

Pengaruh Katalis Stannous Oktoat ($\text{Sn}(\text{Oct})_2$) Terhadap Karakteristik *Poly Lactic Acid* (PLA)

Nurindah Rahmah P., Drs. Siswanto, M.Si, Drs. Djony Izak R, M.Si

Program Studi Fisika, Departemen Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi,
Universitas Airlangga. Kampus C Unair Jl. Mulyorejo, Surabaya 60115.

nurindah_rahmah@yahoo.com

Abstrak

Poly Lactic Acid (PLA) merupakan salah satu jenis polimer yang banyak diteliti karena dapat memenuhi persyaratan polimer biodegradabel dan dapat digunakan pada sejumlah aplikasi. PLA dibuat dengan menggunakan metode polimerisasi pembukaan cincin dari asam laktat (ROP) dengan katalis Stannous oktoat ($\text{Sn}(\text{Oct})_2$) pada variasi tertentu. Penelitian ini bertujuan Mengetahui pengaruh variasi katalis Stannous oktoat terhadap karakteristik PLA yang terbentuk, dan Mengetahui karakterisasi PLA dengan uji FTIR dan uji DSC. Hasil penelitian menunjukkan bahwa penambahan variasi katalis memberikan pengaruh terhadap peningkatan bobot molekul PLA. Bobot molekul tertinggi didapatkan dengan penambahan variasi katalis Stannous oktoat ($\text{Sn}(\text{Oct})_2$) sebesar 11224,17231 g/mol pada 0,17% wt. Pada 0,18% wt bobot molekul mengalami penurunan. Hal ini dikarenakan adanya depolimerisasi pada rantai polimer yang terbentuk. PLA yang dihasilkan bersifat keras tapi getas. Hal ini merupakan ciri khas dari *Poly-L-(Lactic Acid)* (PLLA). Uji FTIR pada PLA dengan penambahan variasi katalis Stannous oktoat diperoleh hasil bilangan gelombang sebagian besar sesuai dengan PLA standart. Uji DSC pada variasi katalis Stannous oktoat terhadap sifat termal PLA yang memiliki nilai suhu leleh dan persentase kristalinitas optimum pada 0,17% wt.

Kata kunci: *Poly Lactic Acid*, Stannous oktoat, bobot molekul.

Abstract

Poly Lactic Acid (PLA) is a one of polymer that are researchs because it can fulfill requirement of biodegradable polymer and it also can to some applications. PLA is maked with use of opening ring of lactic acid (ROP) polymerization method with use Stannous octoat ($\text{Sn}(\text{Oct})_2$) catalyst in certain variation. The purpose of research are to know the influence of Stannous octoat

variation concerning PLA characteristic which is formed, and to know PLA characteristic with FTIR and DSC test. The result of research is indicate that addition of catalyst variation is give the influence to increation of molecule weight PLA. The highest of molecule weight is gotten with addition Stannous octoat ($\text{Sn}(\text{Oct})_2$) variation catalyst is 11224,17231 g/mol in 0,17%wt. in 0,18%wt, the molecule weight decreasing. It's because there is depolymerization in chain polymer which is formed. PLA which is resulted is hard but brittle. This is special characteristic of *Poly-L-(Lactic Acid)* (PLLA). FTIR test to PLA with addition catalyst variation of Stannous octoat it's gotten wave number is suitable to standard of PLA. DSC test in catalyst variation of Stannos octoat to characteristic thermal PLA that is has optimum melting point and presentation crystallinity in 0,17%wt.

Key words: *Poly Lactic Acid*, Stannous octoat, molecule weight.

Pendahuluan

Polimer biodegradabel merupakan jenis polimer yang dapat terdegradasi secara biologis (enzimatik). Polimer biodegradabel maupun monomer penyusunnya harus memenuhi sejumlah persyaratan agar dapat digunakan pada berbagai aplikasi. Persyaratan yang harus dipenuhi antara lain bersifat biodegradabel, tidak beracun dan dapat diserap secara biologis, serta kesesuaian dengan tubuh manusia bila digunakan pada aplikasi medis (Husna, 2006).

Saat ini *Poly Lactic Acid* yang selanjutnya disingkat PLA merupakan salah satu jenis polimer yang banyak diteliti karena dapat memenuhi persyaratan polimer biodegradabel dan dapat digunakan pada sejumlah aplikasi. PLA yang dibentuk dari monomer asam laktat, dapat digunakan pada bidang medis disebabkan karena sifat PLA yang memiliki kesesuaian dengan tubuh manusia (Husna, 2006). PLA dapat disintesis dengan dua metode yaitu polikondensasi langsung asam laktat yang menghasilkan PLA dengan bobot molekul rendah dan rapuh berkisar antara 1000-5000 g/mol sehingga bobot molekul dapat ditingkatkan dengan penggunaan *chain coupling agent* untuk meningkatkan panjang rantai polimer, dan polimerisasi pembukaan cincin dimer siklik asam laktat, atau yang dikenal sebagai laktida yang menghasilkan PLA dengan bobot molekul tinggi dilakukan melalui tiga tahapan yaitu polikondensasi asam laktat dilanjutkan dengan depolimerisasi sehingga membentuk dimer siklik (laktida) kemudian dengan bantuan katalis dipolimerisasi pembukaan cincin. Polimerisasi pembukaan cincin menghasilkan PLA dengan bobot molekul 2×10^4 g/mol hingga 6.8×10^5 g/mol (Averous, 2008).

Proses polimerisasi PLA bergantung pada beberapa faktor. Salah satu faktor tersebut adalah katalis yang digunakan. Katalis yang digunakan harus memiliki sifat sebagai inisiator polimerisasi untuk memproduksi PLA. Material yang memiliki sifat tersebut adalah Stannous oktoat. Stannous oktoat merupakan katalis berbasis Sn salah satu katalis untuk sintesis laktida, karena memiliki tiga keuntungan: Katalis berbasis Sn menghasilkan derajat rasemisasi yang rendah pada suhu tinggi (Kricheldorf dan Serra, 1985), Tingkat keracunannya sangat rendah daripada katalis logam yang lain, Prosedur pemurnian dari PLA telah diketahui dengan baik (Kricheldorf dan Lee, 1995). Stannous oktoat memiliki titik didih lebih dari 200°C. Kenyataan tersebut membuat Stannous oktoat dapat mengontrol laju polimerisasi dan terjadinya rasemisasi pada suhu tinggi (Tamyiz, 2012). Jumlah katalis akan berpengaruh terhadap polimer yang terbentuk.

Penelitian ini telah dilakukan sebelumnya oleh (Tamyiz, 2012) mengenai pengaruh konsentrasi katalis timah (II) oktoat terhadap viskositas dan massa molekul poli(asam laktat) pada polimerisasi asam laktat dengan metode ROP menghasilkan poli(asam laktat) dengan nilai massa molekul tertinggi 10.557,0618 g/mol yang menyatakan bahwa konsentrasi katalis Sn(Oct)₂ 0,15%wt merupakan konsentrasi optimum untuk massa molekul PLA hasil polimerisasi. Oleh sebab itu penelitian tentang jumlah katalis pada karakteristik PLA merupakan kajian yang menarik.

Metode penelitian

Dalam penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahap yang dapat dijelaskan secara ringkas sebagai berikut.

Tahap I

Pada tahap ini dilakukan pembuatan sampel. Sampel prepolimer dan laktida dibuat dari larutan asam laktat sebanyak 20 mL. Larutan asam laktat dimasukkan dalam erlenmeyer vakum dengan rangkaian reaktor yang dilengkapi dengan pompa vakum. Pompa vakum dinyalakan terlebih dahulu selama ± 15 menit untuk mengurangi tekanan di dalam reaktor kemudian dipanaskan pada suhu 120°C selama 1 jam. Larutan asam laktat yang dipanaskan akan menghasilkan prepolimer, prepolimer yang dihasilkan tetap dalam reaktor kemudian menambahkan katalis Sn(Oct)₂ sebanyak 0,5 mL. Pompa vakum dinyalakan terlebih dahulu selama ± 15 menit untuk mengurangi tekanan di dalam reaktor. Prepolimer yang sudah ditambah katalis dipanaskan pada suhu 120°C selama 2 jam untuk menghasilkan laktida. Laktida berupa kristal putih yang terbentuk pada dinding erlenmeyer dan selangnya dipisahkan dari residunya. Laktida sebanyak 1 gram dimasukkan

dalam Erlenmeyer ditambahkan inisiator Etanol sebanyak 0,004 mL dan katalis Sn(Oct)₂ sebanyak 0,16%, 0,17%, 0,18%, 0,19%, 0,20% wt. Erlenmeyer ditutup kemudian dipanaskan pada suhu 150°C selama 5 jam.

Tahap II

Pada tahap ini dilakukan Karakterisasi PLA (*Poly Lactic Acid*). Sampel yang telah dibuat selanjutnya dilakukan karakterisasi. Karakterisasi pada sampel akan dilakukan beberapa uji. Uji tersebut meliputi uji FTIR dan uji DSC. Karakterisasi pada uji FTIR digunakan untuk melihat kemungkinan terjadinya reaksi pada tahap pengolahan yang ditandai dengan munculnya gugus-gugus fungsi baru yang sebelumnya tidak terdeteksi atau sebaliknya. Sedangkan pada uji DSC digunakan untuk mengkarakterisasi sifat *thermophysical* polimer. DSC dapat mengukur sifat termoplastik seperti *Transition glass (Tg)*, *Transition crystallinity (Tc)*, dan *Transition melting (Tm)*.

Hasil dan Pembahasan

Karakterisasi FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*)

Karakterisasi ini dilakukan dengan tujuan mengidentifikasi gugus-gugus fungsi dari *Poly Lactic Acid* (PLA) sebagai hasil dari proses polimerisasi. Analisis ini juga digunakan untuk melihat kemungkinan terjadinya reaksi pada tahap pengolahan yang ditandai dengan munculnya gugus-gugus fungsi baru yang sebelumnya tidak terdeteksi atau sebaliknya. Analisis ini dilakukan terhadap asam laktat sebagai bahan baku polimerisasi, sedangkan PLA sebagai produk polimerisasi yang selanjutnya dibandingkan hasilnya dengan PLA standar. Pada masing-masing variasi katalis Stannous oktoat (Sn(Oct)₂) terjadi pergeseran gugus fungsi pada PLA standart, pergeseran tersebut disebabkan karena terjadinya pelepasan pembentukan molekul kecil hasil samping dari proses polimerisasi.

Hasil uji kimia fisik menggunakan spektrofotometer FTIR diketahui bahwa untuk PLA dengan penambahan variasi katalis Stannous oktoat (Sn(Oct)₂) masing-masing menunjukkan gugus karakteristik.

Tabel 1. Hasil uji FTIR

Gugus Fungsi	Jenis Vibrasi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)
--------------	---------------	----------------------------------------

		PLA standart	Garlotta (2002)	PLA + Variasi katalis Stannous oktoat (Sn(Oct) ₂) (% wt)				
				0,16%	0,17%	0,18%	0,19%	0,20%
-OH	Regang	2500 - 3550	3571	3468,09	3497,08	-	3508,18	3418,46
-CH-	Regang	2998, 2946	2995 (asimetri), 2994 (simetri)	2993,36 2942,48	2994,33	2993,68	2996,52	2998,52
-C=O	Regang karbonil	1749	1759	1743,34	1746,90	1736,18	1756,38	1744,47
-CH ₃	Tekuk	1458	1453	1453,18	1453,81	1451,65	1455,62	1456,60
-CH-	Deformasi	1386	1382 (simetri), 1362 (asimetri)	1381,73	1382,06	1381,41	1382,69	1374,62
-C=O	Tekuk	1278	1268	1359,37	1360,48	-	1251,05	1271,54
-C-O-	Regang	1189	1194, 1130, 1093	1184,60	1183,61	1182,48	1132,58	1172,47
-OH	Tekuk	1087	1047	1085,25	1084,91	1082,42	1088,54	1086,51
-C-C-	Regang	955, 864	927, 868	938,85 868,14	940,77 869,01	867,17	864,72	868,79

Karakterisasi Bobot Molekul

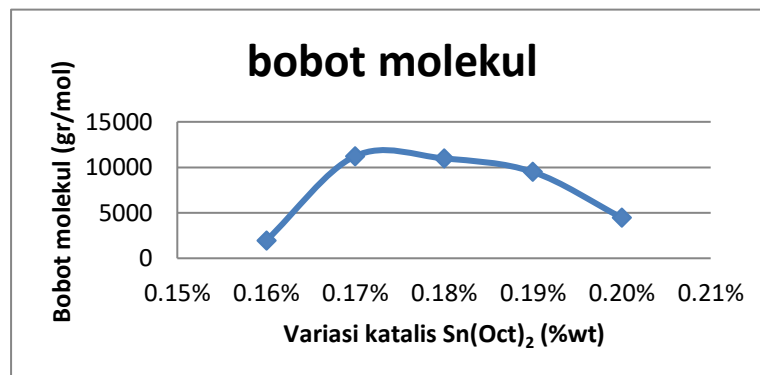
Penentuan bobot molekul PLA dapat diukur dengan menggunakan metode viskositas dengan cara membandingkan antara waktu alir pelarut terhadap larutan polimer pada berbagai konsentrasi. Viskometer memiliki kelebihan, yaitu untuk mencapai berbagai konsentrasi, larutan polimer dapat

diencerkan dalam viskometer dengan menambahkan sejumlah pelarut yang terukur. Dari viskositas intrinsik yang didapatkan, maka bobot molekul dapat dihitung dan diperoleh bobot molekul hasil penelitian dapat dilihat pada Lampiran III.

Tabel 2. Hasil uji Bobot Molekul

C (%)	η_{red} (Pa.s)				
	0,16% wt	0,17% wt	0,18% wt	0,19% wt	0,20% wt
0,51	0.12899	0.3	0.28379	0.23219	0.18
0,792	0.16613	0.33226	0.31565	0.2492	0.23258
1	0.19736	0.36842	0.3421	0.26315	0.25

Dari hasil penelitian diatas didapatkan hasil analisis bobot molekul pada variasi 0,16%, 0,17%, 0,18%, 0,19%, dan 0,20%wt masing-masing menunjukkan karakteristik PLA dengan bobot molekul cukup tinggi.



Gambar 1. Grafik bobot molekul PLA berdasarkan kenaikan variasi katalis Sn(Oct)₂

Bobot molekul sangat penting dalam menentukan karakteristik PLA. Dengan diketahuinya bobot molekul tersebut, maka sifat dari PLA dapat diperkirakan seperti kemampuan PLA untuk terdegradasi dipengaruhi beberapa faktor diantaranya semakin tinggi bobot molekul PLA semakin lama waktu yang dibutuhkan untuk mendegradasi molekul PLA dan PLA dengan bobot molekul tinggi cenderung memiliki kristalinitas yang lebih tinggi (semi kristalin). PLA yang dihasilkan bersifat keras tapi getas. Hal ini merupakan ciri khas dari *Poly-L-(Lactic Acid)* (PLLA).

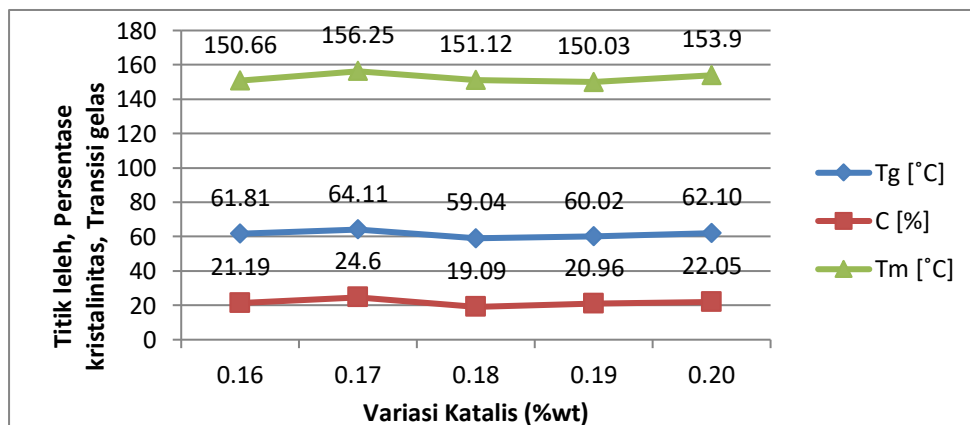
Karakterisasi DSC (*Differential Scanning Calorimetri*)

Karakterisasi ini dilakukan untuk mengetahui sifat termal suatu polimer. Sifat termal polimer meliputi *Transition glass (Tg)*, *Transition*

crystallinity (T_c), dan *Transition melting* (T_m) polimer. Transisi gelas dan titik leleh polimer menunjukkan perubahan morfologis polimer. Transisi gelas dan titik leleh merupakan karakteristik dasar dari suatu polimer, transisi gelas dan titik leleh ini berhubungan dengan sifat dan pemrosesan polimer. *Transition crystallinity* (T_c) merupakan derajat yang digunakan untuk memisahkan struktur kristalit. Karakteristik ini menggunakan DSC pada suhu 200°C. Hasil analisis yang telah dilakukan menghasilkan termogram.

Tabel 3. Hasil uji DSC

Variasi katalis (%wt)	Titik Transisi gelas ($T_g, ^\circ\text{C}$)	Persentase kristalinitas (C,%)	Titik kristalisasi ($T_c, ^\circ\text{C}$)	Titik leleh ($T_m, ^\circ\text{C}$)
0,16	61,81	21,19	123,29	150,66
0,17	64,11	24,60	124,64	156,25
0,18	59,04	19,09	120,26	151,12
0,19	60,02	20,96	121,39	150,03
0,20	62,10	22,05	122,15	153,90



Gambar 4.7. Grafik pengaruh variasi katalis Stannous oktoat (%wt) terhadap sifat termal PLA.

Hal ini sesuai dengan teori semakin besar persentase kristalinitas maka semakin besar pula *Transition crystallinity* (T_c). Hasil karakteristik sifat termal ini juga berpengaruh terhadap karakteristik bobot molekul pada variasi 0,17% merupakan hasil optimum, hasil tersebut sesuai teori semakin tinggi bobot molekul maka semakin besar pula sifat termalnya. Sehingga dapat disimpulkan bahwa PLA hasil penelitian ini merupakan *Poly-L-(Lactic Acid)* (PLLA) yang memiliki sifat semikristalin.

Kesimpulan

Dari serangkaian penelitian dan analisis tentang pengaruh katalis Stannous oktoat ($\text{Sn}(\text{Oct})_2$) terhadap karakteristik PLA diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Hasil penelitian menunjukkan bahwa penambahan variasi katalis memberikan pengaruh terhadap peningkatan bobot molekul PLA. Bobot molekul tertinggi didapatkan dengan penambahan variasi katalis Stannous oktoat ($\text{Sn}(\text{Oct})_2$) sebesar 0,17% mengalami bobot molekul tertinggi sebesar 11.224,17 g/mol.
2. Pengaruh katalis pada karakteristik PLA yang terbentuk adalah sebagai berikut:
 - a. Uji FTIR pada PLA ditambah variasi katalis Stannous oktoat 0,16%, 0,17%, 0,18%, 0,19%, dan 0,20%wt hasil bilangan gelombang sebagian besar sesuai dengan PLA standart.
 - b. Uji DSC pada variasi katalis Stannous oktoat terhadap sifat termal PLA yang memiliki nilai *Transition melting* (T_m) dan persentase *crystallinity* optimum pada variasi 0,17%wt.

Daftar Pustaka

- 1) Alger MSM. 1989. *Polymer Science Dictionary*. London: Elsevier Applied Science.
- 2) Auras, R. 2002. *Poly(lactic Acid) as a New Biodegradable Commodity Polymer*. <http://google.com> (diakses tanggal 23 November 2013)
- 3) Allcock HR, Lampe FW. 1981. *Contemporary Polymer Chemistry*. New Jersey: Prentice Hall Inc.
- 4) Avérous, L., 2008. *Poly(lactic Acid): Synthesis, Properties and Applications, dalam Monomers, Polymers and Composites from Renewable Resources* (Ed Mohamed Naceur Belgacem dan Alessandro Gandini), 1st Editon, Chapter 21. Amsterdam: Elsevier Ltd.
- 5) Cheng, Y., Deng, S., Chen, P. and Ruan, R., 2009, *Poly(lactic acid) (PLA) synthesis and modifications: a review*. *Frontiers of Chemistry in China*, 4(3), 259-264.
- 6) Drumright, R. E.; Gruber, P. R.; 2000. *Adv. Mater.* 12, 1841.
- 7) Garlotta D. 2002. *A Literature review of poly(lactic acid)*. *Journal of Polymers and the Environment* 9(2).
- 8) Gupta, B., Revagade, N. and Hilborn, J. 2007, *Poly(lactic acid) fiber: An overview*. *Progress in Polymer Science*, 34(4), 455-482.
- 9) Husna, El Nida. 2006. *Sintesis dan Karakterisasi Poly(lactic Acid) secara Polikondensasi Langsung L-Asam Laktat dan N,N-Disikloheksilkarbodiimida*. Teknologi Industri Pertanian, Pascasarjana, Institut Pertanian Bogor.

- 10) H. R. Kricheldorf,.; Kreiser-Saunders, I.; Boettcher, C. 1995. *Polymer*, 36,1253-1259.
- 11) H. R. Kricheldorf and A. Serra, 1985. *Polym. Bull.*, 14, 497.
- 12) Kaitian K, Kozluca A, Denkbas EB, Piskin E. 1996. Poly (D,L lactic acid) homopolymer: synthesis and characterization. *J of Chemistry* 20:43-53.
- 13) Koutsopoulus S. 2002. *Syntesis and Characterization of Hydroxyapatite Crystals: A review on The Analytical Methode*. Departement of Chemistry, University of Patras, Greece.
- 14) Martianingsih, N. dan Lukman A., 2010. *Analisis Sifat Kimia, Fisik, Dan Termal Gelatin Dari Ekstraksi Kulit Ikan Pari (Himantura gerrardi) Melalui Variasi Jenis Larutan Asam*. *Prosiding Skripsi Semester Gasal 2009/2010*. Jurusan Kimia FMIPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- 15) Pranamuda H. 2004. *Bahan biodegradabel berbasis asam laktat*. Makalah Simposium Asam Laktat: Peluang dan Aplikasi di Industri tanggal 20 April 2004, Jakarta: BPPT.
- 16) 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.
- 17) Said, E.G. 1987. *Bioindustri: Penerapan Teknologi Fermentasi*. Jakarta: Mediatama Sarana Perkasa.
- 18) Soedegard A, Stolt M. 2002. Properties of lactic acid based polymer and their correlation with composition. *Prog. Polymer Sci* 27:1123-1163
- 19) Steven MP. 2001. *Kimia Polimer*. Sopyan I, penerjemah: Jakarta: Erlangga. Terjemahan dari *Polymer Chemistry: An Introduction*.
- 20) Swift, G. 1993, *Acc. Chem. Res.* 26, 105.
- 21) Sudjadi. 1983. *Penentuan Struktur Senyawa Organik*. Bandung: Ghalia Indonesia.
- 22) Tamyiz, M. 2012. *Pengaruh Konsentrasi Katalis Timah (II) Oktoat Terhadap Viskositas dan Massa Molekul Poli(Asam Laktat) pada Polimerisasi Asam Laktat dengan Metode Ring Opening Polymerization*. Surabaya. Universitas Negeri Surabaya.