

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilakukan dari bulan Maret hingga bulan Agustus 2022. Adapun pelaksanaan penelitian dilakukan di Laboratorium Riset dan Laboratorium Kimia Instrumen Departemen Pendidikan Kimia Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia, serta Laboratorium Institut Teknologi Bandung.

#### 3.2 Alat

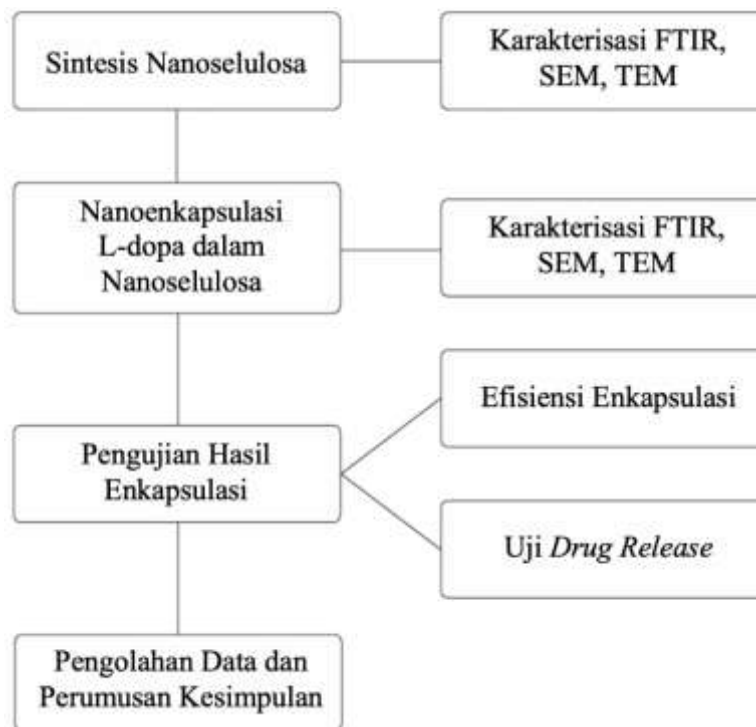
Peralatan yang digunakan pada tahap sintesis meliputi alat-alat gelas, neraca analitik, *hot plate*, *magnetic stirrer*, *oven*, spatula, kaca arloji, pipet tetes, termometer, pipet volume, dan *centrifuge*. Pada tahap karakterisasi, instrumen yang digunakan adalah spektrometer FTIR, *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan *Transmission Electron Microscopy* (TEM).

#### 3.3 Bahan

Pada penelitian ini, bahan yang digunakan adalah L-dopa murni. Bahan kimia yang digunakan pada sintesis nanoselulosa dan enkapsulasi meliputi microcrystalline cellulose (MCC), aquades, etanol 96%, asam sulfat, NaOH, aqua dm, HCl,  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , dan membran dialisis.

#### 3.4 Alur Penelitian

Penelitian menggunakan beberapa tahapan sesuai bagan alir **Gambar 3.1**, yaitu sintesis nanoselulosa yang kemudian dikarakterisasi menggunakan FTIR, SEM, dan TEM, dilanjutkan dengan nanoenkapsulasi L-dopa dengan nanoselulosa dengan variasi perbandingan massa yang hasilnya kemudian dikarakterisasi menggunakan FTIR, SEM, dan TEM. Tahap pengujian, yaitu pengujian hasil enkapsulasi meliputi efisiensi enkapsulasi dan uji *drug release*.



**Gambar 3. 1** Bagan Alur Riset

### 3.4.1 Sintesis Nanoselulosa

Sintesis nanoselulosa dilakukan menggunakan metode yang diadaptasi dari penelitian (Liu *et al.*, 2016) dengan adanya sedikit modifikasi. Sebanyak 10 gram mikrokristalin selulosa didispersikan ke dalam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 50% selama 3,5 jam pada suhu 60°C. Hidrolisis dihentikan dengan menambahkan 100 mL aquades, kemudian dilakukan sentrifugasi selama 30 menit pada 3500 rpm untuk mendapatkan suspensi nanoselulosa dan dinetralkan menggunakan NaOH 5M hingga pH netral (6–7). Suspensi kemudian dicuci menggunakan aquades dan etanol untuk menghilangkan pengotor dan dikeringkan pada suhu 55°C. Nanoselulosa kering disimpan pada suhu 4°C untuk penggunaan lebih lanjut.

### 3.4.2 Karakterisasi menggunakan FTIR, SEM, dan TEM

Spektroskopi FTIR bertujuan untuk melihat keberhasilan hidrolisis MCC menjadi nanoselulosa, serta untuk melihat keberhasilan enkapsulasi dengan membandingkan intensitas spektrum serapan FTIR ketiganya. SEM dan TEM digunakan untuk melihat morfologi permukaan serta ukuran diameter nanoselulosa dan hasil enkapsulasi L-dopa murni menggunakan nanoselulosa (NSLDOPA) yang dihasilkan. Analisis FTIR akan dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen FPMIPA UPI, sedangkan SEM dan TEM akan dilakukan di Institut Teknologi Bandung.

### 1.4.3 Nanoenkapsulasi L-dopa dalam Nanoselulosa

Nanoenkapsulasi L-dopa murni menggunakan nanoselulosa dilakukan dengan cara nanoselulosa didispersikan dalam aqua DM, kemudian ditambahkan L-dopa murni yang sudah didispersikan dalam aqua DM dan diaduk pada 500 rpm, lalu disonikasi. Kemudian dilakukan sentrifugasi pada 3500 rpm selama 30 menit dan dikeringkan menggunakan oven pada suhu 55°C.

### 1.4.4 Efisiensi Enkapsulasi

Pada pengujian efisiensi enkapsulasi, konsentrasi L-dopa murni ditentukan dengan spektrofotometer UV-Vis menggunakan supernatan hasil sentrifugasi pada proses enkapsulasi L-dopa murni menggunakan nanoselulosa. Spektrofotometer UV-Vis dilakukan pada 280 nm. Efisiensi enkapsulasi dihitung menggunakan **Persamaan (3.1)**.

$$\% \text{ Efisiensi Enkapsulasi} = \frac{\text{massa awal} - \text{massa akhir}}{\text{massa awal}} \times 100\% \dots\dots\dots(3.1)$$

### 3.4.5 Uji Drug Release

Uji *drug release* diadaptasi dari penelitian yang dilakukan oleh (Morales *et al.*, 2021). Drug release dilakukan menggunakan dua metode berbeda, yaitu simulasi cairan lambung pada pH 1,2 dan simulasi cairan pada otak pada pH 7,4. Simulasi cairan lambung disiapkan dengan mencampurkan 2g NaOH yang dilarutkan dalam 1L aquades dengan 15 mL HCl 37%. Simulasi cairan pada otak disiapkan dengan mencampurkan 6,8g KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> yang dilarutkan dalam 650 mL aquades dengan 190 mL NaOH 0,2M, kemudian pH diatur menjadi 7,4 menggunakan NaOH 0,2M tetes demi tetes, lalu ditambahkan aquades hingga volume akhir 1L.

Pada uji drug release, 2 mg produk nanoenkapsulasi L-dopa dalam nanoselulosa ditambahkan 3 mL larutan pH dan dimasukkan ke dalam membran dialisis. Kemudian, membran dialisis direndam dalam larutan pH dalam gelas kimia pada suhu yang diatur 37°C. Drug release selanjutnya dipantau menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada 280 nm. Presentase *drug release* (% *drug release*) dihitung menggunakan **Persamaan (3.2)**.

$$\% \text{ Drug release} = \frac{\text{massa rilis}}{\text{massa terjerap}} \times 100\% \dots\dots\dots(3.2)$$