

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Waktu penelitian dilaksanakan dari bulan Maret hingga bulan Agustus 2023. Tempat penelitian dilaksanakan di Laboratorium Riset Kimia Material Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia dan Balai Besar Tekstil Bandung.

3.2. Alat dan Bahan

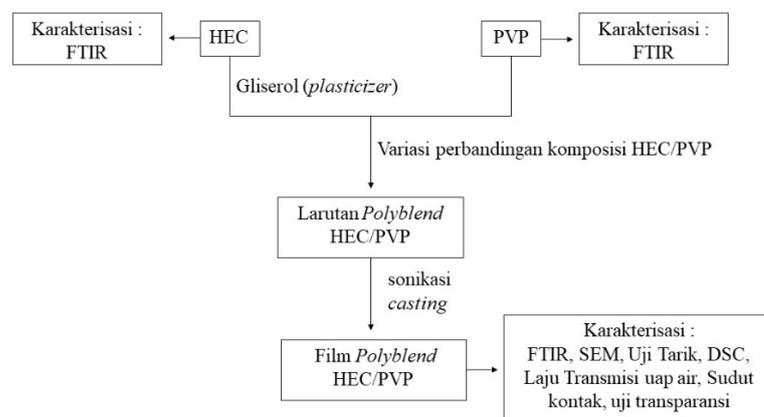
3.2.1. Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu gelas kimia 100 mL, gelas ukur 50 mL, pipet volumetrik, mikropipet, batang pengaduk, spatula, neraca analitik, *magnetic stirrer*, sonikator, cawan petri, oven, desikator, mikrometer sekrup, FTIR (Shimadzu 8400), SEM Carl Zeiss (EVO MA 10), Favigraph (I-PI-060), DSC (NETZSCH, 214 Polyma), dan Spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu UV-Mini 1240).

3.2.2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu hidroksietil selulosa (HEC), poli(vinil pirolidon) (PVP), gliserol, aquades, dan silica gel.

3.3. Diagram Alir Penelitian



Gambar 3. 1. Diagram alir penelitian

3.4. Prosedur Penelitian

3.4.1. Optimasi Komposisi HEC/PVP

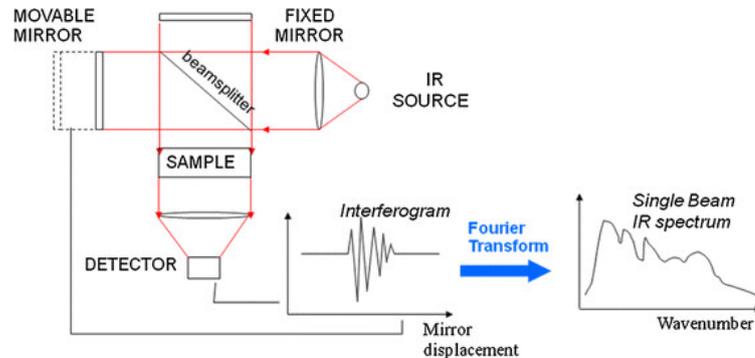
Tabel 3. 1. Data massa variasi komposisi film *polyblend* HEC/PVP

Variasi Komposisi HEC/PVP	Massa HEC (gram)	Massa PVP (gram)
8:0	2,0000	0
7:1	1,7500	0,2500
6:2	1,5000	0,5000
5:3	1,2500	0,7500

Penelitian kali ini dilakukan dengan metode *casting solvent* pada sintesis *polyblend* HEC/PVP dengan berbagai variasi perbandingan komposisi yaitu 8:0; 7:1; 6:2; dan 5:3. Untuk mendapatkan perbandingan komposisi 5:3, sebanyak 1,25 gram HEC dalam 30 mL air distilat dan diaduk secara magnetik sampai HEC benar-benar larut sekitar 10 menit. Saat diaduk 5% gliserol ditambahkan ke dalam larutan campuran dan diaduk selama 10 menit lagi. Setelah itu, disiapkan larutan PVP dengan melarutkan 0,75 gram PVP dalam 20 mL air distilat yang kemudian ditambahkan ke dalam larutan HEC dengan pengadukan secara magnetik. Larutan yang telah diaduk dibiarkan beberapa saat, kemudian dilakukan *degassing* secara ultrasonik selama 2 menit. Sebanyak 25 mL larutan tersebut dipindahkan ke dalam cawan petri untuk dikeringkan. Setelah benar-benar kering, film dikelupas dari cawan petri dan disimpan dalam desikator untuk menghindari kelembapan. Film HEC/PVP kemudian dikarakterisasi sifat mekaniknya untuk menentukan komposisi optimum.

3.5. Karakterisasi

3.5.1. *Forier Transform Infra Red (FTIR)*



Gambar 3. 2. Skema Alat FTIR (Mezzeti dan Leibl, 2017)

Serbuk HEC, PVP, dan film *polyblend* HEC/PVP dianalisis menggunakan FTIR (Shimadzu 8400). Sampel dianalisis pada rentang frekuensi $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ dengan resolusi pemindaian 2 cm^{-1} untuk mengetahui informasi struktur kimia. Berdasarkan Zaktariov dkk., 2021, rasio kristalinitas (CrR) selulosa dan turunannya diperoleh dengan membandingkan puncak absorbansi pada 1372 cm^{-1} (A_{1372}) dan 2920 cm^{-1} (A_{2900}) dengan persamaan berikut :

$$\text{CrR} = \frac{A_{1372}}{A_{2920}}$$

Berdasarkan Nelson and O'Connor (dalam Budiman dkk., 2021), Energi ikatan hidrogen (E_H) untuk beberapa pita peregangan OH pada selulosa dapat dihitung menggunakan persamaan berikut:

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

Dimana v_0 adalah frekuensi standar yang sesuai dengan gugus OH bebas (3650 cm^{-1}), v adalah frekuensi gugus OH terikat, dan k adalah konstanta ($1/k = 2,625 \times 10^2$). Sedangkan menurut Pimentel dan Sederholm (dalam Budiman dkk., 2021), jarak ikatan hidrogen (R) diperoleh dengan menggunakan persamaan berikut :

$$\Delta v (\text{cm}^{-1}) = 4430 \times (2,84 - R)$$

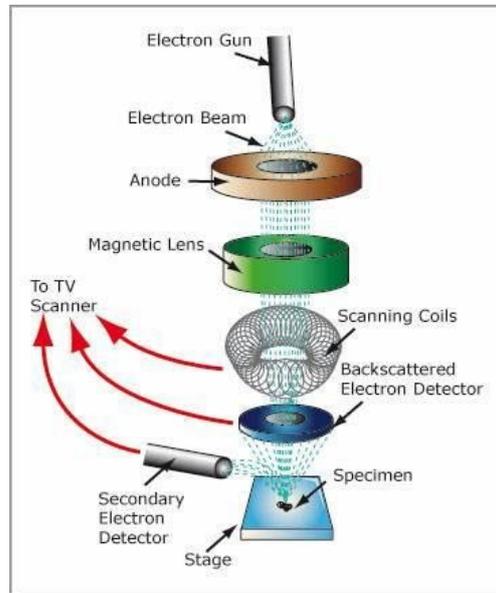
Citra Nurhashiva, 2023

PENGEMBANGAN FILM BIPLASTIK BERBASIS POLYBLEND HIDROKSJETIL SELULOSA DAN POLI(VINIL PIROLIDON) SEBAGAI BAHAN KEMASAN

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

Dimana $\Delta v = v_o - v$, v_o adalah frekuensi peregangan OH monomerik, yang dianggap 3600 cm^{-1} , dan v adalah frekuensi peregangan yang teramati dalam spektrum inframerah sampel selulosa.

3.5.2. Scanning Electron Microscope (SEM)



Gambar 3. 3 Skema alat SEM

Analisis morfologi permukaan film HEC dan *polyblend* HEC/PVP diamati menggunakan SEM Carl Zeis (EVO MA 10). Film HEC dan *polyblend* HEC/PVP 5:3 dipotong dengan ukuran 2 cm x 2 cm, kemudian dianalisis menggunakan SEM dengan perbesaran 2000x dan tegangan percepatan 15 kV.

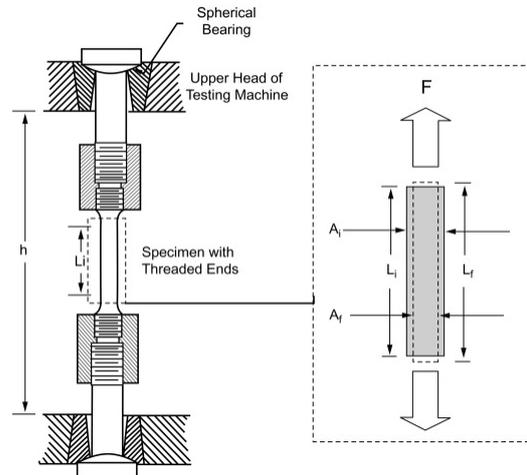
3.5.3. Sifat Mekanik

Kekuatan tarik diukur dalam sebuah mesin yang disebut Universal Testing Machine. Pertama, bahan ditempatkan ke dalam mesin pengujian dan dipegang pada kedua ujungnya menggunakan grip atau klem. Begitu berada di tempatnya, mesin akan menarik material hingga putus. Sepanjang pengujian, mesin mencatat tegangan yang diterapkan. Setelah pengujian selesai, kekuatan tarik dihitung dengan mengambil gaya maksimum dan membaginya dengan luas penampang (Petroudy, 2017).

Citra Nurhashiva, 2023

PENGEMBANGAN FILM BIPLASTIK BERBASIS POLYBLEND HIDROKSIETIL SELULOSA DAN POLI(VINIL PIROLIDON) SEBAGAI BAHAN KEMASAN

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



Gambar 3. 4. Skema alat Uji Tarik (Farhat, 2021)

Ketebalan film diukur menggunakan mikrometer dengan presisi 0,01 mm. Tiap film diukur pada 5 titik yang berbeda untuk memperoleh nilai rata-rata.

Sifat mekanik film dianalisis dengan uji tarik menggunakan Favigraph I-PI-067. Film HEC dan *polyblend* HEC/PVP dipotong hingga berukuran 3 mm x 50 mm. Pengujian dilakukan dengan cara ujung sampel dijepit mesin penguji tensile. Selanjutnya dilakukan pencatatan ketebalan dan panjang awal sampel. Tombol start pada mesin ditekan kemudian alat akan menarik sampel dengan kecepatan 6,00 mm/menit sampai sampel putus. Nilai kekuatan tarik didapatkan dari hasil pembagian tegangan maksimum dengan luas penampang melintang. Luas penampang melintang didapatkan dari hasil perkalian panjang awal sampel dengan ketebalan awal sampel. Uji kekuatan tarik dilakukan lima kali pada setiap sampelnya yang kemudian dihitung rata-ratanya. Kekuatan tarik didapatkan dari persamaan berikut :

$$\text{Kekuatan tarik} = \frac{F}{A}$$

Dimana F adalah gaya kekuatan tarik (N), dan A adalah luas penampang dari film m²

Pengukuran perpanjangan putus atau elongasi dilakukan dengan cara yang sama dengan pengujian kuat tarik. Perpanjangan dinyatakan dalam persentase.

Sedangkan untuk elastisitas (modulus young) diperoleh dari perbandingan kekuatan tarik dengan elongasi.

3.5.4. *Differential Scanning Calorimetry (DSC)*

Kurva DSC dari film HEC dan *polyblend* HEC/PVP 5:3 direkam menggunakan instrumen analisis termal Differential Scanning Calorimetry (NETZSCH/ 214 Polyma) . Sebesar 50mg sampel dianalisis pada laju pemanasan 10°C/menit dibawah atmosfer N₂.

3.5.5. Sudut Kontak

Sudut kontak dianalisis menggunakan metode sessile drop dan diolah dengan aplikasi ImageJ. Film *polyblend* HEC/PVP digunting sebesar 1 cm x 1 cm. Sampel diletakkan pada bidang datar dan ditetesi 20 µL aquades menggunakan mikropipet, yang digunakan untuk mengetahui hidrofilisitas film HEC dan *polyblend* HEC/PVP

3.5.6. Sifat penghalang (Laju Transmisi Uap Air)

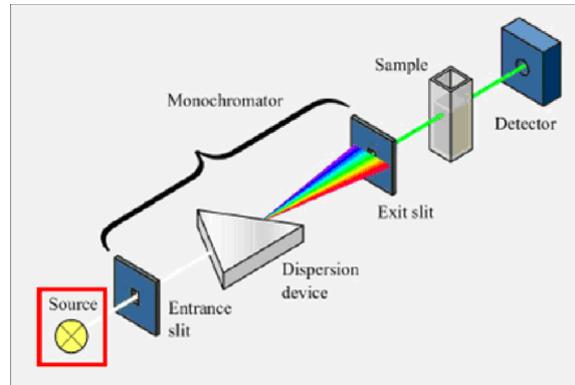
Laju transmisi uap air (WVTR) diukur secara gravimetri menurut Taher dkk., (2021). Film HEC dan *polyblend* HEC/PVP digunting seukuran dengan mulut botol vial (diameter 2,4 cm). Direkatkan film pada mulut botol vial yang berisi 50 gram silika gel kering kemudian ditimbang, Setelah itu , ditempatkan botol vial ke dalam gelas kimia yang berisi 200mL aquades pada suhu ruang. Botol vial disimpan selama 24 jam kemudian ditimbang.

Nilai WVTR didapatkan dari persamaan :

$$WVTR = \frac{\Delta W}{A \times T}$$

dengan ΔW adalah perubahan berat (g), A adalah luas penampang (m), dan T adalah waktu (hari).

3.5.7. Uji Transparansi



Gambar 3. 5. Skema alat spektrofotometer UV-Vis (Gohain, 2009)

Transmisi dan opasitas film diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu UV-Mini 1240), berdasarkan metode yang dilaporkan oleh Wen dkk., (2022). Transmisi cahaya diukur pada rentang cahaya tampak, dengan menggunakan udara sebagai blanko.

Nilai opasitas dapat dihitung menggunakan persamaan berikut :

$$\text{Opasitas} = \frac{\text{Absorbansi pada } 600\text{nm}}{\text{Ketebalan film (mm)}}$$