BAB III
METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Riset Kimia Material, Universitas Pendidikan Indonesia, yang berlokasi di Jalan Dr. Setiabudi No. 299, Isola, Kecamatan Sukasari, Bandung, Jawa Barat, 40154. Penelitian berlangsung selama lima bulan, dimulai dari Februari 2024 hingga Juli 2024.

Uji transparansi dilakukan menggunakan spektrofotometri UV-Vis di Laboratorium Riset, Departemen Pendidikan Kimia, Universitas Pendidikan Indonesia. Karakterisasi Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) dilakukan di Greenlabs. Karakterisasi menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM) dilakukan di Laboratorium Pusat Survei Geologi Bandung, untuk memperoleh gambar permukaan mikrostruktur sampel.

Dengan pengaturan lokasi dan penggunaan berbagai teknik karakterisasi yang berbeda, penelitian ini memanfaatkan fasilitas yang tersedia secara optimal untuk mencapai hasil yang komprehensif dan akurat.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah neraca analitik, gelas kimia, gelas ukur, pengaduk hot plate, pengaduk magnet, sonikator, cawan petri, spatula.

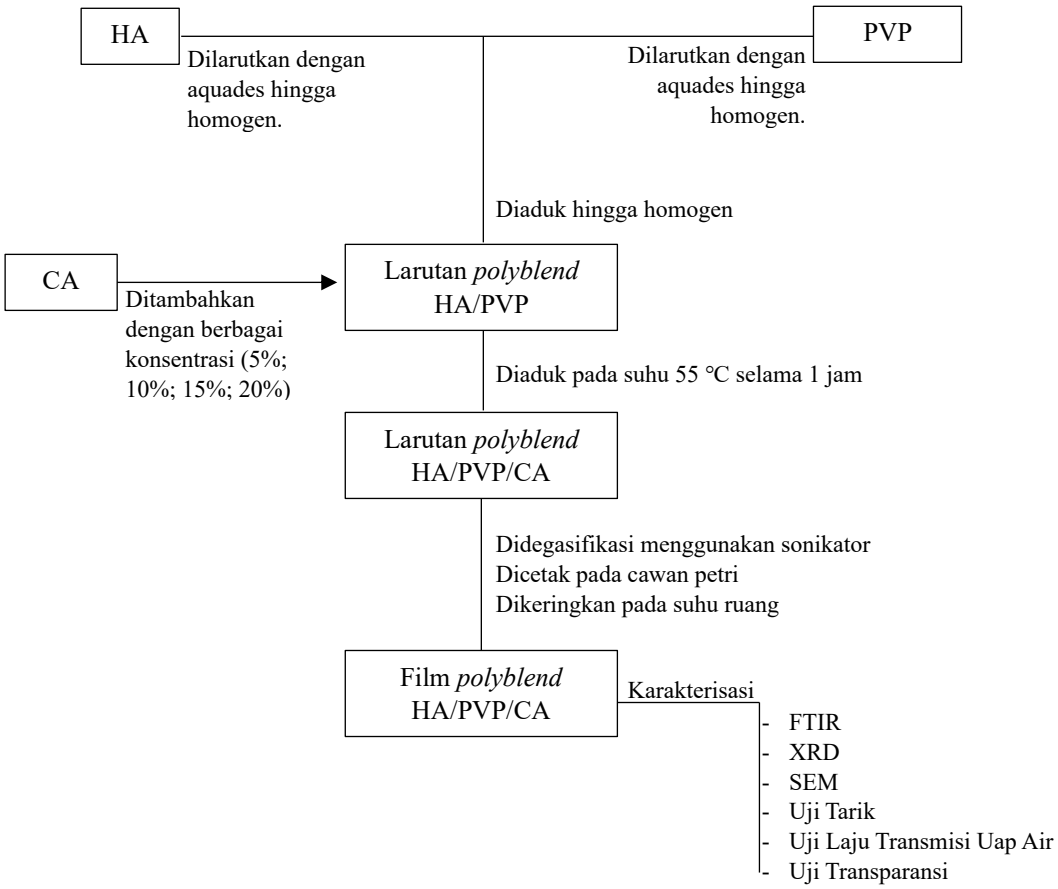
3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah asam hialuronat (HA), Polivinilpirolidon (PVP), asam sitrat (CA), akuades, dan silika gel.

3.3 Diagram Alir Penelitian

Pada penelitian ini, dilakukan pembuatan *polyblend* HA/PVP dengan perbandingan 1:1, yang diikat silang menggunakan asam sitrat dengan empat variasi komposisi asam sitrat (5%, 10%, 15%, dan 20%). Selain itu, dibuat juga HA/PVP tanpa asam sitrat sebagai kontrol. Tujuan utama penelitian ini adalah

untuk menyelidiki komposisi asam sitrat dalam film *polyblend* HA/PVP yang menghasilkan sifat film paling baik dengan menguji sifat mekanik dan sifat penghalangnya.



Gambar 3. 1 Diagram Alir Penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

Metode yang dilakukan mengacu pada penelitian (Wu dkk., 2019a) dengan beberapa modifikasi. Langkah pertama yang dilakukan yaitu 1 gram asam hialuronat (HA) dilarutkan dengan 70 mL aquades dan diaduk hingga homogen. 1 gram polivinilpirolidon (PVP) dilarutkan dengan 30 mL aquades dan diaduk hingga homogen. Larutan PVP dicampurkan ke dalam larutan HA. Asam sitrat (CA) ditambahkan ke dalam larutan HA/PVP dengan konsentrasi masing-masing 5%; 10%; 15%; dan 20% berdasarkan berat HA dan PVP. Campuran ini kemudian diaduk selama ± 1 jam pada suhu 55°C lebih lanjut, diikuti dengan proses degasifikasi selama 1 jam menggunakan sonikator. Selanjutnya, campuran

dituangkan pada cawan petri dan dikeringkan pada suhu ruang. Setelah itu, film dikelupas dari cawan petri dan dikondisikan kelembabannya sebelum dikarakterisasi.

3.5 Karakterisasi

3.5.1 *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Instrumen FTIR Alpha II (Bruker, Optik, Ettlingen, Jerman) digunakan pada analisis FTIR ini. Analisis sampel dilakukan dalam rentang frekuensi 4000–500 cm^{-1} dengan resolusi pemindaian 2 cm^{-1} untuk memperoleh informasi mengenai perubahan komposisi kimia.

Energi ikatan hidrogen (EH) untuk beberapa pita peregangan OH dihitung berdasarkan frekuensi standar dan frekuensi terikat (Struszczyk, 1986).

$$E_H = \frac{v_0 - v}{k v_0}$$

Frekuensi standar yang digunakan adalah 3650 cm^{-1}, yang sesuai dengan gugus OH bebas, sedangkan frekuensi OH terikat adalah frekuensi yang diukur dalam sampel. Konstanta yang digunakan dalam perhitungan ini adalah $\frac{1}{k} = 2.625 \times 10^2$ kJ/mol (Struszczyk, 1986)..

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

Sementara itu, jarak ikatan hidrogen (R) diperoleh dari selisih frekuensi antara frekuensi peregangan OH monomerik, yang bernilai 3600 cm^{-1}, dan frekuensi peregangan yang teramati dalam spektrum inframerah sampel (Struszczyk, 1986).

Perhitungan ini memberikan informasi penting mengenai kekuatan dan jarak ikatan hidrogen dalam struktur kimia selulosa, yang dapat mempengaruhi sifat fisik dan kimia material tersebut.

3.5.2 X-Ray Diffraction (XRD)

Penelitian menggunakan XRD (*X-ray Diffraction*) dilakukan untuk menentukan pola difraksi pada sampel film. Pengukuran difraktogram film campuran HEC dan HEC/PVP dilakukan pada suhu kamar dengan menggunakan instrumen XRD MiniFlex (Rigaku, Jepang), memanfaatkan radiasi Cu Kα dengan panjang gelombang 1,54 Å dalam rentang sudut 2θ dari 3° hingga 90°. Beda potensial yang digunakan adalah 40 kV, sedangkan arus yang digunakan adalah 15 mA. Tujuan dari analisis XRD ini adalah untuk memperoleh informasi mengenai pola difraksi.

3.5.3 *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Tujuan dari analisis SEM adalah untuk memperoleh data mengenai homogenitas dan struktur permukaan sampel. Morfologi dan homogenitas dari sampel film plastik HA/PVP dan HA/PVP yang diikat silang menjadi fokus utama dalam penyelidikan ini. Sampel film diletakkan dalam wadah dan diuji menggunakan alat SEM dengan pengaturan pembesaran 2.000x untuk SEM permukaan dan 750x untuk SEM penampang melintang, vakum tinggi, tegangan 15 kV, sinyal elektron sekunder, dan pelapisan Au.

3.5.4 Sifat Mekanik (Uji Tarik)

Alat yang digunakan untuk mengukur kekuatan tarik, yaitu Universal Testing Machine, sebuah alat yang dirancang khusus untuk menguji ketahanan material terhadap gaya tarik. Pertama, bahan uji dijepit pada kedua ujungnya menggunakan grip atau klem. Setelah bahan terpasang dengan kokoh, mesin mulai menarik material hingga putus, sambil mencatat tegangan yang diterapkan sepanjang proses. Setelah pengujian selesai, kekuatan tarik dihitung dengan membagi gaya maksimum yang dicapai oleh luas penampang material tersebut.

Untuk mengukur ketebalan film, digunakan mikrometer dengan presisi 0,01 mm. Pengukuran dilakukan pada lima titik berbeda dari setiap film untuk mendapatkan nilai rata-rata. Sifat mekanik film kemudian dianalisis melalui uji tarik menggunakan Favigraph I-PI-067. Film dipotong

dengan ukuran 3 mm x 30 mm. Sampel dijepit pada mesin penguji tarik, dan ketebalan serta panjang awal sampel dicatat. Setelah menekan tombol start pada mesin, alat akan menarik sampel dengan kecepatan 6,00 mm/menit hingga sampel putus. Nilai kekuatan tarik dihitung dengan membagi tegangan maksimum dengan luas penampang melintang film.

Luas penampang melintang dihitung dari perkalian panjang awal sampel dengan ketebalan awal sampel. Setiap sampel diuji lima kali, dan hasil pengujian dirata-ratakan untuk mendapatkan data yang akurat. Persamaan yang digunakan untuk menghitung kekuatan tarik adalah sebagai berikut.

$$P = \frac{F}{A}$$

Di mana P adalah tekanan atau kekuatan Tarik, F adalah gaya tarik (N), dan A adalah luas penampang film (m^2). Pengukuran perpanjangan putus atau elongasi dilakukan dengan metode yang sama seperti pengujian kekuatan tarik, dan hasil elongasi dinyatakan dalam persentase. Modulus elastisitas (modulus Young) diperoleh dari perbandingan antara kekuatan tarik dan elongasi.

3.5.5 *Water Vapor Transmission Rate* (WVTR)

WVTR diukur melalui beberapa langkah. Pertama, 25 gram silika gel dimasukkan ke dalam botol vial. Film kemudian dipotong sesuai ukuran mulut botol vial, dengan diameter 2 cm, dan direkatkan pada mulut botol vial yang berisi silika gel tersebut. Selanjutnya, botol vial ditempatkan dalam wadah yang berisi 300 mL air dan ditutup rapat untuk menciptakan lingkungan yang lembab. Botol vial dibiarkan dalam wadah tertutup selama 24 jam. Setelah 24 jam, botol vial dikeluarkan dan berat silika gel ditimbang. Nilai WVTR dihitung menggunakan persamaan berikut.

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

Di mana, ΔW adalah perubahan berat silika gel (dalam gram), A adalah luas area film (dalam m^2), T adalah waktu (dalam jam). Prosedur ini digunakan untuk menentukan kemampuan film dalam menghalangi transmisi uap air, yang penting untuk aplikasi yang memerlukan pengendalian kelembaban seperti kemasan makanan, bahan penyimpanan obat, atau bahan pelindung lainnya.

3.5.6 Sifat Optik

Ketebalan film diukur dengan melakukan sepuluh pengukuran di lokasi yang berbeda menggunakan mikrometer digital. Selain itu, opasitas film diukur dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis UVmini-1240 yang diproduksi oleh Shimadzu, Jepang, pada panjang gelombang 600 nm. Film kemudian dipotong menjadi strip berukuran 10 mm × 40 mm dan ditempatkan secara langsung dalam kuvet. Metode ini memungkinkan untuk menilai jumlah cahaya yang dapat melewati sampel, sehingga memberikan gambaran mengenai tingkat transparansi material yang diuji.

$$Opacity\ (mm^{-1}) = \frac{A_{600}}{X}$$

Di mana A600 adalah absorbansi pada 600 (nm) dan X adalah ketebalan film (mm).