

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada Laboratorium Riset FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia, dan Balai Besar Tekstil Bandung, dan berlangsung dari bulan Maret hingga Agustus Tahun 2024.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

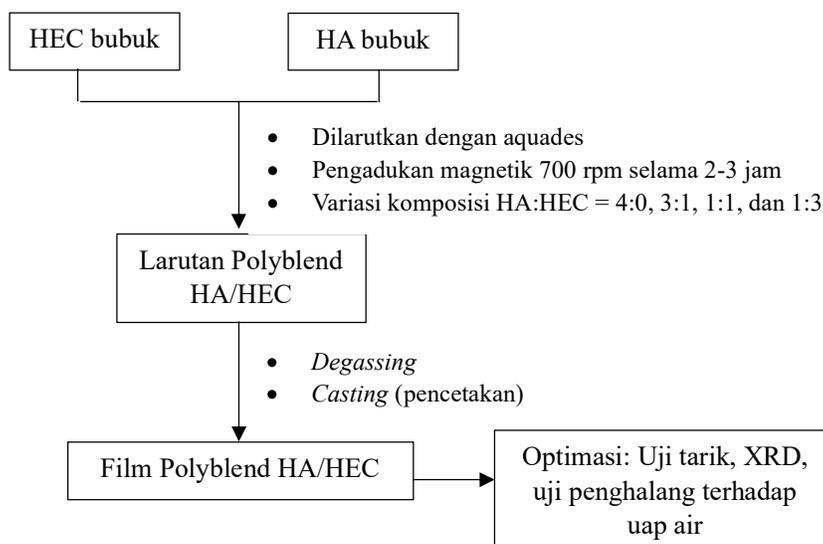
Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu neraca analitik, kaca arloji, spatula, gelas kimia 250 mL, gelas ukur 100 mL, batang pengaduk, magnetik stirrer bar, magnetic stirrer, cawan petri.

Karakterisasi: FTIR (The ALPHA II), XRD (The MiniFlex benchtop Rigaku 6th generation), dan Universal Testing Machine 737/EV/VI/2024.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan yaitu padatan bubuk HA murni, HEC murni, dan aquades, dan silika gel.

3.3 Desain Penelitian



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Pembuatan *polyblend* HA/HEC

Pembuatan *polyblend* HA/HEC dilakukan dengan metode *solution casting*, dimana *polyblend* dibuat dengan berbagai komposisi, yaitu 4:0, 0:4, 1:1, 1:3, dan 3:1. Pada pembuatan variasi 1:3, HA bubuk ditimbang sebanyak 0,5 gram dan dilarutkan pada 45 mL aquades, kemudian diaduk secara magnetik sekitar 2 jam 15 menit. Pada gelas kimia terpisah, HEC bubuk sebanyak 1,5 gram dan 150 mL aquades diaduk secara magnetik 3 jam 15 menit hingga dihasilkan warna larutan yang lebih jernih dan larut sepenuhnya. Setelah itu kedua campuran diaduk bersama selama 30 menit. Selanjutnya pada variasi 1:1 dibuat dengan melarutkan 1 gram HA pada 70 mL aquades. Setelah dipastikan tidak ada gumpalan gel, larutan di-*degass* sekitar 15 menit hingga tidak ada gelembung udara pada larutan. Kemudian *polyblend* dicetak pada cawan petri plastik dan dikeringkan selama \pm 1 minggu. Setelah dipastikan film larut selama sempurna, film dikelupas dari cawan petri untuk selanjutnya dioptimasi dan dikarakterisasi lebih lanjut.

3.4.2 Uji Tarik

Uji tarik ditujukan untuk menentukan sifat mekanik bioplastik yang telah dibuat. Uji ini dilakukan menggunakan Universal Testing Machine 737/EV/VI/2024. Langkah pertama yang dilakukan yaitu sampel dipotong sebesar 3cm x 3 mm dan diukur ketebalannya sebanyak lima titik untuk memperoleh nilai rerata. Ketebalan sampel diukur menggunakan mikrometer sekrup dengan ketelitian 0,001 mm. Selanjutnya sampel dijepit pada bagian atas dan bawah yang berukuran 3 mm. Kemudian, sampel ditarik dengan kecepatan 6.0 mm/min dan jarak jepit 10 mm. Setelah itu kekuatan uji tarik ditentukan dengan persamaan:

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

dimana F merupakan regangan maksimum (N), dan A merupakan luas penampang dari film (m^2). Selain itu, nilai modulus Young ditentukan melalui persamaan:

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon}$$

dimana E merupakan modulus Young, σ merupakan kekuatan tarik N/m^2 , dan ε merupakan elongasi (regangan).

3.4.3 Sifat Penghalang (Laju Transmisi Uap Air)

Sifat penghalang film ditentukan dengan menghitung laju transmisinya terhadap uap air dikalikan dengan ketebalan film. Uji ini dilakukan dengan menimbang ± 2 gram silica gel dan diletakkan pada botol vial 250 mL, kemudian botol ditutup dengan sampel bioplastik dan direkatkan untuk memastikan seluruh permukaan mulut botol tertutup oleh sampel. Selanjutnya botol vial diletakkan pada wadah tertutup rapat berisi air dan didiamkan selama 24 jam. Setelah itu, berat silika gel ditimbang kembali untuk mendapatkan selisih jumlah uap air yang diserap oleh silika gel. Kemudian, laju sampel dihitung melalui persamaan:

$$Q_{wvt} = \frac{\Delta w}{t}$$

Dimana Q_{wvt} merupakan nilai laju uap air ($gm^{-2}h^{-1}$), Δw yaitu perubahan massa silika gel, dan t yaitu waktu (dalam percobaan ini 24 jam)

3.4.4 X-Ray Diffractio (XRD)

Karakterisasi XRD bertujuan untuk mengidentifikasi indeks kristalinitas film bioplastik HA/HEC. Sebelumnya sampel dipreparasi dengan memotong sampel sebesar 2 x 2 cm. Karakterisasi dilakukan menggunakan instrumen Rigaku Miniflex 600 dan beroperasi pada 40 kV dan 15 mA (600 W). Perangkat lunak hak istimewa pengguna, pengukuran, analisis, visualisasi data, dan pelaporan yang terintegrasi, SmartLab Studio II, digunakan untuk analisis. Data hasil pengukuran

selanjutnya diolah untuk mendapatkan presentase kristalinitas sampel, menggunakan rumus:

$$CI\% = \frac{\text{Puncak tertinggi} - \text{puncak terendah}}{\text{puncak tertinggi}} \times 100\%$$

3.4.5 Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Karakterisasi sampel dengan spektroskopi FTIR dilakukan menggunakan instrumen FTIR Alpha II. Bioplastik dianalisis pada rentang frekuensi 4000-400 cm^{-1} . Berdasarkan hasil pengukuran, ditentukan nilai energi ikatan hidrogen (E_H) pada beberapa pita regangan OH menggunakan persamaan:

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

dimana v_0 merupakan frekuensi standar pada OH bebas, yaitu sebesar 3650 cm^{-1} , v merupakan frekuensi gugus OH terikat, dan K merupakan konstanta yang bernilai $1/k = 2.625 \times 10^2$. Selain itu, melalui spektra FTIR ini juga dapat diidentifikasi jarak antar ikatan hidrogen (R) yang diperoleh melalui persamaan:

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

dimana $\Delta v = v_0 - v$.

3.4.6 Transparansi film (Uv-Vis)

Pengukuran transparansi film dilakukan dengan instrumen Uv-Vis. Metode ini melibatkan pengukuran absorbansi cahaya melalui film bioplastik pada panjang gelombang 600 nm. Nilai absorbansi kemudian digunakan untuk menghitung opasitas bioplastik menggunakan rumus:

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

Preparasi film dilakukan dengan memotong ukuran sampel sekitar 1cm x 3 cm. Lalu film diletakkan pada kuvet tanpa dilarutkan terlebih dahulu.