

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini terdiri dari tahap sintesis, karakterisasi dan uji kinerja. Tahap sintesis dan uji kinerja hidrogel dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan Program Studi Kimia Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia yang berlokasi di Jl. Dr. Setiabudhi No. 229 Bandung. Tahap Karakterisasi SEM, XRD dan FTIR dilakukan di Laboratorium *Research Center for Energy and Environmental Sciences, Shinshu University, Jepang*. Waktu pelaksanaan penelitian dimulai pada Mei hingga Oktober 2016.

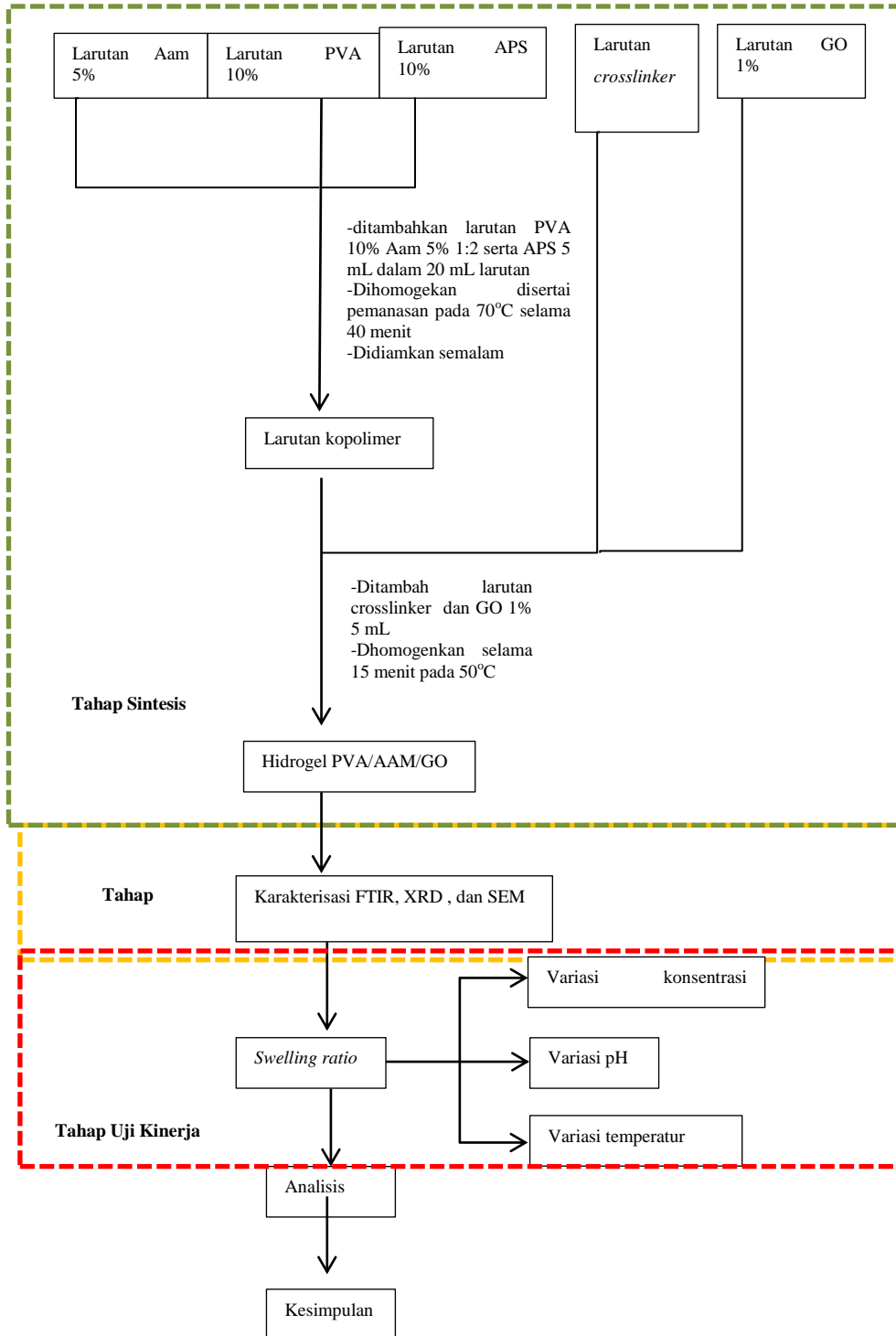
3.2 Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah akrilamida p.a (*Wako Pure Chemical Industries, Ltd*), n-polivinil alkohol p.a, ammonium persulfat p.a, glutaraldehida p.a, metanol 96%, asam sulfat 98%, asam asetat 98% dari *Merck, Germany*. Aquades dan suspensi grafit oksida 99% yang merupakan hasil sintesis (exofoliasi) 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, *plate* cetakan PTFE, kaca arloji, batang pengaduk, magnetic bar, pemanas listrik, makropipet ukuran 10 mL, 2 mL, 5 mL, pipet tetes, spatula, plastik warp, neraca analitik, ultrasonikasi, dan pinset. Adapun beberapa instrumentasi yang digunakan untuk keperluan karakterisasi adalah *Fourier Transform Infrared (FTIR)/ Thermo Scientific Nicolet 6700, X-ray Diffraction (XRD)/ XRD Smartlab Rigaku*, serta *Scanning Electron Microscopy (SEM)/ FE-SEM (JSM6335FS, JEOL, Japan)* .

3.3 Metode Penelitian

Penelitian dilakukan melalui tahap sintesis, dan karakterisasi serta uji kinerja. Tahap sintesis hidrogel dengan komposisi optimum yang diperoleh dari

penelitian sebelumnya (Rosalina, 2015). Tahap karakterisasi yang meliputi penentuan sifat fisika kimia serta struktur morfologi hidrogel melalui instrumen. Uji kinerja dilakukan berdasarkan pengukuran *swelling ratio* pada kondisi lingkungan yang berbeda (pH, temperatur dan konsentrasi larutan elektrolit (Gambar 3.1)).



Gambar 3. 1 Diagram Alir Penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Tahap Sintesis

Tahap sintesis hidrogel PVA/AAm/GO dilakukan menggunakan kondisi optimum yang diperoleh pada penelitian sebelumnya (perbandingan volum PVA:AAm:GO = 5:10:4 (Rosalina, 2015)). Larutan PVA 10% sebanyak 6,7 mL dituangkan dalam gelas kimia 100 mL lalu ditambahkan larutan AAm 5% sebanyak 13,4 mL serta larutan APS 10% sebanyak 5 mL. Larutan dihomogenkan selama 40 menit disertai dengan pemanasan pada 70°C hingga larutan berubah warna menjadi kuning muda. Larutan didiamkan semalam. Larutan kopolimer ditambahkan larutan crosslinker 10 mL dan larutan GO 1% sebanyak 5 mL. Larutan dihomogenkan selama 15 menit pada 50°C. Larutan hidrogel yang sudah homogen kemudian dituangkan ke dalam cetakan PTFE dan dibiarkan mengering pada suhu ruang.

3.4.2 Tahap Karakterisasi

Pada tahap ini dilakukan sejumlah karakterisasi dengan menggunakan instrumen tertentu untuk mengkonfirmasi kesesuaian hidrogel PVA/AAm/GO yang telah disintesis dengan penelitian sebelumnya. Tahap karakterisasi ini meliputi FTIR, XRD, dan SEM. Tahapan karakterisasi dijelaskan pada uraian berikut :

3.4.2.1 Spektroskopi FTIR

Penggunaan instrumen FTIR ini dilakukan untuk mengetahui interaksi gugus fungsi dari matrik hidrogel. Sampel hidrogel dihaluskan lalu dipadatkan bersama pellet KBr kemudian diuji dengan alat FTIR. Bilangan gelombang yang digunakan yaitu pada rentang 4000-600 cm^{-1} . Hasil spektrum hidrogel kemudian dianalisis.

3.4.2.2 Difraksi Sinar X (XRD)

Pengujian ini dilakukan untuk memperkirakan pola difraksi hidrogel. Sampel terlebih dahulu dihaluskan lalu ditempatkan pada wadah sampel dan diuji dengan alat XRD *Smartlab Rigaku*. Energi yang digunakan sebesar 60 kV/50

mA dengan $\text{CuK}\alpha$ sebagai sumber sinar X. Jarak interlayer atau *d-spacing* hidrogel ditentukan berdasarkan persamaan *Bragg* :

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

Dengan n adalah order difraksi, λ adalah panjang gelombang, d adalah jarak interlayer, dan θ adalah sudut difraksi.

3.4.2.3 Scanning Electron Microscope (SEM)

Pengujian dilakukan untuk mengetahui struktur permukaan, struktur melintang, dan ukuran pori hidrogel Sampel dihaluskan lalu diletakkan pada wadah sampel dan dianalisis. Perbesaran dilakukan pada ukuran $1\mu\text{m}$ dan $10\mu\text{m}$.

3.4.3 Tahap Uji Kinerja Swelling Ratio

Hidrogel dipotong dengan ukuran $1,5\text{ cm} \times 1,5\text{ cm}$ dengan ketebalan $0,7\text{ mm}$. Lalu dikeringkan di oven dengan suhu 40°C selama 10 menit. Hidrogel yang telah kering lalu ditimbang dan dicatat sebagai bobot hidrogel kering (W_o). Hidrogel kering lalu direndam dalam media dengan kondisi yang telah dikontrol sebelumnya sebanyak 20 mL selama beberapa waktu lalu ditimbang secara berkala. Hidrogel yang akan ditimbang dikeringkan terlebih dahulu lalu dicatat bobot setelah *swelling* (W_t). Kondisi dengan nilai %SR tertinggi yang diperoleh pada masing masing kondisi kemudian dilakukan *swelling* dan dicatat bobotnya.

Uji ini dilakukan untuk mengetahui tingkat elastisitas hidrogel dari segi pengembangan atau *swelling* yang diakibatkan oleh absorpsi air dengan kondisi yang divariasikan. Nilai %SR dapat diperoleh melalui persamaan berikut :

$$\%SR = \frac{\text{bobot setelah swelling } (W_t) - \text{bobot hidrogel kering } (W_o)}{\text{bobot hidrogel kering } (W_o)}$$

Uji *swelling* dilakukan pada media dengan variasi pH 2, 7 dan 9. Variasi temperatur pada 4°C , 26°C dan 40°C . Sementara pada variasi konsentrasi elektrolit, elektrolit yang digunakan adalah NaCl dengan konsentrasi %b/b 1%, 4%, 10%, 25% dan 28%.