



The Influence of *Stannous Octoat* Concentration as Catalyst on *Poly Lactic Acid* Synthesis from Banana Peel Waste (*Musa Paradisiaca Linn*)

Dita Pebriyanti[✉], Edwin Azwar, dan Yuli Darni

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Lampung
Jl. Prof. Dr. Soemantri Bojonegoro No.1 Bandar Lampung, Lampung, Indonesia

Info Artikel

Diterima Februari 2021

Disetujui Maret 2021

Dipublikasikan Mei 2021

Keywords:

limbah kulit pisang

Poly Lactic Acid

Ring Opening Polymerization

Abstrak

Salah satu biopolimer yang sedang marak diteliti adalah *Poly Lactic Acid* (PLA). PLA mempunyai kemampuan biodegradasi yang tinggi sehingga tergolong sebagai polimer yang ramah lingkungan. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan konsentrasi katalis dan waktu polimerisasi asam laktat terbaik dalam mendapatkan *yield* poli asam laktat yang tinggi. PLA yang dibuat pada penelitian ini menggunakan asam laktat dari bahan baku limbah kulit pisang kepok. Polimerisasi asam laktat menjadi poli asam laktat dilakukan dengan menggunakan metode *ring opening polymerization*. Konsentrasi katalis stannous oktoat yang divariasikan adalah 5%, 6% dan 7% dan waktu reaksi 80 menit, 100 menit dan 120 menit. Analisis yang digunakan antara lain analisis gugus fungsi dengan menggunakan *Fourier Transform Infra-Red Spektroskopi*, uji titik leleh dengan *Difference Scanning Calorimetry* dan uji morfologi dengan *Scanning Electron Microscope*. Hasil penelitian ini didapatkan nilai *transition glass* dan *transition melting* berturut-turut yaitu 60,5°C dan 115,4°C. Jumlah poli asam laktat terbanyak diperoleh dari penambahan katalis 7% dan waktu polimerisasi 120 menit, yakni dengan *yield* 47,442%.

Abstract

One of the biopolymers currently being researched is *Poly lactic Acid* (PLA). This is due to its high biodegradability so that it is classified as an environmentally friendly polymer. This study aims to obtain the best catalyst concentration and polymerization time of lactic acid in obtaining a high yield of poly lactic acid. PLA made in this study uses lactic acid from the raw material of Kepok banana peel waste. The polymerization of *lactic acid* into *poly lactic acid* was carried out using the *Ring Opening Polymerization* method. Where the *stannous octoate* catalyst concentrations varied were 5%, 6% and 7% and the reaction time was 80 minutes, 100 minutes and 120 minutes. The analysis used is functional group analysis using *Fourier Transform Infra-Red Spectroscopy*, melting point test with *Difference Scanning Calorimetry* and *Scanning Electron Microscope* test. The results showed that, the values of *transition glass* and *transition melting* were obtained, namely 60.5°C and 115.4°C, respectively. The highest amount of poly lactic acid was obtained from the addition of 7% catalyst and polymerization time of 120 minutes, with a yield of 47.442%.

Pendahuluan

Poly Lactid Acid (PLA) merupakan salah satu biopolimer yang sedang marak diteliti, dikarenakan kemampuan biodegradasinya yang tinggi sehingga tergolong sebagai polimer yang ramah lingkungan. PLA dapat dibentuk melalui proses esterifikasi asam laktat yang diperoleh dengan cara fermentasi oleh bakteri asam laktat dengan menggunakan substrat pati atau juga gula sederhana (Averous, 2008). Salah satu bahan berpati yang berpotensi untuk pembuatan asam laktat sebagai bahan dasar polylactid acid yaitu limbah kulit pisang (Susilo, 2013). Kulit pisang mempunyai kandungan selulosa yang tinggi sehingga sangat berpotensi untuk dijadikan bahan baku dalam pembuatan monomer asam laktat (Dewati, 2008). Dengan memanfaatkan limbah kulit pisang yang mengandung pati sebagai bahan dasar PLA serta pengembangan terhadap proses sintesisnya, diharapkan dapat menekan biaya produksi PLA sehingga harga PLA diharapkan tidak lagi lebih mahal dari plastik konvensional sehingga terjangkau oleh masyarakat Indonesia dan masalah lingkungan yang disebabkan oleh plastik konvensional dapat diatasi (Suryani, *et al.*, 2016).

Proses sintesa PLA dapat dilakukan dengan menggunakan metode *ring opening polymerization* (Ki, 2009). Proses polimerisasi PLA bergantung pada beberapa faktor, salah satu faktor tersebut adalah katalis yang akan digunakan. Katalis yang digunakan ini harus mempunyai sifat sebagai inisiator polimerisasi untuk memproduksi PLA. Material yang mempunyai sifat tersebut adalah katalis Stannous oktoat. Stannous oktoat memiliki titik didih lebih dari 200°C (Gentile, *et al.*, 2014). Hal tersebut membuat Stannous oktoat dapat mengontrol laju polimerisasi dan terjadinya rasemisasi pada suhu tinggi (Tamyiz & Agustini, 2012).

Menurut Purnama *et al.*, (2012), polimer poli asam laktat dengan berat molekul tinggi dapat diperoleh dengan menggunakan metode *ring opening polymerization* (ROP). Metode ROP dimulai dengan proses pemanasan asam laktat untuk pembentukan laktida pada tekanan vacum dan dilanjutkan dengan penambahan katalis *Stannous Oktoat* ($Sn(Oct)_2$) sehingga akan terjadi pembukaan cincin laktida yang berlanjut pembentukan polimer poli asam laktat. Fokus penelitian ini adalah untuk mendapatkan *yield* poli asam laktat yang tinggi dengan variasi konsentrasi katalis dan waktu polimerisasi. Hasil penelitian diharapkan dapat memberikan informasi dan manfaat pada penelitian selanjutnya dalam pengembangan pembuatan poli asam laktat.

Berdasarkan uraian di atas, maka peneliti tertarik untuk melakukan penelitian mengenai pengaruh konsentrasi katalis $Sn(Oct)_2$ dan waktu reaksi pada pembuatan *poly lactic acid* (PLA) dengan menggunakan asam laktat dari pati kulit pisang kepek.

Metode

Penelitian ini dibagi menjadi 2 tahap. Tahap pertama dilakukan untuk membuat asam laktat dari limbah kulit pisang kepek. Dan tahap kedua dilakukan sintesis poli asam laktat dengan menggunakan metode ROP. Beberapa alat yang digunakan adalah erlenmeyer buncher 500 ml, erlenmeyer 100 ml, erlenmeyer 250 ml, beaker glass 250 ml, *hot plate magnetic stirrer*, inkubator, bunsen, waterbatch, cawan petri, pipet tetes, kertas saring, jarum ose, pH meter, kondenser, termometer, pompa vacum, spatula dan neraca digital. Sedangkan bahan baku yang diperlukan dalam pembuatan asam laktat adalah limbah kulit pisang kepek, *lactobacillus plantarum*, aquades, natrium klorida ($NaCl$), kalsium karbonat ($CaCO_3$), KH_2PO_4 0,8%, $MgSO_4$ 0,3 %, $ZnSO_4$ 0,06%, $Fe_2(SO_4)$ 0,01%, *mrs broth*, $NaOH$ 0,1 N, indikator PP dan indikator metil merah. Sedangkan bahan baku yang digunakan untuk proses polimerisasi adalah asam laktat dari kulit pisang kepek, katalis polimerisasi *Stannous Oktoat*.

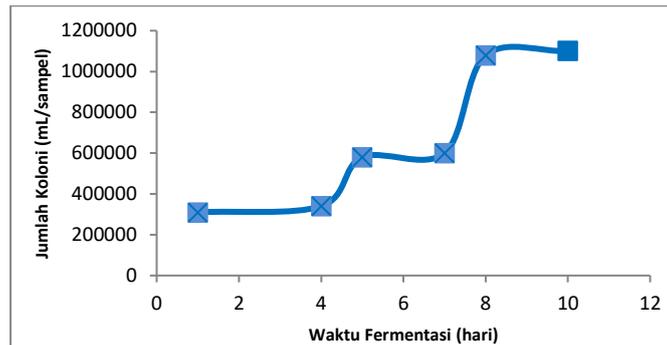
Prinsip utama pembuatan asam laktat pada penelitian ini adalah proses fermentasi glukosa dengan proses glikolisis. Karbohidrat mengalami pemecahan menjadi glukosa, dan selanjutnya glukosa diubah menjadi asam laktat dengan bantuan enzim yang dihasilkan oleh bakteri asam laktat (Ferdaus, *et al.*, 2017). Kulit pisang kepek ditimbang seberat 1500 g dan ditambahkan akuades sebanyak 1 L, kemudian diblender dan disaring. Setelah itu dilakukan pengukuran pH filtrat kulit pisang kepek. Kemudian ke dalam filtrat kulit pisang kepek selanjutnya ditambahkan nutrisi: 0,8% KH_2PO_4 , 0,3% $MgSO_4$, 0,06% $ZnSO_4$, dan 0,01% $Fe_2(SO_4)$ (dalam % b/v) atau yang disebut media fermentasi. Pada media fermentasi ditambahkan $CaCO_3$ dengan konsentrasi yaitu 0,2%. Selanjutnya ke dalam erlenmeyer 250 mL, dimasukkan 100 mL media fermentasi dan 20 mL starter yang sudah diinokulasikan dengan 2 ose bakteri *Lactobacillus plantarum*, kemudian diinkubasi dengan kondisi anaerob pada 37° C selama 10 hari. Setelah proses fermentasi selesai, dilakukan pengamatan jumlah bakteri dan kemudian dilakukan pemurnian asam laktat, selanjutnya ditentukan kadar asam laktatnya (Ferdaus, *et al.*, 2017).

Metode selanjutnya yaitu polimerisasi pembukaan cincin (*ring opening polymerization*/ ROP) yang dilakukan melalui tiga tahapan, yaitu polikondensasi asam laktat atau prepolimerisasi, depolimerisasi sehingga membentuk dimer laktida dan dilanjutkan dengan polimerisasi pembukaan cincin. Polikondensasi kemudia menghasilkan prepolimer asam laktat, lalu depolimerisasi mengubah prepolimer asam laktat

menjadi senyawa siklik ester atau laktida dan kemudian polimerisasi laktida menghasilkan serbuk kristal PLA (Tamyiz & Agustini, 2012).

Hasil dan Pembahasan

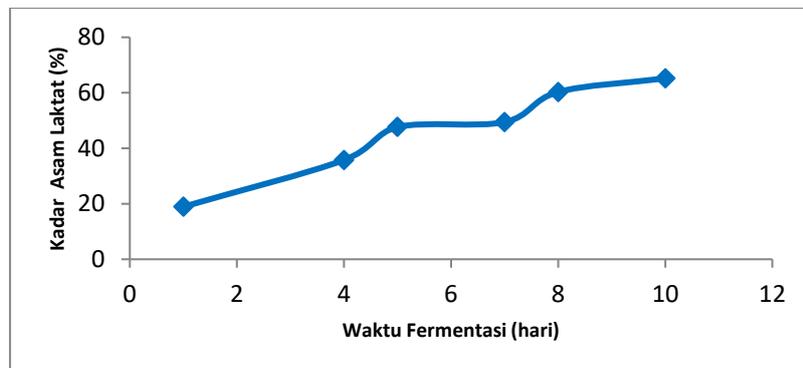
Penelitian ini telah menghasilkan asam laktat yang berasal dari kulit pisang kepok dengan kadar asam laktat sebesar 65,20%. Adapun tujuan penambahan KH_2PO_4 0,8%, $MgSO_4$ 0,3 %, $ZnSO_4$ 0,06% dan $Fe_2(SO_4)$ 0,01% ini dimaksudkan sebagai nutrisi bagi bakteri asam laktat yang digunakan sehingga bakteri tersebut dapat bekerja lebih efektif. Pertumbuhan bakteri sangat dipengaruhi oleh kondisi pH media. Jika kondisi pH media kurang sesuai, maka bakteri yang hidup juga tidak optimal. Hasil penelitian yang merupakan hubungan antara waktu fermentasi terhadap jumlah bakteri disajikan pada Gambar 1.



Gambar 1. Hubungan antara waktu fermentasi terhadap jumlah bakteri

Dari Gambar 1 terlihat bahwa jumlah bakteri yang terdapat pada media hasil fermentasi semakin meningkat. Pertumbuhan bakteri sangat dipengaruhi oleh kondisi pH media tempat bakteri tersebut hidup. Dalam hal ini, pH media telah sangat sesuai dengan bakteri, maka akan memacu bakteri untuk mempercepat konsumsi glukosa, sehingga glukosa menjadi cepat berkurang yang menimbulkan pencapaian keadaan maksimum dari pertumbuhan bakteri menjadi lebih cepat.

Hasil penelitian yang merupakan hubungan antara waktu fermentasi terhadap kadar asam laktat yang diperoleh disajikan pada Gambar 2.



Gambar 2. Hubungan antara waktu fermentasi terhadap kadar asam laktat

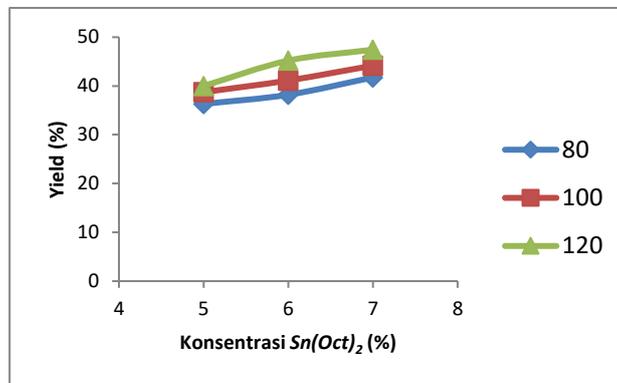
Gambar 2 memperlihatkan bahwa dengan bertambahnya hari maka asam laktat yang dihasilkan semakin meningkat. Hal ini disebabkan seiring dengan bertambahnya waktu fermentasi, bakteri *Lactobacillus plantarum* terus bertumbuh dan berkembang biak sehingga enzim laktat yang dihasilkan semakin bertambah dan semakin banyak pula asam laktat yang dihasilkan.

Jumlah katalis dan waktu polimerisasi yang berbeda akan memberikan pengaruh yang sangat nyata terhadap *yield* PLA yang diperoleh. Semakin banyak jumlah katalis yang ditambahkan dan semakin lama waktu reaksi maka kecepatan reaksi akan semakin besar dan jumlah produk PLA yang diperoleh akan semakin banyak. Dari penelitian yang dilakukan, didapatkan data *yield* PLA yang ditampilkan pada Tabel 1.

Tabel 1. *Yield Poly(lactic Acid) (PLA)* pada masing-masing sampel

Sampel	Waktu Polimerisasi (menit)	Konsentrasi ($\text{Sn}(\text{Oct})_2$) (%)	Suhu Polimerisasi ($^{\circ}\text{C}$)	<i>Yield</i> (%)
1	80	5	170	36,313
2	80	6	170	38,1955
3	80	7	170	41,7395
4	100	5	170	38,722
5	100	6	170	41,1195
6	100	7	170	44,1605
7	120	5	170	40
8	120	6	170	45,195
9	120	7	170	47,442

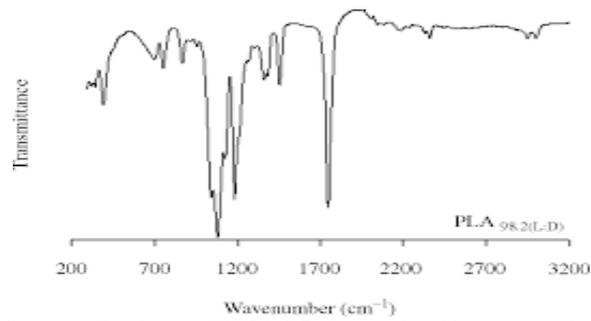
Hubungan antara jumlah katalis stannous oktoat terhadap *yield* PLA yang diperoleh pada berbagai waktu polimerisasi dapat dilihat pada grafik pada Gambar 3.



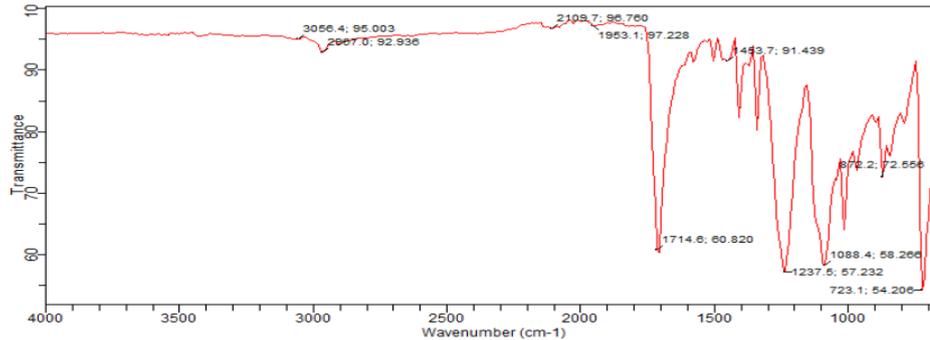
Gambar 3. Hubungan antara jumlah katalis stannous oktoat terhadap *yield* PLA yang diperoleh pada berbagai waktu polimerisasi

Gambar 3 menunjukkan bahwa nilai *yield* tiap sampel mengalami kenaikan. Kenaikan tersebut meningkat seiring meningkatnya konsentrasi stannous oktoat yang divariasikan dari 5%, 6% dan 7%. Kenaikan *yield* juga meningkat seiring bertambahnya waktu polimerisasi yang divariasikan dari 80 menit, 100 menit dan 120 menit. Sedangkan untuk suhu polimerisasi untuk setiap sampel adalah tetap yaitu 170°C . *Yield* poli asam laktat terbanyak yang diperoleh pada penelitian ini adalah sebesar 47,442% yang diperoleh pada penambahan katalis 7% dan waktu polimerisasi 120 menit. *Yield* PLA pada penelitian ini lebih besar dari hasil penelitian sebelumnya (Purnavita *et al.*, 2017) yang hanya menghasilkan *yield* sebanyak 35,54%.

Analisis FT-IR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi apa saja yang terdapat pada *Poly (lactic Acid)* ini. Untuk Spektrum FTIR PLA standar ditampilkan pada Gambar 4.a. Sedangkan hasil penelitian hanya diambil satu sampel terbaik dengan *yield* tertinggi yaitu pada konsentrasi katalis $\text{Sn}(\text{Oct})_2$ 7%, pada waktu polimerisasi 120 menit dan suhu 170°C yang ditampilkan pada Gambar 4.b. Untuk gugus FTIR standar ditampilkan pada Tabel 2.



Gambar 4.a. Spektrum FTIR PLA standar (Auras, *et al.*, 2010)

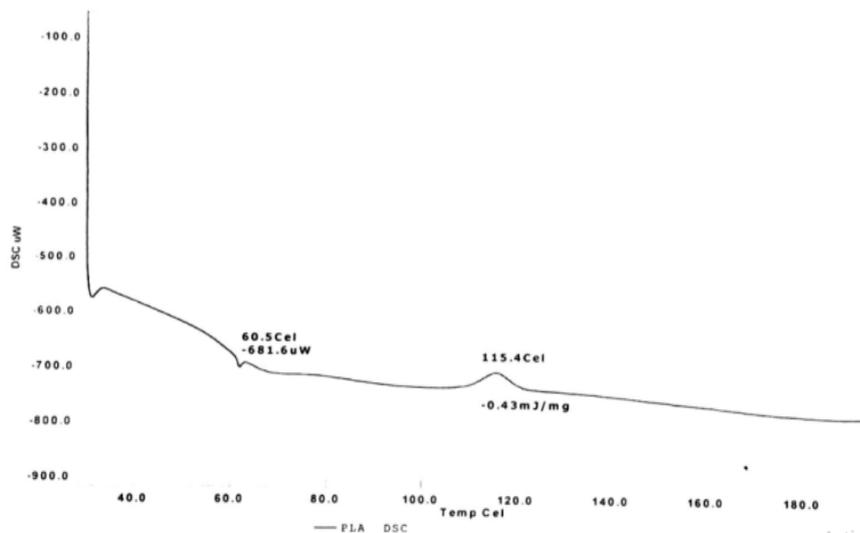


Gambar 4.b. Spektrum FTIR Sampel PLA 7% $Sn(Oct)_2$, Waktu Polimerisasi 120 Menit dan Suhu 170°C

Spektrum inframerah PLA standar dan sintesis secara jelas memperlihatkan regangan O-H gugus hidroksil dengan indikasi kuat terbentuknya ikatan hidrogen, sebagaimana terlihat dari puncak lebar di daerah bilangan gelombang 3071 cm^{-1} dan 3056,4 cm^{-1} (Gambar 4.b.) (Auras, *et al.*, 2010).

Gugus karbonil sebagai regangan C=O ditunjukkan pada bilangan gelombang 1759 cm^{-1} dan 1714,6 cm^{-1} (Gambar 4.b). Gugus hidroksil serta ikatan hidrogen yang menghilang pada PLA sebagai akibat telah terjadinya polimerisasi. Gugus metilen sebagai regangan C-H tampak semakin kuat pada PLA standar maupun hasil sintesis di daerah gelombang 2997 cm^{-1} dan 2967 cm^{-1} (Gambar 4.b). Hasil spektrum ini membuktikan telah terbentuknya PLA melalui metode *Ring Opening Polimerisasi* (ROP) dari asam laktat kulit pisang kepok (Tsuji, 2005).

Adapun hasil analisis DSC untuk satu sampel terbaik dengan *yield* tertinggi dapat dilihat pada Gambar 5. untuk konsentrasi katalis $Sn(Oct)_2$ 7%, pada waktu polimerisasi 120 menit dan suhu 170°C.



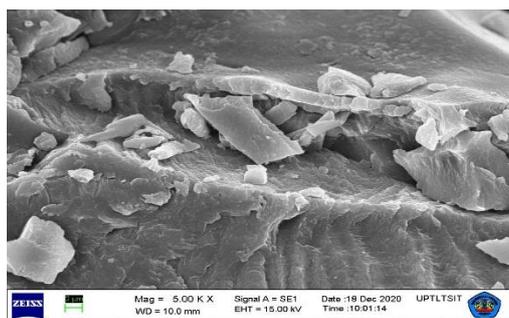
Gambar 5. Spektrum *Differential Scanning Calorimetry* (DSC) Sampel PLA 7% $Sn(Oct)_2$, Waktu Polimerisasi 120 Menit dan Suhu 170°C

Dari grafik pada Gambar 5 dapat diperoleh *temperature transition glass* (T_g °C) dan *temperature transition melting* (T_m °C) yang ditampilkan pada Tabel 2.

Spesifikasi	PLA Sintesis	PLA Standard (Edlund & Albertson, 2002)
<i>Temperature Transition Glass</i> (°C)	60,5	51-61
<i>Temperature Transition Melting</i> (°C)	115,4	110-220

Analisis DSC yang dilakukan adalah sekali pemanas. Hasil pengukuran *Temperature Transition Glass* (T_g °C) pada Gambar 5 menunjukkan bahwa PLA sintesis yang dihasilkan mempunyai nilai T_g yaitu 60,5°C. Nilai *Temperature Transition Glass* (T_g °C) ini sesuai dengan PLA standar yaitu sebesar 51-61°C. Selanjutnya untuk *Temperature Transition Melting* (T_m °C) PLA standar sebesar 110-220°C. Pada Gambar 5. menunjukkan bahwa PLA sintesis yang dihasilkan sebesar 115,4°C. Hasil pengukuran untuk nilai *Temperature Transition Melting* (T_m °C) ini sesuai dengan PLA standar. Hal ini pun membuktikan bahwa PLA telah terbentuk melalui metode *Ring Opening Polymerization* (ROP). Dengan temperatur T_m yang tinggi maka PLA dapat digunakan untuk mengemas produk yang memiliki suhu tinggi (dibawah suhu pengemasan) (Paramawati, *et al.*, 2007).

Analisis SEM dilakukan untuk mengetahui struktur morfologi dari sampel biopolimer. Struktur morfologi dari campuran polimer merupakan sifat yang penting untuk memahami sifat-sifat campuran polimer, khususnya sifat mekanis. Adapun hasil analisis SEM untuk satu sampel terbaik dengan *yield* tertinggi dapat dilihat pada Gambar 6 untuk konsentrasi katalis $Sn(Oct)_2$ 7%, pada waktu polimerisasi 120 menit dan suhu 170°C.



Gambar 6. Morfologi *Scanning Electron Microscope* (SEM) Sampel PLA 7% $Sn(Oct)_2$, waktu polimerisasi 120 menit dan suhu 170°C

Gambar 6 menunjukkan hasil SEM material PLA yang disintesis dalam penelitian ini menghasilkan PLA dengan porositas tertentu. Perbesaran 5000 kali pada PLA menunjukkan adanya rongga pada struktur morfologi PLA. Terlihat struktur permukaan dan bentuk putus dari PLA akibat deformasi tarik. Hal ini tergolong dalam bentuk getas, yaitu putus jenis pembelahan yang terjadi sepanjang bidang kristalogi (Suprakas & Masami, 2003). Setelah selesai polimerisasi, PLA yang terbentuk dalam penelitian ini tampak seperti kumpulan butiran-butiran. Dengan menggunakan analisis SEM, maka membuktikan adanya porositas material pada struktur PLA.

Simpulan

Jumlah katalis dan waktu polimerisasi yang berbeda akan memberikan pengaruh yang bermakna terhadap *yield* poli asam laktat yang dihasilkan, semakin banyak jumlah katalis yang ditambahkan dan lamanya waktu polimerisasi pada proses polimerisasi asam laktat maka semakin besar *yield* poli asam laktat yang diperoleh. *Yield Poly (lactic) Acid* tertinggi dengan konsentrasi $Sn(Oct)_2$ 7% pada waktu 120 menit dan suhu polimerisasi 170°C adalah 47,442% dan yang terkecil pada waktu 80 menit dan konsentrasi $Sn(Oct)_2$ 5% suhu polimerisasi 170°C yaitu 36,313%.

Daftar Pustaka

Auras, R.A., Lim, L.T., Selke, S.E.M., & Tsuji, H. 2010, *Poly(lactic acid): Synthesis, Structures, Properties, Processing, and Applications*, Wiley Series on Polymer Engineering and Technology, Wiley.

- Averous L., Belgacem M.N., Gandini A. 2008. *Polylactic Acid: Synthesis, Properties and Applications, in Monomers, Polymers and Composites from Renewable Resources*. Ed ke-1. Amsterdam: Elsevier Ltd.
- Dewati, R. 2008. *Limbah Kulit Pisang Kepok Sebagai Bahan Baku Pembuatan Etanol*. Surabaya. UPN Press.
- Edlund U. & Albertsson A.C. 2002. *Degradable Polymer Microspheres for Controlled Drug Delivery*. In: *Degradable Aliphatic Polyesters*. Advances in Polymer Science, vol 157. Springer, Berlin, Heidelberg. https://doi.org/10.1007/3-540-45734-8_3
- Ferdous, F. & Okta, W.M. 2017. *Pengaruh pH, Konsentrasi Substrat, Penambahan Kalsium Karbonat dan Waktu Fermentasi Terhadap Perolehan Asam Laktat dari Kulit Pisang*. Tesis. Surabaya. Universitas Katolik Widya Mandala.
- Gentile P., Chiono V., Carmagnola I. & Hatton, P.V. 2014. An Overview of Poly(lactic-co-glycolic) Acid (PLGA)-Based Biomaterials for Bone Tissue Engineering. *International Journal of Molecular Sciences*, 15(3): 3640-59.
- Ki, W.Y. 2009. *Production of L-Lactic Acid From Starch by Recombinant Bacillus subtilis 1A304*. Thesis. Hongkong: The Hongkong Polytechnic University.
- Paramawati, R., Wijaya C.H., Achmadi S. S., & Suliantri. 2007. Evaluasi ciri mekanis dan fisis bioplastik dari campuran poli(asam laktat) dengan polisakarida. *Jurnal Ilmu Pertanian Indonesia*, 12(2): 75-83.
- Purnama, P., Youngmee, J., Chae, H.H., Do, S.H., and Soo, H.K., 2012, Synthesis of Poly(D-lactide) with Different Molecular Weight via Melt-Polymerization, *Macromolecular Research*, 20(5): 515-519.
- Purnavita, S., Sriyana, H.Y., & Hartini, S. 2017, *Produksi Poli Asam Laktat Dari Limbah Ampas Pati Aren, Momentum*, 13(1): 53-56.
- Suprakas S.R. & Masami O. 2003, Polymer/layered silicate nanocomposites : a review from preparation to processing, *Prog. Polym. Sci.* 28: 1539–1641
- Suryani, Agusnar, H., Wirjosentono, B., Rihayat, T., & Nugroho, A.R. 2016. *Sintesis dan Karakterisasi Poly Asam Laktat Bebas Bahan Alam Menggunakan Katalis Timah (II)Oktoat*. Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia 2016, 16-20.
- Susilo, P. 2013. *Plastik Biodegradable PoliAsamLaktat. Plastik Ramah Lingkungan*, hal. 63– 69.
- Tamyiz, M. & Agustini, R. 2012. *Pengaruh Konsentrasi Katalis Timah (II) Oktoat Terhadap Viskositas dan Massa Molekul Poli(Asam Laktat) pada Polimerisasi Asam Laktat dengan Metode Ring Opening Polymerization*. Prosiding Seminar Nasional Kimia Universitas Negeri Surabaya 2012, 13-21.
- Tsuji, H. 2005. *Poly(lactide) Stereocomplex: Formation, Structure, Properties, Degradation, and Application*, *Macromolecular Bioscience*, 5: 569-597.