

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini terbagi menjadi beberapa tahap yaitu tahap preparasi bahan, sintesis hidrogel, karakterisasi hidrogel dan analisis kinerja hidrogel. Penelitian tersebut dilaksanakan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan FPMIPA B dan Laboratorium Kimia Instrumen FPMIPA A, Departemen Pendidikan Kimia, Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pendidikan Indonesia. Waktu penelitian dilaksanakan pada bulan Maret hingga Juli 2023.

3.2. Alat dan Bahan

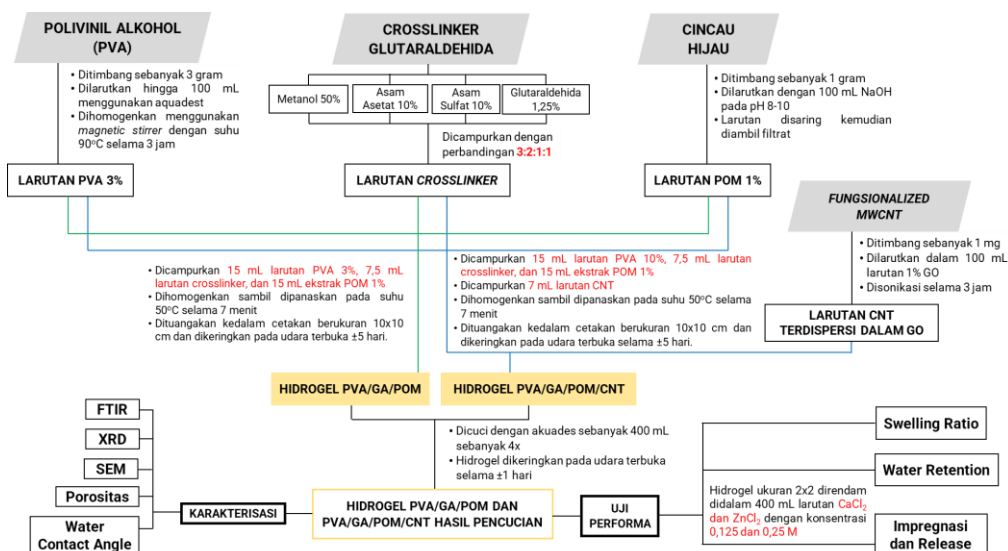
Pada penelitian ini alat yang digunakan yaitu neraca analitik, *hotplate*, thermometer, *overhead stirrer*, labu ukur 50, 100, dan 500 mL, gelas ukur 10, 50 mL, 100 dan 250 mL, gelas kimia 100, 400 dan 500 mL, pipet volumetri 5, 10, 25 dan 50 mL, cetakan hidrogel 10 cm x 10 cm, pipet tetes, batang pengaduk, spatula, kaca arloji, konduktometer, pH meter, mikrometer (Mutitoyo 0-25 mm 0,0001 mm), *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) (Shimadzu 8400), dan *Scanning Electron Spectroscopy* (SEM) (TESCAN Vega 4).

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu polivinil alkohol (PVA) p.a (BM: 145000 g/mol) *fully hydrolyzed* (Merck), glutaraldehida (GA) 25% (Merck), daun cincau hijau (lokal) (*Premna oblongifolia Merr.*), *Multiwalled Carbon Nanotube* (MWCNT) *functionalized*, *graphene oxide* (GO), metanol (CH₃OH) 96% p.a (Merck), asam asetat (CH₃COOH) glasial (Merck), asam sulfat (H₂SO₄) 97% p.a (Merck), kalsium klorida (CaCl₂·2H₂O) (Merck), dan zink (II) klorida (ZnCl₂) (Merck).

3.3. Prosedur Penelitian

Penelitian ini terbagi menjadi beberapa tahap yaitu tahap preparasi bahan prekursor, optimasi komposisi prekursor, sintesis hidrogel, karakterisasi

hidrogel menggunakan instrumentasi FTIR dan SEM, pengukuran sudut kontak dan porositas, serta analisis kinerja yang meliputi *swelling ratio*, *water retention*, kinetika release (absorpsi dan desorpsi) menggunakan konduktometer. Metode ini merujuk pada metode penelitian yang telah dilakukan sebelumnya oleh (Haryati, Nina, 2016). Secara garis besar metode penelitian yang dilakukan digambarkan pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1. Bagan alir penelitian

3.3.1. Preparasi Bahan

1. Pembuatan larutan polivinil alkohol (PVA) 3%w/v

Padatan PVA (BM: 145000 gram/mol) ditimbang sebanyak 3 gram menggunakan gelas kimia 250 mL, lalu dilarutkan menggunakan akuades hingga 100 mL. Larutan kemudian dihomogenkan menggunakan *magnetic stirrer* disertai pemanasan pada suhu 90°C hingga 3 jam (hingga larut).

2. Pembuatan larutan crosslinker

a. Larutan metanol 50% (%v/v)

Larutan metanol 50% dibuat dengan mengambil 52,08 mL metanol 96% (Mr: 32,04 g/mol; ρ : 0,791-0,793 g/cm³ (20°C)) ke dalam gelas kimia 250 mL (yang telah diisi akuades secukupnya),

kemudian ditambahkan akuades hingga 100 mL, lalu dihomogenkan.

b. Larutan asam asetat 10%

Larutan asam asetat 10% dibuat dengan mengambil 10 mL asam asetat glasial (Mr: 60,05 g/mol; ρ : 1,05 g/cm³ (20°C)) ke dalam gelas kimia 250 mL (yang telah diisi akuades secukupnya), kemudian ditambahkan akuades hingga 100 mL, lalu dihomogenkan.

c. Larutan asam sulfat 10%

Larutan asam sulfat 10% dibuat dengan mengambil 10,20 mL asam sulfat 98% (Mr: 98,08 g/mol; ρ : 1,478-1,481 g/cm³ (20°C)) ke dalam gelas kimia 250 mL (yang telah diisi akuades secukupnya), kemudian ditambahkan akuades hingga 100 mL, lalu dihomogenkan.

d. Larutan glutaraldehida 1,25%

Larutan glutaraldehida 1,25% dibuat dengan mengambil 5 mL glutaraldehida 25% (Mr: 100,12 g/mol; ρ : 1,055-1,065 g/cm³ (20°C)) ke dalam gelas kimia 250 mL (yang telah diisi akuades secukupnya), kemudian ditambahkan akuades hingga 100 mL, lalu dihomogenkan.

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

3. Pembuatan ekstrak POM

Sampel daun cincau hijau (POM) dicuci menggunakan air bersih lalu dikeringkan selama ± 3 minggu diudara terbuka tanpa terkena matahari atau bisa dikeringkan dalam oven dengan suhu <100°C. Daun cincau kering kemudian dihaluskan menggunakan blender. Serbuk daun cincau hijau (POM) disimpan pada wadah tertutup. Ekstrak POM dibuat dengan menimbang 1 gram serbuk POM yang telah dihaluskan, lalu

ditambahkan larutan NaOH pH 8-10. Larutan diaduk dengan magnetic stirrer selama 1 jam, kemudian difiltrasi dengan menggunakan corong Buchner, lalu diambil bagian filtrat sebagai ekstrak POM (Putri, 2013).

4. Dispersi MWCNT

Padatan MWCNT yang telah difungsionalisasi ditimbang sebanyak 1 mg menggunakan gelas kimia 100 mL, kemudian ditambahkan larutan 1% (1% dalam 100 mL akuades) graphene oxide (GO) hingga 100 mL, dan disonikasi selama 3 jam.

5. Pembuatan larutan CaCl_2

Larutan CaCl_2 0,125M dibuat dengan cara menimbang padatan $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 9,1875 gram menggunakan kaca arloji, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL (yang telah diisi akuades secukupnya) dan dihomogenkan, kemudian larutan ditambahkan akuades hingga tanda batas lalu dihomogenkan kembali.

Sedangkan larutan CaCl_2 0,25M dibuat dengan cara menimbang padatan $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 36,75 gram menggunakan kaca arloji, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL (yang telah diisi akuades secukupnya) dan dihomogenkan, kemudian larutan ditambahkan akuades hingga tanda batas lalu dihomogenkan kembali.

6. Pembuatan larutan ZnCl_2

Larutan ZnCl_2 0,125M dibuat dengan cara menimbang padatan ZnCl_2 sebanyak 8,5188 gram menggunakan kaca arloji, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL (yang telah diisi akuades secukupnya) dan dihomogenkan, kemudian larutan ditambahkan akuades hingga tanda batas lalu dihomogenkan kembali.

Sedangkan larutan ZnCl_2 0,25M dibuat dengan cara menimbang padatan ZnCl_2 sebanyak 17,0375 gram menggunakan kaca arloji, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL (yang telah diisi akuades

secukupnya) dan dihomogenkan, kemudian larutan ditambahkan akuades hingga tanda batas lalu dihomogenkan kembali.

3.3.2. Optimasi Komposisi Optimum pada Sintesis Hidrogel PVA/GA/POM dan PVA/GA/POM/CNT

Penelitian sebelumnya yaitu Putri (2013) telah melakukan sintesis hidrogel PVA/GA/POM dan mendapatkan komposisi optimum volume PVA, glutaraldehida, dan POM yang digunakan berturut-turut adalah 10, 18, dan 10 mL. Selanjutnya Haryati (2016) telah menentukan volume optimum dari penambahan CNT terhadap hidrogel PVA/GA/POM yaitu 7 mL. Pada penelitian ini dilakukan optimasi komposisi kembali untuk sintesis hidrogel PVA/GA/POM (PGP) dan PVA/GA/POM/CNT (PGPC) karena terdapat beberapa perbedaan spesifikasi dari bahan yang digunakan. Perbedaan tersebut terdapat pada berat molekul PVA yang digunakan. Pada penelitian sebelumnya menggunakan PVA teknis (BM: 6000 g/mol), sedangkan pada penelitian ini menggunakan PVA p.a dengan BM:145000 g/mol.

Variasi yang digunakan pada optimasi komposisi prekursor ditunjukkan pada Tabel 3.1. Parameter keberhasilan hasil optimasi diamati dari visual hidrogel yang halus, tidak terjadi gumpalan dan dapat terdispersi dengan baik.

Tabel 3.1.
Variasi setiap prekursor pada proses optimasi komposisi optimum

KONSENTRASI	KOMPOSISI (mL)				Dispersi <i>functionalized</i> MWCNT
	PVA (%)	PVA	<i>Crosslinker</i>	POM 1%	
1		10	18	-	-
2		10	18	-	-
		10	18	-	-
		10	10	10	-
3		10	5	10	-
		15	7.5	15	-
		15	7.5	15	7

Setelah didapatkan komposisi optimum, hidrogel PGP disintesis dengan mencampurkan larutan PVA, *crosslinker* dan ekstrak POM kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* sambil dipanaskan pada suhu 50°C selama 7 menit.

Larutan yang telah homogen dituangkan ke dalam cetakan berbahan akrilik berukuran 10x10 cm dan dikeringkan pada udara terbuka selama ± 5 hari.

Hidrogel PGPC disintesis dengan mencampurkan larutan PVA, *crosslinker*, ekstrak POM, dan dispersi *functionalized* MWCNT (dengan komposisi optimum yang telah didapatkan), kemudian diaduk menggunakan magnetic stirrer sambil dipanaskan pada suhu 50°C selama 7 menit. Larutan yang telah homogen dituangkan ke dalam cetakan berbahan akrilik berukuran 10x10 cm dan dikeringkan pada udara terbuka selama ± 5 hari.

3.3.3. Pencucian Hidrogel

Pencucian hidrogel dilakukan dengan menyiapkan akuades sebanyak 400 mL dalam gelas kimia kemudian diukur pH dan konduktivitas awal. Hidrogel yang telah kering kemudian dicelupkan ke dalam akuades dan diaduk menggunakan *overhead stirrer* dengan kecepatan 200 rpm. Pencucian hidrogel dilakukan secara berulang atau hingga konduktivitas larutan konstan dan pH larutan mendekati pH awal akuades. Setelah selesai pencucian, hidrogel dikeringkan kembali di udara terbuka selama 24 jam.

3.3.4. Uji Karakterisasi

1. Karakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Karakterisasi menggunakan spektroskopi FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terbentuk dan dapat menunjukkan interaksi kimia yang terjadi antar prekursor hidrogel. Pengukuran menggunakan FTIR berdasarkan pada prinsip penyerapan radiasi inframerah oleh molekul, kemudian menyebabkan terjadinya vibrasi. Spektrum yang dihasilkan dari setiap prekursor memiliki pola yang khas. Sampel yang akan dianalisis merupakan sampel PGP dan PGPC yang telah dicuci dan dikeringkan kembali.

2. Karakterisasi menggunakan *Scanning Electron Spectroscopy* (SEM)

Karakterisasi menggunakan SEM digunakan untuk mengetahui struktur morfologi permukaan dan *cross section* dari hidrogel. Foto

morfologi diperoleh berdasarkan hasil deteksi elektron yang dihamburkan atau berdasarkan elektron sekunder yang berasal dari permukaan sampel. Sampel yang akan dianalisis merupakan sampel PGP dan PGPC yang telah dicuci dan dikeringkan kembali.

3. Pengukuran Sudut Kontak Air (*Water Contact angle*)

Sifat hidrofilitas dapat ditentukan dengan mengukur sudut kontak air (*Water Contact Angle*). Pengukuran tersebut dilakukan dengan metode *sessile drop* atau sudut kontak yang terbentuk antara permukaan hidrogel dengan tetesan air. Perhitungan sudut kontak dilakukan melalui *Software Java ImageJ* fitur *dropsnake*. Hidrogel PGP dan PGPC yang telah dicuci dan dikeringkan kembali, dipotong menjadi ukuran 1x1 cm lalu ditempelkan pada meja datar, setelah itu akuades sebagai *liquid probe* diteteskan menggunakan *micropipet* sebanyak 20 μL diatas permukaan hidrogel pada suhu ruang. Pengukuran sudut kontak dilakukan sebanyak 5x untuk setiap hidrogel untuk meminimalkan *experimental error* dan memperoleh nilai rata-rata.

4. Pengukuran porositas

Porositas adalah rongga kosong dalam struktur hidrogel dapat diukur dengan metode *Dry Wet Zett* dan dinyatakan dalam persen. Hidrogel PGP dan PGPC yang telah dicuci dan dikeringkan kembali, dipotong menjadi ukuran 1x1 cm lalu ditimbang sebagai massa hidrogel kering, hidrogel direndam dalam wadah berisi 50 mL akuades selama 24 jam. Setelah 24 jam, hidrogel ditiriskan dengan kertas saring untuk menghilangkan air pada permukaan hidrogel, lalu ditimbang sebagai massa hidrogel basah (Khoerunnisa et al., 2020). Persen porositas dapat diukur menggunakan persamaan:

$$P = \frac{\frac{w_{pw} - w_{pd}}{\rho_w}}{\frac{w_{pw} - w_{pd}}{\rho_w} + \frac{w_d}{\rho_p}} \times 100$$

Keterangan:

- W_{pw} : massa hidrogel basah (gram),
 W_{pd} : massa hidrogel kering (gram),
 ρ_w : densitas air (g/cm^3) yang didapat dari referensi literatur dan telah disesuaikan dengan kondisi pengukuran, dan
 ρ_p : densitas polimer (g/cm^3) yang didapat dari perhitungan massa jenis hidrogel yaitu massa kering hidrogel per volume hidrogel yang digunakan).

3.3.5. Uji Kinerja

1. *Swelling ratio*

Swelling ratio didefinisikan sebagai jumlah air yang diserap oleh hidrogel sehingga hidrogel akan mengembang dan dinyatakan dalam fraksi atau persen. Pengukuran *swelling ratio* dilakukan dengan menggunakan metode gravimetri atau berdasarkan pengukuran massa. Hidrogel PGP dan PGPC yang telah dicuci dan dikeringkan dipotong menjadi ukuran 2x2 cm kemudian ditimbang sebagai massa hidrogel kering. Setiap hidrogel direndam dalam 50 mL akuades dan ditimbang setiap 5 menit sebagai massa hidrogel basah, pengukuran dilakukan hingga massa hidrogel konstan atau hingga tidak terjadi perubahan dan kerusakan pada hidrogel. Besarnya air yang diserap oleh hidrogel ditunjukkan sebagai % *swelling ratio* yang dihitung dengan cara :

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

dimana W_s adalah massa hidrogel basah (gram) dan W_d adalah massa hidrogel kering (gram) sebelum perendaman.

2. *Water retention*

Pengukuran *water retention* adalah salah satu parameter analisis kinerja hidrogel untuk mengetahui kemampuan hidrogel untuk mempertahankan air pada waktu tertentu. Sampel untuk pengujian *water retention* didapatkan dari sampel pengujian *swelling ratio*. Hidrogel yang telah direndam dari pengujian *swelling ratio* ditimbang

sebagai massa hidrogel basah, kemudian hidrogel disimpan di dalam wadah dan dikeringkan di dalam desikator. Dilakukan penimbangan massa hidrogel setiap 24 jam sekali mendapatkan massa yang konstan.

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

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

dimana W_0 adalah massa hidrogel awal (massa hidrogel basah hasil *swelling*) W_t adalah massa hidrogel kering yang diukur setiap hari, dan W_∞ adalah massa akhir hidrogel konstan.

2. Tahap absorpsi (impregnasi) nutiren

Hidrogel PGP dan PGPC yang telah melalui tahap pencucian dan pengeringan dipotong dengan ukuran 2x2 cm masing-masing 2 buah. Tahap absorpsi nutrien dilakukan sebanyak 4 seri, 2 seri untuk impregnasi menggunakan larutan CaCl_2 dengan konsentrasi 0,125 dan 0,25M, sedangkan 2 seri lain menggunakan larutan ZnCl_2 dengan konsentrasi 0,125 dan 0,25M. Setiap larutan dengan konsentrasi berbeda dimasukkan sebanyak 400 mL ke dalam gelas kimia 500 mL berbeda. Diukur nilai konduktivitas awal dari masing-masing larutan, kemudian dimasukkan hidrogel yang telah dipotong dan dihalangi penyangga akrilik agar hidrogel tidak berputar bersama larutan nutrien (set alat terlampir pada Gambar 4.16). Konduktivitas larutan diukur setiap 30 detik menggunakan konduktometer disertai pengadukan menggunakan *overhead stirrer* kecepatan 200 rpm hingga konduktivitas larutan konstan. Setelah proses absorpsi selesai, hidrogel dikeringkan di udara terbuka selama 24 jam.

3. Tahap desorpsi (release)

Tahap desorpsi (*release*) dilakukan dengan menyiapkan akuades sebanyak 400 mL dan diukur konduktivitas awal, kemudian hidrogel PGP dan PGPC yang telah melalui tahap impregnasi dimasukkan ke

dalam akuades. Konduktivitas akuades diukur setiap 30 detik dengan adanya pengadukan menggunakan *overhead stirrer* dengan kecepatan 200 rpm hingga konduktivitas larutan konstan. Setelah proses release selesai, hidrogel dikeringkan di udara terbuka selama 24 jam.