

III. METODOLOGI PERCOBAAN

A. Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Polimer Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung pada bulan Juli sampai Desember 2012. Untuk identifikasi menggunakan SEM dan Spektrofotometer IR (FT-IR) dilakukan di Laboratorium Biomassa Terpadu Universitas Lampung. Uji sifat termal dan mekanik dilakukan di Laboratorium Kimia Polimer Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

B. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini, yaitu alat-alat gelas yang sering digunakan di laboratorium, cawan petri, neraca digital Wiggen, Mesin *HAAKE PolyLab Rheomex extruder Type single screw (1:1) L/D: 25 (557-2019)* dengan kecepatan maksimum 250 1/min, tekanan 700 bar dan temperatur maksimum 450 °C, mesin *HAAKE PolyLab blown film* dengan diameter *die* 24 mm, Da 25 mm, *Split Capilarity die*, *Fouereer Transform Infrared (FTIR)*, *Scanning Electron Microscopy (SEM)*, *Difference Scanning Calorimetry (DSC) Type Exstar X-DSC7000*, *Thermogravimetric/Differential Thermal Analysis (TG/DTA) Type*

7000 with Autosampler dan *Dynamic Mechanical Spectrometer (DMS) Type Exstar DMS 7000*.

Adapun bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu polipropilen (PP), poli asam laktat (PLA), polivinil alkohol (PVA) dan gliserol.

C. Prosedur Penelitian

1. Penentuan Kondisi Optimum PP, PLA, dan PVA.

a. Penentuan Titik Leleh PP, PLA, dan PVA dengan DSC.

Masing-masing sampel PP, PLA, dan PVA ditimbang sekitar 0,01-10 mg dimasukkan ke dalam alumunium *pan*. Kemudian sampel tersebut dicrimp menggunakan *crimper*. Tipe *pan* yang sama dengan sampel disiapkan dan digunakan sebagai *reference*. Sampel dan *reference* diletakkan pada tempat sampel di dalam *DSC furnace lid* menggunakan pinset. Analisis dilakukan pada temperatur awal dari 30 °C sampai 550 °C dan temperatur akhir dari 550 °C menjadi 30 °C. Hasil titik leleh yang didapatkan digunakan sebagai acuan untuk campuran plastik PP/PLA.

b. Penentuan Titik Dekomposisi PP, PLA, dan PVA dengan TG/DTA

Sampel ditimbang sekitar 3-10 mg dan dimasukkan ke dalam alumunium *pan*. Tipe *pan* yang sama dengan sampel disiapkan dan digunakan sebagai *reference*. Sampel dan *reference* diletakkan pada tempat sampel di dalam *balance beam*

menggunakan pinset. Analisis dilakukan pada temperatur awal dari 30 °C sampai 600 °C dan temperatur akhir dari 600 °C menjadi 30 °C.

2. Pembuatan Plastik PP dengan Penambahan *Plasticizer* Menggunakan Metode *Non Solution Casting*.

Plasticizer yang digunakan dalam penelitian ini adalah polivinil alkohol (PVA) dan gliserol. Plastik dibuat dengan variasi perbandingan komposisi PP terhadap PVA sebesar: 1:0, 3:1 dan 7:1 (w/w). Proses pembuatan plastik kedua dengan variasi perbandingan komposisi PP terhadap gliserol sebesar: 0%, 5% dan 10% (w/w). Proses *blending* dalam ekstruder dilakukan pada daerah *barrel* ekstruder (TS₁, TS₂, dan TS₃) dengan temperatur yang telah disesuaikan. Sampel kemudian diekstruksi dan dikeluarkan melalui *die blown film* yang kemudian dicetak menjadi lembaran plastik. Komposisi *plasticizer* terbaik digunakan untuk pembuatan plastik campuran PP/PLA.

3. Pembuatan Plastik PP/ PLA-Gliserol dengan Metode *Non Solution Casting*.

Plastik dibuat dengan variasi perbandingan komposisi PP/PLA (1:0, 3:1, 1:1, 1:3, 0:1) terhadap gliserol 10% (w/w). Proses *blending* dalam ekstruder dilakukan pada daerah *barrel* ekstruder (TS₁, TS₂, dan TS₃) dengan temperatur yang telah disesuaikan. Sampel kemudian diekstruksi dan dikeluarkan melalui *die blown film* yang kemudian dicetak menjadi lembaran plastik.

4. Karakterisasi Plastik PP/ PLA-Gliserol dengan FTIR

Sampel plastik yang dihasilkan dihomogenkan dan dibuat pelet dengan KBr, kemudian ditembakkan dengan sinar infra merah pada daerah frekuensi antara 3500 cm^{-1} sampai dengan 400 cm^{-1} . Hasil serapan gugus fungsional dari senyawa yang ada dalam sampel terekam sebagai spektrum IR. Analisis ini dilakukan di Laboratorium Biomassa Terpadu Universitas Lampung.

5. Karakterisasi Plastik PP/PLA-Gliserol dengan SEM

Sampel plastik yang terbentuk antara PP/PLA-gliserol yang berbentuk film dikarakterisasi permukaannya dengan menggunakan instrumentasi SEM (*Scanning Electron Microscope*). Sampel yang dianalisis disiapkan dan direkatkan dalam spesimen *holder*. Sampel yang telah dipasang dalam *holder* dibersihkan dengan *hand blower*. Sampel kemudian dimasukkan dalam mesin *coating* untuk dilapisi lapisan tipis berupa *gold-paladium* selama 4 menit. Kemudian sampel dimasukkan ke dalam *Specimen Chamber*. Pengamatan dan pengambilan gambar pada layar SEM dengan mengatur pembesaran yang diinginkan dan penentuan *spot* yang dianalisis pada layar SEM serta pemotretan pada gambar SEM.

6. Karakterisasi plastik PP/PLA-Gliserol dengan DSC

Karakterisasi sifat termal plastik menggunakan instrumen DSC. Sampel ditimbang sekitar 0,01 - 10 mg dan dimasukkan ke dalam aluminium *pan*. Kemudian sampel tersebut dicrimp menggunakan *crimper*. Tipe *pan* yang sama dengan sampel disiapkan dan digunakan sebagai *reference*. Sampel dan *reference*

diletakkan pada tempat sampel di dalam *DSC furnace lid* menggunakan pinset.

Analisis dilakukan pada temperatur awal dari 30 °C sampai 550 °C dan temperatur akhir dari 550 °C menjadi 30 °C.

7. Karakterisasi plastik PP/PLA-Gliserol dengan TG/DTA

Sampel ditimbang sekitar 30-50 mg dan dimasukkan ke dalam aluminium *pan*.

Tipe *pan* yang sama dengan sampel disiapkan dan digunakan sebagai *reference*.

Sampel dan *reference* diletakkan pada tempat sampel di dalam *balance beam* menggunakan pinset. Analisis dilakukan pada temperatur awal dari 30 °C sampai 600 °C dan temperatur akhir dari 600 °C menjadi 30 °C.

8. Karakterisasi plastik PP/PLA-Gliserol dengan DMS.

Sebelum diukur, plastik dipotong sesuai cetakkan pada mode deformasi dari DMS. Mode deformasi yang digunakan dalam pengukuran adalah *tension mode*.

Analisis ini dilakukan di Laboratorium Kimia Polimer Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

9. Uji Biodegradasi

Sampel berupa plastik ditanamkan pada tanah yang ditempatkan dalam pot dengan asumsi komposisi tanah sama. Sampel ini diperiksa setiap minggu dalam kurun waktu 3 bulan untuk mengetahui degradasi pada sampel plastik tersebut.