

EFEK WAKTU MILLING TERHADAP MIKROSTRUKTUR KITOSAN NANOPOWDER

Oleh

**Kartika Sari^{1,2,*}, Edi Suharyadi², Roto³, Mashadi⁴, Evi Yulianti⁴
dan Kamsul Abraha^{1,*}**

¹Jurusan Fisika FMIPA UGM

²Jurusan Fisika FMIPA Unsoed

³Jurusan Kimia FMIPA UGM

⁴PSTBM BATAN Serpong – Indonesia

*Email : tikasari1571@gmail.com dan kamsul@ugm.ac.id

ABSTRAK

Pengaruh waktu milling terhadap kitosan nanopowder sudah dilakukan. Variasi waktu milling yang digunakan adalah 0, 120 dan 180 menit yang ditanda dengan CH0, CH120 dan CH180. Untuk kitosan mula-mula adalah CH0. Hasil FTIR menunjukkan bahwa tidak ada perbedaan gugus fungsi yang dihasilkan dari perbedaan waktu milling yang telah dilakukan. Ukuran rata-rata kristalin dari kitosan nanopowder adalah 20 nm. Ukuran kristal akan berkurang selama waktu milling berlangsung tetapi tidak signifikan meningkatkan indeks polidispersitasnya. Sehingga dapat disimpulkan bahwa waktu milling dapat diaplikasikan untuk membuat kitosan nanopowder yang bertujuan untuk mengurangi ukuran partikel tetapi tidak mengubah struktur sehingga dapat digunakan untuk aplikasi pembuatan elektrolit padat baterai sekunder.

Keywords: *waktu milling, mikrostruktur, kitosan nanopowder*

ABSTRACT

The effect of milling time on microstructures of nanopowder chitosan was investigate is the main objective of this work. Variations of milling times were used 0,120 and 180 minutes as indicated by CH0, CH120 and CH180. For as-prepared chitosan is CH0. FTIR results showed there are no obvious different in the function groups of between and after ball milling treatment. The average crystallite size results of nanopowder chitosan are 20 nm. The milling process decrease crystallite size, but significantly to increase the Polydispersity Index. The crystalline structure of nano-sized chitosan was destroyed by the ball mill treatment. Both FTIR and XRD analysis indicate that the crystalline of nanopowder chitosan samples changed with the ball milling time. The crystalline structure of chitosan was destroyed by the milling, but did not change the chemical structure. It was concluded that the ball milling treatment can be applied to prepare nanopowder chitosan and to reduce the particle size. It also confirms that the ball mill treatment did not automatically alter the structural properties of nanopowder chitosan.

Keywords: milling time, microstructure, nanopowder chitosan.

PENDAHULUAN

Kitosan $[C_6H_{11}NO_4]_n$ adalah biopolimer organik, yang memiliki sifat-sifat non-toksik, biokompatibel, biodegradable, dan hidrofilik. Kitosan berasal dari cangkang hewan seperti kepiting, udang dan lobster. Kitosan terdiri dari amina dan hidroksil [1,2]. Sintesis

nanopartikel kitosan menarik perhatian disebabkan partikel berukuran nano dan luas permukaan kecil sehingga mudah untuk dimodifikasi dengan bahan kimia lainnya. [3].

Salah satu jenis mekanik yang banyak digunakan untuk menghasilkan kitosan dalam ukuran nano adalah dengan menggunakan ball mill. Ball mill sudah terbukti efisien untuk mengubah ukuran partikel dan derajat kristalinitas beberapa bahan [4]. Ball mill disebut juga dengan high-energy milling (HEM). Ball mill dengan variasi waktu milling dapat menghasilkan partikel berukuran nano seperti pati, selulosa, dan chitosan [5,6]. Ukuran partikel kitosan berukuran nano banyak digunakan untuk penelitian lebih lanjut.

Waktu milling yang digunakan dalam ball mill bertujuan mengurangi kristalinitas dan meningkatkan daya serap kitosan yang dihasilkan sehingga dapat menyebabkan perubahan fasa dari polikristalin menjadi amorf [9]. Lama waktu milling akan mempengaruhi viskositas dan daya serap kitosan [10].

Hasil penelitian yang telah dilakukan menyatakan bahwa sintesis kitosan nanopowder dapat dilakukan dengan menggunakan ball mill dengan variasi waktu milling. Ini dilakukan untuk mendapatkan partikel yang lebih kecil, mengurangi ukuran butir dan modifikasi kitosan dengan bahan kimia lainnya. Sintesis kitosan berukuran nano dengan variasi waktu milling dilakukan karena prosesnya sederhana, biaya rendah, dan luas permukaan tinggi. Penelitian ini bertujuan untuk sintesis kitosan berukuran nano dengan variasi waktu milling dan pengaruhnya terhadap mikrostruktur kitosan nanopowder.

METODE PENELITIAN

1. Persiapan pembuatan kitosan berukuran nano

Kitosan yang disiapkan (CH0) dibeli dari Biotech Surindo (Cirebon, Indonesia) dengan tingkat deasetilasi (DD) sekitar 85%. Hasil milling kitosan ditunjukkan oleh CH60, CH120 dan CH180 untuk waktu milling 60, 120 dan 180 menit. Alat yang digunakan adalah HEM 8000M SPEX CertipRep Mixer / Mill. Diameter bola kecil 0,5 mm. Waktu milling adalah 60, 120 dan 180 menit. Proses yang terjadi pada ball mill adalah ball mill diputar pada kecepatan konstan sebesar 1500 rpm untuk setiap percobaan. Ball mill diubah arah rotasinya setiap 1 jam dan 30 menit terus menerus. Setelah milling, sampel yang dikeringkan selama 10 menit dan kemudian dilakukan pengujian. Sampel kitosan berukuran nano dengan variasi waktu milling siap digunakan untuk analisis berikutnya.

2. Analisis spektrum FTIR

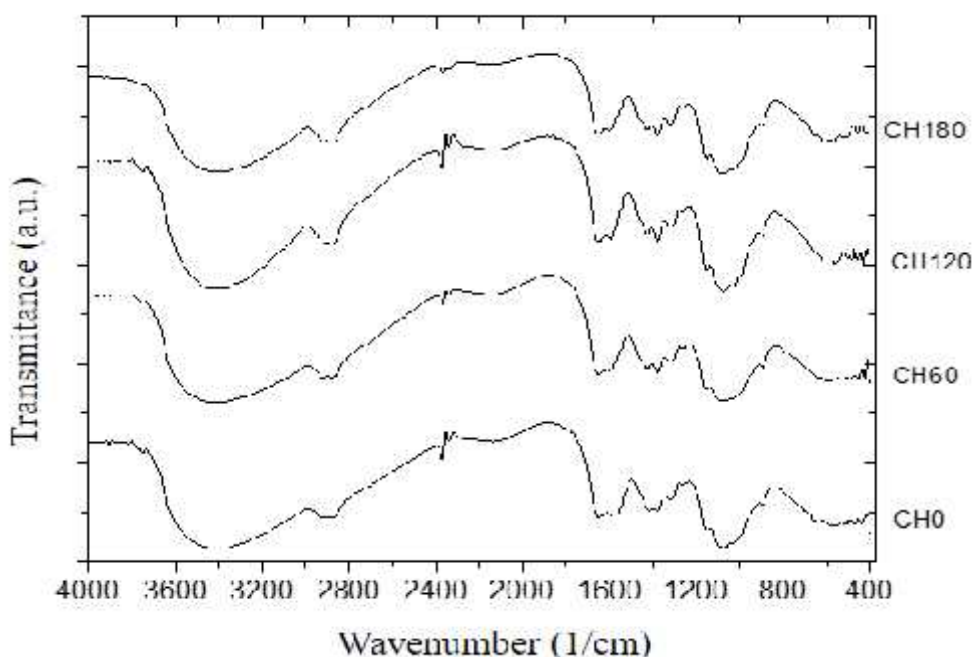
Fourier Transformasi Infrared (FTIR) menggunakan spektrofotometer FTIR Shimadzu 8201 PC dengan resolusi 1 cm^{-1} dalam mode transmisi dengan rentang bilangan gelombang dari 400 hingga 4000 cm^{-1} .

3. Analisis pola XRD

Pengujian XRD dilakukan menggunakan X-ray Diffraction (XRD) type Rigaku D/max 2500 V difraktometer (Rigaku, Jepang) dengan radiasi Cu-K ($\lambda = 1,54060 \text{ \AA}$), 40 kV, 30 mA, celah divergensi / hamburan celah, 0,3 mm. Intensitas relatif direkam dalam kisaran sudut hamburan (2θ) dalam kisaran $10 - 80$ dengan kecepatan pemindaian $0,0020/\text{menit}$.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil spektra FTIR CH0, CH60, CH120 dan CH180 dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Spektra FTIR untuk CH0, CH60, CH120 dan CH180

Untuk lebih detail spektrum FTIR untuk CH0, CH60, CH120 dan CH180 seperti pada Gambar. 1. Puncak absorpsi terjadi pada 3371 cm^{-1} , 3417 cm^{-1} , $3750-3426 \text{ cm}^{-1}$ dan 3379 cm^{-1} merupakan -OH vibrasi stretching. Puncak absorpsi teramati pada bilangan gelombang $2877 - 2924 \text{ cm}^{-1}$ dan 2877 cm^{-1} karena gugus fungsi metilen dan metil vibrasi stretching. Pada bilangan gelombang 1381 cm^{-1} merupakan C-H asymmetric. Luas daerah absorpsi

menunjukkan ikatan hidrogen intramolekul dalam struktur kuat. Ini berhubungan antara fase lebih amorf dengan struktur yang tidak teratur dihasilkan setelah ball milling dilakukan. Peak absorpsi pada bilangan gelombang 1651 cm^{-1} dan 1072 cm^{-1} berhubungan dengan vibrasi stretching C = O dan pembengkokan C-O. Peak absorpsi bilangan gelombang 1420 cm^{-1} dan 1381 cm^{-1} menunjukkan vibrasi stretching C-N karena adanya gugus asetil. Bilangan gelombang 1072 cm^{-1} menunjukkan getaran peregangan CN (H_2) karena terbentuknya gugus amina dan 1034 cm^{-1} menunjukkan vibrasi puncak simetris gugus fungsi C-O-C.

Pola XRD dari CH0, CH60, CH120 dan CH180 ditunjukkan pada Gambar. 2. Fase XRD dari CH0, CH60, CH120 dan CH360 yang diidentifikasi dengan JCPDS Card No. 39-1894. Puncak CH0 berada di sekitar 20.6° dan 10.9° karena merupakan bidang 001, 100 dan 101. Luas puncak pada 10.9° menyatakan fase amorf kitosan dan puncak tajam di 20.6° menyatakan fase kristal yang terbentuk karena ikatan hidrogen inter dan intramolekul. Pola XRD dari kitosan berbeda intensitas puncak dan sudut difraksinya karena perubahan struktur ikatan hidrogen. Ukuran kristal dan tingkat kristalin adalah $(20,75 \pm 9,21)$ nm dan 49%. Indeks polidispersitas adalah 44,39%. Puncak CH60 sekitar 20.6° dan 10.5° . Ukuran kristal dan tingkat kristal adalah $(20,09 \pm 7,63)$ nm dan 36%. Indeks polidispersitas adalah 36%. Pola XRD dari puncak CH120 sekitar $20,040$. Ukuran kristal dan tingkat kristalin adalah $(20,21 \pm 8,47)$ nm dan 49%. Indeks polidispersitas adalah 42%. Puncak CH180 adalah sekitar $20,170$. Ukuran kristal dan tingkat kristalin adalah $(20,22 \pm 9,51)$ nm dan 47%. Indeks polidispersitas adalah 47%.

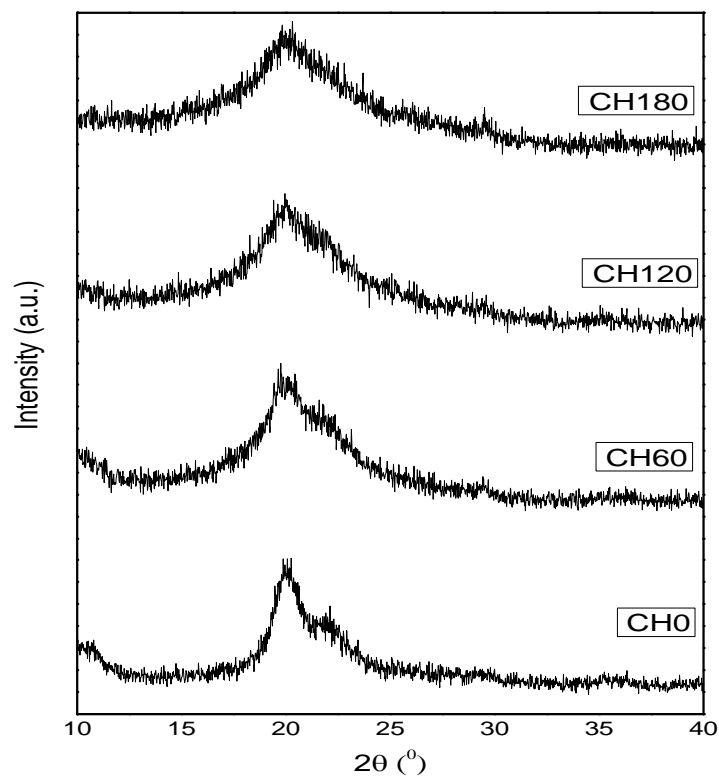


Fig. 2. XRD patterns of CH0, CH60, CH120 and CH180

KESIMPULAN

Metode ball milling adalah metode yang efektif untuk mensintesis kitosan nanopowder dan dapat diterapkan untuk mengurangi ukuran kristal. Struktur kristal kitosan nanopowder berubah dan homogenitas partikel meningkat. Ukuran partikel mengecil sehingga dapat mempengaruhi aplikasi pada elektrolit padat baterai sekunder dan layak untuk diteliti lebih lanjut.

UCAPAN TERIMA KASIH

Peneliti mengucapkan terima kasih kepada Universitas Gadjah Mada untuk Program Doktor tahun 2015. Penelitian ini didanai dari riset Penelitian Disertasi Doktor dengan nomor kontrak 059/SP2H/LT/DRPM/2018 dari Kementerian Ristek dan Dikti RI melalui Universitas Jenderal Soedirman.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] O. G. Abdullah, R. R. Hanna, and Y. A. K. Salman, "Structural, optical, and electrical characterization of chitosan: methylcellulose polymer blends based film," *J. Mater. Sci. Mater. Electron.*, vol. 28, no. 14, pp. 10283–10294, 2017.
- [2] A. Badawi, E. M. Ahmed, N. Y. Mostafa, F. Abdel-Wahab, and S. E. Alomairy, "Enhancement of the optical and mechanical properties of chitosan using Fe₂O₃ nanoparticles," *J. Mater. Sci. Mater. Electron.*, vol. 28, no. 15, pp. 10877–10884, 2017.
- [3] M. Barchuk *et al.*, "Structure and surface properties of chitosan/PEO/gelatin nanofibrous membrane," *J. Polym. Res.*, vol. 23, no. 2, pp. 1–7, 2016.
- [4] W. Zhang, J. Zhang, and W. Xia, "Effect of ball-milling treatment on physicochemical and structural properties of chitosan," *Int. J. Food Prop.*, vol. 17, no. 1, pp. 26–37, 2014.
- [5] Rochima, E., Azhary, S.Y., Prata, R.I., Panatarani, C., and Joni, I.M. Preparation and characterization of nano chitosan from crab shell waste by beads milling method. International conference on Food Science and Engineering. (2016) 193. <http://doi.org/10.1088/1757-899X/193/1/012043>.
- [6] Liu, T.Y., Ma, Y., Yu, S.F., Shi, J., and Xue, S. The effect of ball milling treatment on structure and porosity of maize starch granule. Innovative Food Science and Emerging Technologies, (2011) 586-593. <http://doi.org/10.1016/j.ifset.2011.06.009>.
- [7] Zhan, W., Zhang, J., and Xia, W. Effect of ball milling treatment on physicochemical and structural properties of chitosan. *International Journal of Food Properties*, (2014) 26-37. <http://doi.org/10.1080/10942912.2011.608175>.
- [8] Ker, W.L., Ward, SDW., McWatters, KH., and Resurreccion, AVA. Effect of milling and particle size on functionality and physicochemical properties of cowpea flour. American Association of Cereal Chemists Inc. Publication no. C-2000-0212-02R. (2000).
- [9] Lin, H., Qin, L., Hong, H., and Li, Q. Preparation of starch nanoparticles via high energy ball milling. (2016) 174-179. *Journal of Nano Research*. <http://doi.org/10.4028/www.scientific.net/JNanor.40.174>.
- [10] Mukhtar, NZF., Borhan, MZ., Rusop.M., and Abdullah, S. Effect of milling time on particle size and surface morphology of commercial zeolite by planetary ball mill. *Advanced Materials Research*, (2013) 711-715. <http://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.795.711>.
- [11] Leonel, EC., Nassar, EJ., Ciuffi, DJ., and Calefi, PS. Effect of high energy ball milling in the structural and textural properties of kaolinite. (2014) 267-272. *Ceramica* 60.
- [12] Laka, M., and Chernyavskaya, S., Preparation of chitosan powder and investigation of its properties. (2006) 78-84. *Proc. Estonian Acad. Sci. Chem.* Latvian State Institute of Wood Chemistry.
- [13] Bakshi, PS., Selvakumar, D., Kadirvelu, K., and Kumar, NS. Comparative study on antimicrobial activity and biocompatibility of N-selective chitosan derivatives. (2016) 149-155. *Reactive and Functional Polymers*. <http://doi.org/10.1016/j.reactfunctpolym.2018.01.016>.
- [14] Nadzirah, AS., Rusop, M., and Latif, IA. Effect of nano powder of polygonum minus by ball milling. (2015) 332-339. *Nanoscience, Nanotechnology and Nanoengineering: Fundamentals and Applications*. [Http://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.1109](http://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.1109).