

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Tahapan pada penelitian ini terdiri dari beberapa tahap yaitu tahap preparasi membran hidrogel PVA/GA dan membran hidrogel PVA/GA/Alginat, pencucian membran hidrogel PVA/GA dan membran hidrogel PVA/GA/Alginat, uji permeasi membran hidrogel PVA/GA dan membran PVA/GA/Alginat menggunakan larutan kalium klorida serta karakterisasi membran hidrogel PVA/GA dan membran hidrogel PVA/GA/Alginat. Untuk tahap preparasi, tahap pencucian, dan uji permeasi dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan FPMIPA UPI Bandung. Sedangkan untuk karakterisasi pengujian struktur dilakukan di beberapa laboratorium sebagai berikut: Laboratorium Kimia Instrumen FPMIPA UPI Bandung untuk karakterisasi dengan FTIR dan Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan (PPPGL) Bandung untuk karakterisasi dengan SEM. Waktu penelitian dimulai pada bulan Februari 2019 sampai dengan bulan Mei 2019.

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

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu padatan polivinil alkohol (PVA) teknis, serbuk alginat teknis, asam asetat glasial (merck, Jerman), metanol 96% (merck, Jerman), asam sulfat 95-97% (merck, Jerman), glutaraldehid teknis, kalium klorida p.a BM 74,5 (merck, Jerman) dan aqua-DM (lokal). Sementara itu alat-alat yang digunakan berupa neraca analitik (mettler toledo, Kanada), labu ukur, gelas kimia, gelas ukur, pengaduk, spatula, *hot plate* (scilogex MS7-H550-S, USA), *magnetic stirrer*, *mechanical stirrer* (eyela, Jepang), cetakan hidrogel berbahan akrilik, pipet mikro 1 mL, alat uji konduktivitas, pH meter (mettler toledo, Kanada) dan inkubator (*Cooling Incubator* B-ONE CIN-70). Instrumen yang digunakan

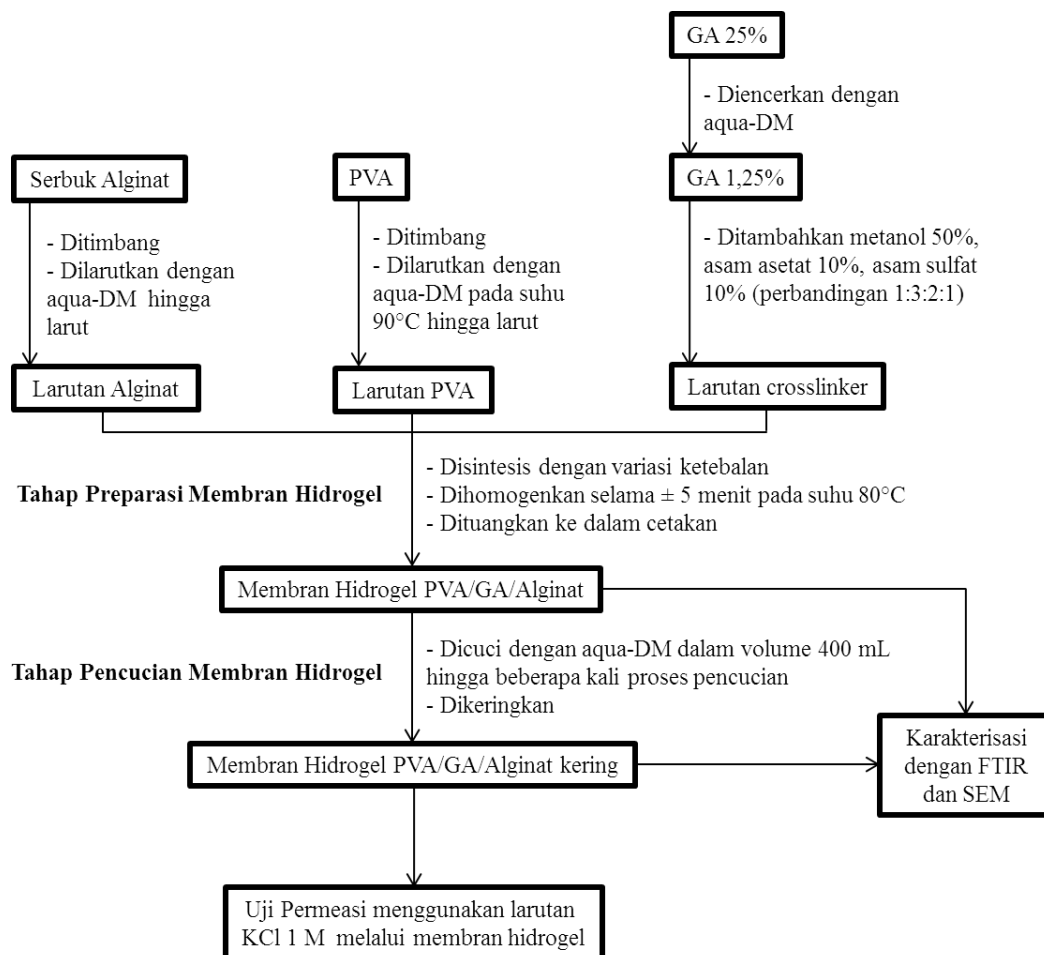
meliputi *Fourier Transform Infra Red* (Thermo fisher FTIR, Jepang) dan *Scanning Electron Microscope* (JSM-6360, Jepang).

### 3.3 Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahapan yaitu tahap preparasi, tahap pencucian, tahap pengujian, serta karakterisasi membran hidrogel PVA/GA dan PVA/GA/Alginat. Tahap preparasi membran hidrogel dilakukan dengan menggunakan larutan PVA teknis, larutan alginat teknis, dan campuran glutaraldehid sebagai larutan *crosslinker*. Membran hidrogel yang dihasilkan ini kemudian dicuci dengan menggunakan aqua-DM beberapa kali hingga diperoleh nilai pH yang konstan atau kurang lebih sama dengan nilai pH pelarut yang digunakan. Pelarut yang digunakan yaitu aqua-DM.

Setelah itu, dilakukan uji permeasi terhadap membran hidrogel yang telah dicuci dengan menggunakan larutan kalium klorida 1,0 M. Selain itu, untuk mengetahui keadaan morfologi permukaan membran hidrogel yang sudah dicuci dan membran hidrogel yang belum dicuci dilakukan pengujian dengan menggunakan SEM. Untuk mengetahui jenis gugus fungsi yang terdapat dalam membran hidrogel PVA/GA dan PVA/GA/Alginat dilakukan dengan menggunakan instrumen FTIR.

### 3.4 Prosedur Penelitian



Gambar 3. 1 Diagram Alir Penelitian

#### 3.4.1 Preparasi Membran Hidrogel

Tahap preparasi membran hidrogel PVA/GA mengikuti prosedur yang telah dilakukan sebelumnya oleh Catyandaru (2017) yang mensintesis hidrogel PVA/GA dengan perbandingan volume 1:1, dalam penelitian ini dilakukan penambahan alginat yang sebelumnya juga telah dilakukan oleh Hendrawan, dkk (2016) pada sediaan PVA dan GA dengan perbandingan volume yang sama yaitu 1:1:1.

##### 3.4.1.1. Pembuatan Larutan PVA 10%

Padatan PVA teknis ditimbang sebanyak 10 gram, kemudian dilarutkan dalam 100 mL aqua-DM disertai dengan pengadukan dan pemanasan pada suhu 90°C hingga padatan PVA larut.

Jelita Indrianti, 2019

**KAJIAN TENTANG PENAMBAHAN ALGINAT PADA MATRIKS PVA/GA DAN KETEBALAN MEMBRAN PVA/GA/ALGINAT TERHADAP PERFORMA PERMEASI KALIUM KLORIDA DARI LARUTANNYA KE DALAM MEDIA AQUA-DM**

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

#### 3.4.1.2. Pembuatan Larutan Alginat 1%

Serbuk alginat teknis ditimbang sebanyak 1 gram, kemudian dilarutkan dalam 100 mL aqua-DM disertai dengan pengadukan hingga alginat larut.

#### 3.4.1.3. Pembuatan Asam Asetat 10%

Larutan asam asetat glasial dipipet sebanyak 10 mL, kemudian dilarutkan dalam 100 mL aqua-DM dan dihomogenkan.

#### 3.4.1.4. Pembuatan Metanol 50%

Larutan metanol 96% dipipet sebanyak 52,08 mL, kemudian dilarutkan dalam 100 mL aqua-DM dan dihomogenkan.

#### 3.4.1.5. Pembuatan Asam Sulfat 10%

Larutan asam sulfat 95-97% dipipet sebanyak 10,31 mL, kemudian dilarutkan dalam 100 mL aqua-DM dan dihomogenkan.

#### 3.4.1.6. Pembuatan Glutaraldehid 1,25%

Larutan glutaraldehid 25% dipipet sebanyak 5 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan dilarutkan dengan aqua-DM hingga tanda batas lalu dihomogenkan.

#### 3.4.1.7. Pembuatan Larutan *Crosslinker*

Dalam pembuatan larutan *crosslinker* dibutuhkan larutan metanol 50%, larutan asam asetat 10%, larutan asam sulfat 10% dan larutan glutaraldehid 1,25% yang dicampurkan dengan perbandingan 3:2:1:1 lalu diaduk hingga larutan homogen.

#### 3.4.1.8. Preparasi Membran Hidrogel PVA/GA

Larutan PVA 10% dicampur dengan larutan *crosslinker* dengan perbandingan 1:1. Campuran yang terbentuk kemudian diaduk sambil dipanaskan pada suhu 50°C selama  $\pm 3$  menit. Selanjutnya hidrogel dituang ke dalam cetakan berbahan akrilik dan dikeringkan di inkubator pada suhu 25°C selama  $\pm 5$  hari (hingga membran hidrogel kering).

#### 3.4.1.9. Preparasi Membran Hidrogel PVA/GA/Alginat

Larutan PVA 10% dicampur dengan larutan alginat 1% dengan perbandingan 1:1. Campuran yang terbentuk kemudian diaduk sambil

dipanaskan pada suhu 80°C hingga homogen. Kemudian campuran tersebut ditambahkan larutan *crosslinker* secara perlahan dengan perbandingan volume larutan yang sama sambil diaduk pada suhu 80°C. Setelah homogen, hidrogel kemudian dituang ke dalam cetakan berbahan akrilik dan dikeringkan ke dalam inkubator pada suhu 25°C selama  $\pm$  5 hari (hingga membran hidrogel kering).

#### 3.4.1.10. Pencucian Membran Hidrogel PVA/GA, PVA/Alginat dan PVA/GA/Alginat

Membran hidrogel yang telah kering kemudian dicuci dengan aqua-DM sebanyak 400 mL sambil diukur pH media pencuci setiap 30 detik dari awal sebelum hidrogel dimasukkan dan diukur hingga konstan. Pencucian hidrogel dilakukan hingga nilai pH yang terukur kurang lebih atau sama dengan pH pelarut aqua-DM (pH netral).

### 3.4.2 Karakterisasi Membran Hidrogel

#### 3.4.2.1. Karakterisasi dengan FTIR

Pengujian ini dilakukan dengan tujuan untuk menentukan gugus fungsi yang terdapat di dalam membran hidrogel. Sampel yang diujikan yaitu membran hidrogel PVA/GA dan PVA/GA/Alginat. Sampel tersebut dihaluskan kemudian dipadatkan dalam bentuk pelet KBr dan spektrum yang dihasilkan kemudian direkam dalam daerah bilangan gelombang 4000  $\text{cm}^{-1}$  sampai 600  $\text{cm}^{-1}$ . Hasil spektrum yang diperoleh kemudian dibandingkan satu sama lain.

#### 3.4.2.2. Karakterisasi dengan SEM

Pengujian ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui keadaan morfologi dari penampang muka dan penampang melintang dari membran hidrogel. Sampel membran hidrogel PVA/GA dan PVA/GA/Alginat yang belum dicuci serta membran hidrogel PVA/GA dan PVA/GA/Alginat yang sudah dicuci diuji morfologinya dengan menggunakan instrumen SEM.

### 3.4.3 Uji Permeasi

#### 3.4.3.1. Pembuatan larutan KCl 1 M

Padatan KCl ditimbang sebanyak 18,64 gram dan dilarutkan dalam 100 mL aqua-DM, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL dan dilarutkan dengan aqua-DM hingga tanda batas dan dihomogenkan.

#### 3.4.3.2. Uji Permeasi

Membran hidrogel kering yang telah dicuci dengan aqua-DM kemudian masing-masing dipotong melingkar menyesuaikan dengan bentuk selongsong. Potongan tersebut kemudian ditempatkan pada salah satu ujung tabung (sel) wadah KCl yang disambungkan ke *mechanical stirrer* (konstruksi alat terlihat pada gambar 4.11). Kemudian, 2 mL KCl 1,0 M disuntikkan ke dalam tabung dan direndam di dalam 500 mL aqua-DM hingga kedalaman 1 cm di bawah permukaan dan diaduk dengan kecepatan 200 rpm selama  $\pm$  24 jam. Konduktivitas aqua-DM dicatat setiap 300 detik diukur sebelum hidrogel dimasukkan hingga konduktivitasnya konstan.