

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Serangkaian tahapan penelitian yang terdiri dari tahap preparasi dan sintesis dilaksanakan di Laboratorium Kimia Lingkungan gedung FPMIPA B Universitas Pendidikan Indonesia yang beralamat di Jl. Setiabudhi No. 229, Bandung. Sedangkan tahapan karakterisasi dilakukan di Laboratorium Kimia Lingkungan gedung FPMIPA B Universitas Pendidikan Indonesia, Balai Besar Tekstil Bandung dan Laboratorium *Research Center for Energy and Environmental Sciences*, Shinshu University Jepang. Penelitian ini di mulai pada akhir bulan Mei 2015.

3.2. Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah n-polivinil alkohol p.a, akrilamida p.a, ammonium persulfat p.a, glutaraldehida p.a, metanol 96%, asam sulfat 98%, asam asetat 98%, aquades dan suspensi grafit oksida 99% yang merupakan hasil sintesis (exofilasi) grafit yang berasal dari Madagaskar dengan menggunakan metode termodifikasi Hummers/Brodie.

Sedangkan alat yang digunakan pada penelitian ini adalah alat-alat gelas standar meliputi gelas kimia 100 mL, 250 mL, 400 mL, gelas ukur 10 mL, 100 mL, labu ukur 100 mL, cawan petri, *plate* cetakan PTFE, kaca arloji, batang pengaduk, magnetic bar, pemanas listrik, makropipet ukuran 10 mL, 2 mL, 5 mL, pipet tetes, spatula, plastik warp, gelas plastik, neraca analitik, ultrasonikasi, dan pinset. Adapun beberapa instrumentasi yang digunakan untuk keperluan karakterisasi adalah *Fourier Transform Infrared* (FTIR) , *X-ray Diffraction* (XRD), pengukuran *tensile strength*, *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan *Thermogravimetry* (TG/DTA).

Rosalina, 2015

SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROGEL SUPERABSORBEN BERBASIS KOMPOSIT POLI (AKRILAMIDA-KO-VINIL AKLOHOL)/GRAFIT OKSIDA

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu |
perpustakaan.upi.edu

3.3. Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam berbagai tahapan yaitu tahap optimasi komposisi, sintesis, karakterisasi dan pengujian kinerja. Secara khusus, tahap optimasi komposisi terdiri dari tahap preparasi, dan tahap optimasi. Pada tahap preparasi dilakukan berbagai macam persiapan larutan-larutan baik larutan stok atau larutan baku yang nantinya akan digunakan pada tahap selanjutnya. Tahap optimasi meliputi penentuan kondisi optimum prekursor hidrogel superabsorben (PVA, AAm, dan GO) melalui pengukuran *swelling ratio*. Kondisi optimum yang diperoleh selanjutnya, digunakan untuk mensintesis hidrogel superabsorben pada tahap sintesis. Tahap karakterisasi meliputi penentuan sifat fisika kimia dari hidrogel superabsorben berikut struktur morfologinya melalui bantuan instrumentasi. Sedangkan tahap pengujian kinerja ditentukan berdasarkan pengukuran *swelling ratio*, *water retention* dan *re-swelling*. Secara keseluruhan, tahapan penelitian ini dapat diilustrasikan seperti pada gambar 3.1.

3.4. Prosedur Penelitian

3.4.1. Tahap Optimasi Komposisi

3.4.1.1. Tahap Preparasi

3.4.1.1.1. Pembuatan Larutan Metanol 50%

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

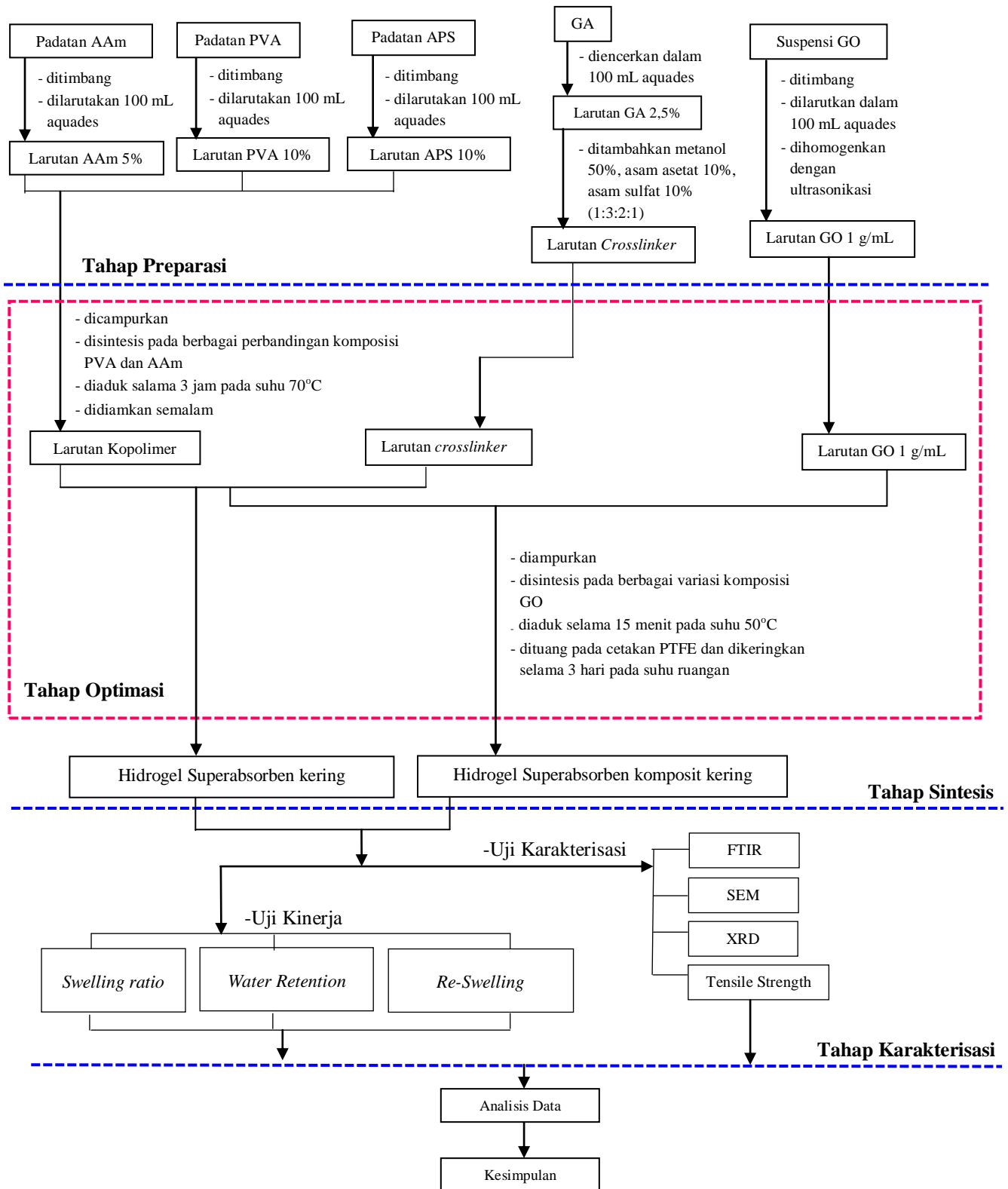
3.4.1.1.2. Pembuatan Larutan Asam Sulfat 10%

Larutan asam sulfat 98% diambil sebanyak 10,20 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, ditambahkan aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

Rosalina, 2015

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROGEL SUPERABSORBEN BERBASIS
KOMPOSIT POLI (AKRILAMIDA-KO-VINIL AKLOHOL)/GRAFIT OKSIDA**

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu |
perpustakaan.upi.edu



Rosalina, 2015
SINTESIS DAN KARAKTERISASI F-GAMBAR 3.1 Diagram Alir Penelitian
KOMPOSIT POLI (AKRILAMIDA-KO-VINIL ALKOHOL) GRAFEN OKSIDA
 Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu |
 perpustakaan.upi.edu

3.4.1.1.3. Pembuatan Larutan Asam Asetat

Larutan asam asetat 98% diambil sebanyak 10,20 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, ditambahkan aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

3.4.1.1.4. Pembuatan Larutan *Crosslinker*

Larutan metanol 50%, larutan asam asetat 10%, larutan asam sulfat 10%, dan larutan glutaraldehida 1,25% dicampurkan ke dalam gelas kimia 200 mL dengan perbandingan volume masing-masing larutan 3:2:1:1.

3.4.1.1.5. Pembuatan Larutan PVA 10%

Padatan PVA ditimbang sebanyak 10 gram, kemudian ditambahkan 100 mL aquades dan dihomogenkan dengan pemanasan pada suhu 90°C.

3.4.1.1.6. Pembuatan Larutan AAm 5%

Padatan AAm ditimbang sebanyak 5 gram, kemudian ditambahkan 100 mL aquades dan dihomogenkan.

3.4.1.1.7. Pembuatan Larutan APS 10%

Padatan APS ditimbang sebanyak 10 gram, kemudian ditambahkan 100 mL aquades dan dihomogenkan.

3.4.1.1.8. Pembuatan Larutan GO 1 gram/mL

Suspensi GO ditimbang sebanyak 1 gram, kemudian ditambahkan 100 mL aquades dan dihomogenkan selama \pm 5 menit dengan alat ultrasonikasi.

3.4.1.2. Tahap Optimasi

Rosalina, 2015

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROGEL SUPERABSORBEN BERBASIS
KOMPOSIT POLI (AKRILAMIDA-KO-VINIL AKLOHOL)/GRAFIT OKSIDA**

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu |

perpustakaan.upi.edu

Tahap optimasi ini terdiri dari dua bagian yaitu optimasi volume komposisi larutan PVA:AAM dan optimasi volume larutan GO 1 gram/mL. Volume larutan APS 10%, volume larutan *crosslinker*, suhu pembuatan kopolimer (70°C), suhu pembuatan hidrogel (50°C), waktu pembuatan kopolimer (3 jam), waktu pembuatan hidrogel (15 menit), dan waktu pengeringan hidrogel (3 hari) merupakan variable tetap dalam tahapan ini. Secara khusus, kondisi optimum dari komposisi PVA, AAM dan GO ditentukan berdasarkan pengujian *swelling ratio*.

Pada tahapan optimasi komposisi PVA:AAM dilakukan pembuatan hidrogel dengan 3 variasi komposisi antara larutan PVA 10% dan larutan AAM 5% untuk mengetahui perbandingan komposisi optimum dalam pembentukan hidrogel superabsorben seperti pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Variasi perbandingan volume larutan PVA 10% dan larutan AAM 5%.

Kode sampel	Larutan PVA 10% (mL)	Larutan AAM 5% (mL)	Larutan inisiator APS 10% (mL)	Larutan Crosslinker (mL)
R1	6,7	13,4	5	10
R2	10	10	5	10
R3	13,4	6,7	5	10

Setelah diperoleh kondisi optimum dari PVA dan AAM, tahap selanjutnya adalah optimasi komposisi GO. Pada tahap optimasi ini, konsentrasi larutan GO yang digunakan adalah larutan GO 1 gram/mL. Tahap ini dilakukan dalam 5 variasi volume seperti pada Tabel 3.2.

Tabel 3.2. Variasi GO sebagai volume larutan GO 1 gram/mL

Kode	Larutan kopolimer	Larutan	Larutan GO 1
------	-------------------	---------	--------------

Rosalina, 2015

SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROGEL SUPERABSORBEN BERBASIS KOMPOSIT POLI (AKRILAMIDA-KO-VINIL AKLOHOL)/GRAFIT OKSIDA

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu |

perpustakaan.upi.edu

sampel	PVA dan AAm (mL)	crosslinker (mL)	gram/mL (mL)
R-O0	20	10	0
R-O1	20	10	2,5
R-O2	20	10	5
R-O3	20	10	10
R-O4	20	10	15
R-O5	20	10	20

Metode pembuatan hidrogel superabsorben pada tahap optimasi dilakukan dengan metode *solution mixing*. Larutan PVA 10% ditambahkan dengan larutan AAm 5% dan larutan inisiator APS 10% dengan perbandingan seperti pada Tabel 3.1. Larutan kemudian dihomogenkan selama 3 jam dengan pemanasan pada suhu 70°C. Larutan kopolimer yang telah homogen kemudian didiamkan selama semalaman untuk memaksimalkan proses kopolimerisasi. Larutan kopolimer selanjutnya ditambahkan dengan larutan *crosslinker* dan diaduk selama 15 menit pada suhu 50°C. Larutan yang telah homogen dituangkan pada cetakan PTFE dan dikeringkan selama 3 hari pada suhu ruangan. Untuk tahap optimasi komposisi GO, larutan kopolimer yang telah didiamkan 24 jam ditambahkan dengan larutan *crosslinker* dan larutan GO 1 gram/mL pada volume tertentu (tabel 3.2). Larutan kemudian diaduk selama 15 menit pada suhu 50°C. Larutan yang telah homogen kemudian dituangkan pada cetakan PTFE dan dibiarkan mengering selama 3 hari pada suhu ruangan.

3.4.1.3. Tahap Sintesis

Setelah diperoleh kondisi optimum, tahap selanjutnya adalah mensintesis hidrogel superabsorben berbasis komposit poli (Akrilamida-ko-vinil alkohol) dengan nano *filler* GO dengan menggunakan kondisi optimum yang diperoleh.

Pada dasarnya metode sintesis hidrogel superabsorben komposit ini tidak jauh berbeda dengan metode pada tahap optimasi. Sejumlah volume tertentu

Rosalina, 2015

SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROGEL SUPERABSORBEN BERBASIS KOMPOSIT POLI (AKRILAMIDA-KO-VINIL AKLOHOL)/GRAFIT OKSIDA

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu |
perpustakaan.upi.edu

larutan PVA 10% ditambahkan dengan larutan AAm 5% yang diikuti dengan penambahan larutan inisiator APS 10%. Larutan dihomogenkan selama 3 jam dengan pemanasan pada suhu 70°C kemudian larutan yang telah homogen didiamkan selama semalam. Setelah itu, larutan kopolimer ditambahkan larutan *crosslinker* dan larutan GO 1 gram/mL dengan perbandingan volume tertentu. Larutan dihomogenkan kembali selama 15 menit dengan pemanasan pada suhu 50°C. Larutan hidrogel yang sudah homogen kemudian dituangkan ke dalam cetakan PFTE dan dibiarkan mengering pada suhu ruang selama 3 hari.

3.4.2. Tahap Pengujian Kinerja

Pengujian kinerja dilakukan berdasarkan *swelling ratio*, *water retention* dan *re-swelling* terhadap hidrogel superabsorben (tanpa GO) dan hidrogel superabsorben komposit (dengan penambahan GO). Adapun prosedur penentuan pengujian kinerja ini diuraikan sebagai berikut:

3.4.2.1. Swelling Ratio

Uji ini dilakukan untuk mengetahui tingkat elastisitas hidrogel superabsorben dari segi pengembangan atau *swelling* yang diakibatkan oleh absorpsi air. Hidrogel superabsorben yang telah kering ditimbang (W_0) kemudian direndam di dalam gelas kimia 100 mL yang telah berisi 25 mL aquades. Setelah beberapa saat, hidrogel superabsorben diangkat dan permukaannya dikeringkan terlebih dahulu. Hidrogel superabsorben kemudian ditimbang beratnya (W_t). Penimbangan hidrogel superabsorben dilakukan secara berkala setiap 30 menit sekali selama 4 jam (Turodachi, 2006). *Swelling ratio* pada hidrogel superabsorben dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan berikut

$$\%SR = \frac{W_t - W_0}{W_0} \times 100 \quad (3.1)$$

3.4.2.2. Re-Swelling

Rosalina, 2015

SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROGEL SUPERABSORBEN BERBASIS KOMPOSIT POLI (AKRILAMIDA-KO-VINIL AKLOHOL)/GRAFIT OKSIDA

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu |

perpustakaan.upi.edu

Uji ini dilakukan untuk mengetahui kemampuan *swelling* atau absorpsi kembali dari hidrogel superabsorben setelah proses *swelling* dan *de-swelling*. Hidrogel superabsorben yang telah kering ditimbang (W_0) kemudian direndam di dalam gelas kimia 100 mL yang telah berisi 25 mL aquades selama 2 jam. Setelah itu, hidrogel superabsorben dikeringkan permukaannya dan ditimbang beratnya. Hidrogel superabsorben tersebut kemudian dikeringkan pada suhu ruangan selama sehari. Hidrogel superabsorben kemudian direndam kembali dalam aquades selama 2 jam dan ditimbang kembali beratnya (W_t). Pengukuran ini dilakukan sebanyak 4 kali (Swain, 2013). *Re-swelling* hidrogel superabsorben dapat ditentukan berdasarkan persamaan 3.1.

3.4.2.3. *Water Retention*

Uji ini dilakukan untuk mengetahui kemampuan hidrogel superabsorben dalam menahan air di dalam strukturnya. Hidrogel superabsorben kering direndam dalam gelas kimia 100 mL yang telah berisi 25 mL aquades selama 2 jam. Setelah beberapa saat, hidrogel superabsorben diangkat dan permukaannya dikeringkan. Kemudian hidrogel superabsorben ditimbang (W_0) dan diletakkan pada wadah tertentu yang telah diketahui berat kosongnya (W). Hidrogel superabsorben yang telah diletakkan dalam wadah tertentu disimpan pada suhu ruangan. Hidrogel dan wadah tersebut ditimbang (W_t) secara berkala (Swain, 2013). *Water retention* hidrogel superabsorben dapat dihitung berdasarkan persamaan berikut.

$$\%WR = \frac{W_t - W}{W_0 - W} \times 100 \quad (3.2)$$

3.4.3. Tahap Karakterisasi

Tahap ini merupakan tahap karakterisasi terhadap hidrogel superabsorbendan hidrogel superabsorben komposit. Tahap karakterisasi ini

Rosalina, 2015

SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROGEL SUPERABSORBEN BERBASIS KOMPOSIT POLI (AKRILAMIDA-KO-VINIL AKLOHOL)/GRAFIT OKSIDA

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu |

perpustakaan.upi.edu

terdiri dari berbagai pengukuran dengan menggunakan instrumentasi meliputi FTIR, XRD, SEM, TG/DTA, dan *Textechno (Textile Testing Technology)* untuk mengukur *tensile strength*. Adapun tahapan karakterisasi dengan instrumentasi di atas akan diuraikan sebagai berikut:

3.4.3.1. Spektroskopi FTIR

Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui gugus-gugus fungsi yang terdapat pada hidrogel superabsorben. Karakterisasi ini dilakukan dengan menggunakan Thermo Scientific Nicolet 6700. Sampel hidrogel terlebih dahulu dihaluskan dan dipadatkan bersama pellet KBr. Sampel yang telah berbentuk pelet KBr kemudian diujikan menggunakan alat FTIR. Bilangan gelombang yang dipakai untuk pengujian ini adalah pada rentang 4000-600 cm^{-1} . Hasil spektrum dari hidrogel kemudian dibandingkan satu sama lain.

3.4.3.2. Difraksi Sinar X (XRD)

Pengujian ini dilakukan untuk menentukan kristalinitas hidrogel superabsorben. Sebelum dilakukan pengujian, hidrogel terlebih dahulu dikeringkan dan dihaluskan. Hidrogel yang telah halus, ditempatkan pada wadah sampel dan kemudian diuji kristalinitasnya menggunakan alat XRDSmartlab Rigaku. Energi yang digunakan dalam mengkarakterisasi hidrogel superabsorben adalah 60 kV/50 mA dengan $\text{CuK}\alpha$ sebagai sumber sinar X. Jarak interlayer atau *d-spacing* dari hidrogel superabsorben dapat ditentukan berdasarkan persamaan Bragg seperti sebagai berikut:

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (3.3)$$

Dimana n adalah orde difraksi, λ adalah panjang gelombang, d adalah jarak interlayer, dan θ adalah sudut difraksi. Sedangkan untuk menentukan kristalinitas dari hidrogel superabsorben dapat ditentukan berdasarkan persamaan Scherrer berikut:

Rosalina, 2015

SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROGEL SUPERABSORBEN BERBASIS KOMPOSIT POLI (AKRILAMIDA-KO-VINIL AKLOHOL)/GRAFIT OKSIDA

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu |

perpustakaan.upi.edu

$$L = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (3.4)$$

Dimana L adalah kristalinitas, K adalah faktor bentuk dari kristal (0,92), β adalah *full width at half maximum* (rad), dan θ adalah sudut difraksi.

3.4.3.3. Tensile Strength

Pengujian ini dilakukan dengan tujuan untuk memberikan informasi mengenai kekuatan tarikan dan regangan dari hidrogel superabsorben. Pengujian ini dilakukan dengan menggunakan alat Textechno Favigraph. Sampel hidrogel dipotong dengan ukuran 3 cm x 3 mm. Semua sampel memiliki ketebalan yang sama. Pada pengujian ini, hidrogel superabsorben dibuat memiliki ketebalan yang sama pada 0,1 mm. Sampel kemudian diletakan pada penjepit sampel dengan panjang 1 cm dan diujikan.

3.4.3.4. Scanning Electron Microscope (SEM)

Pengujian ini dilakukan untuk memberikan informasi mengenai struktur permukaan, struktur melintang, dan ukuran pori pada hidrogel. Kemudian sampel yang telah halus diletakan pada wadah sampel dan selanjutnya diujikan pada alat FE-SEM JEOL. Perbesaran dilakukan pada ukuran 1 μm dan 10 μm .

Rosalina, 2015

SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROGEL SUPERABSORBEN BERBASIS KOMPOSIT POLI (AKRILAMIDA-KO-VINIL AKLOHOL)/GRAFIT OKSIDA

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu |

perpustakaan.upi.edu