

BAB III METODE PENELITIAN

3.1. Lokasi dan Waktu Penelitian

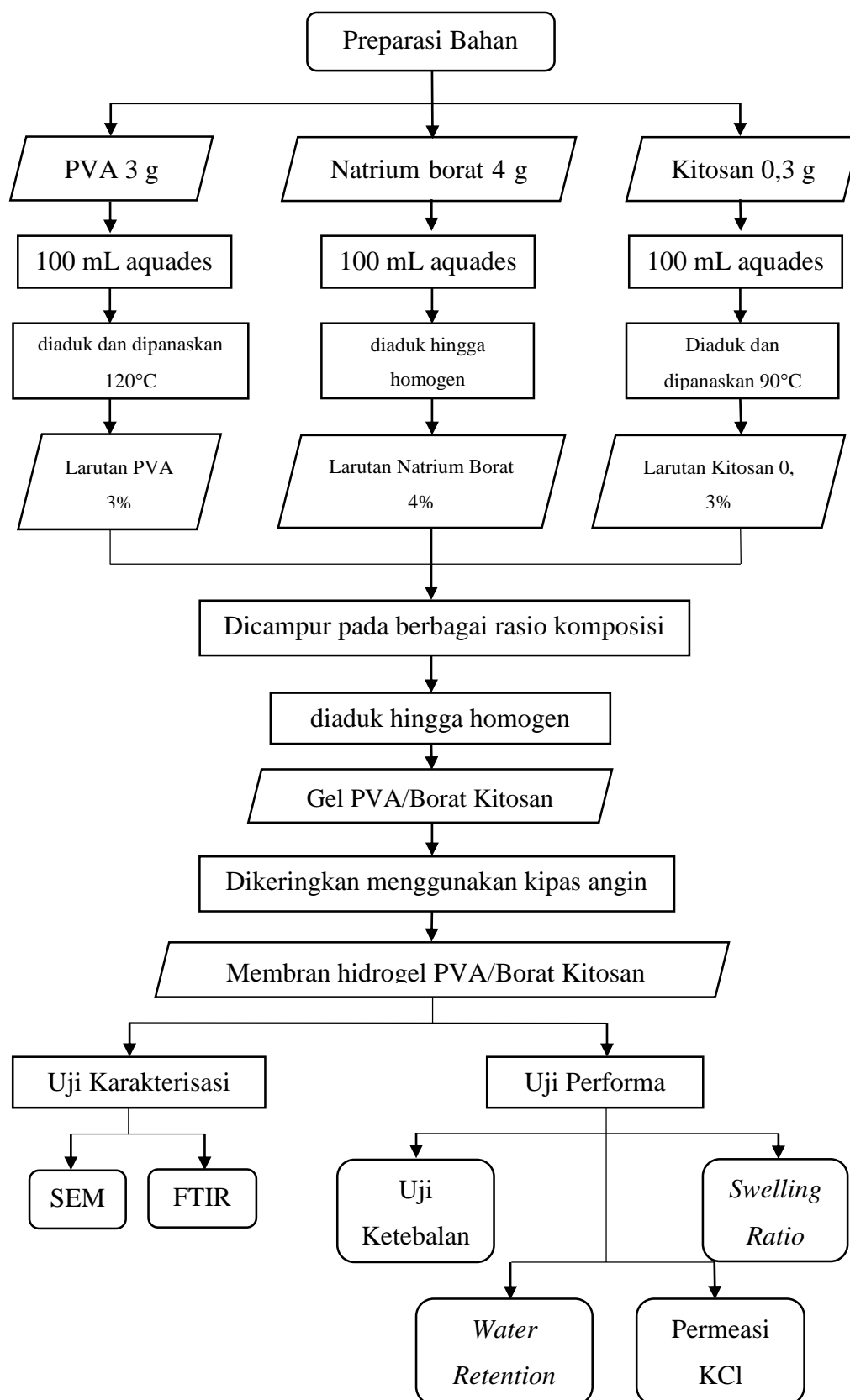
Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan FPMIPA B dan Laboratorium Kimia Instrumen FPMIPA A, Departemen Pendidikan Kimia, Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pendidikan Indonesia. Waktu penelitian dilaksanakan pada bulan Maret hingga Juni 2022.

3.2. Alat dan Bahan

Pada penelitian ini alat yang digunakan meliputi labu ukur 50 mL dan 100 mL; *hotplate*; *magnetic stirrer*; *23ellet2323nt23*; *overhead stirrer*; cetakan membran 20 cm x 20 cm; cetakan membran 10 x 10 cm; pipet tetes; gelas ukur 10 mL, 50 mL, dan 100 mL; gelas kimia 100 mL, 250 mL, 600 mL, dan 1000 mL; pipet *23ellet2323nt* 5 mL dan 10 mL; penyaring; batang pengaduk; spatula; kaca arloji; penggaris; pinset; mikrometer sekrup; tabung selongsong; neraca analitik; konduktometer; pH meter; *23ellet2323nt* SEM, dan spektrofotometer FTIR. Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah polivinil *23ellet23* (PVA) teknis; natrium borat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) teknis; kalium klorida (KCl); aquades; larutan asam asetat (CH_3COOH); dan kalium *23ellet23* (KBr).

3.3. Prosedur Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahapan yang meliputi preparasi bahan, preparasi hidrogel, serta melakukan karakterisasi dan kajian performa yang meliputi FTIR, SEM, uji ketebalan, *swelling ratio* dan kinetika *swelling*, *water retention*, serta uji permeasi dan kinetika permeasi. Tahapan penelitian ditunjukkan melalui Gambar 3.1 berikut.



Gambar Error! No text of specified style in document..1 Bagan alir penelitian

Shabrina Maulida Agustine, 2022

SINTESIS, KARAKTERISASI, DAN UJI PERFORMA MEMBRAN HIDROGEL BERBAHAN BAKU POLIVINIL ALKOHOL, BORAT, DAN KITOSAN SEBAGAI SEPARATOR KCl-MEDIA UNTUK PENGEMBANGAN MATERIAL CRF

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

Preparasi Bahan

Pembuatan Larutan Polivinil Alkohol (PVA) 3%

PVA teknis ditimbang sebanyak 3 gram lalu dilarutkan ke dalam aquades sedikit demi sedikit sebanyak 100 mL. Larutan diaduk terus menerus menggunakan *magnetic stirrer* disertai dengan pemanasan pada suhu 120°C hingga menjadi larutan homogen.

Pembuatan Larutan Natrium Borat 4%

Natrium borat teknis ditimbang sebanyak 4 gram dengan pelarut aquades sebanyak 100 mL. Larutan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* hingga menjadi larutan homogen.

Pembuatan Larutan Kitosan 0,3%

Larutan kitosan dibuat dengan cara melarutkan kitosan sebanyak 0,3 gram ke dalam 100 mL asam asetat 1%. Larutan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* disertai dengan pemanasan pada suhu 90°C hingga menjadi larutan homogen.

Pembuatan Larutan Asam Asetat 1%

Larutan asam asetat glasial dipipet sebanyak 1,02 mL, kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 400 mL dan ditambahkan aquades hingga tanda batas lalu dihomogenkan.

Pembuatan Larutan KCl 1M

KCl ditimbang sebanyak 3,7250 gram kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL, ditambahkan aquades hingga tanda batas kemudian dihomogenkan.

Preparasi Hidrogel

Optimasi Komposisi Kitosan

Hidrogel dengan basis PVA/borat/kitosan divariasikan menjadi beberapa komposisi matriks yang berbeda dengan tujuan untuk mengetahui komposisi optimum dari berbagai matriks. Larutan PVA 3%, Borat 4%, dan kitosan 0,3% dicampur dengan perbandingan masing-masing seperti pada tabel berikut.

**Tabel Error! No text of specified style in document..1 Optimasi
Komposisi Kitosan**

PVA 3% (mL)	Borat 4% (mL)	Kitosan 0,3% (mL)
4	1	0,5
		1
		2
		3
		4
		5
4	5	5
8	1	5

Tahap Sintesis Hidrogel PVA/Borat/Kitosan

Sintesis membran hidrogel PVA/borat/kitosan dilakukan dengan cara mencampurkan larutan PVA 3%, larutan natrium borat 4%, dan larutan kitosan 0,3% dengan perbandingan volume seperti pada Tabel 3.1. Campuran tersebut diaduk menggunakan *magnetic stirrer* disertai pemanasan pada suhu 90°C hingga menjadi larutan homogen. Kemudian, larutan dituang sebanyak 200 mL ke dalam cetakan berukuran panjang x lebar x tinggi yaitu 20 cm x 20 cm x 1 cm, sedangkan untuk cetakan 10 cm x 10 cm x 1 cm dituang sebanyak 50 mL. Dikeringkan selama \pm 5 hari menggunakan kipas angin agar mempercepat proses pengeringan.

Uji Karakterisasi

Fourier Transforms Infrared Spectroscopy (FTIR)

Pengujian FTIR bertujuan untuk menentukan gugus fungsi pada hidrogel. Sampel yang dianalisa yaitu gugus PVA, borat, kitosan, PVA/borat, PVA/kitosan, borat/kitosan, dan PVA/borat/kitosan. Sampel dihaluskan lalu dipadatkan dan dianalisis dalam bentuk 26ellet KBr. Spektrum direkam dalam daerah bilangan gelombang dari 4000 cm^{-1} hingga 500 cm^{-1} . Hasil spektrum yang diperoleh dibandingkan satu sama lain untuk melihat pengaruh matriks dalam pembentukan gugus fungsi pada hidrogel.

Scanning Electron Microscopy (SEM)

Pengujian ini bertujuan untuk mengetahui penampang muka membran hidrogel. Sebelum diuji, membran hidrogel digunting dengan ukuran 1 cm x 1 cm kemudian *dicoating* menggunakan emas yang berfungsi sebagai penghantar. Setelah itu, sampel ditempatkan pada wada sampel kemudian diuji bentuk morfologinya menggunakan SEM *Phenom Pure G6* dengan tegangan 5 kV dan dengan perbesaran 1.000 – 15.000 kali.

Uji Performa

Ketebalan

Ketebalan membran digunakan untuk mengetahui dan mendukung penafsiran laju permasi dari membran hidrogel. Digunakan membran hidrogel berukuran 4 cm x 4 cm kemudian direndam di dalam air selama 30 detik. Hidrogel yang basah kemudian diukur ketebalannya menggunakan mikrometer sekrup. Perendaman dan pengukuran menggunakan mikrometer dilakukan terus menerus hingga 30 menit.

Swelling Ratio

Pengujian performa *swelling ratio* dilakukan dengan metode gravimetri dengan tujuan untuk mengetahui kemampuan menyerap air dari hidrogel. Hidrogel kering (W_0) ditimbang lalu direndam dalam 400 mL aquades dalam gelas kimia 600 mL. Kemudian membran ditimbang setiap 3 menit hingga 30 menit (sampai tidak terjadi perubahan atau kerusakan). Presentase *swelling ratio* pada membran hidrogel dapat ditentukan berdasarkan rumus berikut.

$$SR (\%) = \frac{W_t - W_0}{W_0} \times 100\% \quad (\text{Persamaan$$

Error! No text of specified style in document..1)

Keterangan:

Shabrina Maulida Agustine, 2022

SINTESIS, KARAKTERISASI, DAN UJI PERFORMA MEMBRAN HIDROGEL BERBAHAN BAKU POLIVINIL ALKOHOL, BORAT, DAN KITOSAN SEBAGAI SEPARATOR KCI-MEDIA UNTUK PENGEMBANGAN MATERIAL CRF

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

SR = Persentase *swelling ratio* (%)

W_t = Massa hidrogel basah (gram)

W_0 = Massa hidrogel kering (gram)

Water Retention

Pengujian *water retention* merupakan salah satu parameter analisis performa hidrogel untuk mengetahui kemampuan hidrogel mempertahankan air pada waktu tertentu. Sampel untuk pengujian *water retention* didapatkan dari sampel pengujian *swelling ratio*. Membran yang basah dari pengujian *swelling ratio* disimpan di dalam wadah, disimpan pada udara terbuka, kemudian dilakukan penimbangan massa membran saat pagi dan sore hari selama beberapa hari hingga mendapatkan massa yang konstan.

Water retention (%WR) dapat dihitung dengan persamaan berikut:

$$WR (\%) = \frac{(W_t - W_\infty)}{(W_0 - W_\infty)} \times 100\% \quad (\text{Persamaan } \mathbf{Error! No text of specified style in document..2})$$

Keterangan:

WR = Persentase *water retention* (%)

W_0 = Massa hidrogel kering (gram)

W_t = Massa hidrogel setiap harinya setelah ditambahkan aquades
(gram)

W_∞ = Massa akhir hidrogel konstan (gram)

Permeasi

Metode uji permeasi mengacu pada penelitian Khairunnisa (2019). Membran hidrogel PVA/Borat/Kitosan dipotong dengan ukuran 6 cm x 6 cm atau menyesuaikan ukuran selongsong tabung uji permeasi. Bagian ujung membran harus melebihi cairan

umpan. Membran yang telah dipotong sesuai ukuran diposisikan pada tabung selongsong wadah KCl dan disambungkan pada *overhead stirrer*. KCl dengan konsentrasi 1 M disuntikkan ke dalam tabung sebanyak 2 mL, dan dilakukan uji permeasi KCl ke dalam aquades sebanyak 500 mL dengan kedalaman membran yaitu 1 cm di bawah permukaan air sambil diputar menggunakan *stirrer* dengan kecepatan 200 rpm. Konduktivitas dan pH media aquades dicatat setiap 30 detik terukur sebelum KCl dimasukkan hingga konduktivitas dan pH bernilai konstan.