

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian pengaruh *chain extender* terhadap performa bioplastik *poly(butylene adipate-co-terephthalate)* (PBAT) dan pati termoplastik dilakukan di *Integrated Laboratory of Bioproducts* (iLaB) Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN) Kawasan Sains dan Teknologi Ir. Soekarno, Cibinong, Kabupaten Bogor. Penelitian ini berlangsung selama kurang lebih 6 bulan, sejak Februari 2024 hingga Juli 2024.

#### 3.2 Alat dan Bahan

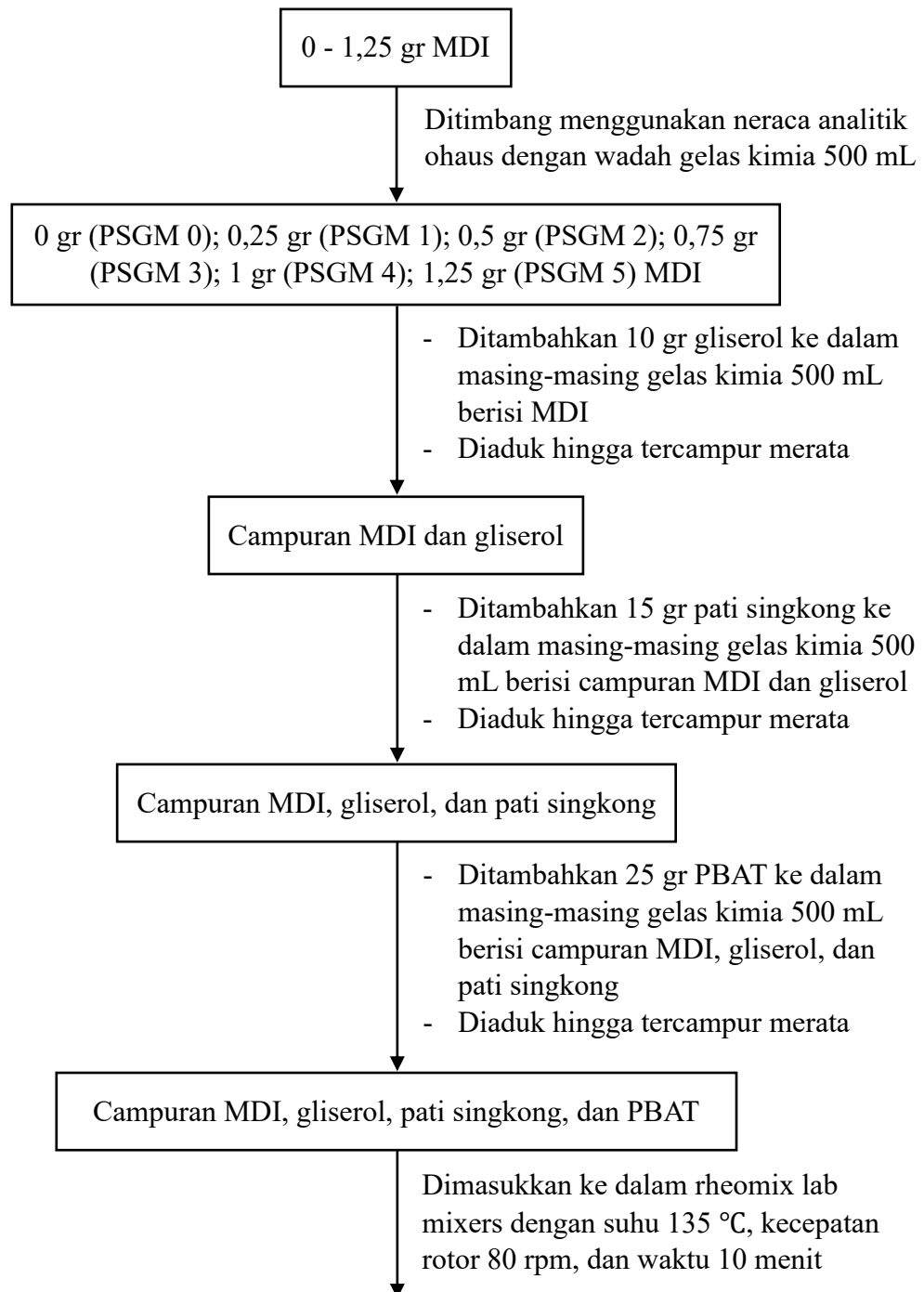
##### 3.2.1 Alat

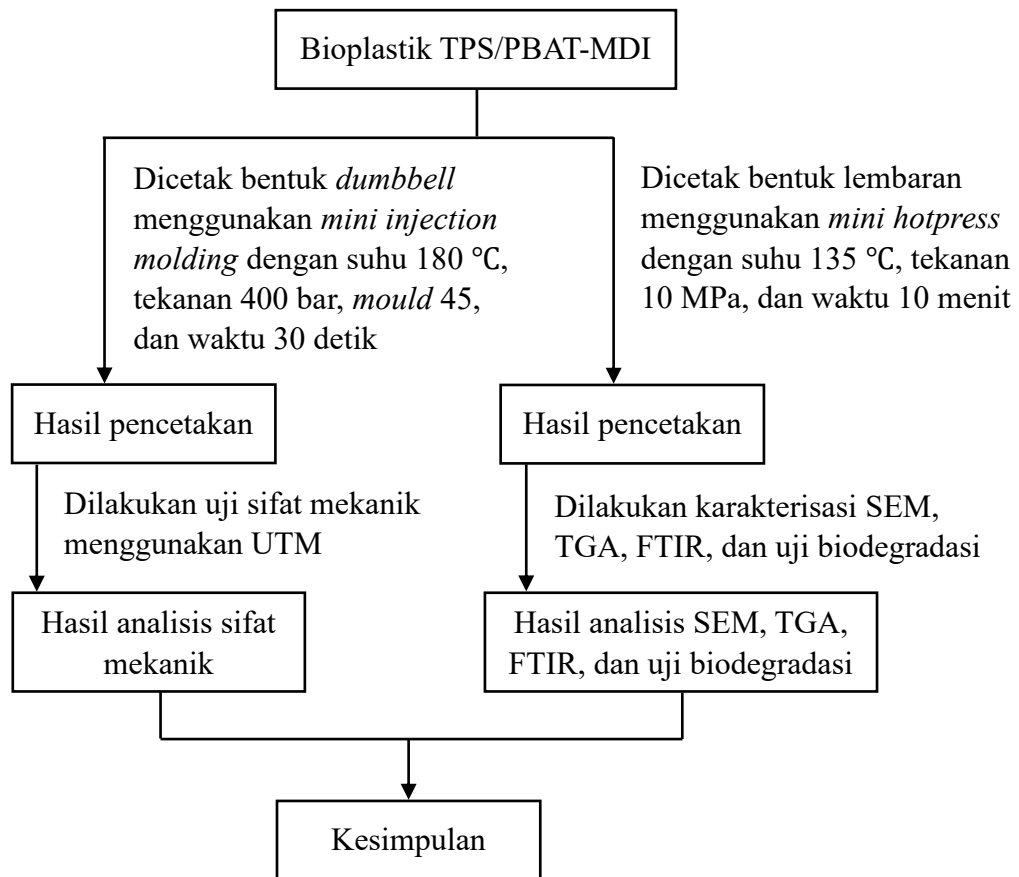
Alat yang digunakan pada penelitian ini meliputi: 1) Penimbangan bahan: neraca analitik ohaus Pioneer, gelas kimia 500 mL, spatula, dan sendok plastik; 2) Pencampuran bahan: Thermo Scientific HAAKE Rheomix Lab Mixers, sekop besi mini, dan kape besi gagang kayu; 3) Pencetakan sampel bentuk *dumbbell* (*dog bone*): Thermo Scientific HAAKE MiniJet Pro Piston Injection Molding System dan kape besi gagang kayu; 4) Pencetakan sampel bentuk lembaran: kempa panas mini (*mini hotpress*) Yasuda, plat besi lembaran, teflon lembaran coklat, dan kape besi gagang kayu; 5) Penyimpanan sampel sebelum pengujian: dry cabinet Masterspace 50 L; 6) Uji sifat mekanik: jangka sorong digital LCD Vernier Caliper Taffware Micrometer 15 CM - SH20 dan *Universal Testing Machine* (UTM) Shimadzu AGS-X series 10 kN; 7) Karakterisasi: *Scanning Electron Microscope* (SEM) Thermo Scientific Prisma E, *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR), dan *Thermogravimetric Analyzer* (TGA); 7) Uji biodegradasi: wadah plastik, tusuk gigi, label nama, dan Climatic Chamber POL-EKO Apatura Tipe KK500 TOP+ INOX/G.

### 3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini di antaranya adalah *methylene diphenyl diisocyanate* (MDI), gliserol, pati singkong, dan *poly(butylene adipate-co-terephthalate)* (PBAT).

### 3.3 Bagan Alir Penelitian





### 3.4 Formulasi Sampel

Sampel bioplastik TPS/PBAT-MDI dibuat dengan beberapa variasi dengan formulasi seperti yang tercantum pada Tabel 3.1. Hal ini bertujuan untuk melihat pengaruh dari penambahan *chain extender* terhadap performa bioplastik TPS/PBAT-MDI serta mengetahui sampel mana yang terbaik dari segi karakteristik dan kemampuan biodegradasi.

Tabel 3. 1  
Formulasi Bioplastik TPS/PBAT-MDI

Sampel	Pati (gr)	Gliserol (gr)	PBAT (gr)	MDI (gr)
PSGM 0 (0% MDI)	15	10	25	0
PSGM 1 (0,5 % MDI)	15	10	25	0,25
PSGM 2 (1% MDI)	15	10	25	0,50

PSGM 3 (1,5% MDI)	15	10	25	0,75
PSGM 4 (2% MDI)	15	10	25	1,00
PSGM 5 (2,5% MDI)	15	10	25	1,25

### 3.5 Prosedur Penelitian

#### 3.5.1 Pembuatan Bioplastik TPS/PBAT-MDI

##### 3.5.1.1 Penimbangan Bahan

Penimbangan bahan dilakukan menggunakan neraca analitik ohaus Pioneer dengan perbandingan pati singkong/gliserol sebesar 60/40 dan perbandingan TPS/PBAT sebesar 50/50.



Gambar 3. 1 Neraca Analitik Ohaus Pioneer  
Sumber: (PT. Andalan Bangun Sejahtera, 2016)

Kapasitas yang diperlukan untuk setiap pencampuran sebanyak 50 gr, sehingga diperoleh perhitungan komposisi pati singkong, gliserol, dan PBAT dilakukan dengan rumus berikut.

$$\text{Pati singkong} = \frac{30}{100} \times 50 \text{ gr} = 15 \text{ gr}$$

$$\text{Gliserol} = \frac{20}{100} \times 50 \text{ gr} = 10 \text{ gr}$$

$$\text{PBAT} = \frac{50}{100} \times 50 \text{ gr} = 25 \text{ gr}$$

Untuk penambahan MDI, dibuat beberapa variasi, di antaranya adalah penambahan 0% MDI (PSGM 0), penambahan 0,5% MDI (PSGM 1), penambahan 1% MDI (PSGM 2), penambahan 1,5% MDI (PSGM 3), penambahan 2% MDI (PSGM 4), dan penambahan 2,5% MDI (PSGM 5). Perhitungan komposisi penambahan MDI dilakukan dengan rumus yang tercantum pada Tabel 3.2.

Tabel 3. 2  
Perhitungan MDI

Sampel	Perhitungan MDI
PSGM 0 (0% MDI)	$MDI = \frac{0}{100} \times 50 \text{ gr} = 0 \text{ gr}$
PSGM 1 (0,5% MDI)	$MDI = \frac{0,5}{100} \times 50 \text{ gr} = 0,25 \text{ gr}$
PSGM 2 (1% MDI)	$MDI = \frac{1}{100} \times 50 \text{ gr} = 0,50 \text{ gr}$
PSGM 3 (1,5% MDI)	$MDI = \frac{1,5}{100} \times 50 \text{ gr} = 0,75 \text{ gr}$
PSGM 4 (2% MDI)	$MDI = \frac{2}{100} \times 50 \text{ gr} = 1,00 \text{ gr}$
PSGM 5 (2,5% MDI)	$MDI = \frac{2,5}{100} \times 50 \text{ gr} = 1,25 \text{ gr}$

**Keterangan:**

PSGM = PBAT, *Starch*, Gliserol, dan MDI

Penimbangan bahan ini dilakukan secara berurutan mulai dari MDI, kemudian gliserol, dilanjut dengan pati singkong, dan terakhir PBAT.

### 3.5.1.2 Pencampuran Bahan

Proses pencampuran pati singkong, gliserol, PBAT, dan MDI dilakukan dengan sistem pencampuran leleh (*melt mixing*) menggunakan Thermo Scientific HAAKE Rheomix

Lab Mixers dengan sistem HAAKE PolyLab OS. Zona suhu ditetapkan 135 °C dengan kecepatan rotor 80 rpm dan waktu 10 menit.



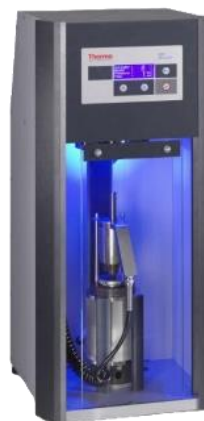
Gambar 3. 2 Rheomix Lab Mixers

Sumber: (*Powerful Process Engineering for Efficient Material and Process Development*, n.d.)

### 3.5.2 Pencetakan Bioplastik TPS/PBAT-MDI

#### 3.5.2.1 Pencetakan *Dumbbell (Dog Bone)*

Proses pencetakan dalam bentuk *dumbbell (dog bone)* dilakukan menggunakan Thermo Scientific HAAKE MiniJet Pro Piston Injection Molding System.



Gambar 3. 3 Mini Injection Molding

Sumber: (Thermo Scientific, 2008)

Putri Ayu Lestari, 2024

**PENGARUH CHAIN EXTENDER TERHADAP PERFORMA BIOPLASTIK POLY(BUTYLENE ADIPATE-CO-TEREPHTHALATE) (PBAT) DAN PATI TERMOPLASTIK**

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

Pencetakan ini bertujuan untuk membuat sampel uji kuat tarik (uji sifat mekanik) berdasarkan ASTM (*American Standard Testing and Material*) D638 tipe IV dan tipe V (Thermo Scientific, 2008). Sampel berwujud padatan dicetak dengan suhu *cylinder* 180 °C, tekanan 400 bar, *mould* 45, dan waktu 30 detik.

### 3.5.2.2 Pencetakan Lembaran

Proses pencetakan dalam bentuk lembaran dilakukan menggunakan kempa panas mini (*mini hotpress*) Yasuda.



Gambar 3. 4 *Mini Hotpress*  
Sumber: (Yasuda Seiki, n.d.)

Pencetakan ini bertujuan untuk membuat sampel karakterisasi SEM, TGA, FTIR, dan uji biodegradasi. Sampel berwujud padatan diletakkan di atas teflon lembaran beralaskan plat besi lembaran. Setelah itu, bagian atas sampel ditutup dengan teflon lembaran, lalu ditutup juga dengan plat besi lembaran. Kemudian sampel dimasukkan ke dalam *mini hotpress* untuk dicetak selama 10 menit dengan pengaturan suhu 135 °C dan tekanan 10 MPa.

### 3.5.3 Karakterisasi Bioplastik TPS/PBAT-MDI

#### 3.5.3.1 Uji Sifat Mekanik

Uji sifat mekanik bioplastik TPS/PBAT-MDI dilakukan menggunakan *Universal Testing Machine* (UTM) Shimadzu AGS-X series 10 kN.



Gambar 3. 5 *Universal Testing Machine*  
Sumber: (Shimadzu Corporation, 2013)

Sampel bioplastik yang telah diukur tebal, lebar, dan panjangnya diuji satu per satu dengan meletakkan sampel pada *test accessory* bagian atas mesin UTM. Kemudian, sampel dikunci dengan cara memutar *handwheel* bagian atas hingga dapat dipastikan bahwa kunci tersebut tidak terlepas, lalu dilanjutkan dengan memutar *handwheel* bagian bawah. Setelah itu, mesin akan bekerja dengan prinsip menarik sampel uji hingga putus. Selanjutnya, data mengenai sifat mekanik sampel akan muncul pada layar monitor yang terhubung dengan mesin UTM.

Tegangan (*stress*) merupakan gaya yang bekerja per satuan luas penampang. Tegangan memiliki rumus sebagai berikut.

$$\text{Tegangan (MPa)} = \frac{F}{A}$$



Keterangan:

F = Gaya tarik (N)

A = Luas penampang ( $\text{mm}^2$ )

Regangan (*strain*) merupakan perubahan relatif ukuran atau bentuk benda akibat tegangan. Regangan memiliki rumus sebagai berikut.

$$\text{Regangan} = \frac{\Delta l}{l_0}$$

Keterangan:

$\Delta l$  = Perubahan panjang (mm)

$l_0$  = Panjang awal (mm)

Kuat tarik (*tensile strength*) adalah ukuran untuk kekuatan bioplastik secara spesifik yang merupakan tegangan maksimum terakhir sebelum sampel putus. Pengujian ini bertujuan untuk mengetahui besarnya gaya yang diperlukan untuk mencapai titik tarikan yang maksimum pada setiap luas permukaan (Aditya Nugraha et al., 2020) dengan perhitungan sebagai berikut.

$$\text{Kuat tarik (MPa)} = \frac{F_{\text{maks}}}{A_0}$$

Keterangan:

F maks = Tegangan maksimum (N)

$A_0$  = Luas penampang awal ( $\text{mm}^2$ )

Elongasi (*elongation*) adalah peningkatan panjang material saat diuji dengan beban tarik, dinyatakan dalam satuan panjang, biasanya milimeter (mm). Persen elongasi adalah pemanjangan benda uji yang dinyatakan sebagai persen dari panjangnya. Pengujian elongasi bioplastik dilakukan dengan membandingkan penambahan panjang yang terjadi dengan panjang sampel sebelum dilakukan uji tarik. Dari pengujian elongasi ini dapat diperoleh tingkat kemuluran sampel dengan adanya perubahan komposisi yang dilakukan

pada saat perlakuan (Aditya Nugraha et al., 2020) dengan perhitungan sebagai berikut.

$$\text{Elongasi (\%)} = \frac{(l - l_0)}{l_0} \times 100$$

Keterangan:

$l$  = Panjang setelah putus (mm)

$l_0$  = Panjang awal (mm)

Modulus young (*young's modulus*) adalah perbandingan antara tegangan dan regangan. Modulus young merupakan kemiringan kurva tegangan dan regangan di wilayah deformasi elastis. Nilai modulus young digunakan untuk mengukur ketahanan sampel terhadap deformasi elastis ketika gaya diterapkan (Jantrawut et al., 2017) dengan perhitungan sebagai berikut.

$$\text{Modulus Young (MPa)} = \frac{\text{Tegangan}}{\text{Regangan}} = \frac{F/A}{\Delta l / l_0} = \frac{F \cdot l_0}{A \cdot \Delta l}$$

Keterangan:

$F$  = Gaya tarik (N)

$A$  = Luas penampang (mm<sup>2</sup>)

$\Delta l$  = Perubahan panjang (mm)

$l_0$  = Panjang mula-mula (mm)

Semakin besar nilai modulus young, maka sampel akan semakin kaku, begitu pula sebaliknya, semakin kecil nilai modulus young, maka sampel akan semakin elastis.

### 3.5.3.2 *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Karakterisasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM) bioplastik TPS/PBAT-MDI dilakukan menggunakan SEM Thermo Scientific Prisma E.



Gambar 3. 6 Prisma E SEM  
Sumber: (Thermo Fisher Scientific, n.d.)

*Scanning Electron Microscopy* (SEM) merupakan alat untuk mengkaji struktur morfologi permukaan dan gambar penampang melintang suatu bahan dengan perbesaran hingga 1.000.000 kali. SEM bekerja dengan prinsip penghasilan elektron melalui pemanasan kawat tungsten, pemfokusan elektron menggunakan lensa magnetik, pemindaian permukaan, dan pengumpulan sinyal melalui interaksi antara elektron dan sampel.

### 3.5.3.3 *Thermal Gravimetry Analysis* (TGA)

Karakterisasi *Thermal Gravimetry Analysis* (TGA) bioplastik TPS/PBAT-MDI dilakukan menggunakan *Thermogravimetric Analyzer* (TGA) 4000 Perkin Elmer yang dikendalikan oleh perangkat lunak Pyris, yang dipasang pada komputer dan terhubung dengan alat analisa (Analysis, 2014).



Gambar 3. 7 TGA 4000 Perkin Elmer  
Sumber: (Perkin Elmer, n.d.)

*Thermal Gravimetry Analysis* (TGA) bertujuan untuk mengetahui karakter material terhadap panas melalui perubahan berat sebagai fungsi suhu atau waktu. Studi tentang stabilitas termal polimer sangat penting dalam desain produk polimer untuk mengetahui rentang suhu bahan tersebut agar dapat digunakan tanpa mengalami dekomposisi (Mayasari & Yuniari, 2016). Prinsip kerja dari metode TGA adalah pemanasan suatu bahan pada tempat khusus dengan suhu dan waktu tertentu, hingga mengalami penurunan pada masanya (Teknik & Fakultas, n.d.).

#### 3.5.3.4 *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

Karakterisasi *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dilakukan menggunakan *fourier transform infrared spectroscopy* yang bertujuan untuk mengidentifikasi jenis ikatan gugus fungsi (Merisiyanto & Mawarani, 2013) yang dimiliki oleh bioplastik TPS/PBAT-MDI.



Gambar 3. 8 *Fourier Transform Infrared Spectroscopy*  
Sumber: (Analysis, n.d.)

Analisis FTIR dilakukan untuk menentukan gugus fungsi yang terdapat dalam sampel bioplastik TPS/PBAT-MDI. Prinsip kerja FTIR adalah sinar inframerah yang dihasilkan dari sumber cahaya akan melewati celah ke sampel. Celah berfungsi untuk mengontrol jumlah energi yang akan diteruskan ke sampel. Beberapa sinar inframerah yang diteruskan akan diserap oleh sampel dan sebagian lagi akan ditransmisikan melalui permukaan sampel. Kemudian, sinar inframerah yang masuk ke detektor akan mengirimkan sinyal yang terukur ke komputer dan direkam.

### 3.5.3.5 Uji Biodegradasi

Uji biodegradasi merupakan uji yang dilakukan untuk melihat kemampuan material terurai oleh aktivitas mikroorganisme dan bertujuan untuk mengukur kecepatan dan kelengkapan material terurai menjadi senyawa yang lebih sederhana, seperti air dan karbondioksida.

Uji biodegradasi dilakukan menggunakan metode *soil burial test* (uji penguburan tanah) (Wu et al., 2020). Uji ini diselidiki melalui perubahan berat sampel sebelum dan sesudah dikubur di dalam tanah (Mukuze et al., 2019).

Sampel bioplastik dipotong dengan ukuran 1 x 1 cm. Masing-masing sampel dibuat sebanyak tiga kali pengulangan. Selanjutnya sampel ditimbang satu per satu menggunakan neraca analitik ohaus Pioneer sebagai berat awal ( $W_i$ ). Setelah itu sampel dikubur di dalam wadah berisi tanah dengan kedalaman 4 cm di bawah permukaan tanah. Kemudian, sampel diberi tanda menggunakan label nama bertuliskan nomor yang ditempelkan pada tusuk gigi. Tusuk gigi tersebut ditancapkan di atas permukaan tanah sesuai dengan posisi sampel. Hal ini bertujuan untuk menandai sampel agar tidak

tertukar. Selanjutnya wadah berisi sampel ditempatkan di ruang kelembapan yang dikontrol suhu (Climatic Chamber POL-EKO Apatura Tipe KK500 TOP+ INOX/G) dengan kelembapan relatif 30% dan suhu 25°C selama 21 hari.



Gambar 3. 9 *Climatic Chamber*  
Sumber: (POL-EKO, n.d.)

Setelah pengujian, sampel dikeluarkan dari *climatic chamber* kemudian dibersihkan dan ditimbang kembali menggunakan neraca analitik ohaus Pioneer sebagai berat akhir ( $W_f$ ). Persentase penurunan berat dihitung dengan cara mengurangkan berat awal dengan berat akhir, lalu membagi hasilnya dengan berat awal, kemudian mengalikan hasilnya dengan 100, sehingga diperoleh persentase penurunan berat (Mukuze et al., 2019) yang dirumuskan seperti berikut.

$$\text{Weight loss (\%)} = \frac{W_i - W_f}{W_i} \times 100$$

Di mana:

$W_i$  = *Initial Weight* (berat awal)

$W_f$  = *Final Weight* (berat akhir)