

Pengaruh Waktu Dan Temperatur Polimerisasi Pada Pembuatan *Poly(Lactic) Acid* (PLA) Dengan Metode *Ring-Opening Polymerization* (ROP)

Edwin Azwar, Yuli Darni*, Mutia Sulha, Lia Lismeri

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Lampung, Jl. S. Brodjonegoro No. 1, Gedong Meneng, Rajabasa, Bandar Lampung, 35145, Indonesia

*E-mail: yuli.darni@eng.unila.ac.id

Abstrak

Poly(Lactic) Acid (PLA) disintesis menggunakan metode *Ring-Opening Polymerization* dengan tujuan mendapatkan waktu dan temperatur yang optimum. Penelitian ini dilakukan melalui tiga tahap yaitu prepolimerisasi asam laktat, depolimerisasi pembentukan laktida dan pembukaan cincin laktida dengan variasi waktu 2 dan 4 jam dan temperatur 120°C dan 140°C. Hasil uji identifikasi FTIR menunjukkan belum ada sampel yang memenuhi bilangan gugus fungsi PLA standar, namun hasil yang mendekati PLA standar yaitu sampel Run2 pada waktu polimerisasi 2 jam dan temperatur 140°C, pola spektrum FTIR menunjukkan adanya gugus hidroksil (—OH) pada bilangan gelombang 3377,0 cm^{-1} , CH_3 pada 2989,3 cm^{-1} , gugus karbonil (C=O) pada 1729,5 cm^{-1} , dan gugus eter (C—O—C) pada 1215,1 cm^{-1} . Massa molekul PLA sintesis yaitu 9117,327 gram/mol diukur dengan menggunakan Viskometer Ostwald, massa molekul yang didapatkan belum memenuhi PLA standar.

Kata kunci: *Poly(Lactic) Acid*, *Ring-Opening Polymerization*, massa molekul

1. Pendahuluan

Sampah plastik menjadi salah satu objek permasalahan yang dialami oleh Indonesia. Plastik yang banyak digunakan merupakan plastik yang berbahan dasar dari minyak bumi yang tidak dapat terurai secara alami oleh mikroba didalam tanah, sehingga menimbulkan pencemaran lingkungan. Oleh karena itu, diperlukan plastik ramah lingkungan (*plastic biodegradable*) sebagai pengganti plastik konvensional. *Poly(Lactic) Acid* (PLA) menjadi kandidat yang menjanjikan sebagai bahan alam terbaru (*renewable resource*) untuk pembuatan plastik. PLA diketahui sebagai salah satu *plastic biodegradable* yang memiliki beberapa aplikasi di dunia industri dalam bentuk plastik, serat, dan lain sebagainya (P. Mainilvarlet, 1997).

PLA dapat dibuat dari asam laktat dengan beberapa cara, yaitu dengan metode langsung seperti dehidrasi azeotrope dan polimerisasi enzim, polikondensasi, dan polimerisasi pembukaan cincin.

Reaksi pembukaan cincin (*ring-opening polymerization*) merupakan metode yang paling baik untuk menghasilkan polimer

dengan berat molekul tinggi. Kesempurnaan reaksi pembuatan poli asam laktat dipengaruhi oleh beberapa jenis serat jumlah katalis yang ditambahkan. Jenis katalis logam yang sering digunakan adalah katalis *Tin(II) Chloride* (SnCl_2). Sintesis PLA dari asam laktat dengan metode polimerisasi pembukaan cincin dilakukan dalam 3 tahap proses yaitu polikondensasi, depolimerisasi, dan polimerisasi. Tahap polikondensasi menghasilkan oligomer berupa PLA rantai pendek, tahap depolimerisasi merupakan tahap pemutusan ikatan oligomer menjadi siklik laktida. Tahap terakhir adalah polimerisasi laktida dengan mekanisme pembukaan cincin untuk menghasilkan PLA rantai panjang.

Rahmayetty, dkk (2016) melakukan penelitian sintesis polilaktida (PLA) dari asam laktat dengan metode polimerisasi pembukaan cincin menggunakan katalis lipase, dengan memvariasikan konsentrasi katalis SnCl_2 dan temperatur proses polimerisasi. Fahlevi, Ricky, dkk (2018) melakukan penelitian pengaruh konsentrasi dan temperatur polimerisasi pada sintesis Poli Laktida dengan Metode Ring Opening Polymerization.

Ulya, Minhatul, dkk (2012) meneliti pengaruh temperatur polimerisasi asam laktat dengan metode ROP dengan memvariasikan temperatur yaitu 100°C (control), 120°C, 140°C dan 160°C selama 4 jam. Hasil dari penelitiannya menunjukkan bahwa temperatur polimerisasi PLA melalui metode ROP berpengaruh terhadap viskositas dan berat molekul PLA.

2. Metode Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di UPT LTSIT Universitas Lampung dan Laboratorium Polimer Teknik Kimia Universitas Lampung

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah Erlenmeyer buncher 500 ml, Erlenmeyer 100 ml, *viscometer Ostwald*, *glass beaker*, *hot plate* dan *magnetic stirrer*, gelas ukur, gelas beaker, tabung reaksi, termometer, pompa vacum, pipet tetes, *stopwatch*, sumbat karet, spatula, neraca analitik, oven, *centrifuge* dan *bulb filler*.

Bahan yang digunakan adalah asam laktat *merck* 90%, katalis polimerisasi *Tin(II) Chloride* (SnCl_2) dan *lipase*, bahan kimia pelarut yang terdiri dari kloroform, methanol dan etil asetat.

Adapun untuk variabel pada penelitian ini dapat dilihat pada tabel 1.

Tabel 1. Rancangan Percobaan

Percobaan (Run)	Waktu Polimerisasi (jam)	Temperatur Polimerisasi (°C)
1	4	120
2	2	140
3	2	120
4	4	140

2.1 Tahap Polikondasasi atau Prepolimerisasi

20 mL asam laktat dimasukkan ke dalam labu bulat dan dipanaskan pada temperatur 150°C selama 4 jam pada tekanan atmosfer. Air hasil

kondensasi ditampung dalam penampung kondensat.

2.2 Tahap Depolimerisasi

Sebelum memasukkan bahan ke dalam kolom, dilakukan pengisian air terlebih dahulu sebanyak 10 liter dan pasang saringan sebagai penyangga bahan. Bahan dimasukkan kedalam kolom *hydrosteam distillation* lalu pasang tutup yang sudah terhubung dengan kondenser. *Heater* dengan daya 1000 watt kemudian dinyalakan untuk mengubah air menjadi *steam*. *Steam* inilah yang akan digunakan untuk menguapkan minyak pada bahan daun kayu putih. 6. Saat proses ekstraksi, tunggu kondensat yang berupa campuran minyak dan pelarut (air) ditampung dalam *enlenmeyer* hingga sebanyak 500 mL. Catat waktu yang dibutuhkan untuk mendapatkan 500 mL. Pengambilan kondensat/distilat dilakukan sebanyak 6 kali.

2.3 Tahap Polimerisasi Pembukaan Cincin

10 gram Laktida yang dihasilkan pada proses depolimerisasi dimasukkan lipase 1 gram. Campuran dipanaskan dengan temperatur 120°C selama 2 dan 4 jam dan dengan temperatur 140°C selama 2 dan 4 jam. Produk PLA yang dihasilkan dilarutkan menggunakan kloroform, dengan cara dicampur kloroform dengan perbandingan 1:1 dan diaduk selama 1 jam. Kemudian dilakukan sentrifugasi untuk memisahkan lipase. Endapan hasil sentrifugasi dipisahkan melalui penyaringan dan cairan bening hasil sentrifugasi dimasukkan sedikit demi sedikit ke dalam larutan metanol berlebih dengan perbandingan 1:1 diaduk selama 1 jam untuk mengendapkan PLA. PLA berupa serbuk putih yang terbentuk kemudian disaring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C selama 2 jam.

3. Pengujian Karakteristik

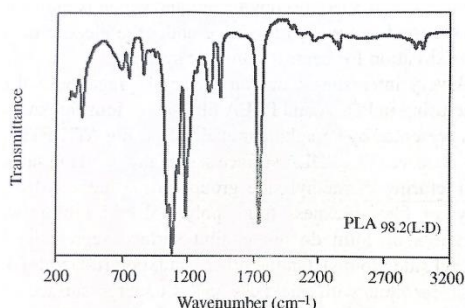
3.1 Karakterisasi *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FT-IR)

Gugus fungsi ini dapat ditentukan berdasarkan ikatan dari tiap atom. Prinsip kerja dari metode ini adalah sinar yang terserap menyebabkan

molekul dari senyawa tervibrasi dan energi vibrasi diukur oleh detektor dan energi vibrasi dari gugus fungsi tertentu akan menghasilkan frekuensi yang spesifik.

Radiasi infra merah mempunyai spektrum elektromagnetik pada bilangan gelombang 13000-10 cm^{-1} atau panjang gelombang dari 0,78-1000 μm . Penggunaan spektrum infra merah untuk menentukan gugus fungsi suatu struktur senyawa organik biasanya antara 4000-400 cm^{-1} (2.5 sampai 25 μm). Daerah di bawah frekuensi 400 cm^{-1} (25 μm) disebut daerah infra merah jauh, dan daerah di atas 4000 cm^{-1} (2.5 μm) disebut daerah inframerah dekat (Silverstein *et al.*, 1986).

Poly(Lactic) Acid (PLA) merupakan suatu poliester dari asam laktat dengan beberapa gugus fungsi dominan seperti ($-\text{CH}_3$), *carbonyl* ester ($\text{C}=\text{O}$), dan eter ($\text{C}-\text{O}-\text{C}$). Salah satu penggunaan FTIR adalah penentuan gugus molekul pada polimer *Poly(Lactic) Acid* (PLA). Adapun spektrum FTIR dan gugus fungsi *Poly(Lactic) Acid* (PLA) standar yang ada, seperti pada Gambar 1. dan Tabel 2 berturut - turut dibawah ini:



Gambar 1. Spektrum FTIR PLA Standar
(Aurus, Rafael,et al., 2010)

Tabel 2. Gugus Fungsi PLA Standar

Bilangan Gelombang (cm^{-1})				
Semikristalin	I	Amorf	I	Ikatan
3571	W	-		νOH
2997	M	2997	M	$\nu_{\text{as}}\text{CH}_3$
1760	VS	1760	VS	$\nu(\text{C}=\text{O})$
1215	VS	1211	VS	$\nu_{\text{as}}\text{COC}$

3.2 Menentukan Massa Molekul

Bilangan massa molekul rata-rata viskositas (M_v) ditentukan berdasarkan persamaan Mark-Houwink:

$$[\eta] = k (M_v)^a$$

Keterangan :

M_v = Berat Molekul (gram/mol)

$\eta_{\text{intrinsik}}$ = Viskositas Intrinsik (m.Pa.s)

k = Konstanta Mark-Houwink
($1,58 \times 10^{-4}$)

a = Konstanta Mark-Houwink (0,78)

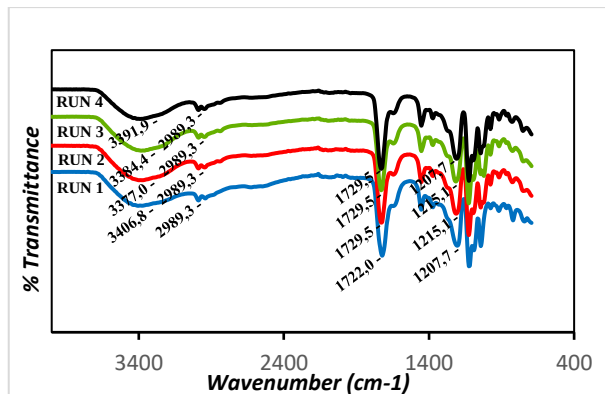
k dan a merupakan tetapan yang bergantung pada pelarut, polimer, dan suhu. Nilai k dan a secara berturut-turut adalah $1,58 \times 10^{-4}$ dan 0,78 (Steven, 2001).

4. Hasil dan Pembahasan

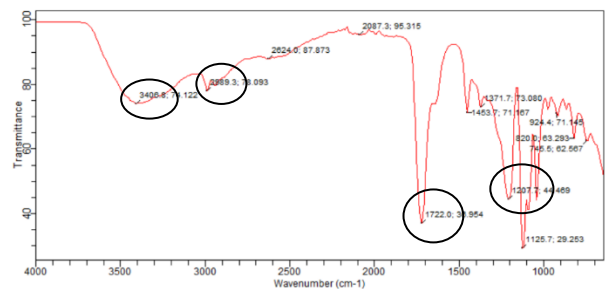
4.1 Analisis Fourier Transfer Infra Red (FT-IR)

Adapun hasil identifikasi gugus fungsi menggunakan FTIR dari sample sintesis *Poly(Lactic) Acid* yang memvariasikan waktu dan temperatur polimerisasi. Berikut hasil

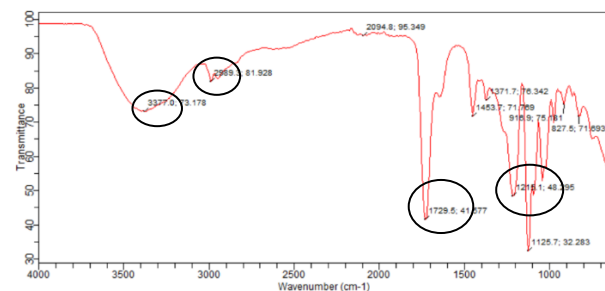
FTIR tersebut, dapat dilihat pada gambar gelombang dibawah ini:



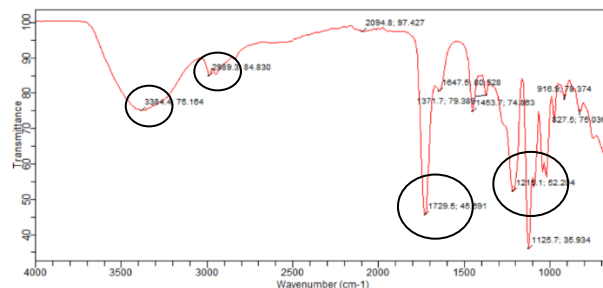
Gambar 2. Spektrum FTIR Semua Sampel PLA Sintesis



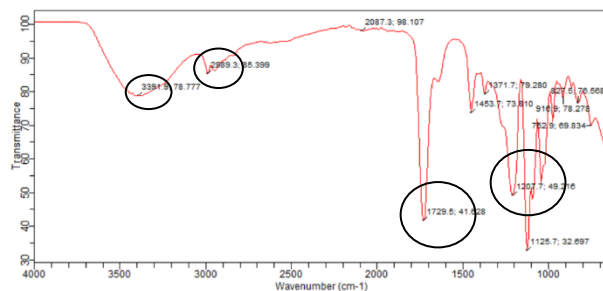
Gambar 3. Spektrum FTIR Sampel PLA Run1 : 120°C dan 4 jam



Gambar 4. Spektrum FTIR Sampel PLA Run2 : 140°C dan 2 jam



Gambar 5. Spektrum FTIR Sampel PLA Run3 : 120°C dan 2 jam



Gambar 6. Spektrum FTIR Sampel PLA Run4 : 140°C dan 4 jam

Tabel 3. Perbandingan Gugus Fungsi PLA Standar dan Sintesis

Standar PLA	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)				Ikatan
	RUN 1	RUN 2	RUN 3	RUN 4	
3571	3406,8	3377,0	3384,4	3391,9	ν_{OH}
2997	2989,3	2989,3	2989,3	2989,3	$\nu_{as}CH_3$
1760	1722,0	1729,5	1729,5	1729,5	$\nu(C=O)$
1215	1207,7	1215,1	1215,1	1207,7	$\nu_{as}COC$

Hasil spektrum ini membuktikan, belum terbentuknya PLA melalui metode *Ring Opening Polymerization* (ROP), dikarenakan bilangan gelombang gugus fungsi yang belum memenuhi PLA standar. Namun untuk menguji apakah PLA sintesis memenuhi standar berat molekul, akan digunakan Run2 sebagai sampel

uji berat molekul, melihat dari hasil identifikasi FTIR Run2 mendekati dengan standar PLA.

4.2 Uji Massa Molekul PLA

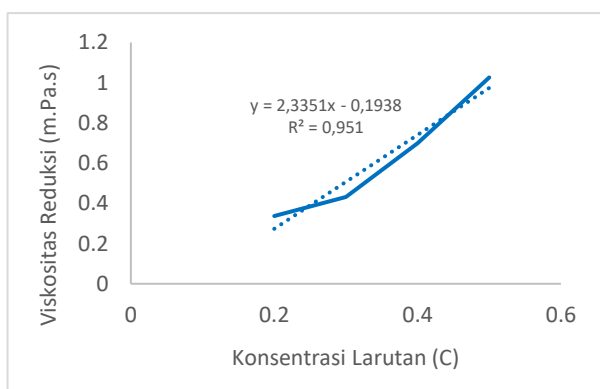
Karakteristik ini dilakukan dengan tujuan menentukan massa molekul *Poly(lactic)Acid* (PLA) dengan menggunakan alat Viskometer Ostwald. Viskositas relatif ditentukan dengan membandingkan waktu alir pelarut (etil asetat) dan waktu alir polimer. Hasil pengukuran waktu laju alir pada Run2 ditunjukkan pada tabel.

Tabel 4. Laju Alir (Run2 : 140°C dan 2 jam)

Konsentrasi (C)	t ₁ (s)	t ₂ (s)	t ₃ (s)	t _{rata-rata} (s)
0,00	0,65	0,64	0,64	0,643
0,20	0,68	0,69	0,69	0,687
0,30	0,72	0,74	0,72	0,727
0,40	0,83	0,83	0,81	0,823
0,50	0,98	0,97	0,97	0,973

Tabel 5. Perhitungan Viskositas (Run2 : 140°C dan 2 jam)

Konsentrasi (C)	η_{relatif} (m.Pa.s)	η_{spesifik} (m.Pa.s)	η_{reduksi} (m.Pa.s)
0,00	0	0	0
0,20	1,673	0,673	0,336
0,30	1,129	0,129	0,431
0,40	1,279	0,279	0,699
0,50	1,512	0,512	1,025



Gambar 7. Grafik Hubungan Viskositas Reduksi Terhadap Konsentrasi Larutan (sampel Run2 : 120°C dan 4 jam)

didapatkan persamaan garis $y = 2,3351x - 0,1938$ dengan regresi linier $R^2 = 0,951$. Nilai viskositas intrinsik (η) yang diperoleh adalah 0,1938.

$$\eta_{\text{intrinsik}} = k (M_V)^a$$

$$0,1938 = 1,58 \times 10^{-4} (M_V)^{0,78}$$

$$\frac{1,938 \times 10^{-1}}{1,58 \times 10^{-4}} = (M_V)^{0,78}$$

$$M_V = (1226,582)^{\frac{1}{0,78}}$$

$$M_V = 9117,327 \text{ gram/mol}$$

Maka diperoleh berat molekul pada PLA sebesar 9117,327 gram/mol.

4. Kesimpulan

- 1) Pada penelitian ini *Poly(lactic) Acid* (PLA) belum terbentuk sehingga belum bisa membuktikan bahwa semakin besar waktu dan temperatur polimerisasi maka semakin besar berat molekul yang didapatkan.
- 2) Hasil analisis FTIR PLA sintesis belum memenuhi bilangan gelombang gugus fungsi PLA standar. Sampel yang mendekati PLA standar adalah Run2 yaitu pada waktu polimerisasi 2 jam dan temperatur 140°C.
- 3) Waktu polimerisasi 2 jam dan temperatur 140°C memiliki massa molekul yang rendah yaitu 9117,327 gram/mol yang jauh dibawah standar PLA.

Daftar Pustaka

- Auras, R. 2002. “*Poly(lactic) Acid as a New Biodegradable Commodity Polymer*”.
- Averous L, Belgacem MN, Gandini A, editor. 2008. *Poly(lactic) Acid: Synthesis, Properties and Applications, in Monomers, Polymers and Composites from Renewable Resources*. Ed ke-1.Amsterdam: Elsevier Ltd.
- Azwar, E. 2016. “*Syntesa Poly Lactic Acid dengan metode Ring Opening Polymerization*”. Lampung : Innosain.

- Christine, M. 2016. *Pengaruh Konsentrasi Katalis SnCl_2 Dan Waktu Polimerisasi Asam Laktat Terhadap Sintesis Poly Lactic Acid (PLA) Dengan Metode Ring Opening Polymerization (ROP)*. Teknik Kimia. Universitas Lampung.
- Manfaati, R. 2010. *Kinetika dan Variabel Optimum Fermentasi Asam Laktat dengan Media Campuran Tepung Tapioka dan Limbah Cair Tahu Oleh Rhizopus Oryzae*. Thesis Mahasiswa Program Magister Teknik Kimia Universitas Diponegoro. Semarang.
- P. mainilvarrlet, R. Rahm, and S. Gogolewski, 1997. *Biomaterials*,18,257.
- Pebriyanti, D. 2021. *Pengaruh Jumlah Katalis Stannous Oktoat ($\text{Sn}(\text{Oct})_2$) Dan Lama Waktu Reaksi Pada Pembuatan Poly Lactic Acid (PLA) Dengan Menggunakan Asam Laktat Dari Pati Kulit Pisang Kapok (*Musaparadisiaca Linn*)*. Teknik Kimia. Universitas Lampung.
- Purnavita, Sari., Sriyana, Herman Yoseph., Hartini, Sri. (2017). *Produksi Poli Asam Laktat Dari Limbah Ampas Pati Aren*. Program Studi Teknik Kimia. Akademi Kimia Industri Santo Paulus Semarang.
- Rahmayetty., Ria, Dheni., Irawan, Anton., Suhendi, Endang., Sukirno., Prasetya, Bambang., Gozan, Misri. (2016). *Sintesis Polilaktida (PLA) Dari Asam Laktat Dengan Metode Polimerisasi Pembukaan Cincin Menggunakan Katalis Lipase*. Universitas Sultan Ageng Tirtayasa.
- Salim, Suryani., Rihayat, Teuku., Nurhanifa., Setiawati, Een. (2021). *Preparasi Biokomposit Kombinasi Poli Asam Asam Laktat-Poli Kaprolakton Dengan Menambah Catechin Dan Kitosan Sebagai Agen Antibakteripengolahan*. Politeknik Negeri Lhoseumawe.