

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian dilaksanakan dari bulan Februari hingga Juli 2023. Tempat penelitian dilaksanakan di Laboratorium Riset Kimia Material, Program Studi Kimia, Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pendidikan Indonesia. Karakterisasi FTIR dan uji transparansi menggunakan spektrofotometri UV-Vis dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen (LKI), Universitas Pendidikan Indonesia. Uji sifat mekanik dilakukan di Balai Besar Standardisasi dan Pelayanan Jasa Industri Tekstil, Bandung. 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 Penelitian**

##### **3.2.1 Alat**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, peralatan gelas, cawan petri plastik, *magnetic stirrer*, *stirrer bar*, botol vial kaca, aluminium foil, *plastic wrap*, desikator, sonikator, dan mikrometer digital.

##### **3.2.2 Bahan**

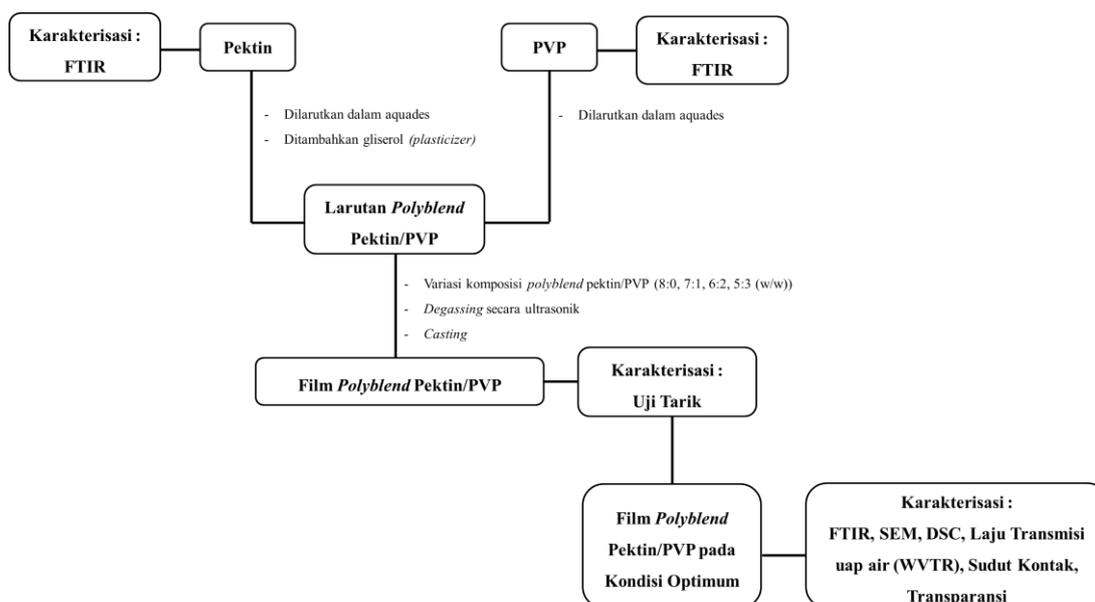
Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk pektin, *poly(vinylpyrrolidone)* (PVP) K-30, gliserol, aquades, dan silika gel.

#### **3.3 Prosedur Penelitian**

##### **3.3.1 Bagan Alir Penelitian**

Pembuatan film bioplastik berbasis *polyblend* pektin/PVP dilakukan dengan 4 variasi komposisi (8:0, 7:1, 6:2, dan 5:3) untuk menyelidiki komposisi optimum *polyblend* pektin/PVP sebagai bioplastik dengan cara menguji sifat mekaniknya.

Secara umum, tahapan penelitian pembuatan bioplastik berbasis *polyblend* pektin/PVP disajikan dalam bentuk bagan alir pada Gambar 3.1.



**Gambar 3.1** Bagan alir pembuatan film *polyblend* pektin/PVP.

### 3.3.2 Preparasi *Polyblend* pektin/PVP

Pembuatan *Polyblend* pektin/PVP dilakukan dengan menggunakan metode *solution casting*. Dalam penelitian ini, *polyblend* pektin/PVP dibuat pada berbagai variasi komposisi, yaitu 8:0, 7:1, 6:2, dan 5:3. Untuk mendapatkan komposisi *polyblend* pektin/PVP 5:3, sebanyak 1,25 gram pektin dilarutkan dalam 80 mL aquades dan diaduk secara kontinu pada suhu ruang. Saat diaduk, 10 tetes gliserol yang digunakan sebagai *plasticizer* ditambahkan ke dalam larutan campuran. Selanjutnya disiapkan larutan PVP dengan menimbang sebanyak 0,75 gram PVP dan dilarutkan ke dalam 20 mL aquades, kemudian diaduk secara kontinu pada suhu ruang. 80 mL larutan pektin dan 20 mL larutan PVP dicampurkan dan diaduk secara kontinu menggunakan *magnetic stirrer* selama 20 menit untuk memastikan terbentuknya campuran yang homogen. Larutan yang telah tercampur, dilakukan *degassing* secara ultrasonik selama 5 menit, kemudian dituangkan ke cawan petri

bersih dan dibiarkan mengering. Setelah benar-benar kering, film dikelupas dari cawan petri dan disimpan dalam desikator untuk menghindari kelembapan. Prosedur yang sama dilakukan pada sampel lain dengan komposisi *polyblend* pektin/PVP yang berbeda, seperti yang ditunjukkan pada Tabel 3.1 yaitu komposisi 8:0; 7:1; dan 6:2. Kemudian, film bioplastik berbasis *polyblend* pektin/PVP dikarakterisasi sifat mekaniknya untuk menentukan komposisi optimum.

**Tabel 3.1** Komposisi *polyblend* pektin/PVP.

Komposisi <i>Polyblend</i>	Pektin (gram)	PVP (gram)
Pektin/PVP 8:0	2	0
Pektin/PVP 7:1	1,75	0,25
Pektin/PVP 6:2	1,5	0,5
Pektin/PVP 5:3	1,25	0,75

### 3.4 Karakterisasi

#### 3.4.1 Ketebalan dan Sifat Mekanik

Sampel film pektin/PVP pada berbagai komposisi (8:0, 7:1, 6:2, dan 5:3 (w/w)) dipotong dengan ukuran 5,0 x 0,3 cm. Ketebalan film diukur dengan menggunakan mikrometer digital dengan sensitivitas 0,001 mm. Ketebalan film diukur pada 5 titik berbeda di setiap permukaan film, kemudian dihitung rata-rata tebal film untuk menguji sifat mekanik. Sifat mekanik kekuatan tarik (TS), elongasi (E%), dan Modulus Young pada film dianalisis menggunakan Favigraph (Textechno Favigraph I-PI-067). Sampel film yang sudah diukur ketebalannya, dipasang di antara kepala pegangan dengan panjang pengukur 10 mm dan pengaturan kecepatan 6,0 mm/menit. Pada setiap variasi komposisi pektin/PVP dilakukan sebanyak 5 kali pengulangan. Nilai kekuatan tarik dihitung dengan membagi gaya *ultimate* dengan luas penampang pada masing-masing film. Elongasi dihitung oleh perangkat lunak penguji, dan rata-rata lima pembacaan dicatat per sampel (Selim dkk., 2020).

### 3.4.2 SEM (*Scanning Electron Microscope*)

Film pektin dan *polyblend* pektin/PVP 7:1 sebagai komposisi optimum dipotong dengan ukuran 2 x 2 cm untuk dianalisis struktur permukaannya menggunakan SEM (JSM-6360) dengan perbesaran gambar hingga 2000x dan tegangan percepatan 15 kV.

### 3.4.3 FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*)

Spektrum FTIR dari serbuk pektin, serbuk PVP, dan film *polyblend* pektin/PVP pada komposisi optimum direkam menggunakan instrumen spektrometer FTIR (Shimadzu 8400) pada rentang frekuensi 4000–400 cm<sup>-1</sup> yang digunakan untuk mengetahui informasi perubahan komposisi kimia dan kristalinitas. Rasio kristalinitas (CrR) dapat diperoleh dengan membandingkan puncak serapan pada 1372 cm<sup>-1</sup> (A<sub>1372</sub>) dan 2900 cm<sup>-1</sup> (A<sub>2900</sub>) seperti yang ditunjukkan pada persamaan (2) (Nelson & O'Connor, 1964):

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

### 3.4.4 DSC (*Differential Scanning Calorimetry*)

Sifat termal film pektin dan *polyblend* pektin/PVP dianalisis dengan menggunakan DSC (NETZSCH DSC 214 Polyma DSC21400A-0710-L) pada range suhu 25 - 250°C dan laju 10°C/menit dalam atmosfer nitrogen dengan laju aliran 50 mL/menit. Suhu di mana puncak endoterm terjadi menentukan titik leleh (T<sub>m</sub>) dari film.

### 3.4.5 Transparansi

Transparansi film diukur menggunakan spektrofotometer UV–Vis (Shimadzu UV mini - 1240, Shimadzu Corp) pada panjang gelombang (λ) 600 nm. Film yang sudah diketahui ketebalan rata-ratanya, dipotong dengan ukuran 4,3 x 0,9 cm, sesuai dengan ukuran kuvet, kemudian dimasukkan ke dalam sel uji. Transparansi film dihitung berdasarkan persamaan (3):

$$\text{Opasitas} = \frac{A_{600}}{x} \quad (3)$$

dimana opasitas adalah nilai keburaman,  $A_{600}$  adalah absorbansi pada panjang gelombang 600 nm, dan  $x$  adalah tebal film (mm).

### 3.4.6 Laju Transmisi Uap Air

Nilai laju transmisi uap air atau *water vapor rate transmission* (WVTR) ditentukan melalui metode gravimetri yang dimodifikasi. Secara singkat, sampel film yang akan diuji dipotong dengan diameter 2,4 cm. Silika gel dengan total berat  $\pm 50$  gram dimasukkan ke dalam botol vial untuk mengatur kelembapan. Sampel film yang sudah dipotong direkatkan pada bagian mulut botol vial. Diletakkan botol vial ke dalam gelas kimia berisi air dan ditutup rapat menggunakan *plastic wrap*. Didiamkan selama 24 jam, lalu ditimbang berat botol vial berisi silika gel. Jumlah air yang ditransfer melalui film diukur menggunakan persamaan (4) sebagai nilai laju transmisi uap air:

$$\text{WVTR} = \frac{\Delta W}{A \times T} \quad (2)$$

dimana WVTR adalah laju transmisi uap air ( $\text{g/m}^2\text{d}$ ),  $\Delta W$  adalah perubahan berat silika gel (g),  $A$  adalah luas penampang film ( $\text{m}^2$ ), dan  $T$  adalah waktu (hari).

### 3.4.7 Sudut Kontak

Keterbasahan film ditentukan menggunakan metode *sessile drop* dengan cara mengukur sudut kontak tetesan air dari film. Film pektin dan *polyblend* pektin/PVP yang sudah diukur sebesar 1 x 1 cm ditempatkan pada bidang datar sebagai alas untuk menempatkan film, kemudian ditetesi 20  $\mu\text{L}$  air menggunakan mikropipet. Hasil tetesan air pada film di potret menggunakan kamera *handphone*. Gambar tetesan air hasil tangkapan kamera *handphone*, kemudian diolah menggunakan software ImageJ untuk mendapatkan nilai sudut droplet. Sifat hidrofobisitas film dievaluasi dari sudut kontak tetesan air dengan permukaan atasnya, dimana sudut diberikan sebagai rata-rata pada kedua sisi drop.