

### III. METODOLOGI PENELITIAN

#### A. Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan dari bulan Juli sampai Desember 2012, dengan tahapan kegiatan, yaitu: pengambilan sampel kulit udang di Restoran Seafood Jumbo, Teluk Betung, pembuatan kitosan, dan pembuatan polimer serta karakteristik produk dilakukan di Laboratorium Kimia Polimer Biomassa Terpadu Universitas Lampung.

#### B. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi alat-alat gelas, penangas air, keretas saring, mortar, *dry blender* Sharp, *magnetic stirrer* Wiggen Hauser, neraca digital Wiggen Hauser, indikator pH universal, 1 set peralatan refluks, termometer, FTIR (*Fourier Transform Infrared*) Varian 2000 Scimitar series, DSC (*Difference Scanning Calorimetry*) SII DSC-X 7000, dan alat DTA/TGA (*Differential Thermal Analysis / Thermogravimetric Analysis*) SII TG/DTA 7300, serta Eksrtuder *HAAKE Rheomex OS*.

Adapun bahan-bahan yang digunakan yaitu standar kitosan produksi WAKO Jepang, limbah kulit udang, gliserol, natrium hidroksida, asam klorida, , ammonium oksalat, etanol, akuades, poli vinil alkohol (PVA).

## **C. Prosedur Penelitian**

### **1. Persiapan Sampel**

Kulit udang dibersihkan, dikeringkan, dan dihaluskan menggunakan *dry blender*. Kemudian kulit udang dipisahkan menggunakan ayakan dengan ukuran 10-40 mesh dan selanjutnya disebut sampel.

### **2. Isolasi Kitin**

Kitosan diperoleh melalui deasetilasi kitin, proses isolasi kitin sendiri terdiri atas tiga tahap, yaitu: deproteinasi yang merupakan proses pemisahan protein dari kulit udang; demineralisasi yang merupakan proses pemisahan mineral, dan proses isolasi kitosan terdiri dari satu tahap yaitu tahap deasetilasi yang merupakan pemutusan gugus asetil pada kitin.

#### **a. Deproteinasi**

Sebanyak 100 gram sampel ditempatkan dalam bejana tahan asam dan basa yang dilengkapi pengaduk dan termometer, dan diletakkan dalam penangas air.

Kemudian sampel ditambahkan 1 L NaOH 20 % dan didiamkan selama 1 jam pada suhu 90 °C. Setelah itu, dilakukan penyaringan sehingga diperoleh residu

dan filtrat. Filtrat diuji dengan  $\text{CuSO}_4$ . Residunya dicuci dengan akuades hingga pH netral, dikeringkan dalam oven dengan suhu  $60^\circ\text{C}$  selama 24 jam.

### **b. Demineralisasi**

Kitin kasar hasil deproteinasi dimasukkan dalam bejana tahan asam dan basa yang dilengkapi dengan pengaduk, termometer dan diletakkan dalam penangas air. Kemudian sampel ditambahkan HCl 1,25 N dengan perbandingan 1:10 (w/v) selama 1 jam pada suhu  $90^\circ\text{C}$ . Setelah itu, dilakukan penyaringan sehingga diperoleh residu dan filtrat. Filtrat diuji dengan amonium oksalat. Residunya dicuci dengan akuades sampai pH netral dan dikeringkan dalam oven pada suhu  $60^\circ\text{C}$  selama 24 jam, sehingga diperoleh kitin hasil demineralisasi.

## **3. Isolasi Kitosan**

Kitosan yang dikenal juga dengan  $\beta$ -1,4-2 amino-2-dioksi-D-glukosa merupakan turunan dari kitin melalui proses deasetilasi. Deasetilasi atau penghilangan gugus asetil biasanya dilakukan dengan menggunakan basa kuat berkonsentrasi tinggi (NaOH).

### **a. Deasetilasi**

Sebanyak 10 gram kitin ditambahkan dengan 200 ml larutan NaOH 60% dalam labu leher tiga lalu dipanaskan sampai temperatur  $140^\circ\text{C}$  selama 90 menit dengan menggunakan alat refluk. Setelah itu didinginkan selama 3 jam pada suhu ruang dan dilakukan penyaringan untuk memisahkan padatan dan cairannya.

Padatannya dicuci dengan akuades sampai pH netral. Padatan dikeringkan dalam oven dengan suhu 60 °C selama 24 jam.

#### **4. Karakterisasi Sampel Kitosan dan PVA**

##### **a. Karakterisasi Kitosan Hasil Isolasi dengan FTIR**

Kitosan yang diperoleh kemudian dikarakterisasi dengan Spektrofotometer IR. Kitosan dibuat dalam bentuk pellet dengan KBr, kemudian dilakukan *scanning* pada daerah frekuensi antara 4000 cm<sup>-1</sup> sampai dengan 400 cm<sup>-1</sup>. Hasil spektrum yang diperoleh dibandingkan dengan pembacaan hasil kitosan standar.

##### **b. Karakterisasi Kitosan Hasil Isolasi dan PVA dengan DSC**

Kitosan hasil isolasi dan PVA dikarakterisasi menggunakan DSC tipe X-DSC-7000. Sampel ditimbang sekitaar 2-3 mg dan dimasukkan kedalam *aluminium pan*. Sampel kemudian *dicrimp* menggunakan *crimper*. Tipe *pan* yang sama dengan sampel disiapkan dan digunakan sebagai *reference pan* dalam pengukuran. Sampel dan *reference* yang telah disiapkan diletakan kedalam DSC menggunakan pinset. Analisis dilakulan pada temperatur 40 sampai 400 °C.

##### **c. Karakterisasi Kitosan Hasil Isolasi dan PVA dengan TGA**

Kitosan hasil isolasi dan PVA dikarakterisasi menggunakan SII TG/DTA 7300. Sampel ditimbang sekitar 2-3 mg dan dimasukan kedalam *Platina Pan*. Tipe *pan* yang sama dengan sampel disiapkan dan digunakan sebagai *reference pan* dalam pengukuran. Sampel dan *reference* yang telah disiapkan diletakan kedalam TGA

menggunakan pinset. Analisis dilakukan pada temperatur 40 sampai 400 °C dengan laju pemanasan sebesar 50 °C.

## **5. Pembuatan Film Plastik Kitosan- PVA (Poli Vinil Alkohol)**

### **a. Variabel Komposisi**

Film plastik dibuat dengan teknik *blending* antara campuran kitosan, PVA, dan gliserol menggunakan perbandingan persen berat. Komposisi PVA dibuat sebagai variabel tetap dan kitosan adalah variabel bebas dengan total berat sebesar 40 gram. Pada pembuatan plastik dilakukan 2 macam komposisi gliserol, yaitu 10 dan 6 g. Variasi kitosan yang digunakan dalam proses ini adalah 0, 2, 4 dan 8 g.

Proses *blending* kitosan dan PVA menggunakan mesin ekstruder *Thermo Scientific* yang terdapat di Laboratorium Kimia Polimer Biomassa Terpadu Universitas Lampung.

Sampel dalam mesin ekstruder yang kemudian disesuaikan suhunya pada daerah TS<sub>1</sub>, TS<sub>2</sub>, dan TS<sub>3</sub>. Sampel kemudian diekstruksi dan dikeluarkan melalui *die* yang kemudian dicetak menjadi lembaran film.

## **6. Karakterisasi Film PVA-Kitosan-Gliserol dengan DSC**

Karakterisasi dengan DSC dalam penelitian ini adalah untuk melihat nilai dari *transision glass* (T<sub>g</sub>) dari kopolimer kitosan-PVA. Sampel film dikarakterisasi menggunakan DSC tipe X-DSC-7000. Sampel ditimbang sekitar 2-3 mg dan dimasukkan kedalam *aluminium pan*. Sampel kemudian dicrimp menggunakan *crimper*. Tipe *pan* yang sama dengan sampel disiapkan dan digunakan sebagai

*reference pan* dalam pengukuran. Sampel dan *reference* yang telah disiapkan diletakan kedalam DSC menggunakan pinset. Analisis dilakulan pada temperatur 40 sampai 400 °C dengan laju pemanasan sebesar 10 °C / menit .

## **7. Karakterisasi Film PVA-Kitosan-Gliserol dengan DTA/TGA**

Polimer yang dihasilkan kemudian diuji dekomposisi material polimer sebagai fungsi temperatur berdasarkan perubahan entalpi material meggunakan alat DTA/TGA. Sampel ditimbang sekitar 2-3 mg dan dimasukkan dalam *thermocouple* yang terbuat dari platina. *Thermocouple* yang berisi sampel dan material *reference* kemudian ditempatkan dalam *furnace*. Analisis dilakukan pada temperatur 40-600 °C dengan laju pemanasan sebesar 50 °C/ menit.