

**LAPORAN PENELITIAN**  
**PENGARUH SUHU POLIMERISASI POLI ASAM LAKTAT PADA METODE *RING OPENING***  
***POLYMERIZATION* DENGAN MENGGUNAKAN KATALIS Sn/BT-METHANOL**

**TUGAS AKHIR**

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh Gelar**

**Diploma Empat (D-IV)**

**Program Studi Teknologi Kimia Industri**



**Disusun Oleh :**

**Ayu Nengsih (1511008)**

**Fauziah My Sarah (1511048)**

**KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN REPUBLIK INDONESIA**

**SEKOLAH TINGGI MANAJEMEN INDUSTRI JAKARTA**

**PROGRAM STUDI TEKNOLOGI KIMIA INDUSTRI**

**2015**

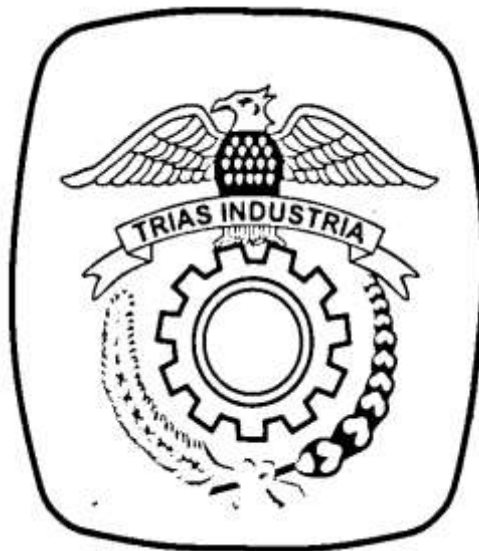
**LAPORAN PENELITIAN**  
**PENGARUH SUHU POLIMERISASI POLI ASAM LAKTAT PADA METODE *RING OPENING***  
***POLYMERIZATION* DENGAN MENGGUNAKAN KATALIS Sn/BT-METHANOL**

**TUGAS AKHIR**

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh Gelar**

**Diploma Empat (D-IV)**

**Program Studi Teknologi Kimia Industri**



**Disusun Oleh :**

**Ayu Nengsih (1511008)**

**Fauziah My Sarah (1511048)**

**KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN REPUBLIK INDONESIA**

**SEKOLAH TINGGI MANAJEMEN INDUSTRI JAKARTA**

**PROGRAM STUDI TEKNOLOGI KIMIA INDUSTRI**

**2015**

**LEMBAR PERSETUJUAN DOSEN PEMBIMBING  
SEKOLAH TINGGI MANAJEMEN INDUSTRI  
KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN RI**

**JUDUL** : PRA RANCANGAN PABRIK FURFURAL  
DARI  
SEKAM PADI DENGAN KAPASITAS  
PRODUKSI  
6.500 TON/TAHUN

**DISUSUN OLEH** :  
**NAMA/NIM** : GUSTURIANI MAULIDINA (1511041)  
NITA KHUSNUL HOTIMAH (1511042)

**PROGRAM STUDI** : TEKNOLOGI KIMIA INDUSTRI

Telah diperiksa dan disetujui untuk diajukan serta dipertahankan dalam sidang tugas akhir Sekolah Tinggi Manajemen Industri Kementerian Perindustrian RI

Ketua Program Studi  
Teknologi Kimia Industri

Dosen Pembimbing

**DR. Ir. Gatot Ibnu Santosa, DEA**  
NIP. 195105021980031003

**DR. Ir. Gatot Ibnu Santosa, DEA**  
NIP. 195105021980031003

**LEMBAR PERSETUJUAN DOSEN PEMBIMBING  
SEKOLAH TINGGI MANAJEMEN INDUSTRI  
KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN RI**

**JUDUL** : EKSTRAKSI MINYAK JAHE  
MENGUNAKAN  
TEKNIK HIDRODISTILASI DAN FLUIDA  
KARBONDIOKSIDA SUPERKRITIK

**DISUSUN OLEH** :  
**NAMA/NIM** : GUSTURIANI MAULIDINA (1511041)  
NITA KHUSNUL HOTIMAH (1511042)

**PROGRAM STUDI** : TEKNOLOGI KIMIA INDUSTRI

Telah diperiksa dan disetujui untuk diajukan serta dipertahankan dalam sidang tugas akhir Sekolah Tinggi Manajemen Industri Kementerian Perindustrian RI

Ketua Program Studi  
Teknologi Kimia Industri

Dosen Pembimbing

**DR. Ir. Gatot Ibnu Santosa, DEA**  
NIP. 195105021980031003

**Sakri Widhianto, S.Teks., M.M**  
NIP. 195303171978031001

**LEMBAR PERSETUJUAN DOSEN PEMBIMBING  
SEKOLAH TINGGI MANAJEMEN INDUSTRI  
KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN RI**

**JUDUL** : PRA RANCANGAN PABRIK ETILEN OKSIDA  
BERKAPASITAS 4.000 TON/TAHUN  
MENGUNAKAN PROSES OKSIDASI  
LANGSUNG DENGAN UDARA

**DISUSUN OLEH** :  
**NAMA/NIM** : AYU NENGSIH (1511008)  
FAUZIAH MY SARAH (1511048)

**PROGRAM STUDI** : TEKNOLOGI KIMIA INDUSTRI

Telah diperiksa dan disetujui untuk diajukan serta dipertahankan dalam sidang tugas akhir Sekolah Tinggi Manajemen Industri Kementerian Perindustrian RI

Ketua Program Studi  
Teknologi Kimia Industri

Dosen Pembimbing

**DR. Ir. Gatot Ib nusantosa, DEA**  
NIP. 195105021980031003

**Dr. Ir. Agus Mundiyo no**  
NIP. 195403281982031003

**LEMBAR PERSETUJUAN DOSEN PEMBIMBING**  
**SEKOLAH TINGGI MANAJEMEN INDUSTRI**  
**KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN RI**

**JUDUL** : PENGARUH SUHU POLIMERISASI POLI  
ASAM  
LAKTAT PADA METODE *RING OPENING*  
*POLYMERIZATION* DENGAN  
MENGUNAKAN KATALIS Sn/BT-  
*METHANOL*

**DISUSUN OLEH** :  
**NAMA/NIM** : AYU NENGSIH (1511008)  
FAUZIAH MY SARAH (1511048)

**PROGRAM STUDI** : TEKNOLOGI KIMIA INDUSTRI

Telah diperiksa dan disetujui untuk diajukan serta dipertahankan dalam sidang tugas akhir Sekolah Tinggi Manajemen Industri Kementerian Perindustrian RI

Ketua Program Studi  
Teknologi Kimia Industri

Dosen Pembimbing

**DR. Ir. Gatot Ibnu Santosa, DEA**  
NIP. 195105021980031003

**DR. Ir. Gatot Ibnu Santosa, DEA**  
NIP. 195105021980031003

## **KATA PENGANTAR**

Alhamdulillah dengan penuh rasa syukur penulis berhasil menyelesaikan penyusunan laporan setelah melakukan penelitian selama kurang lebih 4 bulan di Pusat Penelitian Kimia – Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia. Laporan ini dibuat sebagai persyaratan untuk memenuhi tugas akhir yang merupakan salah satu syarat memperoleh gelar sarjana sains terapan di Jurusan Teknologi Kimia Industri Sekolah Tinggi Manajemen Industri – Kementerian Perindustrian RI.

Pada kesempatan ini, penulis ingin mengucapkan terima kasih sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah membantu, membimbing, serta mendukung dalam keseluruhan kegiatan penelitian dan penyusunan laporan ini, terutama kepada :

1. Allah SWT karena telah mengabulkan doa-doa penulis untuk bisa menjalani penelitian dan menyusun laporan ini;
2. Orangtua, kakak dan adik penulis yang selalu mendoakan dan mendukung untuk terus semangat dalam melakukan penelitian dan menyusun laporan ini;
3. Bapak Drs. Achmad Zawawi, MA, MM. selaku Ketua Sekolah Tinggi Manajemen Industri Kemenperin RI;
4. Dr. Ir. Gatot Ibnusantosa, DEA., selaku pembimbing sekaligus ketua jurusan Teknologi Kimia Industri, Sekolah Tinggi Manajemen Industri;
5. Dr. Yenny Meliana selaku pembimbing Penelitian di Pusat Penelitian Kimia – Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia;
6. Pembimbing lapangan Ibu Mamik, Ibu Yuli, Ibu Evi, Pak Ghozali, Ibu Indri, Mba Alen, Mba Melati, Pak Agus, Pak Jodi, Pak Dadi dan Mba Mia yang tetap rela mengorbankan waktunya untuk membimbing meskipun memiliki kewajiban pekerjaan sendiri dikantornya;
7. Rekan – rekan Penelitian grup polimer, Doni, Shihab, Zulfikar, dan Maul yang menjadi rekan diskusi selama Penelitian.

8. Rekan – rekan Penelitian di LIPI Kimia, Vita, Ayu, Vivin, Nita, Ian, Ami , Rina, Yanuar, Daniel yang selalu bersedia membantu mengumpulkan data.
9. Rekan – rekan Teknologi Kimia Industri angkatan 2011 yang turut mendukung dan memberi semangat selama pelaksanaan Penelitian berlangsung, dan
10. Semua pihak yang telah membantu yang tidak dapat disebutkan satu per satu.

Penulis menyadari bahwa penulisan laporan penelitian ini masih jauh dari kesempurnaan. Untuk itu dengan segala kerendahan hati penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun demi kesempurnaan laporan ini. Penulis mengharapkan laporan ini dapat menjadi kontribusi yang bermanfaat bagi semua pihak.

Jakarta, 04 Juni 2015

Penulis

## DAFTAR ISI

KATAPENGANTAR.....	i
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xii
ABSTRAK.....	xiii
BAB I PENDAHULUAN.....	I-1
1.1 Latar Belakang.....	I-1
1.2 Rumusan Masalah.....	I-3
1.3 Batasan Masalah.....	I-3
1.4 Tujuan Penelitian.....	I-3
1.5 Manfaat Penelitian.....	I-4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	II-1
2.1 Asam Laktat.....	II-1
2.2 Laktida.....	II-2
2.3 Polimerisasi.....	II-4
2.4 Polimerisasi Pembukaan Cincin ( <i>Ring Opening Polymerization</i> ).....	II-5
2.5 Katalis Sn/BT-Methanol.....	II-8
2.6 BET (Brunauer-Emmet-Teller).....	II-11
2.7 XRD (X-Ray Diffraction).....	II-11
2.8 FTIR (Fourier Transform Infra Red).....	II-13
2.9 Viskositas.....	II-15
2.10 Penentuan Massa Molekul.....	II-16
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	III-1
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	III-1
3.2 Variabel.....	III-1
3.2.1 Variabel Tetap.....	III-1
3.2.2 Variabel Berubah.....	III-1
3.3 Alat dan Bahan yang Digunakan.....	III-1

3.3.1	Alat.....	III-1
3.3.2	Bahan .....	III-3
3.4	Alur Penelitian.....	III-3
3.4.1	Preparasi Katalis <i>Sn/BT-Methanol</i> .....	III-4
3.4.2	Prepolimerisasi Asam Laktat .....	III-5
3.4.3	Ring Opening Polymerization.....	III-6
3.4.4	Karakterisasi Poly Lactic Acid .....	III-6
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....		IV-1
4.1	Prepolimerisasi .....	IV-1
4.2	Polimerisasi .....	IV-2
4.3	Analisa BET .....	IV-3
4.4	Analisa XRD (X-Ray Diffraction) .....	IV-4
4.5	Analisa Fourier Transform Infra Red (FTIR).....	IV-5
4.5.1	<i>Overlay</i> Spektrum IR PLA Suhu Polimerisasi 100°C (PLA K).....	IV-6
4.5.2	<i>Overlay</i> Spektrum IR PLA Suhu Polimerisasi 120°C (PLA L).....	IV-8
4.5.3	<i>Overlay</i> Spektrum IR PLA Suhu Polimerisasi 156°C (PLA M).....	IV-11
4.5.4	<i>Overlay</i> Spektrum IR PLA Suhu Polimerisasi 164°C (PLA N).....	IV-13
4.6	Viskositas dan Bobot Molekul .....	IV-15
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....		V-2
5.1	Kesimpulan.....	V-2
5.2	Keterbatasan .....	V-2
5.3	Saran.....	V-2
DAFTAR PUSTAKA .....		VI-1
LAMPIRAN.....		L-1

## DAFTAR TABEL

Tabel I Sifat Fisika dari Laktida.....	II-2
Tabel II Hasil Analisa BET Sn/BT- <i>Methanol</i> .....	IV-3
Tabel III <i>Refined Peak List Sn/BT-Methanol</i> .....	IV-4
Tabel IV Waktu Laju Alir Etil Asetat.....	IV-15
Tabel V Viskositas instrinsik macam-macam PLA .....	IV-17
Tabel VI Hasil Perhitungan Massa Molekul PLA Berdasarkan Waktu Polimerisasi .....	IV-17
Tabel VII Waktu Laju alir etil asetat.....	L-1
Tabel VIII Waktu Laju alir PLA K dengan Variasi Konsentrasi.....	L-1
Tabel IX Waktu Laju alir PLA L dengan Variasi Konsentrasi .....	L-3
Tabel X Waktu Laju alir PLA M dengan Variasi Konsentrasi .....	L-5
Tabel XI Waktu Laju alir PLA N dengan Variasi Konsentrasi .....	L-6

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1 Struktur Kimia Asam Laktat .....	II-1
Gambar 2 Tiga Struktur dari Laktida (3,6-dimetil-1,4-dioksan-2,5-dion).....	II-2
Gambar 3 Produksi dari PLA dengan massa molekul tinggi melalui prepolimer dan laktida .....	II-6
Gambar 4 Diagram Reaksi Tanpa dan Dengan Katalis .....	II-9
Gambar 5 Struktur Molekul Montmorillonit (Othmer, 1964).....	II-10
Gambar 6 Difraksi sinar-X suatu kristal .....	II-12
Gambar 7 Instrumen XRD .....	II-13
Gambar 8 Prinsip Kerja FTIR .....	II-14
Gambar 9 Instrumen FTIR .....	II-15
Gambar 10 Diagram Alir Tahap Penelitian .....	III-4
Gambar 11 Rangkaian Alat Prepolimerisasi .....	IV-2
Gambar 12 Grafik Hasil XRD <i>Sn/BT-Methanol</i> .....	IV-4
Gambar 13 Grafik Hasil XRD <i>Bentonite</i> .....	IV-5
Gambar 14 <i>Overlay</i> Spektrum PLA K (100 °C) .....	IV-6
Gambar 15 <i>Overlay</i> Spektrum PLA L (120 °C) .....	IV-8
Gambar 16 <i>Overlay</i> Spektrum PLA M (156 °C) .....	IV-11
Gambar 17 <i>Overlay</i> Spektrum PLA N (164°C) .....	IV-13
Gambar 18 Grafik antara $\eta_{\text{reduksi}}$ dengan konsentrasi PLA K filtrasi pada pengukuran viskositas .....	IV-16
Gambar 19 Grafik Massa Molekul Berdasarkan Suhu Polimerisasi.....	IV-18
Gambar 20 Grafik $\eta_{\text{reduksi}}$ dengan Konsentrasi PLA K Filtrasi .....	L-2
Gambar 21 Grafik $\eta_{\text{reduksi}}$ dengan Konsentrasi PLA L Filtrasi .....	L-4
Gambar 22 Grafik $\eta_{\text{reduksi}}$ dengan Konsentrasi PLA M Filtrasi .....	L-6
Gambar 23 Grafik $\eta_{\text{reduksi}}$ dengan konsentrasi PLA N Filtrasi .....	L-7

## ABSTRAK

*Poly Lactic Acid* (PLA) menjadi bahan yang menjanjikan sebagai bahan alam terbaru (*renewable resource*) untuk pembuatan plastik. *Poly Lactic Acid* (PLA) adalah polimer *biodegradable* yang paling berkembang dibandingkan jenis-jenis polimer lainnya, sebab polimer ini bersifat termoplastis sehingga mudah dibentuk oleh pemanasan. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh suhu polimerisasi asam laktat terhadap karakteristik polimer *Poly Lactic Acid* (PLA) dari L-asam laktat. *Poly Lactic Acid* (PLA) dibuat dengan menggunakan menggunakan metode *Ring Opening Polymerization* (ROP) yang telah dimodifikasi dengan menggunakan katalis *Sn/BT-Methanol*. *Poly Lactic Acid* (PLA) yang dihasilkan dikarakterisasi dengan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) untuk menganalisa gugus fungsi yang timbul atau hilang, Viskositas *Poly Lactic Acid* (PLA) diukur dengan viskometer Ostwald dan massa molekul berdasarkan persamaan Mark-Houwink. Hasil penelitian menunjukkan bahwa masih terdapatnya kandungan air di laktida yang menandakan bahwa prepolimerisasi tidak berhasil sempurna yang menyebabkan hasil akhirnya (PLA) tidak terbentuk sempurna. Sedangkan massa molekul tertinggi didapatkan dari hasil polimerisasi variasi suhu 164°C yaitu sebesar 76.009,0550 gr/mol.

Kata kunci : *Poly Lactic Acid*, Polimerisasi, *Ring Opening Polymerization*, Sn/BT-Methanol, Massa molekul, viskositas.

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Plastik konvensional merupakan salah satu penemuan dibidang kimia yang menjadikan hidup manusia lebih mudah. Penggunaan plastik konvensional yang semakin meluas disebabkan oleh kelebihan yang dimilikinya, yaitu plastik mudah dibuat dalam berbagai bentuk dan ukuran, mempunyai ketahanan kimia yang tinggi, dapat diatur keelastisannya, murah, dan dapat bertahan untuk waktu yang lama. Namun demikian, kelebihan ini pula yang menjadikan plastik sebagai salah satu polutan yang sangat besar pengaruhnya. Karena murah, orang membuang plastik dengan mudah dan menjadikannya tumpukan sampah yang sulit dihancurkan oleh alam. Plastik sebagai bahan pengemas yang beredar dimasyarakat bahan baku utamanya adalah minyak bumi. Saat ini ketersediaan minyak bumi semakin menipis dan sulit untuk diperbaharui (*non-renewable*).

Setiap tahun kebutuhan plastik akan mengalami peningkatan yang signifikan. Pada tahun 2013 kebutuhan plastik kemasan mencapai 4 juta ton. Kebutuhan ini naik 22,58% dari kebutuhan tahun 2012 (Kementerian Perindustrian, 2014). Oleh sebab itu, diperlukan suatu plastik ramah lingkungan (*biodegradable plastic*) yang digunakan sebagai pengganti plastik konvensional. *Poly Lactic Acid* (PLA) diketahui sebagai salah satu plastik *biodegradable* yang memiliki beberapa aplikasi di dunia industri dalam bentuk plastik, serat, dan lain sebagainya (P. Mainilvarlet, 1997). *Poly lactic acid* menjadi bahan yang menjanjikan sebagai bahan alam terbaru (*renewable resource*) untuk pembuatan plastik. Poli asam laktat (*poly lactic acid*) adalah polimer biodegradabel yang paling berkembang dibandingkan jenis-jenis polimer lainnya sebab polimer ini bersifat termoplastis sehingga mudah dibentuk oleh pemanasan.

PLA tersusun dari monomer-monomer asam laktat yang disatukan secara langsung dari asam laktat (*lactic acid*) maupun secara tidak langsung melalui

pembentukan laktida (dimer asam laktat). Asam laktat adalah senyawa asam hidroksi yang paling sederhana yang memiliki atom karbon asimetris (Proikaki C.S., Tarantili P.A., 2002). PLA memiliki sifat-sifat yang baik, misalnya titik leleh yang tinggi sebesar 180°C, transparan dan biodegradable.

Menurut Averous (2008), sintesis PLA adalah sebuah proses yang terdiri dari beberapa langkah, dimulai dari produksi asam laktat sampai pada tahap polimerisasi. Polimerisasi asam laktat dapat diproduksi melalui tiga metode, yaitu: (1) Polikondensasi langsung (*direct condensation polymerization*); (2) Kondensasi dehidrasi azeotropik (*Azeotropic dehydration condensation*) dan (3) Polimerisasi pembukaan cincin (*Ring Opening Polymerization/ROP*). Reaksi polikondensasi merupakan proses polimerisasi asam laktat secara langsung yang dapat memproduksi poli asam laktat dengan bobot molekul yang rendah (lebih kecil dari  $1.6 \times 10^4$ ) sehingga kurang baik jika digunakan sebagai bahan pengemas. Polikondensasi azeotropik merupakan pengembangan metode polikondensasi konvensional yang diharapkan dapat menghasilkan poli asam laktat dengan ciri yang baik untuk kemasan. Polikondensasi azeotropik menggunakan pelarut organik dan logam sebagai inisiator reaksi polimerisasi. Pada penelitian ini metode polimerisasi yang digunakan adalah metode *Ring Opening Polymerization* (ROP) yang telah dimodifikasi yaitu dilakukan melalui tiga tahapan yaitu polikondensasi asam laktat, depolimerisasi sehingga membentuk dimer siklik dan dilanjutkan dengan polimerisasi pembukaan cincin, sehingga diperoleh PLA dengan massa molekul tinggi. Sifat PLA bermassa molekul adalah tidak berwarna, mengkilap, polimer termoplastik kaku dengan sifat yang mirip dengan polistiren. Dalam penelitian ini variable yang divariasikan adalah suhu polimerisasi pada 100°C, 120°C, 156°C dan 164°C.

Pada banyak kasus *ring opening polymerization* menggunakan logam sebagai katalisnya. Dalam metode ROP ini menggunakan *Sn/BT-Methanol* (*TiIn/Bentonide-Methanol*) sebagai katalisnya. Katalis berbasis Sn digunakan dalam penelitian ini, karena memiliki tiga keuntungan: (1) Katalis berbasis Sn menghasilkan derajat rasemisasi yang rendah pada suhu tinggi (Kricheldorf dan

Serra, 1985). (2) Tingkat keracunannya sangat rendah daripada katalis logam yang lain. (3) Prosedur pemurnian dari PLA telah diketahui dengan baik (Kricheldorf dan Lee, 1995).

Hasil yang diharapkan dari penelitian ini adalah mengetahui suhu optimum menggunakan metode ROP dan bobot molekul dari masing-masing variabel suhu.

## **1.2 Rumusan Masalah**

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah :

1. Metode pembentukan PLA dengan bobot molekul tertinggi?
2. Pada suhu berapa didapatkan bobot molekul PLA yang tinggi?

## **1.3 Batasan Masalah**

Batasan masalah dalam penelitian adalah :

1. Bahan baku yang digunakan adalah *L-lactid acid* komersial dengan kemurnian 91%.
2. *L-lactic acid* akan diproses menjadi *Polylactic Acid* dengan metode *Ring Opening Polymerization (ROP)* dengan menggunakan katalis *Sn-BT/Methanol*.
3. Proses ROP dilakukan dengan variabel yang divariasikan adalah suhu.

## **1.4 Tujuan Penelitian**

Tujuan dalam penelitian ini adalah :

1. Mempelajari proses polimerisasi asam laktat menjadi PLA melalui reaksi *ring-opening polymerization*.
2. Mengetahui bobot molekul tertinggi dari variasi suhu yang telah ditentukan ( $100^{\circ}\text{C}$ ,  $120^{\circ}\text{C}$ ,  $156^{\circ}\text{C}$  dan  $164^{\circ}\text{C}$ ) dalam proses pembentukan PLA menggunakan metode *ring-opening polymerization*.

## 1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ini adalah :

1. Bagi Penulis

Penelitian ini sebagai sarana untuk mengaplikasikan teori-teori dalam bidang teknik kimia yang diperoleh dalam bangku kuliah, sehingga dapat menambah pengetahuan dan wawasan penelitian secara *real* terkait dengan kondisi nyata dalam suatu proses pengolahan.

2. Bagi Pengembangan Ilmu

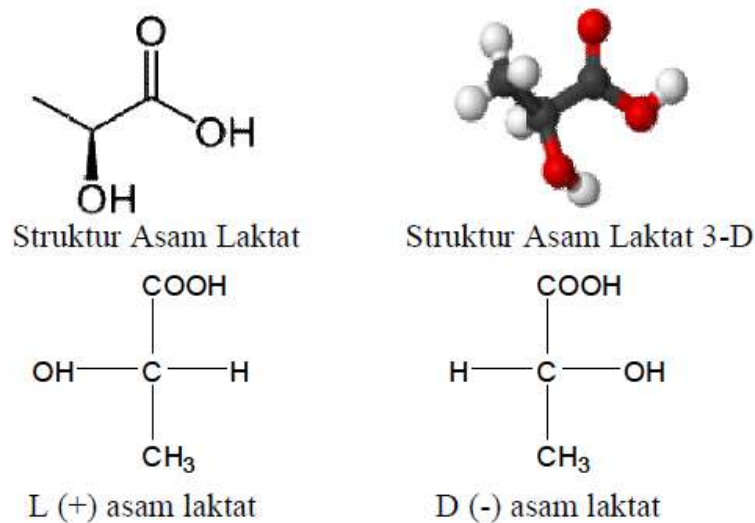
Penelitian ini diharapkan dapat menjadikan sumbangan pustaka dan bahan referensi atau rujukan dalam pembuatan *Poly lactic Acid* dari *Lactid Acid* dengan metode ROP, khususnya bagi penelitian selanjutnya.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Asam Laktat

Asam laktat (asam 2-hidroksi propanoat) merupakan senyawa organik yang dihasilkan dari proses fermentasi karbohidrat oleh mikroorganisme tertentu. Asam ini dikenal pertama kali oleh kimiawan Swedia yang bernama Scheele pada tahun 1780 sebagai komponen asam dari susu. Namun, asam ini pertama kali diproduksi secara komersial oleh Charles E. Avery di Amerika Serikat pada tahun 1881 (Narayanan *et al.* 2003).



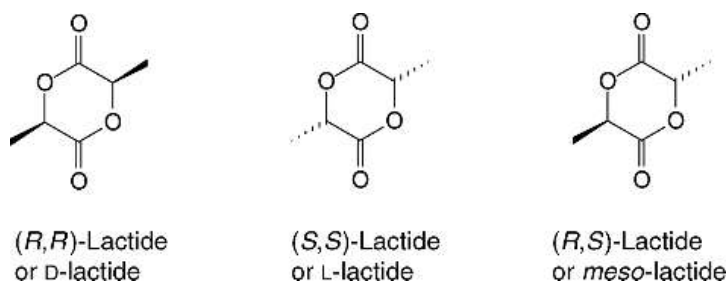
**Gambar 1** Struktur Kimia Asam Laktat

Asam laktat mempunyai dua isomer optik, salah satunya sebagai L (+) asam laktat atau (S)-asam laktat, dan yang lain adalah D (-)-asam laktat atau (R)-asam laktat. L-(+)-asam laktat dapat dipolimerisasi menjadi *poly lactic acid* sebagai bahan dasar plastik *biodegradable*. Asam laktat memiliki sifat fisika antara lain: berbentuk cairan pekat tidak berwarna dan tidak berbau, bersifat higroskopis pada suhu kamar, asam lemah dengan daya penguapan rendah, memiliki massa jenis 1,249 g/cm<sup>3</sup> pada temperatur 4°C dan 15°C, memiliki massa

molekul 90,08 g/mol, memiliki titik beku 16,8°C dan titik didih 122°C (pada tekanan 14 mmHg). Sedangkan sifat kimia asam laktat antara lain: Asam laktat larut dalam eter, alkohol, gliserin dan air. Asam laktat tidak larut dalam kloroform, eter disulfida, dan karbon disulfida (Sa'id, 1987). Asam laktat dapat bereaksi dengan tes iodoform karena mengandung gugus CH<sub>3</sub>-CHOH. Gugus hidroksil dari asam laktat dapat mengalami asetilasi dengan cepat. Destilasi destruktif asam laktat akan menghasilkan asetaldehid dan asam formiat, dengan tes resorsinol asam sulfat akan menunjukkan warna merah, sedangkan dengan FeCl<sub>3</sub> akan memberikan warna kuning (Jennes, dalam Handayani, 2001).

## 2.2 Laktida

Dimer siklik dari asam laktat yang umumnya disebut laktida (3,6-dimetil-1,4-dioksan-2,5-dion). Sifat fisika dari laktida adalah mudah terdehidrasi, Sehubungan dengan dua atom karbon asimetris di dalam molekul, laktida terdapat dalam tiga bentuk berbeda.



**Gambar 2** Tiga Struktur dari Laktida (3,6-dimetil-1,4-dioksan-2,5-dion)

Selain itu, pada tiga struktur diastereoisomer di atas, terdapat juga rasemik dari D-laktida dan L-laktida sebagai *rac*-laktida atau DL-laktida (Tabel II-1).

**Tabel I** Sifat Fisika dari Laktida

	<i>Unit</i>	<i>D-Lactide</i>	<i>L-Lactide</i>	<i>Meso-Lactide</i>	<i>Rα-Lactide</i>
CAS number		13076-17-0	4511-42-6	13076-19-2	116559-43-4

<i>Molecular weight</i>	g/mol	144,12	144,12	144,12	
<i>Melting point</i>	°C	96-97	%	53 [64]	125 [6]
<i>Boiling Point</i>	°C				142 (20 mbar) [64]
<i>Heat of fusion</i>	J/g		146	128 [64]; 118 [6]	185 [6]
<i>Heat of vaporization</i>	kJ/mol		63		
<i>Solid density</i>	g/mL		132-138		
<i>Liquid viscosity</i>	mPas		271 (110°C); 2,23 (120°C); 1,88 (130°C)	1,32-1,38 (6)	

Sumber: *Poly(Lactic Acid) Synthesis, Structures, Properties, Processing, and Application* (Auras, Rafael, et al., 2010)

Produksi laktida kali pertama dijelaskan oleh Pelouze pada tahun 1845. Dia menyelidiki esterifikasi dari asam laktat dengan pemanasan dan penghilangan air dan diperoleh sebuah prepolimer yang tidak lagi penuh dengan campuran air. Ketika dilanjutkan dengan pemanasan pada prepolimer, dia mengungkapkan bahwa di dalam distilasi fraksinasi terbentuk kristal yang bagus. Dia mampu menyimpulkan rumus kimia dan memberi nama “laktida” untuk zatnya. Prosedur selanjutnya dijelaskan dalam paten oleh Gruter dan Pohl pada tahun 1914. Asam

laktat diestriifikasi pada 120-135°C, dan udara dipaksa masuk ke dalam reaktor untuk menghilangkan air. Selanjutnya, zinc oksida ditambahkan sebagai katalis dan laktida didistilasi di bawah kondisi vakum pada 200°C. Sebuah langkah utama ke depan adalah menggunakan katalis timah. Kemudian penggunaan katalis koordinasi dalam polimerisasi secara berkala.

### **2.3 Polimerisasi**

Polimerisasi adalah proses pembentukan polimer dari monomernya. Reaksi tersebut akan menghasilkan polimer dengan susunan ulang tertentu. Polimerisasi dikelompokkan menjadi tiga golongan, yaitu polimerisasi adisi dan polimerisasi kondensasi

#### **1. Polimerisasi Adisi**

Polimerisasi ini melibatkan reaksi rantai dan dapat berupa radikal bebas atau beberapa ion yang menghasilkan polimer yang memiliki atom sama seperti monomer dalam gugus ulangnya. Polimer ini melibatkan reaksi adisi dari monomer yang memiliki ikatan rangkap. Contoh polimer ini yakni polietilen, polipropilen, polivinil klorida, dan lain-lain.

Tahap reaksi polimerisasi adisi:

##### **a. Inisiasi**

Pembentukan pusat aktif hasil peruraian suatu inisiator. Peruraian suatu inisiator dapat dilakukan menggunakan panas, sinar UV, dan sinar gamma (radiasi).

##### **b. Propagasi (perambatan)**

Tahapan dimana pusat aktif bereaksi dengan monomer secara adisi kontinyu (berlanjut).

##### **c. Terminasi (pengakhiran)**

Tahapan dimana pusat aktif dinonaktifkan pada tahap akhir. Penonaktifan ini dapat dilakukan dengan menggandengkan radikal atau kombinasi dan

disporposionasi yang melibatkan transfer suatu atom dari satu ujung rantai ke ujung rantai lainnya.

## 2. Polimerisasi Kondensasi

Polimerisasi kondensasi adalah reaksi yang terjadi antara dua molekul bergugus fungsi banyak yang menghasilkan molekul besar dengan disertai pelepasan molekul kecil seperti air melalui reaksi kondensasi.

Ciri-ciri polimerisasi kondensasi:

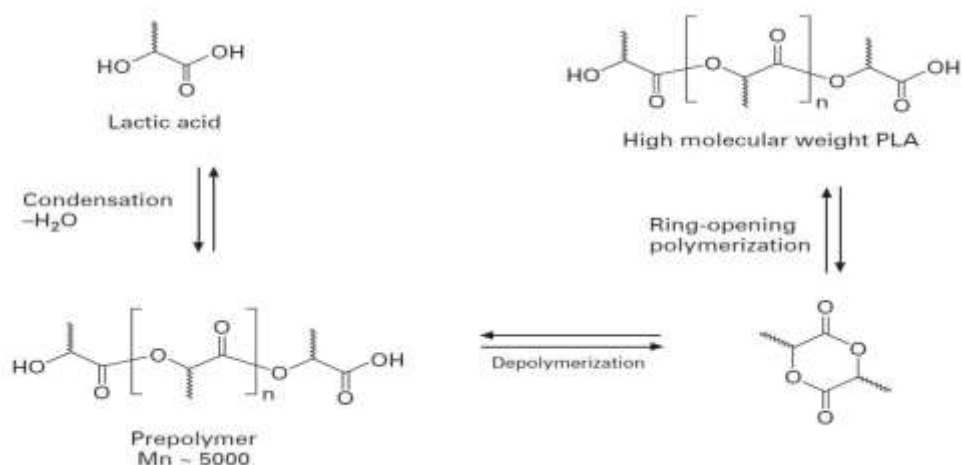
- a. Berlangsung secara bertahap melalui reaksi antara pasangan-pasangan gugus fungsi ujung.
- b. Berat molekul polimer bertambah secara bertahap.
- c. Kereaktifan suatu gugus fungsi dalam bentuk polimernya sama dengan dalam bentuknya sewaktu dalam bentuk monomer.
- d. Dapat membentuk struktur cincin, bergantung pada keluwesan gugus yang terlibat dan ukuran cincin yang terbentuk.
- e. Dapat membentuk polimer bercabang atau sambung silang apabila gugus fungsi kedua monomer lebih dari dua.
- f. Dalam tahap tertentu terbentuknya struktur jaringan, maka terjadi perubahan sifat polimer yang mendadak misalnya campuran reaksi berubah dari cairan menjadi bentuk gel.
- g. Derajat polimerisasi dikendalikan dengan variasi waktu dan suhu.
- h. Penghentian polimerisasi kondensasi dapat dilakukan dengan penambahan penghenti ujung seperti asam etanoat, penambahan salah satu monomer berlebih dan penambahan pada suhu tertentu.

### 2.4 Polimerisasi Pembukaan Cincin (*Ring Opening Polymerization*)

Polimerisasi pembukaan cincin (*ring opening polymerization*) merupakan metode yang lebih baik untuk menghasilkan massa molekul polimer yang tinggi. Dan sekarang telah diadopsi sehubungan dengan berkembangnya fermentasi dekstrosa jagung yang secara signifikan mengurangi biaya produksi asam laktat.

Prosesnya berdasarkan pada penghilangan air di bawah kondisi tekanan lebih rendah, tanpa pelarut, untuk menghasilkan dimer *intermediet*, dikenal sebagai laktida. Polimerisasi pembukaan cincin dari dimer tercapai dengan pemanasan, sekali lagi tanpa memerlukan pelarut. Dengan mengontrol kemurnian dimer, dimungkinkan untuk menghasilkan kisaran yang besar dari massa molekul. Polimer dengan kandungan L-laktida yang tinggi dapat digunakan untuk menghasilkan polimer kristalin, ketika bahan D-laktida lebih tinggi (>15%) memiliki sifat lebih *amorf*. Dengan memvariasi jumlah dan urutan dari unit D-laktida dalam polimer, sifat produknya dapat dirubah. Dampak dari perubahan tersebut adalah sifat kelelahan, sifat termal, dan sifat penghalang (Anonim, 1998).

Berdasarkan pada metode *intermediet* laktida ini, *NatureWork LLC* telah mengembangkan sebuah hak paten, biaya yang rendah pada proses berkelanjutan untuk produksi polimer berbahan dasar asam laktat (Gruber, 2001). Prosesnya menggabungkan substansi lingkungan dan keuntungan ekonomi dari sintesis antara laktida dan PLA dalam lelehan lebih baik daripada dalam larutan dan untuk kali pertama, secara komersial mampu menyediakan komoditas *compostable* polimer yang terbuat dari bahan terbaru. Prosesnya dimulai dengan reaksi kondensasi berkelanjutan dari larutan asam laktat untuk menghasilkan prepolimer PLA dengan massa molekul rendah (gambar 3).



**Gambar 3** Produksi dari PLA dengan massa molekul tinggi melalui prepolimer dan laktida

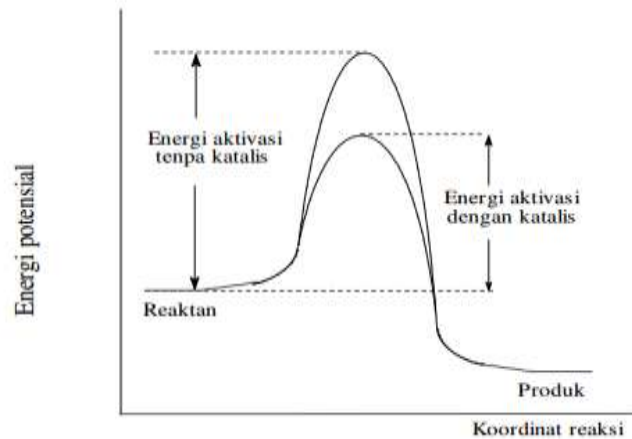
Kemudian prepolimernya dikonversi ke dalam campuran dari *stereoisomer* laktida menggunakan katalis timah untuk meningkatkan laju dan selektivitas dari reaksi intramolekular siklisasi. Selanjutnya campuran cairan laktida dimurnikan dengan distilasi vakum. Akhirnya, PLA berpolimer tinggi dihasilkan menggunakan katalis timah (II) oktoat (Gruber, *et al.*,2001).

Poli(asam laktat) ditemukan pada tahun 1932 oleh Carothers (*DuPont*) yang memproduksi PLA dengan massa molekul rendah dengan memanaskan asam laktat pada kondisi vakum. Pada tahap selanjutnya, DuPont dan Ethicon memfokuskan pembuatan aplikasi *medical grade sutures*, implan dan kemasan obat. Baru-baru ini, beberapa perusahaan seperti Shimadzu dan Mitsui Tuatsu di Jepang telah memproduksi sejumlah PLA untuk berbagai aplikasi plastik. Poli(asam laktat) atau Poli laktida (PLA) dengan rumus kimia  $(\text{CH}_3\text{CHOHCOOH})_n$  adalah sejenis polimer atau plastik yang bersifat *biodegradable*, *thermoplastic* dan merupakan poliester alifatik yang terbuat dari bahan-bahan terbarukan seperti pati jagung atau tanaman tebu. Saat ini, PLA sudah digunakan untuk beragam aplikasi, diantaranya dibidang medis, kemasan dan tekstil. Dibidang medis, PLA sudah lama digunakan sebagai benang jahit pada saat operasi serta bahan pembungkus kapsul. Selain itu, pada dasawarsa terakhir PLA juga dikembangkan dalam upaya perbaikan jaringan tubuh manusia. PLA juga telah dikembangkan untuk pembuatan kantong plastik (*retail bags*), kontainer, bahkan *edible film* untuk sayuran dan buah. Dalam bentuk film dan bentuk *foam* digunakan untuk pengemas daging, produk susu, atau roti. Dapat juga digunakan dalam bentuk botol dan cangkir sekali pakai untuk kemasan air, susu, jus dan minuman lainnya. Piring, mangkok, nampan, tas, film pertanian merupakan penggunaan lain dari jenis plastik ini. Dibidang tekstil PLA juga telah diaplikasikan untuk pembuatan kaos dan tas. Di Jepang, PLA bahkan sudah dikembangkan sebagai bahan dasar pembuatan *compact disc* (CD) oleh Sanyo.

## 2.5 Katalis Sn/BT-Methanol

Definisi katalis pertama kali dikemukakan oleh Ostwald sebagai suatu substansi yang mampu mengubah laju reaksi kimia tanpa mengubah besarnya energi yang menyertai reaksi tersebut. Lebih lanjut Ostwald juga mendefinisikan katalis sebagai substansi yang mengubah laju suatu reaksi kimia tanpa didapati sebagai produk akhir reaksi. Menurut Satterfield (1980) konsep dasar katalis adalah zat yang dalam jumlah kecil dapat menyebabkan perubahan yang besar. Definisi katalis yang lebih tepat belum ada karena katalis selalu berkembang dari waktu ke waktu. Akan tetapi definisi katalis yang dapat diusulkan bahwa katalis adalah suatu zat yang dapat meningkatkan laju reaksi tanpa zat tersebut dikonsumsi dalam proses reaksi. Konsep dasar ini berasal dari pendekatan secara kimiawi terhadap katalis, yaitu bahwa reaksi terkatalisis adalah proses siklus dimana katalis membentuk kompleks dengan reaktan, kemudian katalis terdesorpsi dari produk akhirnya kembali ke bentuk semula. Menurut Augustine (1996), katalis adalah substansi yang dapat meningkatkan laju reaksi pada suatu reaksi kimia yang mendekati kesetimbangan dimana katalis tersebut tidak terlibat secara permanen. Kata kunci pada definisi ini adalah permanen, karena terdapat cukup bukti bahwa katalis dan reaktan saling berinteraksi sebelum terjadinya suatu zat antara (*intermediate*) yang reaktif. Dari zat antara tersebut akan terbentuk suatu produk. Interaksi katalis dengan reaktan dapat terjadi secara homogen (mempunyai fasa yang sama) maupun heterogen (mempunyai fasa yang berbeda).

Katalis meningkatkan laju reaksi dengan cara mempengaruhi energi pengaktifan suatu reaksi kimia. Keberadaan katalis akan menurunkan energi pengaktifan, sehingga reaksi dapat berjalan dengan cepat. Diagram reaksi tanpa dan dengan katalis disajikan pada Gambar II.4.1.



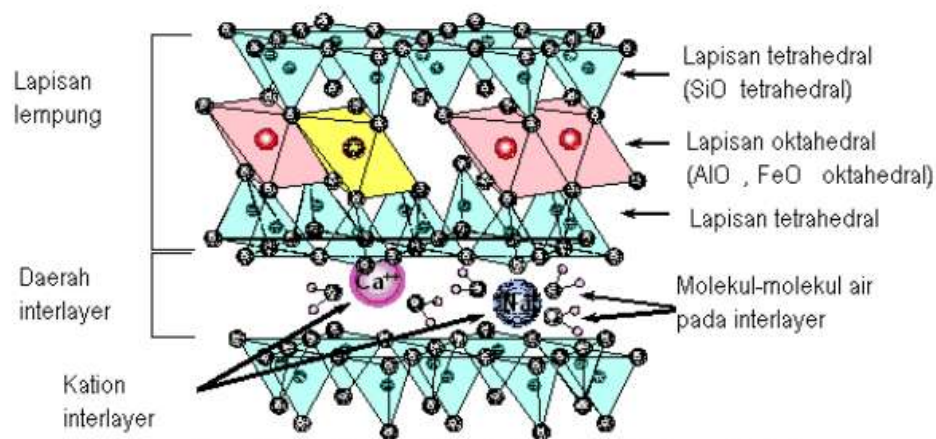
**Gambar 4** Diagram Reaksi Tanpa dan Dengan Katalis

Berbagai katalis telah digunakan untuk mendapatkan hasil yang maksimal dalam produksi laktida dan meminimalkan rasemisasi. Salah satu cara untuk menghasilkan laktida dengan kemurnian yang tinggi adalah dengan meminimalkan rasemisasi, sehingga polimerisasi laktida menghasilkan poli(asam laktat) dengan sifat termal dan mekanik yang baik. Katalis berbasis Sn merupakan salah satu katalis untuk sintesis laktida, karena memiliki tiga keuntungan:

1. Katalis berbasis Sn menghasilkan derajat rasemisasi yang rendah pada suhu tinggi (Kricheldorf dan Serra, 1985).
2. Tingkat keracunannya sangat rendah daripada katalis logam yang lain.
3. Prosedur pemurnian dari PLA telah diketahui dengan baik (Kricheldorf dan Lee, 1995).

Pada penelitian ini digunakan *Sn/BT-Methanol* dimana merupakan campuran dari *Tin (II) Chloride Dihydrate* dan Bentonit. Bentonit adalah *clay* yang sebagian besar terdiri dari montmorillonit dengan mineral-mineral minor seperti kwarsa, kalsit, dolomit, *feldspars*, dan mineral minor lainnya. Montmorillonit merupakan bagian dari kelompok smectit dengan komposisi kimia secara umum  $(Mg,Ca)O \cdot Al_2O_3 \cdot 5SiO_2 \cdot nH_2O$ . Bentonit berbeda dari *clay* lainnya karena hampir seluruhnya (75%) merupakan mineral montmorillonit. Mineral montmorillonit terdiri dari partikel yang sangat kecil sehingga hanya dapat

diketahui melalui studi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*). Struktur *montmorillonit* memiliki konfigurasi 2:1 yang terdiri dari dua silikon oksida tetrahedral dan satu aluminium oksida oktahedral. Pada tetrahedral 1, 4 atom oksigen berikatan dengan atom silikon di ujung struktur. Empat ikatan silikon terkadang disubstitusi oleh tiga ikatan aluminium. Pada oktahedral atom aluminium berkoordinasi dengan enam atom oksigen atau gugus-gugus hidroksil yang berlokasi pada ujung oktahedron.  $\text{Al}^{3+}$  dapat digantikan oleh  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^+$ ,  $\text{Li}^+$  dan kation lainnya. Substitusi isomorphous dari  $\text{Al}^{3+}$  untuk  $\text{Si}^{4+}$  pada tetrahedral dan  $\text{Mg}^{2+}$  atau  $\text{Zn}^{2+}$  untuk  $\text{Al}^{3+}$  pada oktahedral menghasilkan muatan negatif pada permukaan clay, hal ini diimbangi dengan adsorpsi kation di lapisan interlayer (Alemdar, et. al., 2005).



**Gambar 5** Struktur Molekul Montmorillonit (Othmer, 1964)

Adanya atom-atom yang terikat pada masing-masing lapisan struktur montmorillonit memungkinkan air atau molekul lain masuk di antara unit lapisan. Akibatnya kisi akan membesar pada arah vertikal. Selain itu karena adanya pergantian atom Si oleh Al menyebabkan terjadinya penyebaran muatan negatif pada permukaan bentonit. Bagian inilah yang disebut sisi aktif (*active site*) dari bentonit dimana bagian ini dapat menyerap kation dari senyawa-senyawa organik atau dari ion-ion senyawa logam.

## 2.6 BET (Brunauer-Emmet-Teller)

Metode BET (*Brunauer-Emmet-Teller*) merupakan metode yang digunakan untuk menentukan luas permukaan suatu padatan berpori, serta ukuran dan volume pori-porinya dengan menggunakan alat autosorb 6. Prinsip kerjanya berdasarkan proses adsorpsi gas N<sub>2</sub> pada permukaan padatan berpori.

Sampel yang akan dianalisis dengan berat yang diketahui diletakkan dalam tabung yang sudah diketahui volumenya dan dipanaskan di bawah vakum (10<sup>-4</sup> Torr) untuk menghilangkan gas-gas yang terdapat pada sampel. Tabung didinginkan dalam nitrogen cair dan sejumlah gas nitrogen dimasukkan ke dalam tabung. Setelah mencapai kesetimbangan, tekanan dalam tabung diukur. Hal ini dilakukan berulang kali dengan jumlah-jumlah tertentu gas N<sub>2</sub>. Dengan mengamati perbedaan tekanan gas terhitung dan tertekan yang diamati pada setiap penambahan dapat ditentukan jumlah N<sub>2</sub> yang teradsorpsi.

## 2.7 XRD (X-Ray Diffraction)

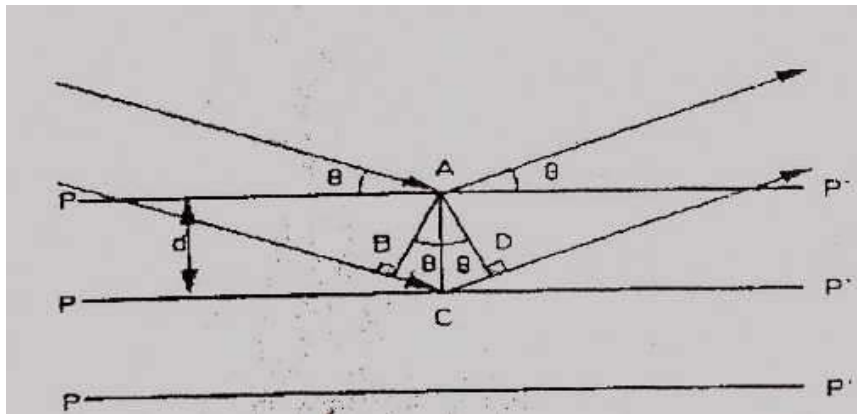
Difraksi sinar-X digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal suatu padatan dengan membandingkan nilai jarak *d* (bidang kristal) dan intensitas puncak difraksi dengan data standar. Sinar-X merupakan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang sekitar 100 pm yang dihasilkan dari penembakan logam dengan elektron berenergi tinggi. Melalui analisis XRD diketahui dimensi kisi (*d* = jarak antar bidang) dalam struktur mineral. Sehingga dapat ditentukan apakah suatu material mempunyai kerapatan yang tinggi atau tidak, dan difraksi sinar-X suatu kristal seperti pada gambar II.6.1. Hal ini dapat diketahui dari persamaan Bragg yaitu nilai sudut difraksi  $\theta$  yang berbanding terbalik dengan nilai jarak *d* (jarak antar bidang) dalam kristal. Sesuai dengan persamaan *Bragg*:

$$n \cdot \lambda_{hkl} = 2d \sin \theta$$

dengan :  $d_{hkl}$  = jarak antar bidang

$\theta$  = sudut pengukuran (sudut difraksi)

$\lambda$  = panjang gelombang sinar-X



**Gambar 6** Difraksi sinar-X suatu kristal

Prinsip dasar dari XRD adalah hamburan elektron yang mengenai permukaan kristal. Bila sinar dilewatkan ke permukaan kristal, sebagian sinar tersebut akan terhamburkan dan sebagian lagi akan diteruskan ke lapisan berikutnya. Sinar yang dihamburkan akan berinterferensi secara konstruktif (menguatkan) dan destruktif (melemahkan). Hamburan sinar yang berinterferensi inilah yang digunakan untuk analisis. Difraksi sinar X hanya akan terjadi pada sudut tertentu sehingga suatu zat akan mempunyai pola difraksi tertentu. Pengukuran kristalinitas relatif dapat dilakukan dengan membandingkan jumlah tinggi puncak pada sudut-sudut tertentu dengan jumlah tinggi puncak pada sampel standar.

Di dalam kisi kristal, tempat kedudukan sederetan ion atau atom disebut bidang kristal. Bidang kristal ini berfungsi sebagai cermin untuk merefleksikan sinar -X yang datang. Posisi dan arah dari bidang kristal ini disebut indeks miller. Setiap kristal memiliki bidang kristal dengan posisi dan arah yang khas, sehingga jika disinari dengan sinar -X pada analisis XRD akan memberikan difraktogram yang khas pula. Dari data XRD yang diperoleh, dilakukan identifikasi puncak-puncak grafik XRD dengan cara mencocokkan puncak yang ada pada grafik

tersebut dengan database ICDD. Setelah itu, dilakukan *refinement* pada data XRD dengan menggunakan metode Analisis Rietveld yang terdapat pada program RIETAN. Melalui *refinement* tersebut, fase beserta sruktur, *space group*, dan parameter kisi yang ada pada sampel yang diketahui. Melalui grafik XRD, *grain size* dari sampel juga dapat diperkirakan. *Grain size* dihitung dengan menggunakan persamaan *Scherrer*, yaitu :

$$S = \frac{0.9\lambda}{B.\cos\theta}$$

dengan :  $S = \textit{grain size}$ .

$\lambda =$  panjang gelombang berkas sinar X.

$B =$  FWHM (*full width half maximum*).

$\theta =$  besar sudut dari puncak dengan intensitas tinggi



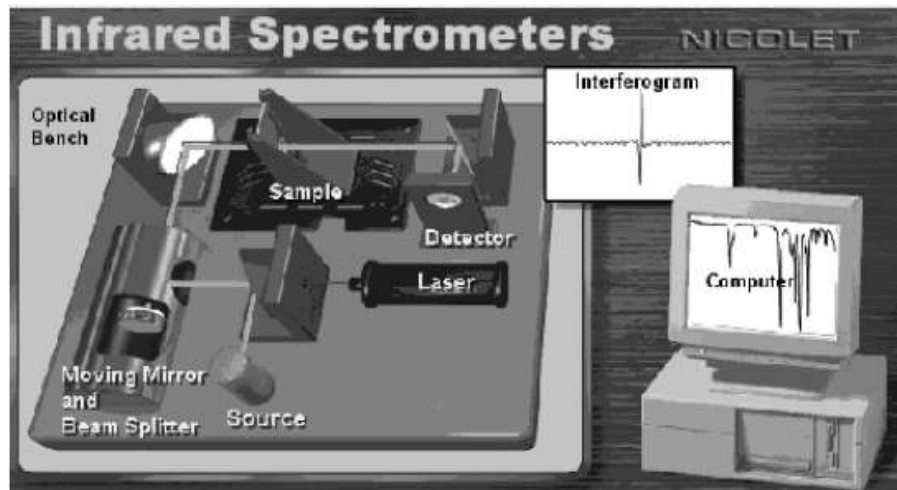
**Gambar 7** Instrumen XRD

## 2.8 FTIR (Fourier Transform Infra Red)

Spektroskopi FTIR adalah teknik pengukuran untuk mengumpulkan spektrum inframerah. Energi yang diserap sampel pada berbagai frekuensi sinar

inframerah direkam, kemudian diteruskan ke interferometer. Sinar pengukuran sampel diubah menjadi interferogram.

Perhitungan secara matematika *Fourier Transform* untuk sinyal tersebut akan menghasilkan spektrum yang identik pada spektroskopi inframerah.



**Gambar 8** Prinsip Kerja FTIR

FTIR terdiri dari 5 bagian utama, yaitu (Griffiths, 1975):

- a. Sumber sinar, yang terbuat dari *filament Nerst* atau globar yang dipanaskan menggunakan listrik hingga temperature 1000-1800°C
- b. *Beam Splitter*, berupa material transparan dengan *indeks relative*, sehingga menghasilkan 50% radiasi akan direfleksikan dan 50% radiasi akan diteruskan.
- c. Interferometer, merupakan bagian utama dari FTIR yang berfungsi untuk membentuk interferogram yang akan diteruskan menuju *detector*.
- d. Daerah cuplikan, dimana berkas acuan dan cuplikan masuk ke dalam daerah cuplikan dan masing-masing menembus sel acuan dan cuplikan secara bersesuaian.
- e. Detektor, merupakan piranti yang mengukur energi pancaran yang lewat akibat panas yang dihasilkan. *Detector* yang sering digunakan adalah termokopel dan balometer.

Mekanisme yang terjadi pada alat FTIR dapat dijelaskan sebagai berikut. Sinar yang datang dari sumber sinar akan diteruskan dan kemudian akan dipecah oleh pemecah sinar menjadi dua bagian sinar yang saling tegak lurus. Sinar ini kemudian akan dipantulkan oleh dua cermin yaitu cermin diam dan cermin bergerak. Sinar hasil pantulan kedua cermin akan dipantulkan kembali menuju pemecah sinar untuk saling berinteraksi. Dari pemecah sinar, sebagian sinar akan diarahkan menuju cuplikan dan sebagian menuju sumber. Gerakan cermin yang maju mundur menyebabkan sinar yang sampai pada *detector* akan berfluktuasi. Sinar akan saling menguatkan ketika kedua cermin memiliki jarak yang sama terhadap *detector*, dan akan saling melemahkan jika kedua cermin memiliki jarak yang berbeda. Fluktuasi sinar yang sampai pada *detector* ini akan menghasilkan sinyal pada *detector* yang disebut interferogram. Interferogram ini akan diubah menjadi spektra IR dengan bantuan computer berdasarkan operasi matematika. (Tahid, 1994)



**Gambar 9** Instrumen FTIR

## **2.9 Viskositas**

Viskositas adalah ketahanan suatu cairan terhadap aliran (deformasi). Nilai viskositas ditentukan dengan membandingkan waktu alir pada alat viskosimeter Ostwald atau hukum *Poise ville*. Viskositas merupakan besaran yang harganya tergantung terhadap temperatur, jika temperatur naik maka viskositas akan turun dan jika temperatur turun maka viskositas akan naik, serta berhubungan dengan

laju dan waktu alir suatu zat (Rosida, 2007). Kelebihan metode viskositas adalah lebih cepat dan lebih mudah, serta perhitungannya sederhana. Dengan metode berbeda, Jing S. *et al.* (2006) melaporkan bahwa polikondensasi langsung sukses dilakukan dengan  $\text{SnCl}_2$  yang diaktivasi oleh *p*-toluenesulfonic acid (TSA). Pada jumlah optimum katalis, yaitu 0,45 wt%  $\text{SnCl}_2$  dan dengan rasio mol TSA yang setara, PLLA dengan  $M_v$   $5.08 \times 10^4$  g/mol dapat dihasilkan pada 528 W selama 40 menit. Ini menjadi pertimbangan bahwa  $\text{SnCl}_2$  mengkatalisis tidak hanya polikondensasi PLLA tetapi juga dekomposisi polimer. Laju katalisis meningkat dengan peningkatan konsentrasi katalis. Ketika konsentrasi katalis meningkat pada nilai tertentu, laju katalisis untuk mendekomposisi menjadi lebih cepat daripada untuk polikondensasi.

## 2.10 Penentuan Massa Molekul

Massa molekul merupakan variabel yang istimewa penting sebab berhubungan langsung dengan sifat kimia polimer. Umumnya polimer dengan massa molekul tinggi mempunyai sifat yang lebih kuat. Polimer-polimer dianggap memiliki massa molekul yang berkisar antara ribuan hingga jutaan dengan massa molekul optimum yang bergantung pada struktur kimia dan penerapannya. Nilai massa molekul yang diperoleh bergantung pada besarnya ukuran dalam metode pengukurannya. Sampel suatu polimer sesungguhnya terdiri atas sebaran ukuran molekul dan sebaran massa molekul. Oleh karena itu, setiap penentuan massa molekul akan dihasilkan harga rata-rata. Massa molekul suatu polimer merupakan massa molekul rata-rata dari tiap rantai polimernya. Massa molekul polimer dapat dinyatakan dalam beberapa bentuk, yaitu massa molekul rata-rata berat (*weight average molar mass*) ( $M_w$ ), massa molekul rata-rata jumlah (*Number average molar mass*) ( $M_n$ ), massa molekul rata-rata viskositas (*Viscosity average molar mass*) ( $M_v$ ), dan massa molekul rata-rata Z (*Z average molar mass*) ( $M_z$ ).  $M_w$  dapat ditentukan dengan hamburan cahaya (*light scattering*) dan ultrasentrifugasi. Sedangkan  $M_n$  dapat ditentukan dengan analisis gugus ujung dan sifat koligatif (krioskopik dan ebuliometri). Adapun  $M_v$  dan  $M_z$

dapat ditentukan dengan metode pengukuran viskositas. Metode ini mengukur viskositas dengan cara membandingkan waktu alir pelarut dan larutan polimer pada berbagai kepekatan atau konsentrasi. Viskometer memiliki keunggulan, yaitu untuk mencapai berbagai konsentrasi, larutan polimer dapat diencerkan dalam viskometer dengan menambahkan sejumlah terukur pelarut. Pengukuran dilakukan dengan viskometer dalam penangas air bersuhu tetap untuk mencegah naik turunnya viskositas akibat perubahan suhu (Steven, 2001). Pengukuran massa molekul dengan metode ini didasarkan pada persamaan Mark–Houwink–Sakurada, yaitu:

$$[\eta] = k(Mv)^\alpha$$

$k$  dan  $\alpha$  merupakan tetapan Mark–Houwink –Sakurada,  $[\eta]$  adalah viskositas intrinsik, dan  $Mv$  merupakan massa molekul viskositas (Hwang *et al*, 1997). Nilai  $k$  dan  $\alpha$  bukan merupakan tetapan yang bernilai mutlak. Tetapan tersebut bergantung pada polimer, pelarut, dan suhu (Steven, 2001). Pelarut dan suhu yang digunakan pada penelitian ini adalah etil asetat dan 25°C. Nilai  $k$  dan  $\alpha$  secara berturut-turut adalah  $1,63 \times 10^{-3}$  dan 0.73.

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Polimer, Pusat Penelitian Kimia - Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI), di kawasan PUSPIPTEK Serpong, Tangerang. Penelitian ini dilaksanakan selama 2 bulan pada bulan Februari – April 2015.

#### **3.2 Variabel**

##### **3.2.1 Variabel Tetap**

Variabel tetap merupakan variabel yang tidak berubah selama penelitian berlangsung. Variabel yang digunakan selama penelitian yaitu:

- Bahan Baku : L-Asam Laktat 91%
- Suhu Prepolimerisasi : 140°C
- Jumlah Katalis : 1% dari bobot laktida yang dihasilkan

##### **3.2.2 Variabel Berubah**

Variabel berubah adalah variabel yang divariasikan selama penelitian berlangsung yang bertujuan untuk mencari titik optimasi pada setiap penelitian. Variabel berubah yang digunakan yaitu:

- Temperatur Polimerisasi : 100°C ; 120°C ; 156°C ; 164°C

#### **3.3 Alat dan Bahan yang Digunakan**

##### **3.3.1 Alat**

Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu:

- Cawan Petri
- Kertas saring

- Neraca Analitik
- Kondensor
- *Thermometer*
- *Erlenmeyer*
- Spatula
- Corong
- *Hotplate*
- *Magnetic stirrer*
- Labu Leher Tiga
- Botol Sampel
- *Filtering flask*
- Corong Buchner
- Mortar dan pestle
- *Beaker Glass*
- Gelas Ukur
- Pipet Tetes
- Batang Pengaduk
- *Viskometer Ostwald*
- *Bulb*
- Oven
- Klem universal
- *Stopwatch*

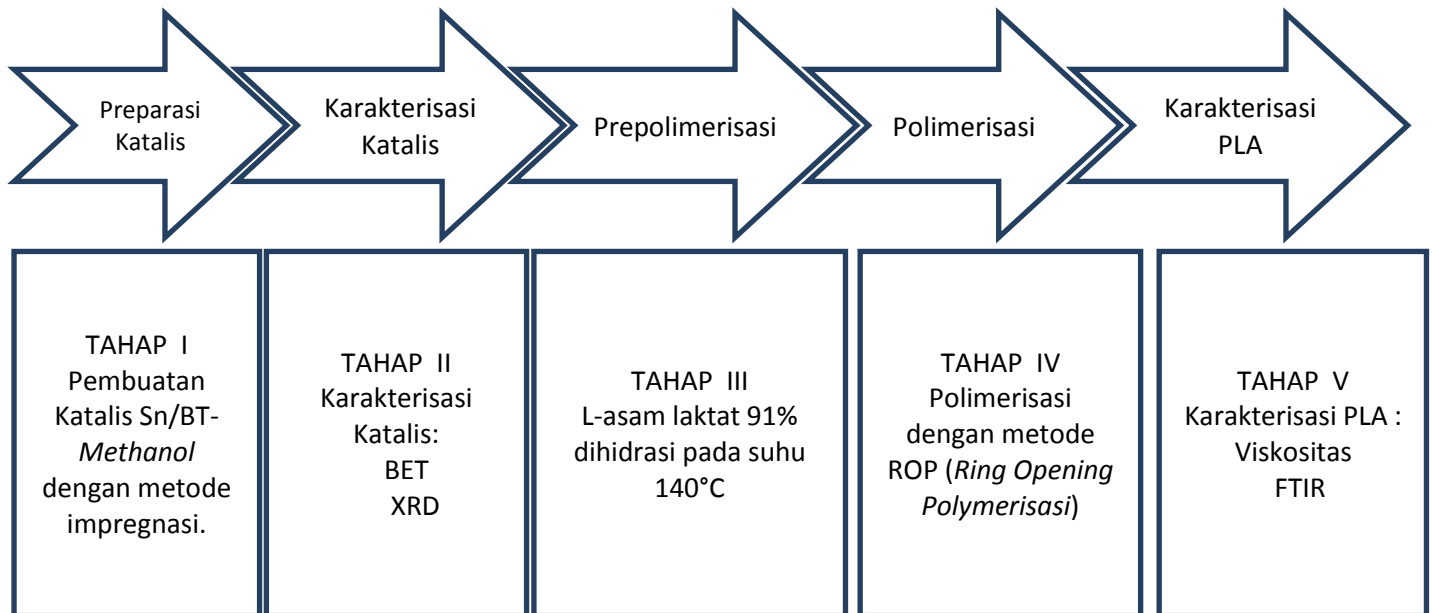
### 3.3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu:

1. Bahan Baku Untuk Pembuatan Katalis
  - Bentonite Sigma Aldrich 1302-78-9
  - *Aquadest*
  - Methanol Teknis
  - $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  MERCK
2. Bahan Baku Utama Sintesa PLA
  - *L-Lactic Acid* 91% MERCK
3. Bahan Penolong Sintesa PLA
  - Katalis *Sn/BT-Methanol* (Hasil Preparasi di Laboratorium Katalis dan Laboratorium Polimer PPKimia LIPI)
  - Nitrogen
  - *Silicon Oil*
4. Bahan Baku Untuk Analisis
  - Viskositas : Pelarut organik (Etil Asetat MERCK)
  - FTIR : KBr
  - BET :  $\text{N}_2$  Cair

### 3.4 Alur Penelitian

Diagram alir penelitian dapat dilihat pada gambar dibawah ini:



**Gambar 10** Diagram Alir Tahap Penelitian

### 3.4.1 Preparasi Katalis *Sn/BT-Methanol*

Penelitian ini dilakukan dengan menambahkan katalis *Sn/BT-Methanol* pada proses polimerisasi. Tahapan yang dilakukan untuk membuat katalis *Sn/BT-Methanol* yaitu sebagai berikut:

1. Didalam Erlenmeyer 500 ml buat campuran 1 yaitu dengan memasukkan *Bentonite* 10 gram, *aquadest* 50 ml dan *methanol* 50 ml dan di *stirrer* selama 1 jam pada suhu ruangan.
2. Buat campuran 2 di *Beaker glass* dengan mencampurkan 1 gram  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , 50 ml *aquadest* dan 50 ml *methanol* aduk hingga rata dengan menggunakan batang pengaduk.
3. Setelah campuran 1 di *stirrer* selama 1 jam dilakukan proses *swelling* BT yaitu dengan memasukkan campuran 2 ke dalam campuran 1 sedikit demi sedikit dengan menggunakan pipet tetes. Lalu di *stirrer* kembali hingga 24 jam. Waktu pengadukan selama 24 jam dimulai setelah campuran 2 telah dimasukkan semua.

4. Setelah 24 jam jadi larutan Sn/BT-*Methanol* lalu di Filtrasi vakum dan dicuci dengan *aquadest* 50 ml sebanyak 3 kali (*triplo*)
5. *Powder* Sn/BT-*Methanol* di keringkan di dalam oven bersuhu 60°C dan *overnight* hingga menjadi *powder* kering.
6. *Powder* kering Sn/BT-*Methanol* digerus hingga halus, dan dimasukkan kedalam botol *sample*.
7. Melakukan analisa BET dan XRD.

### 3.4.2 Prepolimerisasi Asam Laktat

Dalam proses sintesa *Poly Lactic Acid* menggunakan metode *Ring Opening Polimerization*, ada beberapa tahap diantaranya proses prepolimerisasi atau hidrasi asam laktat. Tahapan yang dilakukan adalah sebagai berikut :

1. Ukur *L-Lactic Acid* Merck 91% sebanyak 100 ml menggunakan gelas ukur
2. Masukkan *L-Lactic Acid* yang telah diukur kedalam labu leher tiga
3. Masukkan *silicon oil* kedalam wadah berupa panci kecil untuk merendam labu leher tiga.
4. Proses hidrasi dilakukan menggunakan rangkaian alat yang terdiri dari *hot plate*, kondensor, *thermometer proof*, *elbow* dan erlenmeyer.
5. *L-lactic acid* dihidrasi pada suhu 120°C sampai tidak ada lagi air yang menetes ke dalam Erlenmeyer (4 – 8 jam).
6. Setelah proses dihidrasi selesai, ambil 3 ml asam laktatnya untuk dianalisa menggunakan FTIR. Dan ukur volume air tampungan untuk menentukan bobot katalis yang diperlukan.

### 3.4.3 Ring Opening Polymerization

Setelah proses dihidrasi *lactic acid* selesai, dilanjutkan dengan proses polimerisasi. Proses polimerisasi yang digunakan adalah *Ring Opening Polymerization* yang telah dimodifikasi sebelumnya. Proses polimerisasi dilakukan untuk mendapatkan bobot molekul PLA yang tinggi dengan variasi suhu yang digunakan yaitu 100°C, 120°C, 156°C dan 164°C. Tahapan pada proses polimerisasi ini adalah sebagai berikut:

1. Pasang rangkaian alat untuk polimerisasi yang terdiri dari kondensor ulir, *hot plate*, statip, labu leher tiga, *thermometer proof*, panci berisi *silicon oil*.
2. Asam laktat hasil prepolimerisasi atau hidrasi ditambahkan katalis Sn/BT-*Methanol* sebanyak 1% dari sisa volume asam laktat.
3. Asam laktat yang sudah bercampur dengan katalis, di *stirrer* diatas *hotplate*. Suhu selama proses polimerisasi dijaga sesuai variasi suhu yang telah ditentukan (100°C, 120°C, 156°C dan 164°C).
4. Sebelum proses polimerisasi dimulai pasangkan selang N<sub>2</sub> pada salah satu leher labu didih.
5. Proses polimerisasi dilakukan selama 24 jam. Hitungan waktu 24 jam dimulai pada saat suhu yang diinginkan sudah stabil (100°C, 120°C, 156°C dan 164°C).
6. Setelah proses polimerisasi asam laktat selama 24 jam selesai, pindahkan hasil polimerisasi ke cawan petri. Lalu timbang hasilnya.

### 3.4.4 Karakterisasi Poly Lactic Acid

#### A. Analisa FTIR (*Fourier Transform Infra Red*)

Analisa dengan FTIR dilakukan di PPKimia - LIPI menggunakan alat *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) IR *Prestige 21*, SHIMADZU. Analisa ini untuk menunjukkan apakah PLA yang telah dihasilkan

memiliki gugus fungsi PLA yang sempurna. Artinya tidak ada gugus fungsi yang hilang dari PLA yang dihasilkan. Sampel PLA dicampurkan dengan KBr dalam mortar hingga tercampur. Sampel – sampel tersebut kemudian di analisa dengan alat FTIR.

### **B. Analisa Viskositas**

Analisa ini dilakukan di PPKimia - LIPI dengan menggunakan viskometer Ostwald. Analisa ini dilakukan untuk mengetahui kekentalan dari PLA yang dihasilkan. Dengan cara melarutkan PLA dengan pelarut organik (Etil Asetat), dengan konsentrasi 2%, 3%, 4% dan 5%.

### **C. Menghitung Bobot Molekul**

Dengan menggunakan metode ROP dalam sintesa PLA diharapkan mendapatkan bobot molekul yang tinggi. Pengukuran massa molekul dengan metode ini didasarkan pada persamaan Mark– Houwink–Sakurada, yaitu:

$$[\eta] = k (M)^{\alpha}$$

$k$  dan  $\alpha$  merupakan tetapan Mark–Houwink – Sakurada,  $[\eta]$  adalah viskositas intrinsik, dan  $M_w$  merupakan massa molekul viskositas (Hwang *et al*, 1997). Nilai  $k$  dan  $\alpha$  bukan merupakan tetapan yang bernilai mutlak. Tetapan tersebut bergantung pada polimer, pelarut, dan suhu (Steven, 2001). Pelarut dan suhu yang digunakan pada penelitian ini adalah etil asetat dan 25°C. Nilai  $k$  dan  $\alpha$  secara berturut-turut adalah  $1,63 \times 10^{-3}$  dan 0.73. Sedangkan Viskositas intrinsik didapatkan dari:

$$\eta_{relatif} = \frac{\eta}{\eta_0} = \frac{t}{t_0}$$

$$\eta_{spesifik} = \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0} = \frac{t - t_0}{t_0}$$

$$\eta_{reduksi} = \frac{\eta_{sp}}{C}$$

Dimana C merupakan konsentrasi PLA nya.

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### **4.1 Prepolimerisasi**

Pada tahap prepolimerisasi menghasilkan prepolimer yang bermassa molekul rendah berwarna jernih. Prepolimer yang terbentuk merupakan hasil dari penggabungan secara kondensasi (berulang) dari monomer (*L*)-*Lactic Acid*. Pada gambar II.3.1 dapat dilihat reaksi penggabungan (*L*)-*Lactic Acid* menjadi prepolimer bermassa molekul rendah dengan berat 1000-5000. Tujuan tahap prepolimerisasi ini yaitu menghasilkan polimer bermassa molekul rendah dengan menghilangkan kandungan air pada (*L*)-*Lactic Acid*. Kandungan air pada (*L*)-*Lactic Acid* dihilangkan dengan cara pemanasan kemudian disedot oleh pompa vakum. Kandungan air yang terdapat pada (*L*)-*Lactic Acid* akan menghidrolisis polimer yang terbentuk sehingga polimer yang terbentuk akan terurai kembali menjadi monomernya. Warna jernih pada prepolimer menunjukkan kemurnian larutan, jika prepolimer yang dihasilkan berwarna coklat hingga berwarna hitam hal tersebut menandakan adanya oksigen dan uap air yang mengkontaminasi pada prepolimer. Oksigen dan uap air akan mengoksidasi prepolimer yang akan terbentuk sehingga tidak terbentuk prepolimer dengan sempurna dan berwarna hitam. Oksigen merupakan zat yang bersifat pelambat dan penghambat (*inhibitor*) pada reaksi polimerisasi sehingga dalam polimerisasi yang peka terhadap oksigen, oksigen harus dihilangkan sebelum polimerisasi dilakukan (Cowd, 1991).

Asam laktat memiliki gugus hidroksil dan karboksil. Kedua gugus ini dimanfaatkan dalam pembentukan kristal laktida. Kristal laktida yang terbentuk berbentuk kristal yang sesuai dengan sifat bentuk fisiknya yang berupa kristal menjarum berwarna jernih. Warna jernih yang di peroleh dalam proses prepolimer menandakan hasil dari prepolimer ini bebas dari pelarut (murni). Prepolimer yang berwarna coklat atau kehitaman menandakan ketidakmurnian prepolimer tersebut seperti adanya air atau oksigen yang dapat mengoksidai prepolimer sehingga akan

mengakibatkan tidak terbentuknya kristal laktida. Kristal laktida yang terbentuk bersifat *higroskopis* yaitu Kristal laktida dapat menyerap uap air pada udara bebas karena memiliki gugus karbonil yang dapat berikatan dengan air maka penyimpanan kristal laktida harus pada botol tertutup rapat ditempatkan pada *freezer* sehingga dapat terhindarkan reaksi hidrolisis. Kristal laktida yang terbentuk kemudian dianalisis gugus fungsinya.

Proses prepolimerisasi pada penelitian ini tidak menggunakan pompa vakum untuk menyedot kandungan air dari asam laktat yang telah dipanaskan. Sehingga hasilnya kurang efisien karena air dari proses pemanasan tidak hilang sempurna akibat dari tidak ada bantuan untuk menyedot airnya. Pada kasus ini berefek pada hasil akhir dari penelitian ini dimana dikarenakan pada saat uji gugus fungsi laktida masih terdapat kandungan air yang cukup besar. Sehingga hasil uji FTIR dari laktida hampir sama dengan hasil uji asam laktat.

Berikut merupakan rangkaian alat proses prepolimerisasi:



**Gambar 11** Rangkaian Alat Prepolimerisasi

## 4.2 Polimerisasi

Proses polimerisasi pembukaan cincin pada penelitian ini menghasilkan PLA yang tidak kental atau bahkan mengeras. PLA variasi suhu 100°C, 120°C,

156°C dan 164°C yang dihasilkan pada proses ini berbentuk cairan kental yang walau di letakkan di suhu udara dalam beberapa hari tidak mengeras.

### 4.3 Analisa BET

Pada penelitian ini dilakukan analisa terhadap katalis yang digunakan dalam proses sintesa *polylactic acid*. Secara keseluruhan hasil analisa menunjukkan bahwa katalis Sn-BT/Metanol yang digunakan dalam proses sintesa tersebut memiliki luas permukaan, volume pori, ukuran pori dan ukuran nano partikel sebagai berikut :

**Tabel II** Hasil Analisa BET Sn/BT-Methanol

<i>Summary Report</i>	
<i>Surface area</i>	43.4360 m <sup>2</sup> /g
<i>Pore volume</i>	0.008796 cm <sup>3</sup> /g
<i>Pore size (BJH adsorbtion average pore diameter (4V/A))</i>	2.0863 nm
<i>Nanoparticle size (average particle size)</i>	138.1342 nm

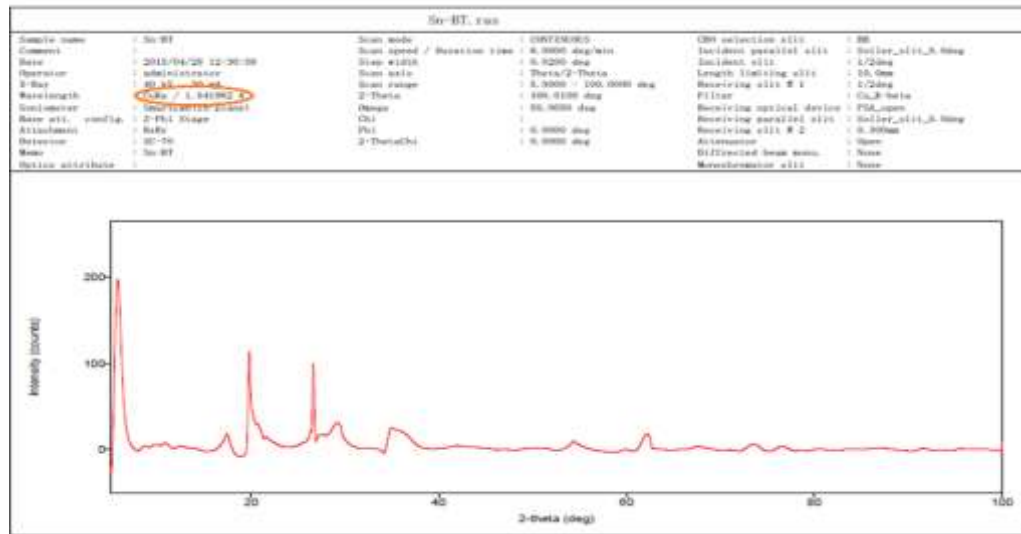
Sumber: Data Hasil Uji BET Surface Area dan Nanoprticle Size Pada Pusat Penelitian Kimia - Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (PPKimia-LIPI).

Dari hasil yang telah di dapatkan dari uji BET pada katalis yang kami buat dapat dinyatakan *surface area* dan *pore volume* kami lebih kecil dibandingkan dengan katalis *Sn/BT-Methanol* yang telah dibuat sebelumnya oleh peneliti LIPI. Dimana *surface area* dan *pore volume* katalis *Sn/BT-Methanol* yang dibuat oleh peneliti LIPI sebelumnya yaitu masing-masing sebesar 113 m<sup>2</sup>/g dan 0,0277 cm<sup>3</sup>/g.

Kecilnya nilai *surface are* dan *pore volume* dari katalis kami dapat menjadi salah satu faktor tidak sempurnanya hasil PLA yang kami dapatkan karena semakin luas atau besar *surface area* suatu katalis maka akan semakin besar kesempatan katalis untuk mempercepat laju reaksi.

#### 4.4 Analisa XRD (X-Ray Diffraction)

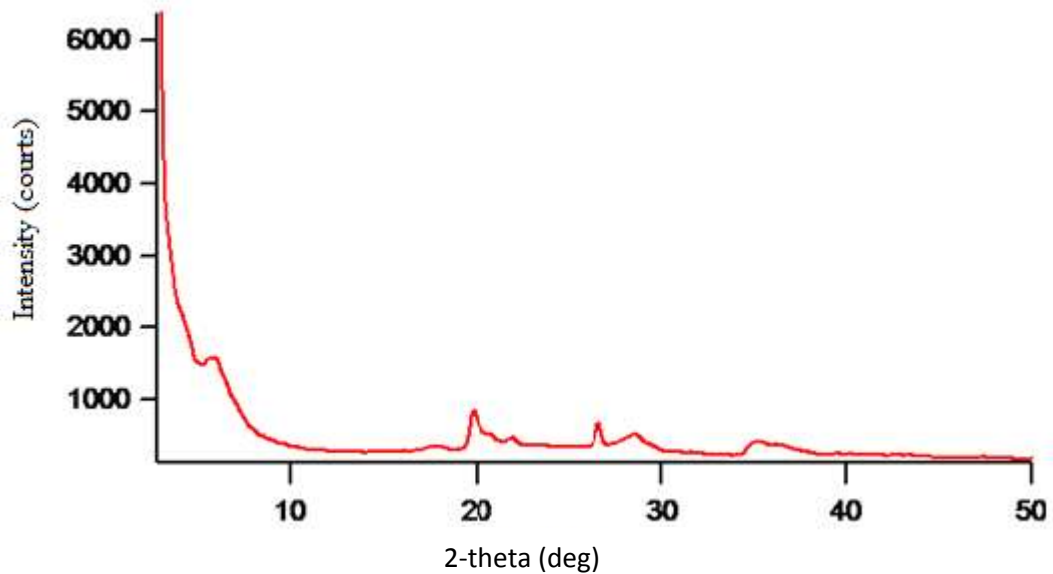
Pada penelitian ini dilakukan analisa XRD pada *bentonite* dan juga katalis yang telah dibuat atau *Sn/BT-Methanol* guna melihat *Clearance space* (jarak antar lapisan) pada *bentonite* sebelum dan sesudah diimobilisasi dengan Sn. Berikut merupakan grafik hasil XRD *Sn/BT-Methanol*:



Gambar 12 Grafik Hasil XRD *Sn/BT-Methanol*

Tabel III Refined Peak List *Sn/BT-Methanol*

No.	2-theta (deg)	d (ang.)	Height (counts)	FWHM (deg)	Int. I (counts de	Int. W (deg)	Asym. factor	Decay rate factor		Size (ang.)
								eta L/mL	eta H/m	
1	5.8079	15.2047	0.483340	0.825032	0.533489	1.103758	0.502384	0.589181	0.53202	100.899
2	19.73(2)	4.498(5)	84(8)	0.51(4)	62(2)	0.97(18)	0.27(7)	0.0(4)	1.55(10)	185(13)
3	20.8845	4.25005	2.207987	0.825032	6.010275	2.722081	0.502384	0.589181	0.53202	102.263
4	26.618(12)	3.3485(15)	88(9)	0.13(3)	19.2(10)	0.22(4)	2.1(12)	1.0(4)	1.4(5)	656(138)
5	29.04(9)	3.072(9)	18(4)	1.12(12)	28(3)	1.8(6)	1.0(3)	1.5(3)	0.0(6)	77(8)
6	35.26(16)	2.543(11)	13(4)	1.92(15)	27(3)	2.0(8)	0.40(17)	0.0(7)	0.0(4)	45(4)
7	50.1979	1.81595	8.118134	0.825032	8.154047	1.004424	0.502384	0.589181	0.53202	111.058
8	61.90(7)	1.4978(16)	23(5)	0.50(8)	14.7(12)	0.65(19)	0.5(3)	0.6(7)	0.5(4)	193(23)



**Gambar 13** Grafik Hasil XRD *Bentonite*

Dengan pengujian katalis Sn/BT-Methanol dapat dilihat clearance space (jarak antar lapisan) pada bentonite yang ditandai oleh peak d001. Jika terlihat pergeseran peak maka imobilisasi dapat dikatakan berhasil. Jika peak d001 bergeser ke arah  $2\theta$  lebih kecil (ke kiri) maka clearance space lebih besar setelah imobilisasi Sn. Sedangkan jika peak d001 bergeser ke  $2\theta$  lebih besar (ke kanan) maka clearance space lebih kecil setelah imobilisasi Sn.

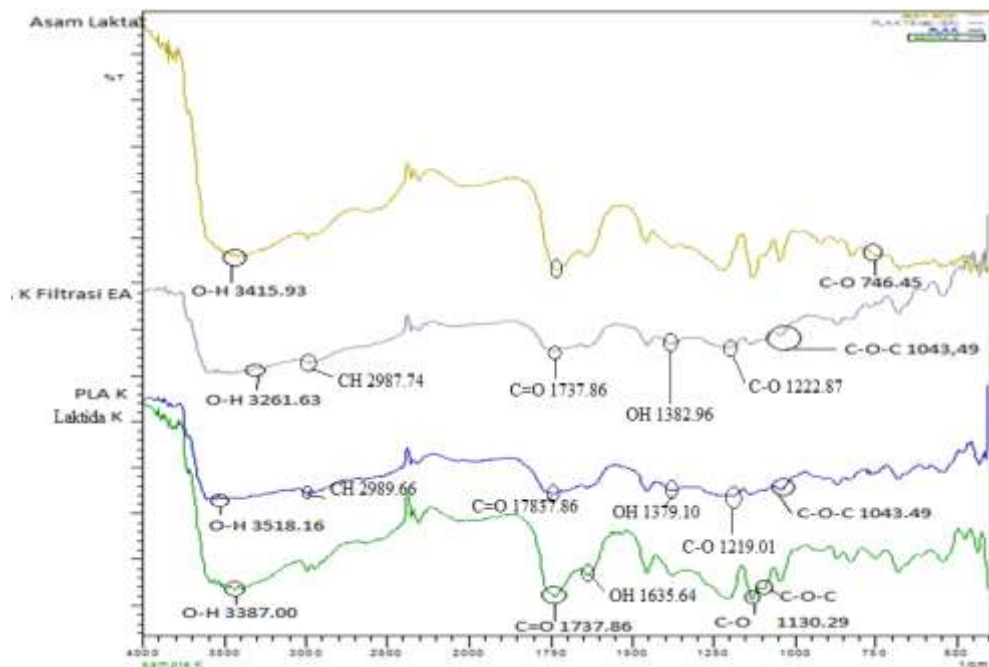
Pada hasil XRD katalis Sn/BT-Methanol terlihat bahwa peak d001 terdapat pada  $2\theta$  di 5,8079. Sedangkan untuk bentonitnya saja peak d001 terdapat pada  $2\theta$  di 7,2. Maka terjadi pergeseran ke arah kiri yaitu dari 7,2 ke 5,8079 hal ini menunjukkan bahwa clearance space (jarak antar lapisan) lebih besar setelah imobilisasi Sn.

#### **4.5 Analisa Fourier Transform Infra Red (FTIR)**

Pada penelitian ini dilakukan analisa FTIR terhadap *lactic acid* yang digunakan sebagai bahan baku proses sintesa *polylactic acid*. Dalam proses sintesa *polylactic acid* terdapat tahap prepolimer, pada tahap ini diharapkan *lactic acid* berubah strukturnya menjadi laktida setelah melewati proses

prepolimer. Selain proses prepolimer dalam pembuatan *polylactic acid* juga terdapat proses pembukaan cincin, hasil dari proses pembukaan cincin ini juga dilakukan analisa FTIR. Karakterisasi ini dilakukan dengan tujuan mengidentifikasi gugus-gugus fungsi dari *polylactic acid*. Analisa ini juga digunakan untuk melihat kemungkinan terjadinya reaksi pada tahap pengolahan yang ditandai dengan munculnya gugus-gugus fungsi baru yang sebelumnya tidak ada atau sebaliknya.

#### 4.5.1 Overlay Spektrum IR PLA Suhu Polimerisasi 100°C (PLA K)



**Gambar 14** Overlay Spektrum PLA K (100 °C)

Gambar *overlay* diatas merupakan gabungan hasil FTIR Asam Laktat, PLA K, PLA K Filtrasi EA dan Laktida K. PLA K merupakan PLA dengan proses polimerisasi yang digunakan yaitu ROP (*Ring Opening Polymerization*) pada suhu 100°C. Pada gambar diatas secara jelas pada asam laktat memperlihatkan panjang gelombang dari gugus -OH yaitu pada panjang gelombang 3415,95 cm<sup>-1</sup> yang merupakan gabungan gugus -OH dari asam dan alkohol dengan indikasi kuat terbentuknya ikatan air. Sedangkan pada Laktida K yang seharusnya tidak memiliki gugus -OH

namun karena proses prepolimerisasi disini yang tidak sempurna maka di dalam laktida K masih terdapat gugus –OH yang merupakan indikasi dari air yaitu pada panjang gelombang  $3387,00\text{ cm}^{-1}$  dan gugus –OH sekunder pada panjang gelombang  $1635,64\text{ cm}^{-1}$ . Produksi laktida pertama kali dijelaskan oleh Pelouze pada tahun 1845. Pelouze menjelaskan asam laktat dengan pemanasan dan penghilangan air dan diperoleh sebuah prepolimer yang tidak lagi penuh dengan campuran air. Ada PLA K yang merupakan PLA dengan suhu polimerisasi yang digunakan  $100^{\circ}\text{C}$  gugus –OH kembali muncul dengan ditunjukkan pada panjang gelombang  $3518,16\text{ cm}^{-1}$  dan gugus –OH sekundernya yaitu pada panjang gelombang  $1379,10\text{ cm}^{-1}$ . Begitu pula pada PLA K Filtrasi EA yang merupakan PLA K bebas katalis (dilarutkan dalam etil asetat), gugus –OH terdapat pada panjang gelombang  $3261,63\text{ cm}^{-1}$  gugus –OH sekundernya yaitu pada panjang gelombang  $1382,96\text{ cm}^{-1}$ .

Gugus C-O memiliki daerah sekitar  $900 -1300\text{ cm}^{-1}$ . Asam laktat merupakan rantai alifatik yang memiliki gugus C-O yang ditunjukkan pada panjang gelombang  $746,45\text{ cm}^{-1}$  begitu juga pada PLA K yang merupakan rantai alifatik memiliki gugus C-O yang ditunjukkan pada panjang gelombang  $1219,01\text{ cm}^{-1}$  dan juga pada PLA bebas katalis atau PLA Filtrasi EA yaitu memiliki gugus C-O ada panjang gelombang  $1222,87\text{ cm}^{-1}$ . pada laktida K yang merupakan rantai siklik sehingga gugus C-O ditunjukkan pada panjang gelombang  $1130,29\text{ cm}^{-1}$ .

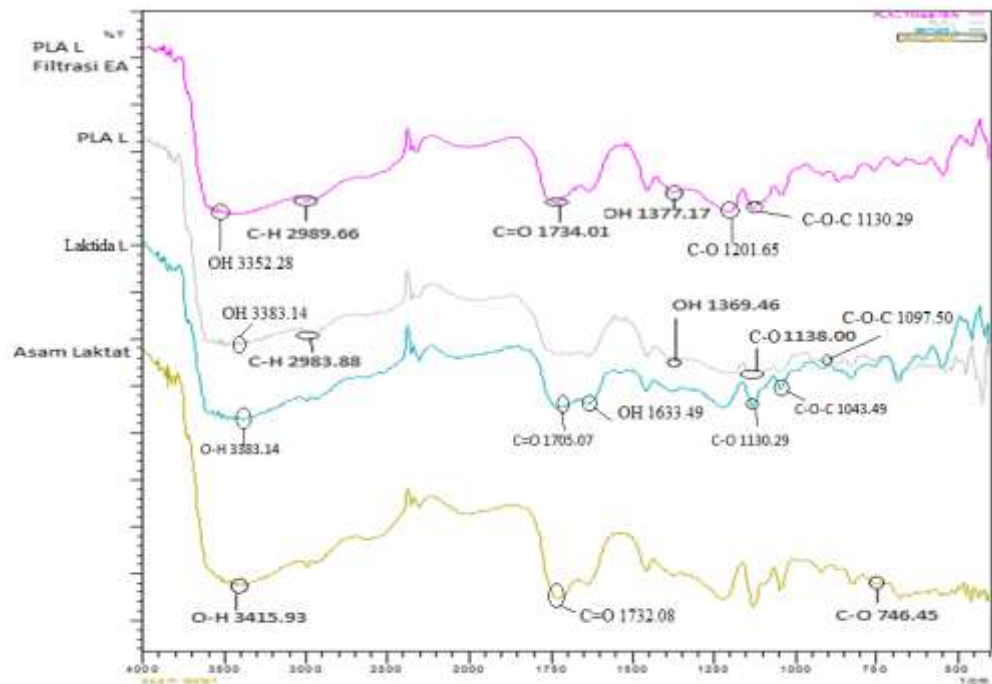
Pada laktida K terdapat gugus C-O-C yang ditunjukkan pada panjang gelombang  $1097,50\text{ cm}^{-1}$  begitu juga pada PLA K yang masih terdapat katalis didalamnya mempunyai gugus C-O-C yang ditunjukkan pada panjang gelombang  $1043,49\text{ cm}^{-1}$ . Hal yang sama juga terlihat pada polylactic acid yang bebas katalis atau PLA Filtrasi EA yang ditunjukkan pada panjang gelombang  $1043,49\text{ cm}^{-1}$ .

Pada Asam laktat Gugus karbonil sebagai regangan C=O ditunjukkan pada bilangan  $1732,08\text{ cm}^{-1}$ . Kemudian masih muncul pada

laktida K yaitu pada panjang gelombang  $1737,86 \text{ cm}^{-1}$ . Dan terdapat pula pada PLA K dan PLA K Filtrasi EA. Yaitu dimana pada PLA K dan PLA K Filtrasi EA gugus C=O ini sama-sama terdapat pada panjang gelombang  $1737,86 \text{ cm}^{-1}$ .

Sedangkan untuk daerah serapan dari CH pada PLA K gugus CH terdapat pada panjang gelombang  $2989,66 \text{ cm}^{-1}$ . Sedangkan untuk PLA K Filtrasi EA gugus CH memiliki panjang gelombang yaitu  $2987,74 \text{ cm}^{-1}$ .

#### 4.5.2 Overlay Spektrum IR PLA Suhu Polimerisasi $120^\circ\text{C}$ (PLA L)



**Gambar 15** Overlay Spektrum PLA L ( $120^\circ\text{C}$ )

PLA L merupakan PLA yang diproses dengan proses ROP (*Ring Opening Polymerization*) sebagai proses polimerisasinya dimana suhu yang digunakan adalah  $120^\circ\text{C}$ . Dari gambar *overlay* diatas terdapat hasil dari proses prepolimer. Tujuan tahap prepolimer ini yaitu menghasilkan polimer bermassa molekul rendah dengan menghilangkan kandungan air pada *lactic acid*. Kandungan air pada *lactic acid* dihilangkan dengan cara

pemanasan. Kandungan air yang terdapat pada *lactic acid* akan menghidrolisis polimer yang terbentuk akan terurai kembali menjadi monomer.

Warna jernih pada hasil prepolimer menunjukkan kemurnian larutan, jika prepolimer yang dihasilkan berwarna coklat hingga berwarna hitam menandakan bahwa masih adanya oksigen dan uap air yang mengkontaminasi pada saat prepolimer berlangsung. Oksigen dan uap air akan mengoksidasi prepolimer yang terbentuk sehingga tidak terbentuk prepolimer yang sempurna dan berwarna hitam (Alfa Gunawam, dkk 2012). Namun hasil FTIR prepolimer diatas menunjukkan bahwa masih adanya kandungan air pada asam laktat yang telah di prepolimer atau hasilnya yang disebut sebagai laktida L hal ini ditunjukkan pada panjang gelombang  $3383,14\text{ cm}^{-1}$  dan gugus  $\text{-OH}$  sekunder yaitu pada panjang gelombang  $1633,71\text{ cm}^{-1}$ . Sedangkan yang diharapkan dari proses prepolimer adalah hilangnya kandung air dalam *lactic acid*.

Dari gambar *overlay* diatas kita dapat melihat perbedaan gugus fungsi. Pada Asam laktat memiliki dua macam ikatan  $\text{-OH}$  dengan jangkauan yang sangat besar meliputi daerah  $2500 - 3550\text{ cm}^{-1}$ , terlihat *peak* hasil *spectrum IP* tampak panjang gelombang  $3415,95\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan gabungan gugus  $\text{-OH}$  dari asam dan alkohol. Katalis yang digunakan antara terbentuknya laktida dengan proses *ring opening polymerization* bertujuan agar berat molekul nya bisa dikendalikan. Dengan mengendalikan waktu tinggal dan suhu dalam kombinasi dengan jenis katalis yang digunakan dan juga konsentrasi. Dengan demikian sangat mungkin katalis digunakan untuk mengontrol rasio dan urutan unit asam laktat dalam proses pembentukan polimer (Gupta et al, 2007).

Gugus  $\text{-OH}$  pun terdapat pada PLA L dan PLA L Filrasi EA yaitu dimana panjang gelombang gugus  $\text{-OH}$  ada PLA L yaitu  $3383,14\text{ cm}^{-1}$  dan gugus  $\text{-OH}$  sekunder yaitu  $1369,46\text{ cm}^{-1}$  sedangkan pada PLA L Filrasi

EA yaitu pada panjang gelombang  $3352,28 \text{ cm}^{-1}$  dan gugus  $\text{-OH}$  sekunder yaitu  $1377,7 \text{ cm}^{-1}$ .

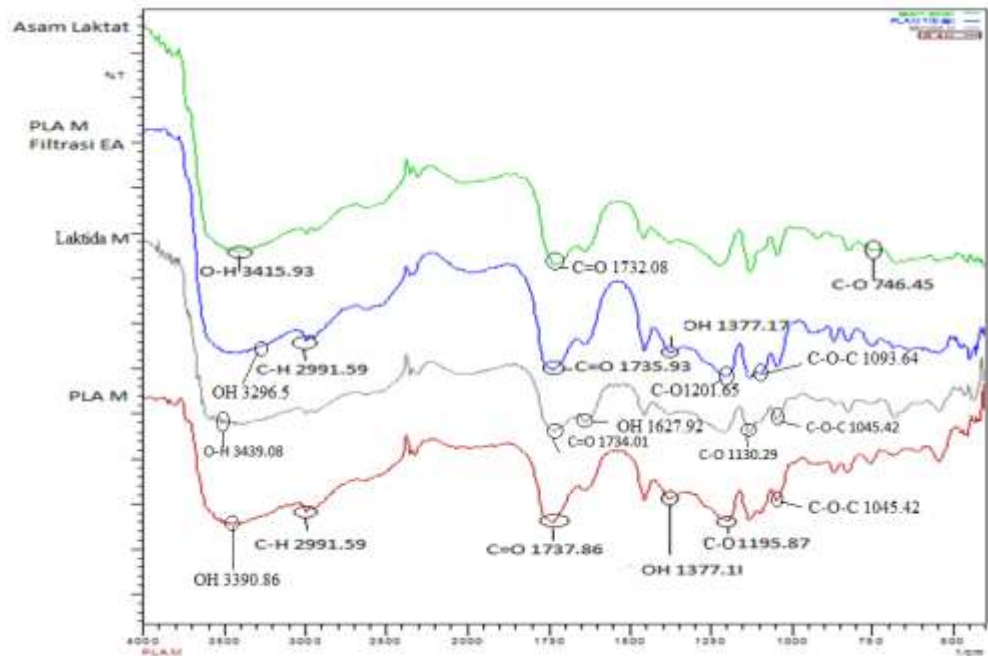
PLA yang masih mengandung katalis atau PLA L memiliki gugus fungsi C-O-C, hal ini ditunjukkan pada panjang gelombang  $1097,50 \text{ cm}^{-1}$ . Pada PLA yang telah bebas katalis (dilarutkan dalam etil asetat) terlihat bahwa PLA tersebut memiliki gugus fungsi C-O-C yang ditunjukkan pada panjang gelombang  $1130,29 \text{ cm}^{-1}$ . Sedangkan ada Lakida L gugus fungsi C-O-C  $104,49 \text{ cm}^{-1}$ .

Gugus C-O memiliki jangkauan meliputi daerah  $900 -1300 \text{ cm}^{-1}$ . Asam laktat merupakan rantai alifatik yang memiliki gugus C-O yang ditunjukkan pada panjang gelombang  $746,45 \text{ cm}^{-1}$  begitu juga pada LA L yang merupakan rantai alifatik memiliki gugus C-O yang ditunjukkan pada panjang gelombang  $1138,00 \text{ cm}^{-1}$  dan juga pada PLA bebas katalis aa LA L Filrasi EA yai memiliki gugus C-O ada anang gelombang  $1201,65,87 \text{ cm}^{-1}$ . Pada laktida L yang merupakan rantai siklik sehingga gugus C-O ditunjukkan pada panjang gelombang  $1130,29 \text{ cm}^{-1}$ .

Pada Asam laktat Gugus karbonil sebagai regangan  $\text{C=O}$  ditunjukkan pada bilangan  $1732,08 \text{ cm}^{-1}$ . Kemudian masih muncul pada laktida L yaitu ada panjang gelombang  $1705,07 \text{ cm}^{-1}$ . Pada PLA L gugus  $\text{C=O}$  tidak terlihat namun pada PLA L Filtrasi EA terdapat gugus  $\text{C=O}$  pada panjang gelombang  $1734,01 \text{ cm}^{-1}$ .

Sedangkan untuk daerah serapan dari CH ada PLA L ggs CH erdaa ada anang gelombang  $2983,88 \text{ cm}^{-1}$ . Sedangkan nk LA L Filrasi EA ggs CH memiliki anang gelombang yai  $2989,66 \text{ cm}^{-1}$ .

### 4.5.3 Overlay Spektrum IR PLA Suhu Polimerisasi 156°C (PLA M)



**Gambar 16** Overlay Spektrum PLA M (156 °C)

Gambar *overlay* diatas merupakan gabungan hasil FTIR Asam Laktat, PLA M, PLA M Filtrasi EA dan Laktida M. PLA M merupakan PLA dengan proses polimerisasi yang digunakan yaitu ROP (*Ring Opening Polymerization*) pada suhu 156°C. Pada gambar diatas secara jelas pada asam laktat memperlihatkan panjang gelombang dari gugus -OH yaitu pada panjang gelombang 3415,95  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan gabungan gugus -OH dari asam dan alkohol dengan indikasi kuat terbentuknya ikatan air. Sedangkan pada Laktida M yang seharusnya tidak memiliki gugus -OH namun karena proses prepolimerisasi kami yang tidak sempurna maka di dalam laktida M masih terdapat gugus -OH yang merupakan indikasi dari air yaitu pada panjang gelombang 3439,08  $\text{cm}^{-1}$  dan gugus -OH sekunder pada panjang gelombang 1627,92  $\text{cm}^{-1}$ . Pada PLA M yang merupakan PLA dengan suhu polimerisasi yang digunakan 156°C gugus -OH kembali muncul dengan ditunjukkan pada panjang gelombang 3390,86  $\text{cm}^{-1}$  dan gugus -OH sekundernya yaitu pada panjang gelombang 1377,14  $\text{cm}^{-1}$ . Begitu pula pada PLA M Filtrasi EA yang

merupakan PLA M bebas katalis (dilarutkan dalam etil asetat lalu disaring), gugus -OH terdapat pada panjang gelombang 3296,35 cm<sup>-1</sup> gugus -OH sekundernya yaitu pada panjang gelombang 1377,17 cm<sup>-1</sup>.

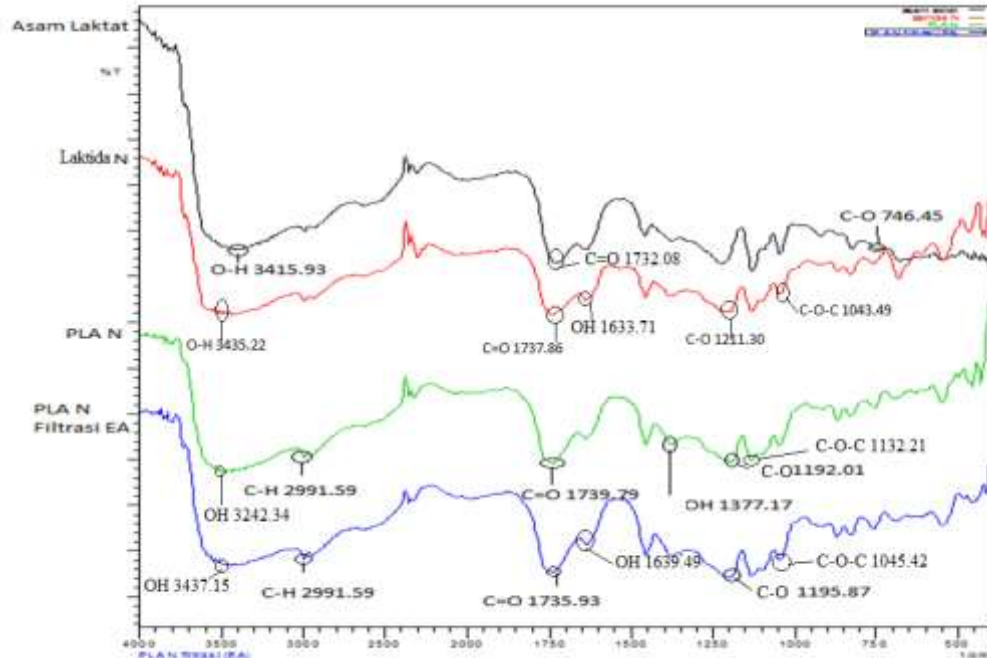
Gugus C-O memiliki daerah sekitar 900 -1300 cm<sup>-1</sup>. Asam laktat merupakan rantai alifatik yang memiliki gugus C-O yang ditunjukkan pada panjang gelombang 746,45 cm<sup>-1</sup> begitu juga pada PLA M yang merupakan rantai alifatik memiliki gugus C-O yang ditunjukkan pada panjang gelombang 1201,65 cm<sup>-1</sup> dan juga pada PLA bebas katalis atau PLA Filtrasi M EA yaitu memiliki gugus C-O ada panjang gelombang 1185,87 cm<sup>-1</sup>. pada laktida M yang merupakan rantai siklik sehingga gugus C-O ditunjukkan pada panjang gelombang 1130,29 cm<sup>-1</sup>.

Pada laktida M terdapat gugus C-O-C yang ditunjukkan pada panjang gelombang 1045,42 cm<sup>-1</sup> begitu juga pada PLA M yang masih terdapat katalis didalamnya mempunyai gugus C-O-C yang ditunjukkan pada panjang gelombang 1045,42 cm<sup>-1</sup>. Hal yang sama juga terlihat pada *polylactic acid* yang bebas katalis atau LA Filtrasi EA yang ditunjukkan pada panjang gelombang 1093,64cm<sup>-1</sup>.

Pada Asam laktat Gugus karbonil sebagai regangan C=O ditunjukkan pada bilangan 1732,08 cm<sup>-1</sup>. Kemudian masih muncul pada laktida M yaitu pada panjang gelombang 1734,01 cm<sup>-1</sup>. Dan terdapat pula pada PLA M dan PLA < Filtrasi EA. Yaitu dimana pada PLA M pada panjang gelombang 1737,86 cm<sup>-1</sup> dan PLA K Filtrasi EA gugus C=O ini terdapat pada panjang gelombang 1735,93 cm<sup>-1</sup>.

Sedangkan untuk daerah serapan dari CH pada PLA M dan PLA K Filtrasi EA gugus CH terdapat pada panjang gelombang yang sama yaitu 2991,59 cm<sup>-1</sup>.

#### 4.5.4 Overlay Spektrum IR PLA Suhu Polimerisasi 164°C (PLA N)



**Gambar 17** Overlay Spektrum PLA N (164°C)

Gambar *overlay* diatas merupakan gabungan hasil FTIR Asam Laktat, PLA N, PLA N Filtrasi EA dan Laktida N. PLA N merupakan PLA dengan proses polimerisasi yang digunakan yaitu ROP (*Ring Opening Polymerization*) pada suhu 164°C. Pada gambar diatas secara jelas pada asam laktat memperlihatkan panjang gelombang dari gugus -OH yaitu pada panjang gelombang 3415,95  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan gabungan gugus -OH dari asam dan alkohol dengan indikasi kuat terbentuknya ikatan air. Sedangkan pada Laktida N yang seharusnya tidak memiliki gugus -OH namun karena proses prepolimerisasi kami yang tidak sempurna maka di dalam laktida N masih terdapat gugus -OH yang merupakan indikasi dari air yaitu pada panjang gelombang 3435,22  $\text{cm}^{-1}$  dan gugus -OH sekunder pada panjang gelombang 16353,71  $\text{cm}^{-1}$ . Pada PLA N yang merupakan PLA dengan suhu polimerisasi yang digunakan 164°C gugus -OH kembali muncul dengan ditunjukkan pada panjang gelombang 3242,34  $\text{cm}^{-1}$  dan gugus -OH sekundernya yaitu pada panjang gelombang 1377,17  $\text{cm}^{-1}$ .

Begitu pula pada PLA N Filtrasi EA yang merupakan PLA N bebas katalis (dilarutkan dalam etil asetat dan dipisahkan dari katalis), gugus -OH terdapat pada panjang gelombang  $3437,15 \text{ cm}^{-1}$  gugus -OH sekundernya yaitu pada panjang gelombang  $1639,49 \text{ cm}^{-1}$ .

Gugus C-O memiliki daerah sekitar  $900 -1300 \text{ cm}^{-1}$ . Asam laktat merupakan rantai alifatik yang memiliki gugus C-O yang ditunjukkan pada panjang gelombang  $746,45 \text{ cm}^{-1}$  begitu juga pada PLA N yang merupakan rantai alifatik memiliki gugus C-O yang ditunjukkan pada panjang gelombang  $1192,01 \text{ cm}^{-1}$  dan juga pada PLA bebas katalis atau PLA N Filtrasi EA yaitu memiliki gugus C-O ada panjang gelombang  $1195,87 \text{ cm}^{-1}$ . pada laktida N yang merupakan rantai siklik sehingga gugus C-O ditunjukkan pada panjang gelombang  $1211,30 \text{ cm}^{-1}$ .

Pada laktida N terdapat gugus C-O-C yang ditunjukkan pada panjang gelombang  $1043,49 \text{ cm}^{-1}$  begitu juga pada PLA N yang masih terdapat katalis didalamnya mempunyai gugus C-O-C yang ditunjukkan pada panjang gelombang  $1132,21 \text{ cm}^{-1}$ . Hal yang sama juga terlihat pada *polylactic acid* yang bebas katalis atau PLA Filtrasi EA yang ditunjukkan pada panjang gelombang  $1045,42 \text{ cm}^{-1}$ .

Pada Asam laktat Gugus karbonil sebagai regangan C=O ditunjukkan pada bilangan  $1732,08 \text{ cm}^{-1}$ . Kemudian masih muncul pada laktida N yaitu pada panjang gelombang  $1737,86 \text{ cm}^{-1}$ . Dan terdapat pula pada PLA N dan PLA N Filtrasi EA. Yaitu dimana pada PLA N terdapat pada panjang gelombang  $1739,79 \text{ cm}^{-1}$  dan PLA N Filtrasi EA gugus C=O ini pada panjang gelombang  $1735,93 \text{ cm}^{-1}$ .

Sedangkan untuk daerah serapan dari CH pada PLA N dan PLA N Filtrasi EA gugus CH terdapat pada panjang gelombang yang sama yaitu  $2991,59 \text{ cm}^{-1}$ .

#### 4.6 Viskositas dan Bobot Molekul

Pada penelitian ini dilakukan analisa viskometri. Analisa ini dilakukan menggunakan viscometer Ostwald, hasil dari analisa viskometri bisa digunakan untuk menghitung berat molekul pada masing-masing sample *polylactic acid* yang telah diproses menggunakan proses *Ring Opening Polymerization*.

Sebelum menentukan bobot molekul yang harus diketahui adalah viskositas instrinsik. Untuk menentukan viskositas instrinsik perlu dilakukan pengukuran terhadap waktu laju alir etil asetat ( $t_0$ ) terlebih dahulu dan waktu laju alir PLA tanpa katalis dalam etil asetat ( $t$ ) dalam konsentrasi 2%, 3%, 4% dan 5% menggunakan viscometer Ostwald.

Berikut merupakan tabel waktu laju alir etil asetat yang dihitung sebanyak tiga kali (triplo)

**Tabel IV** Waktu Laju Alir Etil Asetat

Laju alir (detik)			Rata-rata (detik)
I	II	III	
5,71	5,8	5,89	5,8

Viskositas ( $\eta$ ) dihitung melalui persamaan :

$$\eta_{relatif} = \frac{\eta}{\eta_0} = \frac{t}{t_0}$$

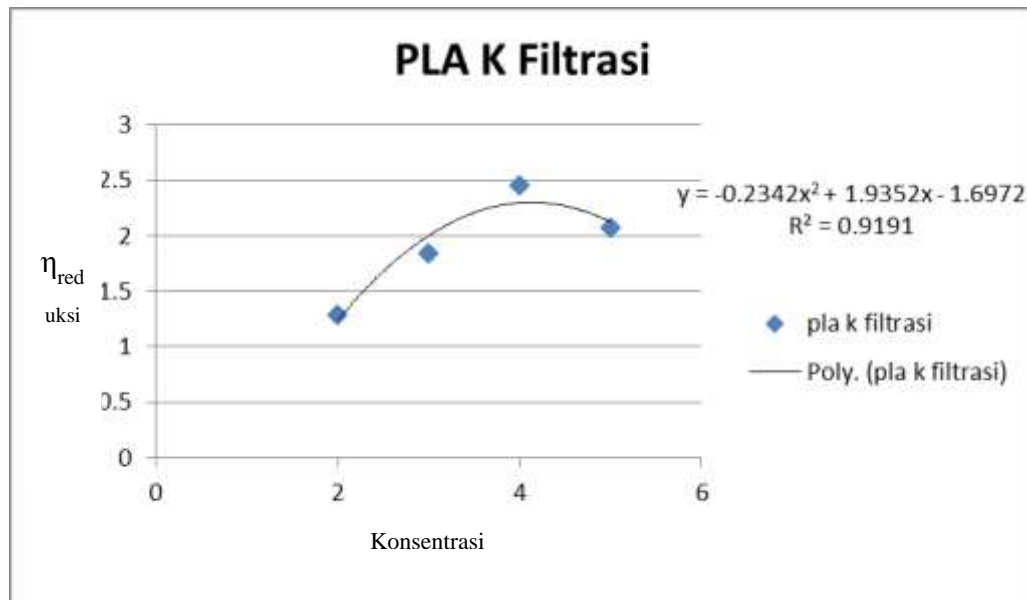
$$\eta_{spesifik} = \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0} = \frac{t - t_0}{t_0}$$

$$\eta_{reduksi} = \frac{\eta_{sp}}{C}$$

Keterangan : C = konsentrasi PLA dalam etil asetat

Viskositas intrinsik PLA polimerisasi suhu 100°C, 120°C, 156°C dan 164°C dapat diperoleh dengan cara memplotkan  $\eta_{reduksi}$  sebagai sumbu y dan konsentrasi

sebagai sumbu x. sebagai contoh berikut merupakan gambar grafik PLA K filtrasi atau PLA K bebas katalis:



**Gambar 18** Grafik antara  $\eta_{\text{reduksi}}$  dengan konsentrasi PLA K filtrasi pada pengukuran viskositas

Pada gambar diatas didapatkan persamaan garis  $y = -0.2342x^2 + 1.9352x - 1.6972$  dengan regresi polynomial sebesar  $R^2 = 0.9191$ . Viskositas instrinsik diperoleh dari ekstrapolasi  $\eta_{\text{spesifik}}$  terhadap konsentrasi PLA dimana konsentrasi larutan mendekati nol yang oleh Huggins dinyatakan dengan persamaan berikut :

$$\frac{\eta_{sp}}{c} = k (\eta)^2 C + (\eta)$$

Dimana k merupakan konstanta polimer dalam pelarut tertentu. Sehingga dari persamaan garis tersebut didapatkan  $\eta_{\text{instrinsik}}$  PLA K filtrasi sebesar - 1.6972. Berikut merupakan viskositas instrinsik PLA K filtrasi, L filtrasi, M filtrasi dan N filtrasi atau PLA yang telah bebas katalis.

**Tabel V** Viskositas instrinsik macam-macam PLA

PLA	Viskositas instrinsik
K Filtrasi	- 1.6972
L filtrasi	- 5.3354
M filtrasi	- 4.3937
N filtrasi	5.958

Viskositas instrinsik yang diperoleh digunakan untuk menghitung massa molekul PLA sesuai persamaan Mark-Houwink-Sakurada:

$$\eta = k M^{\alpha}$$

ket:  $k = 1,63 \times 10^{-3}$

$\alpha = 0,73$

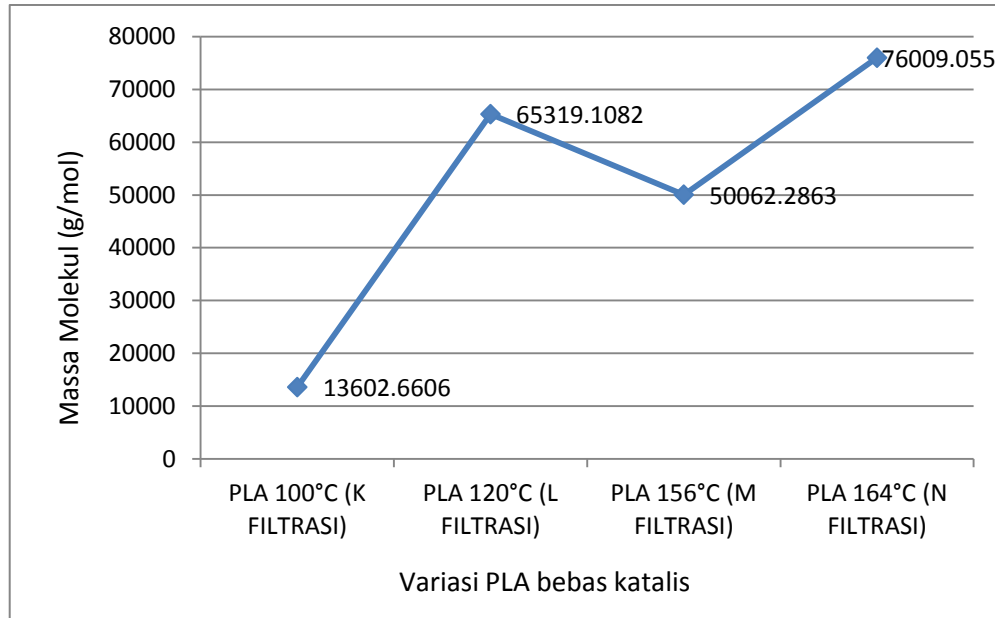
$\eta = \eta_{\text{instrinsik}} \text{ PLA}$

nilai  $k$  dan  $\alpha$  bukan merupakan tetapan yang bernilai mutlak. tetapan tersebut tergantung pada polimer, pelarut dan suhu. pelarut yang digunakan pada penelitian ini adalah etil asetat. Data perhitungan massa molekul PLA dengan waktu polimerisasi 100°C, 120°C, 156°C dan 164°C terdapat ada Lamiran A. tabel keseluruhan massa molekul pada PLA K filtrasi, L filtrasi, M filtrasi dan N filtrasi ditunjukkan pada tabel di bawah ini.

**Tabel VI** Hasil Perhitungan Massa Molekul PLA Berdasarkan Waktu Polimerisasi

PLA	Massa Molekul (g/mol)
K Filtrasi	13.602,6606
L filtrasi	65.319,1082
M filtrasi	50.062,2863
N filtrasi	76.009,0550

Berikut merupakan grafik massa molekul berdasarkan suhu polimerisasi



**Gambar 19** Grafik Massa Molekul Berdasarkan Suhu Polimerisasi

Dari data diatas diketahui bahwa massa molekul PLA N Filtrasi merupakan yang paling tinggi dimana massa molekulnya yaitu 76.009,0550 g/mol. Namun massa molekul tersebut masih tergolong kecil karena cukup jauh dari massa molekul seharusnya bila menggunakan metode *Ring Opening Polymerization* yaitu sebesar lebih dari 100.000 g/mol (Auras et all, 2010).

Pada penelitian ini dinyatakan belum berhasil karena PLA yang dihasilkan tidak bersifat keras dan getas yang merupakan sifat umum dari PLA nya sendiri. Penyebabnya yaitu tidak sempurnanya hasil proses prepolimerisasi karena terlihat dari hasil FTIR yaitu masih terdapatnya kandungan air yang ditandai oleh adanya gugus -OH. Kandungan air yang terdapat pada *lactic acid* akan menghidrolisis polimer yang terbentuk akan terurai kembali menjadi monomer.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

1. Asam laktat dapat dibentuk menjadi poli asam laktat melalui proses *ring opening polymerization*.
2. Bobot molekul tertinggi diperoleh pada variasi suhu 164°C yang telah bebas katalis, dimana bobot molekul yang diperoleh yaitu sebesar 76.009,0550 g/mol.
3. Bobot molekul yang diperoleh sebesar 76.009,0550 g/mol pada suhu 164°C pada butir 2 di atas masih memiliki bobot molekul yang rendah dibandingkan dengan poli asam laktat komersial. Hal ini dapat dijelaskan sebagai berikut :

#### **5.2 Keterbatasan**

1. Dalam penelitian ini peneliti menyadari adanya kemungkinan rangkaian alat yang digunakan dalam penelitian ini mempengaruhi hasil penelitian. Rangkaian alat prepolimerisasi yang digunakan belum mendehidrasikan air secara efektif. Sehingga laktida yang dihasilkan masih mengandung air. Kandungan air yang terdapat pada laktida akan menghidrolisis polimer yang terbentuk akan terurai kembali menjadi monomer. Hal ini menyebabkan bobot molekul poli asam laktat rendah.
2. Belum terhidrasinya air secara efektif disebabkan sambungan alat prepolimerisasi yang digunakan berbentuk T (dalam literature untuk penelitian yang sejenis menggunakan sambungan berbentuk U). Sehingga air yang menguap tidak seluruhnya mengalir ke kondensor, melainkan sebagian uap air turun kembali ke labu leher tiga.

#### **5.3 Saran**

1. Untuk penelitian sejenis untuk memperoleh poli asam laktat dengan bobot molekul tinggi disarankan rangkaian alat prepolimerisasi dengan menggunakan sambungan berbentuk U dan ditambah vakum guna

mempercepat waktu prepolimerisasi dan menghilangkan kandungan air lebih cepat.

2. Mencoba *rotating evaporator* untuk proses dehidrasi, karena lebih cepat dibandingkan destilasi.
3. Mencoba menggunakan variasi suhu 140°C-170°C. hal ini untuk melihat apakah bobot molekul lebih tinggi dari yang diperoleh dalam penelitian ini.

## DAFTAR PUSTAKA

- Augustine. R.L., 1996, *Heterogenous Catalysis for Chemist*, Marcel Dekker, New
- Avérous, L., 2008. Polylactic Acid: Synthesis, Properties and Applications, dalam *Monomers, Polymers and Composites from Renewable Resources* (Ed Mohamed Naceur Belgacem dan Alessandro Gandini), 1<sup>st</sup> Editon, Chapter 21. Amsterdam: Elsevier Ltd.
- Cowd. 1991. *Kimia Polimer*. Harry Firman, penerjemah. Bandung: ITB Press. Terjemahan dari: *Polymer Chemistry*.
- Gruber, Pat and O'Brien, Michael, 2001. Biopolymer. Volume 6, Chapter 8, Polylactides: *NatureWorks® PLA*.
- H. R. Kricheldorf and A. Serra, 1985. *Polym. Bull.*, 14, 497.
- H. R.Kricheldorf, I. Kreiser-Saunders, and C. Boettcher (1995) *Polymer* **36**(6), 1253–1259.
- Hwang JK, SP Hong, CT Kim. 1997. Effect of molecular weight and NaCl concentration on dilute solution properties of chitosan. *J Food Sci Nutr* 2: 1-5
- J. Pelouze, Ann. Chemie 1845, 8, 112–124.
- Narayan, Ramani. 2003. *Biobased Biodegradable Products - An Assesment*. Michigan State University. Michigan
- P. Mainilvarlet, R. Rahm, and S. Gogolewski, 1997. *Biomaterials*, 18, 257.
- Prajonto M. 2007. Tinjauan umum tentang deaktivasi katalis pada reaksi katalisis heteogen. FMIPA., UNY, Yogyakarta Rosida A. 2007. Pencirian Poliblend Poliasamlaktat dengan Poliprolakton. [skripsi]. Bogor: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor.
- Proikakis C.S., Tarantili P.A., Andreopoulosa.G., *J. ElastomPlast* **34** (2002) 49-63

- R. Auras, L.-T. Lim, S. E. M. Selke, and H. Tsuji, 2010. *Poly(lactic acid): Synthesis, Structures, Properties, Processing, and Applications*. John Wiley & Sons, Inc.
- Said, E.G. 1987. *Bioindustri: Penerapan Teknologi Fermentasi*. Jakarta: Mediatama Sarana Perkasa.
- Satterfield, C.N., 1980, *Heterogeneous Catalyst in Practice*, Mc Graw Hill Book Company, New York.
- Steven M P. 2001. *Kimia Polimer*. Sopyan I, penerjemah. Jakarta : Pradnja Paramitha. Terjemahan dari : *Polymer Chemistry : An introduction*.
1999. *Polymer data handbook*. Oxford University Press, Inc.

## LAMPIRAN

### PERHITUNGAN VISKOSITAS DAN MASSA MOLEKUL

**Tabel VII** Waktu Laju alir etil asetat

Laju alir (detik)			Rata-rata (detik)
I	II	III	
5,71	5,8	5,89	5,8

### PLA K Filtrasi (PLA dengan Suhu Polimerisasi 100°C dan Bebas Katalis)

**Tabel VIII** Waktu Laju alir PLA K dengan Variasi Konsentrasi

Konsentrasi (%)	Laju Alir (detik)			Rata-rata (detik)
	I	II	III	
2	5,98	5,8	6,07	5,95
3	6,07	6,16	6,12	6,2
4	6,25	6,52	6,34	6,37
5	6,34	6,48	6,43	6,4

➤ Konsentrasi 2%

$$\eta_{rel} = \frac{t}{t_0} = \frac{5,95}{5,8} = 1,0258$$

$$\eta_{sp} = \frac{t-t_0}{t_0} = 0,0259$$

$$\eta_{red} = \frac{\eta_{sp}}{c} = \frac{0,0259}{0,02} = 1,29$$

➤ Konsentrasi 3%

$$\eta_{rel} = \frac{t}{t_0} = \frac{6,12}{5,8} = 1,0552$$

$$\eta_{sp} = \frac{t-t_0}{t_0} = 0,0552$$

$$\eta_{red} = \frac{\eta_{sp}}{c} = \frac{0,0552}{0,03} = 1,8391$$

➤ Konsentrasi 4%

$$\eta_{rel} = \frac{t}{t_0} = \frac{6,37}{5,8} = 1,098$$

$$\eta_{sp} = \frac{t-t_0}{t_0} = 0,0983$$

$$\eta_{red} = \frac{\eta_{sp}}{C} = \frac{0,0983}{0,04} = 2,4569$$

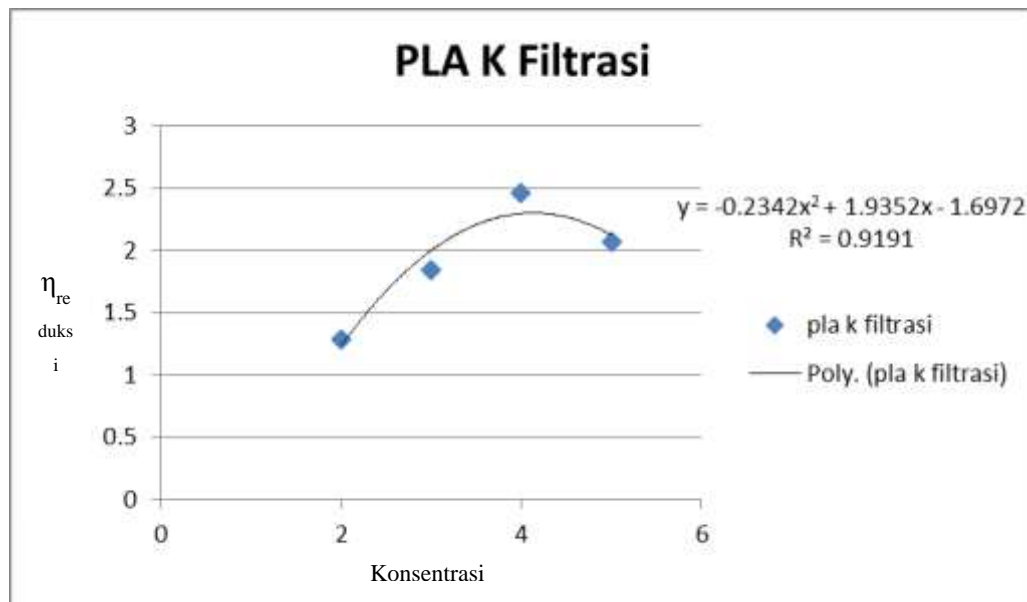
➤ Konsentrasi 5%

$$\eta_{rel} = \frac{t}{t_0} = \frac{6,4}{5,8} = 1,1035$$

$$\eta_{sp} = \frac{t-t_0}{t_0} = 0,1035$$

$$\eta_{red} = \frac{\eta_{sp}}{C} = \frac{0,1035}{0,02} = 2,069$$

Setelah didapatkan viskositas reduksi dari setiap variasi konsentrasi maka data tersebut digunakan untuk mencari viskositas instrinsik seperti gambar grafik dibawah ini:



**Gambar 20** Grafik  $\eta_{reduksi}$  dengan Konsentrasi PLA K Filtrasi

$$\eta_{instrinsik} = - 1,6972$$

$$\eta = k M^{\alpha}$$

$$- 1,6972 = 1,63 \times 10^{-3} M_w^{0,73}$$

$$M_w = 13.602,6606 \text{ gr/mol}$$

### I. PLA L Filtrasi (PLA dengan Suhu Polimerisasi 120°C dan Bebas Katalis)

**Tabel IX Waktu Laju alir PLA L dengan Variasi Konsentrasi**

Konsentrasi (%)	Laju Alir (detik)			Rata-rata (detik)
	I	II	III	
2	5,89	5,8	5,95	5,89
3	6,39	6,48	6,3	6,39
4	6,93	6,66	6,57	6,4
5	6,39	6,52	6,3	6,72

➤ Konsentrasi 2%

$$\eta_{rel} = \frac{t}{t_0} = \frac{5,89}{5,8} = 1,015$$

$$\eta_{sp} = \frac{t-t_0}{t_0} = 0,0155$$

$$\eta_{red} = \frac{\eta_{sp}}{c} = \frac{0,0155}{0,02} = 0,775$$

➤ Konsentrasi 3%

$$\eta_{rel} = \frac{t}{t_0} = \frac{6,39}{5,8} = 1,1017$$

$$\eta_{sp} = \frac{t-t_0}{t_0} = 0,1017$$

$$\eta_{red} = \frac{\eta_{sp}}{c} = \frac{1,1017}{0,03} = 3,3908$$

➤ Konsentrasi 4%

$$\eta_{rel} = \frac{t}{t_0} = \frac{6,4}{5,8} = 1,1034$$

$$\eta_{sp} = \frac{t-t_0}{t_0} = 0,1034$$

$$\eta_{red} = \frac{\eta_{sp}}{c} = \frac{1,1034}{0,04} = 2,586$$

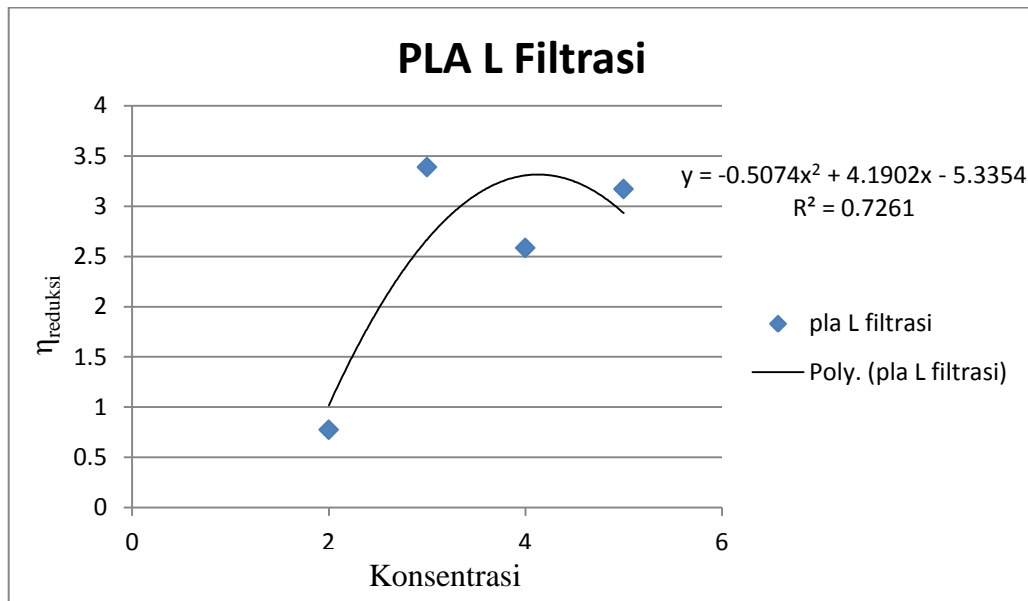
➤ Konsentrasi 5%

$$\eta_{rel} = \frac{t}{t_0} = \frac{6,72}{5,8} = 1,1586$$

$$\eta_{sp} = \frac{t-t_0}{t_0} = 0,1586$$

$$\eta_{red} = \frac{\eta_{sp}}{c} = \frac{0,1586}{0,02} = 3,1724$$

Setelah didapatkan viskositas reduksi dari setiap variasi konsentrasi maka data tersebut digunakan untuk mencari viskositas instrinsik seperti gambar grafik dibawah ini:



**Gambar 21** Grafik  $\eta_{\text{reduksi}}$  dengan Konsentrasi PLA L Filtrasi

$$\eta_{\text{intrinsik}} = - 5,3354$$

$$\eta = k M^{\alpha}$$

$$- 5,3354 = 1,63 \times 10^{-3} M_w^{0,73}$$

$$M_w = 65.319,1082 \text{ gr/mol}$$

## II. PLA M Filtrasi (PLA dengan Suhu Polimerisasi 156°C dan Bebas Katalis)

**Tabel X** Waktu Laju alir PLA M dengan Variasi Konsentrasi

Konsentrasi (%)	Laju Alir (detik)			Rata-rata (detik)
	I	II	III	
2	5,94	5,89	5,89	5,9
3	6,34	6,25	6,25	6,28
4	6,43	6,57	6,48	6,49
5	6,7	6,97	6,66	6,77

➤ Konsentrasi 2%

$$\eta_{rel} = \frac{\square}{\square_0} = \frac{5,9}{5,8} = 1,01724$$

$$\eta_{sp} = \frac{\square - \square_0}{\square_0} = 0,0172$$

$$\eta_{red} = \frac{\eta_{sp}}{\square} = \frac{0,0172}{0,02} = 0,862$$

➤ Konsentrasi 3%

$$\eta_{rel} = \frac{t}{t_0} = \frac{6,28}{5,8} = 1,0827$$

$$\eta_{sp} = \frac{t - t_0}{t_0} = 0,0827$$

$$\eta_{red} = \frac{\eta_{sp}}{c} = \frac{0,0827}{0,03} = 2,758$$

➤ Konsentrasi 4%

$$\eta_{rel} = \frac{t}{t_0} = \frac{6,49}{5,8} = 1,1189$$

$$\eta_{sp} = \frac{t - t_0}{t_0} = 0,1189$$

$$\eta_{red} = \frac{\eta_{sp}}{c} = \frac{0,1189}{0,04} = 2,974$$

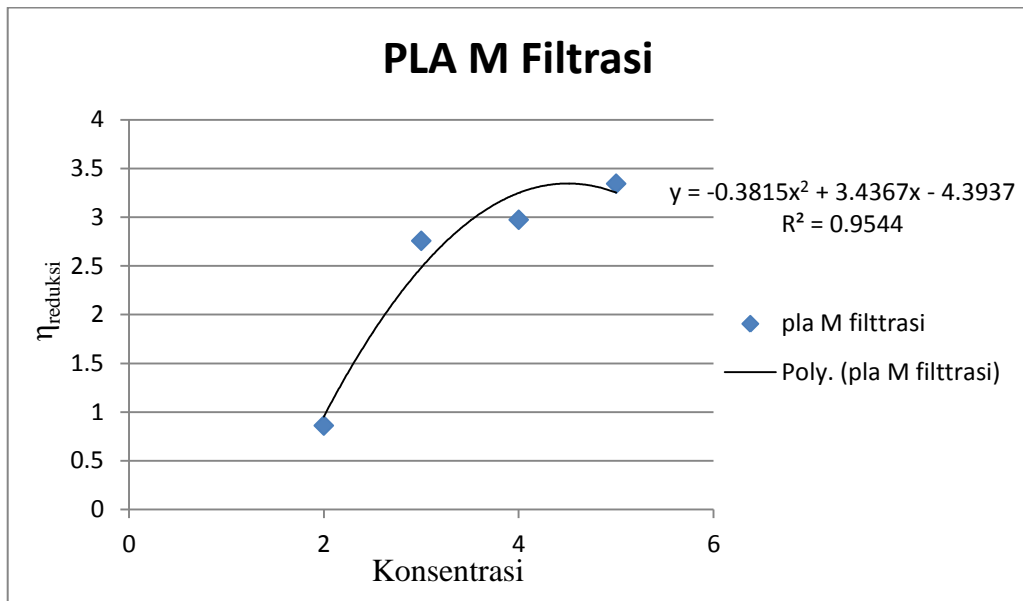
➤ Konsentrasi 5%

$$\eta_{rel} = \frac{t}{t_0} = \frac{6,77}{5,8} = 1,1672$$

$$\eta_{sp} = \frac{t - t_0}{t_0} = 0,1672$$

$$\eta_{red} = \frac{\eta_{sp}}{c} = \frac{0,1672}{0,02} = 3,344$$

Setelah didapatkan viskositas reduksi dari setiap variasi konsentrasi maka data tersebut digunakan untuk mencari viskositas instrinsik seperti gambar grafik dibawah ini:



**Gambar 22** Grafik  $\eta_{\text{reduksi}}$  dengan Konsentrasi PLA M Filtrasi

$$\eta_{\text{intrinsik}} = -4,3937$$

$$\eta = k M^a$$

$$-4,3937 = 1,63 \times 10^{-3} M_w^{0,73}$$

$$M_w = 50.062,2863 \text{ gr/mol}$$

### III. PLA N Filtrasi (PLA dengan Suhu Polimerisasi 164°C dan Bebas Katalis)

**Tabel XI** Waktu Laju alir PLA N dengan Variasi Konsentrasi

Konsentrasi (%)	Laju Alir (detik)			Rata-rata (detik)
	I	II	III	
2	6,03	6,03	5,98	6,01
3	6,03	6,12	6,12	6,09
4	6,36	6,29	6,28	6,31
5	6,37	6,43	6,73	6,51

➤ Konsentrasi 2%

$$\eta_{rel} = \frac{t}{t_0} = \frac{6,01}{5,8} = 1,0362$$

$$\eta_{sp} = \frac{t-t_0}{t_0} = 0,0362$$

$$\eta_{red} = \frac{\eta_{sp}}{c} = \frac{0,0362}{0,02} = 1,8$$

➤ Konsentrasi 3%

$$\eta_{rel} = \frac{t}{t_0} = \frac{6,09}{5,8} = 1,05$$

$$\eta_{sp} = \frac{t-t_0}{t_0} = 0,05$$

$$\eta_{red} = \frac{\eta_{sp}}{c} = \frac{0,0827}{0,03} = 1,67$$

➤ Konsentrasi 4%

$$\eta_{rel} = \frac{t}{t_0} = \frac{6,31}{5,8} = 1,0879$$

$$\eta_{sp} = \frac{t-t_0}{t_0} = 0,51$$

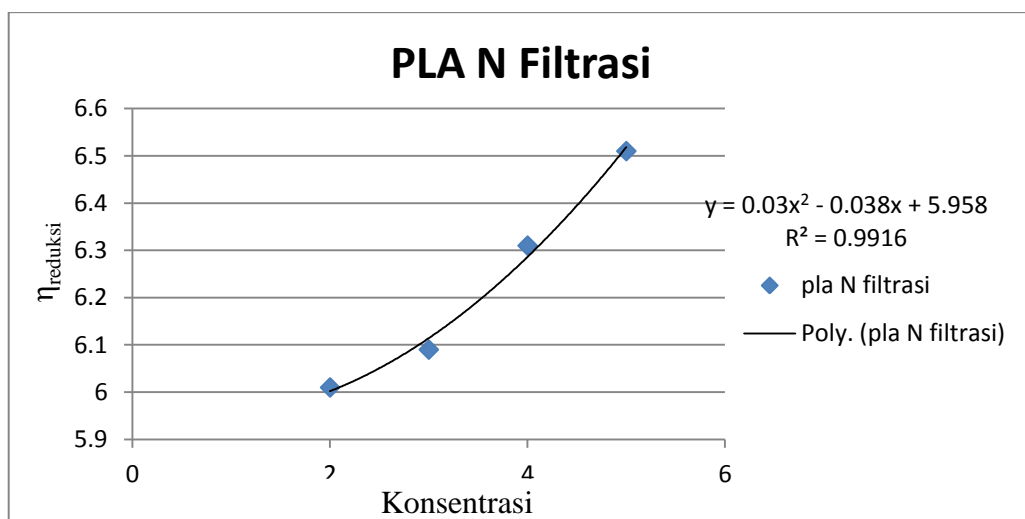
$$\eta_{red} = \frac{\eta_{sp}}{c} = \frac{0,1189}{0,04} = 2,1983$$

➤ Konsentrasi 5%

$$\eta_{rel} = \frac{t}{t_0} = \frac{6,51}{5,8} = 1,1224$$

$$\eta_{sp} = \frac{t-t_0}{t_0} = 0,1224$$

$$\eta_{red} = \frac{\eta_{sp}}{c} = \frac{0,1224}{0,02} = 2,4483$$



**Gambar 23** Grafik  $\eta_{reduksi}$  dengan konsentrasi PLA N Filtrasi

$$\eta_{instrinsik} = 5,958$$

$$\eta = k M^{\alpha}$$

$$5,958 = 1,63 \times 10^{-3} M_w^{0,73}$$

$$M_w = 76.009,0550 \text{ gr/mol}$$