

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini terdiri dari tahap sintesis, karakterisasi, dan uji kinerja hidrogel komposit. Tahap sintesis, tahap karakterisasi (FTIR, sudut kontak) dan tahap uji kinerja (*swelling ratio*, *water retention* dan *release behavior*) dilakukan di Laboratorium Riset Kimia dan Laboratorium Instrumentasi Kimia, FPMIPA, Universitas Pendidikan Indonesia. Sementara itu, tahap karakterisasi lebih lanjut (SEM, XRD) dilakukan menggunakan fasilitas di institusi lain, yaitu BRIN Pusat Teknologi bersih dan nanoteknologi. Waktu penelitian dimulai dari bulan Februari sampai Oktober 2022.

3.2 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada tahap sintesis hidrogel komposit meliputi gelas ukur (10 mL, 50 mL, 100 mL), gelas kimia (50 mL, 100 mL, 600 mL), labu ukur 100 mL, kaca arloji, spatula, botol semprot, neraca analitik, mikropipet (1 mL, 10 mL), pipet tetes, pipet ukur, *ball pipet*, *hot plate*, cetakan hidrogel 10 cm x 10 cm, pengaduk magnetik, *overhead stirrer* dan botol vial. Pada tahap karakterisasi menggunakan beberapa instrumen yaitu FTIR Shimadzu DTG 60H untuk metode KBr dan seri Nicolet iS5 untuk metode ATR, SEM Phenom Pure G6 dengan detector mix, XRD D8 Advance Bruker, dan set alat *sessile drop* (tripod, kamera, *waterpass*). Sedangkan tahap uji kinerja menggunakan neraca analitik, kaca arloji, pinset, gelas kimia, konduktometer (Lovibond Water Testing SD 305 Series), pH meter (Mettler Toledo), dan set alat pengaduk magnetik.

Bahan yang digunakan adalah poli(vinil alkohol) (PVA), natrium alginat (SA), boraks, kalium klorida (KCl), larutan buffer, dan akuades. Semua bahan, selain akuades, memiliki *grade pro-analysis* (p.a).

Siti Fatimah, 2023

**SINTESIS, KARAKTERISASI, DAN UJI KINERJA HIDROGEL
KOMPOSIT POLI(VINIL ALKOHOL)/NATRIUM
ALGINAT/BORAKS/KALIUM KLORIDA UNTUK KANDIDAT
MATERIAL CONTROLLED RELEASE FERTILIZER**

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

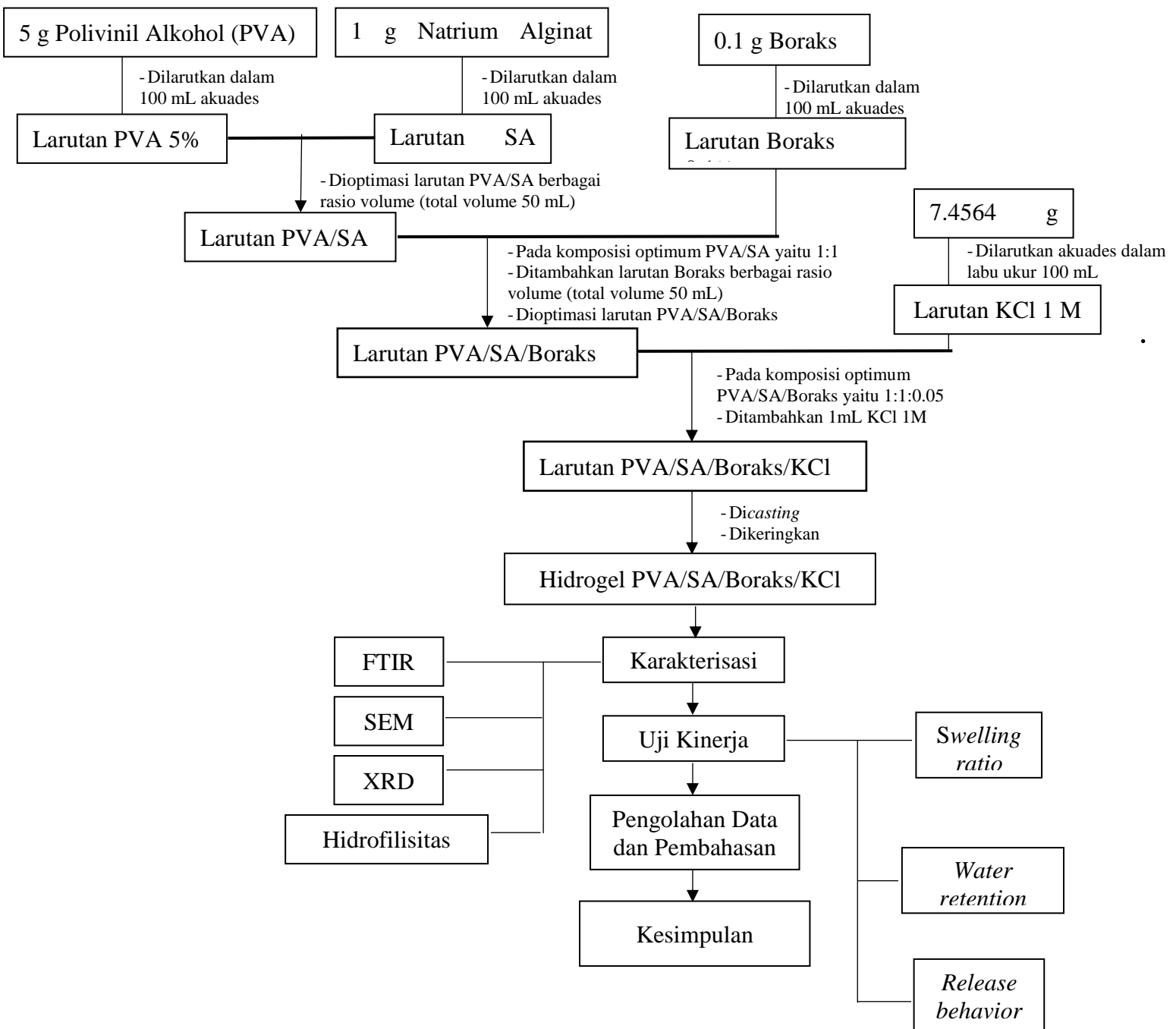
3.3 Tahap Penelitian

Penelitian ini terdiri dari beberapa tahap yaitu sintesis, karakterisasi dan uji kinerja. Pada tahap sintesis hidrogel dilakukan preparasi prekursor dan optimasi komposisi sintesis hidrogel Poli(vinil alkohol) (PVA)/Natrium alginat (SA)/Boraks dengan menggunakan metode kimia yaitu *mixing solution*. Selanjutnya, tahap karakterisasi dilakukan menggunakan instrumen FTIR, SEM, XRD dan hidrofilitas. Sementara itu, tahap uji kinerja meliputi uji *swelling ratio*, *water retention* dan *release behavior*. Secara keseluruhan, tahapan penelitian sistematis dapat diilustrasikan pada **Gambar 3.1**.

Siti Fatimah, 2023

**SINTESIS, KARAKTERISASI, DAN UJI KINERJA HIDROGEL
KOMPOSIT POLI(VINIL ALKOHOL)/NATRIUM
ALGINAT/BORAKS/KALIUM KLOORIDA UNTUK KANDIDAT
MATERIAL CONTROLLED RELEASE FERTILIZER**

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



Gambar 3.1 Bagan alir penelitian

3.4 Sintesis Hidrogel Komposit

3.4.1 Preparasi Larutan Prekursor

- a. Pembuatan larutan poli(vinil alkohol) (PVA) 5% (w/v)

Siti Fatimah, 2023

SINTESIS, KARAKTERISASI, DAN UJI KINERJA HIDROGEL KOMPOSIT POLI(VINIL ALKOHOL)/NATRIUM ALGINAT/BORAKS/KALIUM KLORIDA UNTUK KANDIDAT MATERIAL CONTROLLED RELEASE FERTILIZER

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

PVA dengan massa 5 gram dilarutkan dalam 100 mL larutan akuades. Kemudian larutan diaduk menggunakan pengaduk magnetik dengan kecepatan 300 rpm pada suhu 100°C hingga PVA larut sempurna (homogen) yang ditandai dengan tidak terdapat gumpalan dalam larutan.

- b. Pembuatan larutan natrium alginat atau *sodium alginate* (SA) 1% (w/v)
SA dengan massa 1 gram dilarutkan dalam 100 mL larutan akuades. Kemudian, diaduk menggunakan pengaduk magnetik dengan kecepatan 300 rpm pada suhu 50°C hingga SA larut sempurna (homogen) yang ditandai dengan tidak terdapat gumpalan dalam larutan.
- c. Pembuatan larutan boraks 0.1% (w/v)
Boraks dengan massa 0.1 gram dilarutkan dalam 100 mL larutan akuades. Kemudian, diaduk menggunakan pengaduk magnetik dengan kecepatan 300 rpm pada suhu ruangan hingga boraks larut sempurna (homogen) yang ditandai dengan tidak terdapat gumpalan dalam larutan.
- d. Pembuatan larutan kalium klorida (KCl) 1 M
Pembuatan larutan KCl 1 M dilakukan dengan cara melarutkan serbuk KCl sebanyak 7.4564 gram dengan pelarut akuades kedalam labu ukur 100 ml sampai tanda batas, kemudian diaduk hingga homogen.

3.4.2 Optimasi Sintesis Hidrogel Komposit

a. Optimasi Komposisi Hidrogel PVA/SA

Tahap awal dari optimasi sintesis dilakukan dengan parameter variasi rasio volume prekursor PVA/SA dengan total volume campuran dan ukuran cetakan dijaga tetap yang ditunjukkan pada **Tabel 3.1**. Pembuatan hidrogel dilakukan menggunakan metode kimia (*solution mixing*) dimana larutan PVA dan larutan SA dicampurkan, lalu diaduk menggunakan pengaduk magnetik selama 1 jam pada suhu ruangan. Larutan campuran kemudian *dicasting* (dituangkan ke dalam cetakan hidrogel), dan dikeringkan dalam suhu ruangan selama 7 hari hingga terbentuk hidrogel. Setelah hidrogel kering lalu dilepaskan dari cetakan hidrogel dan disimpan di dalam desikator untuk menghindari penyerapan air.

Siti Fatimah, 2023

**SINTESIS, KARAKTERISASI, DAN UJI KINERJA HIDROGEL
KOMPOSIT POLI(VINIL ALKOHOL)/NATRIUM
ALGINAT/BORAKS/KALIUM KLORIDA UNTUK KANDIDAT
MATERIAL CONTROLLED RELEASE FERTILIZER**

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

Tabel 3.1 Rasio komposisi hidrogel PVA/SA

Kode Sampel	Volume rasio PVA/SA (total volume 50 mL)	
	PVA 5%	SA 1%
A1	1	1
A2	2	1
A3	3	1
A4	4	1
A5	5	1

b. Optimasi Komposisi Hidrogel PVA/SA/Boraks

Setelah diperoleh hasil optimum larutan PVA/SA, kemudian campuran larutan PVA/SA ditambahkan *crosslinker* boraks dengan variasi rasio volume boraks ditunjukkan pada **Tabel 3.2**. Total volume campuran dan ukuran cetakan dijaga tetap.

Tabel 3.2 Komposisi optimum hidrogel PVA/SA dengan variasi volume boraks

Kode Sampel	Volume rasio PVA/SA/Boraks (total volume 50 mL)		
	PVA 5%	SA 1%	Borate 0.1%
B1	1	1	0.05
B2	1	1	0.10
B3	1	1	0.15
B4	1	1	0.20
B5	1	1	0.25

c. Sintesis Hidrogel Komposit PVA/Natrium Alginat (SA)/Boraks/KCl

Kalium klorida (KCl) digunakan sebagai jenis nutrisi yang akan ditambahkan ke dalam sistem hidrogel. Pada komposisi optimum campuran larutan PVA/SA/Boraks, lalu ditambahkan sebanyak 1 mL KCl 1 M dan kemudian diaduk

Siti Fatimah, 2023

SINTESIS, KARAKTERISASI, DAN UJI KINERJA HIDROGEL KOMPOSIT POLI(VINIL ALKOHOL)/NATRIUM ALGINAT/BORAKS/KALIUM KLOORIDA UNTUK KANDIDAT MATERIAL CONTROLLED RELEASE FERTILIZER

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

selama 1 jam pada suhu ruangan hingga homogen. Larutan campuran PVA/SA/Boraks/KCl selanjutnya *dicasting* (dituangkan ke dalam cetakan) dan dikeringkan pada suhu ruangan selama 7 hari. Setelah hidrogel kering sempurna, maka hidrogel dilepaskan dari cetakan dan disimpan dalam desikator untuk mencegah penyerapan air atau kelembaban.

3.5 Karakterisasi Hidrogel Komposit

3.5.1 Spektrofotometer Fourier Transmission Infra-Red (FTIR)

Karakterisasi FTIR bertujuan untuk mengetahui interaksi kimia (gugus-gugus fungsional) dari prekursor pada pembentukan hidrogel PVA/SA/Boraks/KCl dan dibandingkan spektrum FTIR untuk mengetahui perubahannya. Instrumen spektroskopi FTIR ini memiliki kemampuan untuk mendeteksi pola spektrum serapan inframerah (IR) yang khas dari suatu material, dimana perubahan spektrum tersebut melakukan vibrasi molekul yang terjadi akibat adanya penyerapan radiasi IR (Setiabudi, 2012). Dalam karakterisasi FTIR, sampel diuji menggunakan dua metode yang berbeda. Dalam metode pertama, digunakan serbuk KBr yang dicampurkan dengan sampel hidrogel berukuran sekitar $\pm 1 \text{ cm} \times 1 \text{ cm}$. Campuran sampel kemudian ditempatkan dalam tabung silinder, yang mirip dengan mur untuk dicetak hingga membentuk pelet. Sementara itu, dalam metode kedua menggunakan ATR dengan alat seri Nicolet iS5. Metode kedua ini dilakukan dengan sampel yang telah disintesis melalui metode pertama, kemudian ditempelkan menggunakan tip dari alat (ujung perangkat ATR). Spektrum FTIR dari hidrogel PVA/SA/Boraks/KCl diukur pada rentang bilangan gelombang antara $4000 \text{ cm}^{-1} - 400 \text{ cm}^{-1}$ dalam suhu ruangan.

3.5.2 Scanning Electron Microscope (SEM)

Karakterisasi SEM bertujuan untuk mengamati morfologi *surface* dan *cross-section* hidrogel PVA/SA/Boraks/KCl. Foto morfologi diperoleh berdasarkan hasil deteksi elektron hamburan balik/elektron sekunder yang berasal dari permukaan sampel (Setiabudi, 2012). Pengukuran dilakukan menggunakan SEM

Siti Fatimah, 2023

**SINTESIS, KARAKTERISASI, DAN UJI KINERJA HIDROGEL
KOMPOSIT POLI(VINIL ALKOHOL)/NATRIUM
ALGINAT/BORAKS/KALIUM KLORIDA UNTUK KANDIDAT
MATERIAL CONTROLLED RELEASE FERTILIZER**

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

Phenom Pure G6. Preparasi sampel menggunakan instrumen SEM dilakukan dengan menempelkan potongan hidrogel sebesar $\pm 0.5 \text{ cm} \times 0.5 \text{ cm}$ pada karbon tip di sampel *holder*. Sebelumnya, sampel terlebih dahulu *dicoating* menggunakan logam emas atau palladium berfungsi sebagai konduktor. Setelah itu, sampel hidrogel PVA/SA/Boraks/KCl dianalisis dengan menggunakan instrumen SEM. Foto pada *surface* dan *cross-section* sampel diperbesar dari 1000 – 10.000 kali.

3.5.3 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi XRD bertujuan untuk menentukan kristalinitas suatu material dan struktur kisi suatu material. Pengujian menggunakan instrumen XRD D8 *Advance Bruker* dengan detektor *Lynxeye XE-T* dan sumber radiasi $\text{Cu K}\alpha$ (1.5406 Angstrom atau 0.1546 nm). Untuk analisis, sampel dimasukkan ke dalam *holder* dengan bantuan kaca preparat supaya permukaan sampel sejajar dengan permukaan *holder*, lalu sampel dianalisis dengan instrumen XRD. Penggunaan difraksi sinar-X pada penelitian ini bertujuan untuk menentukan kristalinitas, struktur kisi dan ukuran kristal dari hidrogel komposit PVA/SA/Boraks/KCl.

3.5.4 Sudut Kontak (*Contact Angle*)

Pengukuran sudut kontak dilakukan dengan tujuan mengidentifikasi sifat hidrofilitas dari hidrogel komposit PVA/SA/Boraks/KCl. Pengukuran sudut kontak pada permukaan hidrogel dilakukan menggunakan metode *sessile drop* dan hasilnya dianalisis dengan bantuan aplikasi *Java Software ImageJ*. Sebelum melaksanakan pengukuran, hidrogel kering terlebih dahulu disimpan pada desikator selama 24 jam untuk memastikan tidak ada molekul air pada permukaan hidrogel. Setelah itu, ditetaskan sebanyak 20 μL akuades diatas permukaan hidrogel yang datar menggunakan *microsyringe*, kemudian dianalisis sudut kontak yang diperoleh. Pengukuran sudut kontak dilakukan pada 5 titik yang berbeda setiap sampel untuk menghasilkan nilai rata-rata dan menghindari pengamatan *error*.

Siti Fatimah, 2023

**SINTESIS, KARAKTERISASI, DAN UJI KINERJA HIDROGEL
KOMPOSIT POLI(VINIL ALKOHOL)/NATRIUM
ALGINAT/BORAKS/KALIUM KLORIDA UNTUK KANDIDAT
MATERIAL CONTROLLED RELEASE FERTILIZER**

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

3.6 Uji Kinerja Hidrogel Komposit

3.6.1 Swelling Ratio

Pengujian *swelling ratio* bertujuan untuk mengetahui kemampuan hidrogel komposit PVA/SA/Boraks/KCl dalam menyerap air ketika mengalami interaksi ikatan hidrogen. Pengujian ini menggunakan metode gravimetri, yaitu dengan cara merendam hidrogel kering di dalam media akuades selama 3 menit. Setelah itu, sampel diangkat, disaring, ditimbang, dan massa yang diperoleh dicatat. Proses ini diulangi hingga massa sampel mencapai kestabilan/konstan yang tidak mengalami perubahan atau kerusakan. Untuk menentukan persentase *swelling ratio* dengan menggunakan rumus berikut:

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

Keterangan:

SR = Persentase *swelling ratio* (%)

W_t = Massa hidrogel basah (g)

W_0 = Massa hidrogel kering (g) (Hendrawan *et al.*, 2019).

3.6.2 Water Retention

Pengujian *water retention* bertujuan untuk melihat kemampuan hidrogel komposit PVA/SA/Boraks/KCl mempertahankan dan menyimpan air/cairan pada struktur jaringannya dengan kurun waktu tertentu. Pengujian dilakukan dengan menggunakan sampel hidrogel yang telah mengalami pengujian *swelling* hingga mencapai *swelling* maksimum. Kemudian, sampel ini ditimbang dan diletakkan di udara terbuka pada suhu ruangan. Penimbangan massa hidrogel dilaksanakan pada pagi dan sore hari dengan rentang waktu selama beberapa hari hingga mendapatkan massa konstan. Persentase *water retention* kemudian dihitung dengan menggunakan rumus berikut:

$$WR (\%) = \frac{(W_t - W)}{(W_0 - W)} \times 100\%$$

Keterangan:

WR = Persentase *water retention* (%)

Siti Fatimah, 2023

**SINTESIS, KARAKTERISASI, DAN UJI KINERJA HIDROGEL
KOMPOSIT POLI(VINIL ALKOHOL)/NATRIUM
ALGINAT/BORAKS/KALIUM KLORIDA UNTUK KANDIDAT
MATERIAL CONTROLLED RELEASE FERTILIZER**

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

W_t = Massa hidrogel setiap harinya (g)

W_0 = Massa hidrogel kering (g)

W = Massa akhir hidrogel konstan (g) (Hendrawan *et al.*, 2019).

3.6.3 Release Behavior

Pengujian *release behavior* bertujuan untuk mengetahui kemampuan hidrogel komposit PVA/SA/Boraks/KCl sebagai hidrogel CRF dalam melepaskan nutrisi. Pengujian dilakukan dengan memasukkan hidrogel kering ke dalam media air pH 7 dan 8.14, kemudian diaduk menggunakan *overhead stirrer* dengan kecepatan 200 rpm. Selama proses pengadukan, konduktivitas larutan diukur setiap 30 detik hingga mencapai nilai konduktivitas yang konstan, lalu dicatat perubahan konduktivitas selama pengujian (Lestari, 2021).

Siti Fatimah, 2023

**SINTESIS, KARAKTERISASI, DAN UJI KINERJA HIDROGEL
KOMPOSIT POLI(VINIL ALKOHOL)/NATRIUM
ALGINAT/BORAKS/KALIUM KLOORIDA UNTUK KANDIDAT
MATERIAL CONTROLLED RELEASE FERTILIZER**

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