

## **BAB III METODE PENELITIAN**

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

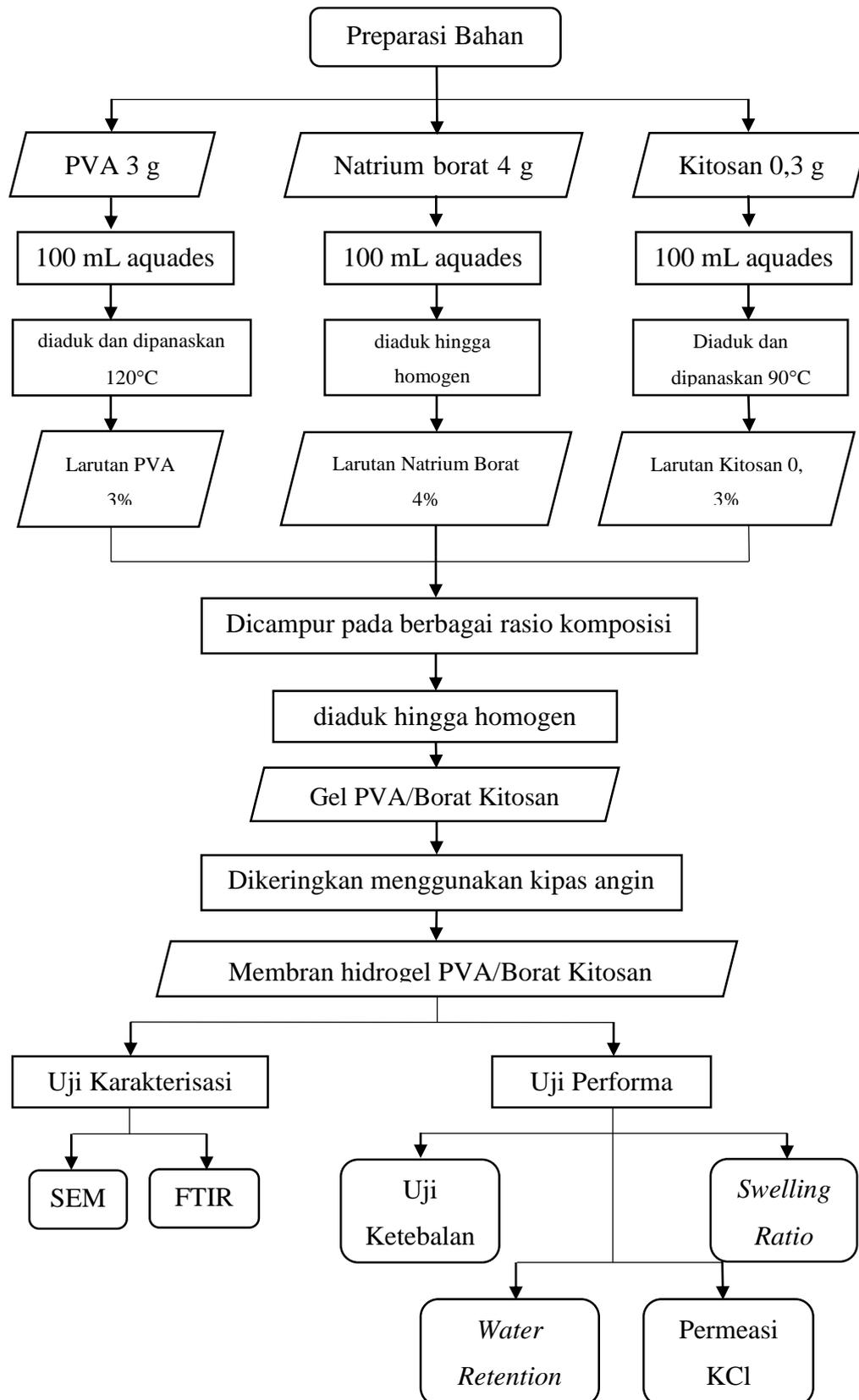
Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan FPMIPA B dan Laboratorium Kimia Instrumen FPMIPA A, Departemen Pendidikan Kimia, Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pendidikan Indonesia. Waktu penelitian dilaksanakan pada bulan Maret hingga Juni 2022.

### **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 ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ); 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  $\text{cm}^{-1}$  hingga 500  $\text{cm}^{-1}$ . 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 KCl-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:

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

Keterangan:

WR = Persentase *water retention* (%)

$W_0$  = Massa hidrogel kering (gram)

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

$W_\infty$  = 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.