BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilakukan dari bulan Februari sampai dengan bulan Juli 2019 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 permeasi membran hidrogel. Tahap sintesis dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan FPMIPA-B Universitas Pendidikan Indonesia, karakterisasi dengan FTIR dilakukan di FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Serta uji permeasi dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan FPMIPA-B Universitas Pendidikan Indonesia. Penelitian ini berlangsung selama bulan Februari – Mei 2019.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1. Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini diantaranya neraca analitik (mettler toledo, Kanada), corong *Buchner*, labu *Buchner*, pipet mikro 1 mL, gelas ukur, labu ukur, gelas kimia, pengaduk, spatula, *hot plate* (scilogex MS7-H550-S,USA), *mechanical stirrer* (eyela, Jepang), alat uji konduktivitas, pH meter (mettler toledo, Kanada), *cooling incubator* (B-ONE CIN-70), dan cetakan membran hidrogel berbahan akrilik. Instrumen yang digunakan meliputi *Fourier Transform Infra Red* (Thermo Fischer FTIR, Jepang) dan *Scanning Electron Spectroscopy* (JSM-6360, USA).

3.2.2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini diantaranya adalah asam asetat glasial (merck, Jerman), *methanol* 96% (merck, Jerman), glutaraldehid teknis, asam sulfat 95 - 97% (merck, Jerman), dan padatan Poli(vinil) alkohol (PVA) teknis, daun *Premna oblongifolia Merr* (POM) kering, aqua demineralisasi (lokal), padatan Kalium klorida p.a BM 74.5 (merck, Jerman), dan padatan Natrium Hidroksida p.a BM 40 (harris, Inggris).

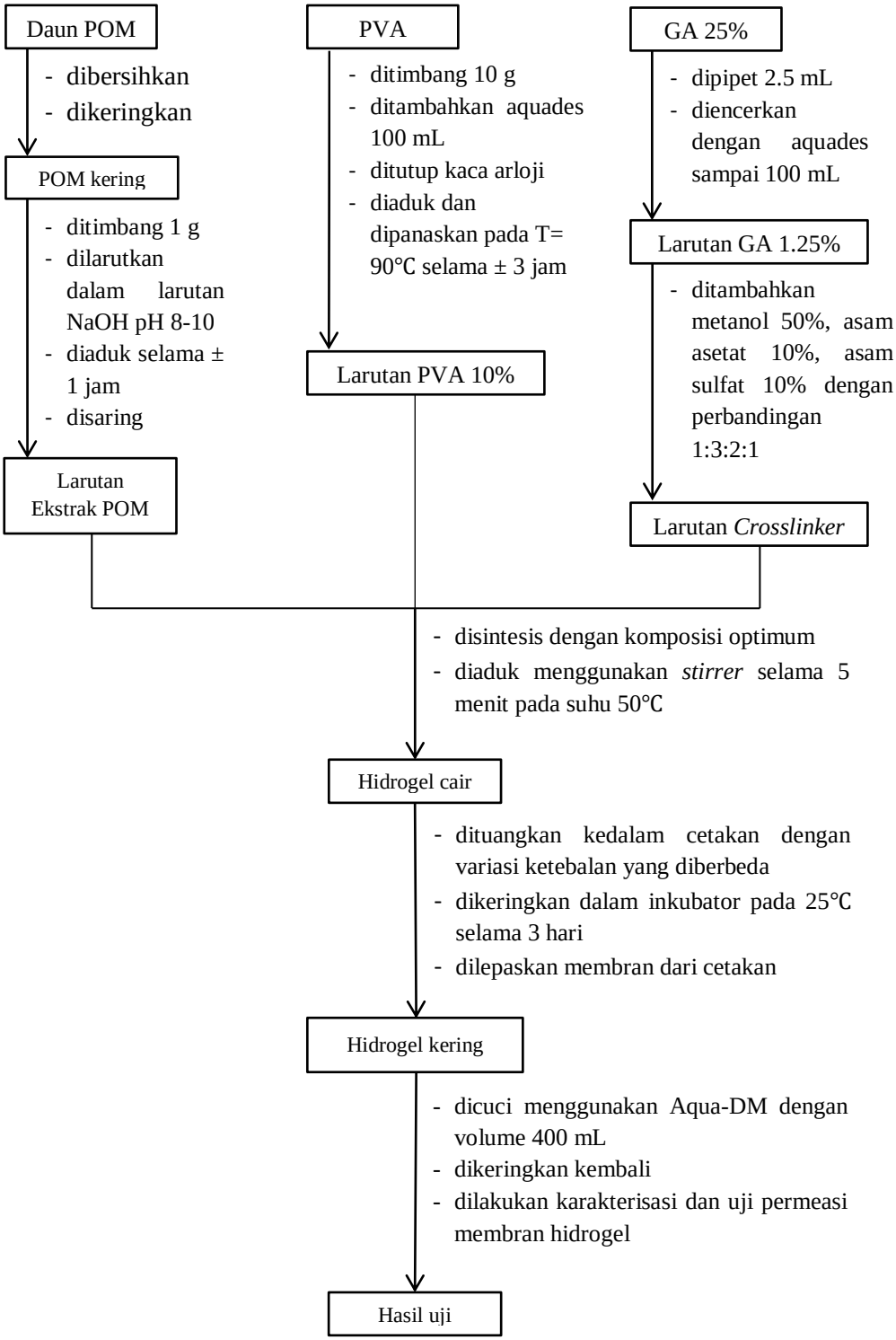
3.3 Metode Penelitian

Hal pertama yang dilakukan dalam penelitian ini yaitu sintesis membran hidrogel PVA/GA, PVA/POM, dan PVA/GA/POM dibuat masing-masing 5 variasi ketebalan. Membran yang telah disintesis kemudian dicuci menggunakan aqua-DM dengan volume sebanyak 400 mL setiap pencucian membran dilakukan pencucian hingga pH konstan.

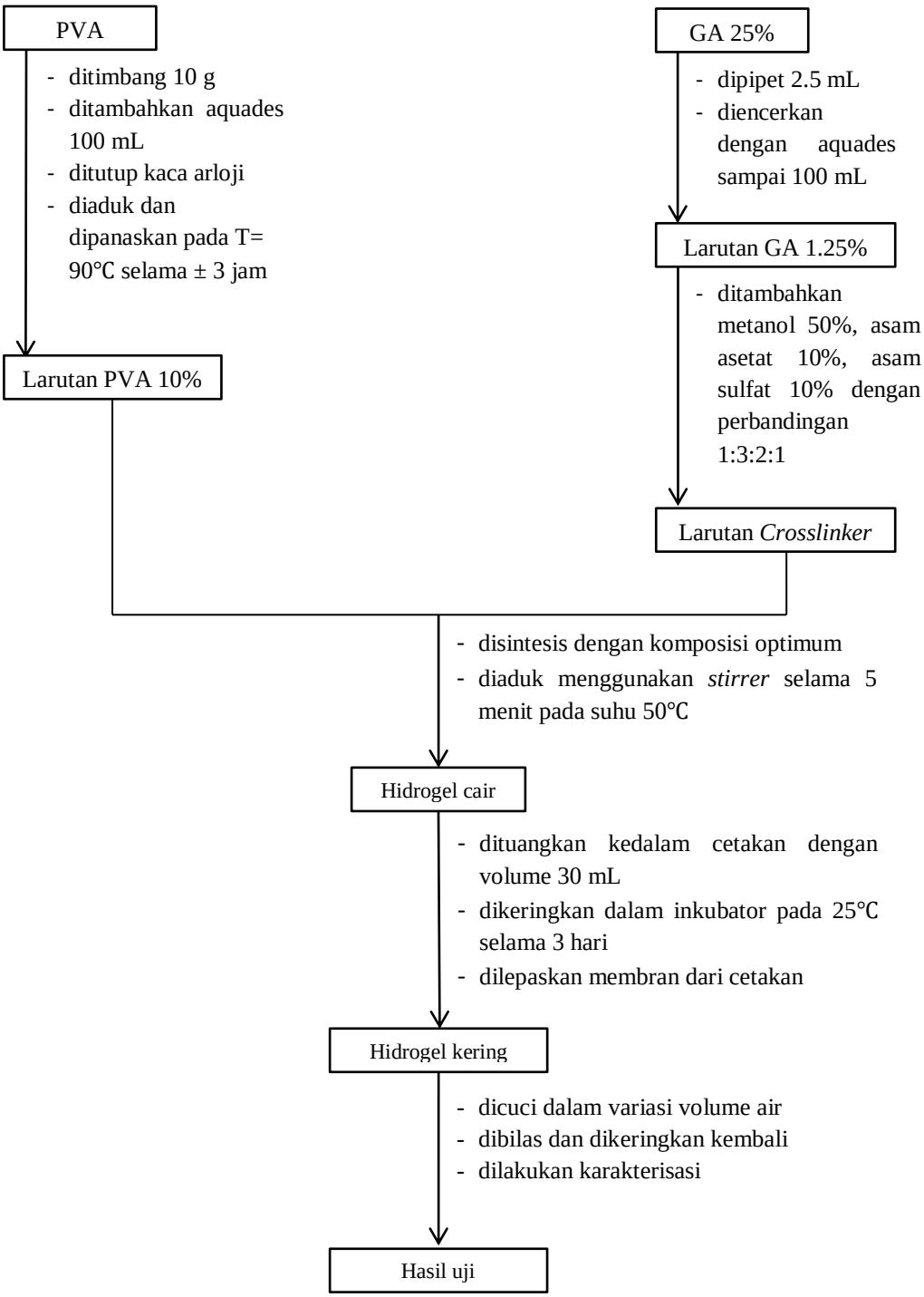
Nadhira Maurizka, 2019
PROFIL PERMEASI KALIUM KLORIDA MELALUI MEMBRAN HIDROGEL BERBASIS POLI (VINIL ALKOHOL)/GLUTARALDEHID TERMODIFIKASI EKSTRAK (Premna oblongifolia Merr). PADA BERBAGAI KETEBALAN
Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

Tahap selanjutnya yaitu dilakukan karakterisasi menggunakan instrumen FTIR untuk mengetahui jenis gugus fungsi pada membran hidrogel PVA/GA dengan PVA/GA/POM. Tahap selanjutnya dilakukan uji permeasi membran hidrogel PVA/GA dan PVA/GA/POM menggunakan larutan kalium klorida 1 M ke dalam media aqua-DM.

3.4 Bagan Alir Penelitian



Gambar 3. 1 Prosedur Sintesis PVA/GA/POM



Gambar 3. 2 Prosedur Sintesis PVA/GA

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Preparasi Larutan

PVA teknis ditimbang sebanyak 10 gram, kemudian dilarutkan ke dalam 100 mL aquades, distirer dan dipanaskan pada suhu 90℃ selama ± 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 mL, kemudian ditambahkan ke dalam labu ukur 100 mL, dan ditambahkan aquades sampai tanda batas kemudian dihomogenkan.

Larutan asam sulfat 97% dipipet sebanyak 10,30 mL, kemudian ditambahkan kedalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan aquades sampai tanda batas kemudian dihomogenkan. Larutan gluteraldehida 25% dipipet sebanyak 5 mL, kemudian dimasukkan ke dalam 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.

3.5.2 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 kedalam gelas kimia. Kemudian ditambahkan sebanyak 100 mL larutan NaOH (pH 8-10). Selanjutnya campuran distirer selama 1 jam. Campuran kemudian disaring menggunakan corong Buchner hingga diperoleh ekstrak POM.

3.5.3 Sintesis Hidrogel PVA/GA/POM

Sintesis hidrogel berdasarkan penelitian optimasi komposisi hidrogel yang dilakukan oleh Aghnia (2016) dan Fathyyah (2018) pada penelitian sebelumnya. Hasil menunjukkan komposisi optimum dalam sintesis hidrogel PVA:GA yaitu perbandingan volume PVA:crosslinker GA 1:1 yang memiliki *swelling ratio* paling besar. Dalam penelitian ini dilakukan inkorporasi dengan penambahan ekstrak POM pada sedian 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 30 mL ke dalam gelas kimia, campuran diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 50℃ selama ± 5 menit sampai campuran homogen.

Tabel 3. 1 Perbedaan Volume PVA/GA dan PVA/GA/POM

Variasi	Volume PVA/GA (mL)		Volume PVA/GA/POM (mL)		
	PVA	GA	PVA	GA	POM
1	15	15	15	15	15
2	-	-	20	20	20
3	-	-	30	30	30

Campuran selanjutnya dicetak kedalam cetakan akrilik, dan disimpan dalam inkubator pada suhu 25 ± 0,1℃ selama 3 hari. Hidrogel dikeluarkan dari cetakan setelah memadat atau 3 hari setelah pencetakan.

3.5.4 Pencucian Hidrogel

Pencucian hidrogel yang telah kering menggunakan aqua demineralisasi yang sebelumnya telah diuji pH dan dikonduktivitas awalnya. Hidrogel dengan perbedaan volume yang telah dibuat kemudian masing-masing direndam dalam aqua demineralisasi dengan volume 400 mL setiap pencucian dan dilakukan pengadukan menggunakan stirrer dengan kecapatan pengadukan 200 rpm, pengukuran pH aqua demineralisasi dilakukan setiap 30 detik. Pencucian hidrogel dihentikan ketika tidak terjadi perubahan pH pada aqua demineralisasi setelah adanya penambahan hidrogel.

3.5.5 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/GA, dan PVA/GA/POM. Sampel dihaluskan kemudian dipadatkan dan dianalisis dalam bentuk pelet. Spektrum direkam dalam daerah bilangan gelombang dari 4000 cm^{-1} sampai 500 cm^{-1}. Kemudian hasil spektrum yang diperoleh dibandingkan satu sama lain untuk melihat pengaruh nutrient dalam pembentukan gugus fungsi pada hidrogel.

3.5.6 Uji Permeasi Membran Hidrogel

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 ini dilakukan menggunakan tabung desorpsi yang dibuat khusus. Tabung ini 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 diinjeksikan kedalam tabung yang pada bagian bawahnya sudah terpasang membran sebagai pemisah antara fasa larutan KCl dengan medium Aqua-DM.

Hidrogel yang telah dikeringkan dipotong melingkar menyesuaikan dengan bentuk tabung, lalu ditempatkan pada salah satu ujung tabung penahan KCl yang disambungkan ke pengaduk. Kemudian disuntikkan 2 mL KCl 1,0 M kedalaman 1cm diatas permukaan air sambil diaduk dengan kecepatan 200 rpm. Pengukuran konduktivitas Aqua-DM dicatat setiap 300 detik selama 24 jam.