

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui tahap sintesis dan karakterisasi. Sintesis nanopartikel kitosan dilakukan di Laboratorium Loka Penelitian Teknologi Bersih Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LPTB LIPI) Bandung. Tahap karakterisasi nanokitosan yaitu; analisis SEM, FTIR, XRD dan pengujian PSA dilakukan di Loka Penelitian Teknologi Bersih (LPTB) LIPI Bandung. Penelitian dimulai pada bulan Februari 2020 sampai Juli 2020.

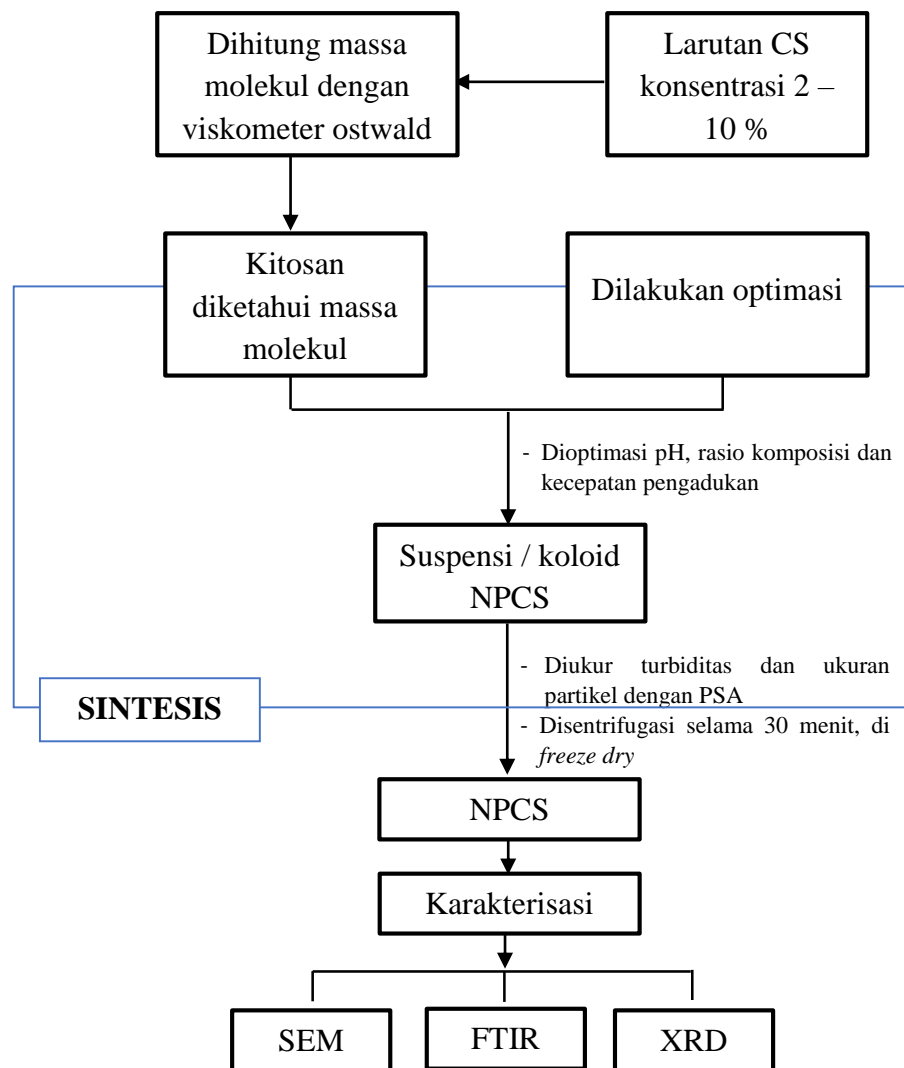
3.2 Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan adalah kitosan (CS) serbuk (DD 87,5%), asam asetat glasial 100%, sodium Tripoliphospat (TPP), Natrium hidroksida (NaOH) dan aquades.

Alat-alat yang digunakan pada tahap sintesis berupa alat-alat gelas standar meliputi gelas kimia 50 mL, 100 mL, 250 mL, gelas ukur 10 mL, 50 mL, kaca arloji, batang pengaduk, spatula, botol semprot, *magnetic stirrer*, pipet tetes, pipet ukur 10 mL, *magnetic bar*, neraca analitik, botol timbang, cawan petri, desikator, statif, klem, viskometer ostwald. Karakterisasi nanopartikel kitosan (NPCS) menggunakan beberapa instrumentasi yaitu *Scanning Electron Microscope* (SEM), *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR), *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Particle Size Analyzer* (PSA).

3.3 Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan 2 tahap yaitu tahap sintesis dan tahap karakterisasi. Pada tahap sintesis dilakukan preparasi bahan dan optimasi NPCS. Karakterisasi NPCS dilakukan dengan menggunakan instrumen PSA, FTIR, XRD dan SEM. Secara garis besar alur penelitian diilustrasikan pada gambar 3.1.



Gambar 3.1 Bagan Alir Penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Menghitung Massa Molekul CS dengan Viskometer Ostwald

3.4.1.1 Membuat Larutan CS 2%; 4%; 6%; 8%; 10%

Serbuk CS ditimbang sebanyak 0,2 gram; 0,4 gram; 0,6 gram; 0,8 gram dan 0,1 gram dilarutkan dalam asam asetat 1% sebanyak 10 ml.

3.4.1.2 Menghitung Massa Molekul

Viskometer Ostwald disimpan dalam penangas air dengan menggunakan klem dan statif. Larutan asam asetat 1%, larutan CS 2%; 4%; 6%; 8%; dan 10 % secara bergantian dimasukkan dalam viskometer. Dihitung

laju alir masing-masing larutan sebanyak tiga kali. Dihitung viskositas intrinsik untuk tiap larutan.

3.4.2 Sintesis NPCS

3.4.2.1 Tahap pembuatan larutan NaOH 0,5 M

Ditimbang NaOH sebanyak 2 gram lalu dilarutkan dalam aquades. Larutan NaOH dimasukkan dalam labu takar 100 mL kemudian ditambahkan aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

3.4.2.2 Tahap pembuatan larutan asam asetat 1%

Asam asetat glasial dipipet sebanyak 2,5 mL dalam labu takar 250 mL, kemudian ditambahkan aquades hingga tanda batas dan dihomogenkan.

3.4.2.3 Tahap pembuatan larutan CS konsentrasi (mg/ml) 0,25; 0,35; 0,5; 0,6; 0,75; 1; 1,25

CS ditimbang sebanyak 0,0025 gram; 0,0035 gram; 0,005 gram; 0,006 gram; 0,0075 gram; 0,01 gram dan 0,0125 gram masing-masing dilarutkan dalam 10 mL asam asetat 1%. Diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 500 rpm pada suhu ruang hingga homogen.

3.4.2.4 Tahap pembuatan larutan Sodium Tripolifosfat (TPP) 0,5 mg/ml

TPP ditimbang sebanyak 0,0015 gram. Masing-masing dilarutkan dalam aquades sebanyak 3 ml, diaduk sampai homogen.

3.4.2.5 Tahap Optimasi

Pada tahap ini dilakukan optimasi kondisi sintesis NPCS, yaitu optimasi pH larutan CS, rasio komposisi CS/TPP dan kecepatan pengadukan. Metode optimasi yang digunakan mengikuti metode oleh Fan, dkk., (2012) dan Ali, dkk., (2011), yaitu dengan memvariasikan satu parameter optimasi sementara parameter yang lainnya dibuat tetap (konstan).

Nilai parameter konstan yang digunakan mengacu pada beberapa sumber dimana nilai tersebut merupakan nilai optimum atau rekomendasi dari

hasil penelitian masing-masing sumber. Nilai parameter konstan yang digunakan adalah: konsentrasi larutan CS 0,5 mg/ml (Fan, dkk., 2012), larutan TPP 0,5 mg/ml (Fan, dkk., 2012), rasio volume CS/TPP 3:1 (Fan, dkk., 2012), kecepatan pengadukan 700 rpm (Rizki, 2019; Fabregas, dkk., 2013) pada suhu kamar. Nilai parameter yang akan digunakan terdapat pada tabel 3.1 (perhitungan pada lampiran 1).

Tabel 3.1 Data Nilai Optimasi

Parameter	Nilai Parameter
pH larutan CS	3; 3,2; 3,5; 4; 4,5
Rasio komposisi CS/TPP (mol)	0,02:1; 0,03:1; 0,04:1; 0,05:1; 0,06:1; 0,08:1; 0,1:1

Tiap parameter diukur turbiditasnya, nilai optimum diambil dari turbiditas terendah. Setelah didapatkan kondisi optimum pada sintesis NPCS, suspensi / koloid dikarakterisasi dengan PSA kemudian disentrifugasi pada 50.000 rpm selama 30 menit. Endapan yang terbentuk dikeringkan dengan metode *freeze-dry*.

3.4.3 Karakterisasi NPCS

Pada tahap ini, dilakukan karakterisasi terhadap NPCS yang telah disintesis. Adapun uji karakterisasi yang dilakukan adalah sebagai berikut.

3.4.3.1 *Particle Size Analyzer (PSA)*

Suspensi NPCS yang terbentuk diukur ukuran partikelnya tanpa preparasi lanjutan. Sampel yang diukur adalah kondisi optimum sintesis. Instrumen yang digunakan adalah Zetasizer Nano ZS Malvern.

3.4.3.2 *Fourier Transform Spektroskopi InfraRed (FTIR)*

Spektrum FTIR CS, TPP dan NPCS diukur pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} pada suhu kamar menggunakan instrumen Nicolet iS5 Thermo Scientific.

3.4.3.3 Scanning Electron Microscope (SEM)

Karakterisasi menggunakan alat *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk melihat morfologi NPCS. Analisis SEM dipreparasi dengan menempelkan karbon tip pada sampel *holder*, kemudian ditempelkan serbuk NPCS pada karbon tip. Sampel terlebih dahulu di-*coating* menggunakan logam Au. Selanjutnya sampel dianalisis dengan instrumen JEOL JSM IT300.

3.4.3.4 X-Ray Diffraction (XRD)

Analisis XRD digunakan untuk melihat kristalinitas dari CS, TPP dan NPCS. Sampel kering padatan disimpan pada *holder* alat XRD lalu dilakukan pengujian. Instrumen yang digunakan adalah D8 Advance Bruker.