

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini terdiri dari tahap pembuatan alat-alat (cetakan dan alat *tortuosity*), sintesis dan optimasi komposisi, karakterisasi, dan analisis *release behavior* hidrogel. Tahap pembuatan cetakan hidrogel dilakukan di Workshop FPMIPA UPI Bandung. Tahap pembuatan alat uji *tortuosity* dilakukan di sebuah perusahaan produsen alat kaca di Bandung. Tahap sintesis, optimasi komposisi dan karakterisasi hidrogel dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI Bandung. Tahap analisis *release behavior* dilakukan di beberapa laboratorium sebagai berikut: (1) Laboratorium Riset Kimia Lingkungan Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI untuk pengujian penyerapan dan *release* dan (2) Laboratorium Batu Bara PT. Geoservices untuk spektroskopi AAS. Waktu penelitian dimulai pada bulan Maret 2016 sampai September 2016.

3.2. Alat dan Bahan

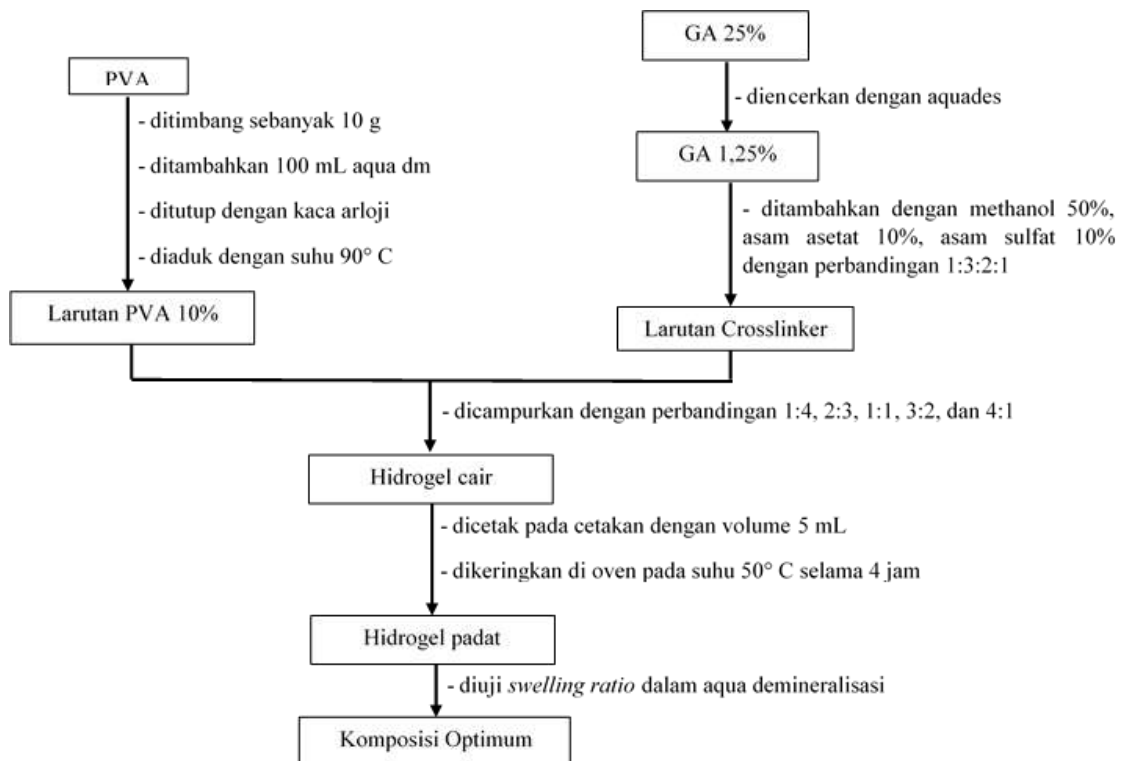
Bahan yang digunakan adalah polivinil alkohol p.a (mw: 30000 Merck/Jerman), glutaraldehida 25% p.a (Merck/Jerman), methanol 96% p.a (Merck/Jerman), asam sulfat 97% (Merck/Jerman), asam asetat p.a (Merck/Jerman), dan aqua demineralisasi (Brataco/Indonesia).

Alat yang digunakan adalah alat gelas standar dan instrumentasi. Alat gelas standar meliputi gelas kimia 2 L, 600 mL, 250 mL, 100 mL, gelas ukur 100 mL, 50 mL, dan 10 mL, labu ukur 500 mL, 250 mL, 100 mL, dan 50 mL, kaca arloji, spatula, pipet mikro 1 mL, 2 mL, 5 mL, 10 mL, cawan porselen, dan batang pengaduk. Spektrofotometer serapan atom (AAS) (Varian/USA), spektrofotometer *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) (Shimidzu/Jepang), oven, magnetic stirrer, neraca analitik, micrometer digital, botol semprot, dan penangas listrik. Adapun alat khusus yang dibuat berdasarkan desain, yaitu alat gelas analisis *tortuosity*, dan cetakan gel akrilik.

3.3. Metode Penelitian

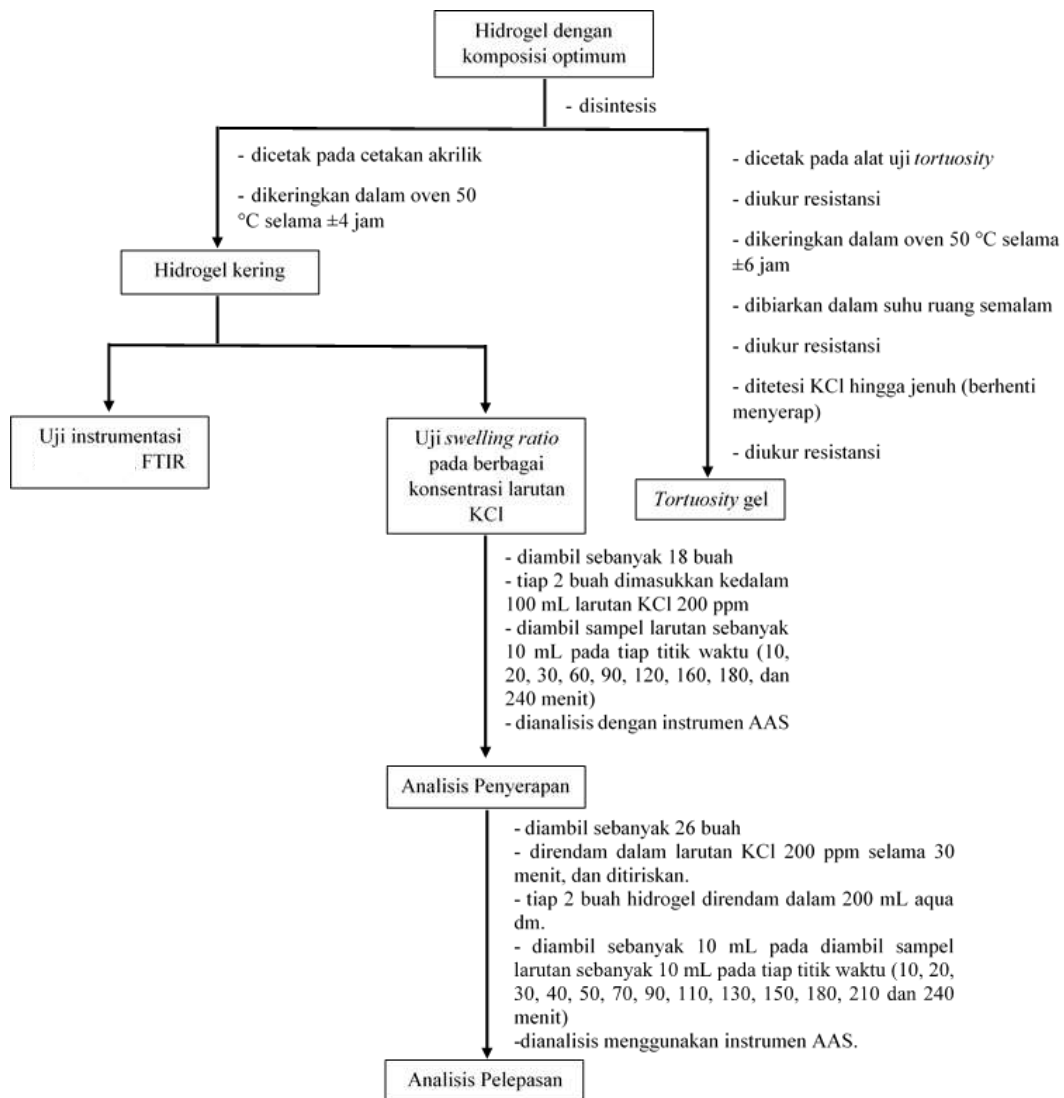
Penelitian ini dilakukan dengan berbagai tahap yaitu tahap sintesis, optimasi komposisi, karakterisasi hidrogel, dan tahap analisis *release behavior* hidrogel. Hidrogel dengan komposisi optimum yang telah disintesis kemudian dikarakterisasi melalui *swelling* rasio, analisis dengan instrumentasi SEM, XRD, FTIR, dan analisis *tortuosity*. Uji *release behavior* dilakukan dengan analisis dengan instrumentasi AAS.

3.4. Prosedur Penelitian

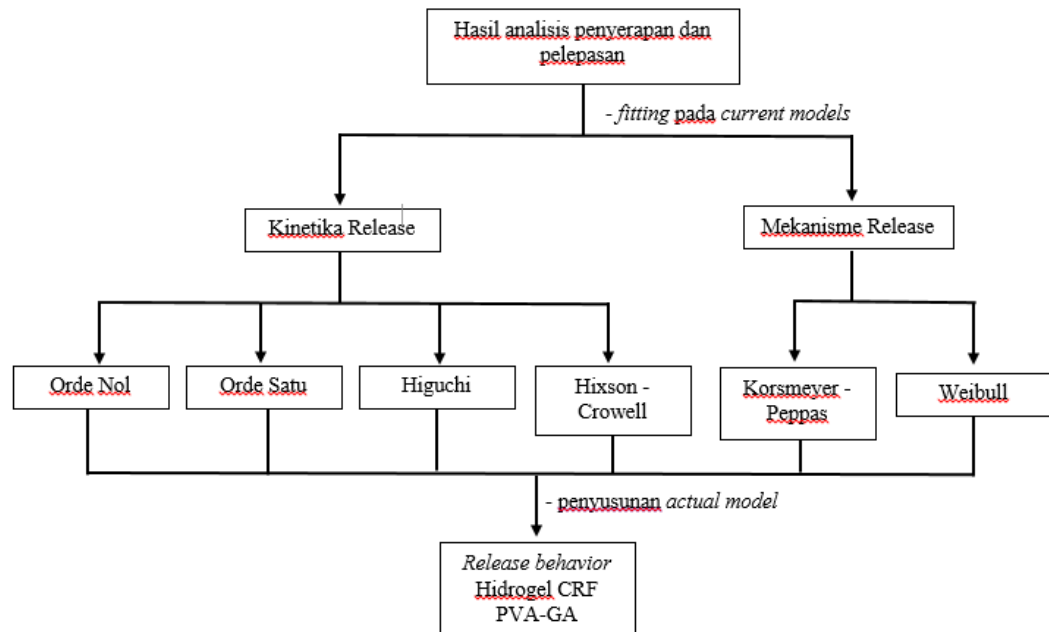


Bagan 1. Prosedur Sintesis Hidrogel

S



Bagan 2. Prosedur Karakterisasi Hidrogel



Bagan 3. Prosedur Pengolahan Data

3.4.1. Tahap Sintesis dan Optimasi Komposisi Hidrogel CRF

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 (serbuk, mw 30000) ditimbang sebanyak 10 gram, kemudian dilarutkan ke dalam 100 mL aquades, distirer dan dipanaskan pada suhu 90 °C selama \pm 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% 15 mL ditambahkan larutan asam asetat 10% 10 mL, larutan asam sulfat 10% 5 mL dan larutan glutaraldehida 1,25% 5 mL, kemudian campuran diaduk hingga homogen.

3.4.1.8. Pembuatan larutan KCl 1 M

Padatan KCl dipanaskan selama 15 menit, lalu ditimbang sebanyak 37,67 g dan dilarutkan dalam aqua dm pada gelas kimia 250 mL, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL dan ditambahkan aqua dm sampai tanda batas kemudian dihomogenkan.

3.4.1.9. Optimasi Komposisi Hidrogel

Larutan PVA 10% dan *Crosslinker* masing-masing dipipet dengan perbandingan volume 1:4, 2:3, 1:1, 3:2, dan 4:1 dengan total volume 5 mL ke dalam gelas kimia, lalu diaduk dengan *magnetic stirrer* pada suhu 55 °C selama 5 menit, lalu dicetak pada cetakan. Kemudian hidrogel dikeringkan di dalam oven pada suhu 50°C selama \pm 4 jam. Hidrogel yang telah kering kemudian di uji *swelling ratio* dalam aqa demineralisasi untuk mengetahui komposisi PVA:CL optimum.

Aghnia Ahdanisa, 2016

KAJIAN RELEASE BEHAVIOR HIDROGEL CRF POLI (VINIL ALKOHOL) DENGAN CROSSLINKER GLUTARALDEHIDA

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

3.4.1.10. Sintesis Hidrogel Komposisi Optimum

Larutan PVA 10% dan Crosslinker dipipet dengan perbandingan optimum kedalam gelas kimia lalu diaduk dengan *magnetic stirrer* pada suhu 55 °C selama 5 menit, lalu dicetak pada cetakan. Kemudian hidrogel dikeringkan di dalam oven pada suhu 50° selama \pm 4 jam. Hidrogel yang telah kering akan dikarakterisasi dan digunakan untuk uji *release behavior*.

3.4.2. Tahap Karakterisasi Hidrogel

3.4.2.1. FTIR

Sampel PVA sebanyak 3 gram dan sampel hidrogel PVA GA sebanyak 3 butir dihaluskan kemudian dipadatkan dan dianalisis dalam bentuk pelet KBr. Spektrum direkam dalam daerah bilangan gelombang dari 4000 sampai dengan 600 cm^{-1} . Kemudian hasil spektrum yang diperoleh dibandingkan satu sama lain untuk melihat pengaruh nutrisi dalam pembentukan gugus fungsi pada hidrogel.

3.4.2.2 Analisis *Tortuosity*

Hidrogel disintesis kemudian dituangkan kedalam alat uji *tortuosity* dalam keadaan basah, kemudian udara yang terperangkap dalam alat dikeluarkan dengan cara mengetuk-ngetuk alat uji. Resistansi dibaca pada keadaan hidrogel yang basah. Setelah didapatkan data, hidrogel dikeringkan dalam oven pada suhu 50 °C selama \pm 6 jam, kemudian dibiarkan pada suhu ruang semalam. Resistansi kembali dibaca pada keadaan hidrogel yang telah kering. Setelah didapatkan data, hidrogel dibuat jenuh KCl dengan cara meneteskan KCl 200 ppm melalui lubang tengah alat uji terus menerus sampai hidrogel tidak menyerap KCl lagi. Resistansi kembali dibaca pada keadaan hidrogel jenuh KCl.

1.4.3. Performa Hidrogel PVA-GA

1.4.3.1. Optimasi Uptake KCl sebagai Nutrien oleh Hidrogel PVA-GA

Sebanyak 12 butir hidrogel kering yang telah diketahui massa awalnya direndam pada aqua demineralisasi dan larutan KCl dengan konsentrasi 50, 100, 200, 250, dan 300 ppm, masing-masing sebanyak 2 butir. Hidrogel diangkat, ditiriskan, dan ditimbang pada tiap 10 menit hingga 240 menit. Analisis dilakukan duplo.

3.4.3.2 Analisis Absorpsi Hidrogel

Hidrogel yang telah dicetak dan telah kering diambil sebanyak 18 buah, lalu tiap 2 buah dimasukkan kedalam 100 mL larutan KCl 200 ppm. Sampel larutan diambil sebanyak 10 mL dari masing-masing wadah pada tiap titik waktu yang ditentukan, yaitu 10, 20, 30, 60, 90, 120, 160, 180, dan 240 menit. Kandungan kalium pada sampel larutan kemudian dianalisis dengan instrumen AAS.

3.4.4. Analisis *Release Behavior* Hidrogel

3.4.4.1. Analisis Desorpsi Hidrogel

Hidrogel yang telah kering diambil sebanyak 26 buah, kemudian direndam dalam larutan KCl 200 ppm selama waktu 30 menit, dan ditiriskan. Kemudian sebanyak 2 buah hidrogel direndam pada masing-masing 14 gelas kimia berisi 200 mL aqua dm. Pada gelas 1, sampel diambil sebanyak 10 mL pada menit ke-10, pada gelas 2, sampel diambil sebanyak 10 mL pada menit ke-20, dan seterusnya hingga pada gelas ke 13, sampel diambil sebanyak 10 mL pada menit ke-240. Kandungan kalium pada sampel-sampel ini dianalisis menggunakan instrumen AAS.

3.4.4.2 Pengolahan Data

Data penyerapan, *release*, dan *tortuosity* hidrogel kemudian diolah dengan beberapa permodelan matematika. Untuk analisis kinetika *release*, model yang digunakan adalah orde nol, orde pertama, Higuchi, Hixson-Crowell, dan Hopfenberg.

- Untuk mengolah data dengan pemodelan orde nol, fraksi kalium terlepas diplot terhadap waktu.

- Untuk mengolah data dengan pemodelan orde satu, fraksi kalium yang tersisa diplot terhadap waktu.
- Untuk mengolah data dengan model Higuchi, akar pangkat fraksi molekul terlepas diplot terhadap waktu.
- Untuk mengolah data dengan model Hixson-Crowell, akar pangkat tiga fraksi molekul awal dikurangi dengan akar pangkat tiga fraksi molekul tersisa diplot terhadap waktu.
- Untuk mengolah data dengan model Hopfenberg, fraksi molekul terlarut dikalikan dengan konsentrasi awal nutrient dikalikan dengan jari jari awal/setengah ketebalan hidrogel diplot terhadap waktu.

Untuk analisis mekanisme release, pemodelan yang digunakan adalah Weibull, dan Korsmeyer Peppas.

- Untuk mengolah data dengan model Weibull, $\log(-\ln(1-\text{fraksi molekul terlepas}))$ diplot terhadap log waktu.
- Untuk mengolah data dengan model Korsmeyer-Peppas, log fraksi molekul terlepas diplot terhadap log waktu.

Actual model disusun berdasarkan hasil yang didapatkan dari *fitting* pada *current models*.