

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

3.1.1 Waktu Penelitian

Waktu Penelitian dilaksanakan pada Bulan April s/d Bulan Juli 2019.

3.1.2 Tempat Penelitian

Di Laboratorium Kimia – Biologi Universitas Sari Mutiara Indonesia. Pengujian karakterisasi hasil penelitian SEM di Laboratorium Fisika UNIMED, FT-IR dan DSC di PTKI Medan dan Kuat Tarik di laboratorium USU

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1. Alat yang digunakan pada penelitian:

- | | | |
|-------------------|-----------------------|-------------------|
| - Oven | - Saringan biasa | - Spatula |
| - Hot plat | - Termometer | - Tissue |
| - Cetakan kaca | - Gelas ukur 100 ml | - Gelas Ukur 10ml |
| - Ayakan 100 mesh | - Beaker gelas 250 ml | - Pipet tetes |
| - Kaca arloji | - Neraca analitik | - Brus |
| - Stirrer | - Erlenmeyer 250 ml | - Aluminium foil |
| - Cawan 20x20 cm | - Batang pengaduk. | |

1.2.3. Bahan yang digunakan penelitian:

- | | | |
|----------------------|----------------------------|-----------------|
| - Pati Biji Durian | - Pati Biji Nangka | - Aquades |
| - Gliserol 30% - 75% | - Kitosan dari kulit udang | - NaOH 5% 60 - |
| - HCL 1% | - Asam asetat 1% | - NaOCl 0,315%. |

3.3. Prosedur Penelitian

1. Ekstraksi pati

Pertama kali yang kita lakukan Biji durian dan biji nangka yang sudah diambil di cuci dengan air bersih supaya sisa – sisa dagingnya terlepas, kulit arinya dikupas sampai bersih lalu biji duriannya direndam pada air kapur selama 24 jam untuk menghilangkan getahnya, habis itu biji nangka dan biji durian di potong kecil – kecil, lalu dibiarkan selama 24 jam supaya kadar airnya menurun, kemudian diblandre dengan komposisi 1 : 2 (kg/L),diperas dengan kain serbet cairannya ditampung dalam cawan yang besar, cairan pati dibiarkan selama 24 jam lalu terdapat dua lapisan lapisan atas dibuang dan lapisan bawah itulah pati yang berwarna putih. Kemudian pati dikeringkan pada oven selama 24 jam dengan temperatur 50⁰C s/d 60⁰C, lalu dikeluarkan pada oven disimpan kedalam desikator, diblender diayak dengan menggunakan ayakan 100 mesh.

2. Pembuatan kitosan dari kulit udang

Kulit udang kita cuci dengan air sampai bersi dari sisa – sisa dagingnya, lalu kita biarkan pada suhu kamar selama 2 hari, kemudian limbah kulit udang yang telah bersih dihaluskan (dicacah) untuk mendapatkan ukuran sebesar 50 mesh, lalu direndam dengan larutan NaOH 5% dengan perbandingan 8:1 (v/b) selama 24 jam, setelah itu disaring dan dinetralkan dengan aquades. Padatan yang diperoleh dikeringkan pada suhu 60⁰C hingga kering. Limbah kulit udang yg sudah kering direndam lagi dengan HCL 1% dengan perbandingan 12:1 (v/b) selama 24 jam, kemudian padatan disaring dan dinetralkan dengan aquades, baru dikeringkan pada suhu 60⁰C tanpa pelarut. Larutan NaOCl 0,315% ditambahkan kedalam hasil demineralisasi dengan perbandingan 10:1 (v/b) direndam selama 24 jam, kemudian disaring hingga netral lalu dikeringkan pada suhu 80⁰C sampai berat tetap. Pembuatan kitosan dilakukan melalui proses deasetilasi yaitu dengan menambahkan NaOH 60% dengan perbandingan 20:1 (v/b) direndam selama 6 hari. Setelah itu disaring dan dinetralkan dengan aquades, kemudian dikeringkan pada suhu 60⁰C tanpa pelarut selama 24 jam dan kitosan siap dianalisis.

3. Persiapan larutan

a. Pengenceran asam asetat (CH_3COOH) 1%

Asam asetat 1% (v/v) dibuat dengan cara memipet 10 mL larutan asam asetat 100% ke dalam labu takar 1000 mL. Kemudian dihipitkan hingga tanda batas.

b. Pembuatan larutan pati

Larutan pati dibuat dengan cara menimbang pati biji durian dan biji nangka sebanyak 5 gram dilarutkan dalam 100 mL aquades di dalam gelas kimia, kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 25 menit dengan cara pemanasan di atas hotplate pada suhu 80°C sampai terbentuk larutan homogen.

c. Pembuatan larutan kitosan 3%, 4% dan 5%

Larutan kitosan 3% (v/v) dibuat dengan cara menimbang sebanyak 3 gram kitosan dan dimasukkan ke dalam gelas piala 250 mL. Selanjutnya dilarutkan dalam asam asetat 1% (v/v) sampai volume 100 mL, kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 25 menit dengan cara pemanasan di atas hot plate pada suhu 80°C sampai terbentuk larutan homogen dan membentuk larutan kental. Perlakuan pembuatan larutan kitosan diulangi untuk konsentrasi kitosan 4% (v/v) dan 5% (v/v).

4. Pembuatan bioplastik

Pembuatan bioplastik dilakukan dengan cara mencampurkan larutan pati 5% (b/v) (larutan yang dibuat pada prosedur b) dengan larutan kitosan 3% (b/v) (larutan yang dibuat pada prosedur c). Kemudian ditambahkan larutan gliserol sebanyak 25% dari berat pati ke dalam larutan pati-kitosan yaitu sebanyak 1,25 mL. Setelah itu, larutan bioplastik dihomogenkan menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 80°C dengan putaran 600 rpm, selama 25 menit. Perlakuan diulangi pada variasi konsentrasi kitosan 4%, 5% dan 0% (tanpa penambahan kitosan) untuk mengetahui pengaruh penambahan kitosan terhadap bioplastik dan dilakukan sebanyak tiga kali (triplo).

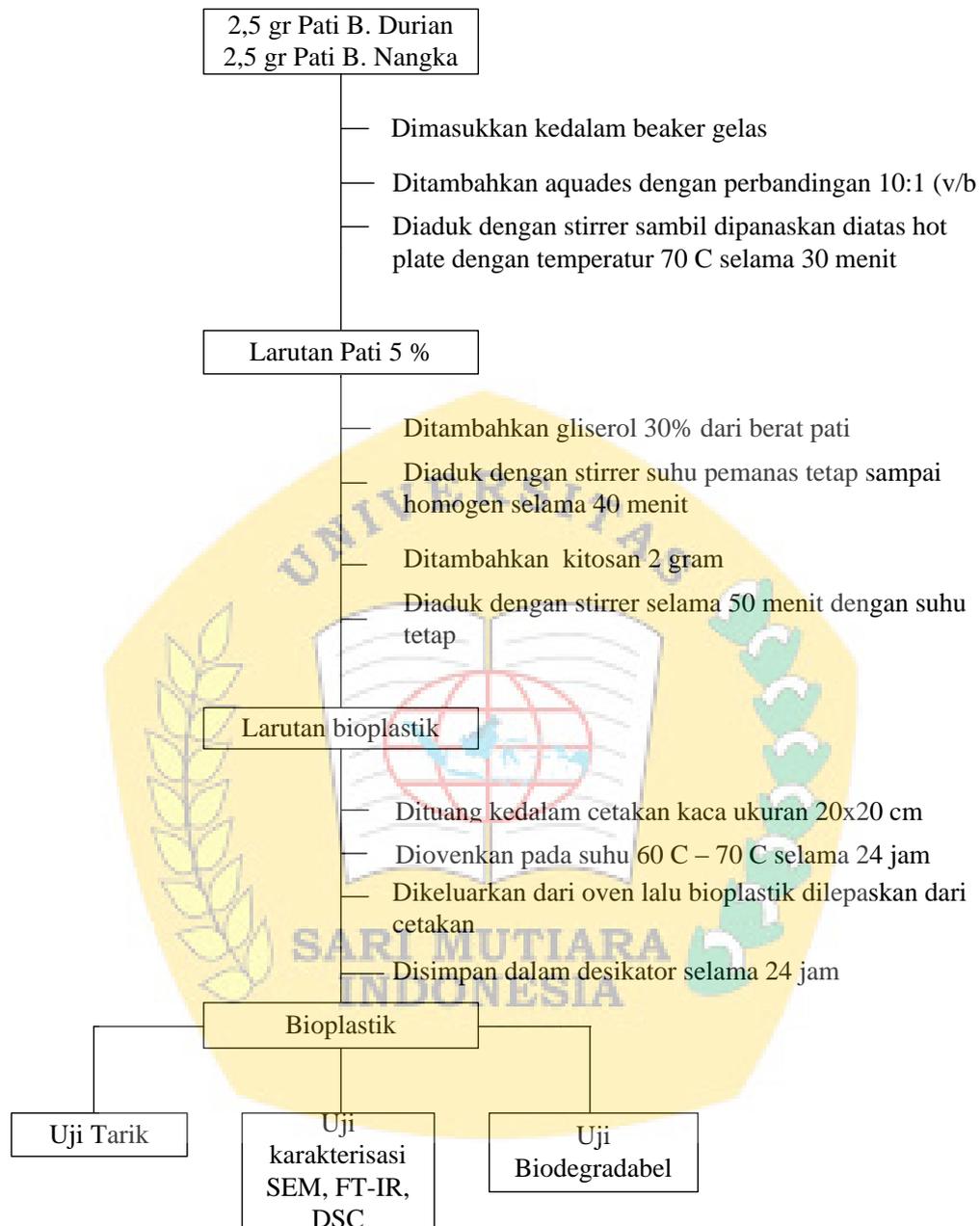
5. Pencetakan bioplastik

Campuran bioplastik dituang ke dalam cetakan kaca berukuran 20×20 cm. Selanjutnya dikeringkan menggunakan oven pada suhu 50°C s/d 70°C selama

24 jam. Setelah itu cetakan dikeluarkan dari oven dan didinginkan dalam suhu kamar. Bioplastik yang terbentuk dikelupas dari cetakan kemudian disimpan dalam wadah kedap udara. Lembar bioplastik selanjutnya diuji karakteristiknya yang meliputi, uji ketebalan, kuat tarik, persen pemanjangan, penyerapan air dan analisis gugus fungsi menggunakan alat FTIR.



3.4. Bagan Penelitian



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Hasil Pembuatan Bioplastik

Penelitian telah dilakukan pembuatan film plastik *biodegradable* dengan bahan dasar dari pati biji duran dan pati biji nangka. Dengan memanaskan pati yang dicampur dengan aquades dan ditambahkan dengan kitosan dan gliserol sampai pada suhu 80-95 °C. Kemudian dimasukkan kedalam plat kaca dengan ukuran 20 x 20 cm. Lalu dioven pada suhu 70 °C selama 24 jam. Kemudian dimasukkan di dalam silikagel selama 12 jam. Untuk melarutkan bubuk kitosan menggunakan asam asetat 1%, hal ini dikarenakan bubuk kitosan dapat larut dalam larutan asam asetat. Fungsi penambahan kitosan pada penelitian ini yaitu karena pati berasal dari bahan alam yang mudah terkena jamur dan bakteri sehingga dibutuhkan penambahan kitosan, dimana kitosan berfungsi sebagai antimikroba yang dapat menghambat pertumbuhan jamur dan mikroorganisme. Sedangkan fungsi penambahan gliserol yaitu agar plastik *biodegradable* yang dihasilkan fleksibel/tidak kaku.

Pada penelitian ini membuat 1 sampel dengan 2 variasi. Pertama variasi kitosan sebanyak 5 sampel, dengan variasi 0.5 gr, 1 gr, 1.5 gr, 2 gr, dan 2,5 gr. Sedangkan untuk variasi gliserol 5 sampel yaitu 30% , 45% , 55% , 65% , dan 75% . Plastik *biodegradable* telah dibuat film plastik untuk variasi pati - gliserol – kitosan (5:65% dan kitosan 2 gram) yaitu plastiknya terlihat sedikit yang retak. Dari hasil pembuatan plastik *biodegradable* untuk variasi kitosan 5 sampel, hasil menunjukkan bahwa 0.5 gr, 1 gr, dan 1,5 gr ada beberapa bagian dari sampel terjadi keretakan sedangkan 2 gr hanya sedikit yang retak. Hasil dapat terlihat pada gambar 4.3 untuk variasi kitosan.



Gambar 4.1. Film Bioplastik (biodegradabel)

Pembuatan plastik *biodegradable* untuk variasi pati, hasil menunjukkan bahwa 0,5gr, 1gr, 1,5gr terlihat banyak yang retak sangat tipis dan tidak halus. Untuk penambahan kitosan 2 gr tidak ada bagian yang retak dan permukaannya lebih halus dibandingkan dengan sampel lainnya. Untuk sampel dengan penambahan 2,5 gr bagian permukaannya kasar dan tidak halus.

Menurut Kristian, 2015 Interaksi hidrogen pada molekul-molekul amilosa, amilopektin, kitosan dan gliserol dalam plastik *biodegradable* sebagai berikut:



Gambar 4.2 Interaksi Hidrogen Pada Molekul-Molekul Amilosa, Amilopektin, Kitosan dan Gliserol dalam Plastik *Biodegradable*

Keterangan:

- Amilopektin
- Amilosa
- Gliserol
- Kitosan

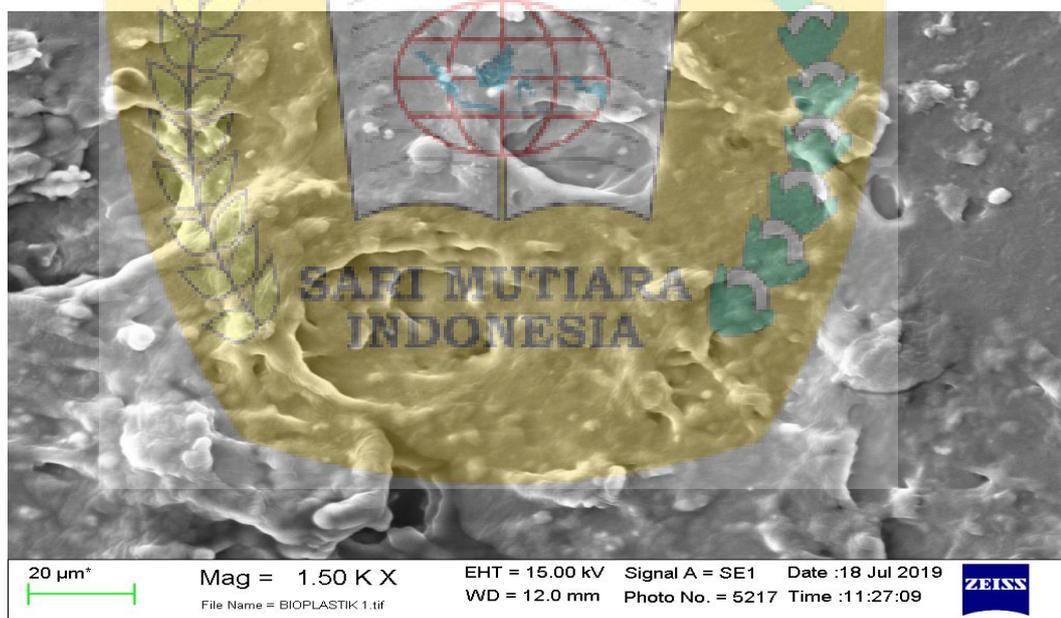
Gambar 4.2 menunjukkan interaksi hidrogen pada molekul-molekul amilosa, amilopektin, kitosan dan gliserol dalam plastik *biodegradable* dimana gliserol mempunyai rumus kimia $C_3H_5(OH)_3$, Kitosan memiliki gugus amino (NH_2) yang relatif lebih banyak dibandingkan kitin. Sedangkan pada pati terdapat amilosa dan amilopektin. Atom H dan O-H pada amilosa dan amilopektin saling berikatan dengan ikatan hidrogen pada gliserol sedangkan kitosan membentuk ikatan hidrogen, sehingga membentuk plastik *biodegradable*.

4.2. Hasil Uji Morfologi

Uji morfologi meliputi uji SEM, FT-IR, dan DSC, yaitu sebagai berikut:

4.2.1. Hasil uji SEM

Uji morfologi bioplastik secara langsung ditunjukkan dengan SEM (Scanning Elektron Microscope). Bioplastik yang diuji adalah bioplastik dengan penguat alami kitosan sebanyak 2 gram. Hasil uji SEM ditunjukkan pada Gambar 4.3.



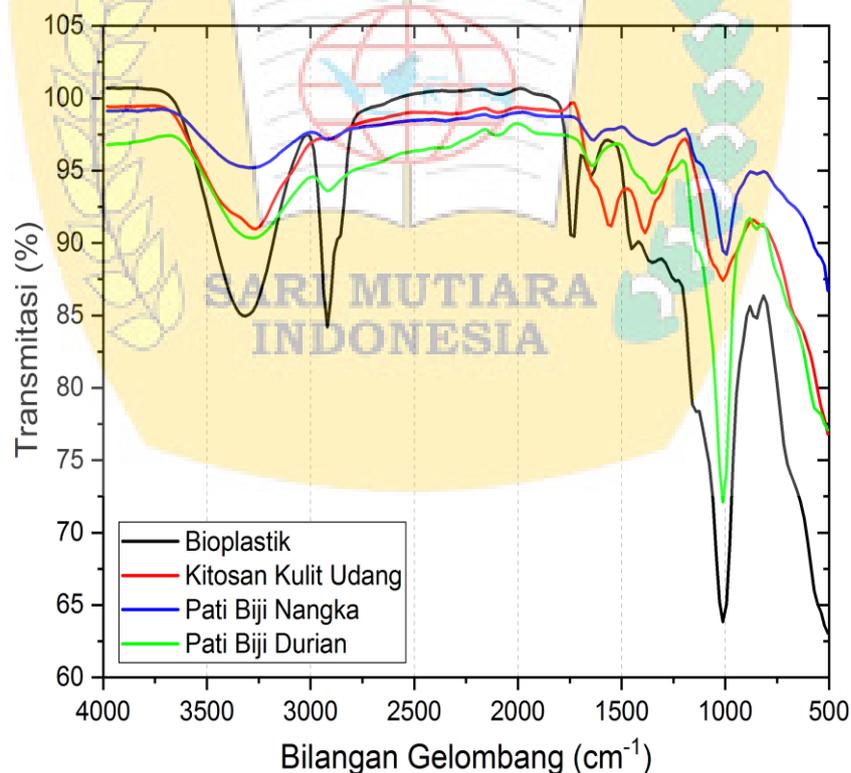
Gambar 4.3. Hasil SEM Bioplastik dengan penguat kitosan 2 gram

Berdasarkan hasil uji SEM, diperoleh hasil untuk variasi kitosan, didapatkan penampakan struktur mikro terbaik yaitu pada penambahan kitosan 2 gram. Karena ukuran butiran lebih kecil dibandingkan sampel lainnya. Hal ini disebabkan campuran bahan yang lebih homogen. Hal ini juga didukung oleh

penampakkan secara fisik plastik terbaik yaitu permukaan plastik lebih halus dibandingkan dengan sampel lainnya. Semakin kecil ukuran diameter butiran maka struktur mikro plastik *biodegradable* semakin baik.

4.2.2. Hasil Uji FT-IR

Bahan yang dianalisis dengan pengujian FT-IR adalah Pati biji durian, pati biji nangka, kitosan dan film bioplastik (biodegradabel). Pengujian FT-IR digunakan untuk mengetahui gugus senyawa yang terdapat dalam pati biji durian, biji nangka sebagai matriks dan kitosan sebagai penguat alami dalam film plastik. Spektrum FT-IR dari pati biji durian, pati biji nangka, kitosan dan film bioplastik(biodegradabel) ditunjukkan pada **Gambar 4.4**. Dari gambar 4.4 sumbu X menunjukkan panjang gelombang serapan (cm^{-1}) dan sumbu Y menunjukkan % transmisi.



Gambar 4.4. Spektrum FT-IR dari pati biji durian, pati biji nangka, kitosan dan film bioplastik(biodegradabel).

Tabel 4.1. Bilangan gelombang bioplasti, pati biji durian, pati biji nangka dan kitosan.

Sampel	Bilangan Gelombang	Gugus Fungsi
Bioplastik	3317.03	OH alkohol
	2919.28	CH alkana
	1736.95	C=O karbonil
	1010.29	C-O ester
Pati Biji Durian	3278.60	OH
	2917.71	-CH Alifatis
	2102.53	C=C
	1640.65	C=C
	1344.58	CH ₃
	1010.12	C-O
Pati Biji Nangka	3282.92	OH
	2918.97	-CH Alifatis
	1637.40	C=C
	1347.90	CH ₃
Kitosan	1000.03	C-O
	3268.62	OH
	1555.86	C=C
	1386.75	CH ₃
	1011.62	CO

Analisis gugus ujung plastik biodegradable dari pati biji durian dan pati biji nangka ditunjukkan melalui diagram berikut. Terlihat bahwa O-H karboksil yang terdapat pada bilangan gelombang 331703-an nm puncaknya semakin melebar seiring dengan bertambahnya gliserol. Hal ini menunjukkan, bahwa intensitas O-H yang dilewatkan semakin menurun. Demikian juga yang terjadi pada puncak-puncak lain, yaitu C=O karbonil di 1736.95-an nm, C-O ester di 1000-1150 nm, C-H alifatik di bilangan gelombang 2800- 2950 nm, serta O-H alkohol di bilangan gelombang 3700-3780 nm.

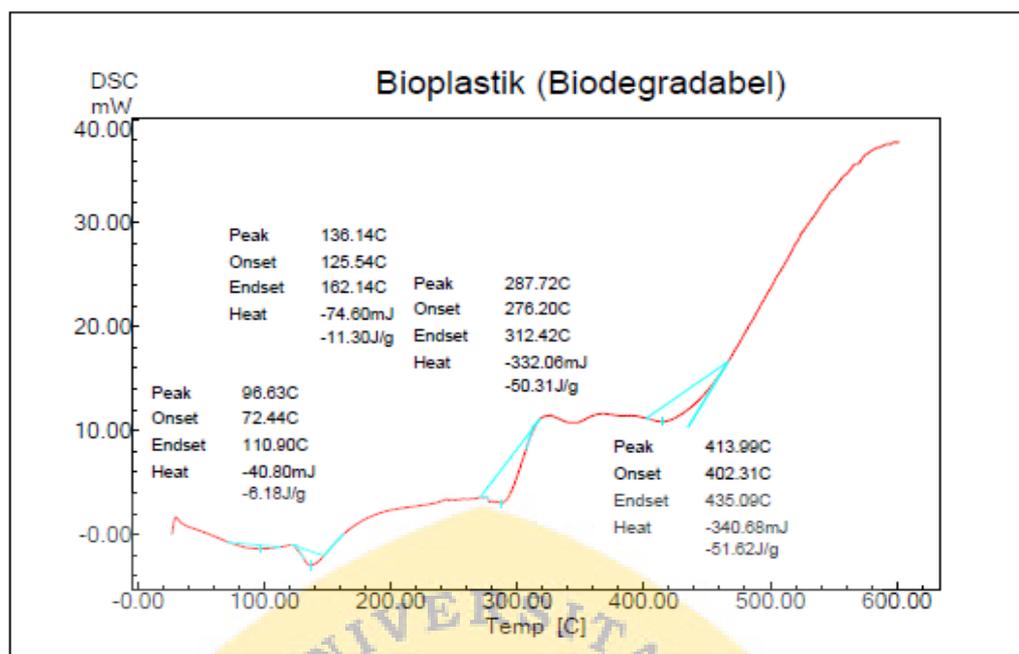
Pelebaran puncak dan berkurangnya intensitas gugus yang dilewatkan menunjukkan bahwa masing-masing komponen dengan gugus fungsinya mengalami interaksi yang semakin baik sehingga semakin menghilangkan gugus fungsi aktif yang sebelumnya masih ada pada pati, gliserol, dan kitosan. Intensitas yang semakin berkurang disebabkan oleh jumlah gugus OH dari gliserol dalam plastik yang semakin berkurang.

Darni dan Herti (2010) menyatakan, bahwa adanya gugus fungsi C=O karbonil dan ester (COOH) pada plastik yang disintesis mengindikasikan plastik tersebut memiliki kemampuan biodegradabilitas. Hal ini disebabkan karena baik C=O karbonil maupun C-O ester merupakan gugus-gugus yang bersifat hidrofilik. Kemampuan kedua gugus tersebut dalam mengikat molekul-molekul air yang berasal dari lingkungan mengakibatkan mikroorganisme yang dapat memasuki matriks plastik juga semakin banyak seiring dengan semakin tingginya intensitas gugus-gugus yang bersifat hidrofilik.

4.2.3. Hasil Uji *Differential Scanning Calorimetry* (DSC)

Sifat termal bioplastik ditentukan dengan metode *Differential Scanning Calorimetry* (DSC) dimana sampel uji akan dipanaskan mulai dari suhu ruang sampai 500 °C dengan kecepatan pemanasan 10 °C/menit. Hasil analisa ini akan memberikan informasi berupa titik transisi kaca (T_g), titik kristalisasi (T_c), titikleleh (T_m) dan titik dekomposisi (T_d) melalui grafik hubungan antar parameter suhupemanasan (oC) pada sumbu-x terhadap energi kalor yang diberikan permenit (mW) pada sumbu-y ditampilkan pada Gambar 4.10

Hasil pengujian dengan DSC film bioplastik (biodegradabel) menunjukkan adalah amorf dan semikristal perubahan kondisitermalnya yang ditunjukkan oleh puncak – puncak yang dihasilkan oleh alat DSC yaitu puncak lembah dan puncak bukit. Dimana perubahan puncak - puncak oleh DSC ini terjadi akibat perubahan dan reaksi kimia yang diikuti oleh perubahan suhu pada sampel uji. Reaksi-reaksi kimia yang terjadi pada alat DSC yaitu reaksi eksotermik dan endotermik.



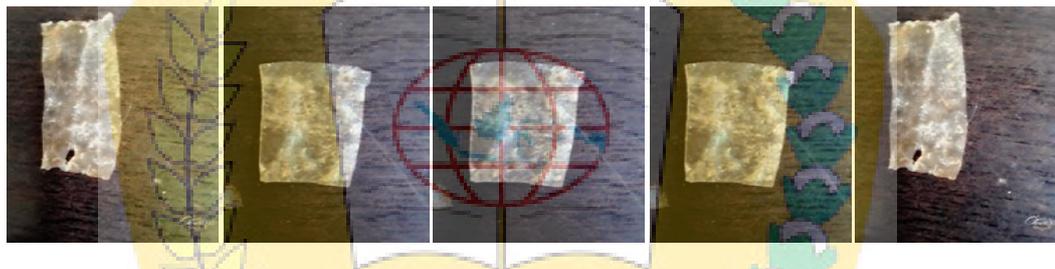
Gambar 4.5 Analisis Termal (DSC) Bioplastik (*biodegradabel*)

Berdasarkan hasil pengujian DSC, pada Gambar 4.5 menunjukkan hasil analisis sifat termal film bioplastik adalah amorf diberikan oleh puncak maksimum pertama untuk proses perubahan termal material absorber (bioplastik) yang diawali pada suhu 72,44°C-110,90°C menghasilkan puncak 96,63 °C. Titik kristalisasi (T_c) dimana polimer berbentuk kristal pada suhu 136,14°C kemudian terjadi proses endotermik dimana komposisi material absorber mulai menyerap panas dengan besar energi kalor yang diserap yaitu 74,60 Joule. Pada proses endotermik material absorber mengalami perubahan bentuk (deformasi) bersifat karet pada titik transisi kaca (T_g) sebesar 287,72°C melepaskan kalor yaitu 332,06 joule. Setelah itu, terbentuk puncak tertinggi maksimum pada suhu 312,42°C – 435,09°C dimana pada suhu tersebut material absorber sudah mengalami proses eksotermik yang mana material mulai mengeluarkan panas sebesar 30,68 Joule sehingga terjadi perubahan fisika dan kimia. Hasil data yang diperoleh menginformasikan pada suhu 136,14°C merupakan titik leleh (T_m) material absorber tersebut yang merupakan suhu batas material menahan panas luar yang diberikan. Sedangkan pada suhu 312,42°C material absorber tersebut mulai rusak dan terbakar menjadi abu. Pada titik tersebut merupakan dekomposisi material absorber.

4.3. Hasil Uji Biodegradabilitas

Tujuan pengujian biodegradabilitas adalah untuk mengetahui berapa lama bioplastik terdegradasi sehingga dapat diperkirakan bioplastik terurai. Uji biodegradabilitas dilakukan dengan *soil burial test*. Sampel bioplastik dikubur didalam tanah. Kemudian bioplastik yang dikubur didalam tanah ditimbang setiap 3 hari.

Pengujian biodegradabilitas ini dilakukan pada sampel bioplastik hasil mekanik yang terbaik dari penguat alami kitosan dan gliserol. Ukuran sampel film bioplastik yang dikubur kedalam tanah yaitu 3,2 x 1 cm. Seperti pada gambar 4.6. Tanah yang digunakan adalah tanah hitam. Pengujian dilakukan pada 5 buah sampel film bioplastik. Fraksi massa bioplastik ditimbang setiap 3 hari selama 15 hari. Gambar 4.7. Gambar pengujian biodegradabilitas dengan metode *soil burial test*.



Gambar 4.6. Bioplastik ukuran 3,2 x 1 dan 2,5 x 2



Gambar 4.7. Uji biodegradabilitas dengan metode soil burial test

Sebelum dikubur kedalam tanah, bioplastik terlebih dahulu ditimbang. Kemudian tiap tiga hari sampel dikeluarkan dari dalam tanah untuk ditimbang dalam keadaan kering. Persamaan yang digunakan fraksi berat residual.

$$\% \text{ berat residual} = 100\% \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100\%$$

Keterangan :

W_1 = massa sampel pada hari ke – 0 (mg)

W_2 = massa sampel pada hari ke 3, 6, 9, 12, 15 (mg)

Tabel 4.2. Hasil Uji Biodegradabilitas Bioplastik dengan penguat alami kitosan 2 gram.

Sampel Bioplastik (<i>biodegradabel</i>)		
Hari	Massa sebelum	Massa sesudah
3	0,1368 gram	0,923 gram
6	0,1867 gram	0,575 gram
9	0,1670 gram	0,254 gram
12	0,2095 gram	0,97 gram
15	0,2357 gram	0 gram

Berdasarkan hasil uji tersebut, diketahui bahwa untuk bioplastik dengan gliserol, kemampuan biodegradasi plastik semakin meningkat seiring dengan peningkatan jumlah kitosan yang ditambahkan. Setelah uji biodegradabilitas, plastiknya berlubang yang akan berpengaruh pada matrix polimer dan mengakibatkan plastik menjadi rapuh. Kitosan mempunyai kemampuan untuk mengikat kelembaban kedalam tanah, sehingga dalam penelitian ini, plastik yang dihasilkan lebih cepat terdegradasi.

4.3. Hasil Uji Sifat Mekanik Bioplastik (*Biodegradabel*)

Tujuan uji sifat mekanik adalah mengetahui karakteristik sifat mekanik bioplastik pati biji durian dan pati biji nangka/kitosan. Berikut ini adalah hasil pengujian sifat mekanik yang dilakukan.

4.3.1 Kuat Tarik

Uji kuat tarik merupakan pengujian yang dilakukan untuk mengetahui kemampuan bioplastik dalam menahan beban atau gaya mekanis vertikal yang diberikan sampai terjadinya rusak atau putus dimana pengujian kuat tarik menggunakan *Universal Testing Machine* (UTM). Dari hasil penelitian yang dilakukan bahwa kondisi optimum diperoleh nilai kuat tarik yang optimum pada komposisi bioplastik (5:65%:2 gram kitosan) yaitu 27,91 Mpa.

4.3.2 Perpanjangan Putus (Elongasi)

Uji perpanjangan putus (*elongation at break*) merupakan bagian dari pengujian kuat tarik, pengujian ini dilakukan untuk mengetahui seberapa panjang perenggangan bioplastik setelah mengalami gaya penarikan sebelum dan sesudah mengalami perputusan. Dari hasil penelitian yang dilakukan memiliki tingkat persentase perpanjangan putus tertinggi pada komposisi film bioplastik (5:65%:2 gram kitosan) sebesar 515,82%.



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

1. Telah dilakukan pembuatan film bioplastik berbasis pati biji durian dan pati biji nangka dengan penguat alami kitosan kulit udang sebagai aplikasi plastik biodegradabel menggunakan metode melt intercalation tanpa menggunakan bahan kimia lainnya.
2. Pada penelitian diperoleh film bioplastik (*biodegradabel*) dengan penguat alami kitosan kulit udang menghasilkan bioplastik yang optimum yaitu variasi ke 4 (5:65%:2) pati:gliserol:kitosan memiliki sifat fisik yang baik dengan nilai uji tarik yaitu 27,91 Mpa, perpanjangan elongasi sebesar 515,82%.
3. Pengujian uji morfologi film bioplastik (biodegradabel), dimulai dari uji SEM menampilkan plastik terbaik berdasarkan struktur mikro yaitu 5:65% yang berisi kitosan 2 gram, untuk uji FT-IR yang mana gugusnya terdapat ikatan C=O dan C-O-C yang memiliki sifat mudah terdegradasi. Sifat termal DSC dengan titik leleh 287,72⁰C. Telah memenuhi standar SNI 7188.7:2016 ecoplastik

5.2. Saran

Adapun saran yang diberikan untuk penelitian selanjutnya yaitu:

1. Melakukan uji biodegradabel agar diketahui berapa lama waktu bioplastik terdegradasi dalam tanah.
2. Melakukan variasi suhu pada saat pemanasan larutan bioplastik.