

BAB III METODE PENELITIAN

4.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

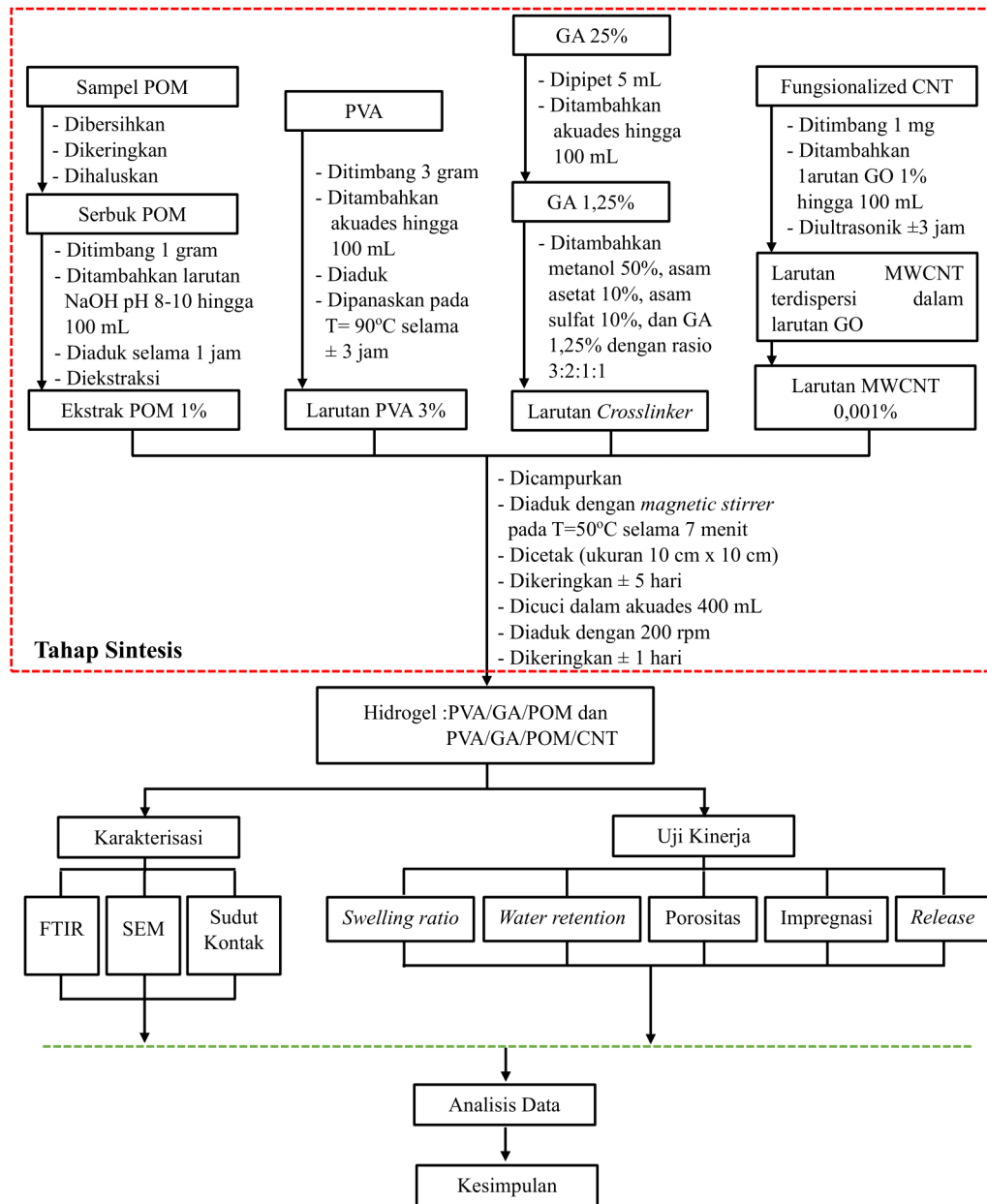
Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Riset Kimia FPMIPA UPI untuk sintesis hidrogel, uji hidrofilitas, dan uji kinerja yang terdiri atas *swelling ratio* (SR), *water retention* (WR), porositas, serta absorpsi dan desorpsi. Karakterisasi FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen FPMIPA UPI. Karakterisasi SEM dilakukan di Laboratorium Fisika tekMira. Penelitian ini dilakukan pada bulan Maret sampai Juli 2023.

4.2 Alat dan Bahan

Penelitian ini menggunakan alat-alat yang terdiri atas neraca analitik (Mettler Toledo); spatula; *magnetic stirrer*; *overhead stirrer* (EYELA); *hotplate* (DLAB. MA-H280-Pro); konduktometer (SensoDirect Con110-Lovibond); konduktometer (Eutech Cond6); pH meter (Mettler Toledo); ultrasonikator (Cole-Parmer); desikator (Iwaki); mikrometer sekrup digital (Mitutoyo); penggaris; cawan; gelas kimia 100 mL, 400 mL, dan 500 mL; labu ukur 100 mL dan 500 mL; mikro pipet; gelas ukur 10 mL, 25 mL, dan 200 mL; pipet volumetrik 5 mL, 10 mL, dan 25 mL; batang pengaduk; pinset; kaca arloji, cetakan akrilik hidrogel (10 cm x 10 cm); penyekat akrilik hidrogel; pinset; saringan 70 mesh; tripod; kamera ponsel; statif, dan klem. Terdapat instrumen untuk karakterisasi yang terdiri atas spektrometer *Fourier Transform Infra Red* (FTIR-Shimadzu 8400) dan *Scanning Electron Microscope* (SEM-Tescan VEGA3). Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini terdiri atas daun cincau hijau; NaOH; polivinil alkohol (BM = 145.000 g/mol); glutaraldehida 25% p.a (Merck/Jerman); metanol 96% p.a (Merck/Jerman); asam sulfat p.a; asam asetat p.a (Merck/Jerman); grafen oksida 1% (ITNANO); *multiwall carbon nanotube functionalized* (Jepang); NaCl (Smart-Lab); KCl (supelco); larutan NaCl 0,25M, NaCl 0,5M, KCl 0,25M, dan KCl 0,5M; larutan KCl 0,1M untuk kalibrasi konduktometer, dan akuades (lokal).

4.3 Prosedur Penelitian

Penelitian ini secara besar dilakukan dengan tiga tahap yang ditunjukkan pada gambar 3.1, yaitu: (1) Preparasi bahan, (2) Sintesis hidrogel, (3) Karakterisasi yang terdiri atas FTIR, SEM, dan sudut kontak, (4) Uji kinerja yang terdiri atas *swelling ratio* (%SR), *water retention* (%WR), porositas, serta impregnasi dan *release* yang dirangkum pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Bagan Alir Penelitian

3.3.1 Tahapan Preparasi Bahan

3.3.1.1 Pembuatan Larutan NaOH pH 10

Padatan NaOH ditimbang sebanyak 0,0004 gram, lalu dilarutkan ke dalam sedikit akuades dan ditambahkan atau ditandabatkan akuades hingga volume 100 mL. Setelah itu, pH diukur menggunakan pH meter.

3.3.1.2 Pembuatan Larutan Polivinil Alkohol (PVA) 3% (%^{W/V})

Pembuatan larutan PVA 3% dilakukan dengan ditimbang padatan PVA (BM= 145.000) sebanyak 3 gram, lalu dilarutkan ke dalam 100 mL akuades dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan pemanasan pada suhu 90°C selama ± 3 jam hingga larutan menjadi homogen.

3.3.1.3 Pembuatan Larutan Metanol 50%

Larutan metanol 96% ($M_r = 32,04$ g/mol; $\rho = 0,791-0,793$ g/cm³ (20°C)) dipipet sebanyak 52,08 mL, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas kemudian dihomogenkan.

3.3.1.4 Pembuatan Larutan Asam Asetat 10%

Larutan asam asetat glasial ($M_r = 60,05$ g/mol; $\rho = 1,05$ g/cm³ (20°C)) dipipet sebanyak 10,20 mL, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas kemudian dihomogenkan.

3.3.1.5 Pembuatan Larutan Asam Sulfat 10%

Larutan asam sulfat 98% ($M_r = 98,08$ g/mol; $\rho = 1,478-1,481$ g/cm³ (20°C)) dipipet sebanyak 10,31 mL, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas kemudian dihomogenkan.

3.3.1.6 Pembuatan Larutan Glutaraldehida (GA) 1,25%

Larutan glutaraldehida 25% ($M_r = 100,12$ g/mol; $\rho = 1,055-1,065$ g/cm³ (20°C)) dipipet sebanyak 5 mL, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas kemudian dihomogenkan.

3.3.1.7 Preparasi Larutan *Crosslinker* Perbandingan Volume (3:2:1:1)

Larutan *crosslinker* dipreparasi dengan mencampur metanol 50%, asam asetat 10%, asam sulfat 10%, dan glutaraldehida 1,25% dengan perbandingan volume masing-masingnya adalah 3:2:1:1, lalu dihomogenkan dengan pengadukan.

3.3.1.8 Dispersi CNT dalam Larutan Grafen Oksida

CNT ditimbang sebanyak 1 mg dan ditambahkan ke dalam larutan GO 1% hingga 100 mL. Setelah itu, dilakukan ultrasonikasi selama 3 jam.

3.3.1.9 Pembuatan larutan Nutrien NaCl 0,25 M

Nutrien NaCl ditimbang sebanyak 7,30 gram, lalu dilarutkan terlebih dahulu ke dalam sedikit akuades dan ditambahkan atau ditandabatkan akuades hingga volume 500 mL.

3.3.1.10 Pembuatan larutan Nutrien NaCl 0,5 M

Nutrien NaCl ditimbang sebanyak 14,61 gram, lalu dilarutkan terlebih dahulu ke dalam sedikit akuades dan ditambahkan atau ditandabatkan akuades hingga volume 500 mL.

3.3.1.11 Pembuatan larutan Nutrien KCl 0,25 M

Nutrien KCl ditimbang sebanyak 9,32 gram, lalu dilarutkan terlebih dahulu ke dalam sedikit akuades dan ditambahkan atau ditandabatkan akuades hingga volume 500 mL.

3.3.1.12 Pembuatan larutan Nutrien KCl 0,5 M

Nutrien KCl ditimbang sebanyak 18,64 gram, lalu dilarutkan terlebih dahulu ke dalam sedikit akuades dan ditambahkan atau ditandabatkan akuades hingga volume 500 mL.

3.3.1.13 Preparasi *Premna oblongifolia*. Merr (POM)

Sampel daun POM yang digunakan dalam penelitian diperoleh dari Kebun Botani UPI Bandung, Jawa Barat. Daun POM dicuci menggunakan air bersih untuk

menghilangkan pengotor, lalu dikeringkan pada udara terbuka tanpa kontak sinar matahari langsung untuk mengantisipasi rusaknya senyawa kimia pada POM. Pengeringan dilakukan dengan cara membolak-balik sampel daun POM agar terpapar ke udara selama ± 1 hari dan menggunakan oven. Daun cincau hijau dipotong dengan ukuran kecil sebelum dioven. Pengeringan daun cincau hijau menggunakan oven dilakukan pada suhu 45-50°C selama 3 jam (Wibowotomo et al., 2020). Pada tahap pertama pengeringan dipantau tiap 5 menit selama 15 menit dengan tiga kali pengulangan sehingga total waktu awal pengeringan adalah 45 menit. Hasil daun cincau yang sedikit kering pada tahap awal dihaluskan kembali menggunakan *chopper* agar pemanasan lebih merata dan cepat. Selanjutnya, dikeringkan kembali pada tahap kedua selama ± 2 jam dengan pemantauan tiap 5 menit. Sampel simplisia POM yang kering dihaluskan menggunakan *chopper* dan disaring menggunakan penyaring ukuran 70 mesh. Simplisia POM disimpan ke dalam wadah tertutup.

3.3.1.14 Pembuatan Ekstrak *Premna oblongifolia*. Merr (POM)

Pembuatan ekstrak POM dilakukan dengan ditimbang simplisia POM yang telah dipreparasi sebanyak 1 gram lalu ditambahkan 100 mL larutan NaOH pH 8-10, kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam. Setelah itu, ekstrak disaring menggunakan corong Buchner dan hasil filtrat dapat digunakan untuk pembuatan hidrogel (Putri, 2015)

3.3.2 Preparasi Hidrogel

3.3.2.1 Optimasi Komposisi Hidrogel PVA/GA/POM

Hidrogel dengan material PVA, GA, dan POM divariasikan menjadi beberapa komposisi untuk menentukan kondisi optimum secara visual dan tekstur dari hidrogel. Putri (2013) telah menentukan komposisi optimum dari volume PVA, glutaraldehida, dan POM berturut-turut adalah 10, 10, dan 18 mL. Sedangkan, Haryati (2016) telah menentukan volume optimum dari penambahan CNT terhadap hidrogel PVA/GA/POM yaitu sebesar 7 mL. Sintesis dilakukan melalui optimasi terlebih dahulu, hal ini dikarenakan adanya perbedaan berat molekul PVA yang digunakan. Penelitian terdahulu menggunakan PVA teknis, sedangkan penelitian ini

menggunakan PVA dengan berat molekul 145.000 g/mol. Hidrogel PVA/GA ditentukan terlebih dahulu konsentrasi PVA optimum, lalu volume *crosslinker* pada hidrogel PVA/GA/POM, dan volume penambahan CNT mengikuti penelitian terdahulu yaitu 7 mL (Haryati, 2016) yang ditunjukkan pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Optimasi konsentrasi PVA (%) dan volume (mL) dari PVA, crosslinker, POM, dan CNT

Konsentrasi PVA (%)	Optimasi Komposisi Volume (mL)			
	PVA	<i>Crosslinker</i>	POM	CNT
1	10	18	-	-
2	10	18	-	-
3	10	18	-	-
	10	10	10	-
	10	5	10	-
	15	7,5	15	-
	15	7,5	15	7

3.3.2.2 Sintesis Hidrogel PVA/GA/POM dan PVA/GA/POM/CNT

Sintesis hidrogel dalam penelitian ini menggunakan rujukan hasil optimasi hidrogel PVA/GA/POM dan penambahan CNT masing-masing dari penelitian Putri, 2013 dan Haryati, 2016. Hidrogel PVA/GA/POM masing-masing disintesis dengan konsentrasi PVA dan volume PVA/GA/POM/CNT yang optimum; *crosslinker* glutaraldehida (GA) yang terdiri atas campuran larutan glutaraldehida (GA) 1,25%, metanol 50%, asam asetat 10%, dan asam sulfat 10% dengan perbandingan volume 1:3:2:1; dan penambahan CNT digunakan sebanyak 7 mL. Campuran diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 7 menit pada suhu 50°C. Selanjutnya, campuran dicetak pada ukuran cetakan 10 cm x 10 cm. Setelah itu, hidrogel dikeringkan selama \pm 5 hari menggunakan kipas angin dengan jarak sekitar 50 cm antar cetakan hidrogel bertujuan mempercepat proses pengeringan (Haryati, 2016).

3.3.2.3 Pencucian Hidrogel PVA/GA/POM/CNT

Metode pencucian hidrogel mengacu pada penelitian Maurizka, 2019. Hidrogel yang telah kering dilakukan pencucian menggunakan akuades yang sudah diukur pH dan konduktivitas awal. Konduktometer dikalibrasi terlebih dahulu menggunakan larutan KCl 0,1 M dan probe dimasukkan ke dalam larutan hingga

menunjukkan nilai 14,13 mS/cm, maka konduktometer sudah siap digunakan. Hidrogel direndam ke dalam akuades dengan volume 400 mL setiap pencucian dan dilakukan pengadukan menggunakan *stirrer* dengan kecepatan pengadukan sebesar 200 rpm. Setiap fase pencucian dilakukan sampai tidak terjadi lagi perubahan pH dan konduktivitas, setelah itu hidrogel diangkat dan diukur pH hingga mendekati pH awal akuades. Pencatatan pH dilakukan setiap 30 detik. Pencucian dilakukan berulang sampai pH pencucian netral dan konduktivitas konstan. Setelah dilakukan pencucian, hidrogel dikeringkan dengan cara diangin-anginkan selama satu hari. Hidrogel kering hasil pencucian diukur ketebalannya menggunakan mikrometer sekrup.

3.3.3 Uji Karakterisasi

3.3.3.1 *Fourier Transforms Infrared Spectroscopy (FTIR)*

Uji FTIR bertujuan dalam menentukan gugus fungsi pada hidrogel. Sampel hidrogel yang diuji adalah hidrogel PVA/GA/POM dan PVA/GA/POM/CNT. Spektrum dianalisis pada rentang daerah bilangan gelombang dari 4000 cm^{-1} sampai 500 cm^{-1} . Hasil spektrum yang diperoleh digunakan untuk perbandingan antara satu dengan yang lain untuk melihat pengaruh penambahan CNT dalam pembentukan gugus fungsi dalam hidrogel.

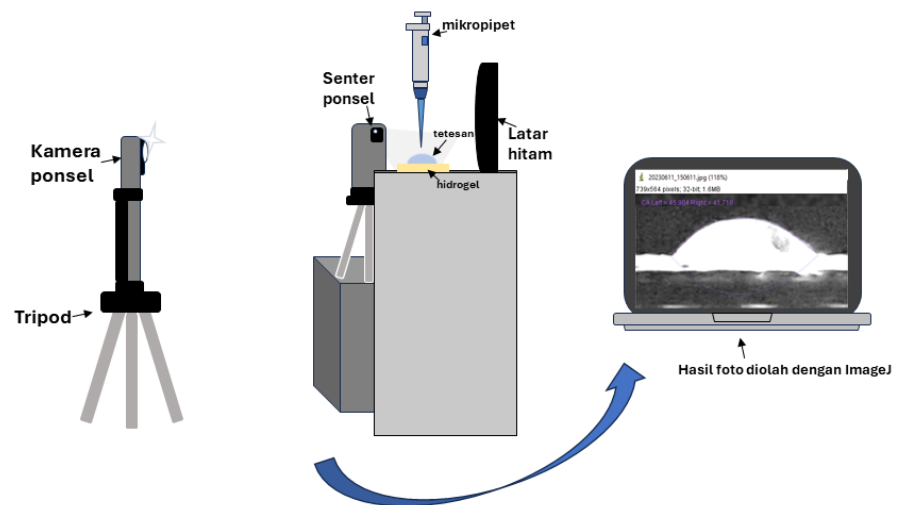
3.3.3.2 *Scanning Electron Microscopy (SEM)*

Uji SEM bertujuan dalam mengetahui morfologi permukaan dan *cross section* hidrogel serta untuk mengetahui adanya pori hidrogel. Sebelum pengujian, sampel hidrogel dikeringkan terlebih dahulu. Lalu, sampel ditempatkan pada wadah sampel kemudian diuji bentuk morfologinya menggunakan instrumen SEM *Tescan VEGA* dengan tegangan 5 kV dengan perbesaran 1.250 kali untuk morfologi permukaan dan 1.000 kali untuk *cross section*.

3.3.3.3 *Contact Angle (Sudut Kontak)*

Penentuan hidrofilitas permukaan hidrogel menggunakan metode *sessile drop* dan diproses dengan *Software ImageJ 1.53 a Java 1.8.0_112, 64-bit*. Pengukuran dilakukan menggunakan hidrogel kering berukuran 1 cm x 1 cm dengan lima kali pengulangan dan setiap pengulangan difoto sebanyak lima kali.

Setelah itu, akuades sebanyak 20 μL yang diteteskan di atas permukaan datar hidrogel menggunakan mikropipet. Pengambilan foto menggunakan kamera ponsel Samsung A51 (versi 13.0.01.15) dan menggunakan tripod. Pengukuran *contact angle* menggunakan fitur *Drop analysis-DropSnake* pada *plugins* dan dilakukan pada 5 titik yang berbeda di tiap foto sampelnya dievaluasi untuk meminimalisasi *experimental error* dan memperoleh nilai rata-rata *left* dan *right* pada tiap foto. Hasil uji hidrogel pada berbagai jenis dibandingkan (Gull et al., 2020). Gambar 3.2 menunjukkan set alat uji *contact angle*.



Gambar 3.2 Set alat uji *contact angle*

3.3.4 Uji Kinerja

3.3.4.1 Swelling Ratio

Uji *swelling ratio* dilakukan menggunakan metode gravimetri. Tujuan dari uji ini adalah untuk mengetahui tingkat elastisitas hidrogel. Hidrogel hasil sintesis yang telah kering dipotong berukuran 2 cm x 2 cm, ditimbang berat keringnya (W_d) lalu direndam dalam 50 mL akuades pada gelas kimia 100 mL. Setelah direndam selama 5 menit, hidrogel diangkat dan ditimbang. Berat hidrogel setelah perendaman adalah W_s . Pengukuran *swelling* dilakukan selama ± 120 menit dengan penimbangan setiap 5 menit. *Swelling ratio* pada hidrogel dapat dipelajari menggunakan persamaan sebagai berikut (Durpekova et al., 2021):

$$\%SR = \frac{W_s - W_d}{W_d} \times 100\% \quad \text{Persamaan (3.1)}$$

Keterangan:

$\%SR$ = Persentase *swelling ratio* (%)

W_s = Massa hidrogel basah (gram)

W_d = Massa hidrogel kering (gram)

3.3.4.2 *Water Retention*

Uji *water retention* atau retensi air bertujuan mengetahui kemampuan hidrogel dalam mempertahankan air pada waktu tertentu. Sampel dari hasil uji *swelling ratio* selama 2 jam langsung digunakan untuk mengukur uji *water retention*. Hidrogel dari hasil *swelling* yang basah disimpan di dalam wadah yang sudah ditimbang sebelumnya, lalu disimpan di dalam desikator. Penimbangan hidrogel dilakukan pada jam ke-1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 20, 21, 22, 23, 24, 48, 72, 96, 120, 144, dan 168. Hari pertama pengukuran dari pukul 11:00 hingga 18:00, hari kedua pengukuran dimulai dari pukul 07:00 hingga 11:00, dan hari ketiga sampai hari ketujuh dilakukan pada pukul 11:00. *Water Retention* (%WR) dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut (Durpekova et al., 2021):

$$\%WR = \frac{W_t - W}{W_o - W} \times 100\% \quad \text{Persamaan (3.2)}$$

Keterangan:

%WR = Persentase *water retention* (%)

W_t = Massa hidrogel setiap jam atau hari setelah *swelling* (gram)

W_o = Massa hidrogel kering (gram)

W = Massa akhir hidrogel konstan (gram)

3.3.4.3 Porositas

Uji porositas dilakukan menggunakan *dry-wet-weight*. Hidrogel berukuran 1 cm x 1 cm ditimbang dalam keadaan kering, lalu direndam dalam 50 mL akuades selama 24 jam. Pengulangan dilakukan sebanyak 5 kali. Massa basah ditimbang dan dicatat selisih hasil penimbangan hidrogel dalam keadaan basah dan kering. Perhitungan porositas dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut (Shafie et al., 2020):

$$\varepsilon(\%) = \frac{\frac{W_w - W_d}{\rho_w}}{\frac{W_w - W_d}{\rho_w} + \frac{W_d}{\rho_p}} \quad \text{Persamaan (3.3)}$$

Keterangan:

W_w = berat hidrogel basah (gram)

ρ_w = densitas air (g/cm^3) = 0,996 g/cm^3 (Peppas & Merrill, 1976)

W_d = hidrogel kering (g)

ρ_p = densitas polimer (g/cm^3)

$$\rho_p = \frac{m \text{ (massa hidrogel kering, gram)}}{v \text{ (volume hidrogel kering, cm}^3\text{)}}$$

V = Panjang hidrogel (cm) x lebar hidrogel (cm) x tinggi/ketebalan hidrogel (cm)

Panjang hidrogel = 1 cm

Lebar hidrogel = 1 cm

Ketebalan hidrogel PVA/GA/POM = 0,005 cm

Ketebalan hidrogel PVA/GA/POM/CNT = 0,006 cm

3.3.4.4 Impregnasi (Absorpsi)

Hidrogel PVA/GA/POM dan PVA/GA/POM/CNT digunakan sebagai media untuk impregnasi nutrisi. Masing-masing hidrogel yang telah kering dari hasil pencucian dipotong berukuran 2 cm x 2 cm, lalu direndam ke dalam larutan nutrisi NaCl dan KCl dengan variasi konsentrasi masing-masing nutrisi yang terdiri atas NaCl 0,25 M, NaCl 0,5 M, KCl 0,25 M, dan KCl 0,5 M sebanyak 400 mL dengan pengadukan menggunakan *stirrer* dengan kecepatan 200 rpm. Konduktometer dikalibrasi terlebih dahulu menggunakan larutan standar 1.413 $\mu\text{S/cm}$. Uji impregnasi diukur menggunakan konduktometer untuk melihat jumlah ion nutrisi yang masuk atau dapat diserap oleh hidrogel. Konduktivitas larutan nutrisi tanpa sampel diukur dan dicatat terlebih dahulu. Pengukuran konduktivitas absorpsi hidrogel terhadap nutrisi diukur dan dicatat setiap 30 detik selama 4200 detik atau 70 menit. Hasil hidrogel pada impregnasi dikeringkan dengan cara diangin-anginkan pada udara terbuka selama satu hari untuk selanjutnya digunakan pada pengujian *release behavior*.

3.3.4.5 Release Behavior (Desorpsi)

Uji *release* hidrogel menggunakan sampel hidrogel kering hasil impregnasi. Sampel terdiri atas hidrogel PVA/GA/POM-NaCl 0,25M; PVA/GA/POM-NaCl 0,5M; PVA/GA/POM-KCl 0,25M; PVA/GA/POM-KCl 0,5M; PVA/GA/POM/CNT-NaCl 0,25M; PVA/GA/POM/CNT-NaCl 0,5M; PVA/GA/POM/CNT-KCl 0,25M; dan PVA/GA/POM/CNT-KCl 0,5M direndam ke dalam 400 mL akuades dengan pengadukan menggunakan *stirrer* pada kecepatan 200 rpm. Konduktometer dikalibrasi terlebih dahulu menggunakan larutan standar 1.413 $\mu\text{S}/\text{cm}$. Pengukuran konduktivitas listrik dapat digunakan untuk memperkirakan pelepasan nutrisi ke dalam larutan (Cancellier et al., 2018; Hendrawan et al., 2021; Saeed & Abdeen, 2015). Pengukur konduktivitas listrik adalah instrumen yang murah, tersedia secara luas, dan mudah dioperasikan dengan waktu respons yang sangat singkat (Cancellier et al., 2018). Pengukuran pada uji desorpsi menggunakan konduktometer untuk melihat jumlah ion nutrisi yang keluar pada hidrogel. Konduktivitas akuades tanpa sampel diukur dan dicatat terlebih dahulu. Pengukuran konduktivitas desorpsi hidrogel terhadap akuades diukur dan dicatat setiap 30 detik selama 4200 detik atau 70 menit.