



Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar Unand.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Unand.

ENKAPSULASI PUPUK NPK KE DALAM NANOPARTIKEL KITOSAN SEBAGAI PENGONTROL PELEPASAN PUPUK PADA TANAMAN

SKRIPSI



**RINDY ANGGRAENI
07 135 026**

**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG 2011**

KATA PENGANTAR

Syukur Alhamdulillah kehadiran Allah SWT yang senantiasa melimpahkan rahmat dan karunia Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini sebagai tugas akhir yang sekaligus merupakan salah satu syarat untuk menyelesaikan program pendidikan tingkat sarjana pada jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA), Universitas Andalas, Padang. Skripsi ini disusun berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dengan judul **“Enkapsulasi Pupuk NPK ke dalam Nanopartikel Kitosan sebagai Pengontrol Pelepasan Pupuk pada Tanaman”**. Dengan selesainya penyusunan skripsi ini, penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada Ibu Astuti, M.Si sebagai dosen pembimbing yang telah banyak memberi bimbingan, petunjuk, arahan serta saran sejak perencanaan dan pelaksanaan penelitian sampai penyusunan skripsi ini. Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada Bapak Dr. Dahyunir Dahlan sebagai Penasehat Akademik yang telah memberi bimbingan dan nasehat selama masa perkuliahan. Selanjutnya, terima kasih juga disampaikan kepada :

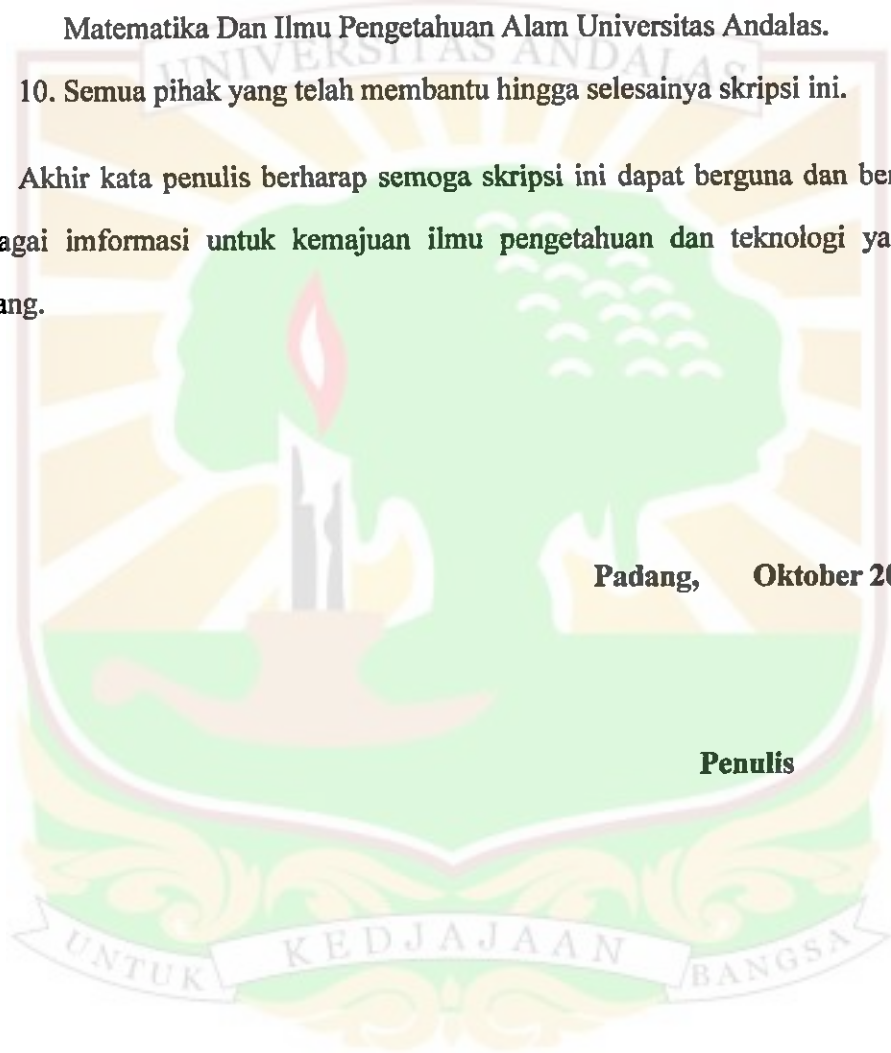
1. Bapak Prof. Dr. Emriadi, MS selaku Dekan Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas.
2. Bapak Arif Budiman, M.Si selaku ketua Jurusan Fisika Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas.
3. Bapak Dr. Dahyunir Dahlan, Bapak Sri Mulyadi, Dt. Basa, M.Si dan bapak Ardian Putra, M.Si sebagai dosen penguji.
4. Kepala Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas.
5. Bapak-bapak dan Ibu-ibu staf pengajar di Jurusan Fisika Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas.
6. Staf dan karyawan-karyawati di lingkungan Jurusan Fisika Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas.

7. Keluarga Besar Himpunan Mahasiswa Fisika Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas.
8. Keluarga besar penulis yang selalu memberi dukungan baik secara moril dan materil.
9. Teman-Teman mahasiswa Fisika angkatan 2007, Jurusan Fisika Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas.
10. Semua pihak yang telah membantu hingga selesainya skripsi ini.

Akhir kata penulis berharap semoga skripsi ini dapat berguna dan bermanfaat sebagai informasi untuk kemajuan ilmu pengetahuan dan teknologi yang akan datang.

Padang, Oktober 2011

Penulis

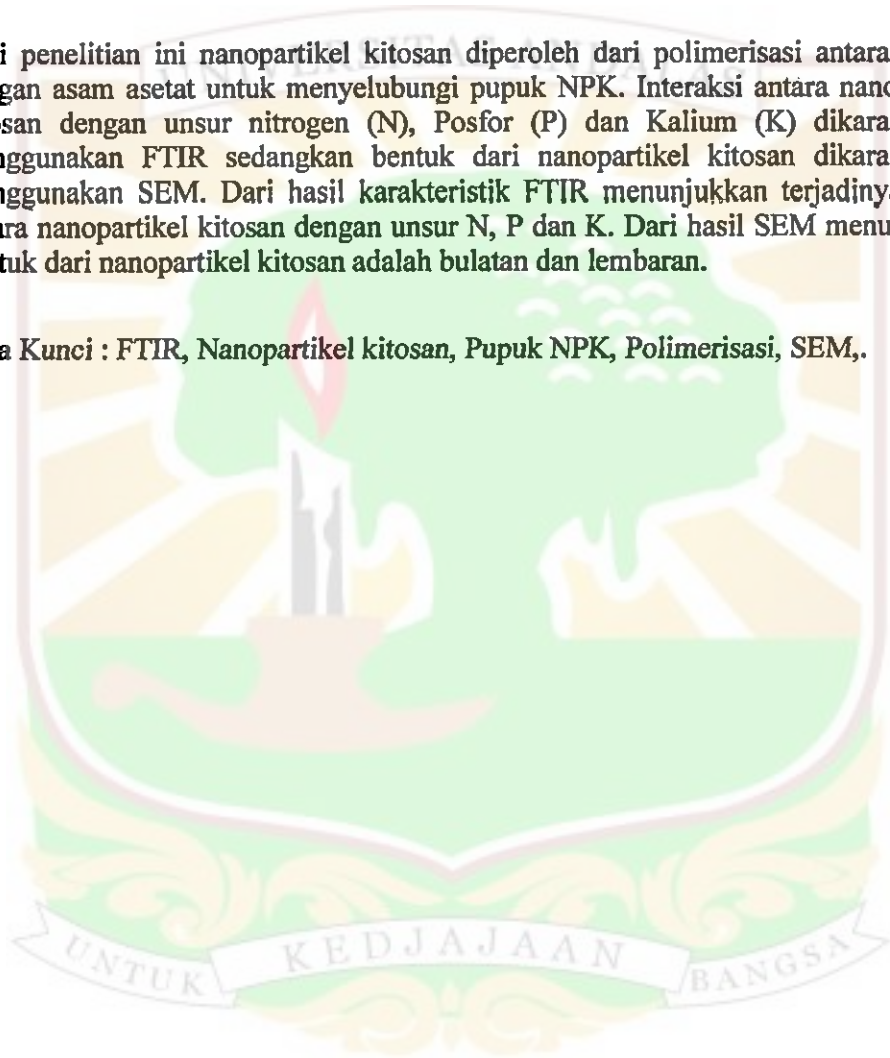


ENKAPSULASI PUPUK NPK KE DALAM NANOPARTIKEL KITOSAN SEBAGAI PENGONTROL PELEPASAN PUPUK PADA TANAMAN

ABSTRAK

Dari penelitian ini nanopartikel kitosan diperoleh dari polimerisasi antara kitosan dengan asam asetat untuk menyelubungi pupuk NPK. Interaksi antara nanopartikel kitosan dengan unsur nitrogen (N), Posfor (P) dan Kalium (K) dikarakterisasi menggunakan FTIR sedangkan bentuk dari nanopartikel kitosan dikarakterisasi menggunakan SEM. Dari hasil karakteristik FTIR menunjukkan terjadinya ikatan antara nanopartikel kitosan dengan unsur N, P dan K. Dari hasil SEM menunjukkan bentuk dari nanopartikel kitosan adalah bulatan dan lembaran.

Kata Kunci : FTIR, Nanopartikel kitosan, Pupuk NPK, Polimerisasi, SEM,.

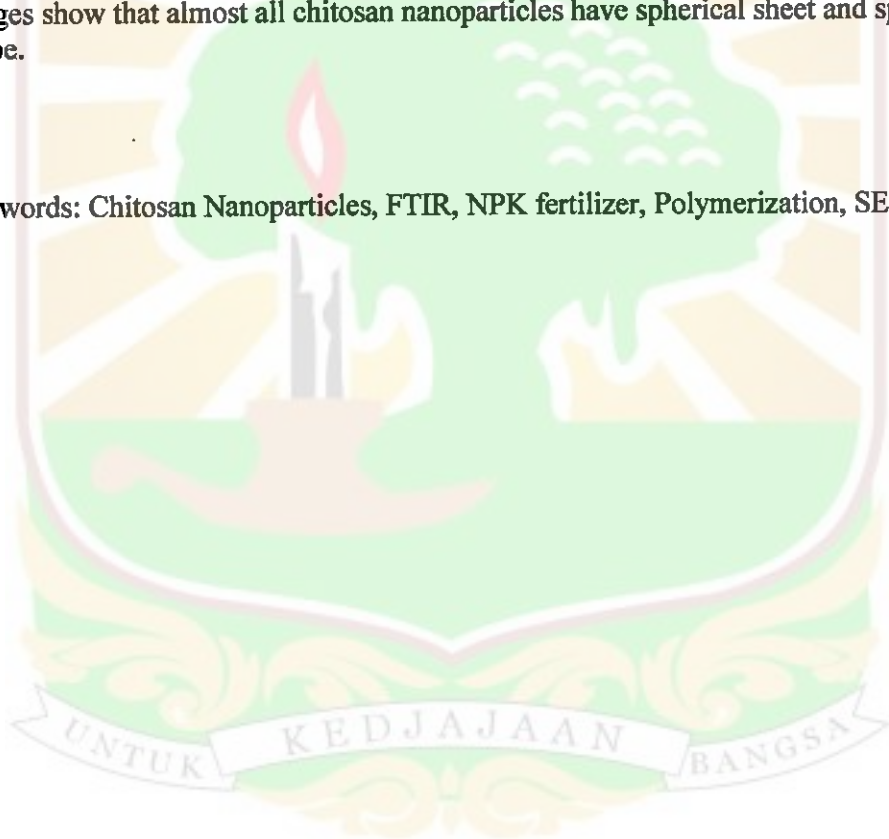


ENCAPSULATION OF NPK FERTILIZER INTO CHITOSAN NANOPARTICLES AS A CONTROLLER FOR RELEASING FERTILIZER

ABSTRACT

In this research, chitosan nanoparticles were obtained by polymerizing acetic acid for the incorporation of NPK fertilizers. The interaction of chitosan nanoparticle suspensions containing nitrogen (N), phosphorus (P) and potassium (K) were evaluated by FTIR spectroscopy whereas the shape of chitosan nanoparticle were evaluated by SEM spectroscopy. The FTIR patterns indicated that there are interactions between chitosan nanoparticles and the elements N, P and K. The SEM images show that almost all chitosan nanoparticles have spherical sheet and spherical shape.

Keywords: Chitosan Nanoparticles, FTIR, NPK fertilizer, Polymerization, SEM.



DAFTAR ISI

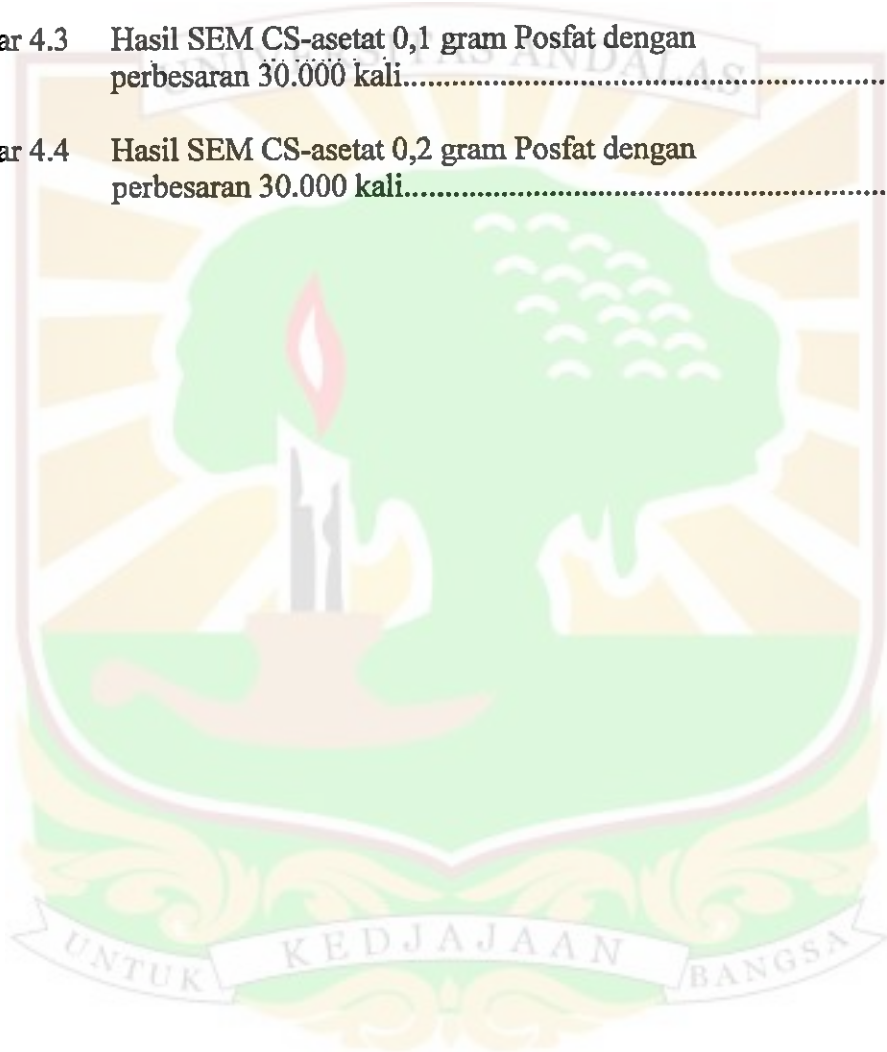
	Halaman
KATA PENGANTAR	i
ABSTRAK	iii
ABSTRACT	iv
DAFTAR ISI	v
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR TABEL	ix
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	4
1.4 Tujuan dan Manfaat.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Tinjauan Pustaka.....	5
2.2 Landasan Teori	6
2.2.1 Kitosan.....	6
2.2.2 Nanopartikel Kitosan.....	8
2.2.3 Enkapsulasi Nanopartikel	8
2.2.4 Viskositas Larutan Kitosan.....	11
2.2.5 Kestabilan Koloid	11
2.2.6 Tegangan Permukaan.....	13
2.2.7 Mikroemulsi.....	15
2.2.8 Pupuk NPK.....	16
2.2.9 FTIR (<i>Fourier Transform Infra Red</i>)	17
2.2.10 SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>)	22

BAB III METODE PENELITIAN	26
3.1 Lokasi Penelitian	26
3.2 Metode Penelitian	26
3.3 Alat dan Bahan Penelitian	26
3.4 Cara Kerja	29
3.4.1 Pembuatan Pupuk	29
3.4.1.1 Pembuatan Nanopartikel Kitosan	29
3.4.1.2 Karakterisasi Nanopartikel Kitosan	30
3.4.1.3 Pencampuran Pupuk NPK pada Nanopartikel Kitosan	30
3.4.1.4 Karakterisasi Enkapsulasi Pupuk NPK dalam Nanopartikel Kitosan	31
3.5 Diagram Alir Penelitian	32
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	33
4.1 Analisis FTIR.....	33
4.2 Analisis SEM.....	37
BAB V KESIMPULAN.....	41
5.1 Kesimpulan.....	41
5.2 Saran	41
DAFTAR KEPUSTAKAAN.....	43

DAFTAR GAMBAR

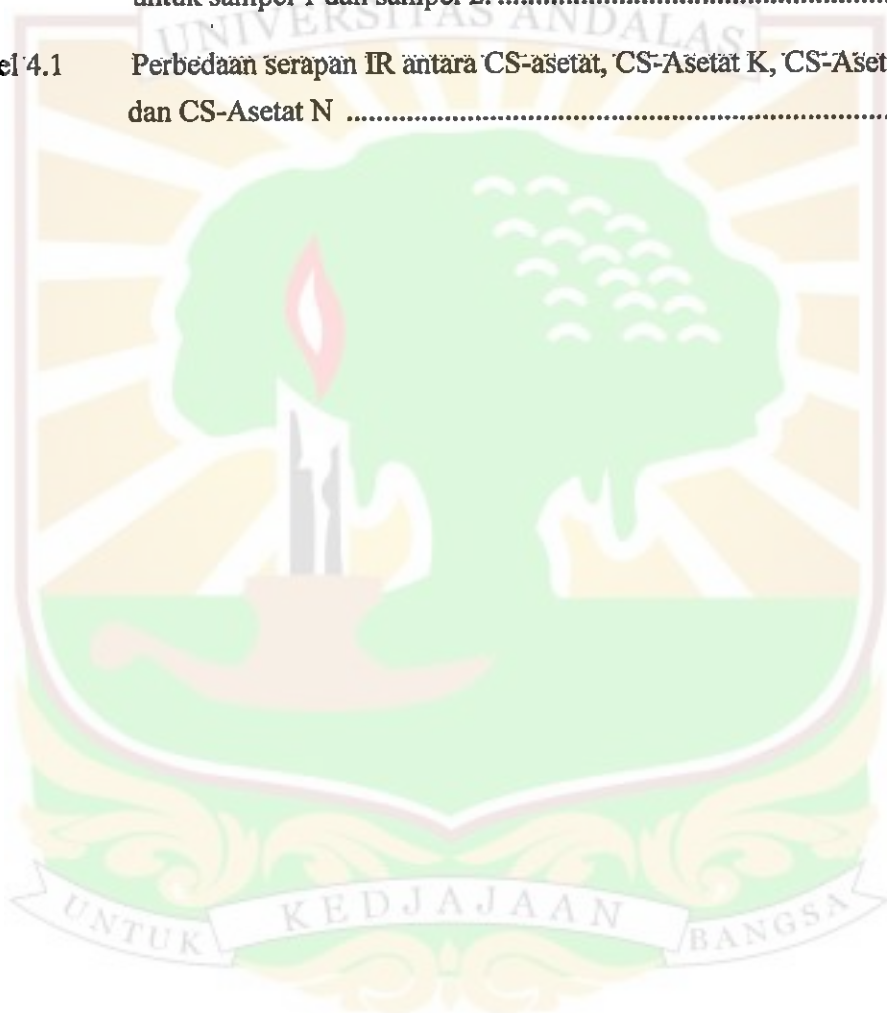
	Halaman
Gambar 2.1 Struktur kitosan	7
Gambar 2.2 Nanopartikel karbohidrat dan ϵ -Polylysine Meningkatkan Stabilitas oksidatif lipid Emulsi.	10
Gambar 2.3 Penggambaran 2 atom yang berikatan sebagai bola dan pegas yang bergetar searah dengan ikatan/pegas	19
Gambar 2.4 Skema FTIR.	20
Gambar 2.5 Hasil FTIR.....	21
Gambar 2.6 Pantulan elektron terhadap benda.	22
Gambar 2.7 Skema SEM	23
Gambar 2.8 Sinyal-sinyal yang dihasilkan SEM	24
Gambar 2.9 Mekanisme kontras dari elektron sekunder dijelaskan dengan gambar	25
Gambar 2.10 Mekanisme kontras dari <i>backscattered electron</i>	25
Gambar 3.1 Gelas kimia	26
Gambar 3.2 Spatula	27
Gambar 3.3 Pipet tetes.	27
Gambar 3.4 Timbangan digital	27
Gambar 3.5 <i>Hot Plate Magnetic Stirrer C-MAG HS 7</i>	28
Gambar 3.6 Sonikator Branson 1510	28

Gambar 3.7	Diagram alir penelitian.....	32
Gambar 4.1	Hasil FTIR Kitosan-asetat, Kitosan-asetat kalium klorida, Kitosan-asetat kalsium urea dan Kitosan-asetat kalsium klorida	34
Gambar 4.2	Hasil SEM CS-asetat 0,1 gram dengan perbesaran 30.000 kali....	38
Gambar 4.3	Hasil SEM CS-asetat 0,1 gram Posfat dengan perbesaran 30.000 kali.....	39
Gambar 4.4	Hasil SEM CS-asetat 0,2 gram Posfat dengan perbesaran 30.000 kali.....	40



DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 3.1	Pembuatan nanopartikel kitosan29
Tabel 3.2	Pencampuran pupuk NPK pada nanopartikel kitosan untuk sampel 1 dan sampel 2.31
Tabel 4.1	Perbedaan serapan IR antara CS-asetat, CS-Asetat K, CS-Asetat-P dan CS-Asetat N37



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Nanoteknologi telah menjadi harapan umat manusia dalam menyelesaikan berbagai permasalahan teknologi yang dihadapi saat ini. Dalam dunia nanoteknologi, material dapat didesain sedemikian rupa dalam orde nano, sehingga sifat-sifat yang belum dikenal dapat diakses. Aplikasi nanoteknologi akan membuat revolusi baru dalam dunia industri, banyak aplikasi nanoteknologi dalam kehidupan sehari-hari dan dalam setiap bidang yang berbeda-beda. Dalam penelitian ini akan menjelaskan tentang aplikasi nanoteknologi dalam bidang pertanian khususnya dalam pembuatan pupuk.

Pupuk adalah senyawa kimia yang diberikan pada tanaman agar mendapatkan pertumbuhan yang baik. Biasanya pupuk diletakkan di tanah (untuk diserap oleh akar tanaman) atau dengan foliar (untuk penyerapan melalui daun). Pupuk juga dapat diterapkan untuk perairan lingkungan, terutama pemupukan laut. Pupuk kimia atau pupuk anorganik mengandung tiga nutrisi utama, yaitu nitrogen, posfor dan kalium (N, P dan K) untuk berbagai tanaman pangan dan kondisi tumbuhan. N (nitrogen) menunjang pertumbuhan daun, membentuk protein dan klorofil. P (Posfor) memberikan kontribusi pada akar, bunga dan

pertumbuhan buah. K (kalium) berkontribusi pada batang, pertumbuhan akar dan sintesis protein.

Namun, sekitar 40-70% nitrogen, 80-90% fosfor dan 50-70% kalium dari komposisi normal pupuk yang digunakan hilang ke lingkungan dan tidak dapat diserap oleh tanaman, menyebabkan tidak hanya kerugian substansial ekonomi dan sumber daya tetapi juga merusak lingkungan (Trenkel, 1997). Baru-baru ini, penggunaan pupuk *slow release* (pupuk kimia yang sifatnya mirip dengan pupuk organik) menjadi trend baru untuk mengurangi konsumsi pupuk dan pencemaran lingkungan. Hal ini memunculkan gagasan pengembangan enkapsulasi pupuk, di mana pupuk NPK dibuat dalam ukuran nanopartikel. Dalam hal ini pupuk dilindungi oleh nanopartikel polimer untuk kelangsungan kondisi tanah terinokulasi yang lebih baik, agar pupuk tersebut dapat dikendalikan di dalam tanah. Oleh karena itu, metode enkapsulasi komponen pupuk dalam nanopartikel polimer relatif baru dengan aplikasi potensi komersial. Salah satu polimer yang terbaik dalam pengembangan enkapsulasi ini adalah kitosan.

Nanopartikel kitosan telah banyak digunakan sebagai pengontrol pelepasan obat, tetapi ada juga yang mencoba mengeksplorasi potensi nanopartikel kitosan sebagai pengontrol pupuk NPK. Kitosan (CS) adalah polimer yang terpenting karena merupakan *biodegradable*, *bioabsorbable* dan *bakterisida*. Selain itu, polimer yang berkarakteristik kationik ini berinteraksi dengan molekul negatif dan

polimer-polimer yang lain, sehingga menunjukkan interaksi yang menguntungkan.

Dalam penelitian ini penulis bermaksud membuat pengkapsulan pupuk NPK ke dalam nanopartikel kitosan sebagai pengontrol pelepasan pupuk pada tanaman. Dengan tujuan untuk dapat memaksimalkan fungsi pupuk sebagaimana mestinya dimana pembuatannya menggunakan asam asetat yang berfungsi sebagai pemecah partikel kitosan. Untuk tanaman itu sendiri asam asetat ini merupakan salah satu hormon, yaitu auksin, dimana auksin ini membantu merangsang perpanjangan sel, pembentukan bunga dan buah, pemanjangan titik tumbuh, pembekakan batang dan pembentukan akar literal, sehingga pupuk NPK ini sangat aman digunakan untuk tanaman dan lingkungan.

1.2 Perumusan Masalah

Penelitian tentang enkapsulasi pupuk NPK ke dalam nanopartikel kitosan belum banyak dilakukan. Oleh sebab itu, penulis tertarik meneliti tentang pembuatan enkapsulasi pupuk NPK ke dalam nanopartikel kitosan sebagai pengontrol pupuk pada tanaman. Dalam penelitian ini kita dapat mengetahui bagaimana ukuran nanopartikel kitosan serta mengetahui bagaimana ikatan kitosan terhadap pupuk NPK.

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah penelitian ini adalah ditekankan pada distribusi bentuk nanopartikel kitosan dengan menggunakan SEM, ikatan antara nanopartikel kitosan dengan pupuk NPK dengan menggunakan FTIR.

1.4 Tujuan dan Manfaat

Berdasarkan rumusan masalah diatas, maka tujuan dari penelitian ini adalah membuat enkapsulasi pupuk NPK ke dalam nanopartikel kitosan dan mengkarakterisasi enkapsulasi nanopartikel tersebut dengan FTIR dan SEM. Untuk mengetahui apakah terjadi ikatan antara nanopartikel kitosan dengan pupuk NPK dan mengetahui ukuran dari nanopartikel tersebut.

Adapun manfaat yang ingin dicapai dari penelitian ini adalah :

1. Mengetahui mekanisme ikatan nanopartikel kitosan terhadap pupuk NPK.
2. Memberikan informasi bahwa kemampuan pengendalian ukuran nanopartikel sangat diinginkan untuk sebagian besar aplikasi di bidang nanoteknologi.
3. Memberikan informasi dalam bidang pertanian bahwa kitosan dapat dimanfaatkan sebagai *biodegradable*, *bioabsorbable* dan *bakterisida* yang dapat membantu pertumbuhan tanaman.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tinjauan Pustaka

Sebelumnya telah banyak peneliti dari negara maju yang telah menggunakan nanopartikel kitosan sebagai pembawa obat. Salah satunya, Liu, dkk. (2010) yang telah melakukan penelitian tentang anti tumor dengan pengkapsulasi *camptothecin* ke dalam nanopartikel N-trimetil kitosan (CPT-TMC). Penelitian ini dilakukan *in vitro* pada tikus yang terjangkit kanker kulit. Hasilnya, fungsi *camptothecin* sebagai obat kanker kulit pada tikus dapat bekerja dengan maksimal.

Enkapsulasi nanopartikel kitosan tidak hanya terbatas untuk enkapsulasi obat, tetapi juga aplikasi bidang pertanian, contohnya enkapsulasi pupuk. Corradini, dkk. (2010) telah melakukan studi awal tentang pengkapsulan pupuk NPK ke dalam nanopartikel kitosan. Mereka membuat nanopartikel CS-PMAA dari polimerisasi MAA (asam metakrilat) ke dalam larutan CS (kitosan). Interaksi dan stabilitas kitosan nanopartikel suspensi yang mengandung nitrogen (N), posfor (P) dan kalium (K) dilihat melalui spektroskopi FTIR sedangkan ukuran nanopartikel CS-PMAA dilihat melalui TEM (Transmisi Elektron Mikroskop). Hasilnya ukuran dari nanopartikel kitosan tersebut sekitar 78 nm dan terjadi ikatan yang kuat antara CS-PMAA dengan N, P dan K.

Han, dkk. (2008) telah melakukan penelitian tentang pengkapsulan pupuk kedalam nanopolivinil alkohol (PVA). PVA dicampurkan kedalam sebuah film dengan perbandingan 7:3. Setelah dilakukan karakteristik XRD (*X-Ray Diffraction*), FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) dan AFM (*Atomic Force Microscopy*) maka didapathasilnya, kapsul tersebut bersifat *biodegradabel* atau mudah terurai dalam tanah dan mampu mengontrol pupuk pada tanaman.

2.2 Landasan Teori

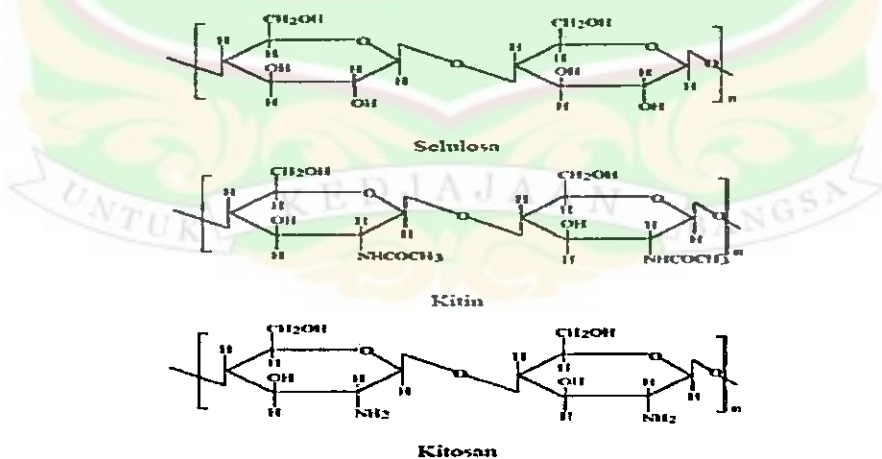
2.2.1 Kitosan

Kitosan adalah turunan utama kitin, yang disintesis dengan proses deasetilasi kitin. Kitosan pertama kali ditemukan oleh Rouget pada tahun 1859. Kitosan adalah biopolimer glikosamin linier yang terbentuk dari unit ulang 2-amino-2deoksi-D-glukosa atau disebut (1,4)-2-amino-2-deoksi-D-glukosa dan ini merupakan nama resmi kitosan yang mempunyai berat molekul rata-rata 120.000 (Muzzarelli, 1977).

Kitosan merupakan polisakarida alami dari kopolimer glikosamin dan N-acetyl glukosamin dan dapat diperoleh dari deasetilasi kitin (Khan, dkk., 2001). Metoda penyediaan kitosan pertama sekali dibuat oleh Hope Seyler pada tahun 1894 yaitu dengan merefluks kitin dalam larutan kalium hidroksida pada temperatur 180°C dan proses deasetilasi kitin dapat terjadi tanpa pemutusan rantai polimernya (Muzzarelli, 1973).

Berbagai metode digunakan untuk mensintesis kitosan dengan derajat deasetilasi tertentu, diantaranya Horowitz, Wolfrom, Broussignae dan Fujita (Muzzarelli, 1977). Hidrolisis gugus asetil pada kitin dapat dilakukan dengan menggunakan larutan NaOH kuat, diikuti pencucian, perubahan pH dan proses pengeringan. Pada tahap ini kitosan masih berbentuk kepingan kasar dan dapat dihaluskan mengikuti ukuran tertentu (Agusnar, 2006). Cara untuk mendapatkan kitosan yang lebih murni yaitu dengan melarutkan kitosan dengan larutan asam asetat, disaring sehingga diperoleh hasil yang jernih yang kemudian dikeringkan sehingga diperoleh kitosan murni yang berbentuk garam kitosium yang larut dalam air. Untuk mendapatkan hasil murni yang berbentuk amina bebas, endapan harus dicuci dan dikeringkan (Sandford dan Hutching, 1987).

Kitosan mempunyai rantai tidak linier dan mempunyai rumus umum $(C_6H_{11}NO_4)_n$ atau disebut sebagai (1,4)-amino-2-deoksi-D-glukosa, diperlihatkan pada Gambar 2.1, (Fernandez- Kim., 2004).



Gambar 2.1 Struktur kitosan (sumber : Pratiwi, 2009)

2.2.2 Nanopartikel Kitosan

Nanopartikel kitosan adalah kitosan yang partikelnya berukuran 50-100 nm. Sekarang ini, kebanyakan dari metode untuk nanopartikel kitosan melibatkan reaksi ikatan silang. Kitosan dilarutkan dalam larutan asam lemah diaduk dengan *magnetic stirrer* kemudian ditambah dengan surfaktan sehingga diperoleh nanopartikel kitosan. Nanopartikel kitosan dianalisa dengan menggunakan FTIR dan SEM. Ukuran partikel kitosan yang berskala nanometer akan meningkatkan luas permukaan sampai ratusan kali dibandingkan dengan partikel yang berukuran mikrometer. Hal ini akan meningkatkan efisiensi proses fisika-kimia pada permukaan kitosan tersebut, karena memungkinkan interaksi pada permukaan yang lebih besar (Eric, 2004).

2.2.3 Enkapsulasi Nanopartikel

Enkapsulasi nanopartikel atau pengkapsulan nanopartikel dengan polimer dapat meningkatkan kompatibilitas suatu unsur dengan bahan organik dalam suatu sistem serta dapat melindungi permukaan partikel dari oksidasi. Akibatnya, pengkapsulan dapat meningkatkan dispersibilitas maupun stabilitas kimiawi dan mereduksi toksisitas (efek keracunan).

Pengkapsulan adalah pengendapan material tertentu (bisa padatan atau cairan) dengan material lain (umunya material yang tidak reaktif) dalam bentuk kapsul. Berdasarkan ukuran hasilnya, kita dapat menggolongkan tiga skala pengkapsulan, yaitu *nanocapsulation* jika ukuran hasil antara 1 nm – 1 μ m,

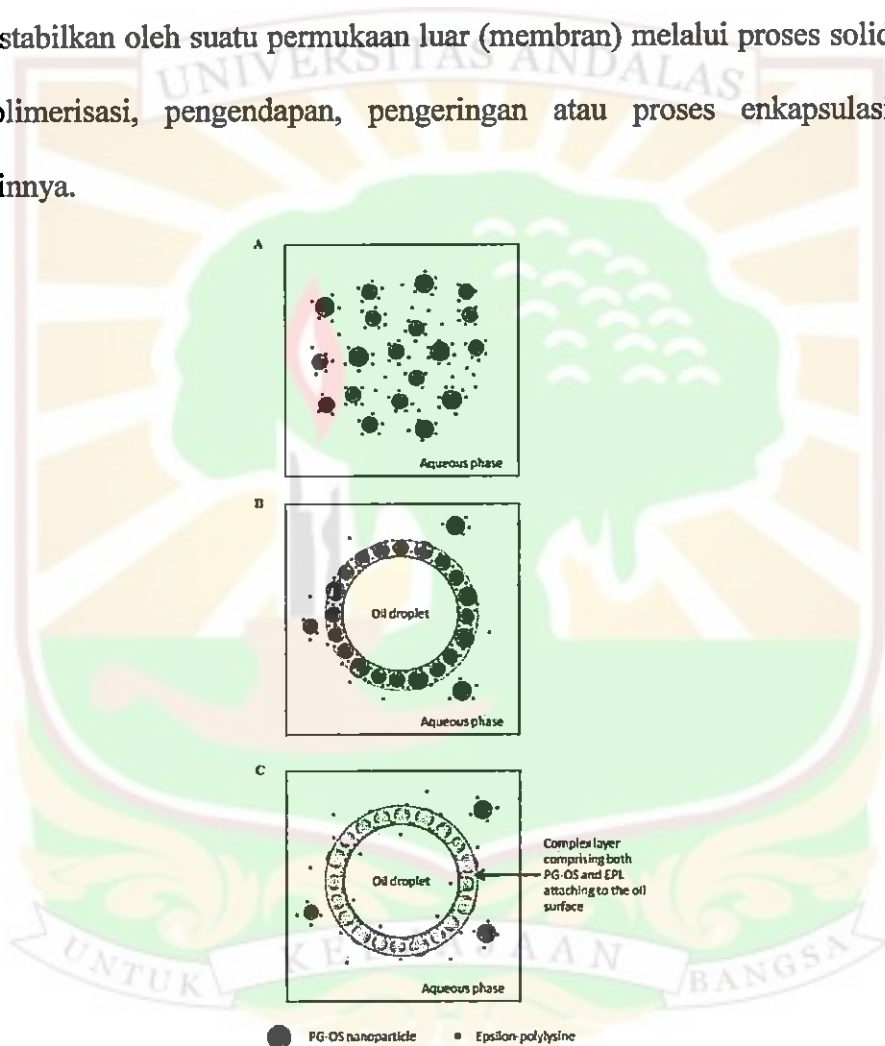
microencapsulation jika ukuran hasil antara 1µm – 1mm dan *macroencapsulation* jika ukuran hasil lebih besar dari 1mm. Diantara tujuan pengkapsulan adalah untuk memungkinkan pelepasan material obat pada posisi tertentu dalam tubuh, memungkinkan pelepasan material obat pada posisi tertentu dalam tubuh, memungkinkan penanganan material aktif lebih mudah dan aman, memungkinkan penampung sistem yang terdiri dari bermacam-macam komponen dalam satu container, melindungi material sensitif dari pengaruh lingkungan dan mengubah cairan ke bentuk bubuk atau padatan (Mikrajudin, 2008).

Enkapsulasi didefinisikan sebagai suatu proses untuk membungkus material tertentu dengan suatu lapisan. Metode enkapsulasi menghasilkan kapsul dengan berbagai jenis ukuran. Secara umum, bagian kapsul terdiri dari inti (*core*) dan kulit (*shell*). Maria, dkk. (2007) mengatakan bahwa bagian inti mengandung bagian “aktif”, sementara kulit melindungi inti secara permanen atau sementara, tergantung pada komposisi dan jenis bahan yang digunakan sebagaimana dijelaskan pada Gambar 2.2 yang merupakan salah satu contoh proses enkapsulasi. Menurut Poncelet, pada dasarnya proses enkapsulasi terbagi menjadi tiga tahap, yaitu:

1. Tahap penggabungan bagian “aktif” yang akan menjadi inti dalam kapsul diperlihatkan pada Gambar 2.2a. Jika inti kapsul berbentuk cairan, bagian “aktif” dapat terlarut, terdispersi atau teremulsi dalam cairan tersebut. Jika

inti berbentuk padat, bagian “aktif” dapat bergabung melalui absorpsi pada saat terbentuk inti atau setelah terbentuk inti.

2. Tahap penyebaran inti diperlihatkan pada Gambar 2.2b.
3. Tahap stabilisasi kapsul diperlihatkan pada Gambar 2.2c. Bagian inti distabilkan oleh suatu permukaan luar (membran) melalui proses solidifikasi, polimerisasi, pengendapan, pengeringan atau proses enkapsulasi yang lainnya.



Gambar 2.2 Nanopartikel karbohidrat dan ϵ -Polylysine Meningkatkan Stabilitas oksidatif lipid Emulsi. *Sumber (Scheffler, 2010).*

2.2.4 Viskositas Larutan Kitosan

Sifat fisika-kimia larutan kitosan seperti pH, kerapatan, tegangan permukaan, viskositas dan konduktivitasnya dipengaruhi oleh berat molekul kitosan terlarut, (Khan dan Kok Khiang Peh, 2001). Dijelaskan bahwa berat molekul rata-rata rantai kitosan adalah antara 70.000 – 2.000.000 dan bila ukuran rantai polimer kitosan bertambah kecil, laju gerakan translasinya menjadi semakin cepat, sehingga viskositas larutannya bertambah rendah (Fernandez-Kim, 2004).

2.2.5 Kestabilan Koloid

Koloid adalah suatu campuran zat heterogen (dua fase) antara dua zat atau lebih di mana partikel-partikel zat yang berukuran koloid (fase terdispersi/ yang dipecah) tersebar secara merata di dalam zat lain (medium pendispersi/ pemecah). Koloid memiliki dua fase, berwarna keruh, berdiameter 1-100 nm, tidak dapat disaring dengan penyaring biasa, melainkan dengan penyaring ultra dan tidak terpisah jika dibiarkan (Mudasir, 2009).

Karena ukurannya nanopartikel sangat kecil, maka dapat sangat stabil dalam koloid. Partikel yang berukuran besar mengendap dengan cepat karena gaya gravitasi yang dominan. Sebaliknya, pada nanopartikel, gaya gravitasi yang bekerja sangat kecil sehingga kalah pengaruh dari gerakan acak (gerak Brown). Parameter yang menentukan cepat atau lambatnya partikel mengendap adalah kecepatan “settling” yang diberikan oleh hukum stokes pada Persamaan (2.1) (Mudasir, 2009).

$$v = \frac{d^2 g (\rho_s - \rho_l)}{18\mu_l} \quad (2.1)$$

Dengan g percepatan gravitasi, d diameter partikel, ρ_s massa jenis zat cair, ρ_l massa jenis partikel dan μ_l viskositas zat cair. Sedangkan salah satu parameter yang selain itu, untuk menentukan kestabilan koloid adalah fluktuasi termal (Gerak Brown). Perpindahan rata-rata gerak brown diberikan oleh persamaan Einstein seperti pada Persamaan (2.2).

$$x = \sqrt{\frac{2k_B T t}{\pi \mu_l d}} \quad (2.2)$$

Dimana, x adalah perpindahan rata-rata partikel, T adalah suhu, t adalah waktu, k_B adalah Konstanta Boltzman.

Selain parameter kecepatan dan fluktuasi termal, terdapat beberapa gaya pada sistem koloid yang menentukan kestabilan koloid, yaitu sebagai berikut :

- a. Gaya pertama ialah gaya tarik – menarik yang dikenal dengan gaya London – Van der Waals. Gaya ini menyebabkan partikel – partikel koloid berkumpul dan akhirnya mengendap.
- b. Gaya kedua ialah gaya tolak menolak. Gaya ini terjadi karena pertumpang tindihan lapisan ganda listrik yang bermuatan sama. Gaya tolak – menolak tersebut akan membuat dispersi koloid menjadi stabil.

- c. Gaya ketiga ialah gaya tarik – menarik antara partikel koloid dengan medium pendispersinya. Terkadang, gaya ini dapat menyebabkan terjadinya agregasi partikel koloid dan gaya ini juga dapat meningkatkan kestabilan sistem koloid secara keseluruhan.

Selain itu, faktor yang mempengaruhi stabilitas koloid ialah muatan permukaan koloid. Besarnya muatan pada permukaan partikel dipengaruhi oleh konsentrasi elektrolit dalam medium pendispersi. Penambahan kation pada permukaan partikel koloid yang bermuatan negatif akan menetralkan muatan tersebut dan menyebabkan koloid menjadi tidak stabil. Banyak koloid yang harus dipertahankan dalam bentuk koloid untuk penggunaannya. Seperti es krim, tinta, cat. Untuk itu digunakan koloid lain yang dapat membentuk lapisan di sekeliling koloid tersebut. Koloid lain ini disebut koloid pelindung. Seperti gelatin pada sol $\text{Fe}(\text{OH})_3$ (Mudasir, 2009).

2.2.6 Tegangan Permukaan

Salah satu sifat permukaan adalah tegangan permukaan. Tegangan permukaan disebabkan adanya kecenderungan permukaan cairan untuk memperkecil luas permukaan secara spontan. Pada tingkat molekuler hal ini dapat dijelaskan bahwa molekul yang ada di dalam cairan akan mengalami gaya tarik menarik (gaya Van der Waals) yang sama besarnya ke segala arah. Tetapi, molekul pada permukaan cairan akan mengalami gaya resultan yang mengarah ke dalam cairan dan akibatnya molekul di permukaan cenderung untuk

meninggalkan permukaan masuk ke dalam cairan sehingga permukaan cairan cenderung untuk menyusut.

Hal ini pulalah yang menyebabkan butiran cairan atau gelombang gas cenderung untuk membentuk lingkaran. Tegangan permukaan yang dapat diukur bukan hanya tegangan permukaan antara permukaan gas dan cairan, tetapi juga tegangan permukaan antara permukaan dua cairan. Tegangan permukaan merupakan sifat dari cairan terhadap udara sehingga membuatnya bertindak seolah-olah dilapisi oleh selaput tipis. Molekul di dalam cairan saling berinteraksi satu sama lain dengan molekul-molekul lain dari segala sisi, sedangkan molekul di sepanjang permukaan hanya dipengaruhi oleh molekul yang berada di bawahnya

Tegangan permukaan juga merupakan sifat fisik yang berhubungan dengan gaya antarmolekul dalam cairan dan didefinisikan sebagai hambatan peningkatan luas permukaan cairan. Awalnya tegangan permukaan didefinisikan pada antarmuka cairan dan gas.

Namun, tegangan yang mirip juga ada pada antarmuka cairan-cairan atau padatan dan gas. Tegangan semacam ini secara umum disebut dengan tegangan antarmuka. Tarikan antarmolekul dalam dua fase dan tegangan permukaan di antarmuka antara dua jenis partikel ini akan menurun bila temperatur menurun. Tegangan antarmuka juga bergantung pada struktur zat yang terlibat. Molekul dalam cairan ditarik oleh molekul di sekitarnya secara homogen ke segala arah.

Namun, molekul di permukaan hanya ditarik ke dalam oleh molekul yang di dalam dan dengan demikian luas permukaan cenderung berkurang. Inilah asal mula teori tegangan permukaan. Bentuk tetesan keringat adalah akibat adanya tegangan permukaan.

2.2.7 Mikroemulsi

Mikroemulsi adalah dispersi cair dalam bentuk miselar dengan ukuran partikel 10-100 nm. Dalam mikroemulsi terjadi solubilisasi miselar dimana misel-misel bergabung dan membutuhkan konsentrasi surfaktan yang tinggi.

Faktor yang harus diperhatikan dalam mikroemulsi adalah :

1. Luas permukaan partikel terdispersi yang mempengaruhi energi antar muka.
2. Stabilitas fisik dan pembentukan sistem yang spontan.
3. Derajat solubilisasi, yaitu misel surfaktan, globul emulsi, dan solubilisasi yang terjadi.
4. Kinetika solubilisasi tergantung dari derajat solubilisasi dan transisi misel surfaktan dan globul emulsi.
5. Pengaruh temperatur dan komposisi mikroemulsi.

Pada mikroemulsi ukuran partikel lebih kecil, luas permukaan lebih besar tetapi karena adanya konsentrasi surfaktan dan *co*-surfaktan yang tinggi menyebabkan partikel terselimuti secara rapat sehingga lebih stabil daripada emulsi biasa dan tidak memerlukan pengocokkan yang kuat. *Co*-surfaktan diperlukan untuk menurunkan hidrofilitas fase air.

Adapun sifat - sifat mikroemulsi:

1. Ukuran partikel 10-100 nm;
2. Stabil;
3. Sederhana;
4. Ada kekuatan solubilisasi;
5. Ada peningkat aktivitas;
6. Penampilan cair dan transparan.

Pada mikroemulsi, fase minyak memiliki viskositas yang rendah. Hal ini dikarenakan agar densitasnya tidak naik sehingga mudah dicampur dan tidak kriming. Emulgel merupakan emulsi yang fase viskositas airnya ditingkatkan dengan menambahkan *gelling agent*. Pembuatan emulgel mikroemulsi lebih sulit karena konsentrasi surfaktan dan co-surfaktan yang tinggi menyebabkan air sulit berpenetrasi. Formulasi emulsi dengan rasio fase air-minyak:

1. Untuk menilai potensial termodinamika dalam sistem 2 fasa pada T dan P konstan adalah energi bebas Gibbs → berhubungan dengan HLB.
2. Perubahan spontan akan terjadi karena adanya reduksi energi bebas ($\Delta G < 0$)
3. Komposisi tergantung dari 1 komponen independen dalam sistem 2 fasa.

2.2.8 Pupuk NPK

Pupuk adalah material yang ditambahkan pada media tanam atau tanaman untuk mencukupi kebutuhan hara yang diperlukan tanaman sehingga mampu

berproduksi dengan baik. Material pupuk dapat berupa bahan organik ataupun non-organik (mineral). Pupuk berbeda dari suplemen. Pupuk mengandung bahan baku yang diperlukan pertumbuhan dan perkembangan tanaman, sementara suplemen seperti hormon tumbuhan membantu kelancaran proses metabolisme. Meskipun demikian, ke dalam pupuk, khususnya pupuk buatan, dapat ditambahkan sejumlah material suplemen, seperti pupuk NPK.

Pupuk NPK adalah pupuk yang mengandung tiga unsur hara, yaitu nitrogen, posfor dan kalium. Ketiga unsur tersebut memiliki fungsi masing-masing pada tanaman. Nitrogen berfungsi sebagai merangsang pertumbuhan tanaman secara keseluruhan, mensintesis asam amino dan protein dalam tanaman, merangsang pertumbuhan vegetatif (warna hijau) seperti daun. Posfor berfungsi sebagai pengangkutan energi hasil metabolisme dalam tanaman, merangsang pembungaan dan pembuahan, merangsang pertumbuhan akar, merangsang pembentukan biji, merangsang pembelahan sel tanaman dan memperbesar jaringan sel. Sedangkan kalium berfungsi dalam proses fotosintesa, pengangkutan hasil asimilasi, enzim dan mineral termasuk air. meningkatkan daya tahan atau kekebalan tanaman terhadap penyakit.

2.2.9 FTIR (*Fourier Transform Infra Red*)

Pada dasarnya Spektrofotometer *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) adalah sama dengan Spektrofotometer Infra Red dispersi, yang membedakannya adalah pengembangan pada sistim optiknya sebelum berkas sinar infra merah

melewati contoh. Dasar pemikiran dari Spektrofotometer *Fourier Transform Infra Red* adalah dari persamaan gelombang yang dirumuskan oleh Jean Baptiste Joseph Fourier (1768-1830) seorang ahli matematika dari Perancis.

Sistem optik FTIR seperti pada Gambar 2.4 dilengkapi dengan cermin yang bergerak tegak lurus dan cermin yang diam. Dengan demikian radiasi infra merah akan menimbulkan perbedaan jarak yang ditempuh menuju cermin yang bergerak (M) dan jarak cermin yang diam (F). Perbedaan jarak tempuh radiasi tersebut adalah 2 yang selanjutnya disebut sebagai retardasi (δ). Hubungan antara intensitas radiasi IR yang diterima detektor terhadap retardasi disebut sebagai interferogram. Sedangkan sistem optik dari Spektrofotometer Infra Red yang didasarkan atas bekerjanya interferometer disebut sebagai sistem optik *Fourier Transform Infra Red*.

Pada sistem optik *Fourier Transform Infra Red* digunakan radiasi LASER (*Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation*) yang berfungsi sebagai radiasi yang diinterferensikan dengan radiasi infra merah agar sinyal radiasi infra merah yang diterima oleh detektor secara utuh dan lebih baik.

Detektor yang digunakan dalam *Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red* adalah *Tetra Glycerine Sulphate* (disingkat TGS) atau *Mercury Cadmium Telluride* (disingkat MCT). Detektor MCT lebih banyak digunakan karena memiliki beberapa kelebihan dibandingkan detektor TGS, yaitu memberikan respon yang lebih baik pada frekuensi modulasi tinggi, lebih sensitif, lebih cepat,

tidak dipengaruhi oleh temperatur, sangat selektif terhadap energi vibrasi yang diterima dari radiasi infra merah.

FTIR dapat digunakan pada semua frekuensi dari sumber cahaya secara simultan sehingga analisis dapat dilakukan lebih cepat daripada menggunakan cara sekuensial atau pemindaian. Sensitivitas dari metoda Spektrofotometri FTIR lebih besar daripada cara dispersi, sebab radiasi yang masuk ke sistim detektor lebih banyak karena tanpa harus melalui celah. Adapun bentuk hasil dari Spektroskopi FTIR ini seperti ditunjukkan pada Gambar 2.5.

Spektrofotometri FTIR didasarkan pada interaksi antara vibrasi atom-atom yang berikatan atau gugus fungsi dalam molekul dengan mengadsorpsi radiasi gelombang elektromagnetik IR (Harmita, 2009). Untuk memahami konsep dasar tentang spektra vibrasi akan ditinjau ikatan kovalen sederhana dari dua atom sebagai suatu pegas atau per yang menghubungkan dua atom dengan massa m_1 dan m_2 diperlihatkan pada Gambar 2.3 serta kekuatan tarik pegas dinyatakan sebagai konstanta gaya pegas, k .



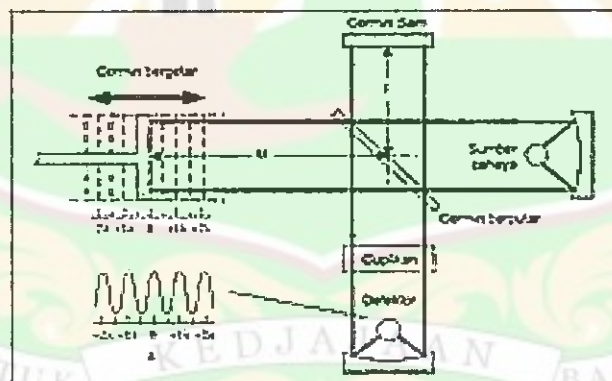
Gambar 2.3 Penggambaran 2 atom yang berikatan sebagai bola dan pegas yang bergetar searah dengan ikatan/pegas.

Jika sistem tersebut digetarkan (dengan ditarik searah ikatan kemudian dilepas), maka frekuensi (ν) vibrasi yang terjadi dapat diterangkan dengan Hukum Hooke seperti pada Persamaan (2.3).

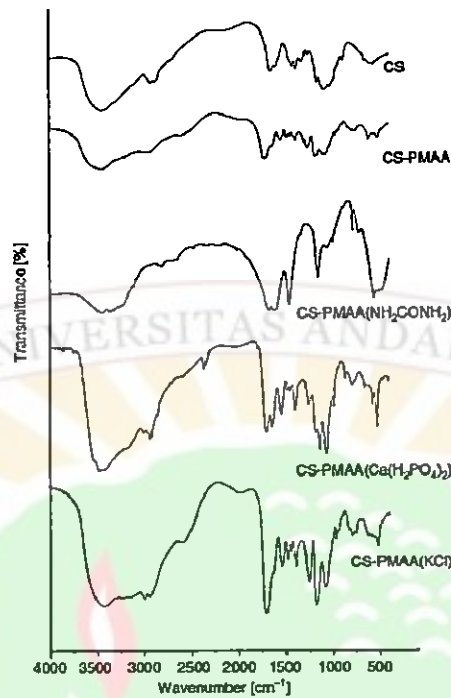
$$\nu = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{k}{\mu} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (2.3)$$

dimana m adalah massa tereduksi kedua atom yang didefinisikan dengan Persamaan (2.4).

$$\mu = \frac{m_1 \cdot m_2}{m_1 + m_2} \quad (2.4)$$



Gambar 2.4 Skema FTIR (sumber : wikipedia, 2008).



Gambar 2.5 Hasil FTIR (sumber : Corradini 2010).

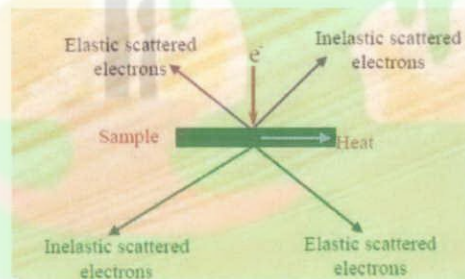
Metode Spektroskopi inframerah ini dapat digunakan untuk mengidentifikasi suatu senyawa yang belum diketahui, karena spektrum yang dihasilkan spesifik untuk senyawa tersebut. Metode ini banyak digunakan karena:

- a. Cepat dalam mendapatkan hasil.
- b. Dapat digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsional dalam molekul
- c. Spektrum inframerah yang dihasilkan oleh suatu senyawa adalah khas dan oleh karena itu dapat menunjukkan sebuah *fingerprint* (sidik jari) untuk senyawa tersebut.

2.2.10 Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambarkan profil permukaan benda. Prinsip kerja SEM adalah menembakkan permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi. Elektron memiliki resolusi yang lebih tinggi daripada cahaya. Cahaya hanya mampu mencapai 200 nm sedangkan elektron bisa mencapai resolusi sampai 0,1 – 0,2 nm.

Selain itu dengan menggunakan elektron kita juga bisa mendapatkan beberapa jenis pantulan yang berguna untuk keperluan karakterisasi. Jika elektron mengenai suatu benda maka akan timbul dua jenis pantulan yaitu pantulan elastis dan pantulan non-elastis seperti pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Pantulan elektron terhadap benda. (Sumber : iastate.edu).

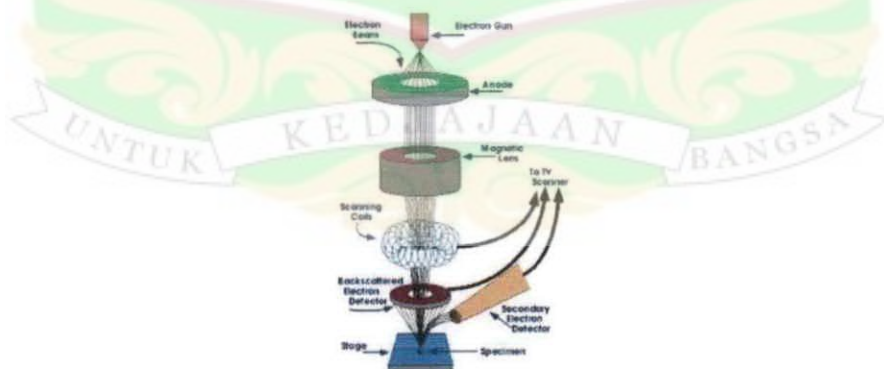
Pada sebuah mikroskop elektron (SEM) terdapat beberapa peralatan utama antara lain:

1. Pistol elektron, biasanya berupa filamen yang terbuat dari unsur yang mudah melepas elektron misal tungsten.

2. Lensa untuk elektron, berupa lensa magnetis karena elektron yang bermuatan negatif dapat dibelokkan oleh medan magnet.
3. Sistem vakum, karena elektron sangat kecil dan ringan maka jika ada molekul udara yang lain elektron yang berjalan menuju sasaran akan terpecar oleh tumbukan sebelum mengenai sasaran sehingga menghilangkan molekul udara menjadi sangat penting.

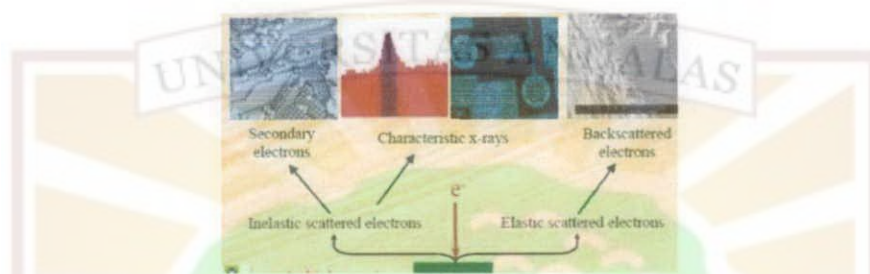
Prinsip kerja dari SEM adalah sebagai berikut:

1. Sebuah pistol elektron memproduksi sinar elektron dan dipercepat dengan anoda.
 2. Lensa magnetik memfokuskan elektron menuju ke sampel.
 3. Sinar elektron yang terfokus memindai (scan) keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh koil pemindai.
 4. Ketika elektron mengenai sampel maka sampel akan mengeluarkan elektron baru yang akan diterima oleh detektor dan dikirim ke monitor (CRT).
- Secara lengkap skema SEM dijelaskan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Skema SEM (*sumber: iastate.edu*).

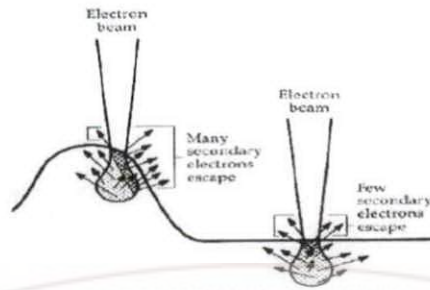
Ada beberapa sinyal yang penting yang dihasilkan oleh SEM. Dari pantulan inelastis didapatkan sinyal elektron sekunder dan karakteristik sinar X sedangkan dari pantulan elastis didapatkan sinyal *backscattered electron*. Sinyal - sinyal tersebut dijelaskan pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8 Sinyal-sinyal yang dihasilkan SEM. (Sumber : iastate.edu).

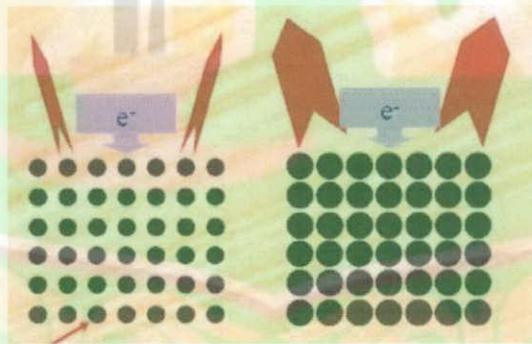
Perbedaan gambar dari sinyal elektron sekunder dengan *backscattered electron* adalah bahwa elektron sekunder menghasilkan topografi dari benda yang dianalisa, permukaan yang tinggi berwarna lebih cerah dari permukaan rendah. Sedangkan *backscattered electron* memberikan perbedaan berat molekul dari atom-atom yang menyusun permukaan, atom dengan berat molekul tinggi akan berwarna lebih cerah daripada atom dengan berat molekul rendah.

Mekanisme kontras dari elektron sekunder dijelaskan dengan Gambar 2.9. Permukaan yang tinggi akan lebih banyak melepaskan elektron dan menghasilkan gambar yang lebih cerah dibandingkan permukaan yang rendah atau datar.



Gambar 2.9 Mekanisme kontras dari elektron sekunder dijelaskan dengan gambar.
(Sumber : iastate.edu).

Sedangkan mekanisme kontras dari *backscattered electron* dijelaskan dengan Gambar 2.10 yang secara prinsip atom – atom dengan densitas atau berat molekul lebih besar akan memantulkan lebih banyak elektron sehingga tampak lebih cerah dari atom berdensitas rendah. Maka teknik ini sangat berguna untuk membedakan jenis atom.



Gambar 2.10 Mekanisme kontras dari *backscattered electron*.
(Sumber : iastate.edu).

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan pada bulan April – September 2011 di Laboratorium Fisika Material, Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas.

3.2 Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan metode eksperimen pada pembuatan pupuk NPK nanopartikel kitosan.

3.3 Alat dan Bahan Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

1. Gelas kimia PYREX® IWAKI TE-32 sebagai tempat melarutkan sampel.



Gambar 3.1 Gelas kimia.

2. Spatula alat yang berbentuk sendok kecil, pipih dan bertangkai yang digunakan sebagai alat pengambil bahan berbentuk padatan atau serbuk.



Gambar 3.2 Spatula.

3. Pipet tetes sebagai alat untuk mengambil bahan dalam bentuk larutan.



Gambar 3.3 Pipet tetes.

4. Timbangan digital 22 ADAM sebagai alat untuk mengukur massa dari bahan yang digunakan dalam penelitian.



Gambar 3.4 Timbangan digital.

5. *Hot Plate Magnetic Stirrer C-MAG HS 7*, digunakan untuk mengaduk larutan. Magnetik stirrer merupakan alat pengaduk dengan menggunakan kekuatan magnet yang berputar tanpa adanya sumbu putar seperti pada blender atau mixer, sehingga pengadukan larutan dapat langsung dilakukan pada gelas kimia. Selain itu pengaduk magnetik ini juga dapat digunakan untuk memanaskan sampel.



Gambar 3.5 Hot Plate Magnetic Stirrer C-MAG HS 7.

6. Sonikator BRANSONIC® *Ultrasonic Cleaner* 1510 digunakan untuk menggetarkan larutan agar partikel-partikel dalam larutan tersebar merata dan menghilangkan gelembung-gelembung udara yang terdapat dalam larutan.



Gambar 3.6 Sonikator.

Sementara bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

1. Kitosan ($C_6H_{11}NO_4$) sebagai bahan utama dalam pembuatan kapsul pada pupuk yang akan dibuat dalam bentuk nanopartikel.
2. Asam Asetat (CH_3COOH) sebagai pemecah ukuran partikel kitosan.
3. Kalium Persulfat ($K_2S_2O_8$) sebagai inisiator dalam polimerisasi atau mikroemulsi.

4. Urea (NH_2CONH_2) sebagai sumber unsur N pada pupuk NPK.
5. Kalsium Posfat ($\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) sebagai sumber unsur P pada pupuk NPK.
6. Kalium Klorida (KCl) sebagai sumber unsur K pada pupuk NPK.
7. Kalium Bromida (KBr) sebagai unsur pembuat pellet.
8. Alkohol sebagai pembersih peralatan penelitian.
9. Aquabides sebagai pelarut pada pembuatan sampel dan sebagai pembersih peralatan yang digunakan pada penelitian.

3.4 Cara Kerja

3.4.1 Pembuatan Pupuk

3.4.1.1 Pembuatan Nanopartikel Kitosan

Nanopartikel Kitosan dibuat dari polimerisasi asam asetat dalam larutan kitosan, komposisinya dapat dilihat pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Pembuatan nanopartikel kitosan

Sampel ke -	Kitosan (gr)	Aquabides (ml)	As. Asetat (ml)	Kalium Persulfat (gr)
1	0,1	50	1	0,054
2	0,2	50	1	0,054

Proses pembuatan nanopartikel kitosan dijelaskan pada pernyataan berikut :

1. Kitosan 0,1 gr dilarutkan dalam asam asetat 1 ml, kemudian diaduk selama 2 jam dalam pengaduk magnet.
2. Kalium persulfat ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$) 0,054 gr dicampurkan kedalam larutan kitosan dan asam asetat sambil terus diaduk selama 1 jam dan dipanaskan pada temperatur 70°C di bawah pengaduk magnet. Kemudian didinginkan dalam penangas es.

3. Sebagai pembanding proses tersebut diulang satu kali dimana massa kitosan 0,2 gr.

3.4.1.2 Karakterisasi Nanopartikel Kitosan dengan SEM

Karakterisasi nanopartikel kitosan dengan menggunakan SEM tipe JEOL (*Japan Electron Optics Laboratory*) seri JSM-660LA-Jepang, dilakukan di PPPGL (Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan)-Bandung dengan 30.000 kali pembesaran. Tetapi sebelum dilakukan pengkarakterisasian, larutan nanopartikel kitosan tersebut disonikasi menggunakan sonikator BRANSONIC® *Ultrasonic Cleaner* selama 60 menit untuk menghilangkan endapan-endapan yang masih tersisa selama pengadukan.

3.4.1.3 Pencampuran pupuk NPK pada Nanopartikel Kitosan

Ada banyak jenis pupuk komersial yang terdiri dari pencampuran bahan mengandung Nitrogen (N), Posfor (P) dan Kalium (K) dalam perbandingan yang berbeda. Dalam penelitian ini sumber N, P dan K yang digunakan adalah urea, kalsium posfat dan kalium klorida. Masing-masing digunakan secara terpisah. Pencampuran pupuk NPK ke dalam nanopartikel kitosan dapat dilihat pada Tabel 3.2.

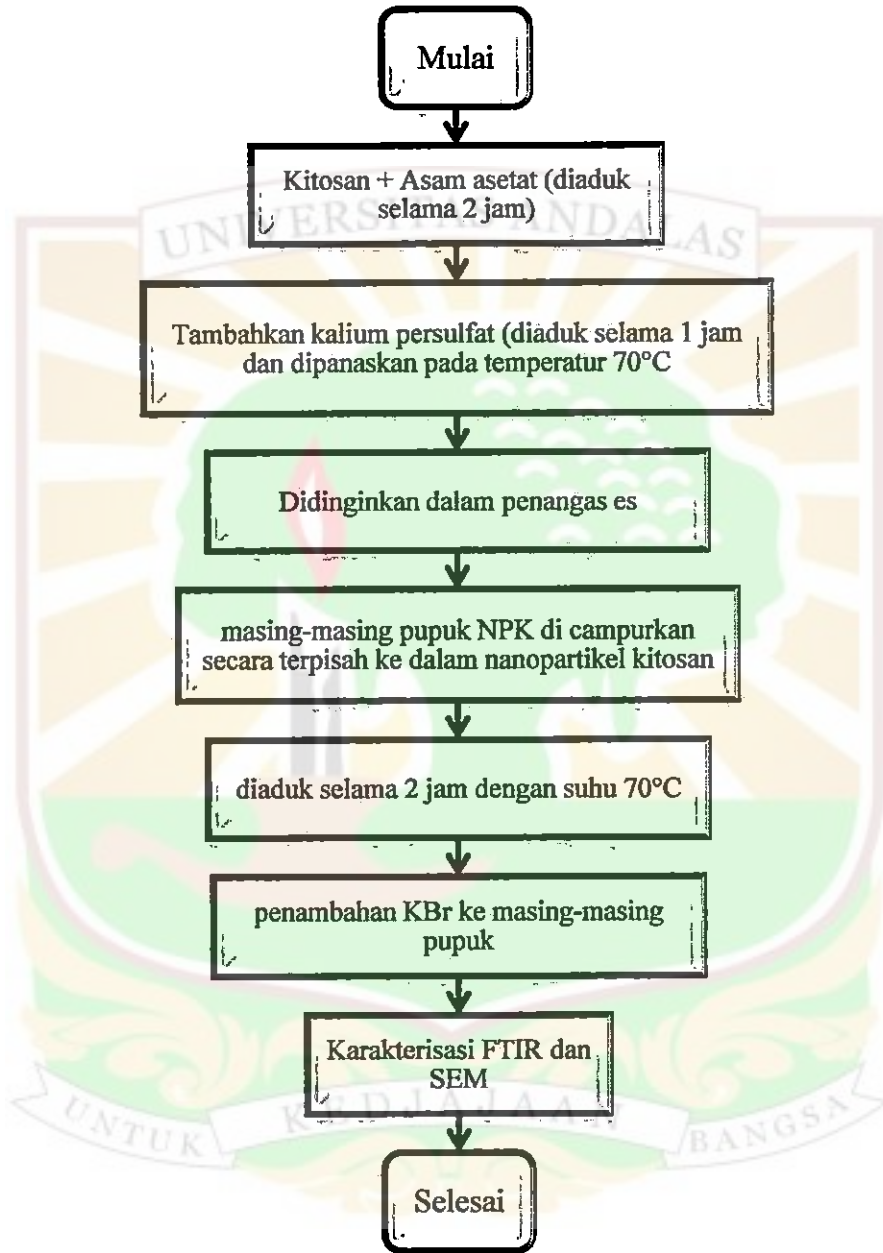
Tabel 3.2 Pencampuran pupuk NPK ke dalam nanopartikel kitosan untuk sampel 1 dan sampel 2.

Sampel ke-	Unsur	Massa Unsur (gr)	Nanokitosan (ml)	Temperatur (°C)	Lama Pengadukan (Jam)
1	N	0,01	17	70	2
	P	0,05	10	70	2
	K	0,05	10	70	2
2	N	-	-	-	-
	P	0,05	10	70	2
	K	-	-	-	-

3.4.1.4 Karakterisasi enkapsulasi pupuk NPK dalam nanopartikel kitosan dengan FTIR

Untuk melihat interaksi kimia antara pupuk NPK dengan nanopartikel kitosan, yaitu menggunakan Jasco FT/IR (*Fourier Transform / Infra Red*) 460 plus. Sebelum dilakukan pengkarakterisasian, sampel disiapkan dalam bentuk bubuk dengan menggunakan KBr. KBr dimasukkan ke masing-masing sampel sebanyak 1 gr. Kemudian diaduk selama 30 menit dengan temperatur 70°C. Setelah 30 menit, pengadukan dihentikan tetapi pemanasan tetap dilakukan sampai sampel berbentuk serbuk.

3.5 Diagram Alir penelitian



Gambar 3.7 Diagram alir penelitian.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilaksanakan mengenai enkapsulasi pupuk NPK ke dalam nanopartikel kitosan sebagai pengontrol pelepasan pupuk pada tanaman, maka didapatkan hasil sebagai berikut :

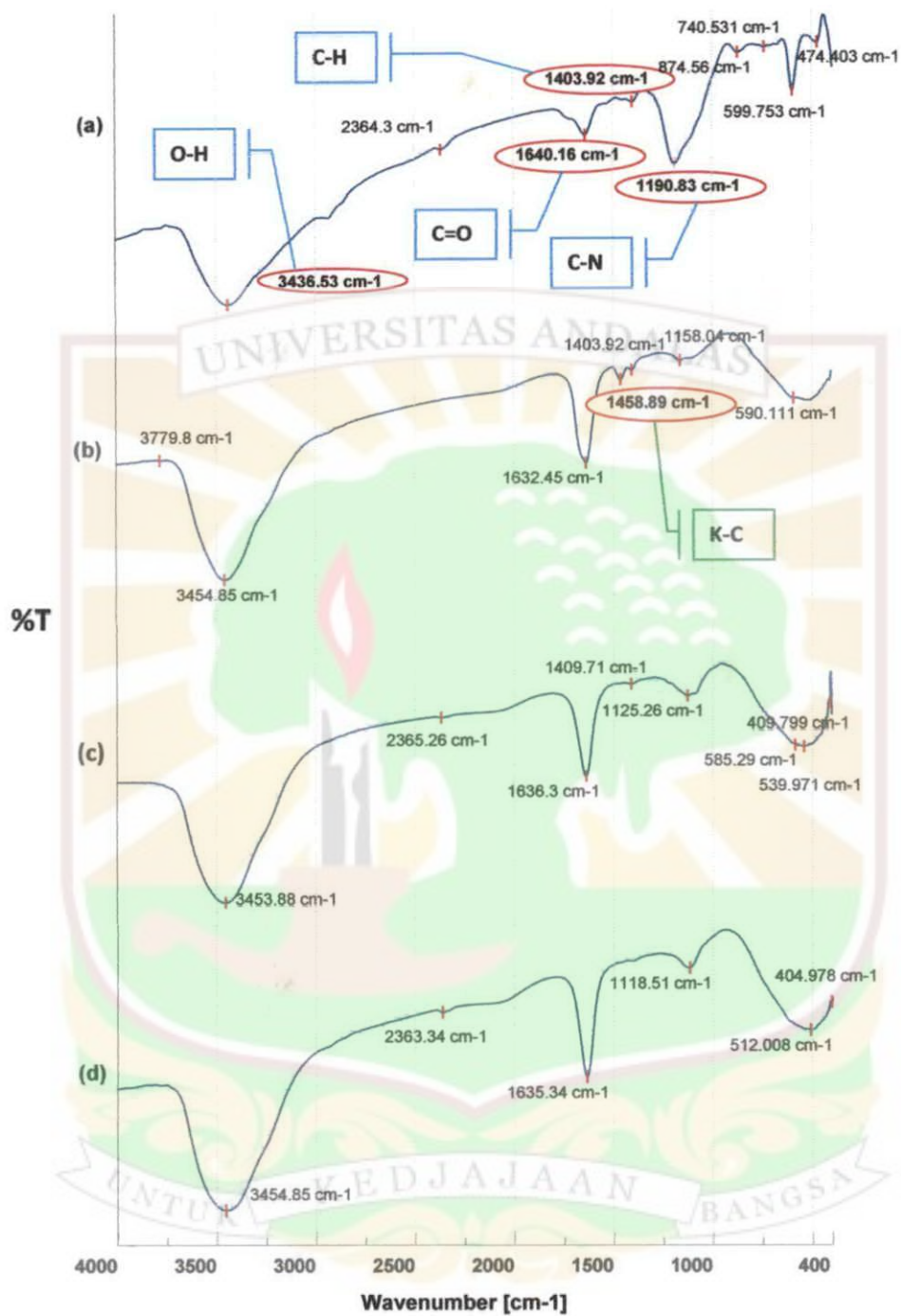
4.1 Analisis Hasil FTIR

Dalam penelitian ini didapatkan hasil FTIR dari kitosan-asetat (CS-Asetat), CS-Asetat dengan kalium klorida, CS-Asetat dengan kalium posfat dan CS-Asetat dengan urea. Untuk mengetahui senyawa yang belum teridentifikasi, maka dapat digunakan persamaan hukum hooke yang ditunjukkan pada Persamaan (2.3) dan (2.4).

Sedangkan untuk mengetahui bilangan gelombang dari ikatan yang belum terdeteksi ω_f , maka digunakan perbandingan bilangan gelombang yang sudah terdeteksi ω_i dengan menggunakan Persamaan (4.1) :

$$\omega_f \approx \omega_i \sqrt{\frac{\mu_f}{\mu_i}} \quad (4.1)$$

Hasil FTIR dari 4 sampel dapat ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Hasil FTIR (a) Kitosan-asetat; (b)Kitosan-asetat kalium klorida; (c) Kitosan-asetat kalsium urea; dan (d) Kitosan-asetat kalsium klorida.

Berdasarkan Gambar 4.1 dapat dilihat bahwa pada puncak $3436,53 \text{ cm}^{-1}$ menyatakan karakteristik dari O-H yang merupakan karakteristik gugus kitosan. Pada wilayah $1403,92 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan kelompok C-H dari. sedangkan pada band $1640,16 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan kelompok dari -COO^- yang merupakan karakteristik asetat. Pada wilayah $1190,83 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan kelompok C-N. Dari hasil ini sudah ditemukan ikatan antara kitosan dan asam asetat.

Sebagai pembandingan, penelitian ini juga melakukan pengukuran FTIR terhadap kitosan dengan kalium klorida dapat dilihat pada Gambar 4.1 (b). Perubahan utama yang diamati pada hasil spektrum FTIR CS-Asetat Kalium klorida ketika dibandingkan dengan spektrum CS-Asetat, terjadi pada wilayah $1458,89 \text{ cm}^{-1}$, munculnya puncak ini mungkin disebabkan oleh interaksi antara -COO^- nanopartikel kitosan dengan kelompok kalium klorida K^+ . Hal ini dapat dibuktikan dengan perhitungan menggunakan Persamaan (4.1), maka dapat dihitung massa reduksi dari setiap jenis ikatan antar atom. Diketahui bahwa massa reduksi dari C=O adalah $\mu_{\text{C=O}} \approx \frac{12 \times 16}{12+16} = 6,85 \text{ amu}$ dan massa reduksi dari $\mu_{\text{K-C}} \approx \frac{39 \times 12}{39+12} = 9,17 \text{ amu}$. Sehingga, dapat didekati bahwa lokasi absorpsi K-C adalah sekitar $\omega_{\text{K-C}} = \omega_{\text{C=O}} \sqrt{\frac{\mu_{\text{C=O}}}{\mu_{\text{K-C}}}} \approx 1417,57 \text{ cm}^{-1}$, dimana $\omega_{\text{C=O}} = 1640,16 \text{ cm}^{-1}$, yang sangat dekat dengan puncak $1458,89 \text{ cm}^{-1}$. Selain itu, terjadi pergeseran bahkan penurunan bilangan gelombang pada puncak $1158,04 \text{ cm}^{-1}$.

Selain itu, juga dilakukan perbandingan kitosan dengan urea dimana hasilnya dapat dilihat pada Gambar 4.1 (c). Untuk CS-Asetat dengan urea, ketika dibandingkan dengan hasil spektrum dari CS-Asetat, tidak ditemukannya puncak yang terlalu berbeda. Hal itu dikarenakan urea memiliki unsur anorganik yang bilangan gelombangnya pendek lebih kecil dari 400 cm^{-1} dimana daerah ini disebut *finger print*, sehingga tidak bisa terdeteksi oleh FTIR. Begitu juga pada CS-Asetat dengan kalsium posfat yang ditunjukkan pada Gambar 4.1 (d). Tetapi, dari hasil tersebut terdapat pergeseran puncak-puncak bilangan gelombang dari Cs-Asetat kalium klorida, urea dan kalsium posfat. Hal ini membuktikan bahwa pada sistem tersebut terjadinya polimerisasi.

Pergeseran tersebut antara lain, terjadinya kenaikan intensitas pada bilangan gelombang OH dari kalium klorida $3454,85\text{ cm}^{-1}$, kalsium posfat $3454,85\text{ cm}^{-1}$ dan urea $3453,88\text{ cm}^{-1}$ yang berarti terjadinya penurunan pada serapan OH intermolekuler. Hal ini dikarenakan konsentrasi dari OH intermolekuler semakin lemah. Bergesernya serapan C=O amida sekunder pada bilangan gelombang $1632,45\text{ cm}^{-1}$ dari kalium klorida, $1635,34\text{ cm}^{-1}$ dari kalsium posfat dan $1636,3\text{ cm}^{-1}$ dari urea, dikarenakan ikatan hidrogen yang terjadi memperpanjang ikatan O-H yang asli, akibatnya C=O semakin panjang sehingga bilangan gelombang bergeser kekanan atau kecil. Untuk melihat perbedaan bilangan gelombang antara CS-asetat, CS-asetat kalium klorida, CS-asetat kalsium posfat dan CS-asetat urea dapat dilihat pada Tabel 4.1.

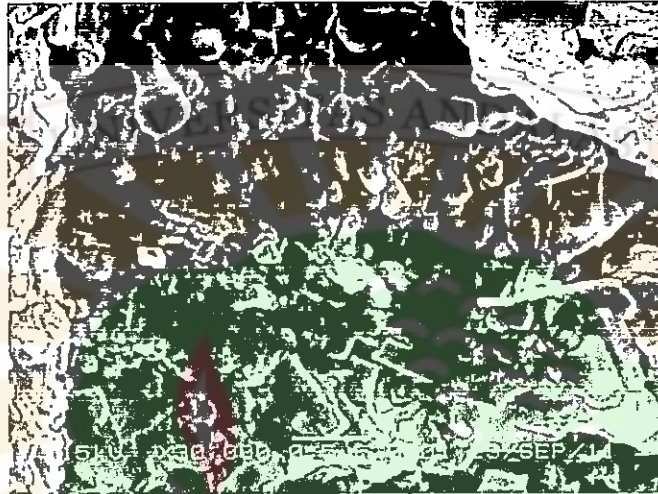
Tabel 4.1 Perbedaan serapan IR antara CS-asetat, CS-Asetat K, CS-Asetat-P, CS-Asetat N.

No.	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)				Bilangan gelombang referensi (cm ⁻¹)	Vibrasi Referensi	Ket.
	CS Asetat	CS Asetat K	CS Asetat P	CS Asetat N			
1	3436,53	3454,85	3454,85	3453,88	3230-3550	OH intermolekuler	Kenaikan intensitas
2	2364,3	-	2363,34	2365,26	2210-2350	C=N	
3	1640,16	1632,45	1635,34	1636,3	1680-1630	C=O amida sekunder	Bergesernya serapan C=O amida sekunder
4	1403,92	1403,92	-	1409,71	1400-1440	C-H dari alkohol sekunder	Hilangnya serapan CH alkohol sekunder
5	-	1458,89	-	-	??	??	??
6	1190,83	-	-	-	1180-1360	C-N	
7	-	1158,04	1118,51	1125,26	1060-1150	Rentangan C-O asimetris eter alifatik	Munculnya serapan rentangan CO asimetris eter alifatik
8	874,56	-	-	-	~ 970	Goyangan CH ₃	Munculnya serapan vibrasi goyangan CH ₃
9	740,531	-	-	-	750-600	N-H	Naiknya intensitas
	599,75	590,11	-	585,27			
10	-	-	-	539,97	Tidak terdeteksi	Tidak terdeteksi	Tidak terdeteksi
	-	511,04	512,00	-			
11	474,40	-	-	424,26			
12	-	408,83	404,97	404,97			

4.2 Analisis Hasil SEM

Metode mikroskopi elektron ini dapat digunakan untuk melihat gambar dibuat berdasarkan deteksi elektron datang atau elektron pantul yang muncul dari permukaan sampel ketika permukaan sampel tersebut dipindai dengan sinar elektron. Elektron sekunder atau elektron pantul yang terdeteksi selanjutnya diperkuat sinyalnya, kemudian besar amplitudonya ditampilkan dalam gradasi

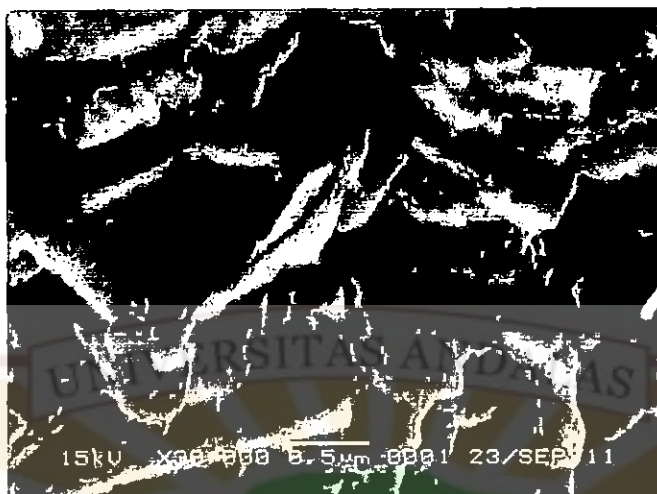
gelap-terang pada layar monitor CRT (*cathode ray tube*). Di layar CRT inilah gambar struktur objek yang sudah diperbesar bisa dilihat. Hasil SEM tersebut dapat dilihat pada Gambar 4.2, 4.3 dan 4.4.



Gambar 4.2 Hasil SEM CS-asetat 0,1 gram dengan perbesaran 30.000 kali.

Berdasarkan Gambar 4.2 dapat dilihat partikel yang terbentuk dari polimerisasi kitosan, asam asetat, air dan kalium persulfat adalah berbentuk bulatan dan lembaran. Ketidakteraturan bentuk partikel ini dipengaruhi oleh lama waktu pengadukan.

Lama waktu pengadukan mempengaruhi proses emulsifikasi. Pada waktu pengadukan yang singkat, ukuran emulsi yang terbentuk tidak homogen (Istiyani, 2008). Dalam penelitian ini, lama pengadukan mempengaruhi proses pelarutan kitosan, yaitu selama 2 jam saja jika dibandingkan dengan penelitian corradini yang melakukan pengadukan selama 12 jam. Pada waktu pengadukan yang singkat, kitosan tidak larut sempurna, sehingga terjadi reaksi yang tidak sempurna juga pada proses pengkapsulan.



Gambar 4.3 Hasil SEM CS-asetat 0,1 gram Posfat dengan perbesaran 30.000 kali.

Setelah penambahan kalsium posfat pada emulsi kitosan, bentuk partikelnya dapat dilihat pada Gambar 4.3, yaitu berbentuk lembaran. Dalam hal ini terjadi penambahan ukuran partikelnya. Hal itu, dikarenakan adanya penambahan unsur, yaitu kalsium posfat pada CS Asetat, sehingga ukuran partikel pun bertambah. Ukuran partikel tersebut bertambah disebabkan terjadinya ikatan antara partikel kalium posfat dengan CS Asetat selama 2 jam pengadukan, sehingga diameter dari partikel bertambah.

Sebagai pembandingan, penelitian ini juga membuat sampel CS-asetat 0,2 gram posfat, dimana jumlah kitosannya lebih banyak dari pada CS-asetat 0,1 gram posfat, tetapi jumlah posfatnya tetap. Hasilnya dapat dilihat pada Gambar 4.4, bentuknya sama yaitu lembaran.



Gambar 4.4 Hasil SEM CS-asetat 0,2 gram Posfat dengan perbesaran 30.000 kali.

Terjadinya penurunan ukuran setelah penambahan kitosan disebabkan karena dalam polimerisasi, namun belum dapat disimpulkan, apakah kitosan berfungsi sebagai kapsul yang melingkupi permukaan posfat. Hal ini disebabkan perbesaran SEM tidak cukup untuk melihat bentuk partikel-partikelnya.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil yang didapatkan dari penelitian mengenai enkapsulasi pupuk NPK ke dalam nanopartikel kitosan sebagai pengontrol pelepasan pupuk pada tanaman, maka dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Hasil FTIR menunjukkan adanya interaksi pada band $1640,16\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan kelompok dari $-\text{COO}^-$ yang merupakan karakteristik antara kitosan dan asetat.
2. Hasil FTIR interaksi antara CS asetat dengan kalium klorida ditunjukkan munculnya puncak pada wilayah $1458,89\text{ cm}^{-1}$ yang disebabkan interaksi antara $-\text{COO}^-$ nanopartikel kitosan dengan kelompok kalium klorida K^+ .
3. Hasil FTIR interaksi antara CS Asetat dengan kalsium posfat dan CS asetat dengan urea tidak terdeteksi disebabkan kalsium posfat dan urea memiliki unsur anorganik yang bilangan gelombangnya pendek (*finger print*). Tetapi terjadi pergeseran puncak-puncak bilangan gelombang. Hal ini membuktikan bahwa pada sistem tersebut terjadinya polimerisasi.
4. Hasil SEM diperoleh bentuk dari nanopartikel kitosan adalah bulatan dan lembaran.

5.2 Saran

Untuk mendapatkan hasil yang maksimal, penelitian selanjutnya disarankan :

1. Menggunakan surfaktan, memvariasikan waktu dan memvariasikan jumlah kitosan agar mendapatkan hasil yang sempurna. Selain itu, disarankan juga agar penelitian ini dapat dilanjutkan ke dalam aplikasinya, yaitu pemberian perilaku pada tanaman.

2. Menggunakan TEM dalam melihat morfologi nanopartikel kitosan dan unsur N, P dan K, sehingga dapat disimpulkan apakah terjadi pengkapsulan atau tidak.



DAFTAR KEPUSTAKAAN

- Agusnar, H. 2006. *Penggunaan Kitosan Sebagai Bahan Penyalut Fiber Glass Dan Filter Paper Untuk Penyerap Logan Ni Dan Cr Dengan system Aquatic*. Disertasi. USU. Medan
- Corradini, E., dkk. 2010. *A preliminary study of the incorporation of NPK fertilizer into chitosan nanoparticles*. Brasil.
- Eric Guibal, (2004). *Interactions of metal ions with chitosan-based sorbents: a review*. Separation and Purification Technology. 38, 43–74.
- Fernandez-Kim, S.O. (2004). *Physicochemical and Functional Properties of Crawfish Chitosan as Effected by Different Processing Protocol*. Thesis, The Departement of Food Science, Seoul National University. Pp.6-8 ; 28-29.
- _____ (2004). *Physicochemical and Functional Properties of Crawfish Chitosan as Affected By Different Processing Protocols*. A Master of Science Thesis. The Department of Food Science. Louisiana State University. USA.
- Harmita. 2009. *Analisis Fisika Kimia-spektroskopi*. 51 hlm.
<http://www.google.com/ANFISKIMSpektroskopiDr.Harmita>, 8 Desember 2010.
- Han, Xiaozhao, dkk. 2008. *Controlled-release Fertilizer Encapsulated by Strach/Polyvinyl Alcohol Coating*. Cina : Elsevier.
- Khan T A and Kok Khiang Peh. (2001). *Influence of chitosan molecular weight on its physical properties*. Research Report, University of Science Malaysia, 11800 Penang, Malaysia.
- Liu, Xian-ping, dkk., 2010. *Anti-tumor activity of N-trimethyl chitosan encapsulated camptothecin in a mouse melanoma model*. Cina: Biomed Central.
- Istiyani, Khoirul. 2008. *Mikroenkapsulasi Insulin*. Universitas Indonesia. Jakarta.
- Maria Mar Areco, Maria dos Santos Afonso, dan Erika Valdman. 2007. *Zinc Biosorption by Seaweed Illustrated by the Zincon Colorimetric Method and the Langmuir Isotherm*. Journal of Chemical Education, Vol. 84, No. 2 February 2007.
- Mikrajuddin, dkk. 2008. *Review : Sintesis Nanomaterial*. Jurnal Nanosains & Nanoteknologi ISSN 1979-0880. Vol.1. No.2.
- Mudasir, P. Candra. 2009. *Spektrometri*. Jurusan Kimia FMIPA UGM. Yogyakarta.

Muzzarelli, R.A.A. 1973. *Natural Chelating Polymers, Alginic Acid, Chitin and Chitosan*. New York : Pergamon Press.

_____. 1977. *Chitin*. London : Pergamon Press

Pratiwi, Sri. 2008. Tesis : *Studi Penggunaan Kitosan Nanopartikel Sebagai Bahan Penyalut Pada Zeolit Alam Untuk Menurunkan Konsentrasi Ion Cu^{2+} dalam Larutan Teh Hitam*. USU.

Trenkel, M.E. 1997. *Controlled-Release and Stabilized Fertilizers in Agriculture*. Paris.

Scheffler, dkk. 2009. *J. Agric. Food Chem.* Pennsylvania.

Sandford, P.A. and G.P. Hutchings. (1987). "Chitosan – A Natural, cationic Biopolymer: Commercial Applications". In. *Industrial Polysaccharides*. Amsterdam. Elsevier. pp.365-371.

http://www.MEDICAFARMA_Suspensi.mht, 24 November 2010.

http://id.wikipedia.org/wiki/Sistem_koloid, 26 November 2010

<http://sistemkoloid.tripod.com/kegunaan.htm>, 26 November 2010

<http://nabillahfairest.multiply.com/journal/item/38/koloid>, 26 November 2010

<http://user.cbn.net.id/johanoni/koloid.htm>, 26 November 2010

http://www.chem-is-try.org/materi_kimia/kimia_sma1/kelas_x/koloid/, 26 November 2010.

http://www.jeolusa.com/sem/docs/sem_guide/tbcontd.html, 28 November 2010.

<http://mse.iastate.edu/microscopy/college.html>, 28 November 2010.

<http://www.microscopy.ethz.ch/sem.htm>, 28 November 2010.

<http://ghysamandarr.blogspot.com/2010/05/pengertianteganganpermukaan.htm>, 2 Desember 2010.

<http://akirawijayasaputra.wordpress.com/2009/04/27/mikroskop-elektron>, 2 Maret 2011.