10% dapat disimpulkan peningkatan konsentrasi nanokitosan berpengaruh terhadap karakteristik

fisikokimia material, seperti morfologi, distribusi partikel, serta potensi interaksi dengan substrat.

Penelitian lebih lanjut mungkin diperlukan untuk menguji stabilitas, kemampuan muatan, dan efektivitas nanokitosan dalam berbagai aplikasi. Dan Perlu dilakukan penelitian juga tentang nano kitosan dengan berbagai metode yang berbeda-beda menggunakan SEM-EDX.

DAFTAR REFERENSI

- Agusnar, H., Chairuddin, & Hannani, N. (2019). Pembuatan kitosan perak sebagai adsorben untuk menurunkan kadar logam besi (Fe) dan zink (Zn) pada air sungai Desa Kopas Kecamatan Simpang Empat Kabupaten Asahan. *Abdimas Talenta: Jurnal Pengabdian Kepada Masyarakat*, 3(2), 383–392. <https://doi.org/10.32734/abdimastalenta.v3i2.4161>
- Agustina, I., Sutresna, G., & Widodo, T. W. (2015). Isolasi kitin, karakterisasi, dan sintesis kitosan dari kulit udang. *Jurnal Kimia*, 9(2), 271–278.
- Handayani, L., Syahputra, F., & Astuti, Y. (2018). Utilization and characterization of oyster shell as chitosan and nanochitosan. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 21(4), 224–231. <https://doi.org/10.14710/jksa.21.4.224-231>
- Hartati Sari. (2021). *Pembuatan nano kitosan menggunakan metode gelasi ionik dengan proses bottom-up dari cangkang kerang darah (Anadara granosa)* [Skripsi, Universitas Muhammadiyah Purwokerto].
- Letahiit, S. B., Nindatu, M., Seumahu, C. A., & Riry, J. (2022). Effect of NPK fertilizer and chitosan on growth and production of green mustard (*Brassica juncea* L). *Agrologia*, 11(1), 67. <https://doi.org/10.30598/ajibt.v11i1.1544>
- Muhamad, L., Nadia, H., & Huli, L. O. (2018). Pembuatan dan karakterisasi kitosan dari cangkang rajungan (*Portunus pelagicus*) asal Sulawesi Tenggara. *Jurnal Fish Protech*, 1(2), 77–84.
- Qonitaninnsa, S., Fadli, A., & Sunarno. (2020). Sintesis nano kitosan dengan metode gelasi ionik menggunakan pelarut asam asetat dengan variasi konsentrasi kitosan. *JOM FTEKNIK*, 7(2).
- Safrina, H. D., Setyowati, D. L., & Nur, A. (2022). Antimicrobial activity of nanochitosan shrimp shell as a hand sanitizer. *Journal of Marine and Coastal Science*, 11(1). <https://e-journal.unair.ac.id/JMCS>
- Sahdiah, H., & Kurniawan, R. (2023). Optimasi tegangan akselerasi pada Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDX) untuk pengamatan morfologi sampel biologi. *Jurnal Sains dan Edukasi Sains*, 6(2), 117–123. <https://doi.org/10.24246/juses.v6i2p117-123>
- Sulistyo, R., Lestari, D., Irawanto, D., Wardana, L. A., & Muhammad, F. (2020). Sebagai matrik pupuk urea. *Jurnal Integrasi Proses*, 9(2), 27–33. <http://jurnal.untirta.ac.id/index.php/jip>