

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

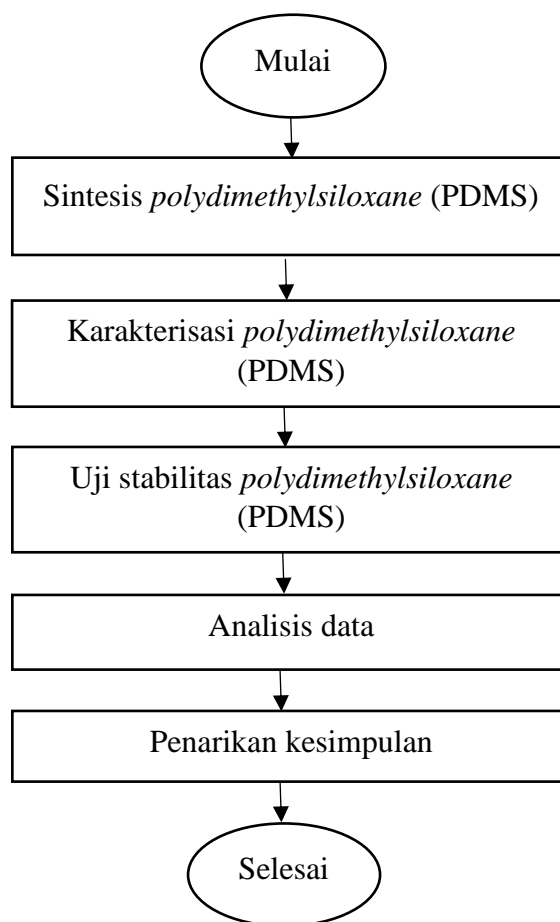
Penelitian dilaksanakan pada bulan November 2020 hingga Juni 2021. Proses sintesis, karakterisasi dan uji stabilitas PDMS dilakukan di Laboratorium Fisika Material Universitas Pendidikan Indonesia yang bertempat di Jl. Dr. Setiabudi No. 299, Kelurahan Isola, Kecamatan Sukasari, Kota Bandung, Jawa Barat 40154.

3.2 Desain Penelitian

Pada penelitian ini, digunakan metode studi pustaka dan eksperimen. Studi pustaka bertujuan untuk memperoleh pemahaman mendasar terkait dengan *polydimethylsiloxane* (PDMS), bagaimana proses sintesis, karakterisasi, dan uji stabilitas nya. Beberapa sumber berupa buku, artikel ilmiah, jurnal, maupun media lainnya dapat digunakan sebagai rujukan dalam studi pustaka. Eksperimen dilakukan melalui tiga tahap, yaitu sintesis, karakterisasi, dan uji stabilitas karakteristik PDMS.

Proses sintesis diawali dengan mempersiapkan KOH dengan konsentrasi 0.58 M, kemudian dilanjutkan dengan polimerisasi, purifikasi, dan evaporasi untuk sampel dengan temperatur polimerisasi yang berbeda, yaitu 150 °C dan 170 °C. Penulis menggunakan kedua temperatur sintesis tersebut karena berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Kholifiyah dkk., 2020 dan Setiadji dkk., 2019, PDMS yang disintesis dengan temperatur 150 °C dan 170 °C memiliki karakteristik yang mirip dengan PDMS komersial. PDMS yang telah disintesis di karakterisasi menggunakan viskometer untuk mengetahui viskositasnya, tensiometer untuk mengetahui tegangan permukaannya, refraktometer untuk mengetahui indeks biasnya, *UV-Vis spectrophotometer* untuk mengetahui transmitansinya, dan karakterisasi FTIR untuk mengetahui gugus fungsi. Setelah dikarakterisasi, PDMS di paparkan terhadap radiasi sinar UV dengan intensitas radiasi sebesar $1.82 \frac{mW}{cm^2}$ selama 15 menit. PDMS yang telah dipaparkan terhadap UV ini kemudian di karakterisasi kembali.

Desain penelitian yang dilakukan penulis secara garis besar ditunjukkan oleh Gambar 3.1 sebagai berikut.



Gambar 3. 1 Diagram alir penelitian

3.3 Instrumen Penelitian

Pada penelitian ini, dalam proses sintesis yang terdiri dari tahap polimerisasi, purifikasi dan evaporasi, digunakan alat utama berupa *magnetic stirrer*. *Magnetic stirrer* merupakan salah satu penunjang alat laboratorium yang digunakan untuk memanaskan dan mengaduk suatu sampel sehingga sampel tersebut dapat bercampur menjadi homogen (Irsyad & dkk, 2016). Dalam pengoperasiannya, kecepatan putaran dan temperatur *magnetic stirrer* dapat diatur masing – masing melalui tombol *stir* dan *heat*. Selain *magnetic stirrer*, digunakan pula alat lainnya seperti yang ditunjukkan pada Tabel 3.1 sebagai berikut.

Tabel 3. 1 Alat beserta fungsinya

Alat	Fungsi
<i>Beaker glass</i> 100 ml	Sebagai wadah oil bath
<i>Beaker glass</i> 80 ml	Sebagai wadah campuran larutan
<i>Beaker glass</i> 5 ml	Sebagai wadah larutan KOH
Spatula	Sebagai alat untuk mengambil KOH padat
Kertas timbang	Sebagai alas untuk menimbang KOH padat
Neraca digital	Sebagai alat untuk menimbang KOH padat
<i>Parafilm</i>	Sebagai alat untuk menutup beaker glass
Probe	Sebagai alat untuk mengontrol temperatur <i>oil bath</i>
Suntikan	Sebagai alat untuk mengambil larutan
<i>Micro pipet</i>	Sebagai alat untuk mengambil larutan KOH
Statif	Sebagai alat untuk menempatkan probe dan pipa kapiler
Indikator Universal	Sebagai alat untuk mengukur pH larutan

Sedangkan bahan yang digunakan dalam penelitian ditunjukkan oleh Tabel 3.2 sebagai berikut.

Tabel 3. 2 Bahan beserta fungsinya

Bahan	Fungsi
<i>Octamethylcyclotetrasiloxane</i> (D4)	Sebagai monomer
<i>Hexamethyldisiloxane</i> (MM)	Sebagai <i>chain terminator</i>
<i>Pottasium Hydroxide</i> (KOH)	Sebagai katalis
<i>Oil Bath</i>	Sebagai pengontrol temperatur larutan agar tetap stabil
<i>Aseton</i>	Sebagai bahan untuk membersihkan beaker glass
<i>Mili-q water</i>	Sebagai bahan untuk melarutkan KOH padat dan sebagai pelarut pada tahap purifikasi
<i>Aquades</i>	Sebagai bahan untuk membersihkan beaker glass
Kloroform	Sebagai pelarut pada tahap purifikasi

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Proses Sintesis

Proses sintesis terdiri dari empat tahap, yaitu pengenceran KOH, polimerisasi, purifikasi, dan evaporasi. Secara detail, tiap tahap dijelaskan sebagai berikut.

a. Pengenceran KOH

Sebelum dilakukan pengenceran, KOH padat di ambil menggunakan spatula dan ditimbang menggunakan neraca digital. Karena neraca digital sangat sensitif, maka sebelum penimbangan perlu dilakukan kalibrasi terlebih dahulu dengan menekan tombol *tare/cal*. KOH padat yang telah ditimbang di masukkan ke dalam *beaker glass* berukuran 5 ml dan ditutup dengan segera menggunakan *parafilm* agar tidak ada KOH padat yang menguap. Untuk mengetahui volume larutan *milli-q water* yang diperlukan untuk melarutkan KOH padat, digunakan persamaan sebagai berikut.

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

Dengan M adalah Molaritas, gr adalah massa KOH padat, Mr adalah massa relatif KOH, dan V adalah volume *milli-q water*. *Milli-q water* dimasukkan ke dalam *beaker glass* yang berisi KOH padat, kemudian dilakukan proses pengenceran. KOH dilarutkan dengan konsentrasi 0.58 M.

b. Polimerisasi

Proses polimerisasi diawali dengan memanaskan *oil bath*, masing – masing pada suhu 150 °C dan 170 °C. Penggunaan *oil bath* bertujuan untuk mengontrol suhu larutan agar tetap stabil. Seluruh bahan mulai dari *Octamethylcyclotetrasiloxane* (D4), *Hexamethyldisiloxane* (MM), dan Kalium Hidroksida (KOH) dimasukkan secara berurutan ke dalam *beaker glass* berukuran 80 ml yang berisi *magnetic bar* dan diaduk dengan kecepatan putaran 300 rpm. Berakhirnya reaksi polimerisasi ditandai dengan terbentuknya gel PDMS. Dimana pada tahap propagasi dalam metode *Ring – Opening Polymerization*, terjadi penambahan monomer – monomer untuk membentuk suatu gel PDMS dan akan berhenti ketika monomer yang ditambahkan tersebut habis.

c. Purifikasi

Proses purifikasi dilakukan dengan cara pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 10 menit untuk melarutkan gel PDMS dengan kloroform dengan perbandingan volume 1:1. Ditambahkan pula *milli-Q water* setelah larutan homogen. Campuran diaduk dan kemudian didiamkan sehingga terbentuk campuran 2 fase yaitu fase kloroform yang mengandung gel PDMS dan *milli-Q water* yang mengandung KOH. *Milli-Q water* berfungsi untuk mengikat KOH dan memisahkan gel PDMS dari katalis KOH karena gel dalam kloroform tidak larut dalam *milli-Q water*. Fasa cair kemudian dipisahkan dari fase gel. Dilakukan proses purifikasi secara berulang dengan tetap memonitor pH fasa *milli-Q water*. Penambahan *milli-Q water* dilakukan kembali Jika pH fasa air masih diatas 7, dan proses diulang hingga campuran fasa cair

menunjukkan pH netral. Hal tersebut mengindikasikan bahwa seluruh KOH telah terangkat dari larutan gel PDMS.

d. Evaporasi

Evaporasi bertujuan untuk menghilangkan sisa pelarut di dalam PDMS. Larutan diaduk kembali dengan menggunakan magnetic stirrer *stirrer* pada suhu 40 °C dengan kecepatan putaran 100 rpm selama \pm 12 jam.

3.4.2 Proses Karakterisasi

3.4.2.1 Viskometer



Gambar 3. 2 Viscometer model VM-10AMH

Viskometer merupakan alat yang berfungsi untuk mengukur viskositas atau kekentalan suatu zat cair. Viskometer terdiri dari beberapa komponen diantaranya kabel penghubung, *cone*, dan monitor. Viskometer yang terdapat pada Gambar 3.2 bekerja dengan menggunakan prinsip viskometri rotasi.

Secara umum terdapat dua jenis viskometer, yaitu *viscometer plat parallel* (PPV) yaitu viskometer yang dapat mengukur viskositas dalam rentang 10^4 hingga 10^8 Pa.s dan *viscometer rotasional* (RV) yang dapat mengukur viskositas dalam rentang 1 hingga 10^6 Pa.s. Pengukuran *viscometer rotasional* (RV) dilakukan dengan menghitung torsi yang dibutuhkan untuk memutar *spindle* yang direndam dalam cairan dengan kecepatan sudut konstan. Sedangkan viskometer PPV mengukur viskositas seiring dengan meningkatnya temperatur. Viskometer RV

mengukur viskositas seiring dengan penurunan temperatur yang dapat dinyatakan sebagai berikut (Song dkk., 2018) :

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = \frac{T}{4\pi Lw} \left(\frac{1}{R_s^2} - \frac{1}{R_c^2} \right) \quad 3.2$$

Sebelum digunakan, viskometer dibersihkan dengan menggunakan aseton. Sampel dimasukkan ke dalam wadah, kemudian viskometer diturunkan secara perlahan hingga *cone* menyentuh sampel. Hasil pengukuran ditampilkan pada monitor. Setelah digunakan, *cone* dibersihkan kembali agar tidak ada zat yang menempel.

3.4.2.2 Tensiometer (Extrand & Moon, 2014)

Tensiometer merupakan alat yang berfungsi untuk mengukur tegangan permukaan yang terdiri dari pipa kapiler, piring teflon, dan kepala pipet untuk membersihkan sisa gelembung dan kotoran pada pipa kapiler. Tensiometer yang terdapat pada Gambar 3.3 bekerja menggunakan prinsip kapilaritas. Kenaikan kapiler menghasilkan gaya yang dapat diukur menggunakan tensiometer. Gaya di dalam tabung (f_i) menunjukkan nilai maksimum ($f_{i,max}$) ketika cairan mencapai ketinggian maksimum (h). Gaya maksimum dapat ditentukan melalui hasil tekanan hidrostatis kolom cairan dan luas penampang tabung kapiler,

$$f_{i,max} = \rho gh \cdot \frac{\pi}{4} D^2 \quad 3.3$$

Dengan g adalah percepatan gravitasi. Ketinggian maksimum ditentukan melalui keseimbangan gaya tekanan hidrostatis pada kolom cairan dengan gaya kapiler yang muncul dari interaksi di sekitar saluran kontak,

$$h = \frac{4\gamma}{\rho g D} \cos\theta \quad 3.4$$

Gabungan antara persamaan 3.3 dan 3.4 menghasilkan persamaan yang memungkinkan untuk penentuan sudut kontak di dalam pipa kapiler yang diperoleh dari parameter gaya maksimum, diameter pipa, dan tegangan permukaan cairan,

$$\theta = \text{Arccos} \left(\frac{f_{i,max}}{\pi D \gamma} \right) \quad 3.5$$

Dengan : θ = sudut kontak

$f_{i,max}$ = gaya maksimum dalam tabung

D = diameter pipa kapiler

γ = tegangan permukaan cairan

Untuk menentukan tegangan permukaan, cairan di letakkan pada piring Teflon. Bagian ujung pipa kapiler ditempelkan di atas permukaan fluida, pipa kapiler dijaga agar tetap vertikal. Nilai yang terdapat pada pipa kapiler kemudian dibaca setelah cairan berhenti naik. Setelah proses pengukuran, pipa kapiler dibersihkan dengan menggunakan kepala pipet dan aseton agar seluruh cairan dapat keluar.



Gambar 3. 3 Surf gauge tensiometer

3.4.2.3 Refraktometer (Ugwu dkk., 2018)

Refraktometer merupakan alat yang berfungsi untuk mengukur indeks bias suatu material. Sebelum digunakan, refraktometer dibersihkan terlebih dahulu menggunakan aseton dan di kalibrasi menggunakan aquades. Gambar 3.4 menunjukkan cara penggunaan refraktometer. Sampel di teteskan ke *daylight plate* kemudian mata melihat hasil pengukuran melalui *eye pieces* sehingga ada garis perbatasan antara biru dan putih yang menunjukkan hasil pengukuran.

Setelah di gunakan refraktometer di bersihkan menggunakan aseton dan kain optik.



Gambar 3. 4 Refraktometer

Refraktometer bekerja menggunakan prinsip pembiasan cahaya (hukum snellius). Apabila sumber cahaya datang dari udara menuju medium yang lebih rapat maka kecepatannya akan berkurang, sedangkan pada medium yang kurang rapat maka kecepatannya akan bertambah. Perubahan kecepatan cahaya disertai dengan perubahan arah rambat cahaya menghasilkan sebuah fenomena pembiasan cahaya. Pada sudut datang tertentu, cahaya tidak dibiaskan seluruhnya melainkan sebagian dipantulkan. Sudut ini disebut dengan sudut kritis dan sudut inilah yang diukur pada refraktometer.

Refraktometer terdiri dari sumber cahaya. Sumber cahaya difilter menjadi panjang gelombang tunggal yang kemudian di arahkan ke antarmuka prisma dengan sampel melalui lensa konvergen. Hal ini akan menghasilkan berbagai sudut datang. Sudut yang kurang dari sudut kritis akan dipantulkan seluruhnya.

3.4.2.4 *Uv-Vis Spectrophotometer* (A. De Caro, 2015)

UV-Vis Spectrophotometer yang terdapat pada Gambar 3.5 merupakan alat untuk mengukur spektrum cahaya pada rentang panjang gelombang UV dan *Visible* yang diserap oleh komponen atau molekul atau atom di dalam materi atau sampel. Apabila menggunakan daerah

UV dan *Visible* maka yang diukur adalah transisi elektronik yaitu transisi elektron dari tingkat energi dasar ke tingkat energi tereksitasi.

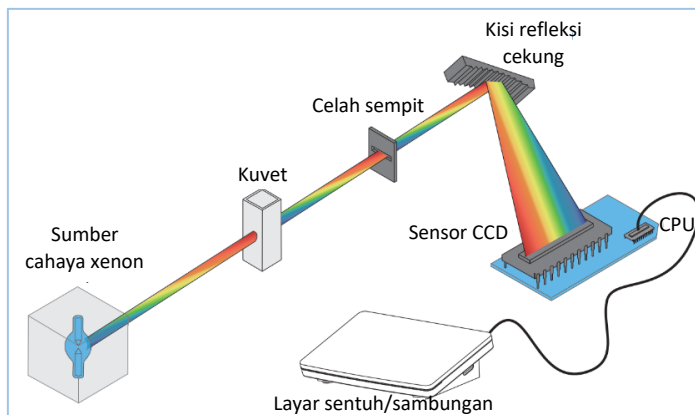


Gambar 3. 5 UV-Vis Spectrophotometer

Ketika cahaya UV-Vis datang, maka cahaya tersebut akan diserap oleh materi dan digunakan oleh elektron untuk bergerak dari keadaan dasar ke keadaan tereksitasi jika energinya sama atau lebih besar dari ΔE (selisih antara energi tingkat tereksitasi dan tingkat dasar). Jika cahaya UV-Vis memiliki energi yang kurang dari ΔE , maka cahaya tersebut akan diteruskan atau di transmisikan.

Secara umum, spektrofotometer UV-Vis terdiri dari lampu sebagai sumber cahaya, monokromator, sampel (larutan dalam kuvet maupun film tipis), detektor, dan komputer untuk menampilkan spektrum. Sumber cahaya dapat menggunakan kombinasi dua buah lampu, yaitu lampu Arc-Deuterium untuk rentang UV dan lampu halogen tungsten untuk cahaya tampak. Alternatif lainnya menggunakan lampu xenon yang memiliki rentang UV hingga visible. Sampel cair dimasukkan ke dalam kuvet berbahan kuarsa, kaca borosilikat atau plastic akrilik. Namun bahan kaca dan plastik akrilik umumnya digunakan untuk pengukuran dalam rentang cahaya tampak. Sebuah elemen dispersi diperlukan untuk mendistribusikan cahaya menjadi gelombang yang terpisah. Elemen ini dapat berupa kuarsa prisma atau kisi difraksi, yaitu komponen optik yang mampu mendifraksikan cahaya. Pada bagian akhir, intensitas cahaya yang ditransmisikan direkam oleh detektor seperti *photomultiplier*, *multichannel array* (misalnya array

photodiode, atau PDA), atau perangkat *charge-coupled* (CCD), mirip dengan kamera digital. Baik detektor PDA maupun CCD menggunakan bahan semikonduktor fotosensitif untuk mengubah cahaya menjadi sinyal elektronik yang kemudian direkam oleh instrumen.



Gambar 3. 6 Spektrofotometer array

Berdasarkan susunan geometri komponen pada sistem, spektrofotometer UV-Vis dapat diklasifikasikan menjadi dua jenis, yaitu spektrofotometer *scanning* dan spektrofotometer *array*. Pada spektrofotometer *array*, sampel disinari oleh berkas cahaya yang terdiri dari rentang spektrum UV dan cahaya tampak. Dengan kata lain, sampel dalam kuvet menyerap panjang gelombang cahaya yang berbeda secara bersamaan. Cahaya yang ditransmisikan kemudian didifraksikan oleh kisi refleksi yang terletak dibelakang kuvet, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.6. Selanjutnya, cahaya difraksi dari berbagai panjang gelombang diarahkan ke detector. Detektor memungkinkan pengukuran secara simultan dari seluruh panjang gelombang dari berkas cahaya yang ditransmisikan.

3.4.2.5 Spektrofotometer FTIR (Khan dkk., 2018)

Spektrofotometer FTIR yang terdapat pada Gambar 3.7 adalah alat yang digunakan untuk mengukur penyerapan radiasi inframerah yang dibentuk oleh setiap ikatan dalam molekul dan biasanya menghasilkan spektrum yang direpresentasikan sebagai persen transmitansi terhadap

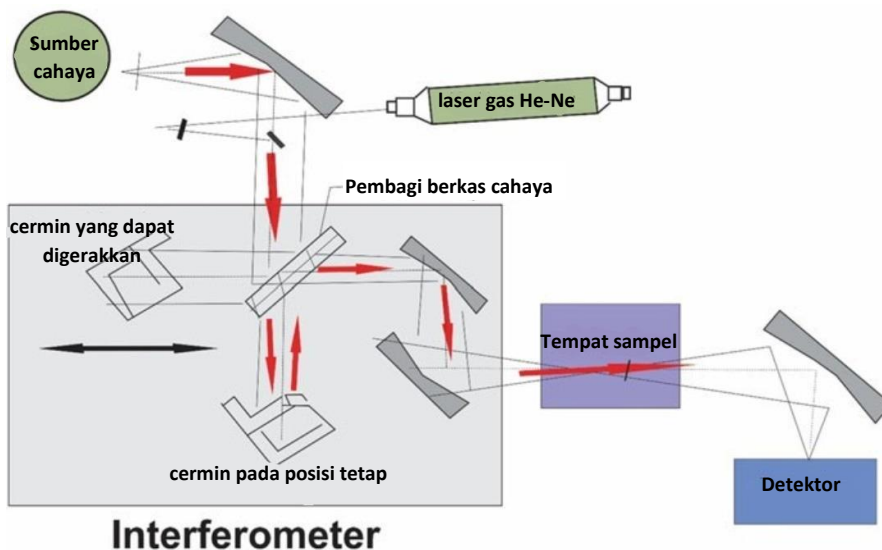
bilangan gelombang. Berbagai bahan yang mengandung ikatan kovalen menyerap radiasi elektromagnetik di wilayah inframerah. Wilayah inframerah memiliki energi yang lebih rendah dan panjang gelombang yang lebih tinggi dibandingkan dengan sinar UV-Vis dan memiliki panjang gelombang yang lebih pendek atau energi yang lebih tinggi dibandingkan dengan radiasi gelombang mikro. Untuk menentukan gugus fungsi dalam suatu molekul, maka harus digunakan inframerah aktif. Molekul inframerah aktif merupakan molekul yang memiliki momen dipol. Ketika radiasi inframerah berinteraksi dengan ikatan kovalen bahan yang memiliki arus listrik dipol, maka molekul akan menyerap energi, dan ikatan mulai berosilasi. Oleh karena itu, molekul yang menyebabkan perubahan momen dipol netto dari molekul harus menyerap radiasi inframerah.



Gambar 3. 7 Spektrofotometer FT-IR

Sebuah atom tunggal tidak menyerap radiasi inframerah karena tidak memiliki ikatan kimia. Molekul simetris juga tidak menyerap radiasi inframerah karena momen dipolnya nol. Misalnya, molekul H_2 memiliki dua atom H; keduanya saling menghilangkan satu sama lain dan menghasilkan momen dipol nol untuk molekul H_2 . Oleh karena itu, molekul H_2 bukan merupakan molekul inframerah aktif. Selain itu, H-F adalah contoh molekul aktif inframerah, karena ketika radiasi inframerah berinteraksi dengan molekul H-F, muatan ditransfer ke atom fluor dan akibatnya atom fluor menjadi negatif sebagian dan atom hidrogen menjadi positif sebagian, menghasilkan momen dipol netto pada molekul H-F. Radiasi inframerah

tertentu akan diserap oleh ikatan tertentu dalam molekul karena setiap ikatan memiliki karakteristik frekuensi getarannya masing – masing.



Gambar 3. 8 Interferometer Michelson

Spektrofotometer FTIR terdiri dari sumber cahaya inframerah, interferometer, kompartemen sampel, detektor, amplifier dan komputer. Sumber cahaya menghasilkan radiasi yang mengenai sampel melalui interferometer dan mencapai detektor. Sinyal tersebut kemudian diperkuat dan diubah menjadi sinyal digital (interferogram) masing – masing oleh amplifier dan pengubah analog – ke – digital. Interferogram diterjemahkan ke spektrum melalui algoritma fast Fourier transform. Interferometer Michelson merupakan inti utama spectrometer FTIR dan ditunjukkan pada Gambar 3.8.

Interferometer terdiri dari pembagi sinar (*beam splitter*), cermin pada posisi tetap dan sebuah cermin yang dapat digerakkan. *Beam splitter* terbuat dari bahan khusus yang mentransmisikan sebagian dari radiasi yang mengenainya dan memantulkan sebagian lainnya. Interferometer bekerja berdasarkan prinsip bahwa cahaya dari sumber dikumpulkan oleh cermin komilasi dan mengakibatkan sinar sejajar, yang kemudian ditembakkan ke beam splitter sehingga terbagi menjadi dua beam. Satu sinar ditransmisikan

melalui beam splitter ke cermin tetap, dan sinar lainnya di pantulkan ke cermin bergerak. Kedua cermin ini kemudian memantulkan radiasi kembali ke beam splitter. Dengan demikian kedua radiasi yang dipantulkan ini digabungkan kembali ke beam splitter, menghasilkan satu sinar yang melewati interferometer dan berinteraksi dengan sampel yang kemudian menuju detektor.

Pada prinsipnya, FTIR merupakan metode untuk memperoleh spektrum inframerah, yang mulanya mencakup kumpulan interferogram dari sinyal sampel menggunakan interferometer dan kemudian diolah melalui metode transformasi Fourier untuk memperoleh spektrum. Spektrometer FTIR mengumpulkan dan mendigitalkan interferogram, mengerjakan fungsi transformasi fourier, dan menampilkan spektrum.

3.4.3 Uji Stabilitas Bahan *Polydimethylsiloxane* (PDMS)

Polydimethylsiloxane (PDMS) yang hendak diuji stabilitasnya dipaparkan terhadap radiasi sinar UV dengan intensitas $1.82 \frac{mW}{cm^2}$ selama 15 menit untuk berbagai sampel PDMS yang disintesis dengan temperatur polimerisasi 150 °C dan 170 °C. *Radiant exposure* (mJ/cm^2) didefinisikan sebagai berikut (IARC,1992) :

$$H_e = E_e \times t \quad 3.6$$

Dengan : E_e = Intensitas (mW/cm^2)
t = waktu paparan (s)

Pada tahap uji stabilitas ini, diperlukan alat berupa *UV analyzer* dan *UV power meter* masing – masing ditunjukkan pada Gambar 3.9 dan Gambar 3.10. Pada Gambar 3.9 sumber cahaya yang digunakan pada *UV analyzer* umumnya adalah lampu xenon arc yang memiliki keunggulan seperti menyesuaikan dengan sinar matahari dan intensitas cahaya yang tinggi (V. Esen dkk., 2017). Secara umum, karena sifat spektral yang seimbang, lampu xenon arc menghasilkan kontinuitas dari sinar UV ke cahaya tampak (V. Esen dkk., 2017). Keunggulan lain dari lampu *xenon arc* adalah tidak adanya pergeseran

keseimbangan spectral yang signifikan karena perbedaan daya (V. Esen dkk., 2017). *UV analyzer* terdiri dari lampu UV danudukan. Sampel diletakkan padaudukan, kemudian diturunkan hingga intensitas yang terbaca pada *UV power meter* adalah sebesar 1.82 mW/cm^2 . Sampel dipaparkan terhadap UV selama 15 menit dengan tetap memonitor nilai intensitas.



Gambar 3. 9 *UV analyzer*

Pada Gambar 3.10 intensitas maksimum umumnya ditentukan melalui pengukuran pada jarak tertentu dari sumber cahaya (Mills & Raymont, 2009). Faktor yang mempengaruhi intensitas maksimum diantaranya adalah output dari lampu (seberapa tinggi dudukan dinaikkan), jarak ke lampu, dan sudut cahaya datang yang mengenai sensor pada *UV power meter* (Mills & Raymont, 2009). Ketika menjauhi sumber cahaya, nilai intensitas yang diukur menurun, dimana penyinaran akan berkurang sebagai fungsi dari kuadrat jarak (Mills & Raymont, 2009). Ketika alat ukur terletak tepat sejajar dengan sumber cahaya, maka akan diperoleh pembacaan nilai intensitas yang lebih akurat.



Gambar 3. 10 *UV power meter*