

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian**

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Material dan Hayati Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia (UPI) dan Laboratorium Biokimia Institut Teknologi Bandung (ITB) untuk proses sintesis. Sedangkan untuk proses karakterisasi dilakukan di Pusat Survei Geologi Bandung dan Laboratorium Kimia Analitik ITB. Waktu penelitian dimulai bulan Februari hingga Juli 2019.

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

##### **3.2.1 Alat**

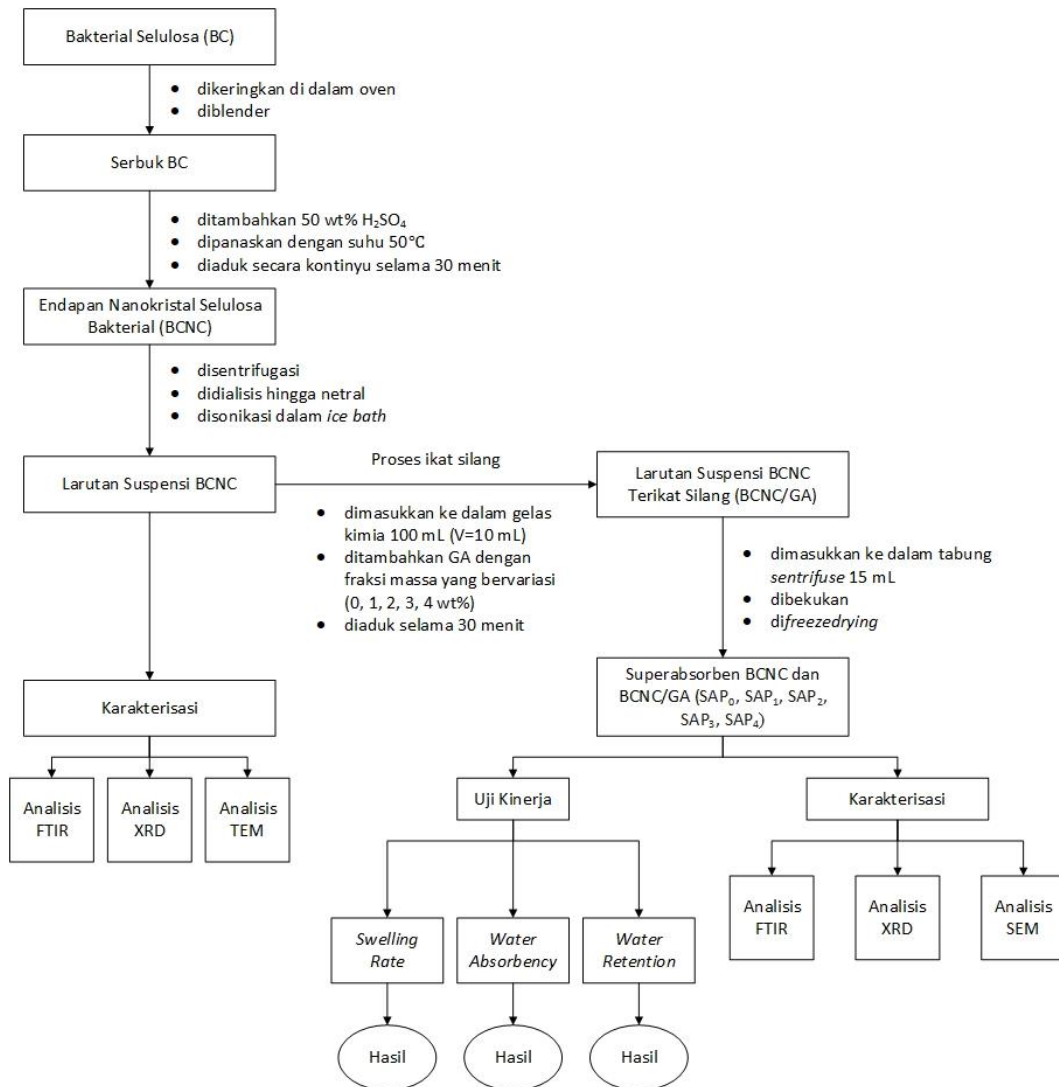
Peralatan yang digunakan dalam penelitian adalah: 1) Sintesis: gelas kimia; blender; *ove*; *water bath*; gelas ukur; pipet; labu ukur 100 mL; *magnetic stirrer*; *hotplate*; termometer; neraca analitik; alat sentrifugasi; tabung sentrifuse; *dialyzer*; *sonicator*; *ice bath*; pH meter; mikro pipet 1 mL dan 10 mL, *freezer*; *freeze-dryer machine*, 2) Uji kinerja: filter *nylon*; oven; wadah; neraca analitik; pipet; spatula; gelas kimia, 3) Karakterisasi: spektrometer FTIR; instrumen XRD; instrumen SEM.

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah bakterial selulosa (BC) *nata de pina*, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, *aquadest*, glutaraldehida (GA), dan HCl.

#### **3.3 Prosedur Penelitian**

Terdapat beberapa proses yang dilakukan dalam penelitian ini, diantaranya; sintesis BCNC, sintesis BCNC terikat silang, sintesis superabsorben BCNC, karakterisasi, pengukuran *water absorbency*, *swelling rate*, dan *water retention* dengan diagram alir sebagai berikut.



**Gambar 3.1** Diagram Alir Penelitian.

### 3.3.1 Tahap Sintesis Superabsorben

#### 3.3.1.1 Sintesis Nanokristal Selulosa Bakterial (BCNC)

Bakterial selulosa (BC) *nata de pina* dikeringan di dalam oven. Kemudian diblender hingga menjadi serbuk BC. Dilakukan proses hidrolisis asam terhadap serbuk BC menggunakan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  50 wt. % dengan suhu  $50\text{ }^\circ\text{C}$  dan proses pengadukan secara kontinyu selama 30 menit. Rasio  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -BC 50 mL/mg. Endapan nanokristal selulosa yang diperoleh disentrifugasi, didialisis hingga netral, dan dilakukan proses sonikasi di dalam ice bath (Anwar, *et al.*, 2015).

#### 3.3.1.2 Sintesis BCNC Terikat Silang

Larutan suspensi BCNC (10 mL) hasil hidrolisis asam dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL. Ditambahkan larutan glutaraldehida sebagai *crosslinker* dengan beberapa variasi fraksi massa (1 m/m%; 2 m/m%; 3 m/m%; 4 m/m%), disesuaikan pH menggunakan HCl hingga diperoleh pH 3 kemudian dilakukan pengadukan selama 1 jam (Yang, *et al.*, 2014).

#### 3.3.1.3 Sintesis Superabsorben BCNC Terikat Silang

Larutan BCNC terikat silang dimasukkan ke dalam tabung sentrifugasi 15 mL, dibekukan dalam freezer. Kemudian dilakukan proses freeze-drying dan diperoleh superabsorben BCNC terikat silang dalam wujud aerogel.  $\text{SAP}_0$  untuk SAP tanpa *crosslinker* dan  $\text{SAP}_1$  hingga  $\text{SAP}_4$  untuk SAP dengan *crosslinker* sesuai dengan seberapa besar massa (m/m%) *crosslinker* yang digunakan.

### 3.3.2 Tahap Karakterisasi Superabsorben

#### 3.3.2.1 Fourier Transformed Infrared (FTIR)

Dilakukan analisis gugus fungsi menggunakan spektrometer FTIR “Prestige 21 Shimadzu FTIR Spectrometer” dengan panjang gelombang 400 - 4000  $\text{cm}^{-1}$  pada mode transmisi. Sampel digiling dengan KBr, ditekan dan kemudian dianalisis dalam spektrometer FTIR dengan pemindaian  $2\text{ cm}^{-1}$ .

#### 3.3.2.2 Analisis Difraksi Sinar-X (XRD)

Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui sifat fisika dari superabsorben BCNC yaitu kristalinitasnya. Superabsorben yang akan diuji dihaluskan

terlebih dahulu dan diletakkan pada suatu wadah sampel. Kemudian pengujian dilakukan menggunakan instrumen XRD “Philips PW 1835 Diffractometer”. Pengujian dilakukan dengan system difraktometer dalam tingkat  $0,1^\circ$ . Energi yang digunakan sebesar 40 kV/40 mA dengan  $\text{CuK}\alpha$  sebagai sumber sinar X dengan suhu  $25^\circ\text{C}$ .

### 3.3.2.3 *Scanning Electron Microscopy (SEM)*

Pengujian ini dilakukan untuk diperolehnya informasi mengenai struktur permukaan atau morfologi dari superabsorben BCNC. Serbuk dari superabsorben BCNC diletakkan pada wadah sampel yang selanjutnya diuji menggunakan instrumen SEM JEOL-6510. Perbesaran dilakukan sebesar 20000 kali.

### 3.3.2.4 *Transmission Electron Microscopy (TEM)*

Pengujian ini dilakukan untuk diperolehnya informasi morfologi dan distribusi ukuran partikel dari superabsorben BCNC dengan menggunakan instrument TEM JEOL-1400. Setetes dispersi SAP BCNC diendapkan pada mikroskop grid berlapis karbon dan dibiarkan hingga kering. Hasil dari uji TEM ini dilakukan pada akselerasi tegangan operasi 120 kV dengan perbesaran 4000 hingga 40000 kali.

## 3.3.3 Tahap Pengujian Kinerja Superabsorben

### 3.3.3.1 *Water absorbency*

Sampel superabsorben BCNC (0,001 g) diletakkan di dalam filter nylon dengan ukuran 250 mesh kemudian direndam dalam air terdestilasi pada suhu ruang selama 4 jam hingga mencapai kesetimbangan swelling. Setelah itu, sampel dipisahkan dari media penyerapan. Penyerapan air dihitung menggunakan persamaan berikut:

$$\text{Water absorbency (g/g)} = \frac{m_2 - m_1}{m_1}$$

Dimana  $m_1$  dan  $m_2$  merupakan massa sampel kering dan sampel setelah swelling (Wang, *et al.*, 2009).

### 3.3.3.2 Swelling Rate

Sampel superabsorben BCNC ditimbang dan diletakkan pada filter nylon kemudia direndam ke dalam air distilasi pada suhu ruang. Pengukuran massa pada superabsorben dilakukan setelah swelling dilakukan dengan cara meniriskan superabsorben selama 2 menit, kemudian superabsorben ditimbang dalam rentan waktu tertentu hingga diperoleh keadaan swelling yang setimbang. Pengukuran dilakukan sebanyak 3 kali pada masing-masing superabsorben BCNC terikat silang dengan variasi konsentrasi *crosslinker* yang berbeda. Swelling rate dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut.

$$SR = \frac{W_s - W_o}{W_o}$$

Dimana  $W_s$  dan  $W_o$  merupakan massa superabsorben setelah swelling dan superabsorben dalam keadaan kering (gram).

### 3.3.3.3 Water Retention

Penyimpanan air diperoleh dengan menimbang massa superabsorben setelah swelling selama 30 menit ( $m_1$ ) dan massa superabsorben setelah pemanasan pada 25°C selama 50 jam dalam oven ( $m_2$ ). Penyimpanan air suatu sampel dihitung dengan rumus berikut:

$$\text{Water retention (\%)} = \frac{m_2}{m_1} \times 100\%$$

(Wang, *et al.*, 2009).