

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 1.1. Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilakukan dari bulan Februari sampai dengan bulan Juli 2018 dan terdiri dari beberapa tahap, yaitu sintesis membran hidrogel PVA-GA-POM, pencucian membran hidrogel PVA-GA-POM, karakterisasi hidrogel PVA-GA-POM, dan uji profil pelepasan KCl melalui membran hidrogel. Tahap sintesis dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan FPMIPA-B Universitas Pendidikan Indonesia, Karakterisasi dengan FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen FPMIPA-A Universitas Pendidikan Indonesia, Karakterisasi dengan SEM dilakukan di Pusat Surve Geologi, Pasteur. Serta uji profil pelepasan hidrogel dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan FPMIPA-B Universitas Pendidikan Indonesia.

#### 3.2. Alat dan Bahan

##### 3.2.1. Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini diantaranya corong buchner, labu buchner, pipet mikro, gelas ukur, gelas kimia, pengaduk, spatula, timbangan, *hot plate*, *magnetic stirrer*, alat uji konduktivitas, pH meter, dan cetakkan membran hidrogel berbahan akrilik. Instrumen yang digunakan meliputi *Fourier Transform Infra Red* ( Thermo Fischer FTIR, Japan) dan *Scanning Electron Spectroscopy* (JSM-6360, USA).

##### 3.2.2. Bahan

Sementara itu, bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah asam asetat glasial, methanol 96% (merck, Jerman), glutaraldehid 25% (merck, Jerman), asam sulfat 98% (merck, Jerman), dan padatan PVA p.a p.a BM 60000 (merck, Jerman), daun POM kering, aqua demineralisasi (lokal), padatan KCl, padatan NaOH, dan kertas saring. Sementara itu **Tahapan Penelitian**

Tahapan penelitian yang dilakukan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

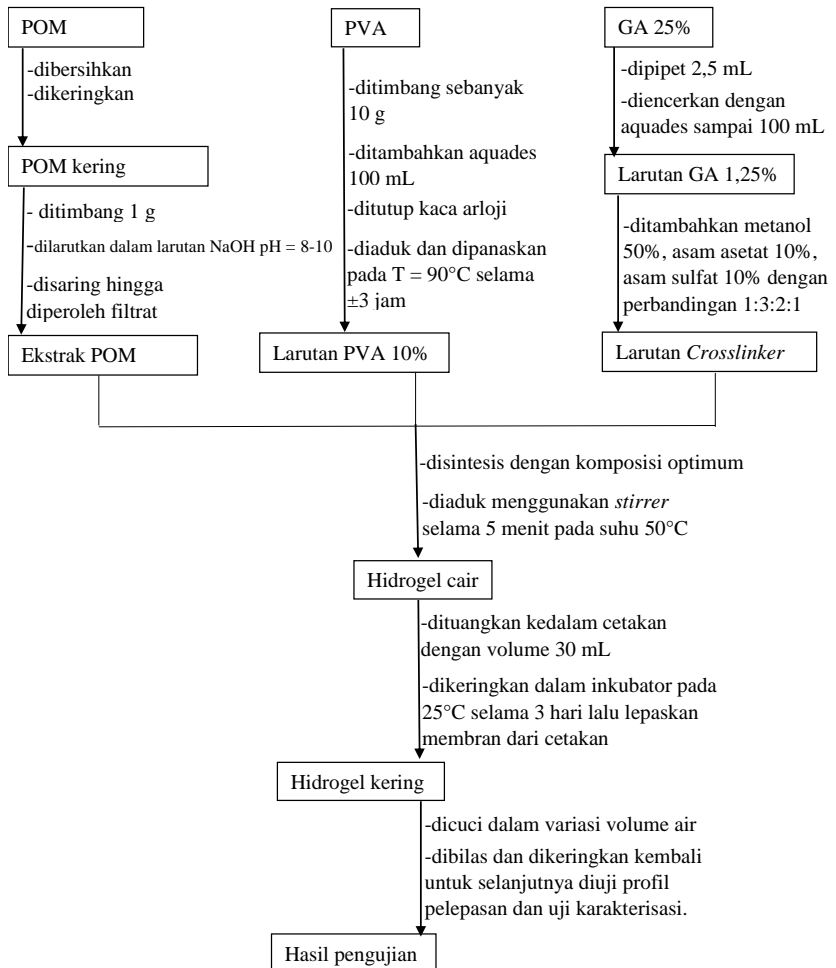
1. Ekstraksi POM
2. Sintesis membran hidrogel berbasis PVA-GA dan PVA-GA-POM
3. Pencucian membran hidrogel berbasis PVA-GA dan PVA-GA-POM
4. Pengujian FTIR membran hidrogel berbasis PVA-GA dan PVA-GA-POM
5. Pengujian SEM membran hidrogel berbasis PVA-GA dan PVA-GA-POM
6. Pengujian profil pelepasan membran hidrogel berbasis PVA-GA dan PVA-GA-POM

**Fathyah Zulfa Maulidah, 2018**

*PROFIL PELEPASAN KALIUM KLOORIDA KE DALAM MEDIA AQUA-DM  
MELALUI MEMBRAN HIDROGEL PVA-GA-POM*

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

### 3.3. Bagan Alir Penelitian



Fathyah Zulfa Maulidah, 2018

PROFIL PELEPASAN KALIUM KLOORIDA KE DALAM MEDIA AQUA-DM  
MELALUI MEMBRAN HIDROGEL PVA-GA-POM

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

### **3.4. Prosedur Penelitian**

#### **3.4.1. Preparasi Larutan**

PVA Mr 6000 ditimbang sebanyak 20 gram, kemudian dilarutkan ke dalam 100 mL aquades, distirer dan dipanaskan pada suhu 90°C selama  $\pm$  3 jam sampai larut. Larutan metanol 96% dipipet sebanyak 52,08 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, dan ditambahkan aquades sampai tanda batas kemudian dihomogenkan. Larutan asam asetat glasial dipipet sebanyak 10.20 mL, kemudian ditambahkan ke dalam labu ukur 100 ml, dan ditambahkan aquades sampai tanda batas kemudian dihomogenkan.

Larutan asam sulfat 97% dipipet sebanyak 10,31 mL, kemudian ditambahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan aquades sampai tanda batas kemudian dihomogenkan. Larutan glutaraldehida 25% dipipet sebanyak 5 mL, kemudian dimasukkan ke labu ukur 100 mL dan ditambahkan aquades sampai tanda batas kemudian dihomogenkan. Larutan metanol 50% (v / v) ditambahkan larutan asam asetat 10% (v/v), larutan asam sulfat 10% (v/v) dan larutan glutaraldehida 1,25% (v/v) dengan perbandingan 3:2:1:1, kemudian campuran diaduk sampai homogen.

#### **3.4.2. Pembuatan Ekstrak POM**

POM dicuci terlebih dahulu dengan air untuk menghilangkan kotoran, atau mikroorganisme yang menempel pada POM. POM yang telah dicuci kemudian dikeringkan di udara terbuka tanpa terkena sinar matahari langsung selama beberapa minggu. POM yang telah kering kemudian diblender hingga halus.

POM yang telah halus ditimbang sebanyak 1 gram dan dimasukkan ke dalam gelas kimia. Kemudian ditambahkan dengan 100 mL larutan NaOH (pH 8-10). Selanjutnya campuran distirer selama 1 jam. Campuran kemudian disaring menggunakan corong Buchner hingga diperoleh ekstrak POM.

#### **3.4.3. Sintesis Hidrogel PVA-GA-POM**

Sintesis hidrogel berdasarkan penelitian optimasi komposisi hidrogel yang dilakukan oleh Aghnia (2016) dan Putri (2013) pada penelitian sebelumnya. Hasil menunjukkan komposisi optimum dalam sintesis hidrogel PVA:GA yaitu perbandingan volume PVA:crosslinker

**Fathyah Zulfa Maulidah, 2018**

*PROFIL PELEPASAN KALIUM KLOORIDA KE DALAM MEDIA AQUA-DM  
MELALUI MEMBRAN HIDROGEL PVA-GA-POM*

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

GA 1:1 yang memiliki *swelling ratio* paling besar. Dalam penelitian ini dilakukan inkorporasi dengan penambahan ekstrak POM pada sediaan PVA dan GA dalam perbandingan volume yang tetap yaitu 1:1:1. Sintesis hidrogel dimulai dengan mencampurkan larutan PVA 10% ,*crosslinker* GA dan ekstrak POM dengan komposisi total volume 40 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 3 hari. Hidrogel dikeluarkan dari cetakan setelah memadat atau 3 hari setelah pencetakan.

#### **3.4.4. Pencucian Hidrogel**

Pencucian hidrogel yang telah kering menggunakan aqua demineralisasi yang sebelumnya telah diuji pH dan konduktivitas awalnya. Hidrogel direndam dalam aqua demineralisasi dengan variasi volume 500 mL; 1000 mL; 1500 mL dan dilakukan pengadukan menggunakan stirrer dengan kecepatan pengadukan 100-103 rpm, pengukuran konduktivitas dan pH aqua demineralisasi dilakukan setiap 30 detik. Pencucian hidrogel dihentikan ketika tidak terjadi perubahan pH dan konduktivitas pada aqua demineralisasi setelah adanya penambahan hidrogel.

#### **3.4.5. Karakterisasi dengan FTIR**

Pengujian ini untuk menemukan gugus fungsi pada hidrogel. Alat yang digunakan adalah FTIR buatan Termo Fischer, Japan. Diujikan beberapa sampel yaitu PVA, PVA-GA, dan PVA-GA-POM. Sampel dihaluskan kemudian dipadatkan dan dianalisis dalam bentuk pelet KBr. Spektrum direkam dalam daerah bilangan gelombang dari  $4000\text{ cm}^{-1}$  sampai  $500\text{ cm}^{-1}$ . Kemudian hasil spektrum yang diperoleh dibandingkan satu sama lain untuk melihat pengaruh nutrient dalam pembentukan gugus fungsi pada hidrogel.

#### **3.4.6. Karakterisasi dengan SEM**

Sampel hidrogel PVA, PVA-GA, dan PVA-GA-POM sebelum dan setelah dicuci dihaluskan untuk kemudian diuji morfologinya

**Fathyah Zulfa Maulidah, 2018**

*PROFIL PELEPASAN KALIUM KLORIDA KE DALAM MEDIA AQUA-DM  
MELALUI MEMBRAN HIDROGEL PVA-GA-POM*

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

menggunakan instrumen *Scanning Electron Spectroscopy* (JSM-6360, USA).

### **3.4.7. Profil Pelepasan**

KCl ditimbang sebanyak 18.64 gram dan dilarutkan dalam 100 ml aqua-DM, lalu dimasukkan kedalam labu ukur 250 mL dan ditambahkan aqua-DM sampai tanda batas kemudian dihomogenkan.

Uji pelepasan KCl dilakukan menggunakan tabung desorpsi yang dibuat khusus. Tabung ini berdiameter 3 cm dan terdiri dari 2 bagian yaitu bagian atas yang dipasang pada alat *mechanical stirrer*, dan bagian bawah sebagai penahan membran. Terdapat lubang kecil pada bagian atas tabung yang berfungsi sebagai tempat masuknya KCl yang akan diinjeksikan ke dalam tabung yang pada bagian bawahnya sudah dipasang membran sebagai pemisah antara fasa larutan KCl dengan medium aqua-DM.

Hidrogel yang telah dikeringkan dipotong dengan ukuran 3,4 x 3,4 cm lalu ditempatkan pada salah satu ujung tabung penahan KCl yang disambungkan ke pengaduk. Kemudian disuntikkan 2 mL KCl 1 M kedalam tabung, lalu dimasukkan ke dalam 500 mL aquades hingga kedalaman 1 cm di atas permukaan air sambil di aduk dengan kecepatan 200 rpm. Pengukuran konduktivitas dan pH aqua demineralisasi dicatat setiap 30 detik dari sebelum hidrogel dimasukkan hingga konduktivitasnya konstan.

**Fathyyah Zulfa Maulidah, 2018**

**PROFIL PELEPASAN KALIUM KLORIDA KE DALAM MEDIA AQUA-DM  
MELALUI MEMBRAN HIDROGEL PVA-GA-POM**

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