

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada Laboratorium Riset Kimia Material Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia. Penelitian dilakukan dalam jangka waktu 5 bulan dari bulan Maret hingga Juli 2024. Karakterisasi uji opasitas menggunakan spektrofotometri UV-Vis, permeabilitas uap air, dan sudut kontak dilakukan di Lab Riset Kimia Material FPMIPA UPI. Karakterisasi XRD dan FTIR dilakukan di Greenlab. Karakterisasi uji tarik dilakukan di Balai Besar Tekstil. Karakterisasi SEM dilakukan di Laboratorium Pusat Survei Geologi Bandung.

3.2. Alat dan Bahan

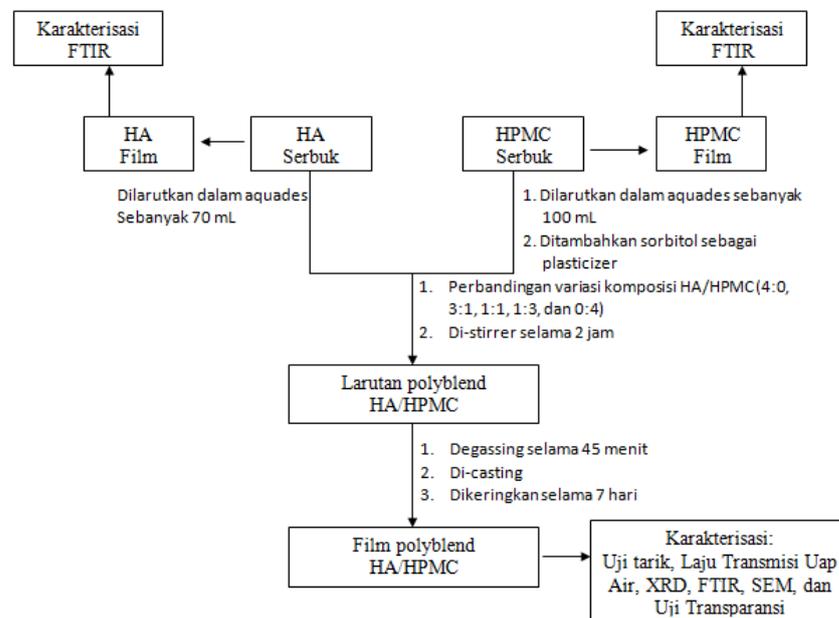
3.2.1. Alat

Alat yang akan digunakan dalam penelitian ini yaitu gelas kimia 100 mL, gelas kimia 250 mL, gelas ukur 100 mL, batang pengaduk, *magnetic stirrer*, neraca analitik, spatula, cawan petri, desikator, sonikator, XRD, FTIR (Bruker Alpha II), SEM, DSC, Favigraph, dan Spektrofotometer UV-Vis.

3.2.2. Bahan

Bahan yang akan digunakan yaitu *hyaluronicacid* (HA) dalam bentuk serbuk, *hidroksipropilmetilselulosa* (HPMC), sorbitol, aquades, dan silika gel.

3.3. Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.3 Diagram Alir Penelitian

3.4. Prosedur Penelitian

3.4.1. Optimasi Komposisi dan pembuatan film polyblend HA/HPMC

Tabel 3.4.1. Data massa variasi komposisi film polyblend HA/HPMC

Variasi Komposisi HA/HPMC	Massa HA (gram)	Massa HPMC (gram)
1:0	2,0000	0
0:1	0	2,0000
1:1	1,0000	1,0000
1:3	0,5000	1,5000
3:1	1,5000	0,5000

Penelitian ini dilakukan dengan metode casting solvent pada sintesis polyblend HA/HPMC dengan berbagai variasi perbandingan komposisi yaitu 1:0, 3:1, 1:1, 1:3, dan 0:1. Massa HPMC dan HA yang digunakan sebanyak 2 gram, dengan larutan HPMC membutuhkan 100 mL aquades sedangkan HA membutuhkan 70 mL aquades.

Penambahan sorbitol 12% ditambahkan kedalam larutan polyblend untuk menambahkan keelastisitasannya. Larutan polyblend diaduk secara magnetik selama 2 jam. Pengadukan dilakukan dalam suhu ruang, kemudian larutan yang sudah homogen dibiarkan beberapa saat, dilakukan degassing secara ultrasonik selama 45 menit. Selanjutnya, 20 mL larutan dipindahkan ke dalam cawan petri lalu dikelupas dan dimasukkan kedalam desikator untuk dikeringkan dengan kondisi yang diinginkan pada suhu 25°C dan kelembapan relatif sebesar 45% selama 24 jam (Bigi et al., 2021b). Film HA/HPMC selanjutnya dikarakterisasi pada sifat mekanik, kondisi optimum WVTR, sudut kontak, serta karakterisasi lainnya.

3.4.2. Karakterisasi film HA/HPMC

3.4.2.1. Laju Transmisi Uap Air

Pengujian laju transmisi uap air atau *water vapor transmission rate* (WVTR) bertujuan untuk mengukur jumlah uap air yang dapat berdifusi melalui suatu bahan per satuan waktu dan luas area film. Pada pengujian WVTR ini dilakukan skala laboratorium yang dilakukan oleh Mo et al., (2014), dengan mengukur massa silika gel sebelum menyerap air dan setelah menyerap air. Massa silika gel yang digunakan sebanyak 25 gram, yang dimasukkan kedalam botol vial 100 mL. Film polyblend yang digunakan berdiameter 2 cm. Film polyblend tersebut direkatkan pada mulut botol vial yang berisi silika gel kering. Selanjutnya, botol vial diletakkan kedalam wadah yang berisi aquades sebanyak 300 mL pada suhu ruang. Pengujian WVTR ini disimpan selama 24 jam. Nilai WVTR didapatkan dari persamaan berikut.

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

dimana ΔW merupakan perubahan berat (g), A merupakan luas penampang (m), t merupakan waktu (hari).

3.4.2.2. Opasitas dan Transparansi (Spektrofotometer UV-Vis)

Pengukuran opasitas bertujuan untuk mengetahui transparansi dari suatu film. Film yang dilakukan pengukuran opasitas yaitu film HA murni dan film polyblend HA/HPMC 1:3. Opasitas ini diukur dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 600 nm. Sampel dipotong sekitar 4 x 1 cm kemudian dimasukkan kedalam kuvet dan diukur absorbansinya. Udara/ kuvet kosong merupakan blanko dalam uji transparansi ini. Ketebalan film dalam uji opasitas juga diukur. Hasil opasitas dan transparansi berbanding terbalik. Hasil opasitas dapat dihitung dengan persamaan berikut.

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

3.4.2.3. Sifat Mekanik

Pengukuran film HA, HPMC, dan polyblend dianalisis menggunakan alat Textechno Favigraph I-PI-067. Dilakukan pengukuran ketebalan sampel dengan ketelitian 0,01mm. Pengukuran ketebalan sampel dilakukan dalam 5 titik yang berbeda setiap sampelnya untuk mendapatkan nilai rata-rata. Sampel film HA, HPMC, dan *polyblend* dipotong hingga berukuran 30 mm x 3 mm.

Sampel HA, HPMC, dan *polyblend* dicatat ketebalan dan panjang awalnya. Setelah itu, ujung sampel dijepit dengan mesin penguji tarik. Mesin dinyalakan dengan kecepatan 6,00 mm/menit untuk menarik sampel hingga putus. Nilai kekuatan tarik diperoleh dengan membagi tegangan maksimum dan luas penampang melintang (panjang awal sampel x ketebalan awal sampel). Pengujian ini dilakukan lima kali pada setiap sampel. Nilai kekuatan tarik dapat dihitung dengan persamaan berikut.

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

Dimana F merupakan gaya kekuatan tarik (N), dan A merupakan luas penampang (m²).

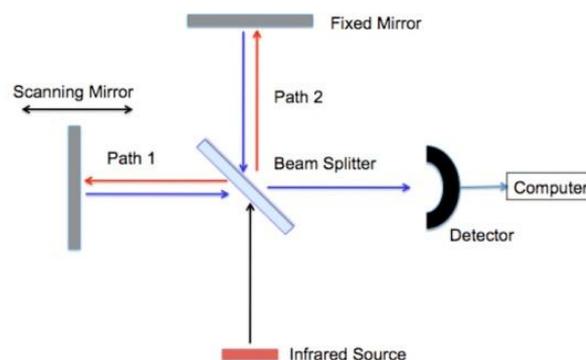
Persen elongasi dapat dihitung dengan membagi panjang maksimum sebelum patah dan panjang awal yang kemudian dikali 100% sedangkan modulus young dapat dihitung dengan membagi tegangan tarik dan regangan.

$$\%elongasi = \frac{L_o}{L} \times 100\%$$

$$Modulus\ Young\ (E) = \frac{\delta}{\varepsilon}$$

Dimana L_o merupakan perpanjangan maksimum sampel ditarik hingga putus (mm), L merupakan panjang awal sampel (mm), δ merupakan tegangan (Pa atau MPa), dan ε merupakan regangan.

3.4.2.4. Fourier Transform Infrared Spectroscopy



Gambar 3.4.2.4. Skema alat FTIR

Film HA, HPMC, dan film *polyblend* optimum dianalisis menggunakan FTIR Bruker dengan nama spesifikasi alatnya yaitu Alpha II. Analisis FTIR ini dilakukan di Greenlab. Analisis ini menggunakan panjang gelombang sebesar $500 - 4000\text{ cm}^{-1}$, dengan memberikan informasi struktur dan gugus fungsi kimia. Hasil analisis FTIR juga dapat memperoleh informasi mengenai kemungkinan interaksi yang terjadi. Interaksi yang terjadi antara asam hialuronat dengan hidroksipropilmetilselulosa yaitu ikatan hidrogen, hal ini dikarenakan kedua senyawa tersebut memiliki gugus hidroksil (-OH).

Ikatan hidrogen tersebut akan menghasilkan energi yang dihitung dengan persamaan berikut.

$$E_H = \frac{\mu_o - \mu}{k\mu_o}$$

Dimana μ_o merupakan bilangan gelombang gugus OH bebas sebesar 3650 cm^{-1} , μ merupakan bilangan gelombang gugus OH terikat, k merupakan konstanta dengan $1/k$ sebesar $2,625 \times 10^2 \text{ KJ/mol}$. Jarak ikatan hidrogen (R) dapat dihitung dengan persamaan berikut (Nelson et al., 1964).

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

Dimana Δv merupakan selisih antara v_o dan v , dengan v_o merupakan frekuensi regangan OH pada monomer (3600 cm^{-1}), dan v merupakan frekuensi regangan yang diamati dalam spektrum inframerah. Spektrofotometer FTIR dapat digunakan untuk menganalisis kristalinitas dari film HA, HPMC, dan film *polyblend*. Spektrum IR dari polimer kristalin memiliki pita kristalinitasnya yang diakibatkan oleh getaran molekul didaerah pita serapan. Namun, spektrum IR harus dilengkapi dengan data rasio kristalinitasnya (Tretinnikov & Zagorskaya, 2012). Rasio kristalinitas (CrR) dapat ditentukan dengan membandingkan puncak serapan pada 1372 cm^{-1} (A_{1372}) dan 2900 cm^{-1} (A_{2900}) (Nelson et al., 1964)..

3.4.2.5. x-ray diffraction (XRD)

Pengukuran x-ray diffraction (XRD) menggunakan alat dengan variasi Rigaku Miniflex 600 dengan kecepatan pemindaian 10 derajat/menit dan lebarnya 0,02 derajat. Pengukuran ini dilakukan di Greenlabs. XRD merupakan instrumen analisis difraksi baik dalam serbuk maupun film untuk menentukan identifikasi fase kristal dan kuantifikasi, persen kristalinitas (%), ukuran dan regangan kristalit, penghalusan parameter kisi, penghalusan Rietveld, dan struktur molekul. Pengukuran XRD dalam bentuk film tipis dengan spesifikasi

permukaan rata yang panjang dan lebarnya masing-masing 1,5 cm atau maksimal 4 cm x 6 cm. Maksimal ketebalan film tipis sebesar 3mm.

Penggunaan x-ray diffraction bertujuan untuk menganalisis kristalinitas dari sampel film *polyblend*. Prinsip dasar yang ditimbulkan sinar X dari bahan kristal ada dua yaitu hamburan foton yang elastis (Thomson) sehingga memungkinkan menerapkan hukum reflektansi spekulat dan bidang atom sebagai cermin. Prinsip yang kedua yaitu panjang gelombang sinar-X memiliki besaran yang sama dengan jarak antar atom dalam kristal atom (0,15 – 0,5 nm) sehingga menyebabkan fenomena interferensi konstruktif dan destruktif. Analisis XRD ini menggunakan persamaan bragg's (Harrington & Santiso, 2021).

$$n \lambda = 2d_{hkl} \sin \theta_B$$

(Harrington & Santiso, 2021)

Sinar-X akan jatuh pada film polyblend dengan sudut yang sangat kecil (0,5-2), kemudian mengalami difraksi yang sinarnya akan dideteksi oleh detektor melalui pemindaian. Sinar-X yang keluar akan membentuk difraksi dengan sinar datang. Setelah itu, sinar yang tersebar dikumpulkan dan diplot sebanding dengan kondisi yang diukur secara simetris. Sudut datang yang tetap akan membatasi penetrasi sinar-X kedalam film sampel, sedangkan sudut datang yang meningkat akan meningkatkan penetrasinya (Pandey et al., 2021).

Puncak kristal dengan periodisitas yang tepat dalam jarak jauh memiliki puncak yang tajam dan jelas. Struktur kristal dapat ditentukan dengan mengindeks secara bertahap mulai dari kubik hingga monoklinik dengan menggunakan aturan seleksi (hkl). Hasil dari analisis XRD yaitu berupa puncak-puncak. Puncak kristal XRD tumpang tindih dengan puncak amorf sehingga kehadiran fase kristal ditentukan dengan derajat kristalinitasnya (Pandey et al., 2021). Indeks kristalinitas dan ukuran kristalit dihitung dengan persamaan berikut.

Indeks Kristalinitas

$$CI = 100 \frac{\text{Area fasa kristalin}}{\text{Total area}}$$

Ukuran Kristalit

$$L = \frac{K \cdot \lambda}{H \cdot \cos \theta}$$

Dimana K adalah konstanta Scherrer sebesar 0,94; λ adalah panjang gelombang X-Ray sebesar 0,154 nm; H adalah FWHM dalam radian; dan θ adalah sudut bragg (Ditzel et al., 2017)

3.4.2.5. Uji Morfologi (SEM)

Film HA, HPMC, dan film *polyblend* dianalisis morfologinya dengan menggunakan alat SEM (Zeiss EVO MA 10). Sampel dipotong dengan ukuran 4 x 4 cm dengan perbesaran gambar hingga x600 dan tegangan percepatan sebesar 15 kV. Morfologi sampel dianalisis dengan melihat penampang melintang (cross section). Analisis tersebut bertujuan untuk mengamati struktur mikro dan karakteristik material yang akan difoto penampang melintang serat pada sampel sehingga akan memperlihatkan analisis struktur mikro dan distribusi partikel pada sampel. Informasi yang didapatkan dari menganalisis penampang pada suatu sampel yaitu gambar permukaan, pelapisan, pigmen, sebaran butiran, porositas dan retakan, warna, dan bahan pengikat (Jaques et al., 2022).

3.4.2.6. Sudut Kontak (*Contact Angle*)

Pengujian sudut kontak dilakukan dengan menggunakan metode *sessile drop*. Metode *sessile drop* ini digunakan untuk mengukur sudut kontak, yang menggambarkan keadaan metastabil dari tetesan cairan pada permukaan sampel (Ponomar et al., 2022). Film *polyblend* HA/HPMC dipotong 4 cm x 4 cm yang diletakkan pada permukaan datar. Selanjutnya, film *polyblend* tersebut ditetesi aquades sebanyak 1

tetes air. Lengkungan yang dihasilkan difoto keemudian hasilnya diolah dengan menggunakan aplikasi ImageJ.