

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Material, Universitas Pendidikan Indonesia, Jalan Dr. Setiabudi No. 299, Isola, Kecamatan Sukasari, Bandung, Jawa Barat, 40154. Jangka waktu penelitian selama 5 bulan sejak Februari 2023 hingga Juli 2023. Uji transparansi menggunakan spektrofotometri UV-Vis dan karakterisasi FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen (LKI) Departemen Pendidikan Kimia, UPI. Karakterisasi Scanning Electron Microscopy (SEM) dilakukan di Laboratorium Pusat Survei Geologi Bandung. Karakterisasi *Differential Scanning Calorimetry* (DSC) dilakukan di Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN), Bandung.

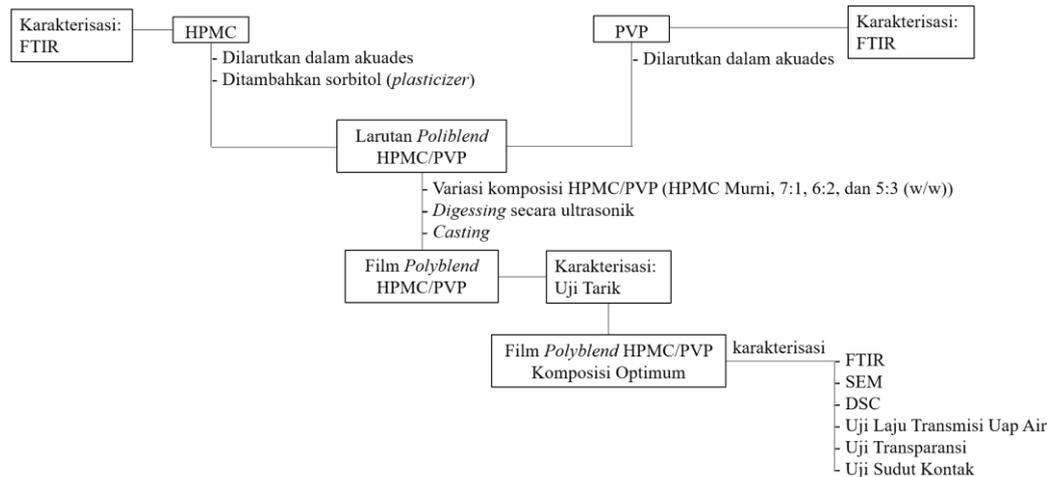
3.2. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah neraca analitik, gelas beaker, gelas ukur, pengaduk magnetik, magnet pengaduk, sonikator, cawan petri plastik, vial kaca, aluminium foil, plastik wrap, dan desikator.

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah hidroksipropilmetil selulosa (HPMC) teknis, poli(vinil pirolidon) (PVP) teknis, sorbitol teknis, akuades, dan silika gel.

3.3. Bagan Alir Penelitian

Pada penelitian ini dilakukan pembuatan *polyblend* HPMC/PVP dengan 4 variasi komposisi (5:3, 6:2; 7:1; HPMC tanpa PVP) untuk menyelidiki komposisi optimum dari HPMC dan PVP dengan menguji sifat mekanik keempat variasi HPMC/PVP tersebut. Secara umum, tahapan penelitian disajikan dalam bentuk bagan alir pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1. Bagan Alir Tahapan Penelitian.

3.4. Tahapan Penelitian

3.4.1. Pembuatan *Polyblend* HPMC/PVP

Polyblend HPMC/PVP dibuat menggunakan metode *solvent casting*. Komposisi HPMC/PVP 5:3 dibuat dengan melarutkan 0,75 g PVP dalam 30 mL akuades dan diaduk secara kontinu selama 10 menit. Kemudian dibuat larutan HPMC dengan melarutkan 1,25 g HPMC pada 70 mL akuades dan diaduk selama 10 menit. Pada larutan HPMC ditambahkan 12% sorbitol kemudian pengadukan dilanjutkan hingga 10 menit. Setelahnya, kedua larutan dicampur dengan pengadukan kontinu menggunakan *magnetic stirrer* selama 20 menit untuk memastikan pencampuran yang menyeluruh. Campuran kemudian di-*degassing* secara ultrasonik selama 5 menit. Setelah *degassing*, dilakukan pencetakan dengan menuangkan campuran pada beberapa cawan petri plastik masing-masing sebanyak 25 mL lalu dibiarkan kering dengan pengipasan. Film yang telah kering kemudian dilepaskan dari cawan petri plastik dan disimpan pada desikator untuk menghindari kelembaban. Dilakukan prosedur yang sama untuk variasi komposisi lain yaitu, 6:2; 7:1; 8:0. Film HPMC/PVP selanjutnya dikarakterisasi sifat mekaniknya melalui uji tarik untuk menentukan sifat optimum.

3.4.2. Uji Tarik

Uji tarik dilakukan menggunakan instrumentasi Textechno Favigraph. Sampel uji berbentuk film yang telah dipotong dengan ukuran 5,5 x 0,3 cm. Uji tarik

dilakukan dengan pengaturan panjang pengukuran sebesar 10 mm dan kecepatan pengujian sebesar 6.0 mm/min.

Merujuk pada Liu, dkk. (2017) kekuatan tarik didapatkan menggunakan persamaan 1.

$$\text{Kekuatan tarik} = \frac{F}{x \cdot W} \quad (1)$$

F merupakan kekuatan regangan maksimum (N), x adalah ketebalan film (m), dan W adalah lebar film (m).

Sedangkan modulus Young merupakan rasio antara tegangan dan regangan seperti yang ditunjukkan pada persamaan 2 (Lai, dkk, 2020).

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (2)$$

3.4.3. Karakterisasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Karakterisasi SEM dilakukan menggunakan instrumen *Carl Zeis Type EVO MA 10*. Sampel uji diletakan pada specimen holder dan dibersihkan dengan *hand-blower*. Sebelum diuji pada ruang sampel, sampel terlebih dahulu dilapisi lapis tipis gold-paladium. Gambar SEM diambil pada perbesaran x2000.

3.4.4. Karakterisasi *Fourir Transform Infrared* (FTIR)

Film HPMC/PVP dikerik dan dicampur dengan KBr dengan perbandingan 1:99. Campuran sampel dan KBr digerus hingga sampel dan KBr tercampur merata. Setelah penggerusan, campuran diletakkan pada cetakan pelet dan ditekan dengan penekan hidrolik hingga terbentuk pelet. Selanjutnya, pelet diletakkan dalam holder dan dikarakterisasi dengan spektrofotometer FTIR pada bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} . Instrumen spektrofotometer FTIR yang digunakan adalah FTIR-600, Jaco Corp, Japan.

Data absorbansi yang didapatkan dari IR spektra kemudian diolah lebih lanjut sebagai penentuan kristalinitas film. Merujuk pada Zaltariov (2021) kristalinitas film dapat ditentukan dengan pengukuran Total Indeks Kristalinitas (TCI). TCI ditentukan dengan rasio absorbansi pada bilangan gelombang 1379 cm^{-1} (A_{1379}) dan absorbansi pada 2924 cm^{-1} (A_{2924}) seperti yang ditunjukkan pada persamaan 1.

$$\text{TCI} = \frac{A_{1372}}{A_{2900}} \quad (3)$$

Sementara itu, interaksi ikatan hidrogen antar HPMC dan PVP ditentukan dengan pengukuran energi ikatan hidrogen (E_H) dan jarak ikatan hidrogen (R) dengan persamaan 4 dan 5.

$$E_H = \frac{1}{k} \left[\frac{(v_0 - v)}{v_0} \right] \quad (4)$$

Dimana v_0 adalah frekuensi standar gugus OH (3650 cm^{-1}), v adalah spektrum IR eksperimen dari gugus OH terikat, dan k adalah konstanta ($1/k=2,625 \times 10^2 \text{ kJ}$).

$$\Delta v (\text{cm}^{-1}) = 4430 \times (2.84 - R) \quad (5)$$

Dimana $\Delta v = v_0 - v$, v_0 adalah frekuensi peregangan OH monomer (3600 cm^{-1}), dan v adalah spektrum IR eksperimen untuk frekuensi peregangan.

3.4.5. Karakterisasi *Differential Scanning Calorimetry* (DSC)

Termografik direkan menggunakan instrumentasi DSC tipe NETZSCH / DSC 214 Polyma. Sampel film disiapkan seberat $\pm 50 \text{ mg}$ kemudian dipanaskan pada suhu pemanasan $25 - 250 \text{ }^\circ\text{C}$ dan laju pemanasan sebesar $10 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$. Pemanasan dilakukan dalam atmosfer nitrogen dengan kecepatan aliran nitrogen $50 \text{ mL}/\text{min}$.

3.4.6. Uji Transparansi

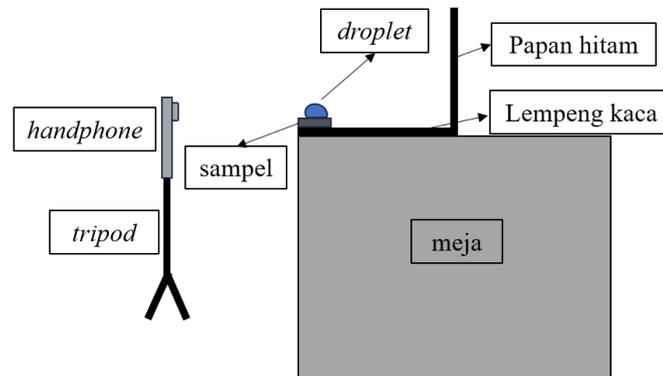
Metode uji transparansi pada penelitian ini mengacu pada penelitian Syahida, dkk. (2020). Opasitas film *polyblend* HPMC/PVP diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang $200 - 600 \text{ nm}$ dengan udara (kuvet kosong) sebagai blanko. Sampel uji berukuran $4,3 \times 0,9 \text{ cm}$ dimasukkan kedalam kuvet transparan dan diukur absorbansinya. Opasitas film diukur berdasarkan persamaan 6.

$$\text{Opasitas} = \frac{\text{absorbansi pada } 600 \text{ nm}}{\text{ketebalan film (mm)}} \quad (6)$$

3.4.7. Uji Sudut Kontak

Sudut kontak sampel diuji dengan set alat eksperimen skala laboratorium kecil menggunakan kamera *handphone*, *tripod* sebagai tempat menaruh *handphone* agar stabil, lempeng kaca sebagai permukaan datar, dan mikropipet untuk meneteskan droplet air. Secara umum, skema set alat ditunjukkan oleh Gambar 3.2. Prosedurnya dilakukan dengan memotret hasil tetesan (*droplet*) air ($2 \mu\text{L}$) di atas potongan film

polyblend HPMC/PVP sebesar 1 x 1 cm yang telah ditempelkan pada lempeng kaca menggunakan kamera *handphone*. Gambar hasil tangkapan kamera *handphone* kemudian diolah menggunakan aplikasi windows ImageJ dengan *plugin drop analysis* untuk mendapatkan nilai sudut kontak.



Gambar 3.2. Set Alat Uji Sudut Kontak.

3.4.8. Uji Laju Transmisi Uap Air

Uji permeabilitas uap air dilakukan dengan metode yang diadaptasi dari penelitian yang dilakukan oleh Taher, dkk (2021) dengan beberapa modifikasi. Film *polyblend* HPMC/PVP direkatkan pada mulut vial kaca yang telah diisi silika gel seberat 50 g hingga seluruh lubang vial tertutup. Kemudian vial dimasukkan ke dalam gelas beaker 500 mL yang sebelumnya telah diisi akuades sebanyak 120 mL. Gelas beaker kemudian ditutup menggunakan plastik wrap sebanyak 2 lapis dan ditambahkan lapisan aluminium foil di atasnya agar memastikan gelas beaker tersegel dengan baik. Berat silika gel kemudian ditimbang kembali setelah 24 jam. Permeabilitas uap air diukur berdasarkan persamaan 7.

$$WVTR = \frac{\Delta W}{A T} \quad (7)$$

Dimana, ΔW merupakan erbandingan berat awal-akhir (g), A adalah luas permukaan film (m^2), dan T merupakan waktu penyimpanan (day).