

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini terdiri dari tahap sintesis, karakterisasi, dan pengujian kinerja biohidrogel. Tahap sintesis dan pengujian kinerja biohidrogel dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI Bandung. Tahap Karakterisasi biohidrogel dilakukan di beberapa laboratorium sebagai berikut: (1) Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI untuk analisis FTIR, (2) *Chemical Engineering of Hiroshima University*, Jepang untuk analisis SEM, dan (3) *Research Center for Exotic Nanocarbon, Shinshu University*, Jepang untuk analisis XRD. Waktu penelitian di mulai pada bulan Maret 2013 sampai Oktober 2013.

3.2 Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan adalah PVA (Merck), daun tanaman DYT, glutaraldialdehida 25% p.a. (Merck), metanol redestilasi (MeOH), natrium hidroksida (NaOH), asam asetat p.a. (Merck), asam sulfat p.a.(Merck), zink nitrat ($Zn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$), aquadest, pasir, kapas, kacang hijau.

Sedangkan alat yang akan digunakan adalah spektrofotometer *Fourier Transform Infra-Red (FTIR)*, *Scanning Electron Spectroscopy (SEM)*, *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Atomic Absorbition Spectrofotometer (AAS)*, pH meter, *magnetic stirer*, alat-alat gelas standar, botol semprot, kertas saring, *corong buchner*, neraca analitik, dan cetakan alumunium.

3.3 Metode Penelitian

Tahap preparasi meliputi tahap penyiapan simplisia DYT, dan pembuatan ekstrak DYT dengan teknik maserasi menggunakan pelarut NaOH pada pH 8-10. Sintesis biohidrogel DYT- PVA-GA dilakukan pada berbagai variasi komposisi untuk mendapatkan biohidrogel dengan sifat mekanik dan kinerja CRF (*swelling ratio* dan *water retention*) yang optimum. Biohidrogel dengan komposisi optimum

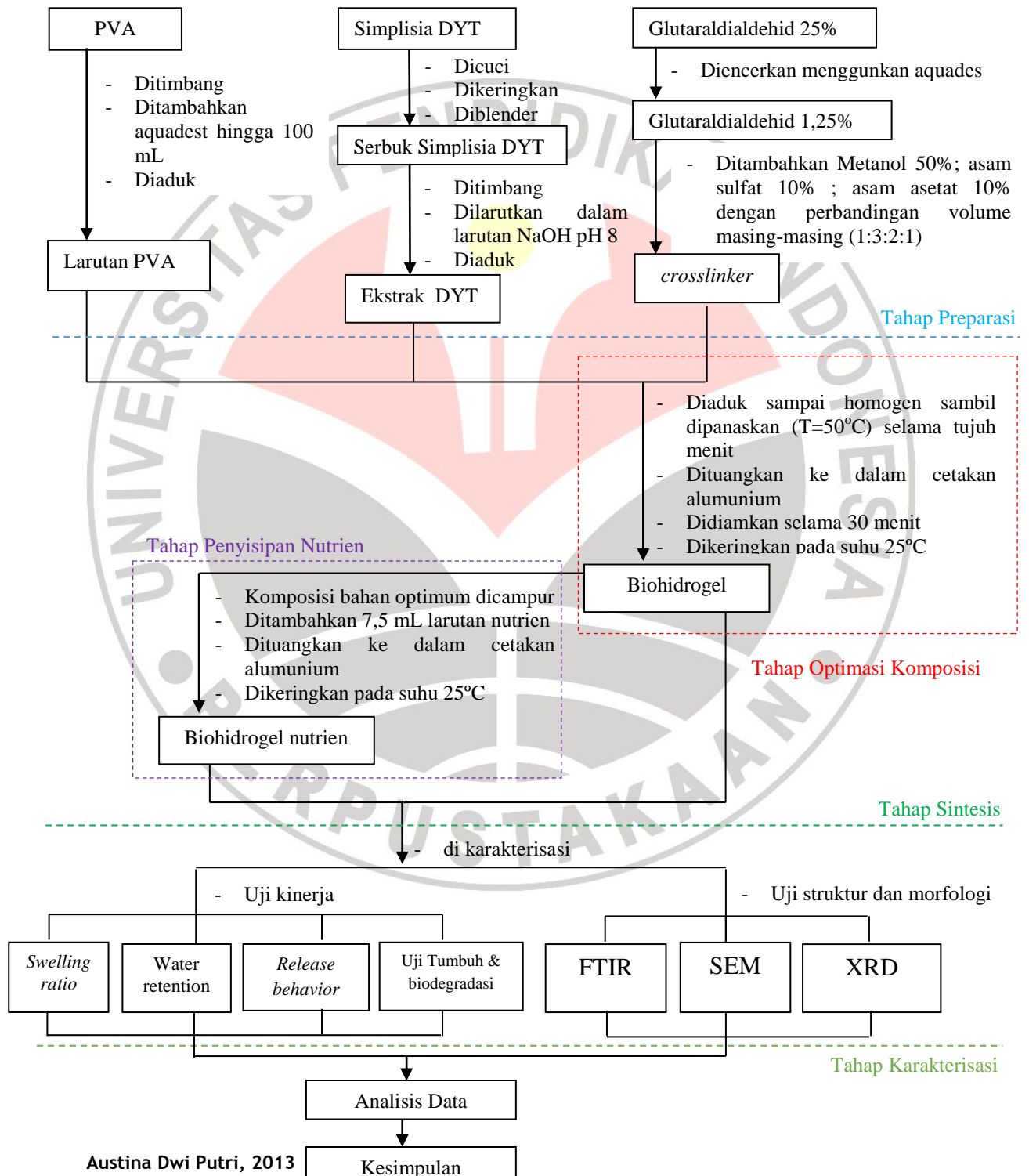
Austina Dwi Putri, 2013

Sintesis, Karakterisasi Dan Uji Kinerja Biohidrogel Berbantuan Dasar DYT-PVA Dengan Crosslinker Glutaraldialdehid

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

disisipkan larutan nutrisi, kemudian dikarakterisasi dengan SEM, FTIR dan XRD untuk memperoleh informasi struktur dan morfologi, dan uji kinerja (*swelling ratio*, *water retention*, *release behavior*, biodegradasi, dan uji tumbuh).

3.4 Prosedur Penelitian



Austina Dwi Putri, 2013
Sintesis, Karakterisasi Dan Uji Kinerja Biohidrogel Berbantuan Dasar DYT-PVA Dengan Crosslinker
Glutaraldialdehid

3.4.1 Tahap Preparasi

3.4.1.1. Pembuatan Larutan NaOH pH 8 – 10

NaOH ditimbang sebanyak 0,004 gram, kemudian dilarutkan ke dalam sedikit aquades, ditambahkan kembali aquades hingga volume 100 mL dan dihomogenkan.

3.4.1.2. Pembuatan Larutan PVA 10%

Polivinil alkohol ditimbang sebanyak 10 gram, kemudian dilarutkan ke dalam 100 mL aquades, dihomogenkan.

3.4.1.3. Pembuatan Larutan Asam Asetat 10%

Larutan asam asetat 98% dipipet sebanyak 10,20 mL, kemudian dimasukkan ke dalam gelas ukur 100 mL, lalu ditambahkan aquades sampai volume 100 mL dan dihomogenkan.

3.4.1.4. Pembuatan Metanol 50%

Larutan methanol 96% dipipet sebanyak 52,08 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, lalu ditambahkan aquades sampai volume 100 mL dan dihomogenkan.

3.4.1.5. Pembuatan Glutaraldialdehid (GA) 1,25%

Larutan glutaraldialdehid 25% dipipet sebanyak 1,25 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL, lalu ditambahkan aquades sampai volume 25 mL dan dihomogenkan.

3.4.1.6. Pembuatan Asam Sulfat 10%

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

3.4.1.7. Tahap Pembuatan Larutan *Crosslinker* dengan Perbandingan 3:2:1:1

Larutan methanol 50% ditambahkan larutan asam asetat 10%, larutan glutaraldialdehida 1,25%, dan larutan asam sulfat 10% dengan perbandingan volume 3:2:1:1 secara berturut-turut, kemudian diaduk sampai homogen.

3.4.1.8. Tahap Pembuatan Ekstrak DYT

Simplisia DYT ditimbang massanya, kemudian dicuci dengan air mengalir. Setelah itu, simplisia DYT dikeringkan di udara terbuka selama ± 3 minggu. Simplisia yang telah kering kemudian dihaluskan menggunakan blender. Setelah itu, simplisia ditimbang kembali massanya.

Pembuatan ekstrak DYT dilakukan dengan cara simplisia DYT yang telah dikeringkan dan dihaluskan, ditimbang sebanyak 2,5 gram lalu dilarutkan ke dalam 250 mL larutan NaOH pH 8-10, Kemudian diaduk menggunakan magnetik stirer selama 1 jam. Ekstrak yang didapat kemudian disaring menggunakan corong buchner, didapatkan filtrat DYT yang selanjutnya digunakan dalam pembuatan biohidrogel.

3.4.1.9. Pembuatan Larutan Pupuk/ nutrisi 0,025 Mol

Zink nitrat ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ditimbang sebanyak 6,5349 gram. Kemudian dilarutkan ke dalam aquades 50 mL, dihomogenkan dan ditambahkan kembali aquades hingga volume 100 mL.

3.4.2 Tahap Sintesis

3.4.2.1. Optimasi Proses Pengeringan

Dicampurkan larutan PVA 10% dan DYT 1% dengan berbagai perbandingan volume (10:10), diaduk selagi dipanaskan pada suhu 50°C . Kemudian ditambahkan larutan crosslinker dengan perbandingan volume 10. Diaduk kembali selama tujuh menit hingga homogen, kemudian dimasukkan ke dalam cetakan alumunium. Biohidrogel dikeringkan pada berbagai variasi suhu, (1) dipanaskan pada oven dengan temperatur konstan $T=40^\circ\text{C}$ selama tiga kali 24 jam hingga massa konstan; (2) dibiarkan di ruangan dengan temperatur konstan $T=25^\circ\text{C}$ selama ± 14 hari hingga massa konstan; (3) dibiarkan di udara terbuka $T=$ suhu ruangan laboratorium ± 7 hari hingga massa konstan.

Kemudian diuji kemampuan *swelling*.

3.4.2.2. Optimasi Perbandingan Volume Bahan Dasar Penyusun Biohidrogel (DYT:PVA)

Dicampurkan larutan PVA 10% dan DYT 1% dengan berbagai perbandingan (Tabel 3.1), diaduk selagi dipanaskan pada suhu 50°C. Kemudian ditambahkan larutan *crosslinker*. Diaduk kembali selama tujuh menit hingga homogen, kemudian dimasukkan ke dalam cetakan alumunium. Dikeringkan pada suhu 25°C hingga mencapai massa konstan. Kemudian diuji kemampuan *swelling ratio* dan *water retention*-nya

Tabel 3.1 Variasi Perbandingan Volume Bahan Dasar Biohidrogel (DYT:PVA)

Biohidrogel	DYT	PVA	<i>Crosslinker</i> (GA)
I	0	20	10
II	5	15	10
III	10	10	10
IV	15	5	10
V	20	0	10

3.4.2.3. Optimasi Volume *Crosslinker*

Dicampurkan larutan PVA 10% dan DYT 1% dengan perbandingan (10:10), diaduk selagi dipanaskan pada suhu 50°C. Kemudian ditambahkan larutan *crosslinker* dengan berbagai variasi volume sebagaimana tercantum pada (tabel 3.2). Diaduk kembali selama tujuh menit hingga homogen, kemudian dimasukkan ke dalam cetakan alumunium. Dikeringkan pada suhu 25°C hingga mencapai massa konstan. Kemudian diuji kemampuan *swelling ratio* dan *water retention*-nya.

Tabel 3.2 Variasi Volume *Crosslinker* GA

Biohidrogel	DYT	PVA	<i>Crosslinker</i> (GA)
VI	10	10	14
VII	10	10	18
VIII	10	10	24

3.4.2.4. Sintesis Biohidrogel PVA-DYT-*crosslinker* (GA)

Campurkan larutan PVA 10%, DYT 1%, dengan perbandingan volume (10:10), diaduk selagi dipanaskan pada suhu 50°C. Kemudian ditambahkan larutan *crosslinker* dengan perbandingan volume 18. Diaduk kembali selama tujuh menit hingga homogen, kemudian dimasukkan ke dalam cetakan aluminium. Dikeringkan pada suhu 25°C hingga mencapai massa konstan.

3.4.2.5. Penyisipan Nutrien ke dalam Biohidrogel

Biohidrogel yang telah terbentuk disisipkan nutrien yang telah disiapkan sebelumnya dalam bentuk larutan nutrien. Penyisipan larutan nutrien dilakukan pada saat sintesis biohidrogel dengan perbandingan komposisi (DYT:PVA:*crosslinker*:larutan nutrien = 10:10:18:7,5).

3.4.3 Tahap Karakterisasi dan Pengujian Kinerja Biohidrogel CRF

3.4.3.1. Morfologi

Pengujian ini dilakukan bertujuan untuk mengetahui penampang muka dan penampang melintang membran serta untuk mengetahui ukuran pori membran. Sebelum diuji, biohidrogel terlebih dahulu dikeringkan dan kemudian dihaluskan. Setelah itu, sampel ditempatkan pada wadah sampel kemudian diobservasi dengan bantuan uji bentuk morfologinya dengan menggunakan alat SEM.

3.4.3.2. Struktur

Pengujian FTIR ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui interaksi kimia dalam biohidrogel yang telah disintesis. Spesifikasi alat yang digunakan adalah SHIMADZU FTIR-8400, diujikan enam sampel yaitu DYT, ekstrak DYT, PVA, PVA-GA, biohidrogel tanpa nutrien dan biohidrogel dengan nutrien. Sampel dihaluskan kemudian dipadatkan dan dianalisis dalam bentuk pelet KBr. Spektrum direkam dalam daerah bilangan gelombang dari 4000 cm⁻¹ sampai 600 cm⁻¹.

Kemudian hasil spektrum yang diperoleh dibandingkan satu sama lain untuk melihat interaksi kimia dan meramalkan mekanisme reaksi yang terjadi dalam biohidrogel.

3.4.3.3. Kristalinitas

Untuk menentukan kristalinitas yang terbentuk pada biohidrogel CRF digunakan instrumentasi XRD dengan spesifikasi alat Rigaku Rint III/ dan energi yang digunakan 50kV/300mA. Sebelum diuji, biohidrogel terlebih dahulu dikeringkan dan kemudian dihaluskan. Setelah itu, sampel ditempatkan pada wadah sampel kemudian diuji kristalinitasnya.

3.4.3.4. Pengujian Kinerja Biohidrogel CRF – *Swelling Ratio*

Untuk mempelajari *swelling* biohidrogel, digunakan metode gravimetri. *Swelling* rasio diperlukan untuk mengetahui tingkat elastisitas biohidrogel. Biohidrogel kering dengan ukuran (0,7 cm × 1,5 cm) ditimbang (W_0) lalu direndam dalam 100 mL aquadest dalam gelas kimia 250 mL. Setelah beberapa saat, biohidrogel diangkat dan permukaannya dikeringkan dengan menggunakan kertas hisap. Kemudian biohidrogel tersebut ditimbang kembali berdasarkan rentang waktu yang telah ditentukan tiap 10 menit selama 120 menit dan setiap satu hari selama 30 hari setelah waktu pengangkatan biohidrogel (W_s). *Swelling* Rasio pada biohidrogel CRF dipelajari dengan menggunakan persamaan 3.1 (Jamnongkan dan Kaewpirom, 2010):

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

3.4.3.5. *Water Retention*

Faktor *water retention* atau retensi air dalam biohidrogel berfungsi untuk mempertahankan kelembaban dan kandungan nutrisi dalam tanah pertanian. Untuk mempelajari retensi air tanah yang mengandung

biohidrogel CRF, sampel biohidrogel CRF kering dengan ukuran (0,7 cm × 1,5 cm) ditanamkan di dalam tanah kering yang ditempatkan dalam cangkir (A). Sejumlah tanah kering lain tanpa biohidrogel CRF ditempatkan dalam cangkir (B), kemudian setiap cangkir ditimbang (W). Setelah itu, air suling ditambahkan ke dalam kedua cangkir dan ditimbang kembali (W_o). Cangkir tersebut disimpan pada kondisi suhu kamar yang sama dan ditimbang setiap hari (W_t) selama 30 hari. Retensi air ($\%WR$) dari tanah kemudian dihitung dengan persamaan 3.2 (Jamnongkan dan Kaewpirom, 2010):

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

3.4.3.6. Release Behavior

Metode penentuan pelepasan nutrisi dianalisis menggunakan instrumentasi AAS. Dihitung konsentrasi release dari biohidrogel yang telah disisipi nutrisi dan release nutrient dari biohidrogel coating. Penentuan konsentrasi absorpsi dan desorpsi nutrisi pada biohidrogel menggunakan metode AAS dengan cara kurva kalibrasi, yaitu hubungan linier antara absorbansi (sumbu Y) dan konsentrasi (sumbu X). Biohidrogel kering tanpa nutrisi dengan ukuran (0,5 cm × 0,5 cm) direndam dalam larutan nutrisi zink nitrat dengan konsentrasi 1, 2, 3, 4, dan 5 ppm masing – masing secara terpisah selama 18 menit kemudian diangkat dan dikeringkan dengan tissue. Biohidrogel yang telah dikeringkan tersebut bersama biohidrogel nutrisi *coated* yang telah dipotong dengan ukuran 0,5 cm × 0,5 cm ditanamkan dalam masing-masing 25 mL aquadest selama 18 menit kemudian diangkat dan ditiriskan kembali. Konsentrasi nutrisi yang terdesorpsi dalam aquadest hasil rendaman tersebut di uji dengan AAS.

3.4.3.7. Uji Kemampuan Biohidrogel sebagai Media Tumbuh Kecambah

Aplikasi ini bertujuan untuk melihat apakah biohidrogel yang telah disintesis dapat bekerja sebagai media tumbuh dan merilis nutrisi sesuai kebutuhan tanaman. Pada aplikasi ini biji kecambah yang digunakan ialah kacang hijau. Langkah pertama yang dilakukan, biji kacang hijau disortasi. Cara ini dilakukan untuk memilah biji yang baik dan tidak. biji kacang hijau direndam dalam air selama satu malam, kemudian biji yang berada dipermukaan dibuang sedangkan biji yang berada di dasar dipisahkan untuk selanjutnya ditanam. Biohidrogel yang menjadi media tanam sebelumnya di-*swelling* terlebih dahulu baru kemudian ditempatkan dalam cangkir. Kemudian biji yang telah disortasi ditempatkan diatas biohidrogel tersebut. Biohidrogel ditetesi air secara berkala dan diamati pertumbuhan kecambahnya.

3.4.3.8. Pengujian Kemampuan Biodegradasi

Biohidrogel dipotong dengan ukuran 3 cm × 3 cm, setiap spesi yang telah ditimbang ditempatkan pada tanah pertanian yang ada didalam sebuah pot. Pot tersebut dibiarkan selama 30 hari dalam kondisi *ambient*. Perubahan tampilan fisik dan massa dari biohidrogel tersebut diamati.