

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian**

Penelitian dilakukan pada bulan Maret sampai dengan bulan Agustus 2023 yang terdiri dari beberapa tahap, yaitu sintesis hidrogel, pencucian hidrogel, optimasi komposisi hidrogel PVA/GA/POM/Cx, karakterisasi hidrogel, swelling ratio, water retention, dan release behavior PVA/GA/POM/Cx tersisipi nutrisi urea. Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan FPMIPA-B Universitas Pendidikan Indonesia.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini diantaranya neraca analitik, corong Buchner, labu Buchner, pipet mikro 1 mL, gelas ukur, labu ukur, gelas kimia, pengaduk, spatula, hot plate, mechanical stirrer, alat uji konduktivitas, pH meter, cooling incubator, dan cetakan membran hidrogel berbahan akrilik. Instrumen yang digunakan meliputi *Fourier Transform Infra Red (FTIR)* Shimadzu 8400, *Scanning Electron Spectroscopy (SEM)* TESCAN Vega 4, dan *X-Ray Diffraction (XRD)* Bruker D8 Advance 3kW. Aplikasi yang digunakan terdapat *Software ImageJ 1.53 a Java 1.8.0\_112, 64-bit*.

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini diantaranya adalah asam asetat 98% (Merck, Jerman), methanol 96% (Merck, Jerman), glutaraldehyd 25 % (Merck, Jerman), asam sulfat 98% (Merck, Jerman), dan padatan Polivinil alkohol (PVA) teknis (Brataco, Singapura), daun *Premna oblongifolia* Merr (POM) kering (lokal), aqua demineralisasi (lokal), urea p.a (Merck, Jerman), padatan natrium hidroksida (Merck, Jerman), MWCNT (Merck, Jerman), arang batok kelapa (lokal), kalium bromat (Merck, Jerman), larutan metil jingga (Merck, Jerman), HCl 37% (Merck, Jerman) dan urea teknis (lokal).

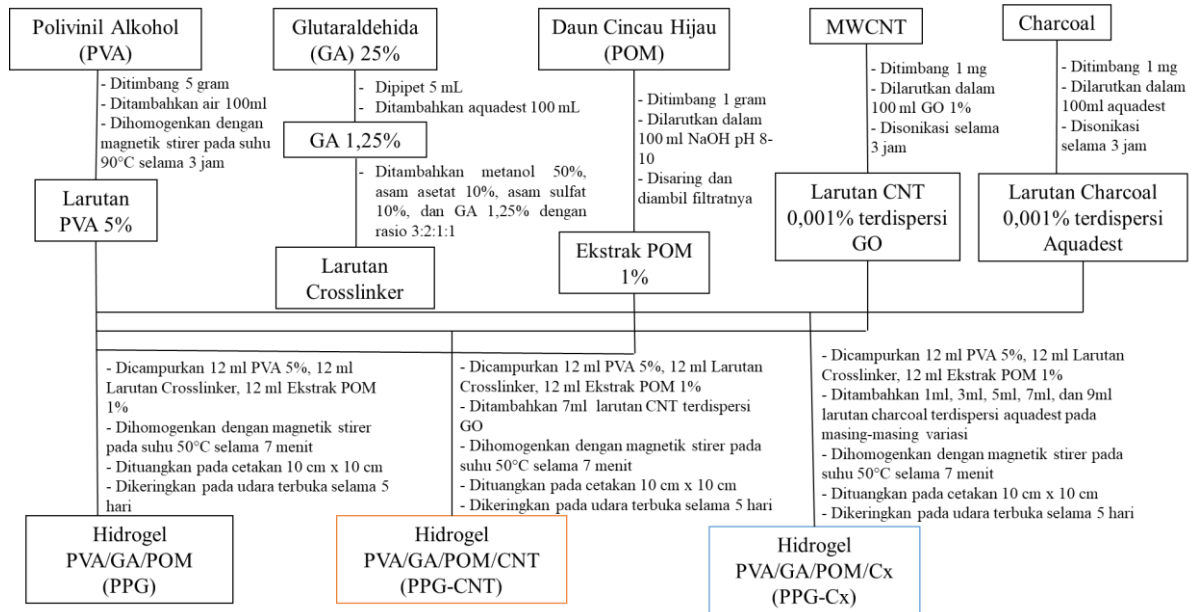
### 3.3 Metode Penelitian

Tahapan pertama yang dilakukan dalam penelitian ini adalah sintesis PVA/GA/POM, PVA/GA/POM/CNT, dan PVA/GA/POM/Cx. Hidrogel PVA/GA/POM/Cx disintesis dalam lima variasi komposisi. Diantaranya adalah PVA/GA/POM dengan penambahan charcoal terdispersi sebanyak 1 mL dalam konsentrasi 0,001% (PPG-C1), PVA/GA/POM dengan penambahan charcoal terdispersi sebanyak 3 mL dalam konsentrasi 0,001% (PPG-C3), PVA/GA/POM dengan penambahan charcoal terdispersi sebanyak 5 mL dalam konsentrasi 0,001% (PPG-C5), PVA/GA/POM dengan penambahan charcoal terdispersi sebanyak 9 mL dalam konsentrasi 0,001% (PPG-C7), dan PVA/GA/POM dengan penambahan charcoal terdispersi sebanyak 1 mL dalam konsentrasi 0,001% (PPG-C9).

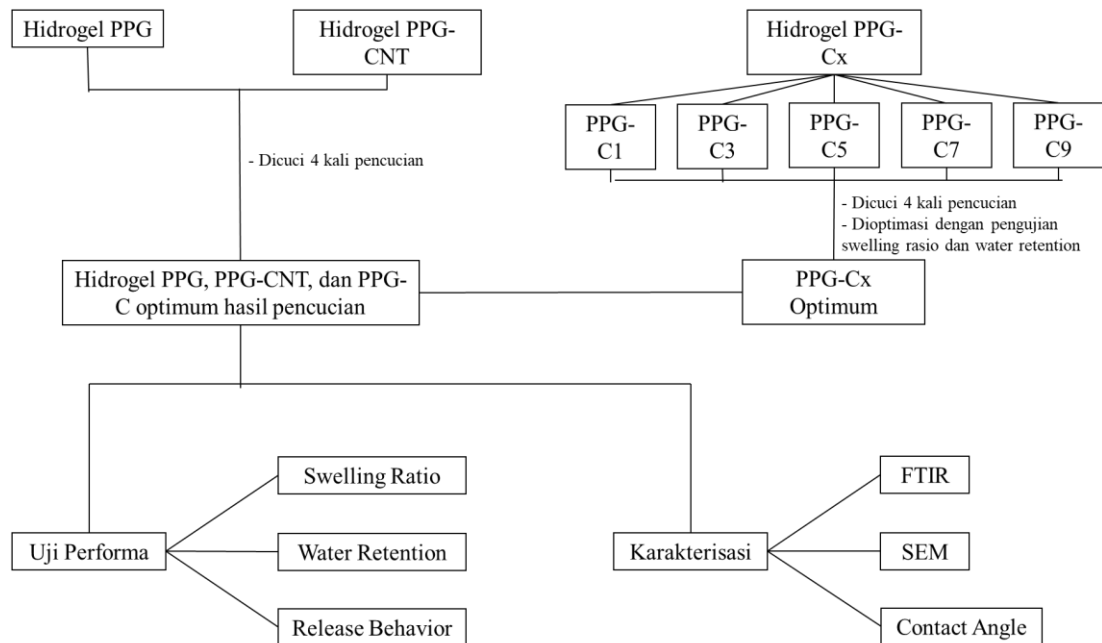
Hidrogel yang telah disintesis kemudian dicuci menggunakan akuades dengan volume sebanyak 400 mL setiap pencucian membran dilakukan pencucian empat kali hingga pH dan konduktivitas konstan. Kemudian masing-masing variasi hidrogel dengan penambahan charcoal dilakukan optimasi dengan menguji kemampuan swelling ratio dan water retention untuk memperoleh konsentrasi yang paling optimum.

Tahapan selanjutnya yaitu uji karakterisasi dengan instrumen, FTIR, SEM dan sudut kontak serta dilakukan kajian performa yang meliputi *swelling ratio*, *water retention*, dan *release behavior* untuk mengetahui banyak informasi pada hidrogel PVA/GA/POM/Cx yang telah dibuat.

### 3.4 Prosedur Penelitian



**Gambar 3. 1** Prosedur Sintesis Hidrogel PPG, PPG-CNT, dan PPG-Cx



**Gambar 3. 2** Prosedur Pengujian Hidrogel PPG, PPG-CNT, dan PPG-C

#### 3.4.1 Tahap Pembuatan Pereaksi dan Sintesis

#### **3.4.1.1 Pembuatan Larutan NaOH pH 10**

NaOH ditimbang dengan massa 0,0004 gram, kemudian dilarutkan dengan akuades hingga volume 100 mL. pH diukur menggunakan pH meter.

#### **3.4.1.2 Pembuatan Larutan PVA 5% (% w/v)**

Pembuatan larutan PVA 5% dilakukan dengan ditimbang padatan PVA teknis sebanyak 5 gram lalu dilarutkan ke dalam 100 mL akuades dan diaduk dengan suhu 90°C selama  $\pm$  3 jam.

#### **3.4.1.3 Pembuatan Larutan Asam Asetat 10% (% v/v)**

Larutan asam asetat 98% ( $M_r = 60,05$  g/mol;  $\rho = 1,05$  g/cm<sup>-3</sup> (20°C)) dipipet sebanyak 10,20 mL lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas kemudian dihomogenkan.

#### **3.4.1.4 Pembuatan Metanol 50 % (% v/v)**

Larutan metanol 96% ( $M_r = 32,04$  g/mol;  $\rho = 0,791-0,793$  g/cm<sup>-3</sup> (20°C)) dipipet sebanyak 52,08 mL lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas kemudian dihomogenkan.

#### **3.4.1.5 Pembuatan Glutaraldehid (GA) 1,25% (% v/v)**

Larutan glutaraldehida 25% ( $M_r = 100,12$  g/mol;  $\rho = 1,055-1,065$  g/cm<sup>-3</sup> (20°C)) dipipet sebanyak 5 mL lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas kemudian dihomogenkan.

#### **3.4.1.6 Pembuatan Asam Sulfat 10% (% v/v)**

Larutan asam sulfat 98% ( $M_r = 98,08$  g/mol;  $\rho = 1,478-1,481$  g/cm<sup>-3</sup> (20°C)) dipipet sebanyak 10,20 mL lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas kemudian dihomogenkan.

#### **3.4.1.7 Pembuatan Larutan Crosslinker dengan Perbandingan Valume (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.

#### **3.4.1.8 Dispersi CNT dan C 0,001%**

CNT ditimbang sebanyak 1 mg dan dimasukkan ke dalam larutan 100 mL Grafen Oksida (GO) 1%. Kemudian sonikasi selama 3 jam.

C ditimbang sebanyak 1 mg dalam 100 mL akuades, disonikasi selama minimal 3-6 jam sampai C terdispersi.

#### **3.4.1.9 Pembuatan Larutan Nutrien Urea 1 M**

Pupuk Urea ditimbang sebanyak 6,0056 gram lalu dilarutkan ke dalam 50 mL akuades dan diaduk hingga homogen. Kemudian ditambahkan atau ditandabatkan akuades hingga volume 100 mL.

#### **3.4.1.10 Preparasi *Premna oblongifolia*. Merr (POM)**

Daun POM dicuci menggunakan air bersih untuk menghilangkan pengotor, lalu dikeringkan pada udara terbuka tanpa kontak sinar matahari langsung selama 1 hari untuk mengantisipasi rusaknya senyawa kimia pada POM. Kemudian pengeringan lanjutan dilakukan dengan bantuan oven pada suhu  $<60^{\circ}\text{C}$ . Pengeringan bertujuan untuk mendapatkan simplisia yang awet dan tidak rusak ketika digunakan dan disimpan dalam jangka waktu yang lama. Sampel simplisia POM yang kering dihaluskan menggunakan blender agar luas permukaan partikelnya besar dan proses ekstraksi menjadi maksimal. Simplisia POM diaduk hingga homogen dan disimpan ke dalam wadah tertutup (Putri, 2015).

#### **3.4.1.11 Pembuatan Ekstrak 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).

### 3.4.1.12 Optimasi Komposisi C

Pada tahap ini pembuatan hidrogel PVA/GA/POM dengan 4 variasi komposisi C untuk mengetahui komposisi optimum ini adalah volume PVA, volume ekstrak POM, volume crosslinker, suhu, dan waktu pemanasan. Kondisi optimum masing-masing variabel tetap ini mengikuti hasil penelitian (Putri, 2013).

Larutan PVA ditambahkan ekstrak POM, larutan *crosslinker*, dan larutan C dengan perbandingan masing-masing seperti pada tabel 3.1. kemudian diaduk selama 7 menit dengan menggunakan *magnetik stirer* hingga homogen dengan bantuan pemanasan pada suhu 50<sup>0</sup>C. Kemudian dituangkan kedalam cetakan plastik berbentuk kotak masing-masing dibiarkan mengering selama ± 5 hari.

**Tabel 3. 1** Variasi komposisi PVA/GA/POM/C untuk dioptimasi

PVA (mL)	Ekstrak POM (mL)	<i>Crosslinker</i> (mL)	Volume C 0,001% terdispersi (mL)	Suhu ( <sup>0</sup> C)	Waktu Pemanasan (menit)
12	12	12	1	50	7
			3		
			5		
			7		
			9		

### 3.4.2 Pencucian Hidrogel

Pencucian hidrogel yang telah kering menggunakan akuades yang sebelumnya telah diketahui pH dan konduktivitas awalnya. Hidrogel yang telah dibuat kemudian masing-masing direndam dalam akuades dengan volume 400 mL setiap pencucian dan dilakukan pengadukan menggunakan stirrer dengan kecepatan pengadukan 200 rpm, pengukuran pH dan konduktivitas aqua demineralisasi dilakukan setiap 30 detik. Pencucian hidrogel dilakukan selama 10 menit. Pencucian dilakukan sebanyak empat kali.

### 3.4.3 Uji Karakterisasi

#### 3.4.3.1 Fourier Transforms Infrared Spectroscopy (FTIR)

Pengujian ini untuk menemukan gugus fungsi pada hidrogel. Alat yang digunakan adalah FTIR Shimadzu 8400. Diujikan beberapa sampel yaitu PVA/GA/POM, PVA/GA/POM/CNT, dan PVA/GA/POM/C. Spektrum direkam pada daerah bilangan gelombang dari  $4000\text{ cm}^{-1}$  sampai  $500\text{ cm}^{-1}$ . Kemudian hasil spektrum yang diperoleh dibandingkan satu sama lain untuk mengetahui pengaruh penambahan charcoal dalam pembentukan gugus fungsi pada hidrogel.

#### 3.4.3.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Pengujian ini bertujuan untuk mengetahui penampang muka hidrogel dan ukuran pori hidrogel. Sebelum diuji, membran hidrogel digunting dengan ukuran  $1\text{ cm} \times 1\text{ cm}$  kemudian dicoating menggunakan platina yang berfungsi sebagai penghantar. Setelah itu, sampel ditempatkan pada wadah sampel kemudian diuji bentuk morfologinya menggunakan SEM dengan tegangan  $5\text{ kV}$  dan dengan perbesaran  $1.000 - 3.000$  kali. Spesifikasi SEM yang digunakan adalah TESCAN Vega 4.

#### 3.4.3.3 X-Ray Diffraction (XRD)

Analisis XRD digunakan untuk mengetahui ukuran kristalit yang terbentuk pada hidrogel CRF digunakan instrumen XRD dengan sumber *x-ray*  $\text{CuK}\alpha$  dan panjang gelombang  $0,154\text{ nm}$ . Sebelum diuji, hidrogen terlebih dahulu dikeringkan kemudian dihaluskan. Setelah itu, sampel ditempatkan pada wadah sampel kemudian diuji dan diperoleh difraktogram dari sampel. Jarak interlayer sampel dapat ditentukan dengan analisis menggunakan persamaan Bragg

Persamaan Bragg:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \text{ (Persamaan 3.1)}$$

Keterangan :

$d$  : jarak interlayer

$\lambda$  : panjang gelombang

$n$  : orde difraksi

$\theta$  : sudut difraksi

#### 3.4.3.4. Sudut Kontak (*Contact Angle*)

Pengukuran sudut kontak dapat menentukan hidrofilisitas permukaan hidrogel. Metode perhitungan sudut kontak menggunakan metode *sessile drop*. Hidrogel kering disimpan pada desikator selama 24 jam untuk memastikan hidrogel terbebas dari molekul air. Kemudian 20  $\mu\text{L}$  akuades diteteskan di atas permukaan hidrogel menggunakan *microsyringe*, sudut kontak yang diperoleh, lalu dievaluasi. Pengukuran sudut kontak dilakukan pada 5 titik yang berbeda di setiap sampel untuk meminimalisasi *experimental error* dan memperoleh nilai rata-rata. Hasil uji hidrogel pada variasi komposisi dibandingkan (Gull et al, 2020).

Pengukuran sudut kontak dilakukan dengan meneteskan setetes akuades pada permukaan hidrogel, kemudian dilakukan pengambilan foto menggunakan kamera *handphone*. Untuk memperoleh kestabilan yang bagus, digunakan tripod untuk menopang *handphone*. Kemudian gambar yang diperoleh dihitung sudut kontak menggunakan aplikasi ImageJ. Pengukuran dilakukan di kedua sisinya dan kemudian di rata-ratakan. Pengukuran dilakukan pada 5 titik yang berbeda pada masing-masing sampel. Setiap titik diambil 5 gambar yang diukur dan di rata-ratakan.

### 3.4.4 Uji Performa

#### 3.4.4.1 Swelling Ratio

Pengujian performa swelling ratio dilakukan dengan metode gravimetri dengan tujuan untuk mengetahui kemampuan menyerap air dari hidrogel. Hidrogel kering ( $W_0$ ) ditimbang lalu direndam dalam 50 mL akuades dalam cawan petri. Hidrogel diangkat setiap 5 menit kemudian ditimbang selama 2 jam. Swelling ratio pada hidrogel dapat ditentukan berdasarkan rumus berikut :

$$SR(\%) = \frac{W_t - W_0}{W_0} \times 100 \quad (\text{Persamaan 3.2})$$

Keterangan:



SR = Persentase swelling ratio (%)

$W_t$  = Massa hidrogel basah (gram)

$W_0$  = Massa hidrogel kering (gram)

#### 3.4.4.2 Water Retention

Pengujian *water retention* merupakan salah satu parameter analisis performa hidrogel untuk mengetahui kemampuan hidrogel mempertahankan air pada waktu tertentu. Sampel untuk pengujian *water retention* didapatkan dari sampel pengujian *swelling ratio*. Hidrogel yang basah dari pengujian swelling disimpan di dalam wadah, disimpan pada udara terbuka, kemudian dilakukan penimbangan massa hidrogel setiap 24 jam selama 14 hari.

*Water retention* (%WR) dapat dihitung dengan persamaan berikut:

$$WR(\%) = \frac{W_t - W_\infty}{W_0 - W_\infty} \times 100 \quad (\text{Persamaan 3.3})$$

Keterangan:

WR = Persentase water retention (%)

$W_0$  = Massa hidrogel kering (gram)

$W_t$  = Massa hidrogel setiap harinya setelah ditambahkan akuades (gram)

$W_\infty$  = Massa akhir hidrogel konstan (gram)

#### 3.4.4.4 Release Behavior

Hidrogel PVA/GA/POM/C yang telah diimpregnasi dengan larutan urea selama 150 menit dan dikeringkan selanjutnya akan dilakukan pengujian release. Pengujian release dilakukan dengan menggunakan satu buah hidrogel PVA/GA/POM/C yang telah tersisipi urea. Hidrogel direndam pada 400 mL akuades dengan pengadukan menggunakan stirrer. Akuades yang digunakan untuk merendam hidrogel yang tersisipi urea, kemudian dipipet ke dalam botol vial setiap 30 menit sekali. Sampel tersebut diuji menggunakan UV-Vis untuk mengetahui kadar urea yang terelease pada akuades dan kemudian hasil pengujian dibandingkan

dalam bentuk grafik. Spesifikasi UV-Vis yang digunakan adalah Spektrofotometri UV-Vis M-1240 Shimadzu single beam.

Pengujian kadar urea yang terdisorpsi dilakukan dengan menguji larutan pada media mengacu pada penelitian Bojic et al., 2008. Analit dimasukkan ke dalam labu ukur, tambahkan 5 mL akuades, 1 mL klorida 2,33 M, diikuti 1 mL larutan metil jingga 0,0006 M. Kemudian tambahkan 1 mL bromat 0,001 M pada larutan dan encerkan hingga tanda batas. Larutan dicampur dan sebagian larutan dipindahkan ke kuvet. Dilakukan pengukuran absorbansi dari masing-masing sampel.