

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Pelaksanaan penelitian untuk tahap preparasi, sintesis, dan uji performa dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Material Gedung FPMIPA-B dan pengujian tahap karakterisasi dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen Gedung FPMIPA-A, Universitas Pendidikan Indonesia. Pengujian Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan menggunakan fasilitas BRIN Pusat teknologi bersih dan nanoteknologi serta uji morfologi dengan SEM dilakukan di BLU tekMIRA Kementerian ESDM Indonesia. Waktu penelitian dilaksanakan pada Maret hingga Agustus 2023.

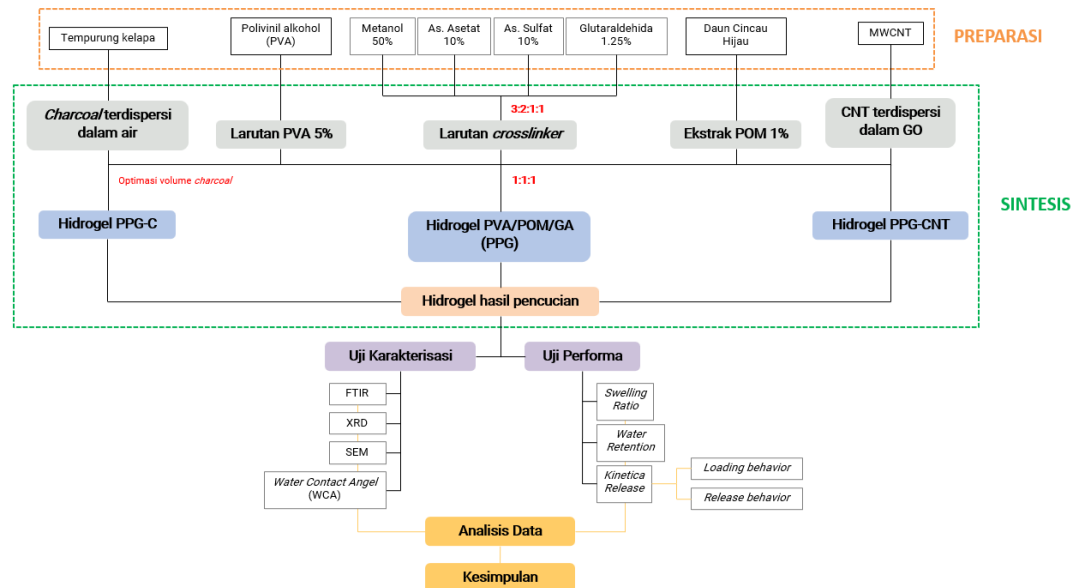
3.2 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini, yaitu: spatula, *stirrer bar*, gelas kimia 500 mL; 100 mL; dan 50 mL, corong Buchner, labu erlenmeyer Buchner 250 mL, pompa vakum, konduktometer, pH meter, *overhead* stirrer, batang pengaduk, pipet tetes, pipet ukur 10 mL, mikro pipet 1 mL, labu ukur 100 mL; 50 mL; 10 mL, botol vial 15 mL, botol semprot, dan cetakan hidrogel akrilik (20 x 20 cm). Instrument yang digunakan, yaitu: *Fourier transform infrared* (Merk Shimadzu 8400), *Scanning electron Microscopy* (TESCAN Vega 4), *X-ray Diffraction* (XRD MiniFlex600), *ultrasonic bath*, *magnetic stirrer*, neraca analitik, dan *chopper*.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini, yaitu: Daun cincau hijau (lokal), polivinil alcohol teknis (PVA), glutaraldehida 25% p.a ($C_5H_8O_2$), metanol 96% p.a (CH_3OH), asam sulfat 97% p.a (H_2SO_4), asam asetat glasial p.a (CH_3COOH), grafena oksida, *charcoal* (lokal), kalium klorida (KCl), natrium hidroksida (NaOH), aquades, kertas saring, dan kertas isap.

3.3 Tahap Penelitian

Dalam pengerjaannya, penelitian ini memiliki tiga tahap yaitu tahap sintesis, preparasi, uji karakterisasi dan uji kinerja. Tahapan yang dilakukan dapat diilustrasikan dengan gambar 3.3.



Gambar 3.1 Bagan alir tahapan penelitian

Tahap pertama, proses preparasi untuk seluruh bahan yang digunakan seperti pengenceran dan pelarutan. Tahap kedua, proses sintesis untuk hidrogel PPG, PPG-CNT, dan PPG-C1. Pada tahap ini dilakukan optimasi volume *charcoal* yang ditambahkan ke dalam matrik hidrogel PPG. Tahap ketiga, dilakukan uji karakterisasi gugus fungsi menggunakan FTIR, morfologi menggunakan SEM, jarak antar lapisan menggunakan XRD, dan hidrofilisitas menggunakan *water contact angle*. Pada tahap uji performa sebagai CRF nutrient KCl dilakukan merhitung *swelling ratio*, *water retention*, dan kinetika *release*, yang mencakup *loading* dan *release behavior*.

3.3.1 Preparasi Prekursor Hidrogel

3.3.1.1 Larutan polivinil alkohol 5% (% w/v)

Serbuk PVA teknis ditimbang sebanyak 5 gram dilarutkan dalam aquades 100 mL. Pencampuran dilakukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 3 jam dengan suhu 90°C hingga homogen.

3.3.1.2 Larutan NaOH pH ± 10

Padatan NaOH ditimbang sebanyak 0,0040 gram dilarutkan dalam aquades 100 mL. Dilakukan pengecekan pH menggunakan pH meter, nilai pH dibuat menjadi ± 10.

3.3.1.3 Ekstrak POM 1%

Daun cincau hijau yang telah dipisahkan dari pohonya dikeringkan dengan suhu ruang selama 3 hari, sebelum pengeringan pastikan tidak ada banyak sisa air yang menempel pada daun. Setelah kering, dilakukan penghalusan menggunakan *chopper*, serbuk daun lalu disaring dengan saringan ukuran 50 mesh.

Pembuatan ekstrak POM dilakukan dengan mencampurkan simplisia POM sebanyak 1 gram dengan larutan NaOH pH \pm 10 sebanyak 100 mL, pencampuran dilakukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam dengan suhu 50°C hingga homogen.

3.3.1.4 Larutan Asam Asetat 10% (% w/v)

Larutan asam asetat glasial ($M_r = 60,05$ g/mol; $\rho = 1,05$ g/cm³ 20°C) diambil sebanyak 10,20 mL, pada labu takar 100 mL diencerkan menggunakan aquades hingga tanda batas, lalu dihomogenkan.

3.3.1.5 Larutan Metanol 50% (% w/v)

Larutan metanol 96% ($M_r = 32,04$ g/mol; $\rho = 0,791$ g/cm³ 20°C) diambil sebanyak 52,08 mL, pada labu takar 100 mL diencerkan menggunakan aquades hingga tanda batas, lalu dihomogenkan.

3.3.1.6 Larutan asam sulfat 10% (% w/v)

Larutan asam sulfat 98% ($M_r = 98,08$ g/mol; $\rho = 1,478$ g/cm³ 20°C) diambil sebanyak 10,31 mL, pada labu takar 100 mL diencerkan menggunakan aquades hingga tanda batas, lalu dihomogenkan.

3.3.1.7 Larutan glutaraldehida (GA) 1,25% (% w/v)

Larutan glutaraldehida 25% ($M_r = 100,12$ g/mol; $\rho = 1,055$ g/cm³ 20°C) diambil sebanyak 5 mL, pada labu takar 100 mL diencerkan menggunakan aquades hingga tanda batas, lalu dihomogenkan.

3.3.1.8 Larutan *crosslinker* dengan perbandingan 3:2:1:1

Larutan *crosslinker* dibuat dengan mencampurkan larutan metanol 50%, asam asetat 10%, asam sulfat 10%, dan glutaraldehida 1,25% dengan perbandingan masing-masing 3:2:1:1, kemudian dihomogenkan.

3.3.1.9 Dispersi *charcoal*

Charcoal yang digunakan berasal dari tempurung kelapa yang dibakar, kemudian dihaluskan dan disaring dengan saringan berukuran 70 mesh. *Charcoal*

1 mg didispersikan pada aquades 100 mL. Dispersi dilakukan menggunakan sonikator selama 3 jam dengan suhu ruang.

3.3.1.10 Dispersi larutan CNT

Grafena oksida koloid ditimbang sebanyak 1 gram, dilarutkan dalam 100 mL aquades, kemudian diaduk. CNT (*carbon nanotube*) ditimbang sebanyak 1 mg lalu didispersikan kedalam larutan GO (grafena oksida) 1%. Dispersi dilakukan menggunakan sonikator selama 3 jam dengan suhu ruang.

3.3.1.11 Pembuatan larutan nutrisi kalium klorida (KCl) 1 M

Padatan KCl ditimbang sebanyak 37,25 gram kemudian menggunakan labu takar 500 ml dilarutkan menggunakan aquades hingga tanda batas, lalu dihomogenkan.

3.3.2 Sintesis Hidrogel PPG dan PPG-CNT

3.3.2.1 Sintesis Hidrogel PPG

Merujuk kepada penelitian sebelumnya (Haryati, 2016), sintesis hidrogel PPG dilakukan dengan mencampurkan larutan PVA 5%, larutan ekstrak POM 1%, dan larutan *crosslinker* dengan perbandingan 1:1:1 dengan volume total 36 mL. Proses pencampuran dilakukan bersamaan dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 7 menit dengan suhu 50°C. Setelah homogen, seluruh campuran dituangkan ke dalam cetakan akrilik yang berukuran 10 x 10 cm, lalu dikeringkan dengan suhu ruang selama 2 minggu.

3.3.2.2 Sintesis Hidrogel PPG-CNT

Hidrogel PPG-CNT disintesis dengan mencampurkan larutan PVA 5%, larutan ekstrak POM 1%, dan larutan *crosslinker* dengan perbandingan 1:1:1 dengan volume total 36 mL, lalu ditambahkan dengan CNT yang telah didispersikan dalam grafena oksida (GO) sebanyak 7 mL (Haryati, 2016). Proses pencampuran dilakukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 7 menit dengan suhu 50°C. Setelah homogen, seluruh campuran dituangkan ke dalam cetakan akrilik berukuran 10 x 10 cm, lalu dikeringkan dengan suhu ruang selama 2 minggu.

3.3.3 Optimasi Sintesis Hidrogel PPG-Charcoal

Dilakukan optimasi volume charcoal yang ditambahkan pada hidrogel PPG dengan 5 variasi. Variasi yang dipilih mengacu pada hasil optimasi penambahan volume CNT kedalam hidrogel PPG, diharapkan dengan penambahan *charcoal* ini

juga dapat memberikan hasil optimasi yang mendekati PPG-CNT sebelumnya. Parameter yang dipilih untuk menentukan kondisi optimum hidrogel adalah nilai persen *swelling ratio* seperti yang dilakukan pada penelitian sebelumnya (Putri, 2013). Tahap optimasi dilakukan dengan komposisi seperti yang ditunjukkan pada tabel 3.3.3.

Tabel 3.1 Optimasi volume *charcoal* yang ditambahkan pada hidrogel PPG

PVA (mL)	POM (mL)	GA (mL)	Charcoal (mL)	Suhu (°C)	Waktu pengadukan (menit)
12	12	12	1	50	7
			3		
			5		
			7		
			9		

Tahapan sintesis yang dilakukan sama seperti sintesis hidrogel PPG yaitu memasukan semua bahan dengan perbandingan 1:1:1, lalu ditambahkan charcoal dengan masing-masing volume seperti yang dilampirkan pada tabel 5. Pengadukan dilakukan selama 7 menit dengan magnetic stirrer dibantu juga dengan pemanasan pada suhu 50°C. Setelah seluruh bahan menjadi homogen, lalu dituangkan kedalam cetakan tipis dan tebal, masing-masing dibiarkan mengering dengan suhu ruang selama 2 minggu.

3.3.4 Pencucian Hidrogel

Setelah hidrogel mengering, lalu dilepaskan dari cetakan dan dilakukan pencucian menggunakan aquades yang sebelumnya telah diketahui nilai pH dan konduktivitas awalnya. Pencucian dilakukan dengan cara merendam hidrogel kedalam aquades 400 mL lalu diaduk menggunakan stirrer dengan kecepatan 200 rpm. Pada tahap ini dilakukan pengecekan dan pencatatan nilai pH dan konduktivitas pada aquades secara berkala setiap 30 detik selama 3 menit. Pencucian dilakukan berulang hingga tidak terjadi lagi perubahan nilai pH dan konduktivitas aquades.

3.3.5 Karakterisasi Hidrogel

3.3.5.1 *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

Sampel hidrogel dihaluskan dan dipadatkan lalu dianalisis dalam bentuk pelet KBr. Spektrum dianalisis pada rentang daerah bilangan gelombang dari 4000 cm⁻¹

sampai 500 cm^{-1} . Hasil spektrum yang diperoleh digunakan untuk melihat perbedaan spektrum sebelum dan setelah ditambahkan *charcoal* dalam pembentukan gugus fungsi.

3.3.5.2 *Scanning Electron Microscope (SEM)*

Sebelum pengujian, sampel hidrogel dikeringkan terlebih dahulu. Sampel ditempatkan pada plat kemudian dilihat bentuk morfologinya menggunakan instrumen SEM dengan tegangan 5 keV dan dengan perbesaran 1.000 – 5.000 kali pada bagian permukaan dan penampang hidrogel.

3.3.5.3 *X-Ray Diffraction (XRD)*

Sebelum pengujian, dilakukan pengeringan dan penghalusan pada hidrogel. Sampel ditempatkan pada wadah sampel kemudian diuji hingga diperoleh hasil difraktogram XRD.

3.3.5.4 *Water Contact Angle (WCA)*

Penentuan hidrofilitas hidrogel dilakukan menggunakan metode Sessile Drop dan diproses dengan Java Software ImageJ. Sebelum dilakukan karakterisasi, hidrogel kering disimpan pada desikator selama 24 jam bertujuan menghilangkan kadar air yang tersisa pada hidrogel. Setelah itu, diteteskan aquades sebanyak $1\ \mu\text{L}$ pada permukaan hidrogel menggunakan mikro pipet. Karakterisasi ini dilakukan pada 5 titik yang berbeda di tiap sampelnya. Setiap penetesan pada 5 titik yang berbeda tiap sampel dilakukan pemotretan 5x pada satu titik, sehingga dalam satu hidrogel diperoleh 25 foto.

Menggunakan aplikasi ImageJ (metode Sessile Drop) setiap foto dimasukan lalu dilakukan analisis menggunakan *Plugins Drop Analysis – Drop Snake*, pada tahap ini akan diinstruksikan untuk memberikan 5 titik pada garis gelembung air pada foto. Penyesuaian garis dilakukan pada gambar sehingga garis analisis sama dengan garis gelembung air. Pada pojok kiri atas akan muncul nilai *CA left and right*, nilai ini dicatat yang nantinya akan dirata-ratakan Bersama dengan hasil 25 foto yang telah dimiliki sebelumnya.

3.3.6 Uji Performa Hidrogel

3.3.6.1 *Swelling Ratio*

Uji *swelling ratio* dilakukan menggunakan metode Gravimetri. Hidrogel hasil sintesis dan pencucian yang telah kering dipotong dengan ukuran $2\ \text{x}\ 2\ \text{cm}$, lalu

ditimbang, setelahnya direndam dalam 25 mL aquades pada gelas kimia 100 mL. Setiap 5 menit, hidrogel diangkat dari air dan ditimbang, pengulangan dilakukan hingga menit ke-120. Pengolahan data dapat dilakukan dengan menggunakan persamaan 3.3.6.1.

$$\%SR = \frac{(W_s - W_d)}{W_d} \times 100\% \quad (3.3.6.1)$$

Massa hidrogel setelah perendaman adalah (W_s) dan massa hidrogel sebelum perendaman adalah (W_d). Massa yang digunakan adalah massa hidrogel setelah dikurangi massa wadah. Jika melakukan *swelling* secara triplo maka seluruh data dicari nilai %SR, lalu nilai yang diperoleh dirata-ratakan.

3.3.6.2 *Water Retention*

Sampel hidrogel hasil dilakukan *swelling ratio* dikeringkan dengan menggunakan desikator, dan dilakukan penimbangan secara berkala setiap 24 jam selama 7 hari. Pengolahan data dapat dilakukan dengan menggunakan persamaan 3.3.6.2.

$$\%WR = \frac{(W_t - W)}{(W_o - W)} \times 100\% \quad (3.3.6.2)$$

Massa hidrogel hasil penimbangan setiap 24 jam adalah (W_t), massa hidrogel awal saat setelah selesai dilakukan *swelling* (W_i), dan massa hidrogel konstan setelah dilakukan pengulangan penimbangan adalah (W). Massa yang digunakan adalah massa hidrogel setelah dikurangi massa wadah. Jika melakukan perhitungan *water retention* secara triplo maka seluruh data dicari nilai %WR, lalu nilai yang diperoleh dirata-ratakan.

3.3.6.3 *Loading Behavior* (sorpsi)

Pada tahap ini larutan yang digunakan adalah larutan KCl 1 M sebanyak 400 mL. Pada larutan nutrisi sebelum dimasukkan hidrogel ke dalamnya diukur terlebih dahulu nilai konduktivitasnya. Hidrogel yang telah dicuci dan dikeringkan dipotong dengan ukuran 2 x 2 cm, lalu direndam dalam larutan nutrisi. Pada larutan disimpan *probe* konduktometer. Perendaman dilakukan dengan mengaduk larutan dengan *overhead stirrer* 200 rpm selama 90 menit dengan dilakukan pencatatan nilai

konduktivitas setiap 1 menit sekali. Setelah dilakukan pengukuran hidrogel ditiriskan dan dikeringkan pada udara terbuka selama 24 jam.

3.3.6.4 *Release Behavior* (desorpsi)

Hidrogel yang telah melewati tahap *loading* nutrient dan dikeringkan, selanjutnya digunakan untuk menghitung kemampuan *release*. Pada larutan aquades yg digunakan di ukur terlebih dahulu nilai konduktivitasnya. Hidrogel kering hasil *loading* direndam dalam aquades. Pada aquades disimpan *probe* konduktometer. Perendaman dilakukan dengan mengaduk larutan dengan *overhead stirrer* 200 rpm selama 90 menit dengan dilakukan pencatatan nilai konduktivitas setiap 1 menit sekali.