

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini terbagi menjadi empat tahapan utama, yaitu preparasi membran hidrogel PVA/GA dan PVA/GA/MPB yang divariasikan ketebalannya, pencucian membran hidrogel PVA/GA dan PVA/GA/MPB, karakterisasi membran hidrogel PVA/GA dan PVA/GA/MPB melalui uji FTIR, serta uji permeasi membran hidrogel PVA/GA dan PVA/GA/MPB. Tahap preparasi, pencucian, karakterisasi, dan uji permeasi membran hidrogel PVA/GA dan PVA/GA/MPB dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan FPMIPA – B UPI Bandung. Waktu pelaksanaan penelitian ini dimulai pada bulan Februari – Mei 2019.

3.2 Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah padatan polivinil alkohol (PVA) teknis, glutaraldehid teknis, daun *Mesona palustris* B. (MPB) kering, asam sulfat 95 - 97% (merck, Jerman), asam asetat glasial (merck, Jerman), metanol 96% (merck, Jerman), natrium hidroksida p.a. BM 40 g/mol (merck, Jerman), kalium klorida p.a. BM 74,5 g/mol (harris, Inggris), dan aqua demineralisasi (aqua-DM) lokal.

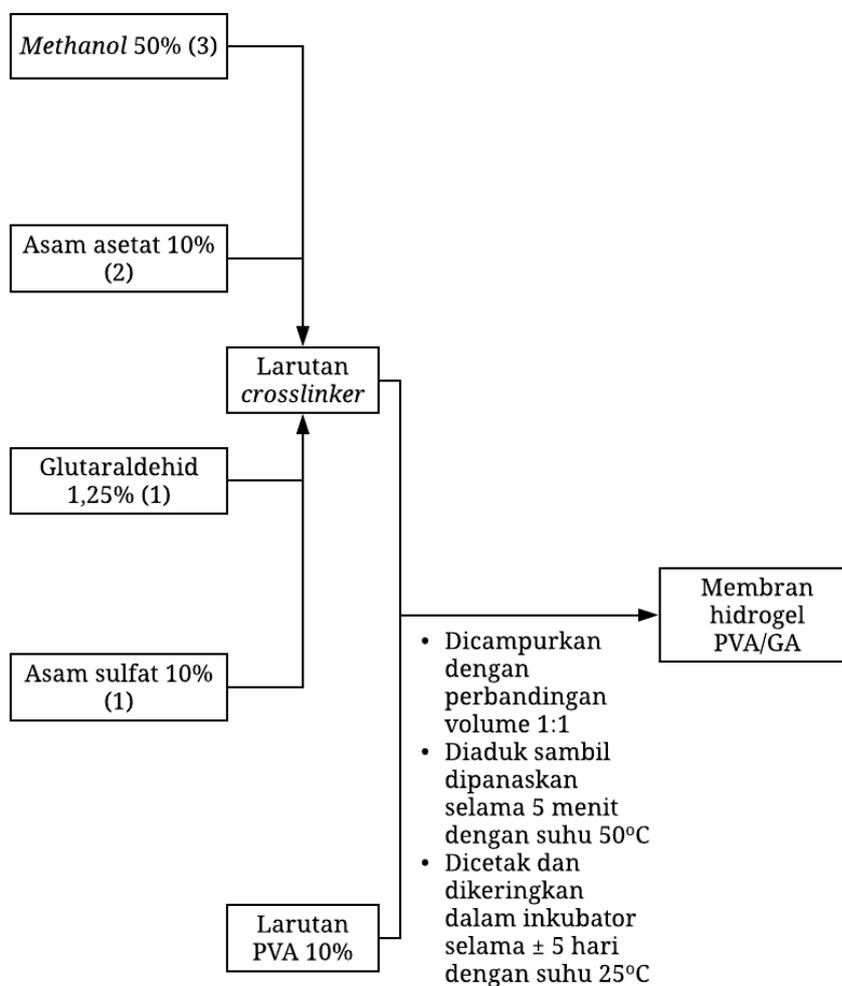
Alat yang digunakan pada penelitian ini terdiri dari alat gelas, alat non-gelas dan alat instrumen. Alat-alat gelas yang digunakan, yaitu gelas kimia, gelas ukur, labu ukur, dan batang pengaduk. Selain itu, digunakan cetakan membran hidrogel berbahan akrilik, botol semprot, spatula, klem, statif, mikropipet 1 mL, neraca analitik (mettler toledo, Kanada), corong *Buchner* beserta pompa vakum, *overhead stirrer* (eyela, Jepang; DLAB, China), *hot plate* (scilogex MS-H550-S, USA). Sedangkan alat instrumen yang digunakan, yaitu *cooling incubator* (B-ONE CIN-70, China), konduktometer (lutron, Taiwan), pH meter (mettler toledo, Kanada), dan *Fourier Transform Infrared* (Thermo Fischer FTIR, Jepang).

3.3 Metode Penelitian

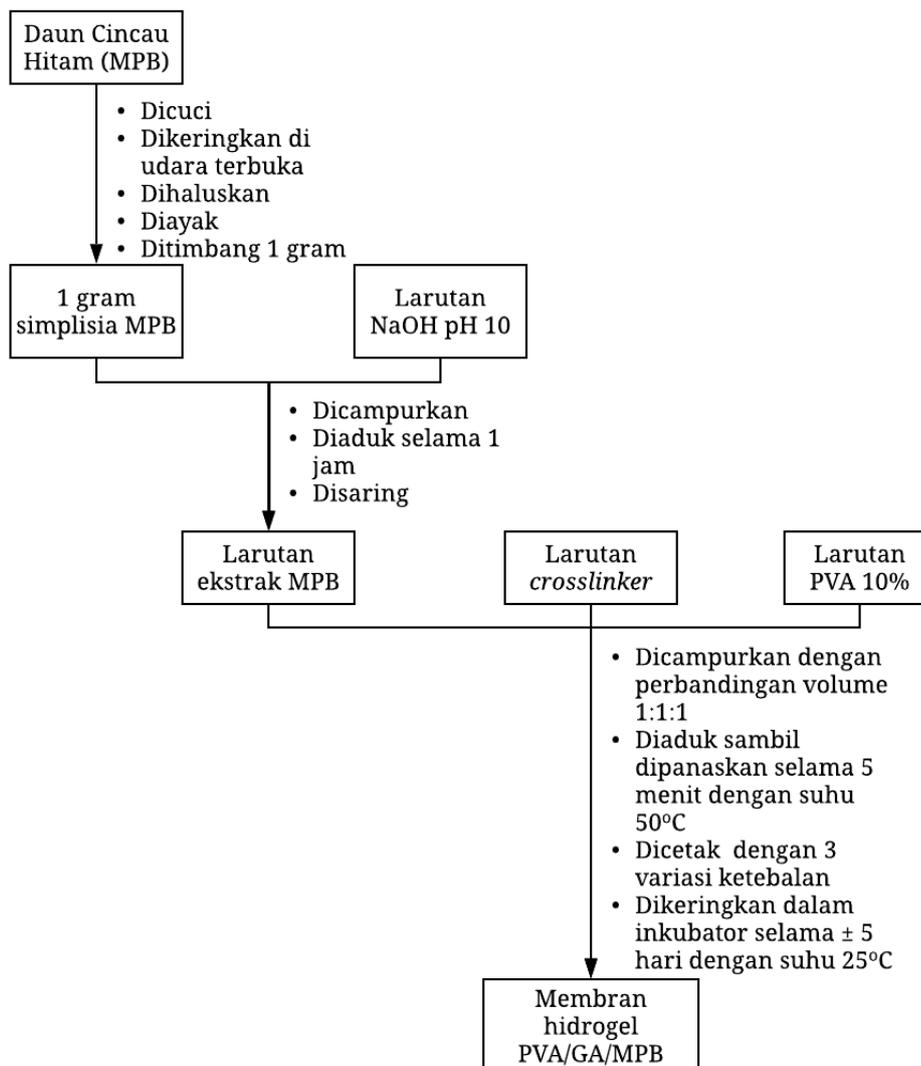
Tahapan penelitian ini diawali dengan preparasi larutan untuk pembuatan membran hidrogel PVA/GA dan PVA/GA/MPB; kemudian membran hidrogel PVA/GA/MPB dibuat 3 variasi ketebalan. Membran hidrogel hasil sintesis dicuci beberapa kali menggunakan aqua-DM dengan volume yaitu 400 mL pada setiap pencucian hingga diperoleh nilai pH air pencuci kurang lebih sama dengan pH aqua-DM awal atau netral di pH 5,0 – 7,5 (Badan Standarisasi Nasional, 2015). Tahapan selanjutnya yaitu uji karakterisasi membran hidrogel melalui uji FTIR untuk mengetahui keberadaan gugus fungsi, yang dilakukan terhadap membran hidrogel sesudah pencucian. Tahapan terakhir yaitu uji permeasi membran hidrogel PVA/GA dan PVA/GA/MPB dengan kalium klorida 1,0 M sebanyak 2 mL ke dalam 500 mL aqua-DM.

3.4 Prosedur Penelitian

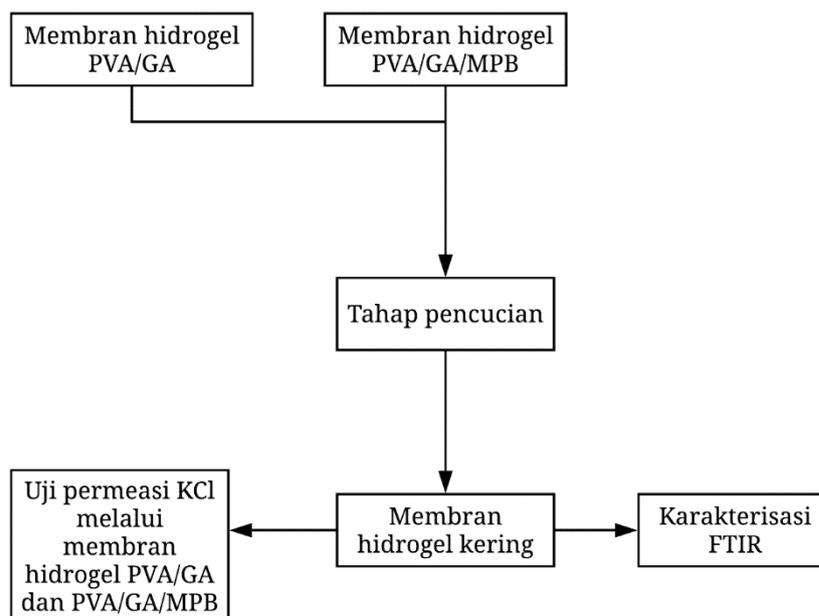
Tahapan penelitian ditunjukkan melalui bagan alir sebagai berikut.



Gambar 3. 1 Prosedur sintesis membran hidrogel PVA/GA



Gambar 3. 2 Prosedur sintesis membran hidrogel PVA/GA/MPB



Gambar 3. 3 Prosedur karakterisasi dan uji permeasi membran hidrogel PVA/GA dan PVA/GA/MPB

3.4.1 Tahap Preparasi

Tahap preparasi membran hidrogel PVA/GA dan PVA/GA/MPB terdiri dari pembuatan larutan-larutan, pencetakan dan pengeringan membran hidrogel. Tahap preparasi ini mengacu pada dua penelitian sebelumnya yaitu Catyandaru (2017) yang mensintesis membran hidrogel PVA/GA dengan perbandingan volume optimum 1:1 dan Gultom (2018) yang mensintesis membran hidrogel PVA/GA/MPB dengan perbandingan volume 1:1:1.

3.4.1.1 Pembuatan Polivinil Alkohol (PVA) 10%

Padatan PVA teknis ditimbang sebanyak 10 gram dan dilarutkan sedikit demi sedikit dengan aqua-DM sampai 100 mL disertai pengadukkan dan pemanasan dengan suhu 90°C sampai seluruh padatan PVA larut.

3.4.1.2 Pembuatan Glutaraldehyd (GA) 1,25%

Larutan glutaraldehyd teknis dibuat menjadi larutan glutaraldehyd induk 25%, kemudian dipipet sebanyak 5 mL dan diencerkan dengan 100 mL aqua-DM lalu dihomogenkan.

3.4.1.3 Pembuatan Metanol 50%

Larutan metanol 96% dipipet sebanyak 52,08 mL, kemudian diencerkan dengan 100 mL aqua-DM lalu dihomogenkan.

3.4.1.4 Pembuatan Asam Sulfat 10%

Larutan asam sulfat 98% dipipet sebanyak 10,31 mL, kemudian diencerkan dengan 100 mL aqua-DM lalu dihomogenkan.

3.4.1.5 Pembuatan Asam Asetat 10%

Larutan asam asetat glasial dipipet sebanyak 10 mL, kemudian diencerkan dengan 100 mL aqua-DM lalu dihomogenkan.

3.4.1.6 Pembuatan Larutan *Crosslinker*

Larutan *crosslinker* dibuat dengan cara mencampurkan larutan metanol 50%, larutan asam asetat 10%, larutan glutaraldehyd 1,25%, dan larutan asam sulfat 10% dengan perbandingan 3:2:1:1, kemudian dihomogenkan.

3.4.1.7 Pembuatan NaOH pH 10

Padatan NaOH ditimbang sebanyak 0,004 gram kemudian dilarutkan sedikit demi sedikit dengan aqua-DM sampai 100 mL disertai pengadukkan sampai seluruh padatan NaOH larut.

3.4.1.8 Ekstraksi *Mesona palustris* B. (MPB)

Sampel daun cincau hitam atau MPB diperoleh dari perkebunan di Jember. Daun cincau hitam yang digunakan

umunya daun yang tidak terlalu muda ataupun terlalu tua. Daun cincau hitam dicuci dengan air mengalir untuk menghilangkan pengotor yang menempel agar tidak mengganggu hasil penelitian, kemudian daun cincau hitam dikeringkan di udara terbuka selama beberapa hari sampai kering. Setelah diperoleh simplisia daun cincau hitam (MPB) kering, dilakukan penghalusan dengan *blender* dan diayak sampai diperoleh simplisia kering dengan ukuran yang serupa. Simplisia MPB kering ditimbang sebanyak 1 gram dan diekstrak dengan 100 mL larutan NaOH pH 10 sambil diaduk selama 1 jam, kemudian campuran disaring menggunakan corong *Buchner* untuk memperoleh ekstrak MPB.

3.4.2 Tahap Sintesis

Tahap sintesis terdiri dari sintesis membran hidrogel PVA/GA dan PVA/GA/MPB yang divariasikan ketebalannya.

3.4.2.1 Sintesis Membran Hidrogel PVA/GA

Berdasarkan penelitian Catyandaru (2017), pembuatan membran hidrogel PVA/GA dilakukan dengan mencampurkan larutan PVA 10% dan larutan *crosslinker* dengan perbandingan volume 1:1. Campuran tersebut diaduk dan dipanaskan selama 5 menit dengan suhu 50°C, kemudian dituang ke dalam cetakan dan dikeringkan di dalam inkubator selama ± 5 hari dengan suhu 25°C.

3.4.2.2 Sintesis Membran Hidrogel PVA/GA/MPB

Berdasarkan penelitian Gultom (2018), pembuatan membran hidrogel PVA/GA/MPB dilakukan dengan mencampurkan larutan PVA 10%, larutan *crosslinker*, dan ekstrak MPB dengan perbandingan volume 1:1:1. Campuran tersebut diaduk dan dipanaskan selama 5 menit dengan suhu 50°C, kemudian dituang ke dalam cetakan dan dikeringkan di dalam inkubator selama ± 5 hari dengan suhu 25°C. Pada penelitian ini, pembuatan membran hidrogel PVA/GA/MPB dilakukan dengan

memvariasikan ketebalan sebanyak 3 variasi ketebalan sebagai berikut.

Tabel 3. 1 Variasi perbandingan volume PVA, GA, dan MPB

Variasi	Volume (mL)		
	PVA	GA	MPB
1	15	15	15
2	20	20	20
3	30	30	30

3.4.3 Tahap Pencucian

Membran hidrogel hasil sintesis yang telah kering, dicuci beberapa kali menggunakan aqua-DM dengan volume 400 mL pada setiap pencucian dan diukur nilai pH air pencuci setiap 30 detik dari awal sebelum membran hidrogel dimasukkan hingga nilainya konstan. Pencucian membran hidrogel dilakukan sebanyak 4 kali hingga diperoleh nilai pH air pencuci kurang lebih sama dengan pH aqua-DM awal atau netral di pH 5,0 – 7,5 (Badan Standarisasi Nasional, 2015).

3.4.4 Tahap Karakterisasi dengan *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Karakterisasi menggunakan FTIR bertujuan untuk mengetahui keberadaan gugus fungsi dan membandingkan spektrum membran hidrogel PVA/GA serta PVA/GA/MPB setelah pencucian.

Sampel padatan dihaluskan hingga menjadi serbuk kemudian dicampurkan dengan kalium bromida (KBr) dengan perbandingan massa sampel dan KBr adalah 1 gram/1000 gram selanjutnya dipadatkan. Sampel dianalisis dengan FTIR pada bilangan gelombang 4000 – 600 cm^{-1} . Hasil spektrum yang diperoleh dibandingkan satu dengan yang lainnya.

3.4.5 Tahap Uji Permeasi

Hidrogel yang telah dicuci dengan aqua-DM dan telah dikeringkan, masing-masing dipotong melingkar menyesuaikan bentuk selongsong

tabung uji permeasi dan bagian ujung membran harus melebihi cairan umpan. Membran yang telah dipotong ditempatkan pada salah satu tabung wadah KCl dan disambungkan ke *overhead stirrer*, skema alat dapat dilihat pada gambar 4.7. Selanjutnya disuntikkan KCl 1,0 M ke dalam tabung sebanyak 2 mL, lalu dilakukan uji permeasi KCl ke dalam media 500 mL aqua-DM dengan kedalaman 1 cm dibawah permukaan air sambil di putar dengan kecepatan 200 rpm. Konduktivitas aqua-DM dicatat setiap 300 detik terukur sebelum KCl dimasukkan hingga nilai konduktivitasnya konstan. Pengukuran uji permeasi dilakukan selama \pm 24 jam.