

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

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

Penelitian ini terdiri dari beberapa tahap yaitu: (1) Sintesis hidrogel PVA/GA, (2) Karakterisasi terdiri dari analisis FTIR serta SEM, dan (3) Analisis sifat psiko-kimia hidrogel meliputi *swelling ratio* dan *release behavior*. Tahap sintesis dan analisis sifat psiko-kimia *swelling ratio* dan *release behavior* 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, sedangkan analisis kadar ion natrium pada sifat psiko-kimia *release behavior* hidrogel dilakukan di Laboratorium Tanah Balai Penelitian Tanaman dan Sayuran yang berlokasi di Jl. Tangkuban Parahu No. 517 Lembang, Bandung. Tahap Karakterisasi FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA UPI dan SEM di Laboratorium *Plasticity Control and Mechanical Modelling*, Universitas Yeungnam, Korea. Waktu pelaksanaan penelitian dimulai pada bulan Januari sampai Juni 2017.

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

##### **3.2.1 Alat**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini terdiri atas berbagai macam peralatan gelas standar laboratorium dan instrumentasi, alat gelas standar meliputi gelas kimia 2 L, 1 L, 600 mL, 500 mL, 250 mL, 100 mL, gelas ukur 10 mL, 50 mL, dan 10 mL, labu ukur 500 mL, 250 mL, 100 mL, dan 50 mL, pipet makro 10 mL, 5 mL, pipet mikro 1 mL, pipet ukur 25 mL, 5 mL dan 1 mL cawan porselen, kaca arloji, spatula, batang pengaduk, *magnetic stirrer*, pipet tetes, botol semprot, tabung reaksi, cetakan akrilik hidrogel, dan thermometer.

Adapun alat instrumentasi yang digunakan adalah spektrofotometer *Fourier Transform InfraRed* (FTIR) (Shimadzu/Jepang), *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) (SenAA GBC Scientific Equipment/Australia), *Mini Scanning Electron*

*Microscopy Tabletop* TM3030 (SEM), Konduktometer (mettler toledo series LE703/UK), pH meter (mettler toledo/UK), *hotplate* (IKA C MAG HS 7/), inkubator bitec-300 (Shimidzu/Jepang), *mechanical stirrer* (Eyela/Jepang), *waterbath* (Eyela/Jepang), *homogenizer* dan neraca analitik (mettler toledo/UK).

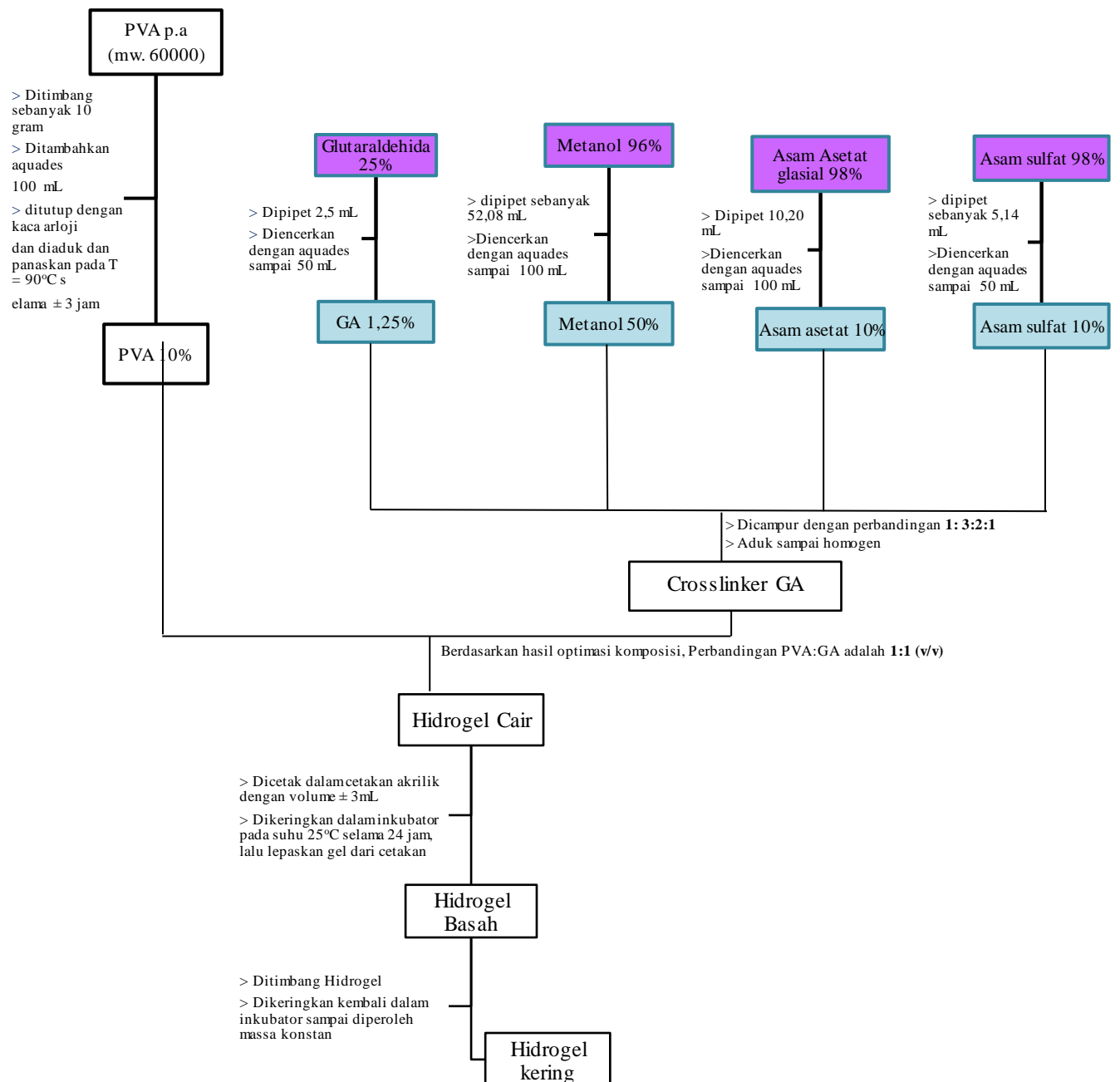
### 3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah polivinil alkohol *fully hydrolized* p.a, berupa serbuk berwarna putih (mw approx 60000 Merck/Jerman), glutaraldehida 25% p.a, berupa cairan berwarna kuning ( $\rho = 1,055-1,065 \text{ g/cm}^3$ ) ( $20^\circ\text{C}$ ) (Merck/Jerman), metanol 96% p.a, berupa cairan tidak berwarna ( $\rho = 0,791 -0,793 \text{ g/cm}^3$ ) ( $20^\circ\text{C}$ ) (Merck/Jerman), asam sulfat 97% p.a berupa cairan tidak berwarna ( $\rho = 1,474 - 1,48 \text{ g/cm}^3$ ) (Merck/Jerman), asam asetat p.a, berupa cairan tidak berwarna ( $\rho = 1,05 \text{ g/cm}^3$ ) (Merck/Jerman), natrium klorida p.a, berupa serbuk berwarna putih (Merck/Jerman), kalium hidroksida berupa serbuk berwarna putih (Farco Chemical Supplies/Hongkong), natrium hidroksida p.a, berupa serbuk berwarna putih, asam klorida berupa cairan tidak berwarna (Merck/Jerman) aquades dan air demineralisasi (lokal)

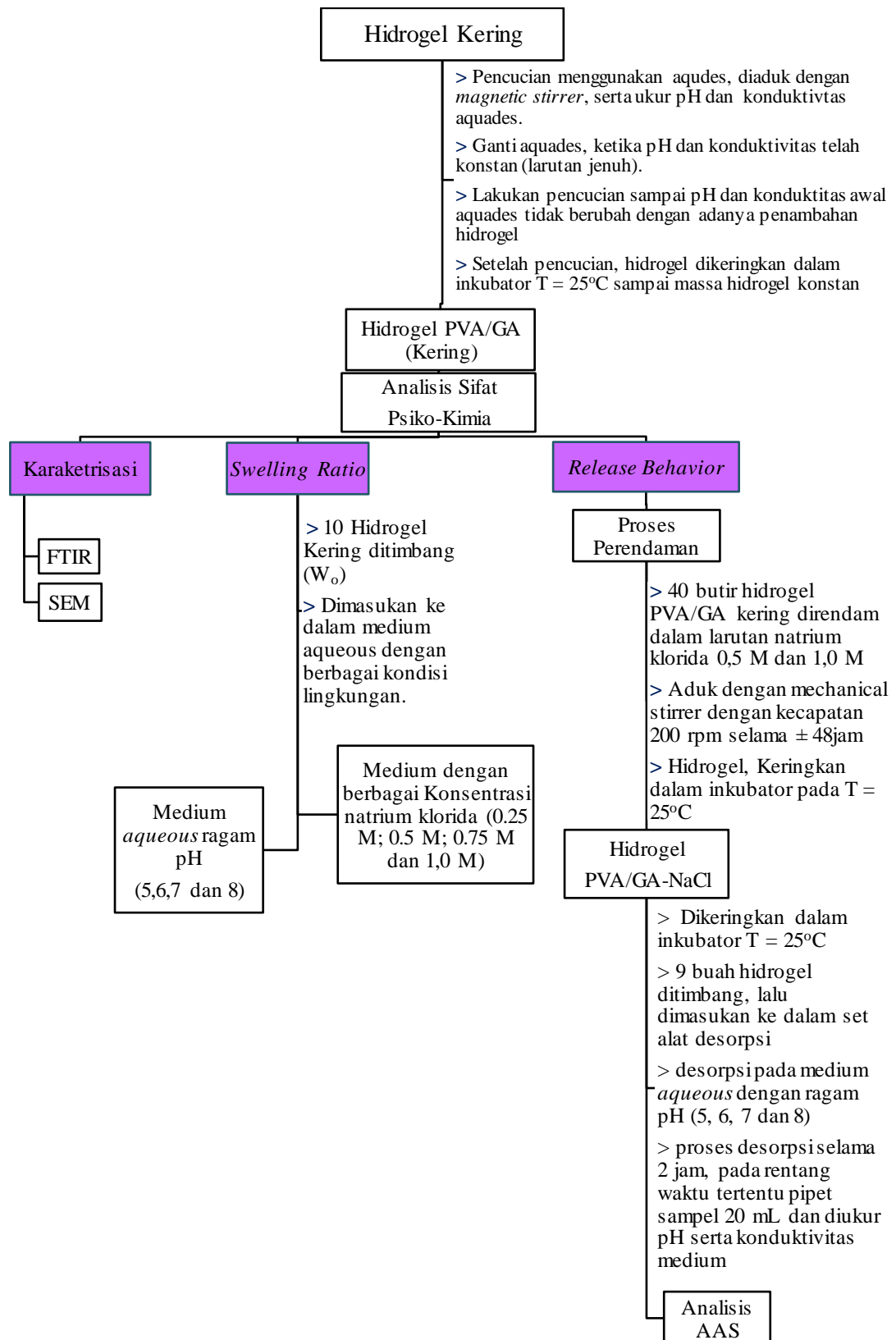
### 3.3 Metode Penelitian

Penelitian dilakukan melalui beberapa tahap yaitu tahap sintesis, karakterisasi dan analisis sifat psiko-kimia hidrogel pada berbagai kondisi. Tahap sintesis hidrogel dengan komposisi optimum yang diperoleh dari penelitian yang dilakukan sebelumnya oleh Aghnia (2016). Karakterisasi hidrogel melalui analisis FTIR dan SEM. Selanjutnya tahap analisis sifat-sifat psiko-kimia hidrogel hasil sintesis pada berbagai kondisi lingkungan, yaitu untuk *swelling ratio* dilakukan pada beragam tingkat keasamaan dan konsentrasi natrium klorida, sedangkan *release behavior* dipelajari dengan cara merendamnya dalam larutan natrium klorida 1,0 M dan 0,5 M. Kemudian men-desorpsi ion natrium dari hidrogel hasil perendaman ke dalam medium *aqueous* pH 5, pH 6, pH 7 dan pH 8. Dan mengukur kandungan ion natrium yang dilepaskannya dengan menggunakan konduktometer dan AAS.

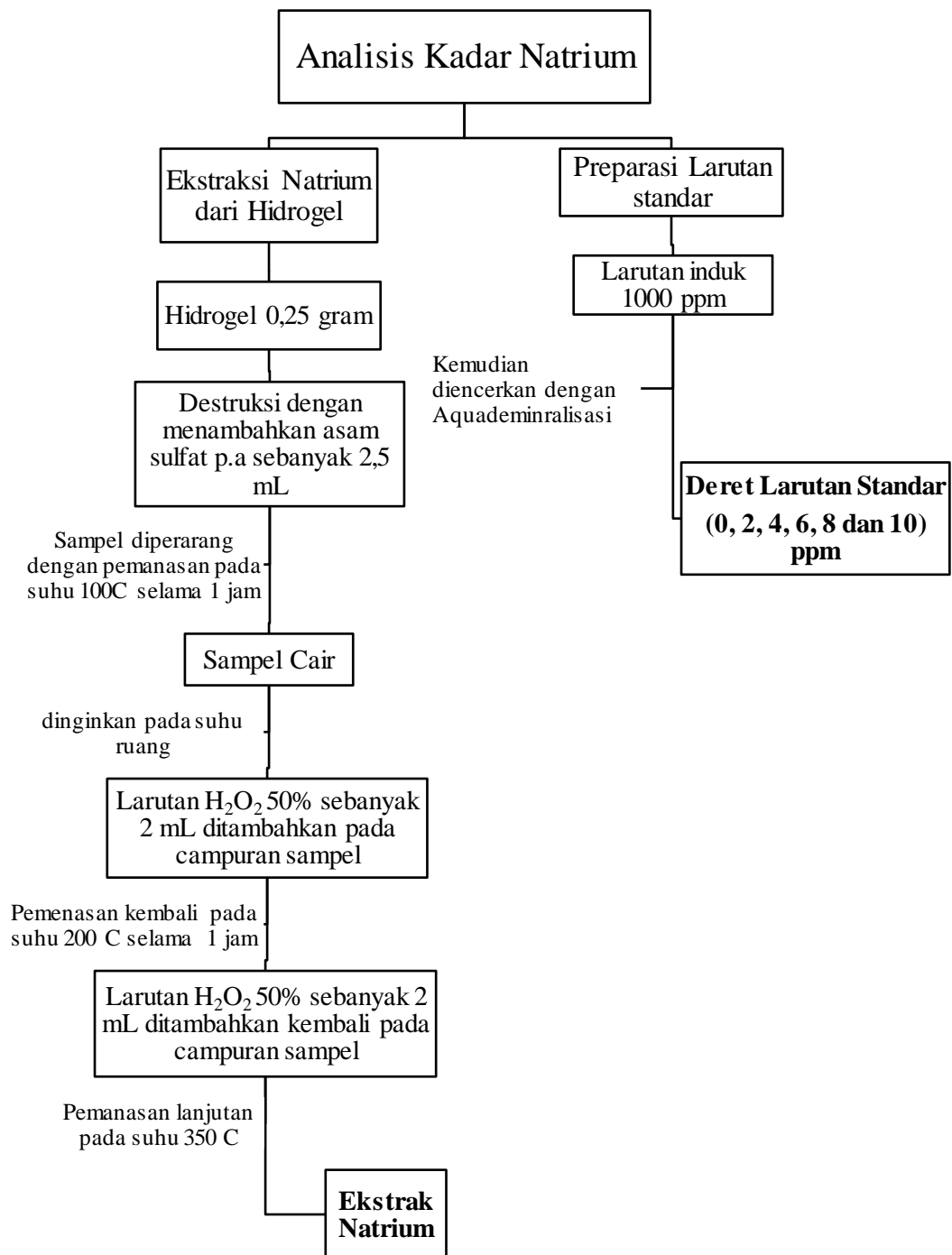
Berikut ini adalah bagan penelitian yang dilakukan:



**Gambar 3.1** Prosedur Sintesis Hidrogel PVA/GA



**Gambar 3.2** Prosedur Analisis Sifat Psiko-Kimia Hidrogel PVA/GA



**Gambar 3.3** Analisis kadar natrium dalam hidrogel PVA/GA sisa desorpsi

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Tahap Sintesis Hidrogel PVA/GA

##### 3.4.1.1 Pembuatan Larutan PVA 10% (% w/v)

Serbuk PVA *fully hydrolized* (mw: 60000) sebanyak 10 gram ditambahkan ke dalam aquades dengan volume 100 mL ke dalam gelas kimia, kemudian dilakukan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* dan dipanaskan pada suhu 90°C selama  $\pm 3$  jam sampai PVA larut.

##### 3.4.1.2 Pembuatan Metanol 50% (% v/v)

Larutan methanol 96% p.a ( $\rho = 0,791 - 0,793 \text{ g/cm}^3$ ) (20°C), dipipet sebanyak 52,08 mL, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL penambahan aquades sampai tanda batas kemudian larutan dihomogenkan.

##### 3.4.1.3 Pembuatan Asam asetat 10% (% v/v)

Larutan asam asetat glasial (98%) ( $\rho = 1,05 \text{ g/cm}^3$ ), dipipet sebanyak 10,20 mL lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL penambahan aquades sampai tanda batas kemudian larutan dihomogenkan.

##### 3.4.1.4 Pembuatan Asam sulfat 10% (% v/v)

Larutan asam sulfat (97%) ( $\rho = 1,474 - 1,48 \text{ g/cm}^3$ ), dipipet sebanyak 5,14 mL lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL penambahan aquades sampai tanda batas kemudian larutan dihomogenkan.

##### 3.4.1.5 Pembuatan Glutaraldehida (GA) 1,25% (% v/v)

Larutan glutaraldehida 25% ( $\rho = 1,055 - 1,065 \text{ g/cm}^3$ ) (20°C), dipipet sebanyak 2,50 mL lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL penambahan aquades sampai tanda batas kemudian larutan dihomogenkan.

##### 3.4.1.6 Pembuatan Larutan *Crosslinker*

Larutan *crosslinker* dibuat dari metanol 50%, ditambahkan larutan asam asetat 10%, lalu larutan asam sulfat 10%, dan larutan glutaraldehida 1,25% dengan perbandingan 3:2:1:1. Kemudian campuran diaduk hingga homogen.

#### 3.4.1.7 Pembuatan Larutan Natrium Klorida 1,0 M dan 0,5 M

Padatan natrium klorida p.a sebanyak 29,22 gram dan 14,61 gram masing-masing dilarutkan dengan aquades dalam labu ukur 500 mL kemudian tambahkan kembali aquades sampai tanda batas lalu dihomogenkan.

#### 3.4.1.8 Sintesis Hidrogel dengan Komposisi Optimum

Sintesis hidrogel berdasarkan penelitian optimasi komposisi hidrogel yang dilakukan oleh Aghnia (2016) pada penelitian sebelumnya. Hasil menunjukkan bahwa komposisi optimum dalam sintesis hidrogel PVA/GA yaitu perbandingan volume PVA: *crosslinker* GA = 1:1 yang memiliki *swelling ratio* paling besar. Sintesis hidrogel dimulai dengan mencampurkan larutan PVA 10% dan *crosslinker* sesuai dengan komposisi optimum dengan total volume 120 mL ke dalam gelas kimia, campuran diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 55°C selama  $\pm 5$  menit sampai campuran homogen. Campuran selanjutnya dicetak ke dalam cetakan akrilik, dan simpan dalam inkubator pada suhu  $25 \pm 0,1^\circ\text{C}$  selama 24 jam. Hidrogel dikeluarkan dari cetakan setelah memadat atau 24 jam setelah pencetakan dan kemudian dilakukan penimbang hidrogel basah sebagai massa awal, lalu hidrogel disimpan ke dalam inkubator kembali, selama proses pengeringan sampai massa hidrogel konstan atau hidrogel telah kering.

#### 3.4.2 Pencucian Hidrogel

Pencucian hidrogel yang telah kering (massanya konstan) menggunakan aquades yang sebelumnya telah diuji pH dan konduktivitas awalnya. Hidrogel dan air dimasukkan ke dalam gelas kimia yang telah terpasang probe konduktometer dan probe pH meter dengan posisi yang sejajar, proses pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*, pengukuran pH dan konduktivitas aquades dilakukan setiap 30 detik selama proses pencucian. Penggantian aquades dilakukan setelah pH dan konduktivitas aquades konstan (larutan jenuh). Pencucian hidrogel dihentikan ketika tidak terjadi perubahan pH dan konduktivitas pada aquades setelah adanya penambahan hidrogel.

### 3.4.3 Tahap Karakterisasi Hidrogel

Karakterisasi hidrogel dalam penelitian ini terdiri dari 2 analisis yaitu FTIR dan SEM. Tahap ini bertujuan untuk mengkonfirmasi struktur hidrogel PVA/GA hasil sintesis dengan instrumen tertentu. Tahapan karakterisasi akan dijelaskan sebagai berikut:

#### 3.4.3.1 Tahap Preparasi Sampel

Preparasi sampel untuk karakterisasi FTIR dan SEM, hidrogel direndam dalam larutan natrium klorida 1,0 M, kemudian diaduk menggunakan *mechanical stirrer* dengan kecepatan pengadukan  $\pm 200$  rpm selama 48 jam. Setelah proses perendaman pada larutan natrium klorida, dilakukan pengeringan hidrogel sampai diperoleh massa hidrogel yang konstan, selama proses pengeringan hidrogel disimpan dalam inkubator pada suhu  $25 \pm 0,1^\circ\text{C}$ . Hidrogel kering hasil perendaman pada larutan natrium klorida 1,0 M, selanjutnya disebut sebagai hidrogel PVA/GA-NaCl(1,0 M) dan hasil perendaman dalam larutan natrium klorida 0,5 M disebut sebagai hidrogel PVA/GA-NaCl(0,5 M).

#### 3.4.3.2 *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

Analisis FTIR adalah salah satu analisis struktur hidrogel yang bertujuan untuk mengetahui interaksi antar gugus fungsi dalam hidrogel hasil sintesis. Digunakan instrumentasi FTIR dengan spesifikasi alat SHIMADZU FTIR-8400, analisis FTIR dilakukan terhadap 4 sampel yaitu: PVA, hidrogel PVA/GA, hidrogel PVA/GA-NaCl(1,0 M) dan PVA/GA-NaCl(0,5 M). Preparasi masing-masing sampel terdiri dari 3 buah hidrogel dihaluskan kemudian dicampur dengan bubuk KBr dan kemudian campuran tersebut dipadatkan dengan tekanan tinggi. Sehingga terbentuk plat KBr yang sudah siap uji. Rentang bilangan gelombang yang digunakan adalah 4000 sampai dengan  $400\text{ cm}^{-1}$ . Hasil spektra yang diperoleh dibandingkan satu sama lain untuk melihat perubahan gugus fungsi dalam pembentukan hidrogel, serta pengaruh treatment natrium klorida pada struktur hidrogel.

#### 3.4.3.3 *Scanning Electron Microscope (SEM)*

Analisis karakterisasi hidrogel selanjutnya adalah dengan menggunakan instrumen SEM berfungsi untuk mengetahui struktur permukaan serta ukuran pori



hidrogel PVA/GA, hidrogel PVA/GA-NaCl (1,0 M) dan hidrogel PVA/GA-NaCl (0,5 M) hasil sintesis. Hidrogel yang akan diuji dengan instrumentasi SEM harus dalam keadaan kering. Sampel kemudian ditempatkan dalam wadah kemudian diuji dengan menggunakan instrumentasi *mini scanning electron microscopy tabletop* TM3030.

### 3.4.4 Tahap Analisis Sifat Psiko-Kimia Hidrogel

Analisis sifat psiko-kimia hidrogel terdiri dari beberapa tahap yaitu *swelling ratio* dan *release behavior*. Tahapan analisis sifat psiko-kimia akan dijelaskan sebagai berikut:

#### 3.4.4.1 Analisis *Swelling Ratio* Hidrogel PVA/GA dalam Medium *Aqueous*

##### Beragam pH

Analisis *swelling ratio* hidrogel menggunakan metode gravimetri yang digunakan untuk mempelajari kemampuan *swelling* dari hidrogel PVA/GA pada berbagai kondisi lingkungan yaitu medium *aqueous* tanpa garam dengan ragam tingkat keasaman yaitu pH 5, pH 6, pH 7 dan pH 8. Medium asam atau basa pada analisis *swelling ratio* dipreparasi dengan menambahkan larutan NaOH 0,1 M atau HCl 0,1 M ke dalam aquades sebagai media perendaman.

Hidrogel yang sudah kering (massanya konstan) sebanyak 10 buah, kemudian ditimbang massa-nya dan disebut sebagai massa hidrogel kering ( $W_0$ ). Hidrogel kering tersebut direndam dalam berbagai variasi medium, volume medium yang digunakan sebanyak 100 mL. Pada rentang waktu tertentu hidrogel dipisahkan dari medium kemudian dikeringkan  $\pm 3$  menit dan ditimbang kembali berdasarkan rentang waktu yang telah ditentukan. Massa hidrogel setelah direndam adalah massa hidrogel *swelling* ( $W_s$ ). Analisis *swelling ratio* ini dilakukan untuk mengetahui tingkat elastisitas hidrogel dari *swelling* yang diakibatkan oleh absorpsi air dengan kondisi yang divariasikan. Nilai %SR atau air yang diserap dapat diperoleh melalui persamaan berikut:

$$\text{Persen Swelling (\%SR)} = \frac{\text{Massa setelah swelling } (W_s) - \text{Massa hidrogel kering } (W_0)}{\text{Massa hidrogel kering } (W_0)} \times 100\%$$

Selama analisis *swelling ratio* medium perendaman disimpan dalam inkubator pada suhu  $25 \pm 0,1$  °C.

#### 3.4.4.2 Analisis *Swelling Ratio* Hidrogel PVA/GA dalam Medium *Aqueous*

##### Beragam Konsentrasi Natrium Klorida

Analisis *swelling ratio* hidrogel PVA/GA selanjutnya adalah pada berbagai kondisi lingkungan medium larutan natrium klorida dengan konsentrasi yang bervariasi yaitu 0.25 M, 0.50 M, 0,75 M dan 1,0 M. Analisis *swelling ratio* hidrogel menggunakan metode gravimetri yang digunakan untuk mempelajari kemampuan *swelling* dari hidrogel.

Hidrogel yang sudah kering (massanya konstan) sebanyak 10 buah, kemudian ditimbang massa-nya dan disebut sebagai massa hidrogel kering ( $W_0$ ). Hidrogel kering tersebut direndam dalam berbagai variasi medium, volume medium yang digunakan sebanyak 100 mL. Pada rentang waktu tertentu hidrogel dipisahkan dari medium kemudian dikeringkan  $\pm 3$  menit dan ditimbang kembali berdasarkan rentang waktu yang telah ditentukan. Massa hidrogel setelah direndam adalah massa hidrogel *swelling* ( $W_s$ ). Analisis ini dilakukan untuk mengetahui tingkat elastisitas hidrogel dari *swelling* yang diakibatkan oleh absorpsi air dengan kondisi yang divariasikan. Nilai %SR atau air yang diserap dapat diperoleh melalui persamaan berikut:

$$\text{Persen Swelling (\%SR)} = \frac{\text{Massa setelah swelling } (W_s) - \text{Massa hidrogel kering } (W_0)}{\text{Massa hidrogel kering } (W_0)} \times 100\%$$

Selama analisis *swelling ratio* medium perendaman disimpan dalam inkubator pada suhu  $25 \pm 0,1$  °C.

#### 3.4.4.3 Set Alat Perendaman Hidrogel dan Desorpsi Ion Natrium dari

##### Hidrogel PVA/GA-NaCl

Set alat perendaman hidrogel dan desorpsi ion natrium dari hidrogel terdiri dari gelas kimia yang memiliki penyekat berlubang dari akrilik, *waterbath*, *mechanical stirrer*, pH meter dan konduktometer. Hidrogel diposisikan dibawah penyekat akrilik berlubang pada gelas kimia yang telah direndam dalam

*waterbath* pada suhu 25°C. Selanjutnya pemasangan *mechanical stirrer*, probe pH meter dan probe konduktometer pada set alat.

#### **3.4.4.4 Proses Perendaman Hidrogel PVA/GA dalam Larutan Natrium**

##### **Klorida**

Analisis *release behavior* diawali dengan proses mengimobilisasi ion natrium ke dalam matrik hidrogel PVA/GA, yaitu dengan cara merendam hidrogel yang telah kering (massanya konstan) sebanyak 40 buah ke dalam larutan natrium klorida 1,0 M dan 0,5 M. Suhu larutan natrium klorida sebanyak 500 mL dan air dalam *waterbath* dihomogenkan. Setelah suhu kedua larutan sama, larutan natrium klorida dimasukkan ke dalam gelas kimia pada set alat. Proses pengadukan dengan kecepatan  $\pm 200$  rpm selama 48 jam. Setelah proses perendaman hidrogel ke dalam larutan natrium klorida, dilakukan kembali proses pengeringan hidrogel dengan menyimpan hidrogel dalam inkubator pada suhu  $25 \pm 0,1$  °C yang selanjutnya digunakan dalam analisis *release behavior*. Hidrogel kering hasil perendaman pada larutan natrium klorida 1,0 M, selanjutnya disebut sebagai hidrogel PVA/GA-NaCl(1,0 M) dan hasil perendaman dalam larutan natrium klorida 0,5 M disebut sebagai hidrogel PVA/GA-NaCl(0,5 M).

#### **3.4.4.5 Analisis Release Behavior Hidrogel**

Analisis *release behavior* hidrogel terdiri dari analisis kadar natrium dalam sampel medium *release* dan kadar natrium dalam hidrogel. Desorpsi ion natrium dilakukan dari hidrogel yang sudah direndam dalam larutan natrium klorida 1,0 M atau hidrogel PVA/GA-NaCl(1,0 M), sebanyak 9 buah digunakan untuk desorpsi ion natrium dari matrik hidrogel ke dalam aquades pH 5, pH 6, pH 7 dan pH 8. Pengaturan pH-nya dilakukan dengan cara menambahkan larutan HCl 0,1 M dan KOH 0,1 M. Larutan ini digunakan untuk mempelajari pengaruh pH pada *release behavior* hidrogel PVA/GA.

Proses desorpsi ion natrium dari hidrogel yang telah bermuatan natrium klorida dilakukan pada medium *aqueous* ragam pH (5, 6, 7, dan 8) sebanyak 500 mL, suhu medium desorpsi dengan suhu air dalam *waterbath* disamakan. Setelah

suhu kedua larutan sama, larutan medium *release* dituangkan ke dalam gelas kimia pada set alat. Pengadukan menggunakan *mechanical stirrer* dengan kecepatan pengadukan  $\pm 200$  rpm. Pengambilan sampel larutan sebanyak 20 mL pada rentang waktu yang telah ditentukan, yaitu: 0, 5, 10, 25, 40, 60, 90, 120 menit. Setiap titik waktu pengambilan sampel, dilakukan pula pengukuran pH dan konduktivitas larutan. Kandungan natrium dalam sampel larutan diuji dengan instrumentasi AAS.

Setelah proses desorpsi hidrogel kemudian disimpan dalam botol vial untuk uji kadar natrium sisa desorpsi yang terdapat dalam hidrogel. Analisis kadar natrium total dalam hidrogel dilakukan melalui cara ekstraksi natrium dengan pengabuan cara basah menggunakan asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) dan hidrogen peroksida ( $H_2O_2$ ). Pengukuran kadar natrium menggunakan instrumentasi AAS. Analisis ini terdiri dari beberapa tahapan yaitu ekstraksi natrium dari hidrogel, preparasi larutan standar, dan analisis menggunakan instrumentasi AAS. Prosedur yang sama dilakukan terhadap pada hidrogel PVA/GA-NaCl (0,5 M).

#### **3.4.4.5.1 Ekstraksi Natrium dari Hidrogel Sisa Desorpsi**

Hidrogel sebanyak 0,25 gram diletakan dalam tabung *digestion*. Dekstruksi menggunakan 2,5 mL asam sulfat p.a. Proses selanjutnya sampel diperarang dengan pemanasan pada suhu  $100^\circ C$  selama  $\pm 1$  jam. Setelah sampel diperarang lalu sampel didinginkan dalam suhu ruang, kemudian larutan  $H_2O_2$  50% sebanyak 2 mL ditambahkan pada campuran sampel, kemudian pemanasan kembali pada suhu  $200^\circ C$  selama  $\pm 1$  jam, setelah beberapa lama penambahan larutan  $H_2O_2$  50% sebanyak 2 mL ke dalam sampel dan pemanasan dilanjutkan pada suhu  $350^\circ C$  sampai diperoleh ekstrak tidak berwarna dan volume ekstrak  $\pm 1$  mL.

#### **3.4.4.5.2 Preparasi Larutan Standar**

Pembuatan Larutan deret standar untuk analisis kadar natrium (Na) dengan instrumentasi AAS. Standar larutan induk 1000 ppm. Kemudian diencerkan sampai konsentrasi larutan deret standar menjadi pada rentang yang telah ditentukan yaitu 0, 2, 4, 6, 8 dan 10 ppm.

#### **3.4.4.5.3 Analisis Kadar Natrium menggunakan instrumentasi AAS**

Pengukuran dimulai dengan mengatur parameter pada alat AAS yaitu bahan bakar yang digunakan adalah campuran udara dan asetilen, panjang gelombang untuk unsur natrium pada 589 nm, dan *hallow cathode lamp* 5 mA. kemudian pengukuran blanko (aqua demineralisasi), deret standar dimulai dari konsentrasi rendah dan selanjutnya sampel yang akan dianalisis. Output instrumen berupa data absorbansi yang sudah dikonversi menggunakan kurva kalibrasi standar merupakan plot konsentrasi terhadap absorbansi, sehingga didapatkan data konsentrasi sampel.