

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan dari bulan September sampai April 2014 di Laboratorium Biomassa Terpadu, Universitas Lampung. Analisis FTIR dilakukan di Laboratorium Biomassa terpadu Universitas Lampung serta analisis termal DSC dan TGA 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, mortar, *magnetic stirrer* (Wiggen Hauser), neraca digital (Wiggen Hauser), 1 set peralatan soklet, refluks, termometer, blander 1 set, alat *Extruder HAAKE Rheomex OS* menggunakan *multi strand dies*, FTIR (*Fourier Transform Infrared*) Varian 2000 Scimitar series, DSC (*Difference Scanning Calorimetry*) SII DSC-X 7000, serta DTA/TGA (*Diferencial Thermal Analysis / Thermogravimetric Analysis*) SII TG/DTA 7000.

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

natrium hipoklorit, etanol, akuades, polietilen (PE), polivinil alkohol (PVA), indikator universal dan kertas saring.

C. Prosedur Penelitian

1. Persiapan Sampel

Cangkang kulit udang dibersihkan dan dikeringkan, kemudian dihaluskan menggunakan blender 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 CuSO₄. Residunya dicuci dengan

akuades hingga pH netral, dikeringakan 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 refluk (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.

3. Karakterisasi Kitosan Hasil Isolasi, PE dan PVA

a. Karakterisasi Kitin dan Kitosan Hasil Isolasi dengan FTIR

Kitin dan kitosan hasil isolasi dikarakterisasi dengan Spektrofotometer IR. Kitin dan kitosan dibuat *pellet* 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.

b. Karakterisasi Kitosan Hasil Isolasi, PE dan PVA dengan DSC

Kitosan hasil isolasi, *pellet* polietilen dan polivinil alkohol dikarakterisasi menggunakan DSC tipe X-DSC 7000. Sampel ditimbang sekitar 3-5 mg dan dimasukkan ke dalam *aluminium pan*. Sampel kemudian di *crimp* menggunakan *crimper*. Tipe pan yang sama dengan sampel disiapkan dan digunakan sebagai *reference pan* dalam pengukuran. Analisis dilakukan pada suhu 30 sampai 400 °C dan *heating rate* 10 °C/min.

c. Karakterisasi Kitosan Hasil Isolasi, PE dan PVA dengan TGA

Kitosan hasil isolasi, *pellet* polietilen dan polivinil alkohol dikarakterisasi menggunakan SII TG/DTA 7000. Sampel ditimbang sekitar 5-8 mg dan dimasukkan ke dalam *platina pan*. Tipe *pan* yang sama dengan sampel disiapkan

dan digunakan sebagai *reference pan* dalam pengukuran. Sampel dan *reference* yang telah disiapkan diletakkan ke dalam TGA menggunakan pinset. Analisis dilakukan pada suhu 30-600 °C dengan *heating rate* sebesar 10 °C/min.

4. Pembuatan Plastik

Untuk mendapatkan *pellet* plastik campuran polietilen, kitosan, dan polivinil alkohol dilakukan dengan teknik *blending* menggunakan perbandingan persen berat dengan berat total 40 gram. Komposisi campuran dengan PVA sebagai variabel tetap dan kitosan sebagai variabel bebas dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Komposisi campuran Kitosan-PE-PVA

PE (%)	100	95	90	85	80	75
Kitosan (%)	-	-	5	10	15	20
PVA (%)	-	5	5	5	5	5

Komposisi campuran dengan kitosan sebagai variabel tetap dan PVA sebagai variabel bebas. Komposisi dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Komposisi campuran Kitosan-PE-PVA

PE (%)	100	95	90	85	80	75
Kitosan (%)	-	5	5	5	5	5
PVA (%)	-	-	5	10	15	20

Campuran PE, Kitosan, dan PVA dihomogenkan secara manual dan diproses menggunakan *Extruder HAAKE Rheomex OS* dengan kondisi pada TS₁ 100 °C, TS₂

110 °C, TS₃ 120 °C dan T_{dies} 120 °C. Kecepatan rotor diatur pada 10 rpm. Plastik yang keluar pada *dies* kemudian dicetak menjadi bentuk *pellet* pada mesin *HAAKE PolyLab* sehingga diperoleh plastik berbentuk *pellet*.

5. Karakterisasi *Pellet* Plastik

Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan hasil terbaik dari pencampuran Kitosan, PE, dan PVA. Hasil terbaik dapat dilihat secara fisik yaitu *pellet* yang bagus dan secara kimia terlihat dari campuran yang homogen. Karakterisasi yang dilakukan pada penelitian ini adalah FTIR, DSC dan TGA.

a. Karakterisasi *Pellet* Plastik dengan DSC

Karakterisasi dengan DSC dalam penelitian ini adalah untuk melihat nilai *transision glass* (Tg) dari kopolimer kitosan, PE, dan PVA. Sampel *pellet* dikarakterisasi menggunakan DSC tipe X-DSC-7000. Sampel ditimbang sekitaar 3-5 mg dan dimasukkan kedalam *alumunium pan*. Sampel kemudian dicrimp menggunakan *crimper*. Tipe *pan* yang sama dengan sampel disiapkan dan digunakan sebagai *reference pan* dalam pengukuran. Analisis dilakulan pada temperatur 30 sampai 550 °C dengan pengaturan kenaikan suhu sebesar 5 °C/menit .

b. Karakterisasi *Pellet* Plastik dengan TGA

Polimer yang dihasilkan kemudian diuji dekomposisi material polimer meggunakan alat DTA/TGA. Sampel ditimbang sekitar 5-8 mg dan dimasukkan

dalam *thermocouple* yang terbuat dari platina. *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.

c. Karakterisasi *Pellet* Plastik dengan FTIR

Sampel plastik yang dihasilkan dibuat menjadi bentuk film tipis dan dibuat *pellet* dengan KBr, kemudian ditembakkan dengan sinar inframerah pada daerah frekuensi antara 4000cm^{-1} sampai dengan 400cm^{-1} . Hasil serapan gugus fungsional dari senyawa yang ada dalam sampel terekam sebagai spektrum IR.