

SINTESIS DAN KARAKTERISASI MEMBRAN KOMPLEKS POLIELEKTROLIT (PEC) KITOSAN-PEKTIN

Ni Putu Sri Ayuni¹, Dwi Siswanta², Adhitasari Suratman²

¹Jurusan Analis Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,
Universitas Pendidikan Ganesha

²Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas
Gadjah Mada

email: nps.ayuni@gmail.com

Abstrak: Membran PEC kitosan-pektin telah berhasil disintesis. Membran PEC kitosan-pektin dapat disintesis melalui pencampuran pektin yang dilarutkan dalam air kemudian ditambahkan dengan kitosan dan asam asetat (CH_3COOH) 0,4 M. Larutan membran kitosan-pektin diuapkan pada suhu 70 °C selama 6 jam kemudian dilepas menggunakan NaOH 1 M. Membran PEC kitosan-pektin dibuat dengan konsentrasi 0,5 %. Variasi membran yang disintesis dengan perbandingan kitosan-pektin (70:30), (80:20), (90:10). Membran PEC kitosan-pektin yang dihasilkan di uji serapan air dan di karakterisasi dengan spektrofotometer inframerah (IR), tarik-regangan, dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Hasil spektra IR telah membuktikan terbentuknya membran PEC kitosan-pektin dengan adanya interaksi gugus amina pada kitosan dan karboksil pada pektin bilangan gelombang 1604,77 nm^{-1} . Hasil uji serapan air, tarikan dan regangan untuk membran PEC kitosan-pektin perbandingan 70:30 (255 %; 29 N/mm^2 ; 20 %), 80:20 (182 %, 17 N/mm^2 , 28 %), 90:10 (142, 24, 10 %). Berdasarkan penelitian ini membran PEC kitosan-pektin dapat digunakan sebagai salah satu alternatif untuk pengolahan limbah cair maupun dalam bidang kesehatan.

Kata-kata kunci: kitosan, pektin, membran polielektrolit

Abstract: Chitosan-pectin PEC membranes had been synthesized. Chitosan-pectin PEC membrane can be synthesized by mixing pectin is dissolved in water and then added to the chitosan and acetic acid (CH_3COOH) 0.4 M. Solution of chitosan-pectin membrane is evaporated at a temperature of 70 °C for 6 hours and then removed using 1 M NaOH . Chitosan-pectin PEC membranes prepared with a concentration of 0.5%. Variations membranes synthesized with chitosan-pectin ratio (70:30), (80:20), (90:10). Chitosan-pectin PEC membrane resulting in water uptake test and characterization by infrared spectrophotometer (IR), tensile-strain, and Scanning Electron Microscopy (SEM). IR spectra results have proved the formation of chitosan-pectin PEC membrane with the amine group on the interaction of chitosan and pectin carboxyl at 1604.77 nm^{-1} . The test results of water absorption, traction and strain for chitosan-pectin PEC membranes 70:30 ratio (255%; 29 N / mm²; 20%), 80:20 (182%, 17 N / mm², 28%), 90:10 (142, 24, 10%). Based on this study of chitosan-pectin PEC membrane can be used as an alternative for wastewater treatment and in health.

PENDAHULUAN

Kitosan (2-amino-2-deoksi- β -(1 \rightarrow 4)-D-glukopiranos) dengan rumus molekul $(\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NO}_4)_n$ yang dapat diperoleh dari deasetilasi kitin (Sugita dkk., 2009). Kitin di ekstraksi dari *crustacea* dengan asam untuk melarutkan kalsium karbonat diikuti dengan ekstraksi dalam suasana basa untuk melarutkan protein. Tahap penghilangan warna sering dilakukan untuk menghilangkan pigmen dan dihasilkan produk yang tidak berwarna. Deasetilasi parsial dengan kondisi basa

akan diperoleh kitosan, turunan kitin yang berguna untuk berbagai bidang. Jika derajat deasetilasi kitin meningkat 50% dan menjadi larut dalam media asam maka disebut kitosan. Kelarutan terjadi karena protonasi gugus $-\text{NH}_2$ pada posisi C-2 dari glukosamin, polisakarida diubah menjadi polielektrolit dalam suasana asam. Kitosan salah satu polimer kationik, sangat mudah ditransformasi dari kitin tetapi kestabilan kitosan sangat rendah, memiliki sifat hidrofilik dan sangat sensitif terhadap pH (Rinaudo, 2006).

Untuk mengatasi kelemahan sifat kitosan ini beberapa peneliti mencoba memadukan dengan senyawa lain. Salah satu senyawa yang dipadukan dengan kitosan adalah pektin. Pektin merupakan polisakarida alami yang larut dalam air terdiri dari asam D-galakturonat dengan gugus karboksil yang termetilasi sebagian. Pektin mempunyai gugus karboksil, sehingga dapat membentuk polisakarida asam (polianion). Namun, kendala utama penggunaan pektin karena kelarutan dalam air. Gugus amino pada N-glukosamin kitosan bermuatan positif dalam suasana asam membentuk polisakarida basa (polikation). Interaksi ionik yang terjadi antara polianion (pektin) dan polikation (kitosan) membentuk kompleks PEC. Interaksi yang lain adalah interaksi yang terbentuk antara gugus amino dan karboksil, seperti ikatan hidrogen dan kovalen yang terbentuk menggunakan kimia konjugasi (Chen dkk., 2010). Perpaduan antara kitosan dan pektin diharapkan mampu mengatasi sifat masing-masing polisakarida dan memperluas manfaatnya.

Hasil dari kajian interaksi polimer-polimer memiliki peranan penting baik secara ilmiah dan praktis. Produk reaksi antarmolekul kompleks memiliki sifat unik yang secara signifikan berbeda dari komponen awal. Produk ini telah berhasil digunakan dalam bidang kedokteran dan disiplin ilmu lainnya. Paduan antarmolekul kitosan dan pektin yang merupakan polimer alam sangat menarik karena sifat yang ditimbulkan dari interaksi senyawa dengan berat molekul tinggi. Dalam struktur polisakarida kehadiran gugus polar mengakibatkan interaksi antar molekul yang sangat kuat dan struktur polimer sangat kaku. Interaksi yang dihasilkan membentuk kompleks antar polimer yang kuat dengan peningkatan sifat mekanik. Perbedaan interaksi Van der Waals, elektrostatik, hidrofobik, ikatan hidrogen dan koordinasi bisa

terjadi pada kompleks polimer-polimer. Hasil pengamatan menunjukkan sifat permukaan dan antarmuka dari kompleks kitosan-pektin merupakan pembentukan kompleks yang tidak dinamis, memiliki kelebihan dibandingkan kitosan dengan proses pembentukan kompleks dinamis seperti dalam bentuk mikrokapsul yang digunakan sebagai zat pembawa dalam transpor biologi.

Makromolekul pektin dan kitosan melengkapi satu sama lain, hal ini dapat dilihat dari hasil pengamatan menunjukkan stokiometri pembentukan kompleks polimer pada saat rasio polimer mula-mula 1:1. Untuk semua sistem dengan rasio komponen yang berbeda (tanpa korelasi awal) komposisi kompleks yang terbentuk memiliki molar yang sama. Hal ini diduga karena adanya interaksi elektrostatik antara muatan positif gugus amino C-2 pada cincin piranosa kitosan dan muatan negatif gugus karboksil C-5 pada cincin piranosa pektin membentuk kompleks polielektrolit dengan struktur jaringan dari kitosan dan pektin. Interaksi antarmolekul dalam polimer khususnya untuk polielektrolit kitosan-pektin adalah faktor penentu pembentukan struktur. Ikatan hidrogen juga sangat penting dalam pembentukan polimer alam. Interaksi kimia dan struktur makromolekul komplementer bersifat saling mendukung Hasil pengamatan kompleks kitosan-pektin menunjukkan terjadinya interaksi elektrostatik dan ikatan hidrogen. Interaksi hidrofobik berperan penting dalam stabilitas kompleks polielektrolit alam jenis tertentu. Kontribusi ini atau interaksi lainnya bisa berbeda tergantung struktur kimia dari polimer dan sifat medianya. Kompleks polimer biasanya memiliki komposisi padat. Ini berarti kompleks polimer dapat dianggap sebagai senyawa baru yang sangat berbeda dari polimer awal. Pada pembentukan kompleks komponen yang bereaksi kehilangan

fleksibilitas dan mobilitas antar molekul. Gugus yang bereaksi (misal -COOH hidrofilik) saling melindungi satu sama lain dari media pelarut sehingga menurunkan kelarutan (Rashidova dkk., 2004).

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat gelas, pH meter, satu rangkaian alat transpor, cawan petri, pengaduk magnet, neraca analitik (Mettler Toledo AB54-S), oven, spektrofotometer UV-Vis (772 Spectrophotometer), spektrofotometer infra merah (Shimadzu FT-IR 8201PC), alat pengukur ketebalan, alat pengukur regangan-tarikan, dan SEM. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kitosan, pektin, akuades, asam asetat (CH_3COOH), natrium hidroksida (NaOH), kalium klorida (KCl), dinatrium fosfat (Na_2HPO_4), kalium Fosfat (KH_2PO_4), etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), asam klorida (HCl).

Sintesis Membran PEC Kitosan-Pektin 0,5% (b/v) dengan variasi komposisi.

Untuk pembuatan membran PEC kitosan-pektin 0,5% (70:30); 0,03 g pektin dilarutkan dalam 4 mL akuades. Larutan pektin ditambahkan 0,07 g kitosan sambil diaduk dengan pengaduk magnet kemudian ditambahkan 16 mL CH_3COOH 0,4 M. Larutan membran

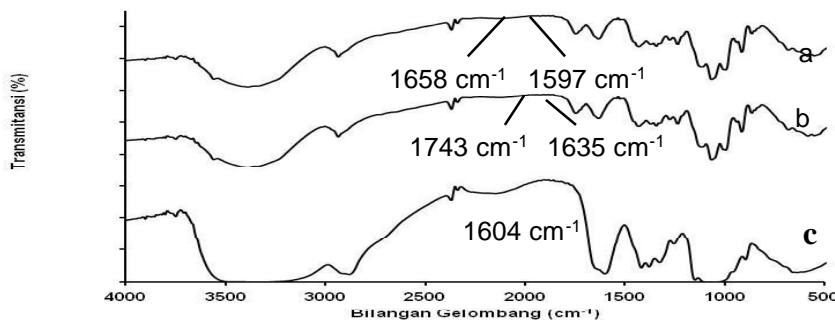
yang homogen dipipet sebanyak 10 mL dan dicetak dalam cawan petri. Larutan diuapkan dalam oven dengan temperatur 70°C . Membran dalam cawan petri yang telah kering direndam dengan NaOH 1 M. Membran dilepaskan dari cawan petri kemudin dicuci dengan akuades dan PBS (*Phosphate Buffer Saline*) pH 7,4. Prosedur yang sama dilakukan pada pembuatan membran PEC Kitosan-Pektin 0,5% (80:20) dan (90:10).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis Membran PEC Kitosan-Pektin

Dalam penelitian ini disintesis membran PEC kitosan-pektin (0,5%) dengan variasi komposisi kitosan dan pektin yaitu (70:30); (80:20); (90:10). Membran PEC disintesis dari pengadukan kitosan dalam asam asetat dan pektin dalam akuabides. Dalam suasana asam kitosan akan membentuk polikation sedangkan pektin jika dilarutkan dalam akubides membentuk polianion. Polikation dan polianion akan bereaksi membentuk polielektrolit melalui interaksi ionik. Skema pembentukan PEC untuk kitosan dan pektin (Bernabe dkk., 2005). Untuk mengetahui telah terjadinya interaksi dan kebenaran struktur antara kitosan dan pektin maka dilakukan analisis dengan spektrofotometer IR terhadap hasil sintesis.

Spektra IR disajikan pada Gambar 1.



Gambar 1 Spektra IR (a) kitosan, (b)pektin, dan (c) PEC kitosan-pektin

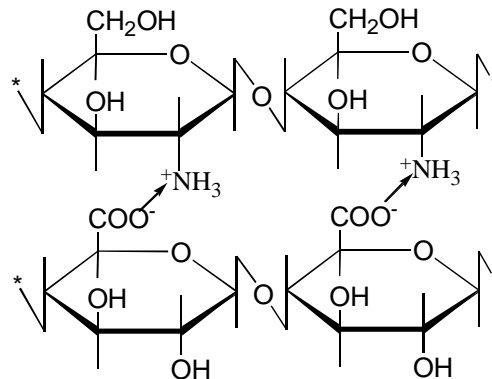
Tabel 1. Serapan spektra IR

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Interpretasi		
	Kitosan	Pektin	PEC
(a) 1658	C=O		
(b) 1597	N-H		
(c) 1743		C=O	
(d) 1635		gugus karboksil	
(e) 1604			Ikatan amida

Spektra IR (Tabel 1) untuk kitosan, puncak 1658 cm⁻¹ merupakan ikatan C=O dari gugus asetil dan puncak 1597 cm⁻¹ merupakan ikatan N-H dari gugus amino. Pada pektin muncul puncak pada bilangan gelombang 1743 cm⁻¹ merupakan ikatan C=O dari gugus karboksil termetoksilasi sedangkan puncak 1635 cm⁻¹ merupakan gugus karboksil. Bilangan gelombang 1604 cm⁻¹ diduga merupakan hasil interaksi ionik

gugus karboksil (pektin) dan gugus amino yang membentuk PEC, hal ini sesuai dengan hasil sintesis membran PEC kitosan pektin dari Chen dkk. (2010). Berdasarkan interpretasi spektra IR tersebut, maka membran PEC kitosan pektin telah berhasil di sintesis.

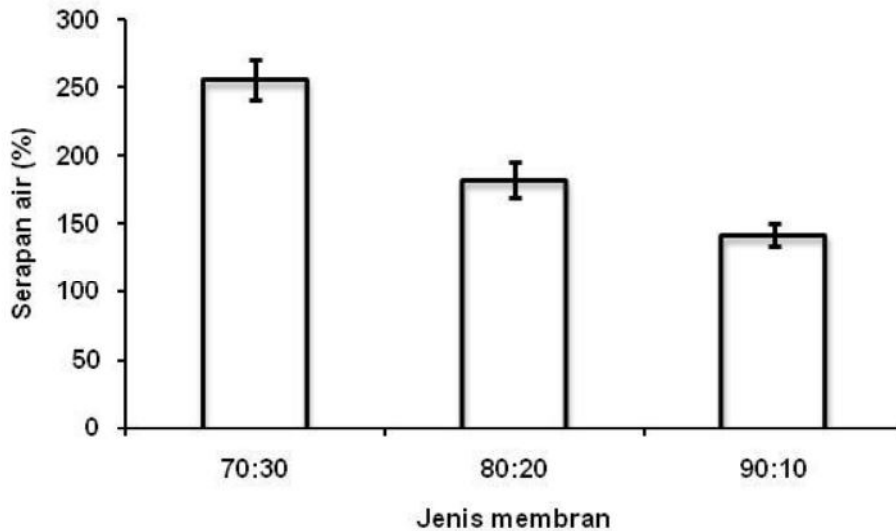
Dari hasil interpretasi spektra IR struktur hipotetik membran PEC kitosan-pektin disajikan pada Gambar 2

**Gambar 2. Struktur hipotetik membran PEC kitosan-pektin**

Uji Serapan air (*Water Uptake*) Membran PEC Kitosan-Pektin

Pengujian serapan air (*water uptake*) dilakukan untuk memprediksi ukuran zat yang terdifusi melalui material-material tertentu. Ketika membran kontak dengan cairan, maka terjadi pengembangan yang disebabkan adanya termodinamika yang bersesuaian antara rantai polimer dan cairan serta adanya gaya tarik yang disebabkan efek ikatan silang yang terjadi pada rantai polimer dalam larutan berbeda-beda. Ketika membran mengembang, mobilitas rantai polimer bertambah sehingga memudahkan penetrasi pelarut. Selain itu ion-ion kecil yang

terperangkap dalam membran, berdifusi meninggalkan membran, sehingga memberikan peluang yang besar bagi pelarut untuk mengisi ruang-ruang kosong yang ditinggalkan. Pengembangan membran PEC kitosan-pektin kemungkinan disebabkan masih adanya ion COO⁻ yang bersifat hidrofil. Dari hasil penelitian penyerapan air membran PEC kitosan-pektin (70:30) selama 6 jam mencapai rata-rata 255%. Hal ini menunjukkan peningkatan kandungan pektin pada membran akan meningkatkan hidrofilisitas sehingga penyerapan air pada membran meningkat. Diagram pengukuran serapan air disajikan pada Gambar 3.



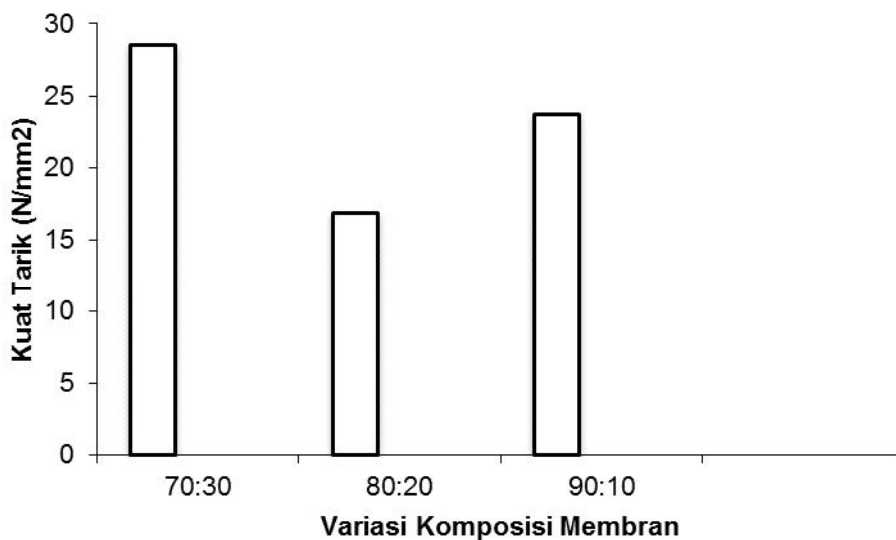
Gambar 3. Diagram serapan air dengan variasi membran PEC kitosan-pektin

Hasil Kuat Tarik dan Regangan Membran.

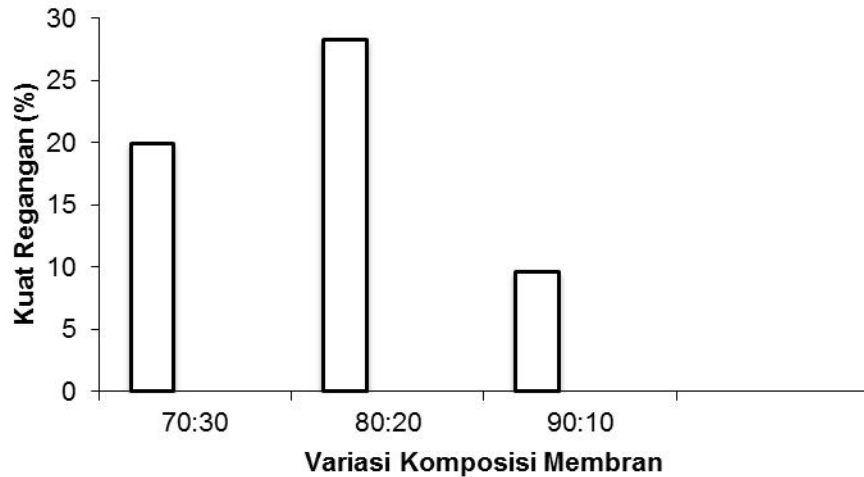
Pengujian kuat tarik memberikan informasi keteraturan rantai polimer. Semakin renggang jarak antara rantai polimer satu dengan yang lain maka akan memberikan nilai kuat tarik yang berbeda. Keteraturan polimer menentukan keteraturan pori yang terbentuk. Dari hasil uji kuat tarik (Gambar 4) membran PEC kitosan-

pektin (70:30) memberikan hasil terbaik yaitu 29 N/mm².

Regangan suatu bahan menunjukkan panjang bahan yang dapat ditarik sampai titik putus atau biasa disebut elastisitas. Dari Gambar 5 terlihat bahwa membran PEC kitosan-pektin 70:30 mempunyai elastisitas yang paling tinggi. Hal ini disebabkan adanya tingginya jumlah pektin yang menambah elastisitas membran.



Gambar 4. Hasil kuat tarik membrane.

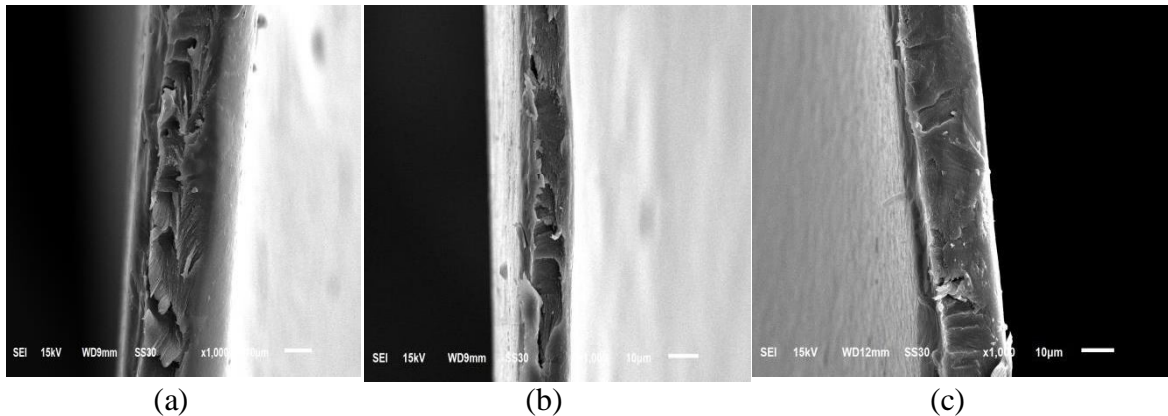


Gambar 5. Hasil kuat regangan membran.

Analisis SEM

Penentuan morfologi merupakan karakteristik yang penting bagi membran untuk mengetahui struktur pori. Suatu metode sederhana dan cepat untuk menentukan morfologi membran menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Berdasarkan Gambar 6 terlihat perbedaan morfologi penampang lintang dari masing-masing

perbandingan membran PEC kitosan-pektin. Pada perbandingan membran PEC kitosan-pektin 70:30 (a) tampak lebih banyak terbentuk kanal-kanal air sehingga diduga transpor cairan pada membran ini lebih banyak dibanding yang lain. Untuk perbandingan (80:20) dan (90:10) morfologi membran lebih padat.



Gambar 6. Citra/image SEM membran PEC kitosan-pektin a: (70:30), b (80:20), c (90:10)

SIMPULAN

Dari pemaparan diatas dapat disimpulkan: hasil spektra IR telah membuktikan terbentuknya membran PEC kitosan-pektin pada bilangan bilangan gelombang $1604,77 \text{ nm}^{-1}$; hasil uji serapan air, tarikan dan regangan untuk membran PEC kitosan-pektin

perbandingan 70:30 (255 %; 29 N/mm^2 ; 20 %), 80:20 (182 %, 17 N/mm^2 , 28 %), 90:10 (142, 24, 10 %). Berdasarkan penelitian ini membran PEC kitosan-pektin dapat digunakan sebagai salah satu alternatif untuk pengolahan limbah cair maupun dalam bidang kesehatan.

DAFTAR RUJUKAN

- Aranaz, I., Mengibar M., Harris, R., Panos, I., Miralles, B., Acosta, N., Galed G., dan Heras A., 2009, Functional Characterization of Chitin and Chitosan, *Cur. Chem. Bio.*, 3, 203-230.
- Baker, R. W., 2000, *Membrane Technology and Application*, New York: Mc Graw-Hill.
- Bernabe, P., Peniche, C., Arguelles-Monal, W., 2005, Swelling Behavior of Chitosan/Pectin Polyelectrolyte Complex Membranes. Effect of Thermal Cross-linking, *Polym. Bull.*, 55, 367-375.
- Chen, P., Kuo, T.Y., Kuo, J.R., Tseng, Y.P., Wang, D.M, Lai, J.Y., Hsieh, H.J., 2010, Novel Chitosan-Pectin Composite Membranes with Enhanced Strength, Hydrophilicity and Controllable Disintegration, *Carbohydr. Polym.* 82, 1236-1242.
- Dutta, P.K., Dutta, J., Tripathi, V.S, 2004, Chitin and Chitosan: Chemistry, Properties, and Applications, *J. Sci. Ind. Res*, 63, 20-31.
- George, S.C., Thomas, S., 2001, Transport Phenomena Through Polymeric Systems, *Prog. Polym. Sci.*, 26, 985-1017.
- Gomez, L., Ramirez, H.L., Carrillo, A.N., Villalonga, R., *Polyelectrolyte Complex Formation Mediated Immobilization of Chitosan-Invertase Neoglyco-conjugate on Pectin-Coated Chitin*, University of Mantanzas, Cuba.
- Kaban, J. Bangun, H., Dawolo, A.K., 2006, Pembuatan Membran Kompleks Polielektrolit Alginat Kitosan, *Jurnal Sains Kimia*, 10, 10-16.
- Klitzing, R.V., Tienieke, B., 2004, Polyelectrolyte Membranes, *Adv. Polym. Sci.*, 165, 177-210.
- Knorst, M.T., Neubert, R., Wohlrab, W., 1997, Analytical Methods for Measuring Urea in
- Kong, M., Chen, X.G., Xing, K., Park, H.J., 2010, Antimicrobial Properties of Chitosan and Mode of Action: A State of the Art Review, *Int. J. Food Micro.*, 144, 51-63.
- Koros, W.J., Ma, Y.H., Shimidzu, T., 1996, Terminology For Membranes and Membrane Process, *Pure Appl. Chem*, 68, 1479-1489.
- Mulder, J., Mulder, M, 1996, Basic Principles of Membranes Technology, Edisi kedua, Kluwer Academy Publisher.
- Rashidova, S.Sh, *et al.*, 2004, Characteristics of Interactions in the Pectin-Chitosan System, *Chromatographia*, 59, 779-782.
- Rinaudo, M., 2006, Chitin and Chitosan: Properties and Application, *Prog. Polym. Sci.*, 31, 603-632.
- Sugita, P. Wukirsari, T., Sjahriza, A., Wahyono, D., 2009, *Kitosan Sumber Material Masa Depan*, Penerbit IPB Press, Bogor.
- Trevsian, T.S., Carvalho, J.I., Souza, J.R., Paula, R.C., Ricardo, N.M., Feitosa, J.P., 2009, Chitosan-Coated Pectin Beads: Characterization and in vitro release of mangiferin, *Food Hydrocolloid*, 23, 2278-2286.
- Tripathi, S., Mehrotra, G.K., Duta, P.K., 2010, Preparation and Physicochemical Evaluation of Chitosan/ Poly(vinyl alcohol)/ Pectin Ternary Film for Food, *Carbohydr. Polym.*, 79, 711-716