

# APLIKASI EKSTRAK JINTAN HITAM (*Nigella sativa L.*) SEBAGAI ZAT ANTIBAKTERI PADA KAIN KAPAS DENGAN VARIASI METODE

## APPLICATION OF BLACK CUMIN EXTRACT (*Nigella sativa L.*) AS AN ANTIBACTERIAL AGENT ON COTTON FABRICS WITH VARIOUS METHODS

Leli Nur Rina Hidayat<sup>1</sup>, Sandra Amalia Riyadi<sup>1</sup>, Srie Gustiani<sup>2</sup>, Anisa Dwicahya<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Program Studi Analis Kimia, Sekolah Tinggi Analis Bakti Asih, Jl. Padasuka Atas No.233 Bandung

<sup>2</sup>Balai Besar Tekstil, Jl. Ahmad Yani No.390 Bandung

E-mail: Lnurrina@gmail.com

Tanggal diterima: 14 Mei 2022, direvisi: 15 Juni 2022, disetujui terbit: 16 Juni 2022

### ABSTRAK

Salah satu bahan sandang yang banyak digunakan oleh masyarakat adalah kain kapas, yang terkenal dengan kenyamanannya. Sayangnya, kain kapas sangat rentan terhadap kolonisasi bakteri yang dapat menyebabkan masalah pada kulit. Oleh karena itu, dipandang perlu untuk menambahkan zat antibakteri pada kain kapas. Pada penelitian ini, zat antibakteri yang diaplikasikan pada kain kapas adalah ekstrak jintan hitam. Langkah awal yang dilakukan adalah menentukan konsentrasi optimum ekstrak jintan hitam dengan variasi 10%, 20%, 30%, 40%, dan 50% untuk diaplikasikan pada kain kapas menggunakan cara rendam peras-pemanasawetan (*pad-dry-cure*). Setelah diperoleh konsentrasi optimum, ekstrak diaplikasikan pada kain kapas dengan beberapa variasi metode, yaitu (1) tanpa plasma lucutan korona dan asam sitrat, (2) dengan plasma lucutan korona saja, (3) dengan asam sitrat saja, dan (4) dengan plasma lucutan korona dan asam sitrat. Pengujian kemampuan antibakteri ekstrak jintan hitam dilakukan menggunakan metode AATCC TM100-2019. Hasil penelitian menunjukkan bahwa ekstrak jintan hitam memiliki kemampuan sebagai zat antibakteri pada kain kapas. Kain kapas dengan ekstrak 30%, 40%, dan 50% menghasilkan persentase reduksi tertinggi, yakni berturut-turut 96,6%; 97,0%; dan 97,0% terhadap *S. aureus* dan 79,4%; 79,5%; dan 79,5% terhadap *E. coli*. Metode yang menghasilkan persentase reduksi tertinggi adalah penggabungan teknologi plasma lucutan korona dan asam sitrat, yang menghasilkan peningkatan persentase reduksi menjadi 99,9% terhadap *S. aureus* dan *E. coli* pada konsentrasi ekstrak 30%. Metode ini juga menghasilkan durabilitas (daya tahan) tertinggi terhadap pencucian rumah tangga. Setelah 9 kali pencucian rumah tangga, persentase reduksi hanya menurun dari 99,9±0,14% menjadi 77,7±0,3% terhadap *S. aureus* dan 99,9±0,12% turun menjadi 75,1±0,4% terhadap *E. coli*.

**Kata kunci:** plasma lucutan korona, asam sitrat, kain kapas, ekstrak jintan hitam, antibakteri

### ABSTRACT

One of the clothing materials that are widely used by community is cotton fabric, which is famous for its comfort. Unfortunately, cotton fabric is very susceptible to bacterial colonization which can cause skin problems. Therefore, it is deemed necessary to add an antibacterial agent to cotton fabric. In this study, the antibacterial agent applied to cotton fabric was black cumin extract. The first step was to determine the optimum concentration of black cumin extract with variations of 10%, 20%, 30%, 40%, and 50%, to be applied to cotton fabric using a *pad-dry-cure* method. After obtaining the optimum concentration, the extract was applied to cotton fabric with several variations of methods, namely (1) without corona discharge plasma and citric acid, (2) with corona discharge plasma only, (3) with citric acid only, and (4) with corona discharge plasma and citric acid. The antibacterial ability test of black cumin extract cotton fabric was carried out using the AATCC TM100-2019 method. The results showed that black cumin extract had the ability as an antibacterial agent on cotton fabric. Cotton fabric with extracts of 30%, 40%, and 50% resulted in the highest reduction percentage, which were respectively 96.6%; 97.0%; and 97.0%; against *S. aureus*; and 79.4%; 79.5%; and 79.5% against *E. coli*. The method that produced the highest reduction percentage was the combination of corona discharge plasma technology and citric acid, which resulted in an increase in the reduction percentage to 99.9% of *S. aureus* and *E. coli* at an extract concentration of 30%. This method also produces the highest durability against household washing. After 9 times of household washing, the percentage of reduction only decreased from 99.9±0.14% to 77.7±0.3% against *S. aureus* and 99.9±0.12% decreased to 75.1±0.4% against *E. coli*.

**Keywords:** corona discharge plasma, citric acid, cotton fabric, black cumin extract, antibacterial

## PENDAHULUAN

Sandang (pakaian) termasuk ke dalam tiga kebutuhan primer manusia. Salah satu bahan baku sandang yang banyak disenangi masyarakat adalah kain kapas karena kain jenis ini memiliki kekuatan, daya serap, dan daya tahan (durabilitas) yang baik, bersifat menghangatkan saat dingin, dan menyejukkan saat panas (menyerap keringat).<sup>1</sup> Sayangnya, kain kapas memiliki kekurangan tersendiri, serat kapas rentan terhadap kolonisasi mikroba karena komposisi hidrofilik dari karbohidrat. Pori-pori dari serat kapas juga cenderung dapat mempertahankan kelembaban dan berfungsi sebagai sumber oksigen, nutrisi, dan energi untuk pertumbuhan mikroorganisme.<sup>2</sup> Adanya kolonisasi bakteri pada kain dapat menyebabkan masalah kulit, seperti gatal-gatal dan iritasi.<sup>1</sup> Selain itu, pertumbuhan bakteri pada kain juga dapat menyebabkan hilangnya kekuatan kain, perubahan warna, dan perubahan penampilan.<sup>3</sup> Untuk mencegah pertumbuhan bakteri pada kain, maka kain dapat diberi tambahan zat antibakteri. Namun, saat ini banyak zat antibakteri sintetis dilarang untuk digunakan, karena menurut standar Amerika Serikat dan Eropa memiliki banyak efek samping, salah satunya dapat membahayakan pemakainya.<sup>4</sup> Zat antibakteri sintetis dapat diganti dengan zat antibakteri alami yang tidak beracun, tidak mengiritasi, dapat terbiodegradasi (dapat terurai secara hayati), dan ketersediaannya melimpah di alam.<sup>3</sup>

Beberapa penelitian telah dilakukan untuk aplikasi zat antibakteri alami pada kain kapas, di antaranya seperti penggunaan ekstrak daun tanaman jelatang (*Urtica dioica L.*), minyak jeruk nipis (*Citrus aurantifolia*), ekstrak teh hijau, ekstrak chamomile, ekstrak tumbuhan sage, dan sebagainya.<sup>2,3,5</sup> Hal ini membuktikan bahwa zat antibakteri alami dapat diaplikasikan pada tekstil untuk menggantikan penggunaan zat antibakteri sintetis. Di samping itu semua, terdapat salah satu tumbuhan yang sudah terbukti memiliki sifat antibakteri yang cukup kuat, yaitu jintan hitam (*Nigella sativa Linn.*) atau dikenal juga sebagai *Habbatussauda*'. Beberapa penelitian telah membuktikan bahwa jintan hitam dapat membunuh bakteri-bakteri berikut ini: *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Shigella flexneri*, *Salmonella typhi*, *Salmonella enteritidis*, *Staphylococcus aureus*, *Bacillus subtilis*, *Staphylococcus epidermidis*, *Streptococcus pneumoniae*, *Klebsiella pneumoniae*, *Vibrio harveyi*, dan beberapa bakteri lainnya.<sup>6-10</sup> Namun, jintan hitam ini belum banyak dimanfaatkan sebagai zat antibakteri untuk tekstil.

Pada praktiknya, untuk membantu zat antibakteri agar terikat pada kain, biasanya dilakukan metode konvensional, yaitu penambahan *cross linking agent*, dan salah satu zat yang sering

digunakan untuk kain kapas adalah asam sitrat.<sup>2,3</sup> Asam sitrat banyak dipilih sebagai zat pengikat silang untuk kapas karena hemat biaya dan ramah lingkungan, tetapi memiliki kecenderungan menjadikan kain terlihat kehitaman, kusam atau kekuningan, dan hal ini merupakan kerugian utama untuk kain putih.<sup>11</sup>

Saat ini, telah ada metode pengikatan zat yang lebih modern, yaitu menggunakan plasma lucutan korona. Beberapa penelitian telah berhasil memanfaatkan plasma lucutan korona untuk penyempurnaan antibakteri, seperti penggunaan kitosan pada kain kapas<sup>12</sup> dan minyak atsiri nilam (*Patchouli essential oil*) pada poliester kapas.<sup>13</sup> Penggunaan teknologi plasma lucutan korona ini juga diharapkan mampu menempelkan ekstrak jintan hitam sebagai zat antibakteri pada kain kapas.

Plasma lucutan korona merupakan teknologi plasma tertua dan paling sederhana untuk memodifikasi permukaan polimer.<sup>14</sup> Teknologi ini memiliki kelebihan, yaitu bersifat ramah lingkungan, tidak menghasilkan limbah karena bersifat kering, tidak menggunakan air (menggunakan gas-gas sebagai media), dan relatif dingin serta daya listrik pada reaktor yang relatif kecil, sehingga terjadi penghematan energi.<sup>15</sup> Salah satu efek dari plasma lucutan korona adalah efek etsa (pengikisan) yang terjadi karena degradasi/kerusakan pada permukaan kain oleh radikal bebas dari plasma.<sup>14</sup> Plasma yang terbentuk dapat mengubah sebagian serat pada permukaan kain menjadi gas sehingga permukaan serat seperti terkikis dan menimbulkan efek etsa.<sup>14</sup> Efek etsa akan membentuk kekasaran pada permukaan kain yang akan memberikan ruang untuk ditempati oleh molekul air sehingga daya serap kain meningkat.<sup>14</sup> Peningkatan daya serap kain ini dapat dimanfaatkan untuk membuat zat antibakteri masuk ke dalam permukaan kain.<sup>13</sup>

Dari latar belakang yang telah dipaparkan, maka penelitian ini bertujuan untuk mengetahui potensi ekstrak jintan hitam untuk dapat digunakan sebagai zat antibakteri pada kain kapas. Metode aplikasi ekstrak juga akan divariasikan untuk mengetahui metode mana yang lebih baik dalam mengikat ekstrak pada kain kapas. Selain itu, seluruh produk tekstil akan melewati proses pencucian. Proses pencucian ini dikhawatirkan akan menyebabkan zat antibakteri hilang dari kain, sehingga pada penelitian ini juga akan diuji sifat antibakteri kain kapas yang telah melewati beberapa siklus pencucian rumah tangga.

## METODE

### Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah asetat anhidrida ( $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$ ), asam sitrat monohidrat ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ ),  $\text{FeCl}_3$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{HgCl}_2$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{KI}$ , Kloroform,  $\text{Mg}$ ,  $\text{NaOH}$ , *Nutrient Agar* (NA),

*Nutrient Broth* (NB). Bahan-bahan kimia ini seluruhnya memiliki grade pereaksi analitis buatan Merck. Biji jintan hitam (*Nigella sativa Linn.*) berasal dari India, kultur bakteri *S. aureus* dan *E. coli*, etanol 96% hasil pemurnian, dan kain kapas dengan gramasi 106,7 g/m<sup>2</sup>.

### Peralatan

Peralatan yang digunakan adalah alat gelas laboratorium, *blender* listrik, *colony counter*, FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) merek Shimadzu Prestige, inkubator, *rotary evaporator*, SEM (*Scanning Electron Microscopy*) merek JEOL, JSM-6510/LV/A/LA, seperangkat alat plasma lucutan korona, dan timbangan analitik.

### Prosedur

#### Pembuatan Ekstrak Jintan Hitam<sup>10</sup>

Biji jintan hitam dicuci bersih, dikeringkan, dan dihaluskan dengan *blender*. Bahan kemudian dimaserasi dengan etanol 96% selama 72 jam, lalu difiltrasi dengan corong Buchner untuk memperoleh filtrat. Maserasi dilakukan sebanyak 3 kali, filtrat disatukan dan dipekatkan dengan *rotary evaporator vacum* (maksimum 50°C) hingga etanol menguap dan terbentuk ekstrak kental. Ekstrak kental dimasukkan dalam botol vial gelap dan ditimbang total ekstraknya.

#### Skrining Fitokimia Ekstrak Jintan Hitam

Beberapa skrining fitokimia ekstrak jintan hitam yang dilakukan di antaranya sebagai berikut.

Uji Flavonoid: beberapa mg serbuk magnesium (Mg) dimasukkan ke dalam 2 ml ekstrak, kemudian ditambahkan 1 ml HCl pekat dan dihomogenkan.<sup>16,17</sup>

Uji Alkaloid: 1 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2N ditambahkan ke dalam 1 ml ekstrak. Larutan dikocok dan lapisan atasnya dipipet kemudian dimasukkan ke dalam tabung reaksi yang berbeda, lalu ditambahkan 2 tetes Reagen Mayer.<sup>17</sup>

Uji Saponin: ekstrak disimpan di dalam tabung reaksi dan dikocok vertikal selama 10 detik.<sup>18</sup>

Uji Tanin: 1-2 ml ekstrak ditambahkan dengan 2 ml *aquadest* dan 3 tetes FeCl<sub>3</sub> 1%.<sup>18,19</sup>

Uji Terpenoid: 0,2 gram ekstrak ditambahkan dengan 2 ml kloroform dan 2 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 N.<sup>19</sup>

Uji Steroid/triterpen: 0,15 gram ekstrak dicampur dengan 2 ml *acetic anhydride*, kemudian ditambahkan 2 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 N.<sup>19</sup>

Uji Antrakuinon: 50 mg ekstrak ditambahkan 10 mL air, lalu dipanaskan selama 5 menit dan disaring. Sebanyak 3 ml filtrat kemudian ditambahkan beberapa tetes NaOH 1 N.<sup>20</sup>

#### Penentuan Konsentrasi Optimum Ekstrak Jintan Hitam (Metode *Pad-Dry-Cure*<sup>1</sup>)

Kain kapas dicelupkan pada ekstrak jintan hitam dengan konsentrasi 10%, 20%, 30%, 40%, dan

50% dalam bak *padding*, kemudian diperas melalui *roller padding mangle* untuk mendapatkan WPU (*Wet Pick Up*) 80% dan selanjutnya difiksasi dalam mesin *curing* (proses pemanas-awetan) pada temperatur 110°C selama 1 menit. Sampel dikeringkan pada temperatur kamar. Pada seluruh kain, dilakukan uji aktivitas antibakteri berdasarkan metode AATCC TM100-2019.

#### Pemberian Perlakuan Plasma Lucutan Korona dengan Ionisasi Udara pada Kain Kapas<sup>15</sup>

Alat plasma lucutan korona diatur berdasarkan hasil paparan optimum pada penelitian sebelumnya, dengan jarak elektroda 25 mm, pengukuran (V) digunakan 17,5 KV dan 37,5 mA, daya input 360-370 Watt dengan ionisasi udara.<sup>15</sup> Kain kapas berukuran 5 cm x 25 cm diletakkan pada meja plasma dan diberi perlakuan plasma selama 15 menit.<sup>12</sup> Kain kemudian dianalisis secara morfologi menggunakan SEM dan secara gugus fungsi menggunakan FTIR, serta akan dibandingkan dengan kain kontrol.

#### Pengaplikasian Ekstrak pada Kain Kapas dengan Variasi Metode (*Pad-Dry-Cure*<sup>1</sup>)

Kelompok perlakuan terbagi menjadi empat, (a) tanpa plasma lucutan korona dan tanpa asam sitrat, (b) dengan plasma lucutan korona saja, (c) dengan asam sitrat saja, dan (d) dengan plasma lucutan korona dan asam sitrat. Seluruh kelompok perlakuan diberi aplikasi ekstrak jintan hitam dengan konsentrasi optimum (metode *pad-dry-cure*<sup>1</sup>) dan diberi perlakuan sesuai dengan kelompoknya. Selanjutnya, seluruh kain diuji aktivitas antibakterinya berdasarkan AATCC TM100-2019, kemudian dianalisis menggunakan SEM dan FTIR. Ketahanan terhadap proses pencucian diuji berdasarkan SNI ISO 105-C06:2010 dan aktivitas antibakterinya diuji kembali setelah pencucian.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Penentuan Konsentrasi Optimum Ekstrak Jintan Hitam pada Kain Kapas

Sebelum dilakukan variasi metode untuk mengaplikasikan ekstrak jintan hitam pada kain kapas, terlebih dahulu dilakukan penentuan konsentrasi optimum ekstrak dengan metode *pad-dry-cure* tanpa perlakuan plasma lucutan korona maupun penambahan asam sitrat. Konsentrasi ekstrak dibagi menjadi lima, yaitu konsentrasi 10%, 20%, 30%, 40%, dan 50%. Penentuan konsentrasi optimum ini ditujukan sebagai uji pendahuluan untuk menentukan konsentrasi yang paling baik dalam menghambat pertumbuhan bakteri, baik terhadap *S. aureus* dan *E. coli* pada kain kapas. Konsentrasi optimum yang diperoleh akan digunakan pada proses selanjutnya sebagai konsentrasi ekstrak jintan hitam yang akan diaplikasikan pada kain kapas dengan variasi metode

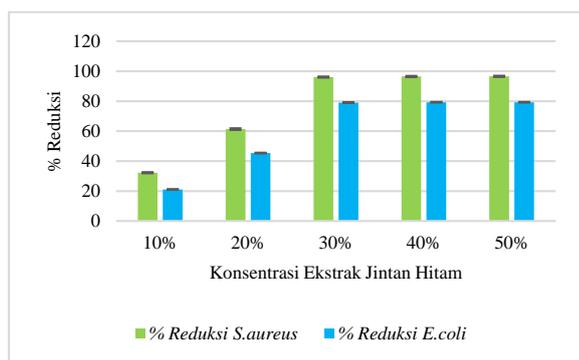
pengikatan zat antibakteri. Data hasil pengamatan uji kuantitatif antibakteri kain kapas terhadap *S.aureus*

dan *E.coli* dengan variasi konsentrasi ekstrak terdapat pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Hasil uji antibakteri kain kapas dengan ekstrak jintan hitam berbagai konsentrasi

Variasi Konsentrasi	N	Rata-rata (%)	SD (%)	Minimum (%)	Maximum (%)	
% Reduksi <i>S. aureus</i>	10%	6	32,3	0,4	31,8	32,8
	20%	6	61,4	0,6	60,8	62,4
	30%	6	96,1	0,4	95,6	96,6
	40%	6	96,5	0,4	95,8	97,0
	50%	6	96,6	0,4	96,0	97,0
% Reduksi <i>E. coli</i>	10%	6	21,1	0,3	20,7	21,7
	20%	6	45,4	0,3	45,0	46,0
	30%	6	79,1	0,2	78,8	79,4
	40%	6	79,3	0,2	78,9	79,5
	50%	6	79,3	0,2	78,9	79,5

Berdasarkan hasil uji antibakteri, kain kapas dengan konsentrasi ekstrak jintan hitam 30%, 40%, dan 50% menghasilkan nilai persentase reduksi yang lebih tinggi dibandingkan kain dengan aplikasi ekstrak 10% dan 20%. Grafik ilustrasi persentase reduksi dapat dilihat pada Gambar 1.



**Gambar 1.** Grafik Perbandingan Persentase Reduksi *S. aureus* dan *E. coli* terhadap Kain Kapas dengan Variasi Konsentrasi Ekstrak

Pada Gambar 1, dapat diamati bahwa hasil persentase reduksi untuk kain dengan ekstrak 30%, 40%, dan 50% tidak berbeda jauh. Hal ini kemungkinan disebabkan karena kain sudah jenuh dan tidak dapat lagi mengikat ekstrak jintan hitam, sehingga walaupun konsentrasi ekstrak ditambah menjadi 40% dan 50%, persentase reduksi yang dihasilkan tidak berbeda jauh. Untuk mengetahui perbedaan rerata pada setiap kelompok uji, maka dilakukan pengujian ANOVA. Pengujian ANOVA menghasilkan nilai Signifikansi (Sig)  $0,000 < 0,05$ ; yang berarti bahwa terdapat konsentrasi ekstrak yang memberikan perbedaan persentase reduksi bakteri. Untuk menganalisis kadar konsentrasi yang menghasilkan persentase reduksi bakteri yang signifikan, maka dilanjutkan dengan uji *Post Hoc Duncan*. Uji *Post Hoc Duncan* menghasilkan

kesimpulan bahwa kain dengan ekstrak 10% dan 20% menghasilkan persentase reduksi yang berbeda signifikan dengan kain yang dilapisi ekstrak 30%, 40%, dan 50%. Untuk kain dengan ekstrak 30%, 40%, dan 50% tidak berbeda secara signifikan satu sama lain. Oleh karena itu, dari lima variasi konsentrasi yang diujikan, dipilih konsentrasi ekstrak 30% untuk tahap selanjutnya, karena konsentrasi ini menghasilkan persentase reduksi yang jauh lebih tinggi dibandingkan kain dengan ekstrak 10% dan 20%, tetapi hasil ujinya tidak berbeda signifikan dengan kain dengan ekstrak 40% dan 50%.

**Penentuan Metode Optimum dalam Mereduksi Bakteri Sebelum dan Sesudah Pencucian**

Variasi metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah dengan menggabungkan penggunaan ekstrak jintan hitam, teknologi plasma lucutan korona, serta asam sitrat sebelum dan sesudah proses pencucian dengan variasi sebagai berikut.

Kain kapas diberi aplikasi ekstrak jintan hitam 30% saja, yang selanjutnya ditulis sebagai “Kain + Ekstrak 30%”.

Kain kapas terlebih dahulu dimodifikasi oleh teknologi plasma lucutan korona, kemudian diberi aplikasi ekstrak jintan hitam 30%, yang selanjutnya ditulis sebagai “Kain + Plasma + Ekstrak 30%”

Kain kapas diberi aplikasi ekstrak jintan hitam 30% dengan penambahan asam sitrat, yang selanjutnya ditulis sebagai “Kain + Ekstrak 30% + Asam sitrat”.

Kain kapas terlebih dahulu dimodifikasi oleh teknologi plasma lucutan korona, kemudian diberi aplikasi ekstrak jintan hitam 30% dan ditambahkan asam sitrat, yang selanjutnya ditulis sebagai “Kain + Plasma + Ekstrak 30% + Asam sitrat”.

Data hasil uji antibakteri kain kapas dengan variasi metode dapat dilihat pada Tabel 2.

**Tabel 2.** Hasil Pengujian Antibakteri Kain Kapas dengan Ekstrak Jintan Hitam Berbagai Metode

Metode	Pencucian Rumah Tangga*	Bakteri <i>S. aureus</i>		Bakteri <i>E. coli</i>	
		Rata-rata Jumlah Bakteri** (CFU/mL)	% Reduksi	Rata-rata Jumlah Bakteri** (CFU/mL)	% Reduksi
Kain Kontrol		87,3 x 10 <sup>6</sup>	0,0	107,4 x 10 <sup>6</sup>	0,0
Kain + Ekstrak 30%	Sebelum Pencucian	3,25 x 10 <sup>6</sup>	96,3	22,3 x 10 <sup>6</sup>	79,2
	9x Pencucian	55,25 x 10 <sup>6</sup>	36,7	85,75 x 10 <sup>6</sup>	20,2
Kain + Plasma + Ekstrak 30%	Sebelum Pencucian	2,85 x 10 <sup>6</sup>	96,7	21,95 x 10 <sup>6</sup>	79,6
	9x Pencucian	49,25 x 10 <sup>6</sup>	43,6	78,35 x 10 <sup>6</sup>	27,0
Kain + Ekstrak 30% + Asam Sitrat	Sebelum Pencucian	2 x 10 <sup>5</sup>	99,8	1,5 x 10 <sup>5</sup>	99,8
	9x Pencucian	23,85 x 10 <sup>6</sup>	72,7	30,7 x 10 <sup>6</sup>	71,4
Kain + Plasma + Ekstrak 30% + Asam Sitrat	Sebelum Pencucian	1 x 10 <sup>5</sup>	<b>99,9</b>	1 x 10 <sup>5</sup>	<b>99,9</b>
	9x Pencucian	19,45 x 10 <sup>6</sup>	<b>77,7</b>	26,7 x 10 <sup>6</sup>	<b>75,1</b>

Keterangan: \*1x pencucian laboratorium = 3x pencucian rumah tangga

\*\*Pengulangan dilakukan sebanyak 6 kali

Dari Tabel 2, diketahui bahwa metode yang menghasilkan persentase reduksi terendah sebelum pencucian adalah metode “Kain + Ekstrak 30%”, yang menghasilkan persentase reduksi sebesar 96,3% untuk *S. aureus* dan 79,2% untuk *E. coli*. Metode yang menghasilkan persentase reduksi tertinggi sebelum pencucian adalah metode “Kain + Plasma + Ekstrak 30% + Asam Sitrat” yang memiliki persentase reduksi tertinggi, yakni sekitar 99,9% baik terhadap *S. aureus* dan *E. coli*. Metode ini juga memiliki ketahanan yang paling baik terhadap pencucian. Setelah 9x pencucian rumah tangga, persentase reduksi *S. aureus* turun dari 99,9% menjadi 77,7% dan terhadap *E. coli* persentase reduksi yang mulanya adalah 99,9% turun menjadi 75,1%.

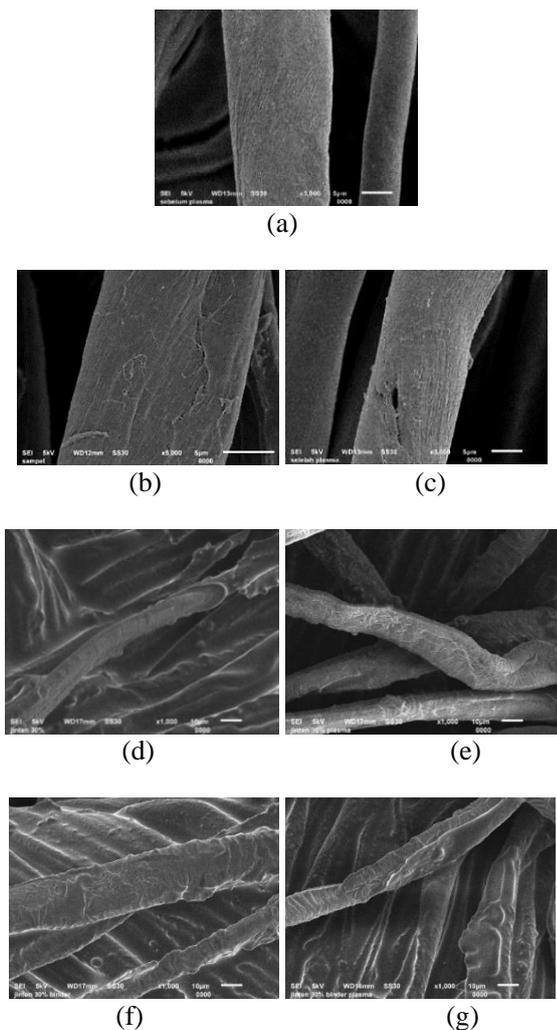
Secara keseluruhan, pengaplikasian ekstrak saja (tanpa asam sitrat dan tanpa perlakuan plasma) tidak dapat mempertahankan sifat antibakteri kain setelah pencucian, karena tidak ada zat yang dapat mengikat ekstrak tersebut. Begitu juga dengan kain yang hanya diberi perlakuan plasma, karena plasma hanya membantu ekstrak jintan hitam untuk masuk lebih mudah ke dalam pori-pori serat kapas. Namun, dengan penambahan asam sitrat, ekstrak jintan hitam dapat diikat lebih kuat pada kain karena asam sitrat berperan sebagai pengikat. Selain sebagai zat pengikat silang, asam sitrat juga cukup efektif melawan bakteri.<sup>3</sup> Asam sitrat dapat mendenaturasi protein sel bakteri dengan cara mengacaukan jembatan garam dengan adanya muatan ionik. Asam sitrat dapat merusak dinding sel bakteri, masuk ke inti sel bakteri, mengganggu proses respirasi sel, menghambat aktivitas enzim bakteri, dan menekan terjemahan dari regulasi produk gen tertentu.<sup>21</sup>

### Hasil Analisis Morfologi dan Gugus Fungsi Kain Kapas Uji

Alat plasma yang digunakan adalah plasma lucutan korona yang dirancang oleh Sjaifudin dan Sitohang (2015). Alat ini ditujukan untuk memodifikasi permukaan bahan tekstil yaitu dengan membuka atau mengubah gugus molekul permukaan bahan yang disebut dengan etsa secara kering atau tanpa air.<sup>15</sup> Hasil citra SEM dapat dilihat pada Gambar 2.

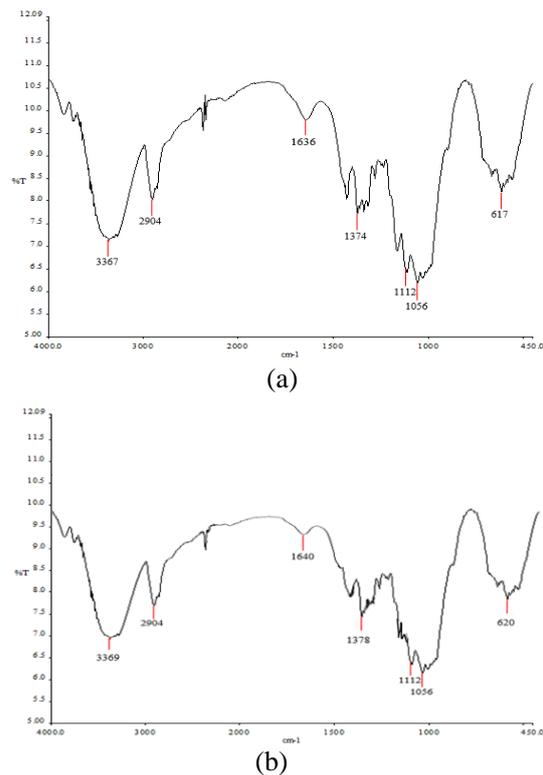
Dari hasil citra SEM, kain kapas (kontrol) pada Gambar 2 (a) terlihat memiliki permukaan yang relatif rata, halus, dan tidak menunjukkan kekasaran permukaan. Hal ini berbeda dengan Gambar 2 (b) dan (c) yang memperlihatkan permukaan serat yang memiliki banyak lepuhan (*blister*), bukit (*hills*) yang dapat terlihat sedikit lebih menonjol, terdapat celah-celah (*fissures*), serta tampak berpori.<sup>13,14</sup> Hal ini yang membuat kain kapas dapat lebih mudah menyerap ekstrak jintan hitam akibat dari permukaan yang memiliki rongga kecil.

Citra SEM untuk keempat kelompok kain uji tidak dapat dilakukan dengan perbesaran yang sama seperti kain kontrol dan kain dengan proses plasma. Hal ini dikarenakan pada perbesaran 3000x permukaan ke empat kain uji menjadi tidak jelas, sehingga dilakukan pada perbesaran 1000x. Dengan perbesaran 1000x, pada Gambar 2 (d), (e), (f), dan (g) dapat dilihat bahwa semua serat pada kain uji terlapis suatu zat yang merupakan ekstrak jintan hitam. Berbeda dengan kain kapas kontrol yang tidak dilapisi oleh ekstrak jintan hitam dimana permukaan seratnya terlihat bersih. Berikut merupakan hasil analisis gugus fungsi dengan FTIR pada kain kapas.



**Gambar 2.** Citra SEM (a) Kain kapas (kontrol); (b) dan (c) Kain kapas dengan proses plasma lucutan korona tanpa ekstrak; (d) Kain + Ekstrak 30%; (e) Kain + Plasma + Ekstrak 30%; (f) Kain + Ekstrak 30% + Asam sitrat; (g) Kain + Plasma + Ekstrak 30% + Asam sitrat.

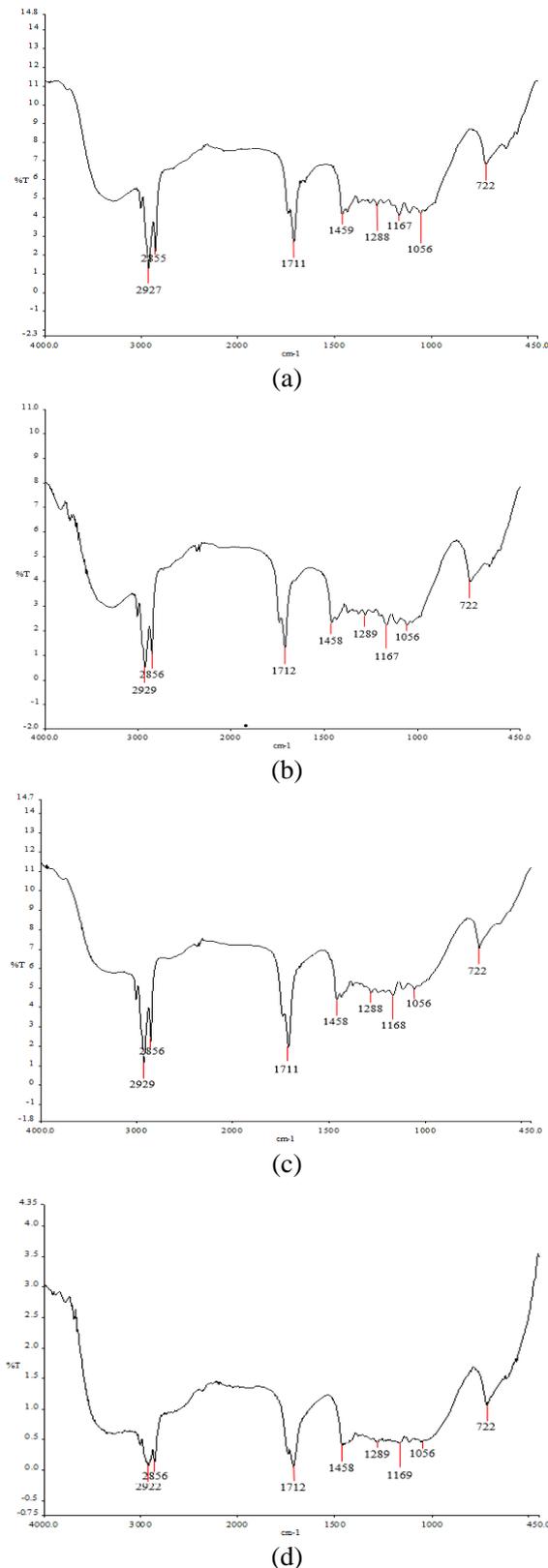
Pada kain kapas kontrol terdapat bilangan gelombang  $3367\text{ cm}^{-1}$  (gugus  $\text{-OH}$ ),  $2904\text{ cm}^{-1}$  ( $\text{-CH}$  regangan dari  $\text{-CH}_2$  dan  $\text{-CH}_3$ ),  $1636\text{ cm}^{-1}$  (regangan karbonil dengan cincin aromatik),  $1374\text{ cm}^{-1}$  ( $\text{-CH}$  deformasi), dan  $1056\text{ cm}^{-1}$  (gugus  $\text{C-O}$ ) yang merupakan regangan simetris dari alkohol primer. Gugus  $\text{-OH}$ ,  $\text{-CH}$ , dan  $\text{C-O}$  adalah gugus utama dari selulosa yang merupakan penyusun utama serat kapas.<sup>22</sup> Berdasarkan hasil analisis spektra FTIR pada Gambar 3 (b), dapat diasumsikan bahwa tidak terjadi pembentukan gugus fungsional baru pada kain kapas setelah perlakuan plasma. Hal ini sejalan dengan penelitian sebelumnya, yaitu perlakuan plasma lucutan korona dapat tidak mengubah struktur dari kain sehingga pada spektrum FTIR tidak ditemukan gugus fungsional baru.<sup>13,14</sup> Berikut ini merupakan spektrum FTIR untuk ke empat kelompok uji.



**Gambar 3.** Spektrum FTIR (a) Kain kapas (kontrol); (b) Kain kapas dengan proses plasma lucutan korona

Pada spektrum Gambar 4 (a), terdapat puncak pada bilangan gelombang  $2927\text{ cm}^{-1}$  dan  $2855\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan  $\text{-CH}$  regangan (alkana),  $1711\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus fungsi  $\text{C=O}$  regangan (*acid*),  $1459\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan  $\text{-CH}$  bending (Alkana),  $1288\text{ cm}^{-1}$  merupakan  $\text{C-O}$  regangan (*acid*),  $1167\text{ cm}^{-1}$  dan  $1056\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus  $\text{C-O}$  regangan (ester), dan  $722\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan  $\text{=CH}$  bending (alkena). Bilangan-bilangan gelombang ini sesuai atau sama dengan penelitian yang dilakukan oleh Nivetha & Prasanna (2016) yang menganalisis gugus fungsi dari ekstrak etanol jintan hitam, yang pada penelitiannya dijumpai bilangan gelombang  $2927\text{ cm}^{-1}$ ,  $2854\text{ cm}^{-1}$ ,  $1713\text{ cm}^{-1}$ ,  $1464\text{ cm}^{-1}$ ,  $1185\text{ cm}^{-1}$ , dan  $720\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan gugus  $\text{C-H stretch}$  (alkana),  $\text{C=O}$  bending (asam),  $\text{C-H}$  bending  $\text{C-O}$  bending (asam),  $\text{C-O}$  bending (ester), dan  $\text{=C-H}$  bending (alkena)<sup>23</sup>. Hal ini membuktikan bahwa zat yang menempel pada kain kapas adalah benar ekstrak jintan hitam.

Jika dibandingkan dengan spektrum FTIR pada kain kapas kontrol (Gambar 3 (a)), terdapat kesamaan puncak pada bilangan gelombang  $2904$  dan  $1056\text{ cm}^{-1}$ . Perbedaannya terdapat pada spektrum bilangan gelombang  $3367\text{ cm}^{-1}$  menjadi sangat kecil yang menunjukkan bahwa gugus  $\text{-OH}$  pada kain ini sebagian besar telah mengikat zat aktif pada ekstrak, sehingga gugus  $\text{OH}$  yang terdeteksi oleh FTIR menjadi lebih sedikit.



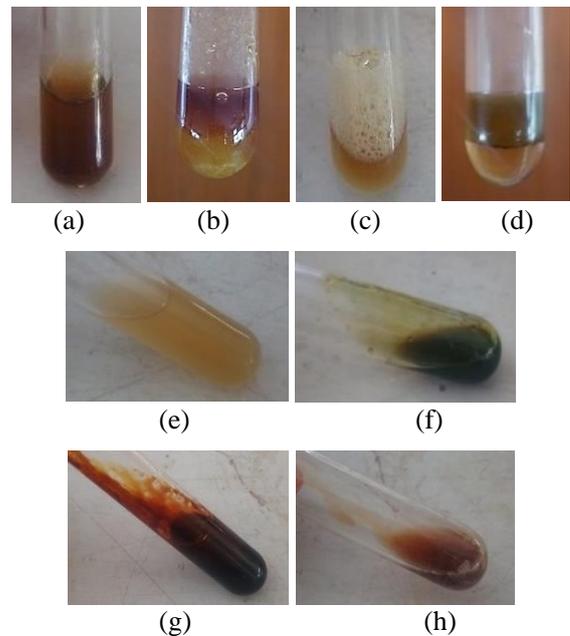
**Gambar 4.** Spektrum FTIR (a) Kain + Ekstrak 30%; (b) Kain + Plasma + Ekstrak 30%; (c) Kain + Ekstrak 30% + Asam sitrat; (d) Kain + Plasma + Ekstrak 30% + Asam sitrat.

Spektrum pada Gambar 4 (a) dan (b) tidak ditemukan perbedaan bilangan gelombang karena perlakuan plasma tidak mengubah atau menambah gugus fungsi yang baru. Namun pada spektrum (b), absorbansinya lebih tinggi dibanding spektrum (a) karena ekstrak lebih banyak menyerap pada pori-pori serat kain, sehingga gugus fungsi yang terdeteksi semakin besar konsentrasinya. Hal tersebut menunjukkan bahwa plasma lucutan korona dapat meningkatkan serapan zat antibakteri.

Spektrum (a) dan (b) sedikit berbeda dengan hasil analisis gugus fungsi kain kapas yang ditambahkan asam sitrat pada spektrum (c) dan (d). Pada spektrum ini, terlihat terdapat puncak O-H pada bilangan gelombang sekitar 3300 cm<sup>-1</sup> yang sedikit miring ke dalam pita absorpsi CH alifatik. OH pada gugus karboksilat mempunyai spektrum yang berbeda dengan spektrum OH alkohol karena karboksilat membentuk dimer berdasarkan ikatan hidrogen. Selain itu, terdapat juga bilangan gelombang yang sama, yaitu pada 1712 cm<sup>-1</sup> dan 1711 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan gugus fungsi C=O dari karboksilat. Sama seperti pada dua kain uji sebelumnya, kain yang diberi proses plasma lucutan korona tidak terdapat perbedaan bilangan gelombang, namun pada spektrum (d), absorbansinya lebih tinggi dibanding spektrum (c).

#### Hasil Skrining Fitokimia

Hasil skrining fitokimia dari ekstrak jintan hitam yang didapatkan dari hasil maserasi dengan etanol 96% dapat dilihat pada Gambar 5 dan Tabel 3.



**Gambar 5.** Hasil Skrining Fitokimia (a) Ekstrak jintan hitam kontrol, (b) Alkaloid, (c) Saponin, (d) Steroid/triterpenoid, (e) Flavonoid, (f) Tanin, (g) Terpenoid, (h) Antrakuinon.

**Tabel 3.** Hasil Skrining Fitokimia

Senyawa	Tanda Positif	Hasil Pengamatan	Hasil
Alkaloid	Terdapat endapan putih <sup>17</sup>	Terdapat endapan putih	Positif
Saponin	Terdapat busa sekitar 1-10 cm dengan waktu tidak kurang dari 10 menit <sup>18</sup>	Terdapat busa setinggi 1,5 cm dengan waktu tidak kurang dari 10 menit	Positif
Steroid/ Triterpenoid	Adanya cincin kecoklatan/violet pada perbatasan dua pelarut menunjukkan triterpen dan munculnya warna hijau kebiruan menunjukkan steroid <sup>19</sup>	Larutan berwarna hijau dengan cincin coklat diantara dua lapis permukaan	Positif
Flavonoid	Timbulnya warna merah muda, merah ungu atau jingga <sup>16,17</sup>	Terbentuk warna jingga	Positif
Tanin	Larutan berwarna biru kehitaman/hijau kehitaman <sup>18,19</sup>	Terbentuk warna hijau kehitaman	Positif
Terpenoid	Larutan coklat kemerahan <sup>19</sup>	Terbentuk warna merah kecoklatan	Positif
Antrakuinon	Terbentuknya larutan merah <sup>20</sup>	Terbentuk warna merah kecoklatan	Positif

Hasil uji fitokimia menunjukkan bahwa ekstrak jantan hitam yang digunakan sebagai sampel dalam penelitian ini positif mengandung alkaloid, saponin, steroid/triterpenoid, flavonoid, tanin, terpenoid, dan antrakuinon.<sup>24</sup> Lima dari tujuh senyawa tersebut memiliki aktivitas antibakteri, diantaranya adalah alkaloid, flavonoid, saponin, tanin, dan terpenoid (termasuk *thymoquinone* dan *thymol*).<sup>24</sup> Namun dari semua senyawa aktif yang ada, *thymoquinone* menjadi zat aktif yang paling dominan.<sup>8,25</sup>

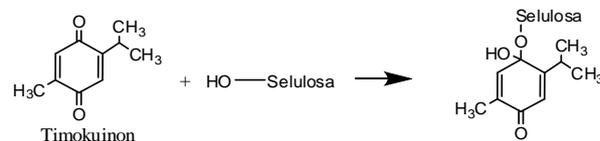
*Thymoquinone* diduga bekerja dengan cara membentuk kompleks yang *irreversible* dengan asam amino nukleofilik pada protein bakteri sehingga menyebabkan inaktivasi protein. Sementara itu, tanin bereaksi dengan protein dari membran bakteri, akibatnya membran sitoplasma bakteri menjadi rusak sehingga makromolekul dan ion keluar dari sel, serta kemudian sel rusak dan mengalami kematian.<sup>7,8</sup> Senyawa alkaloid dan flavonoid akan bereaksi dengan senyawa lipid dan asam amino penyusun dinding sel bakteri dan DNA bakteri. Reaksi ini mengakibatkan terjadinya perubahan sktruktur dan susunan asam amino bakteri. Perubahan susunan asam amino pada DNA akan mengakibatkan perubahan keseimbangan genetik pada asam amino DNA. Kerusakan pada DNA inti sel bakteri akan mendorong terjadinya lisis pada inti sel bakteri.<sup>7,24</sup> Saponin memiliki kemampuan untuk membentuk kompleks dengan protein dan dinding sel sehingga terjadi denaturasi protein dan rusaknya dinding sel yang berakibat sel menjadi lisis.<sup>7,24</sup>

Dari rangkaian mekanisme tersebut, secara garis besar senyawa aktif dalam jantan hitam bekerja dengan cara mengganggu fungsi selubung (dinding sel) bakteri. Dengan mekanisme yang seperti ini, tentu akan mempengaruhi efektivitas kerja dari jantan hitam, karena fisiologi bakteri gram negatif dengan gram positif berbeda.<sup>9,26</sup> Bakteri gram negatif memiliki membran luar yang membuat

dinding selnya sulit ditembus oleh zat antimikroba, membran luar ini akan bertindak sebagai penghalang permeabilitas yang akan menghambat akses senyawa jantan hitam (mengingat ukuran molekul). Di sisi lain, bakteri gram positif tidak memiliki membran luar dan hanya terdiri dari dinding sel peptidoglikan sehingga lebih rentan terhadap agen antimikroba.<sup>9,26</sup> Hal ini sejalan dengan hasil yang didapatkan, dimana ekstrak jantan hitam pada kain lebih efektif membunuh bakteri gram positif (*S. aureus*) dibandingkan bakteri gram negatif (*E.coli*).

**Mekanisme Ikatan Antara Kain Kapas, Asam Sitrat, dan Ekstrak Jantan Hitam**

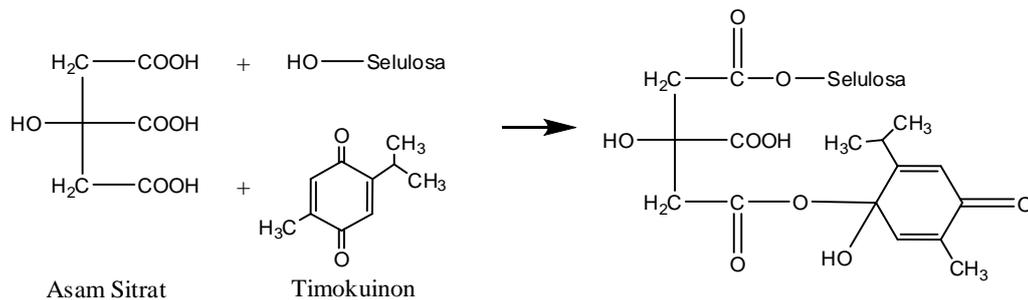
Dari seluruh komponen kimia yang dikandung ekstrak jantan hitam, *thymoquinone* merupakan bahan aktif yang paling dominan.<sup>8,25</sup> *Thymoquinone* sendiri termasuk ke dalam golongan terpenoid. Dari strukturnya, *thymoquinone* memiliki gugus keton. Reaksi antara dialdehida dan gugus -OH dari selulosa kapas diyakini sebagai pembentukan asetal.<sup>27</sup> Maka, reaksi antara keton dan -OH dari selulosa dapat didasarkan dari pembentukan hemiketal. Reaksi tersebut diperkirakan terjadi sebagaimana pada Gambar 6 berikut.



**Gambar 6.** Reaksi *thymoquinone* dalam ekstrak jantan hitam dengan selulosa.

Ikatan antara gugus karboksilat asam sitrat dengan gugus -OH dari serat kapas terjadi melalui reaksi esterifikasi. Asam sitrat merupakan zat pengikat silang yang bersifat bi atau polifungsional, sehingga dapat bereaksi secara kimia dengan gugus

fungsi zat dari tanaman dan gugus -OH dari selulosa.<sup>5</sup> Reaksi tersebut dapat diwakili oleh mekanisme pada Gambar 7.



**Gambar 7.** Reaksi Ikatan antara Asam Sitrat, *Thymoquinone*, dan Selulosa

## KESIMPULAN

Ekstrak jintan hitam dapat digunakan sebagai zat antibakteri alami untuk kain kapas. Kain kapas dengan ekstrak 30%, 40%, dan 50% menghasilkan persentase reduksi yang tinggi, yakni berturut-turut ialah 96,6%; 97,0%; dan 97,0% terhadap *S. aureus* dan 79,4%; 79,5%; dan 79,5% terhadap *E. coli*. Metode yang menghasilkan durabilitas (daya tahan) tertinggi setelah pencucian adalah metode “Kain kapas + Plasma + Ekstrak jintan hitam 30% + Asam sitrat”. Setelah 9x pencucian rumah tangga, persentase reduksi *S. aureus* turun dari 99,9% menjadi 77,7% dan terhadap *E. coli* persentase reduksi yang mulanya adalah 99,9% turun menjadi 75,1%.

## PUSTAKA

- Gustiani, S., Septiani, W., & Kasipah, C. Application of pinang seed extracts (*Areca catechu L.*) as an antibacterial agent in cotton fabrics. *Arena Tekstil* **34** (2), 85-92 (2019).
- Julaeha, E., Puspita, S., Eddy, D. R., Wahyudi, T., Nurzaman, M., Nugraha, J., et al. Microencapsulation of lime (*Citrus aurantifolia*) oil for antibacterial finishing of cotton fabric. *RSC Adv* **11** (3), 1743-1749 (2021).
- Ketema, A., & Worku, A. Antibacterial Finishing of Cotton Fabric Using Stinging Nettle (*Urtica dioica L.*) Plant Leaf Extract. *Journal of Chemistry*, 1-10 (2020).
- Das, S. Antimicrobial Finish on Textiles Using Plant Extracts [Internet]. 2019. p. 1-4. Available from: <https://www.textileschool.com/3500/antimicrobial-finish-on-textiles-using-plant-extracts/>
- El-Shafei, A., Shaarawy, S., Motawe, F. H., and Refaei, R. Herbal extract as an ecofriendly antimicrobial finishing of cotton fabric. *Egypt J Chem* **61** (2), 17-27 (2018).
- Halawani, E. Antibacterial Activity of Thymoquinone and Thymohydroquinone of *Nigella sativa L.* and Their Interaction with Some Antibiotics. *Adv Biol Res (Rennes)* **3** (5-6), 148-152 (2009).
- Asniyah. Efek Antimikroba Minyak Jintan Hitam (*Nigella sativa*) terhadap Pertumbuhan *Escherichia Coli* In Vitro. *J Biomedika* **1** (1), 25-29 (2009).
- Karsa, N. S., & Latief, S. Perbandingan Efektivitas Ekstrak dengan Minyak Biji jintan Hitam (*habbatussauda*) terhadap Pertumbuhan *Salmonella Typhi*. *J Alami* **4** (1), 32-42 (2020).
- Abu-Al-Basal, M. A. In vitro and In vivo antimicrobial effects of *Nigella sativa* linn. Seed extracts against clinical isolates from skin wound infections. *American Journal of Applied Sciences* **6** (8), 1440-1447 (2009).
- Linianti, L., Nur, I., Maulidiyah, M., & Yusnaini, Y. Potensi Ekstrak Etanol Biji Jintan Hitam (*Nigella sativa*) untuk Pengendalian Bakteri *Vibrio harveyi* Penyebab Penyakit pada Udang Vaname (*Litopenaeus vannamei*). *JSIPi (Jurnal Sains dan Inov Perikanan)* **1** (1), 25-29 (2017).
- Lu, Y., Yang, C. Q. Fabric Yellowing Caused by Citric Acid as a Crosslinking Agent for Cotton. *Textile Research Journal* **69** (9), 685-690 (1999).
- Widodo, M., Nuhayah, S., Umam, K., Muhlisin, Z., & Nur, M. Penyempurnaan Tahan Api dan Antibakteri pada Kain Kapas dengan N-Metilol Dimetilfosfonopropionamida (Pyrovatex CP New) dan Kitosan Menggunakan Plasma Lucutan Korona. *Arena Tekstil* **34** (2), 65-74 (2019).
- Nuraeni, M., Cahya, G., Darma, E., Galih, V., & Putra, V. Penerapan Teknologi Plasma Lucutan Pijar Korona terhadap Peningkatan

- Efektivitas Minyak Atsiri Nilam (*Patchouli essential oil*) sebagai Antibakteri pada *Tetoron Cotton*. *Prosiding Farmasi* **7 (2)**, 421-426 (2021).
14. Prayudie, U., & Novarini, E. Modifikasi permukaan serat poliester menggunakan sistem plasma non termal tekanan atmosfer dengan metode lucutan korona oleh ionisasi udara. *Arena Tekstil* **30 (1)**, 45-54 (2015).
  15. Sjaifudin, A., & Sitohang, K. Rancang bangun prototip mesin plasma tekstil lucutan korona pada tekanan atmosfer skala laboratorium. *Arena Tekstil* **30 (1)**, 25-36 (2015).
  16. Riwanti, P., & Izazih, F. Skrining Fitokimia Ekstrak Etanol 96 % *Sargassum polycystum* dan Profile dengan Spektrofotometri Infrared. *Acta Holist Pharm* **2 (1)**, 34-41 (2019).
  17. Irllya, N. Perbandingan profil kromatogram ekstrak air jinten hitam (*Nigella sativa*) dari daerah habasyah, india, dan indonesia dengan HPLC. Universitas Muhammadiyah Surakarta; 2012.
  18. Agustyani, V. N., Ikhda, C., & Hamidah, N. Formulasi dan Uji Mutu Fisik Sediaan Pasta Gigi Ekstrak Biji Jintan Hitam (*Nigella sativa*). *Mulawarman Pharm Conf* **13 (5)**, 232-238 (2021).
  19. Ayuni, N. Q. Uji Aktivitas Ekstrak Jintan Hitam (*Nigella sativa L.*) sebagai Inhibitor RNA Helikase Virus Hepatitis C. UIN Syarif Hidayatullah Jakarta; 2013.
  20. Yuda, P. S. K., Cahyaningsih, E., & Winariyanti, N. L. P. Skrining fitokimia dan analisis kromatografi lapis tipis ekstrak tanaman patikan kebo (*Euphorbia hirta L.*). *Jurnal Ilmiah Medicamento* **3 (2)**, 61-70 (2017).
  21. Ramadhinta, T. M., Nahzi, M. Y. I., & Budiarti, L. Y. Uji efektivitas antibakteri air perasan jeruk nipis (*Citrus aurantifolia*) sebagai bahan irigasi saluran akar alami terhadap pertumbuhan *Enterococcus faecalis* in vitro. *Dentino* **1 (2)**, 124-128 (2016).
  22. Nurjannah, N. R., Sudiarti, T., & Rahmidar, L. Sintesis dan Karakterisasi Selulosa Termetilasi sebagai Biokomposit Hidrogel. *al-Kimiya* **7 (1)**, 19-27 (2020).
  23. Nivetha, K., & Prasanna, G. GC-MS and FT-IR Analysis of *Nigella sativa L.* Seeds. *International Journal Adv Research in Biological Sciences* **3 (6)**, 45-54 (2016).
  24. Wadud, S. A. Uji Efektivitas Ekstrak Biji Jintan Hitam (*Nigella sativa*) terhadap Pertumbuhan Bakteri *Shigella dysenteriae*. UIN Syarif Hidayatullah Jakarta; 2014.
  25. Mahfur. Profil Metabolit Sekunder Senyawa Aktif Minyak Atsiri Jintan Hitam (*Nigella sativa L.*) dari Habasyah dan India. *PHARMACY: Jurnal Farmasi Indonesia* **15 (1)**, 90-97 (2018).
  26. Sufya, N. M., Walli, R. R., Wali, F. M., Alareiba, M. S., & Doro, B. M. Studies of the antimicrobial activity of Black Seed Oil from *Nigella sativa* on *Staphylococcus aureus* and *Escherichia coli* Studies of the antimicrobial activity of Black Seed Oil from *Nigella sativa* on *Staphylococcus aureus* and *Escherichia coli*. *Libyan J Med Res* **8**, 59-68 (2016).
  27. Choi, H. M., Kim, J. H., & Shin, S. Characterization of cotton fabrics treated with glyoxal and glutaraldehyde. *Journal of Applied Polymer Science* **73 (13)**, 2691-2699 (1999).
-