

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

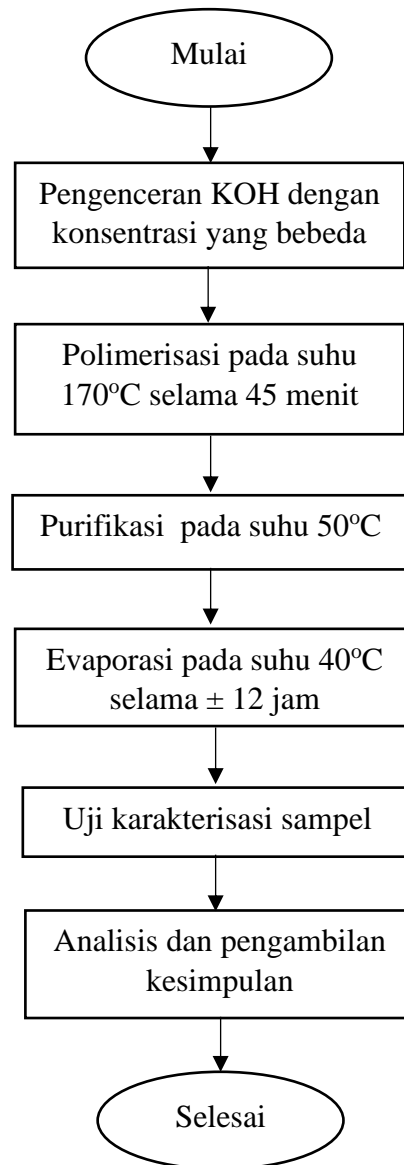
Penelitian dilaksanakan pada bulan Januari s.d April 2020. Sintesis dilakukan di Laboratorium Fisika Lanjut Universitas Pendidikan Indonesia yang beralamat di Jl. Dr. Setiabudi No.229, Isola, Kec. Sukasari, Kota Bandung, Jawa Barat 40154. Sedangkan karakterisasi dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Program Studi Fisika dan Kimia Universitas Padjajaran yang beralamat di Jl. Raya Bdanung Sumedang KM.21, Hegarmanah, Kec. Jatinangor, Kabupaten Sumedang, Jawa Barat 45363.

3.2 Desain Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan metode kajian pustaka dan eksperimen. Dimana kajian pustaka dilakukan sebagai pondasi awal penulis dalam melakukan penelitian. Kajian pustaka dilakukan melalui buku, jurnal, artikel, karya ilmiah ataupun media pembelajaran lainnya untuk lebih memahami tentang *polydimethylsiloxane*, serta bagaimana proses sintesis dan, karakterisasinya. Untuk metode eksperimen terdapat dua tahap yaitu sintesis PDMS dan karakterisai PDMS.

Pada penelitian ini disiapkan tiga buah sampel dengan memvariasikan konsentrasi Inisiator yaitu KOH. Proses sintesis sampel dilakukan dengan mula-mula menyiapkan KOH yang digunakan sebagai Inisiator, kemudian proses polimerisasi, yang dilanjutkan dengan proses purifikasi dan evaporasi. Setelah itu sampel diuji karakteristinya untuk selanjutnya dianalisis. Uji karakteristik yang dilakukan adalah, Spektrofotometer FTIR, viscometer, Spektrofotometer UV-Vis, refractometer, dan yang terakhir adalah tensiometer.

Langkah-langkah penelitian yang dilakukan penulis dapat ditunjukkan pada Gambar 3.1 berikut.



Gambar 3.1 Diagram alur penelitian

3.3 Instrumen Penelitian

Pada tahap sintesis PDMS alat yang digunakan yaitu *magnetic stirrer* yang ditunjukkan Gambar 3.2, *magnetic stirrer* atau disebut juga *hot plate stirrer* merupakan salah satu alat laboratorium yang digunakan untuk mengaduk dan memanaskan suatu larutan dengan larutan yang lainnya sehingga larutan tersebut bersifat homogen dengan bantuan pengaduk batang magnet (*stir bar*) (Irsyad dkk., 2016).



Gambar 3.2 Magnetic Stirrer

Pada *magnetic stirrer* terdapat dua tombol yang berfungsi mengatur kecepatan putaran serta mengatur temperatur *plate*. Selain *magnetic stirrer* dan batang magnet penulis juga menggunakan beberapa alat, ditunjukkan Tabel 3.1.

Tabel 1.1 Alat yang digunakan dalam penelitian

Alat	Fungsi
Suntikan	Untuk mengambil larutan
<i>Probe</i>	Untuk mengontrol suhu <i>oil bath</i>
Neraca digital	Menimbang bahan agar sesuai dengan komposisi yang telah ditentukan
Kertas timbang	Alas untuk menimbang bahan pada timbangan digital
<i>Beaker glass</i> 100 ml	Wadah yang digunakan sebagai tempat <i>oil bath</i>
<i>Beaker glass</i> 50 ml	Wadah yang digunakan untuk mencampurkan larutan
<i>Beaker glass</i> 10 ml	Wadah yang digunakan untuk melarutkan KOH
<i>Micro pipette</i>	Untuk mengambil KOH
Kertas pH	Untuk mengukur pH larutan
Spatula	Mengambil KOH yang berupa padatan
Statif	Meletakkan probe
Alat pemotong kaca	Memotong substrat kaca

Sedangkan bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini, seperti yang ditunjukkan Tabel 3.2.

Tabel 3.2 Bahan yang digunakan dalam Penelitian

Bahan	Fungsi
<i>Octamethylcyclotetra siloxane (D4)</i>	Bahan utama (monomer)
<i>Hexamethyldisiloxane (MM)</i>	Bahan utama (monomer)
KOH	Sebagai inisiator
<i>Kloroform</i>	Sebagai pelarut pada tahap purifikasi
<i>Mili-q water</i>	Sebagai pelarut pada purifikasi, dan melarutkan KOH
<i>Oil bath</i> (miyak goreng)	Mengontrol suhu agar tetap stabil selama proses polimerisasi
Kaca	Sebagai preparat atau substrat
Isopropanol	Mencuci kaca

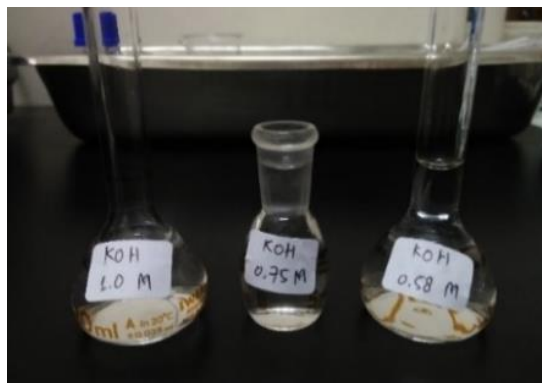
3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Proses sintesis

Dalam tahapan penelitian ini dilakukan beberapa langkah seperti polimerisasi, purifikasi, dan evaporasi. Adapun penjelasan setiap langkahnya adalah sebagai berikut:

1) Pengenceran KOH

Sebelum proses sintesis dimulai, penulis melarutkan KOH terlebih dahulu, karena KOH yang tersedia berupa padatan, sementara untuk tahap polimerisasi dibutuhkan KOH dalam bentuk larutan. KOH ditimbang terlebih dahulu pada neraca digital kemudian dimasukkan dan diencerkan dalam larutan *mili-q water* guna mendapatkan KOH dengan berbagai konsentrasi seperti yang ditunjukkan Gambar 3.3.



Gambar 3.3 KOH hasil pengenceran dengan konsentrasi yang berbeda

Penulis memvariasikan KOH dengan konsentrasi 0,58 M; 0,75 M; dan 1 M dengan volume berbeda-beda sesuai dengan persamaan (3.1):

$$M = \frac{gr}{Mr} \times \frac{1000}{V} \quad (3.1)$$

dengan M merupakan konsentrasi larutan, gr merupakan massa zat terlarut KOH, Mr merupakan massa relatif KOH, dan V merupakan volume yang dibutuhkan untuk melarutkan KOH.

2) Polimerisasi

Polimerisasi dilakukan dengan mencampurkan D4 dan MM dengan perbandingan 26:10. Penulis menggunakan D4 sebanyak 7,8 ml dan MM sebanyak 3 ml, D4 dan MM diambil menggunakan suntikan, untuk memudahkan pengambilannya, Kemudian larutan KOH ditambahkan sebanyak 0,06 ml menggunakan *micro pipette*, digunakan *micro pipette* karena dibutuhkan larutan KOH yang sangat sedikit.

Semua bahan dimasukkan dalam beaker glass berukuran 50 ml yang berisi *magnetic bar* secara berurutan, kemudian diaduk dalam *oil bath* dengan menggunakan *magnetic stirrer*. Dimana temperatur dijaga kestabilannya yaitu pada suhu 170°C dan kecepatan pengadukan yang digunakan saat sintesis yaitu 300 rpm, proses ini dilakukan selama 45 menit.

3) Purifikasi

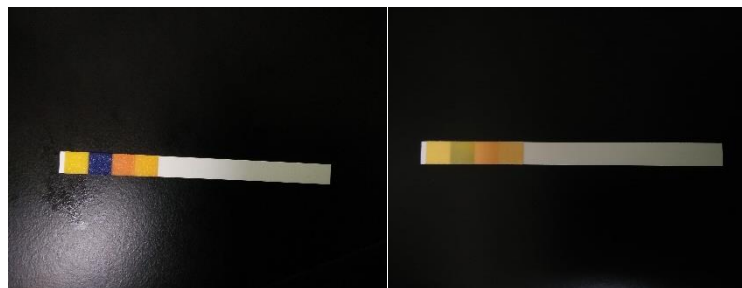
Setelah proses polimerisasi selesai campuran larutan akan berubah menjadi gel, kemudian dilakukan purifikasi guna menghilangkan KOH dalam

sampel. Proses purifikasi merupakan proses pemurnian larutan. Purifikasi dilakukan dengan mencampur gel PDMS hasil sintesis dengan pelarut berupa *kloroform* dengan perbandingan 1:1 antara kloroform dengan gel PDMS kemudian diaduk selama 10 menit dengan *magnetic stirrer*. Setelah campuran homogen dilanjutkan dengan penambahan *mili-q water* dengan perbandingan yang sama yaitu 1:1 dan waktu pengadukan yang sama yaitu 10 menit. Pada proses purifikasi temperatur yang digunakan sebesar 50°C, dengan kecepatan pengadukan 100 rpm.



Gambar 3.4 Dua fasa yang terbentuk setelah Purifikasi

Gambar 3.4 menunjukkan terbentuknya dua fasa setelah proses purifikasi, yaitu fasa gel PDMS dengan kloroform dan fasa *mili-q water* dengan KOH. Kedua fasa tersebut dipisahkan dan diukur pHnya untuk fasa *mili-q water* dengan KOH. Proses purifikasi dilakukan hingga pH larutan menunjukkan pH netral seperti yang ditunjukkan Gambar 3.5.



Gambar 3.5 pH larutan a) sebelum dilakukan beberapa kali purifikasi, b) setelah dilakukan beberapa kali purifikasi

4) Evaporasi

Setelah proses purifikasi selesai, dilakukan proses evaporasi. Proses evaporasi bertujuan untuk menghilangkan sisa pelarut dalam gel PDMS. Pada proses evaporasi temperatur yang digunakan sebesar 40°C, dengan waktu pengadukan yaitu 100 rpm selama kurang lebih 12 jam.

5) Pembuatan Film Tipis

Pembuatan film tipis bertujuan untuk pengukuran UV-Vis. Sebelumnya penulis menyiapkan kaca yang telah dipotong yang berfungsi sebagai substrat. Kemudian kaca dicuci dengan isopropanol. Setelah bersih kaca ditetesi PDMS dan diputar dalam *spin coating* selama 2 menit hingga lapisan PDMS merata dalam substrat kaca.

3.4.2 Proses Karakterisasi

Karakterisasi yang dilakukan penelitian ini adalah sebagai berikut:

1) Spektroskopi FTIR

FTIR merupakan instrument yang berfungsi untuk mengenali gugus fungsi suatu senyawa dari absorbansi inframerah yang dilakukan terhadap senyawa tersebut (Sjahfirdi dkk., 2015). Spektrofotometer FTIR ditunjukkan oleh Gambar 3.6.



Gambar 3.6 Spektroskopi FTIR

Spektrofotometer FTIR dilengkapi dengan sebuah komputer. Komputer berfungsi untuk menganalisis data, hasil pengukuran dari FTIR akan diolah oleh komputer menjadi sebuah grafik. Pada proses karakterisasi digunakan FTIR perlin elmer spectrum 100. Sampel PDMS dipindahkan ke dalam kuvet kemudian dimasukkan ke FTIR untuk dikarakterisasi.

2) Viskometer

Viscometer terdiri dari *cone* seperti bandul kerucut, papan, dan monitor untuk membaca skala. Dalam penelitian ini penulis menggunakan VISCOMATER model VM-10A-MH seperti yang ditunjukkan Gambar 3.7.



Gambar 3.7 Alat ukur viskositas

Sebelum digunakan *cone* harus dibersihkan terlebih dahulu menggunakan aseton. Setelah itu sampel ditempatkan ditengah-tengah papan, kemudian dinaikkan hingga cone masuk dan tertutupi sampel. Kemudian lihat skala yang terbaca pada monitor untuk mengetahui viskositas sampel yang kita ukur. Setelah digunakan cone harus dibersihkan kembali, agar tidak ada cairan yang menempel.

3) Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis merupakan gabungan antara Spektrofotometer UV dan Vis (*Visible*). Spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk mengukur transmitansi suatu sample ditunjukkan oleh Gambar 3.8.



Gambar 3.8 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis dilengkapi dengan sebuah komputer, sama halnya dengan FTIR komputer bertujuan untuk mengolah dan menganalisa data. Pada tahap karakterisasi Spektrofotometer UV-Vis yang digunakan yaitu UV-Vis PG Instruments Ltd. model T + 70. pada pengukuran UV-Vis ini penulis menggunakan PDMS hasil sintesis dalam bentuk film tipis. Film tipis dimasukan ke dalam UV-Vis kemudian diolah menggunakan computer, yang hasilnya berupa grafik tansmitansi terhadap panjang gelombang.

4) Refractometer

Refraktometer yang digunakan dalam penelitian yaitu tipe AS ONE I-500 (Brix 0 ~ 90%). Sebelum dipakai, refraktometer dibersihkan dengan tisu mengarah ke bawah. Setelah itu tetesi pada bagian prisma dengan aquades untuk kalibrasi, kemudian bersihkan kembali dan teteskan sampel yang akan diukur indeks biasnya seperti yang ditunjukkan Gambar 3.9. Sample ditetaskan hingga melapisi seluruh permukaan prisma, gunakan pipet untuk mengambil cairan yang ingin diukur. Tutup secara hati-hati refraktometer dengan mengembalikan pelat ke posisi awal.



Gambar 3.9 Alat ukur indeks bias

Gambar 3.9 menunjukkan cara pembacaan indeks bias pada refractometer, dimana untuk mendapat hasil pengukuran, tengok ke dalam ujung bulat refraktometer. Akan terlihat suatu skala, nilai indeks bias sampel merupakan angka yang terlihat pada garis pertemuan bagian putih dan biru. Setelah dipakai, refraktometer wajib dibersihkan hingga kering menggunakan tisu optik atau kain lembut.

5) Tensiometer dengan metode kapilaritas

Tensiometer terdiri dari pipa kapiler dengan skala tertentu, piring Teflon, dan kepala pipet. Kepala pipet berfungsi untuk membersihkan pipa kapiler dari sisa-sisa cairan yang menempel. Bagian-bagian tensiometer ditunjukkan oleh Gambar 3.10.



Gambar 3.10 Alat ukur tegangan permukaan

Cara menggunakan surf gauge tensiometer, sampel diletakan pada piring teflon, kemudian pipa kapiler diletakan tegak lurus, diamkan hingga cairan masuk dan merambat keatas. Setelah digunakan bersihkan kembali pipa dengan kepala pipet, dan rendam pada aseton.

3.4.3 Analisis Data

Setelah melakukan sintesis dan karakterisasi, maka tahap selanjutnya adalah analisis data hasil karakterisasi. Analisis data ini bertujuan untuk mendapatkan kesimpulan sesuai dengan tujuan penelitian.