

Sintesis Nanokitosan dari Limbah Kulit Udang Windu (*Panaeus monodon*)

Synthesis of Nanochitosan from Tiger Shrimp Sell Waste (*Panaeus monodon*)

Isna Sejati Sam^{1*}, Hasri¹⁾, Suriati Eka Putri¹⁾

¹⁾ Jurusan Kimia, Universitas Negeri Makassar

ABSTRAK

*Penelitian ini bertujuan mengetahui karakteristik nanokitosan hasil sintesis dengan menggunakan metode sonokimia dan metode gelasi ionik berdasarkan variasi konsentrasi kitosan. Karakterisasi nanokitosan meliputi analisis gugus fungsi menggunakan FTIR, analisis ukuran partikel menggunakan PSA, dan uji morfologi menggunakan SEM. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kitosan yang diperoleh dari kulit udang windu (*Panaeus monodon*) memiliki derajat deasitilasi sebanyak 81,23%. Nanokitosan hasil sintesis menggunakan metode sonokimia memiliki rata-rata ukuran partikel terkecil 54,44 nm dengan konsentrasi kitosan 0,2%. Adapun nanokitosan yang dihasilkan menggunakan metode gelasi ionik memiliki rata-rata ukuran partikel terkecil 39,65 nm dengan konsentrasi kitosan 0,05%, hasil analisis SEM menunjukkan adanya penampakan pori pada permukaan nanokitosan. Berdasarkan hasil sintesis dan karakterisasi diperoleh bahwa rata-rata ukuran partikel nanokitosan menggunakan metode gelasi ionik lebih kecil daripada metode sonokimia.*

Kata kunci: udang windu, kitosan, nanokitosan, sonokimia, gelasi ionik.

ABSTRACT

*This study aims to determine the characteristics of nanochitosan synthesized from chitosan from tiger prawn shells (*Panaeus monodon*) using sonochemical and ionic gelation methods based on variations in chitosan concentration. The characterization of nanochitosan included the degree of distillation using FTIR, particle size using PSA, and morphology testing using SEM. The results showed that the chitosan obtained had a degree of deacylation of 81.23%. The average size of the smallest nanochitosan synthesized using the sonochemical method is 54.44 nm with 0.2% chitosan concentration, while that produced using the ionic gelation method is 39.65 nm with 0.05% chitosan concentration, and there is a pore appearance on the surface. nanochitosan surface. Based on these data, it can be concluded that the ionic gelation method produces a smaller average nanochitosan particle size than the sonochemical method.*

Keywords: windu shrimp, chitosan, nanochitosan, sonochemical, ionic gelation.

* *Korespondensi:*
email: hasri@unm.ac.id

PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara yang kaya akan keanekaragaman hayati baik di darat maupun di laut. Salah satu contoh keanekaragaman hayati yang dimiliki perairan di Indonesia adalah udang windu. Jenis udang ini banyak dibudidayakan di dalam tambak. Biota laut ini merupakan salah satu sumber pemenuhan gizi dan memiliki nilai ekonomis yang tinggi, bahkan menjadi komoditas yang diunggulkan dari Indonesia (Pratiwi, 2018). Namun, limbah kulit udang belum dimanfaatkan secara maksimal oleh masyarakat Indonesia. Salah satu cara mengurangi limbah tersebut dengan cara mengolahnya menjadi kitosan karena udang windu (*Penaeus monodon*) memiliki kandungan kitin yang cukup tinggi. Kitosan merupakan senyawa poli 2-amino-2-deoksi- β -(1-4)-D-glukopiranos. Penelitian sebelumnya menunjukkan kitosan kulit udang windu memiliki rendemen sebesar 74% yang berwarna putih kecoklatan, tidak berbau, kadar air 12,29%, kadar abu 0,99%, kadar lemak 3,13%, total nitrogen 2,20% dan derajat deasitilasi 98,65%. (Cahyono, 2018).

Pemanfaatan kitosan dalam berbagai industri modern, seperti farmasi, kosmetika, biokimia, pangan, tekstil telah banyak diterapkan. Namun demikian, penggunaan kitosan dalam dunia industri masih memiliki keterbatasan. Keterbatasan ini mendorong untuk terus dikembangkannya berbagai penelitian yang menggunakan kitosan. Salah satu contoh dari pengembangan kitosan yaitu mengubahnya menjadi ukuran partikel dengan skala nano (Husniati, dan Eva, 2014).

Nanokitosan mempunyai keunggulan, yaitu lebih stabil, luas permukaan lebih tinggi, dapat dijadikan matriks berbagai jenis obat, sehingga dapat dimanfaatkan sebagai bahan eksipien sekaligus bahan aktif dalam suatu sediaan farmasi (Rismana dkk, 2014). Selain itu, nanokitosan memiliki kemampuan adsorpsi lebih baik daripada kitosan karena memiliki permukaan yang lebih spesifik, ukuran yang kecil, dan efek ukuran kuantum, sehingga efisiensi dalam menyerap ion logam menjadi lebih tinggi (Sivakami dkk, 2013). Karakteristik nanokitosan salah satunya dipengaruhi oleh metode sintesis. Pada penelitian ini sintesis nanokitosan dilakukan menggunakan metode sonokimia dan metode gelasi ionik.

Metode sonokimia yaitu metode yang menggunakan gelombang suara sebagai sumber energi untuk mendorong perubahan fisika dan kimia dalam medium cairan. Metode sonokimia menggunakan aplikasi ultrasonik dalam reaksi kimia yang menghasilkan material dengan ukuran yang lebih kecil dan luas permukaan yang tinggi. Beberapa kelebihan yang dimiliki metode sonokimia yaitu waktu reaksi lebih cepat dan hasilnya lebih banyak, energi yang dibutuhkan lebih sedikit dengan temperatur reaksi lebih rendah, dan memungkinkan terjadinya reaksi intermediet (Suslick dan Gareth, 1999).

Metode gelasi ionik adalah suatu proses yang digunakan untuk pembuatan material anorganik melalui suatu reaksi kimia dalam suatu larutan pada suhu relatif rendah. Pembuatan nanokitosan dengan menggunakan metode ini memiliki keunggulan yaitu proses sederhana, suhu yang digunakan relatif rendah, dan memiliki tingkat kemurnian yang tinggi (Ningsih, 2016). Hasil penelitian Husniati dan Eva (2014) menunjukkan ukuran partikel nanokitosan yang didapatkan dengan menggunakan metode gelasi ionik yaitu 215,9 nm dan 272,9 nm dengan karakteristik tidak larut sempurna dalam air dan larut

Sintesis Nanokitosan dari Limbah Kulit Udang Windu (Panaeus monodon)

dalam asam lemah organik. Berdasarkan uraian tersebut, maka dalam penelitian ini akan dikaji bagaimana karakteristik nanokitosan yang dibuat melalui metode sonokimia dan metode gelasi ionik.

METODE PENELITIAN

Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah peralatan gelas, blender, neraca analitik, botol vial, *magnetic stirrer*, ayakan, oven, hot plate, ultrasonic bath merk Branson 1510, *spray dryer*, FTIR (*Fourier Transform Infrared*) merk *Shimadzu*, PSA (*Particle Size Analyze*) merk Malvern, dan SEM (*Scanning Electron Microscope*) merk JEOL JCM6000.

Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah kitosan kulit udang windu, asam asetat (CH_3COOH) pekat, padatan Natrium Triphosphat (NaTPP), Tween 80, akuades, plastik wrap.

Prosedur Kerja

Preparasi Sampel

Kitosan dari limbah kulit udang windu dihaluskan menggunakan blender. Kemudian diayak dengan ayakan 100 mesh, serbuk yang lolos digunakan sebagai bahan dasar sintesis nanokitosan. Hasil yang diperoleh dianalisis menggunakan alat instrument FTIR kemudian dihitung derajat deasitilasinya. Rumus Derajat Deasitilasi:

$$\%DD = 1 - \frac{A_{1655}}{A_{3450}} \times \frac{1}{1,33} \dots\dots\dots (1)$$

Pembuatan Nanokitosan

Metode Sonokimia

Sintesis nanokitosan dengan metode sonokimia, memodifikasi tahapan penelitian dari Husniati dan Eva (2014). Serbuk kitosan divariasikan beratnya sebesar 0,05%, 0,1% 0,15%, 0,2% dan 0,3% yang masing-masing dilarutkan dalam 100 mL asam asetat 1% (b/v). Kemudian diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam. Larutan kitosan kemudian ditambahkan NaTPP 0,1% (b/v) dan twen 80 0,1% (v/v) dengan perbandingan 5:1:0,05. Selanjutnya larutan kitosan dimasukkan ke dalam ultrasonic bath selama 1 jam. Nanokitosan dianalisis menggunakan PSA kemudian dikeringkan dengan *spray dryer*. Padatan yang diperoleh diamati morfologinya menggunakan SEM.

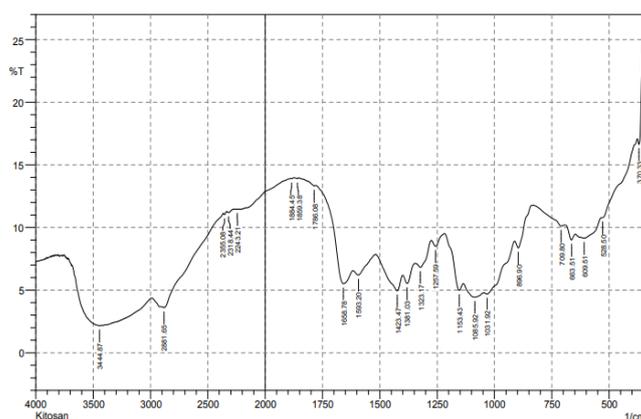
Metode Gelasi Ionik

Sintesis nanokitosan dengan metode gelasi ionik, memodifikasi tahapan penelitian dari Husniati dan Eva (2014). Serbuk kitosan divariasikan beratnya sebesar 0,05%, 0,1% 0,15%, 0,2% dan 0,3% yang masing-masing dilarutkan dalam 100 mL asam asetat 1% (b/v). Kemudian diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam. Larutan kitosan kemudian ditambahkan NaTPP 0,1% (b/v) dan twen 80 0,1% (v/v) dengan

perbandingan 5:1:0,05 sambil diaduk. Larutan diaduk secara konstan dengan *magnetic stirrer* selama 2 jam pada suhu ruang. Nanokitosan dianalisis menggunakan PSA kemudian dikeringkan dengan *spray dryer*. Padatan yang diperoleh diamati morfologinya menggunakan SEM.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Bahan dasar yang digunakan pada penelitian ini adalah kitosan komersial dengan bahan baku berupa kulit udang windu. Serbuk kitosan dengan ukuran 100 mesh dianalisis dengan spektrofotometer FT-IR untuk mengidentifikasi gugus fungsi dari kitosan yang selanjutnya digunakan untuk menentukan derajat deasetilasinya.



Gambar 1. Spektrum FTIR Kitosan

Hasil analisis gugus fungsi kitosan kulit udang windu tidak menunjukkan adanya perbedaan dengan spektrum pada kitosan standar yang ditunjukkan pada Tabel 4.1. Tidak adanya perbedaan tersebut dapat diartikan bahwa kitosan kulit udang windu dengan kitosan standar memiliki struktur yang sama karena bilangan gelombang berada pada kisaran yang sama.

Tabel 1. Perbandingan kitosan standar dan kitosan kulit udang windu

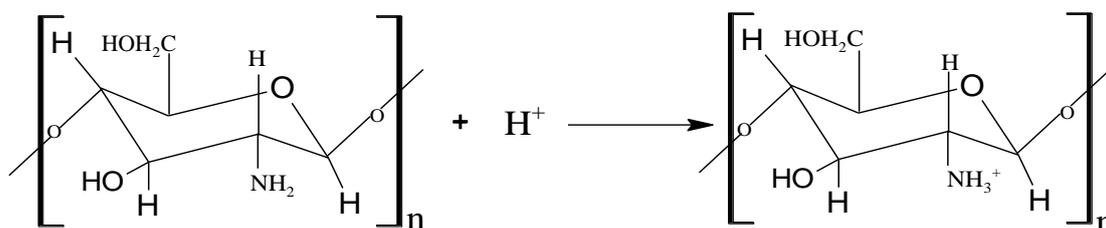
Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang, cm^{-1}	
	Kitosan Standar (Dompeipen, 2017)	Kitosan
(vb) O-H tumpang tindih (vs) N-H	3377,95	3444,87
(vb) C-H alifatik	2922,85	2881,65
(vs) C-H aromatic	2361,41	2355,08
(v) C=O amida sekunder	1660,55	1658,78
(v) C-H	1422,73	1423,47
(vs) C-O	1259,54	1257,59
(vs) C-O	1154,64	1153,43
v (C-O-C)	1077,93	1085,92
v (C-O-C)	1026,63	1031,92
$\omega\beta$ -1,4-glikosidik	897,41	896,90

Sintesis Nanokitosan dari Limbah Kulit Udang Windu (*Panaeus monodon*)

Berdasarkan hasil perhitungan derajat deasetilasi, diperoleh besaran derajat deasetilasi kitosan kulit udang windu yaitu 81,23%. Menurut Dutarte dkk, (2005), menjelaskan bahwa jika derajat deasetilasi < 60 %, maka polimer disebut kitin dan apabila derajat deasetilasi > 60 %, maka polimer disebut kitosan. Dengan demikian, berdasarkan hasil perhitungan derajat deasetilasi menegaskan bahwa sampel yang digunakan adalah kitosan.

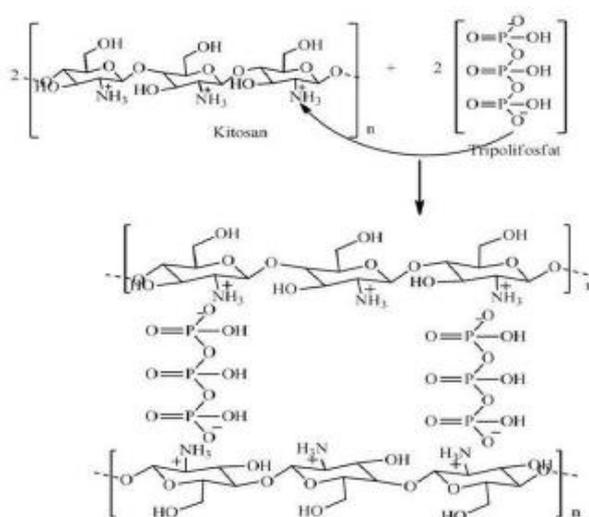
Sintesis Nanokitosan

Nanokitosan disintesis dengan metode sonokimia dan metode gelas ionik berdasarkan variasi konsentrasi kitosan. Asam asetat digunakan untuk melarutkan kitosan karena kitosan dapat larut pada suasana asam sehingga membentuk polikationik kitosan. Konsentrasi asam asetat 1% merupakan konsentrasi yang tepat agar kitosan dapat larut dengan sempurna (Aranaz *et al.*, 2009).



Gambar 2. Protonasi Kitosan

Pada penelitian ini digunakan larutan NaTPP dengan konsentrasi 0,1%. Hal ini berdasarkan penelitian Yudhasasmita dan Andika (2007) yaitu penambahan reagen TPP dengan konsentrasi 0,1 % merupakan konsentrasi yang optimum untuk membentuk partikel berukuran nano. Larutan NaTPP berfungsi sebagai zat pengikat silang yang akan memperkuat matriks nanopartikel kitosan (Yongmei dan Yumin, 2003). Mekanisme reaksi kitosan dan NaTPP ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Mekanisme Reaksi Taut Silang Kitosan dengan NaTPP

Larutan kitosan yang telah bercampur dengan tripolifosfat kemudian ditambahkan tween 80 yang berfungsi sebagai surfaktan. Penambahan surfaktan dapat memperkecil

ukuran partikel kitosan. Tween 80 merupakan molekul yang diserap oleh permukaan partikel untuk mencegah terjadinya aglomerasi (Husniati dan Eva, 2014).

Uji Karakteristik Nanokitosan

Metode Sonokimia

Analisis nanokitosan menggunakan *particle size analyzer* (PSA) dilakukan untuk mengetahui rata-rata ukuran partikel nanokitosan yang ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil Uji PSA dengan Metode Sonokimia

Kosentrasi (%)	Rata-rata Ukuran Partikel (nm)
0,05	70,73
0,1	110,6
0,15	58,04
0,2	54,44
0,3	230,1

Berdasarkan Tabel 2, nanokitosan hasil sintesis dengan metode sonokimia memiliki ukuran 54,44-230,1 nm dengan variasi konsentrasi kitosan. Ukuran partikel terkecil yang dihasilkan yaitu 54,44 nm pada konsentrasi 0,2%, sedangkan ukuran partikel yang terbesar yaitu 230,1 nm pada konsentrasi 0,3%.

Selain rata-rata ukuran partikel, hasil analisis PSA juga menunjukkan nilai indeks polidispersitas. Nilai indeks polidispersitas menunjukkan keseragaman ukuran partikel. Nilai indeks polidispersitas hasil sintesis nanokitosan dengan metode sonokimia ditunjukkan pada Tabel 3

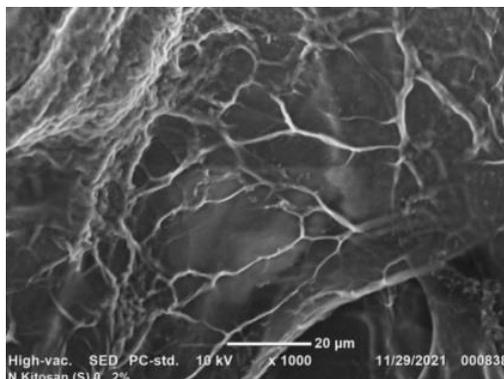
Tabel 3. Nilai Indeks Polidispersitas dengan Metode Sonokimia

Kosentrasi (%)	Indeks Polidispersitas
0,05	0,5
0,1	0,8
0,15	0,7
0,2	1
0,3	0,9

Nilai indeks polidispersitas nanokitosan dengan metode sonokimia menunjukkan bahwa pada konsentrasi 0,05% memiliki nilai terkecil yaitu 0,5, sedangkan nilai indeks polidispersitas terbesar pada konsentrasi 0,2% yaitu 1. Nilai yang mendekati 0 yang berarti distribusinya semakin baik, sedangkan nilai yang lebih besar dari 0,5 mengindikasikan heterogenitas yang tinggi. Nilai indeks polidispersitas di bawah 0,5 memperlihatkan distribusi ukuran partikel yang cenderung sempit yang menandakan sistem suspensi memiliki tingkat keseragaman yang baik (homogen). Pada nilai indeks polidispersitas di atas 0,5 suspensi memiliki kecenderungan partikel membentuk agregat (Qonitannisa et al, 2020).

Sintesis Nanokitosan dari Limbah Kulit Udang Windu (Panaeus monodon)

Nanokitosan dengan rata-rata ukuran partikel terkecil yang diperoleh menggunakan metode sonokimia selanjutnya dilakukan pengeringan dengan cara *spray drying*. Pengeringan ini dilakukan agar nanokitosan yang dihasilkan dapat berupa padatan yang nantinya akan dilakukan uji morfologi dengan menggunakan SEM. Hasil analisis SEM dengan perbesaran 500 kali ditunjukkan pada gambar 4.



Gambar 4. Morfologi Nanokitosan dengan Metode Sonokimia

Metode Gelasi Ionik

Analisis nanokitosan menggunakan *particle size analyzer* (PSA) dilakukan untuk mengetahui rata-rata ukuran partikel nanokitosan yang ditunjukkan pada Tabel 4.

Tabel 4. Hasil Uji PSA dengan Metode Gelasi Ionik

Kosentrasi (%)	Rata-rata Ukuran Partikel (nm)
0,05	39,65
0,1	45,08
0,15	65,50
0,2	70,12
0,3	105,8

Berdasarkan Tabel 4, nanokitosan hasil sintesis dengan metode gelasi ionik memiliki ukuran 39,65-105,8 nm dengan variasi konsentrasi kitosan. Ukuran partikel terkecil yang dihasilkan yaitu 39.65 nm pada konsentrasi 0,05%, sedangkan ukuran partikel yang terbesar yaitu 105,8 nm pada konsentrasi 0,3%. Konsentrasi kitosan yang tinggi menyebabkan jumlah kitosan berlebih sehingga kitosan tersebut cenderung berikatan tidak beraturan satu dengan yang lain, kemudian bersambung silang dengan NaTPP yang membentuk satu partikel dengan ukuran yang besar.

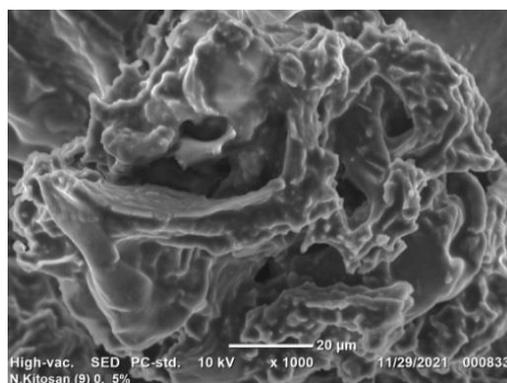
Selain rata-rata ukuran partikel, hasil analisis PSA juga menunjukkan nilai indeks polidispersitas. Nilai indeks polidispersita menunjukkan keseragaman ukuran partikel. Nilai indeks polidispersitas hasil sintesis nanokitosan dengan metode gelasi ionik ditunjukkan pada Tabel 5.

Tabel 5. Nilai Indeks Polidispersitas Nanokitosan dengan Metode Gelasi Ionik

Konsentrasi (%)	Indeks Polidispersitas
0,05	0,5
0,1	0,9
0,15	0,8
0,2	0,9
0,3	1

Nilai indeks polidispersitas nanokitosan dengan metode sonokimia menunjukkan bahwa pada konsentrasi 0,05% memiliki nilai terkecil yaitu 0,5. Sedangkan nilai indeks polidispersitas terbesar pada konsentrasi 0,3% yaitu 1.

Hasil karkterisasi morfologi nanokitosan dengan metode gelasi ionik menunjukkan adanya penampakan pori pada permukaan nanokitosan. Permukaan yang berpori ini dikarenakan pengeringan dengan alat *spray drying* (Foodreview, 2013). Hasil analisis SEM nanokitosan dengan metode sonokimia dengan perbesaran 500 kali dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Morfologi Nanokitosan dengan Metode Gelasi Ionik

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian diperoleh kesimpulan yaitu nanokitosan yang dihasilkan menggunakan metode sonokimia memiliki rata-rata ukuran partikel terkecil 54,44 nm dengan konsentrasi kitosan 0,2%. Sedangkan nanokitosan yang dihasilkan menggunakan metode gelasi ionik memiliki rata-rata ukuran partikel terkecil 39,65 nm dengan konsentrasi kitosan 0,05% dan nilai indeks polidispersitas yang heterogen serta menunjukkan adanya penampakan pori pada permukaan nanokitosan. Adapun saran yang berkaitan dengan penyempurnaan penelitian ini yaitu perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai optimasi konsentasi pada larutan NaTPP untuk menghasilkan nanokitosan yang stabil.

DAFTAR PUSTAKA

Aranaz, I., Marian, M., Ruth, H., Ines, P., Beatriz, M., Niuris, A., Gemma, G., & Angeles, H. (2009). Functional characterization of chitin and chitosan. *J.Current Chemical Biology*. 3: 205.

Sintesis Nanokitosan dari Limbah Kulit Udang Windu (Panaeus monodon)

- Cahyono, & Eko. (2018). Karakteristik kitosan dari limbah cangkang udang windu. *Jurnal Akuatika Indonesia*. 3: 97-98.
- Duarte, M., Ferreira, M., Marvão, M., & Rocha, J. (2002). An optimized method to determine the degree of acetylation of chitin and chitosan by FTIR spectroscopy. *Int J Biol Macromol*. 31 : 5-6.
- Dompeipen, & Edward J. (2017). Isolasi dan identifikasi kitin dan kitosan dari kulit udang windu (*penaeus monodon*) dengan spektroskopi inframerah. *Jurnal Kementrian Industri*. ISSN: 2548-4842: 38-39.
- Foodreview Indonesia. (2013). *Freeze Drying Technology: For Better Quality & Flavor of Dried Products*. Teknologi. 8: 53-54.
- Husniati, & Eva. (2014). Sintesis nano partikel kitosan dan pengaruhnya terhadap inhibisi bakteri pembusuk jus nenas. *Jurnal Dinamika Penelitian Industri*. 2: 90-92.
- Ningsih, & Warda, S. K. (2016). *Sintesis Anorganik*. Padang: UNP Press Padang.
- Prasetyaningrum, A., et al. (2007). Optimasi derajat deasetilasi pada proses pembuatan kitosan dan pengaruhnya sebagai pengawet pangan. *Jurnal Riptek*. 1: 41-43.
- Qonitannisa, Shofi, Fadli, A., & Sunarno. (2020). Sintesis nanokitosan dengan metode gelasi ionik menggunakan pelarut asam asetat dengan variasi konsentrasi kitosan. *Jom FTEKNIK*. 7: 2-3.
- Rismana, E., Susi, K., Olivia, B., Nizar, & Marhamah. (2014). Pengujian aktivitas antiacne nanopartikel kitosan – ekstrak kulit buah manggis (*garcinia mangostana*). *Media Litbankes*. 24: 21.
- Sivakami, M. S., Thandapani, G., Jayachandran, V., Hee, S. J., Se, K. K., Sudha, P. N. (2013). Preparation and characterization of nano chitosan for treatment wastewaters. *Int J Biol Macromol*. 57: 205-206.
- Suslick, Kenneth, S., Gareth, J., & Price. (1999). Applications of Ultrasound to Materials Chemistry. *Annual Reviews Mater Sci* 29.
- Yongmei, X., Yumin, D. (2003). Effect of molecular structure of chitosan on protein delivery properties of chirosan nanoparticles. *International Journal of Pharmaceutics*. Pages:223-224.
- Yudhasasmita, Swara, & Andhika, P. N. (2017). Sintesis dan aplikasi nanopartikel kitosan sebagai adsorben cd dan antibakteri koliform. *Jurnal Ilmiah Biologi*. 5 :45-46.