

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui tahap sintesis dan karakterisasi. Sintesis nanopartikel kitosan-tripolifosfat dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA B Universitas Pendidikan Indonesia. Tahap karakterisasi nanokitosan yaitu; Uji UV-Vis dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Uji morfologi dan ukuran partikel menggunakan SEM-EDX dan XRD dilakukan di laboratorium Nano Material Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Bandung, sedangkan uji FTIR dilakukan di Laboratorium Analitis Kimia Institut Teknologi Bandung. Penelitian dimulai pada bulan Maret 2019 sampai Juli 2019.

3.2 Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan adalah Kitosan (DD 87,5%), Asam asetat glasial 98%, sodium Tripoliphospat (STPP), Natrium hidroksida (NaOH), dan aquadest.

Alat-alat yang digunakan pada tahap sintesis berupa alat-alat gelas standar meliputi gelas kimia 100 mL, 250 mL, 500 mL, gelas ukur 50 mL, 100 mL, kaca arloji, batang pengaduk, spatula, botol semprot, *magnetic stirrer*, pipet, pipet ukur 10 mL, *micropipet* (10 μ m), *magnetic bar*, pengaduk mekanik, buret 50 mL, neraca analitis, botol timbang, cawan petri, desikator, statif, klem. Karakterisasi nanopartikel kitosan-tripolifosfat menggunakan beberapa instrumentasi yaitu *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX), *X-ray Diffraction* (XRD), *Fourier Transform Infrared* (FTIR), dan Spektrofotometer UV-Vis

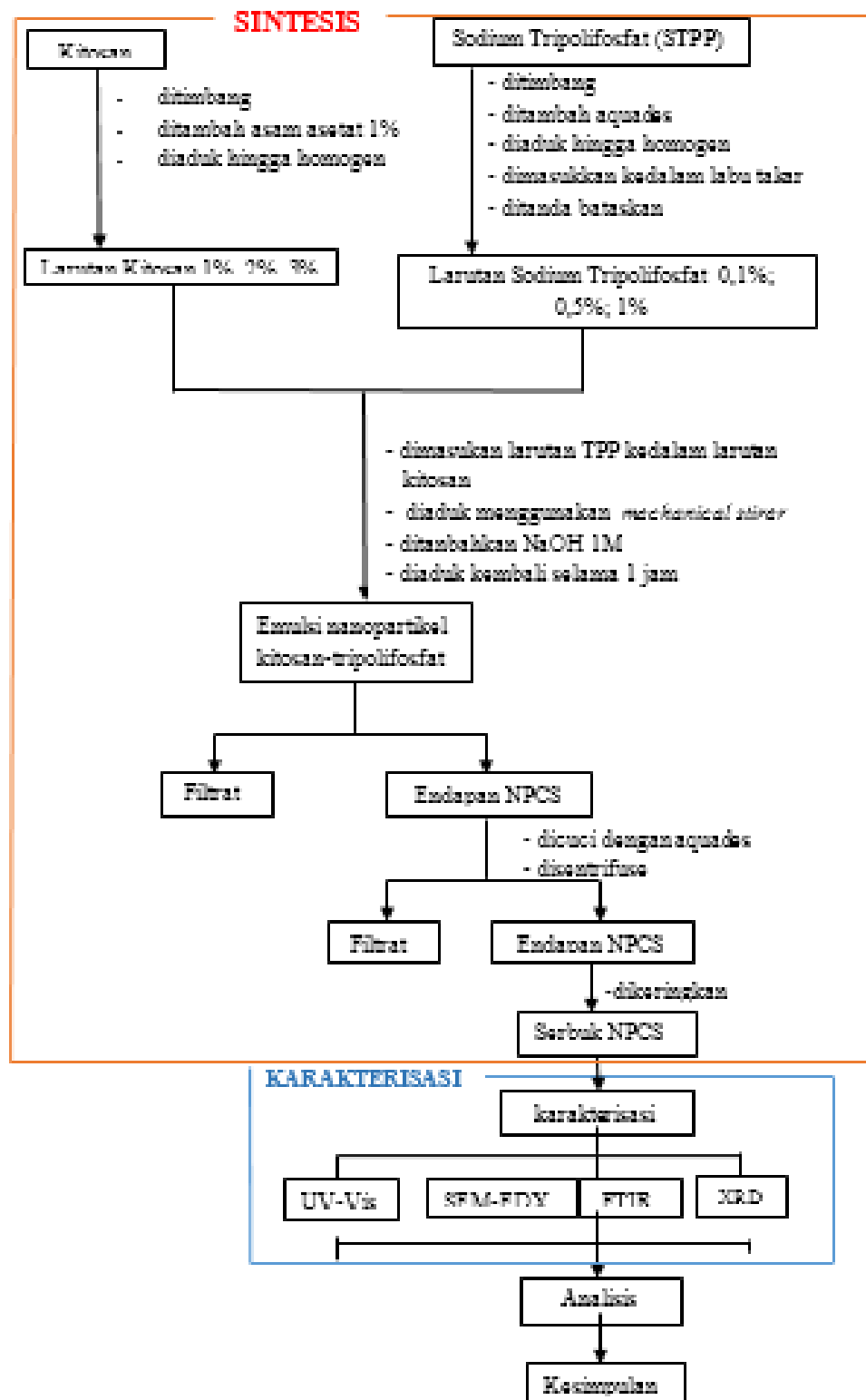
3.3 Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan 2 tahap yaitu tahap sintesis dan tahap karakterisasi. Pada tahap sintesis dilakukan preparasi bahan dan optimasi nanopartikel kitosan-tripolifosfat. Karakterisasi nanopartikel kitosan-tripolifosfat dilakukan dengan menggunakan instrument FTIR, UV-Vis, XRD, dan SEM-EDX. Secara garis besar alur penelitian diilustrasikan pada Gambar 3.1

Regita Rizki, 2019

SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL KITOSAN-TRIPOLIFOSFAT

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu



Gambar 3. 1 Diagram alir penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Sintesis Nanopartikel Kitosan-tripolifosfat

3.4.1.1 Preparasi

3.4.1.1.1 Tahap pembuatan larutan asam asetat 1%

Asam asetat glasial 99% dipipet sebanyak 1 mL dalam labu takar 100 mL, kemudian ditambahkan aquades hingga garis batas dan dihomogenkan.

3.4.1.1.2 Tahap pembuatan larutan kitosan 1%; 1,5%; 2%

Kitosan ditimbang sebanyak 2 gram; 3 gram; dan gram masing-masing dilarutkan dalam 250 mL asam asetat 1% (asam asetat 98% sebanyak 2 mL ditambahkan akuades hingga 200 mL). Diaduk menggunakan *mechanical stirrer* pada suhu ruang hingga homogen.

3.4.1.1.3 Tahap pembuatan larutan Sodium Tripolifosfat (STPP) 0,1%; 0,5%; 1%

Sodium Tripoliphosfat (STPP) ditimbang sebanyak 0,5 gram untuk membuat larutan 0,1%, 2,5 gram untuk membuat larutan 0,5%, dan 5 gram untuk membuat larutan 1%. Masing-masing ditambahkan aquades, diaduk hingga homogen. Dimasukkan kedalam labu takar 500 mL dan ditandabatkan dengan aquades.

3.4.1.1.4 Tahap pembuatan larutan NaOH 1M

NaOH ditimbang sebanyak 4 gram, kemudian dilarutkan dalam 100 mL akuades. Diaduk hingga NaOH larut seluruhnya.

3.4.1.2 Tahap Optimasi

Pada tahap ini dilakukan sintesis nanopartikel kitosan-tripolifosfat dengan melakukan optimasi kondisi pada kitosan-tripolifosfat dalam berbagai variasi konsentrasi dan kecepatan pengadukan seperti yang tercantum pada **Tabel 3.1**. Larutan kitosan-tripolifosfat diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan rasio

komposisi volume 1:1 pada PH 5,5 selama 1 jam (Divya *et al.*, 2019) pada suhu ruang. Kemudian di sentrifugasi pada kecepatan 4500 rpm selama 1 jam.

Tabel 3. 1 Optimasi kondisi nanopartikel kitosan-tripolifosfat

No	Konsentrasi kitosan (g/mL)	Konsentrasi TPP (g/mL)	Kecepatan Pengadukan
1	1 %	0,1 %	500 rpm
2	1,5 %	0,1 %	500 rpm
3	2 %	0,1 %	500 rpm
4	1 %	0,1 %	700 rpm
5	1,5 %	0,1 %	700 rpm
6	2 %	0,1 %	700 rpm
7	1 %	0,5 %	500 rpm
8	1,5 %	0,5 %	500 rpm
9	2 %	0,5 %	500 rpm
10	1 %	0,5 %	700 rpm
11	1,5%	0,5 %	700 rpm
12	2 %	0,5 %	700 rpm
13	1 %	1 %	500 rpm
14	1,5 %	1 %	500 rpm
15	2 %	1 %	500 rpm
16	1 %	1 %	700 rpm
17	1,5 %	1 %	700 rpm
18	2 %	1 %	700 rpm

Setelah didapatkan kondisi optimum pada sintesis nanopartikel kitosan-tripolifosfat, endapan nanopartikel kitosan-tripolifosfat yang terbentuk kemudian dicuci dengan aquades agar netral. Selanjutnya di sentrifugasi kembali pada kecepatan 4500 rpm selama 30 menit. Endapan nanopartikel kitosan-tripolifosfat dikeringkan dalam desikator.

3.4.2 Karakterisasi Nanopartikel kitosan-tripolifosfat

Pada tahap ini, dilakukan karakterisasi terhadap nanopartikel kitosan-tripolifosfat yang telah disintesis. Adapun uji karakterisasi yang telah dilakukan adalah sebagai berikut.

3.4.2.1 *Fourier Transform Spektroskopi InfraRed (FTIR)*

Spektrum FTIR nanopartikel kitosan-tripolifosfat diukur pada rentang bilangan gelombang 4000-650 cm^{-1} pada suhu kamar menggunakan instrumen

Thermoscientific. Karakterisasi menggunakan instrumentasi FTIR ini bertujuan untuk mengetahui gugus-gugus fungsi yang terdapat dalam nanopartikel kitosan-tripolifosfat yang telah disintesis. Pada penelitian ini, FTIR digunakan untuk membandingkan spektra nanopartikel kitosan-tripolifosfat pada berbagai konsentrasi.

3.4.2.2 X-ray Diffraction (XRD)

Salah satu metode karakterisasi dalam menentukan kristalinitas material adalah menggunakan alat instrumentasi *X-Ray Diffraction* (XRD). Metode ini mengidentifikasi fasa kristalin dalam material serta struktur kisinya. Penentuan kristalinitas dapat mengikuti persamaan Bragg dan Scherrer dengan melihat hubungan antara jarak interlayer dan kristalinitas sampel.

Persamaan Bragg:

$$n.\lambda = n.d.\sin \theta$$

dimana λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan, d adalah jarak *interfase*/jarak antara dua bidang kisi, θ adalah sudut antara sinar datang pada bidang normal, dan n adalah orde pembiasan. Makin banyak bidang kristal dalam sampel, makin kuat intensitas yang dihasilkan. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu. Pada penelitian ini digunakan instrumen Rigaku., D-MAX 2500.

3.4.2.3 Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX)

Karakterisasi menggunakan alat *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX) untuk melihat ukuran partikel dari NPCS serta untuk mengetahui unsur penyusun NPCS. Analisis SEM-EDX dipreparasi dengan menempelkan karbon tip pada sampel *holder*, kemudian ditempelkan serbuk NPCS pada karbon tip. Sampel terlebih dahulu *cotting* menggunakan logan Au. Selanjutnya sampel dianalisis dengan instrumen SEM-EDX.

3.4.2.4 Spektrofotometer UV-Vis

Pengukuran spektrum UV-Vis bertujuan untuk memprediksi ukuran nanopartikel. Serapan ultraviolet dan visibel dari senyawa-senyawa organik berkaitan erat transisi-transisi diantara tingkatan-tingkatan tenaga elektronik. Disebabkan karena hal ini, maka serapan radiasi ultraviolet atau terlihat sering dikenal sebagai spektroskopi elektronik. Transisi-transisi tersebut biasanya antara

orbital ikatan antara orbital ikatan atau orbital pasangan bebas dan orbital non ikatan tak jenuh atau orbital anti ikatan. Panjang gelombang serapan merupakan ukuran dari pemisahan tingkatan-tingkatan tenaga dari orbital yang bersangkutan. Spektrum ultraviolet adalah gambar antara panjang gelombang atau frekuensi serapan lawan intensitas serapan (transmitasi atau absorbansi). Pada penelitian ini digunakan instrumen UV Mini 1240 Shimadzu. Pengukuran dilakukan pada rentang panjang gelombang 200-800 nm.

Posisi pita SPR digunakan dalam penentuan ukuran partikel, di mana ukuran (D) nanopartikel dapat dihitung dari persamaan:

$$D = \exp (B_1 A_{SPR}/A_x - B_2)$$

Dimana B merupakan parameter secara eksperimental dengan nilai masing-masing 3,00 dan 2,20 pada perbandingan A_{SPR} / A_x yang sangat cocok dalam menghitung diameter partikel (nm), di mana A_{SPR} adalah absorbansi pada SPR sedangkan A_x adalah absorbansi terendah sebelum panjang gelombang maksimal.