

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

1. Deskripsi Metode Pendekatan Review Artikel

Review artikel adalah teknik untuk mengukur hasil penelitian. Review artikel bertujuan untuk menganalisis ulang penelitian berdasarkan pengolahan statistik dari hasil kumupulan data utama. Melakukan meta-analisis melalui kesimpulan yang diambil dari hasil analisis. Kesimpulan tersebut menggabungkan dua atau lebih yang diperoleh dari hasil penelitian serupa dari artikel yang berbeda untuk mendapatkan panduan data. Prosesnya yang dilakukan sebagai berikut :

- a. Mencari artikel terkait dengan penelitian yang dilakukan
- b. Untuk melakukan perbandingan hasil data dengan artikel-artikel sebelumnya
- c. Menyimpulkan hasil dan pembahasan dari perbandingan artikel terkait penelitian yang dilaksanakan

2. Informasi Jumlah Dan Jenis Artikel

Jurnal penelitian yang digunakan yaitu 5 jurnal, yang terdiri dari 1 jurnal internasional dan 4 jurnal nasional. Jenis jurnal yang digunakan untuk penelitian yaitu *original research*. Jurnal yang digunakan terindeks *Scimago Journal Rank* untuk jurnal internasional, sedangkan jurnal nasional yang sudah terakreditasi Sinta ristekdikti. Berikut keterangan indentitas setiap jurnal dapat dilihat table 3.1

Table 3.1 Informasi dan Jenis Jurnal

No	Jurnal	Tahun Terbit	H-index	Impact Factor	Quartil	SJR	SINTA Score	ISSN
1	Jurnal Pendidikan Dan Ilmu Kimia	2018	2	1,58	-	-	S2	2252-8075
2	Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi	2018	3	0,66	-	-	S2	1410-8917
3	Jurnal Perikanan Univesitas Gadjah Mada	2015	16	1	-	-	S2	0853-6384
4	Carbohydrate Polymers	2011	208	9.1	Q1	1.639	-	18791344, 01448617
5	Jurnal Kimia Dan Aplikasi	2018	12	0,85	-	-	S2	1410-8917

A. Isi Jurnal

Paparan isi dari jurnal yang ditelaah dengan isi sebagai berikut :

1) Jurnal Pertama (Jurnal Nasional)

Judul Jurnal : Karakterisasi Nanopartikel Kitosan Ekstrak daun Ubi jalar (*Ipomoea batatas L*) Menggunakan Metode Gelasi Ionik.

Nama Jurnal : Jurnal Pendidikan Dan Ilmu Kimia

Penerbit : ALOTROP

Volume & Halaman: volume 2 dan halaman 203-207

Tahun Terbit : 2018

Penulis Jurnal : Putri,A.I., Agus Sundaryono, I nyoman Candra

Isi Jurnal :

a. Tujuan Jurnal

Untuk menentukan dan mengukur karakterisasi hasil sintesis nanopartikel kitosan ekstrak daun ubi jalar (*Ipomoea Batats L*)

b. Metode Penelitian

1. Desain Penelitian : Eksperimental Laboratorium

2. Instrumen : Blender, saringan, *rotary evaporator*, *magnetic stirrer*, *homogenizer*, *Four Transfor Infa red* (FTIR), dan *Particle size analyzer*.

3. Metode Analisa

Daun ubi jalar ungu diekstraksi dengan metode maserasi. Sebanyak 2 kg dengan pelarut etanol 96% selama 7 hari, dan dilakukan pengocokan. Kemudian disaring dan filtrat yang diperoleh dikumpulkan. Residu yang di peroleh dimeserasi kembali dengan pelarut etanol selama 3 hari. Kemudian dipekatkan menggunakan *rotary evaporator* hingga diperoleh ekstrak kental etanol. Ekstrak kental etanol pekat yang diperoleh dari hasil maserasi digunakan sebagai pembuatan nanopartikel kitosan-ekstrak daun ubi jalar ungu dengan metode gelasi ionik. Pembuatan nanopartikel kitosan ekstrak -daun ubi jalar ungu dibuat dengan melarutkan 5 gram ekstrak daun

ubi jalar ungu yang telah didapatkan dari hasil maserasi ke dalam 100 mL larutan kitosan dengan menggunakan pengaduk *magnetic stirrer* kemudian ditambahkan 40 mL larutan natrium tripolifosfat (NaTPP) 0,1% pada suhu kamar dibawah putaran *homogenizer* dengan kecepatan 3000 rpm selama 30 menit hingga semua larutan NaTPP habis dan terbentuk suspense nanopartikel. Selanjutnya nanopartikel yang telah dibentuk dikarakterisasi menggunakan FTIR dan PSA.

4. Hasil penelitian

Hasil karakterisasi dengan FTIR diperoleh bahwa nanopartikel kitosan - ekstrak daun ubi jalar ungu memiliki gugus N-H dan P=O yang menunjukkan telah terjadinya interaksi antara ion ammonium dari kitosan dengan polianion dari NaTPP dan daun ubi jalar ungu. Interaksi tersebut terlihat dari bergesernya bilangan gelombang dan intensitas pada hasil FTIR pada gugus O-H kitosan murni dari $3425,56\text{ cm}^{-1}$ menjadi $3427,51\text{ cm}^{-1}$, serta pada serapan N-H kitosan murni mengalami pergeseran dari $1597,06\text{ cm}^{-1}$ menjadi $1629,85\text{ cm}^{-1}$, yang menunjukkan bahwa telah terjadi ikat silang antara ion ammonium pada kitosan dan ion posfat dari NaTPP serta ekstrak daun ubi jalar ungu. Hasil analisis PSA diketahui rata-rata ukuran partikel nanokitosan ekstrak daun ubi jalar ungu dengan penambahan NaTPP yaitu sebesar 302,6 nm.

5. Kesimpulan

Pembuatan nanokitosan – ekstrak daun ubi jalar ungu dilakukan dengan metode gelasi ionic. Mekanisme pembentukan nanopartikel kitosan dengan metode ini didasarkan pada interaksi elektrostatik antara gugus amina pada kitosan dengan gugus

muatan negative dari polianion NaTPP. Pengujian terhadap nanopartikel kitosan – ekstrak daun ubi jalar ungu menggunakan FTIR menunjukkan terjadinya interaksi antara ekstrak daun ubi jalar dengan larutan kitosan dan penstabil TPP, ditandai dengan bergesernya bilangan gelombang. Hasil karakterisasi PSA nanopartikel kitosan ekstrak daun ubi jalar ungu dengan penstabil TPP rata-rata ukuran partikelnya sebesar 302,6 nm.

2) Jurnal kedua (nasional)

Judul Jurnal : Karakterisasi Nano Kitosan Cangkang
Vannamei (*Litopenaeus vannamei*) Dengan
Metode Gelasi Ionik

Nama Jurnal : Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan
Indonesia

Penerbit : Institut Pertanian Bogor

Volume & Halaman : volume 14 dan halaman 78-84

Tahun Terbit : 2011

Penulis Jurnal : Pipih Suptijah, Agoes M. Jacob, Desie
Rachmania

Isi Jurnal :

a. Tujuan Penelitian

Mendapatkan rendemen kitosan tertinggi melalui perlakuan perendemen HCl, menentukan proses gelasi ionik terbaik dengan berbagai perlakuan *sizing* (pengecilan ukuran) dan menentukan karakteristik nanopartikel yang meliputi

morfologi, efisiensi, dan ukuran nanopartikel, menganalisis karakterisasi gugus fungsi partikel kitosan hasil gelasi ionik menggunakan *Fourier Transform InfraRed* (FTIR) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan menentukan metode pembuatan kitosan yang sederhana yang dapat diterapkan dengan mudah di laboratorium.

b. Metode Penelitian

1. Desain Penelitian : Eksperimenal Laboratorium
2. Instrument : *Beaker glass*, timbangan digital, gelas ukur, kertas pH, kompor listrik, saringan, alat pengaduk, *thermometer*, *magnetic stirrer*, *homogenizer*, *spray*, *Scanning Electron Microscopy* (SEM), ultrasonic, pipet, dan alat uji FTIR.

3. Metode analisa

Melarutkan kitosan sebanyak 0,2 gram ke 100 mL asam asetat 0,3% kedalam gelas beker sebanyak 50 mL kemudian dilakukan pengecilan ukuran (*sizing*) dengan metode magnetic stirrer selama 30 menit sampai terlihat larutan jernih. Kemudian pembentukan nanopartikel dilakukan dengan tahap emulsifikasi dengan penambahan 50 mikroliter twin 0,1% dengan pelakuan *sizing* selama 1 jam, selanjutnya dilakukan stabilitas dengan 7 mL larutan sodium tripoliposfat 0,1% kemudian dicampurkan selama 1 jam lalu dilakukan pengeringan dengan cara *spray drying*.

4. Hasil Penelitian

Rendemen kitosan dari kulit udang yang tertinggi diperoleh dengan perlakuan waktu perendaman HCl 1 N selama 72 jam yaitu sebesar 13,77%. Rendemen kitosan nanopartikel tertinggi terdapat pada kitosan nanopartikel dengan perlakuan pengecilan ukuran menggunakan *magnetic stirrer* yaitu sebesar 81,30%. Ukuran partikel yang diperoleh dengan menggunakan *magnetic stirrer* sebesar 400-450 nm. *magnetic stirrer* dapat mendistribusikan ukuran partikel yang lebih homogen dibandingkan menggunakan *homogenizer* dan ultrasonikator. Nilai derajat deasetilasi dari kitosan nanopartikel terkecil yang dihasilkan sebesar 99%.

5. Kesimpulan

Rendemen kitosan dari kulit udang yang tertinggi diperoleh dengan perlakuan waktu perendaman HCl 1 N selama 72 jam, yang terendah diperoleh dengan perlakuan waktu perendaman HCl 1 N selama 0 jam. Rendemen kitosan nanopartikel tertinggi terdapat pada kitosan nanopartikel dengan perlakuan pengecilan ukuran menggunakan alat *magnetic stirrer*. Rendemen terendah ditunjukkan oleh kitosan nanopartikel dengan menggunakan alat *homogenizer*. Gelasi ionik, surfaktan dan TPP, menghasilkan partikel sangat kecil dan tidak berpolimerisasi dan tidak menyebabkan partikel membesar (mikro). Ukuran partikel yang diperoleh dengan menggunakan *magnetic stirrer* sebesar 400-450 nm. Nilai derajat deasetilasi dari kitosan nanopartikel terkecil yang dihasilkan yaitu sebesar 99% dan menunjukkan bahwa nano kitosan yang dihasilkan merupakan kitosan murni.

3) Jurnal ketiga (Nasional)

Judul : Pemanfatan Dan Karakterisasi Cangkang Tiram Sebagai Kitosan Dan Nanokitosan

Nama Jurnal : Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi

Penerbit : Universitas Diponegoro

Volume dan Halaman : Volume 21 dan Halaman 224-231

Tahun Terbit : 2018

Penulis Jurnal : Lia Handayani, Faisal Syahputra, Yayuk Astuti

Isi Jurnal :

a. Tujuan jurnal

Untuk mengisolasi dan mengkarakterisasi kitin kemudian mensintesisnya menjadi kitosan lalu mengkonversi kitosan menjadi kitosan berukuran nano serta mengkarakterisasinya.

b. Metode penelitian

1. Desain Penelitian : Eksperimen Laboratorium
2. Instrument Penelitian : Gelas beker, labu ukur, gelas ukur, batang pengaduk, corong gelas, pipet tetes, pipet ukur, *hot plate magnetic stirrer*, *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*, *Scanning Electron Microscopy (SEM)*.

3. Metode Analisa

3 gram kitosan serbuk dilarutkan dalam 60 mL asam asetat 1% hingga membentuk gel. Penambahan aquades hingga 1 L dan dilakukan proses homogenisasi menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 1500 rpm selama 1,5 jam. Kemudian ditambahkan 25 mL emulsifier (tween 80) 0,2%. Penambahan surfaktan non ionik *polysorbate* (tween 80) dilakukan tetes demi tetes ke dalam larutan kitosan yang telah mengalami pemotongan/pemisahan gel, larutan didiamkan teraduk selama 60 menit dengan kecepatan 1500 rpm. Lalu penambahan 200 mL tripoliphospat (TPP) 0,1% sambil di aduk dengan kecepatan 1200 rpm selama 2 jam. Lalu dilakukan pengeringan. Langkah yang sama diulang untuk sampel berikutnya namun dengan variasi penambahan tripoliphospat dengan konsentrasi 0,5%.

4. Hasil Penelitian

Transformasi kitin menjadi kitosan adalah 61,11% sedangkan jika dihitung dari berat awal bahan baku adalah 18,33% dengan derajat deasetilasinya sebesar 89,14%. Berdasarkan analisis morfologi menggunakan SEM, ukuran partikel kitosan terdistribusi tidak homogen antara 892 nm-1,54 μm , sedangkan ukuran partikel nanokitosan yang diperoleh terdistribusi merata antara 679nm-910 nm.

5. Kesimpulan

Rendemen kitin yang diperoleh adalah sebesar 30% dari jumlah bahan baku awal tepung cangkang tiram, rendemen kitosan yang diperoleh dari deasetilasi kitin adalah sebesar 61,11%. Sedangkan besarnya rendemen kitosan jika dihitung berdasarkan jumlah sampel bahan baku awal adalah sebesar 18,33%. Derajat deasetilasi kitosan

yang diperoleh adalah 89,14%. Ukuran partikel kitosan yang diperoleh antara 892 nm-1,54 μ m, sedangkan ukuran partikel nanokitosan yang diperoleh adalah antara 679 nm-910 nm.

4) Jurnal Ketempat (Nasional)

Judul : Sintesis Dan Karakterisasi Kitosan Mikropartikel Dengan Modifikasi Gelasi Ionik

Nama Jurnal : Jurnal Perikanan

Penerbit : Politeknik Perkapalan Negeri Surabaya

Volume dan Halaman : Volume 17 dan Halaman 90-95

Tahun Terbit : 2015

Penulis Jurnal : Adhi Setiawan, Dika R. Widiana dan Priyambodo N. A. Nugroho

Isi Jurnal :

a. Tujuan jurnal

Mensintesis serta mengkarakterisasi mikropartikel kitosan yang dimodifikasi dengan gugus tripolifosfat pada konsentrasi kitosan terlarut yaitu 0,5 mg/l dan 3 mg/l.

b. Metode Penelitian

1. Desain Penelitian : Eksperimental Laboratorium

2. Instrument Penelitian : Gelas ukur, pengaduk, penyaring, oven, pipet tetes, *Scanning Electron Microscopy*

(SEM), *Fourier Transform InfraRed*
(FTIR).

3. Metode Analisis

Kitosan sebanyak 40 mg dan 240 mg dilarutkan secara terpisah kedalam 80 ml larutan asam asetat 2% (v/v). Didapatkan hasil larutan dengan konsentrasi awal 0,5 mg/l dan 3 mg/l dan di tambahkan larutan NaTPP dengan konsentrasi 3 mg/l sebanyak 40 ml kemudian dilakukan pengadukan dengan kecepatan 200 rpm selanjutnya endapan kitosan dipisahkan melalui penyaringan kemudian dibilas menggunakan aquadest, selanjutnya endapan kitosan dikeringkan kedalam oven pada suhu 50°C selama 24 jam.

4. Hasil Penelitian

Metode gelasi ionic dapat memperkecil kitosan hingga berukuran micrometer. Hasil SEM menunjukkan kitosan yang disintesis pada konsentrasi rendah memiliki tingkat aglomerasi yang lebih rendah. Analisis TGA pada kedua sample tersebut menunjukkan bahwa kitosan yang telah memiliki *cross-linking* dengan gugus fosfat memiliki kestabilan termal yang cukup baik hingga temperature 800⁰c. Analisis FTIR pada kedua sampel menunjukkan karakterisasi yang hampir sama terutama pada panjang gelombang dimana *peak* terlihat secara signifikan

5. Kesimpulan

Dari sintesis mikropartikel kitosan termodifikasi dengan natrium tripolifosfat menunjukkan bahwa konsentrasi kitosan yang terlarut berpengaruh terhadap ukuran partikel akhir hasil modifikasi. Dari hasil eksperimen menunjukkan bahwa sintesis dengan metode gelasi ionik mampu menghasilkan partikel kitosan termodifikasi dengan ukuran micrometer. Hasil SEM menunjukkan bahwa pada konsentrasi kitosan 0,5 mg/L dan 3mg/L menghasilkan partikel dengan ukuran masing-masing 5 μ m dan 20 μ m dengan struktur berbentuk granula. Dengan menurunnya ukuran kitosan dapat menyebabkan meningkatnya luas permukaan sehingga mengarah pada sifat adsorbs yang lebih baik dari pada kitosan alami. Selain itu, hasil analisa FTIR menunjukkan bahwa gugus fosfat yang *tercrosslinking* dapat di amatu pada panjang gelombang 1238 cm⁻¹

5) Jurnal Kelima (Internasional)

Judul	:Synthesis and Characterization Of Chitosan and Silver Loaded Chitosan Nanoparticles For Bioactive Polyester
Nama Jurnal	: Carbohydrate Polymers
Penerbit	: Department of Textile Technology
Volume dan Halaman	: volume 83 dan halaman 438-446
Tahun Terbit	: 2011
Penulis Jurnal	: S. Wazed Ali, S.Rajendran, Mangala joshi
Isi Jurnal	:
a. Tujuan Jurnal	

Untuk meningkatkan sifat antibakteri kitosan dalam bentuk nanopartikel dan dengan demikian meningkatkan kemanjuran bakterisida bila diterapkan pada kain poliester

b. Metode Penelitian

1. Desain Jurnal : Eksperimental Laboratorium
2. Instrument : pipet tetes, *magnetic stirrer*, kertas pH, batang pengaduk, FTIR, SEM, sentrifugasi,

3. Metode Analisa

Larutan kitosan murni dilakukan menggunakan sonikasi dalam larutan asam asetat 1% (b/v) sampai bening dan dihasilkan larutan kitosan konsentrasi 0,01 % (b/v) dengan pH larutan 6,0 kemudian larutan TPP dituangkan kedalam larutan kitosan dengan pengadukan magnetis pada 1000 rpm selanjutnya campuran diaduk selama 15 menit dan terbentuknya nanopartikel kitosan secara spontan.

4. Hasil Penelitian

Ukuran partikel rata-rata CSN dan Ag-CSN masing-masing adalah 115 nm dan 165 nm. struktur CSN dan Ag-CSN digunakan dengan analisis XRD, FTIR, DSC, TGA dan TEM. Konsentrasi penghambatan minimum CSN dan Ag-CSN terhadap *stafilokokus aureus* bakteri ditemukan 50 dan 500 kali lebih sedikit masing-masing di bandingkan dengan kitosan massal. Pembuatan perak pada CSN yang disintesis menunjukkan efek antimikroba sinergis terhadap *S.aureus* bakterio pelepasan Ag⁺ dari kain polyester jadi Ag-CSN dibuktikan dengan uji antibakteri yang menunjukkan zona hambat yang jelas.

5. Kesimpulan

Nanopartikel dibuat dengan metode gelasi ionik menggunakan biopolimer yaitu kitosan (polikation) dan zat pengikat silang, tripolifosfat (TPP). *Cross-linking* kitosan dengan TPP dikomfirmasi dengan FTIR. Karakteristik amorf kitosan dan nanopartikel kitosan bermuatan perak terungkap melalui pola difraksi sinar-X. Luas permukaan yang ditingkatkan dengan jumlah gugus amino aktif yang tersedia lebih tinggi juga dikomfirmasi oleh penyerapan zat warna yang lebih tinggi dari zat warna asam bermuatan negative. Peningkatan ukuran dan penurunan potensi zeta nanopartikel kitosan bermuatan perak merupakan indikasi yang baik dari pelekatan perak pada permukaan nanopartikel kitosan. Aktivitas antimikroba kitosan semakin meningkat dalam bentuk nanopartikel, yang ditunjukkan dengan penurunan KHM dari 0,5% menjadi 0,01%. Nanopartikel kitosan bermuatan perak menunjukkan peningkatan aktivitas lebih lanjut (MIC 0,001%) karena efek sinergis dari nanopartikel Ag dan kitosan. Partikel-partikel ini juga menunjukkan mekanisme pelepasan yang terbukti dari zona hambat yang jelas.