

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan dari bulan April sampai Januari 2013, dengan tahapan kegiatan, yaitu: pengambilan sampel limbah kulit udang di PT. Indokom Samudera Persada, Tanjung Bintang, persiapan cangkang kulit udang, pembuatan kitosan, pembuatan polimer dan karakterisasi dilakukan pada Laboratorium Kimia Polimer Biomassa Terpadu, Universitas Lampung.

B. Alat dan Bahan

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

Adapun bahan-bahan yang digunakan yaitu standar kitosan produksi WAKO Jepang, kulit udang, natrium hidroksida, asam klorida, ammonium oksalat,

natrium hipoklorit, etanol, akuades, polipropilen, gliserol, indikator universal dan kertas saring.

C. Prosedur Penelitian

1. Persiapan Sampel

Cangkang kulit udang dibersihkan dan dikeringkan, kemudian dihaluskan dengan ukuran 10-40 mesh dan selanjutnya disebut sampel.

2. Isolasi Kitosan

Kitosan diperoleh melalui deasetilasi kitin, proses isolasi kitin sendiri terdiri atas tiga tahap, yaitu: deproteinasi yang merupakan proses pemisahan protein dari cangkang kulit udang, demineralisasi yang merupakan proses pemisahan mineral, depigmentasi yang merupakan tahap pemutihan kitin, 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 (Pareira, 2004). Setelah itu, dilakukan penyaringan sehingga diperoleh residu dan filtrat. Filtrat diuji dengan CuSO_4 . Residunya dicuci dengan

akuades hingga pH netral, dikeringkan dalam oven dengan suhu 60 °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 °C (Pareira, 2004). 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 °C selama 24 jam, sehingga diperoleh kitin hasil demineralisasi.

c. Depigmentasi

Kitin kasar hasil demineralisasi diekstraksi menggunakan etanol dengan perbandingan 1:20 (w/v) secara sokletasi. Residunya diputihkan dengan menggunakan *bayclin* selama 10 menit pada suhu kamar (Muzzarelli dkk., 1997).

Kemudian dicuci dengan akuades hingga pH netral dan dikeringkan dalam oven dengan suhu 60 °C selama 24 jam, sehingga diperoleh kitin berupa serbuk halus berwarna putih.

d. Deasetilasi

Sebanyak 10 gram kitin ditambahkan dengan 200 ml larutan NaOH 60% dalam labu leher tiga lalu dipanaskan sampai temperatur 140 °C selama 90 menit dengan

menggunakan alat refluks (Pareira, 2004). 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. Diagram alir penelitian disajikan pada Lampiran 1.

3. Karakterisasi Kitosan Hasil Isolasi

Kitosan yang diperoleh dianalisis dengan Spektrofotometer IR. Kitosan dibuat pelet dengan KBr, kemudian dilakukan *scanning* pada daerah frekuensi antara 4000 cm^{-1} sampai dengan 400 cm^{-1} . Hasil yang diperoleh dibandingkan dengan hasil pembacaan kitosan standar.

4. Pembuatan PLastik.

Untuk mendapatkan film plastik campuran polipropilen (PP) dan kitosan dilakukan dengan penambahan gliserol 5% dan 10%, dimana setiap variabel gliserol yang digunakan dilakukan variasi komposisi kitosan sebesar 5%, 10%, dan 20% dari total sampel yang digunakan yaitu sebesar 40 gram, dan sisanya adalah polipropilen

Pada penelitian ini, campuran PP-Kitosan-Gliserol dihomogenkan secara manual dan diproses menggunakan *Extruder HAAKE Rheomex OS* dengan kondisi pada TS_1 160 °C, TS_2 180 °C, TS_3 180 °C dan T_{dies} 190 °C. Kecepatan rotor diatur pada 40 rpm. Plastik yang keluar pada *dies* kemudian dicetak menjadi bentuk film pada mesin *HAAKE PolyLab* sehingga diperoleh plastik berbentuk film.

5. Karakterisasi Film Plastik dengan DSC

Karakterisasi dengan DSC dalam penelitian ini adalah untuk melihat nilai *transision glass* (T_g) dari kopolimer kitosan-PP. Sampel film dikarakterisasi menggunakan DSC tipe X-DSC-7000. Sampel ditimbang sekitar 1-10 mg dan dimasukkan ke dalam *aluminium pan*. Sampel kemudian dicrimp menggunakan *crimper*. Tipe *pan* yang sama dengan sampel disiapkan dan digunakan sebagai *reference pan* dalam pengukuran. Analisis dilakukan pada temperatur 30 sampai 550 °C dengan pengaturan kenaikan suhu sebesar 10 °C/menit .

6. Karakterisasi Plastik dengan DTA/TGA

Polimer yang dihasilkan kemudian diuji dekomposisi material polimer menggunakan alat DTA/TGA. Sampel ditimbang sekitar 3-6 mg dan dimasukkan dalam *thermocouple* yang terbuat dari alumunium. *Thermocouple* yang berisi sampel dan material referensi kemudian ditempatkan dalam *furnace*. Analisis dilakukan pada suhu 30-600 °C dengan pengaturan kenaikan suhu sebesar 10 °C/menit.