

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini terdiri dari 3 tahap yaitu: (1) Optimasi yang terdiri atas: (a) optimasi ketebalan hidrogel PVA-POM-GA (hidrogel PPG), (b) optimasi komposisi CNT (hidrogel PPG-C), (2) Karakterisasi yang terdiri atas FTIR, SEM dan XRD, (3) Uji kinerja yang terdiri atas *swelling ratio* (%SR), *water retention* (%WR), serta *release behavior*. Tahap optimasi dan karakterisasi seperti uji kinerja dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan FPMIPA UPI Bandung dan Laboratorium Tanah Balai Penelitian Tanaman Sayuran untuk uji *release* KCl. Sedangkan uji karakterisasi yang lain dilakukan di beberapa laboratorium sebagai berikut: (1) Laboratorium Kimia UNY untuk karakterisasi dengan XRD, (2) Laboratorium di PT. Nusantara Parkerizing untuk karakterisasi dengan SEM, (3) Laboratorium Instrumen FPMIPA UPI untuk karakterisasi dengan FTIR. waktu penelitian dimulai pada bulan Februari 2016 sampai Oktober 2016.

3.2 Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan adalah ekstrak cincau hijau (lokal), polivinil alkohol teknis (Brataco/Singapura), glutaraldehida 25% p.a (Merck/Jerman), metanol 96% p.a (Merck/Jerman), asam sulfat 97% (Merck/Jerman), asam asetat p.a (Merck/Jerman), grafen oksida Madagascar (Jepang), *multiwall carbon nanotube fungsionalized* (Jepang), KCl, tanah dan aquades (lokal).

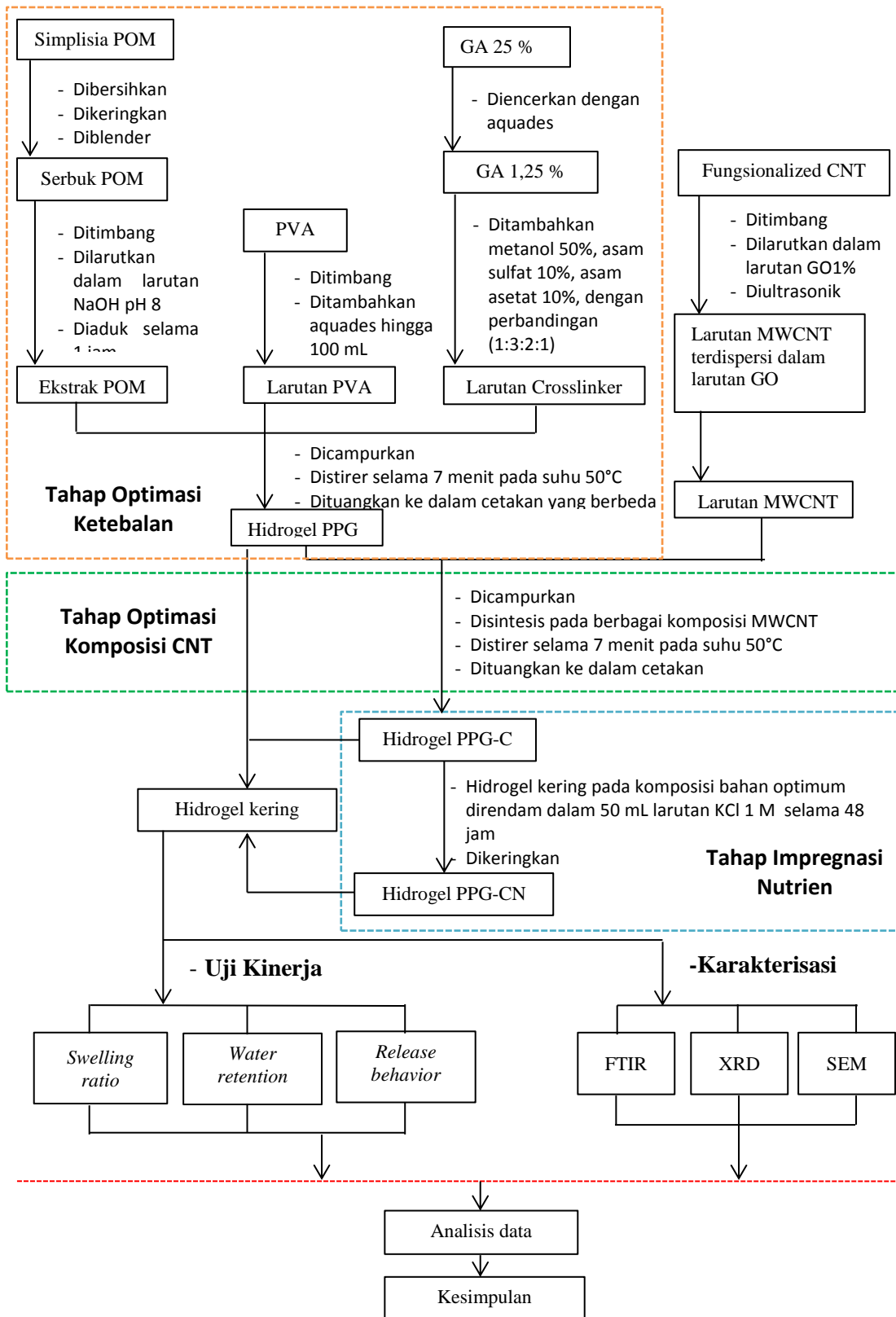
Sedangkan alat yang digunakan adalah alat gelas standar dan alat instrumentasi. Alat gelas standar meliputi gelas kimia 500 mL dan 100 mL, corong *buchner*, labu erlenmeyer vakum 250 mL, labu ukur 10 mL dan 100 mL, kaca arloji, spatula, batang pengaduk, magnetik stirer, pipet tetes, mikro pipet ukuran 2 mL, 5 mL dan 10 mL. Sedangkan instrumentasi yang digunakan yaitu *spektrofotometer Fourier Transform Infra Red* (FTIR Shimadzu, Jepang), *Scanning Electron Spectroscopy* (SEM JEOL JSM 6510 LA, Jepang), X-Ray

Diffraction (XRD MiniFlex600, Jepang), Flame Photometer corning 410, Unite Kingdom, *magneti stirer*, *ultrasonic bath*, cetakan hidrogel plastik, cetakan hidrogel datar (*hard nilon*), botol semprot, kertas saring, neraca analitik dan blender.

3.3 Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tiga tahap yaitu: (1) Optimasi yang terdiri atas (a) optimasi ketebalan hidrogel PPG, (b) optimasi komposisi CNT (hidrogel PPG-C), (2) Karakterisasi yang terdiri atas FTIR, SEM dan XRD, (3) Uji kinerja yang terdiri atas *swelling ratio* (%SR), *water retention* (%WR), serta *release behavior*. Pada tahap optimasi ketebalan hidrogel PPG, yaitu dalam bentuk tebal dan lembaran tipis, serta optimasi komposisi *filler* CNT pada matriks PPG dengan ketebalan optimum. Uji kinerja dilakukan untuk mendapatkan hidrogel sebagai material S-CRF yang baik yaitu melalui uji *swelling ratio* dan *water retention*. Komposisi hidrogel PPG-C dengan kinerja optimum disediakan sebagai media untuk impregnasi larutan nutrisi (KCl) dengan cara hidrogel PPG-C direndam dalam larutan nutrisi, hasilnya adalah hidrogel PPG-CN. Hidrogel hasil sintesis (hidrogel PPG, hidrogel PPG-C dan hidrogel PPG-C) kemudian dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengkonfirmasi gugus fungsi, XRD untuk mengkonfirmasi ukuran kristalit dan jarak interlayer, serta SEM untuk mengkonfirmasi morfologi hidrogel hasil sintesis.

3.4 Prosedur Penelitian



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.4.1 Tahap Pembuatan Pereaksi dan Sintesis

3.4.1.1 Pembuatan Larutan NaOH pH 10

NaOH ditimbang sebanyak 0,004 gram, kemudian dilarutkan kedalam sedikit akuades, ditambahkan kembali aquades hingga volume 100 mL. pH dicek dengan menggunakan pH meter.

3.4.1.2 Pembuatan Larutan PVA 20% (% w/v)

PVA teknis ditimbang sebanyak 10 gram, kemudian dilarutkan kedalam 50 mL aquades, distirer dan dipanaskan pada suhu 90°C selama ± 3 jam hingga larut.

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

Larutan asam asetat glasial ($M_r = 60,05$ g/mol; $\rho = 1,05$ g/cm³ (20°C)) dipipet sebanyak 10,20 mL, kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas, 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/cm³ (20°C)) dipipet sebanyak 52,08 mL, kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas, 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/cm³ (20°C)) dipipet sebanyak 5 mL, kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas, 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/cm³ (20°C)) dipipet sebanyak 10,31 mL, kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL yang berisi akuades dan ditambahkan akuades kembali hingga tanda batas, dihomogenkan.

3.4.1.7 Pembuatan Larutan Crosslinker dengan Perbandingan Volume (3:2:1:1)

Larutan metanol 50% ditambahkan larutan asam asetat 10%, larutan asam sulfat 10% dan larutan glutaraldehid 1,25% dengan perbandingan volume berturut-turut 3:2:1:1. Kemudian 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 3 jam.

3.4.1.9 Pembuatan Larutan Nutrien 1 M

Pupuk KCl ditimbang sebanyak 7,45 gram kemudian dilarutkan ke dalam 50 mL aquades, diaduk. Kemudian ditambahkan kembali aquades hingga volume 100 mL.

3.4.1.10 Preparasi *Premna oblongifolia*. Merr (POM)

Sampel daun POM diperoleh dari daerah Jampangkulon Sukabumi dengan massa 6,9 kg. Daun POM yang digunakan tidak terlalu muda dan tidak terlalu tua, agar seragam maka daun POM yang digunakan dalam penelitian ini adalah daun ke empat sampai daun ke enam dari pucuk. Daun POM dicuci menggunakan air bersih untuk menghilangkan pengotor yang menempel, karena dikhawatirkan akan mengganggu hasil penelitian, kemudian dikeringkan di udara terbuka tanpa terkena sinar matahari langsung, hal ini dilakukan untuk mencegah rusaknya senyawa kimia yang terkandung dalam POM akibat paparan sinar matahari langsung. Pengeringan dilakukan dengan cara daun POM dibolak-balik agar terpapar ke udara dan tidak berjamur. Setelah dilakukan pengeringan selama \pm 3 minggu diperoleh simplisia POM kering, yang ketika di remas teksturnya renyah. Tujuan pengeringan adalah untuk mendapatkan simplisia POM yang awet, tidak rusak ketika digunakan atau disimpan dalam jangka waktu yang lama. Massa simplisia setelah kering adalah 1,8 kg. Simplisia kering yang massanya telah konstan

dihancurkan dengan cara di blender untuk mendapatkan luas permukaan partikel yang besar, hal ini diharapkan dapat memaksimalkan proses ekstraksi. Simplisia yang telah diblender dihomogenkan dengan cara diaduk, kemudian disimpan pada wadah tertutup untuk perlakuan selanjutnya. (Putri, 2013).

3.4.1.11 Pembuatan Ekstrak POM

Pembuatan ekstrak POM dilakukan dengan cara simplisia POM yang telah dikeringkan dan dihaluskan ditimbang sebanyak 1 gram lalu ditambahkan 100 mL larutan NaOH pH 8-10, kemudian diaduk menggunakan *magnetik stirer* selama 1 jam. Ekstrak yang didapat kemudian disaring menggunakan corong buchner. Filtrat POM selanjutnya digunakan dalam pembuatan hidrogel (Putri, 2013).

3.4.1.12 Optimasi Komposisi CNT

Pada tahap ini dilakukan pembuatan hidrogel PVA-POM-GA dengan 4 variasi komposisi CNT (hidrogel PPG-C) untuk mengetahui komposisi optimum dari *filler* CNT. Variabel tetap dalam tahap optimasi 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 CNT 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°C. Kemudian dituangkan kedalam cetakan plastik berbentuk kotak (untuk hidrogel tebal) dan cetakan *bar coating plate* (untuk hidrogel tipis) dan masing-masing dibiarkan mengering selama ± 2 minggu dan ± 5 hari.

Tabel 3.1 Perbandingan volume PVA, ekstrak POM, *crosslinker*, dan CNT.

PVA (mL)	Ekstrak POM (mL)	<i>Crossliker</i> (mL)	CNT (mL)	Suhu (°C)	Waktu Pemanasan (menit)
10	10	18	3	50	7
10	10	18	5	50	7
10	10	18	7	50	7
10	10	18	10	50	7

3.4.1.13 Tahap Impregnasi Nutrien ke dalam Hidrogel

Hidrogel PPG-C dengan komposisi optimum kemudian disisipkan larutan nutrien dengan cara hidrogel PPG-C yang telah kering dipotong berukuran 10 x 10 x 0,038 mm sebanyak empat buah, kemudian direndam dalam 50 mL larutan KCl 1 M selama 48 jam dengan sedikit pengadukan menggunakan magnetik stirer. Hidrogel PPG-CN yang telah direndam ditiriskan selama 30 menit sebelum dilakukan uji *release*, sedangkan untuk keperluan karakterisasi FTIR, SEM, XRD hidrogel PPG-CN yang telah dirandam dalam larutan KCl kemudian dibilas menggunakan aquades dan di keringkan dengan cara diangin-angin di udara terbuka selama ± 3 hari.

3.4.2 Tahap Uji Kinerja Hidrogel PPG, Hidrogel PPG-C dan Hidrogel PPG-CN

3.4.2.1 *Swelling Ratio*

Pengujian *swelling ratio* dilakukan dengan menggunakan metode gravimetri. *Swelling ratio* diperlukan untuk mengetahui tingkat elastisitas hidrogel. Hidrogel hasil sintesis yang telah kering ditimbang (W_d) lalu direndam dalam 25 mL aquades dalam gelas kimia 100 mL. Setiap 1 jam, hidrogel diangkat dan ditiriskan selama 30 menit. Kemudian hidrogel tersebut ditimbang kembali berdasarkan waktu yang telah ditentukan yaitu setiap satu hari sampai empat belas hari setelah perendaman pertama. Berat hidrogel setelah perendaman dilambangkan dengan W_s . *Swelling Rasio* (SR) pada hidrogel S-CRF dipelajari dengan menggunakan persamaan berikut:

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

3.4.2.2 *Water Retention*

Pengujian *water retention* (retensi air) berfungsi untuk mempertahankan kelembaban dan kandungan nutrisi dalam tanah pertanian. Untuk mempelajari retensi air tanah yang mengandung hidrogel S-CRF, sampel hidrogel S-CRF kering ditanam dalam 40 gram tanah kering yang ditempatkan dalam gelas. Sejumlah 40 gram tanah kering lain tanpa hidrogel S-CRF ditempatkan dalam gelas lain, kemudian setiap gelas ditimbang (W). Setelah itu, air suling sebanyak 25

mL ditambahkan kedalam kedua gelas dan ditimbang kembali (W_0). Gelas tersebut disimpan pada kondisi suhu kamar yang sama dan ditimbang setiap hari (W_t) sampai berat tanah kembali seperti sebelum ditambahkan air suling. *Water retention* (%WR) dari tanah kemudian dihitung dengan persamaan sebagai berikut.

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

3.4.2.3 *Release Behavior*

Penentuan *release* nutrisi KCl dilakukan menggunakan instrumen flame photometer corning 410. Prinsip dari flame photometer ini adalah pancaran cahaya elektron yang diemisikan oleh atom-atom dalam keadaan tereksitasi dan kembali ke keadaan dasar.

Hidrogel PPG-C dengan komposisi optimum kemudian disisipkan larutan nutrisi dengan cara hidrogel PPG-C dalam bentuk lembaran tipis (10 x 10 x 0,038 mm) sebanyak 4 buah, direndam dalam 50 mL larutan KCl 1 M selama 48 jam dengan sedikit pengadukan menggunakan magnetik stirer. Hidrogel PPG-CN (hidrogel yang telah direndam dalam larutan KCl 1M) ditiriskan selama 30 menit, Larutan KCl 1 M yang telah digunakan untuk merendam hidrogel dianalisis untuk mengetahui konsentrasi yang diserap hidrogel. Kemudian hidrogel yang telah disisipi nutrisi dan ditiriskan selama 30 menit direndam kembali kedalam 200 mL aquades dengan sedikit pengadukan menggunakan magnetik stirer. Setiap sepuluh menit aquades yang dipakai untuk merendam hidrogel dipipet sebanyak 10 mL dengan penambahan aquades kembali kedalam gelas sebanyak 10 mL agar volume tidak berkurang.

3.4.2.4 pH Hidrogel PPG

Hidrogel PPG dipotong dengan ukuran 1 cm x 1 cm sebanyak 4 buah, kemudian hidrogel PPG direndam dalam aquades yang diketahui pHnya. Diaduk menggunakan magnetik stirer, diukur pH air rendaman hidrogel PPG hingga pHnya konstan.

3.4.3 Tahap Karakterisasi Hidrogel PPG, Hidrogel PPG-C dan Hidrogel PPG-CN

3.4.3.1 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. Setelah itu, sampel ditempatkan pada wadah sampel kemudian diuji bentuk morfologinya menggunakan alat SEM JEOL JSM 6510 LA (Jepang).

3.4.3.2 Karakterisasi dengan FTIR

Pengujian ini bertujuan untuk menentukan gugus fungsi pada hidrogel. Diujikan tiga sampel yaitu hidrogel PPG, hidrogel PPG-C dan hidrogel PPG-CN. Sampel dihaluskan kemudian dipadatkan dan dianalisis dalam bentuk pelet KBr. Spektrum direkam dalam daerah bilangan gelombang dari 4000 cm^{-1} sampai 500 cm^{-1} . Kemudian hasil spektrum yang diperoleh dibandingkan satu sama lain untuk melihat pengaruh CNT dan nutrisi dalam pembentukan gugus fungsi dalam hidrogel.

3.4.3.3 Karakterisasi dengan XRD

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

Persamaan Bragg:

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

Dimana d adalah jarak interlayer, λ adalah panjang gelombang, n adalah orde difraksi dan θ adalah sudut difraksi.

Persamaan Scherrer:

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

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