

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

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

Tahapan pada penelitian ini terdiri dari optimasi komposisi, sintesis dan karakterisasi. Tahap optimasi komposisi, sintesis dan karakterisasi hidrogel komposit yaitu uji kinerja dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan FPMIPA UPI Bandung. Tahap karakterisasi hidrogel komposit dilakukan di beberapa laboratorium sebagai berikut: (1) Laboratorium Karakterisasi Jurusan Fisika UIN Sunan Gunung Djati Bandung untuk karakterisasi dengan SEM, (2) Laboratorium Karakterisasi Metalurgi Departemen Pertambangan ITB Bandung untuk karakterisasi dengan XRD, dan (3) *Research Centre for Energy and Environmental Science, Shinshu University*, Jepang untuk karakterisasi dengan FTIR. Waktu penelitian dimulai pada bulan September 2014 sampai Juli 2015.

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

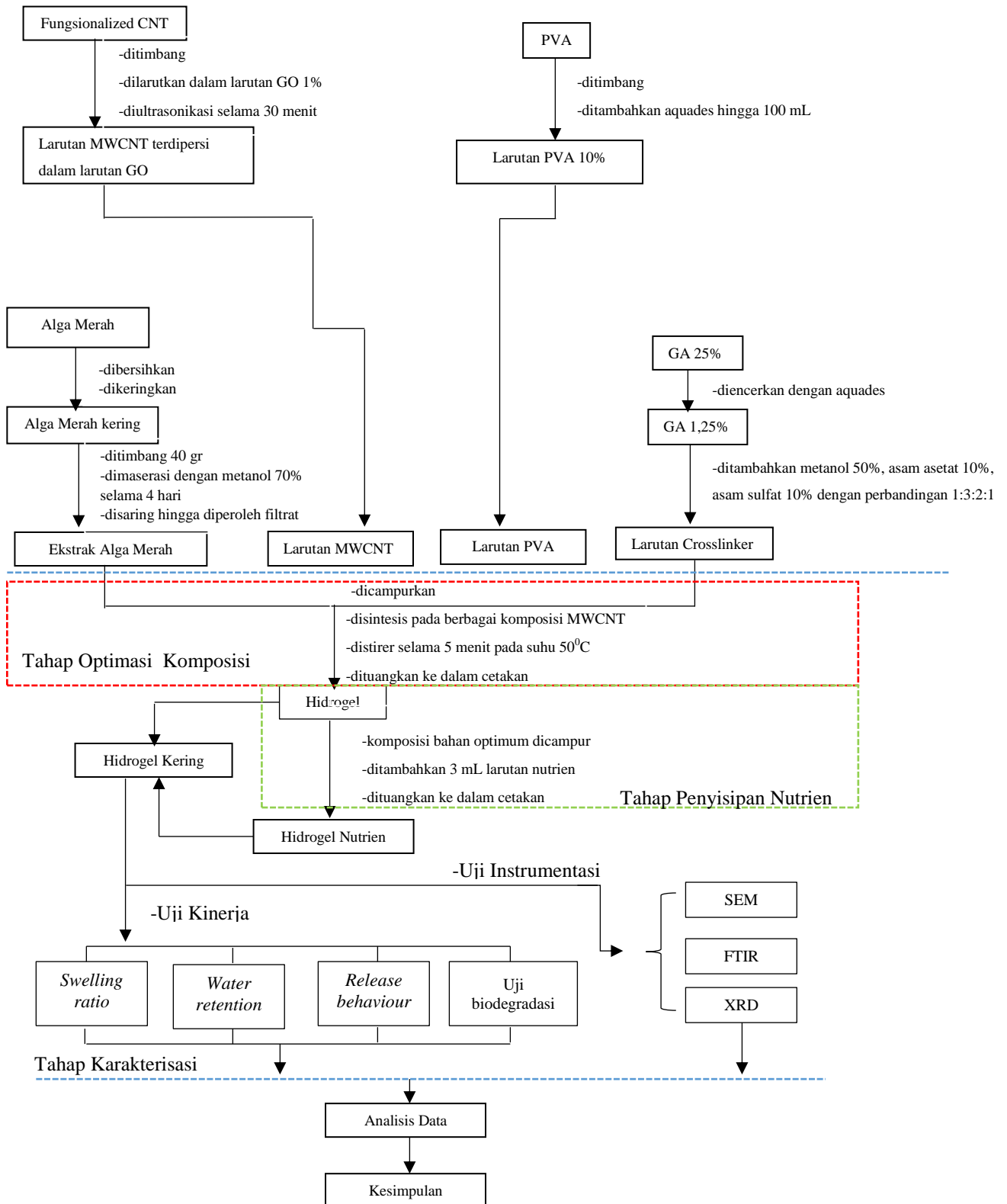
Bahan yang digunakan adalah alga merah kering, polivinil alkohol p.a (merck), glutaraldehid 25% p.a (merck), metanol, asam sulfat, asam asetat p.a (Merck), grafen oksida Madagascar, *multiwall carbon nanotube fungsionalized*, pupuk NPK Mutiara, tanah, dan aquades.

Sedangkan alat yang digunakan adalah alat gelas standar dan instrumentasi. Alat gelas standar meliputi gelas kimia 400 mL dan 100 mL, gelas ukur 100 mL, 50 mL, 25 mL dan 10 mL, labu ukur 250 mL dan 100 mL, kaca arloji, spatula, pipet tetes, mikropipet ukuran 2 mL, 5 mL dan 10 mL, batang pengaduk, corong *buchner*, labu erlenmeyer vakum 250 mL. Instrumentasi yang digunakan meliputi spektrofotometer *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), *Scanning Electron Spectroscopy* (SEM), *X-Ray Diffraction* (XRD), spektrofotometer serapan atom (AAS), *ultrasonic bath*, *magnetic stirrer*, cetakan hidrogel bulat dan *bar coat plate*, botol semprot, kertas saring, neraca analitik, penangas listrik dan blender.

### 3.3 Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan berbagai tahap yaitu tahap optimasi komposisi, sintesis dan karakterisasi. Tahap optimasi komposisi meliputi penentuan kondisi optimum komponen penyusun hidrogel disiapkan dengan berbagai variasi komposisi CNT dengan dua metode pencetakan hidrogel yaitu dalam bentuk tablet dan lembaran. Tahap ini dilakukan untuk mendapatkan hidrogel dengan sifat mekanik dan kinerja sebagai CRF meliputi uji swelling dan retensi air yang optimum. Komposisi hidrogel dengan kinerja optimum digunakan untuk mensintesis kembali hidrogel untuk kemudian disisipkan larutan nutrisi. Hidrogel hasil sintesis kemudian dikarakterisasi melalui uji kinerja *swelling* rasio, retensi air, *release behavior*, dan biodegradasi serta karakterisasi morfologi dan struktural dengan menggunakan bantuan instrumentasi SEM, FTIR dan XRD.

### 3.4 Prosedur Penelitian



**Gambar 3.1** Diagram Alir Penelitian

### **3.4.1 Tahap Optimasi Komposisi**

#### **3.4.1.1 Pembuatan Larutan Metanol 70%**

Larutan metanol 96% dipipet sebanyak 182,3 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL dan ditambahkan aquades sampai tanda batas kemudian dihomogenkan.

#### **3.4.1.2 Pembuatan Larutan PVA 10%**

PVA ditimbang sebanyak 10 gram, kemudian dilarutkan ke dalam 100 mL aquades, distirer dan dipanaskan pada suhu 90<sup>0</sup>C selama ± 3 jam hingga larut.

#### **3.4.1.3 Pembuatan Larutan Metanol 50%**

Larutan metanol 96% dipipet sebanyak 52,08 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan aquades sampai tanda batas kemudian dihomogenkan.

#### **3.4.1.4 Pembuatan Larutan Asam Asetat 10%**

Larutan asam asetat glasial dipipet sebanyak 10,20 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan aquades sampai tanda batas kemudian dihomogenkan.

#### **3.4.1.5 Pembuatan Larutan Asam Sulfat 10%**

Larutan asam sulfat 97% dipipet sebanyak 10,31 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan aquades sampai tanda batas kemudian dihomogenkan.

#### **3.4.1.6 Pembuatan Larutan Glutaraldehida 1,25%**

Larutan glutaraldehida 25% dipipet sebanyak 5 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan aquades sampai tanda batas kemudian dihomogenkan.

#### **3.4.1.7 Pembuatan Larutan Crosslinker Dengan Perbandingan 3:2:1:1**

Larutan metanol 50% ditambahkan larutan asam asetat 10%, larutan asam sulfat 10% dan larutan glutaraldehida 1,25% dengan perbandingan 3:2:1:1, kemudian campuran diaduk hingga homogen.

#### **3.4.1.8 Dispersi CNT dalam Larutan Grafen Oksida**

Grafen oksida (GO) koloid ditimbang sebanyak 1 gram dan dilarutkan ke dalam 100 mL aquades (1% w/v) kemudian diaduk. CNT ditimbang sebanyak 1 mg kemudian dimasukkan ke dalam larutan GO 1% dan diultrasonikasi selama 30 menit.

#### **3.4.1.9 Pembuatan Larutan Nutrien 20 g/L**

Pupuk NPK mutiara dengan perbandingan 16:16:16 ditimbang sebanyak 2 gram kemudian dilarutkan ke dalam 100 mL aquades.

#### **3.4.1.10 Preparasi Alga Merah**

Alga merah diperoleh dari daerah pantai di Garut, Jawa Barat. Alga merah dicuci terlebih dahulu dengan air untuk menghilangkan pasir, garam dan mikroorganisme yang menempel pada alga merah. Alga merah yang telah dicuci kemudian dikeringkan di udara terbuka tanpa terkena sinar matahari langsung selama beberapa minggu. Alga merah yang telah kering kemudian diblender hingga halus dan diayak menggunakan ayakan 100 mesh.

#### **3.4.1.11 Pembuatan Ekstrak Alga Merah**

Alga merah yang telah halus ditimbang sebanyak 40 gram dan dimasukkan ke dalam gelas kimia. Kemudian dimaserasi dengan 200 mL larutan metanol 70% selama 4 hari. Setelah 4 hari, larutan disaring hingga diperoleh ekstrak alga merah.

#### **3.4.1.12. Optimasi Komposisi CNT**

Pada tahap ini dilakukan pembuatan hidrogel PVA – Ekstrak Alga Merah – *Crosslinker* – CNT dengan 5 variasi komposisi CNT untuk

mengetahui komposisi optimum dari *filler* CNT dalam hidrogel dimana variabel tetap dalam tahap optimasi ini adalah volume PVA, volume ekstrak alga merah, volume *crosslinker*, serta suhu dan waktu pemanasan yaitu pada suhu 50<sup>0</sup>C selama 5 menit (kondisi optimum masing-masing variabel tetap mengikuti hasil penelitian Chotimah, 2013).

Larutan PVA 10% ditambahkan ekstrak alga merah, larutan *crosslinker* dan larutan CNT dengan perbandingan masing-masing seperti pada tabel di bawah. Kemudian diaduk selama 5 menit dengan menggunakan *magnetic stirer* hingga homogen dengan bantuan pemanasan pada suhu 50<sup>0</sup>C. Kemudian dituangkan ke dalam cetakan berbentuk tablet dan cetakan *bar coating plate* dan dibiarkan mengering selama ± 5 hari.

**Tabel 3.1** Perbandingan volume PVA, ekstrak alga merah, *crosslinker* dan CNT

PVA (mL)	Ekstrak Alga Merah (mL)	Crosslinker (mL)	CNT (mL)	Suhu (°C)	Waktu Pemanasan (menit)
10	10	10	1	50	5
10	10	10	3	50	5
10	10	10	5	50	5
10	10	10	7	50	5
10	10	10	10	50	5

### 3.4.2. Tahap Sintesis

#### 3.4.2.1. Tahap Pemasukan Nutrien ke dalam Hidrogel

Hidrogel dengan komposisi optimum kemudian disisipkan larutan nutrien. Metode penyisipan yang dilakukan yaitu larutan nutrien dicampurkan bersamaan dengan bahan pembuat hidrogel CRF pada saat sintesis hidrogel (*in situ*). Nutrien disisipkan dengan perbandingan PVA:ekstrak alga merah:*crosslinker*:CNT:nutrien yaitu 10:10:10:5:3 sesuai dengan penelitian sebelumnya (Chotimah, 2013; Koswara, 2006). Makronutrien yang disisipkan adalah pupuk NPK dengan konsentrasi 20 g/L. Selanjutnya hidrogel plus nutrien akan dikarakterisasi meliputi uji kinerja dan uji instrumentasi.

### 3.4.3. Tahap Karakterisasi

#### 3.4.3.1. *Swelling* Rasio

Pengujian *swelling* rasio dilakukan dengan metode gravimetri. *Swelling* rasio diperlukan untuk mengetahui tingkat elastisitas hidrogel. Hidrogel kering ditimbang ( $W_d$ ) lalu direndam dalam 25 mL aquades dalam gelas kimia 100 mL. Setiap 10 menit, hidrogel diangkat dan permukaannya dikeringkan dengan menggunakan tissue. Kemudian hidrogel tersebut ditimbang kembali berdasarkan waktu yang telah ditentukan yaitu setiap satu hari sampai sepuluh hari setelah perendaman pertama. Berat hidrogel setelah dilakukan perendaman dilambangkan dengan  $W_s$ . Rasio *swelling* (SR) pada hidrogel CRF dipelajari dengan menggunakan persamaan berikut.

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

#### 3.4.3.2. Retensi Air

Faktor retensi air dalam hidrogel berfungsi untuk mempertahankan kelembaban dan kandungan nutrisi dalam tanah pertanian. Untuk mempelajari retensi air tanah yang mengandung hidrogel CRF, sampel hidrogel CRF kering dibenamkan di dalam 40 g tanah kering yang ditempatkan dalam gelas. Sejumlah 40 g tanah kering lain tanpa hidrogel CRF ditempatkan dalam gelas lain, kemudian setiap gelas ditimbang ( $W$ ). Setelah itu, air suling sebanyak 25 mL ditambahkan ke dalam kedua gelas dan ditimbang kembali ( $W_o$ ). Gelas tersebut disimpan pada kondisi suhu kamar yang sama dan ditimbang setiap hari ( $W_t$ ) sampai berat tanah kembali seperti sebelum ditambahkan air suling. Retensi air (%WR) dari tanah kemudian dihitung dengan persamaan sebagai berikut.

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

#### 3.4.3.3. *Release Behaviour*

Metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA) atau *Atomic Absorbtion Spectroscopy* (AAS) adalah metode spektrometri yang didasari oleh adanya

serapan/absorpsi cahaya ultra violet (uv) atau *visible* (vis) oleh atom-atom suatu unsur dalam keadaan dasar yang berada di dalam nyala api. Cahaya UV atau vis yang diserap berasal dari energi yang diemisikan oleh sumber energi tertentu.

Besarnya cahaya yang diserap oleh suatu atom dalam keadaan dasar sebanding dengan konsentrasinya. Hal ini berdasarkan **Hukum Lambert-Beer** yang secara sederhana dirumuskan sebagai berikut :

$$A = a b C \quad (3.3)$$

Keterangan :

A = absorbansi/daya serap

a = absorptivitas

b = lebar kuvet (cm)

C = konsentrasi

Dengan cara kurva kalibrasi, yaitu hubungan linier antara absorbansi (sumbu Y) dan konsentrasi (sumbu X) , konsentrasi suatu sampel dapat ditentukan (Wiji *et al*, 2012).

Penentuan konsentrasi desorpsi nutrisi pada hidrogel dilakukan dengan menggunakan metode AAS untuk mengetahui perubahan konsentrasi pada hidrogel setelah pelepasan nutrisi dengan cara kurva kalibrasi. Hidrogel yang telah disisipi nutrisi dipotong-potong dengan ukuran 2 cm x 2 cm direndam dalam masing-masing 25 mL aquades selama beberapa variasi waktu yaitu selama 1, 2, 3, 4, 5, 6 dan 7 hari, kemudian diangkat dan ditiriskan. Konsentrasi logam kalium pada nutrisi yang terdesorpsi dalam aquades hasil rendaman tersebut di uji menggunakan instrumentasi AAS dengan panjang gelombang 766,5 nm, energi 68%, int.time 0,7 detik, dan dilakukan secara triplo.

#### 3.4.3.4. Biodegradasi

Hidrogel dipotong dengan ukuran 1 cm x 1 cm, setiap spesi yang telah ditimbang ditempatkan pada tanah pertanian yang ada didalam sebuah gelas. Gelas tersebut dibiarkan selama 30 hari dalam kondisi *ambient*. Variasi morfologi dan perubahan massa dari hidrogel diamati.



### 3.4.3.5. Karakterisasi dengan SEM

Pengujian ini bertujuan untuk mengetahui penampang muka dan penampang melintang hidrogel serta untuk mengetahui ukuran pori hidrogel. Sebelum diuji, hidrogel terlebih dahulu dikeringkan dan kemudian dihaluskan. Setelah itu, sampel ditempatkan pada wadah sampel kemudian diuji bentuk morfologinya menggunakan alat SEM JCM-6000 NeoScope Benchtop.

### 3.4.3.6. Karakterisasi dengan FTIR

Pengujian ini bertujuan untuk menentukan gugus fungsi pada hidrogel. Alat yang digunakan adalah Thermo Scientific Nicolet 6700, diujikan tiga sampel yaitu hidrogel, hidrogel komposit dan hidrogel komposit-nutrien. Sampel dihaluskan kemudian dipadatkan dan dianalisis dalam bentuk pelet KBr. Spektrum direkam dalam daerah bilangan gelombang dari  $4000\text{ cm}^{-1}$  sampai  $500\text{ cm}^{-1}$ . Kemudian hasil spektrum yang diperoleh dibandingkan satu sama lain untuk melihat pengaruh nutrisi dalam pembentukan gugus fungsi pada hidrogel.

### 3.4.3.7. Karakterisasi dengan XRD

Untuk menentukan kristalinitas yang terbentuk pada hidrogel CRF digunakan instrumentasi XRD dengan spesifikasi alat Philips Analytical PW1710 BASED dan energi yang digunakan 40 kV/30 mA dengan sumber *x-ray*  $\text{CuK}\alpha$ . Sebelum diuji, hidrogel terlebih dahulu dikeringkan dan kemudian dihaluskan. Setelah itu, sampel ditempatkan pada wadah sampel kemudian diuji kristalinitasnya dan diperoleh difraktogram dari sampel. Jarak interlayer dan kristalinitas sampel dapat ditentukan dengan analisis menggunakan persamaan Bragg dan Scherrer.

Persamaan Bragg:

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (3.4)$$

Dimana  $d$  adalah jarak interlayer,  $\lambda$  adalah panjang gelombang,  $n$  adalah orde difraksi dan  $\theta$  adalah sudut difraksi.

Persamaan Scherrer:

$$L = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (3.5)$$

Dimana  $L$  adalah kristalinitas,  $K$  adalah faktor bentuk dari kristal/tetapan (0,92),  $\beta$  adalah *full width at half maximum* (rad) dan  $\theta$  adalah sudut difraksi (Kurnia, 2014).