

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Metode Penelitian

Penelitian ini akan menggunakan pendekatan eksperimental dengan menambahkan polimer alam yaitu alginat terhadap hidrogel PVA/Borat/KCl sebagai S/CRF. Kemudian, dilakukan serangkaian percobaan dengan memvariasikan komposisi bahan untuk memperoleh kondisi optimum. Pada penelitian ini, hidrogel akan disintesis dalam bentuk lembaran dan granula kemudian diuji dengan parameter-parameter yang relevan. Data yang diperoleh akan dianalisis secara kuantitatif untuk mengetahui pengaruh penambahan alginat terhadap karakteristik dan performa hidrogel berbentuk lembaran dan granula.

3.2 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini terbagi menjadi beberapa tahap yaitu tahap preparasi bahan, optimasi komposisi, pembuatan hidrogel, karakterisasi hidrogel dan analisa performa. Penelitian tersebut dilaksanakan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan FPMIPA B dan Laboratorium Kimia Instrumen FPMIPA A, Program Studi Kimia, Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pendidikan Indonesia. Waktu penelitian dilaksanakan pada bulan Maret hingga Juni 2024.

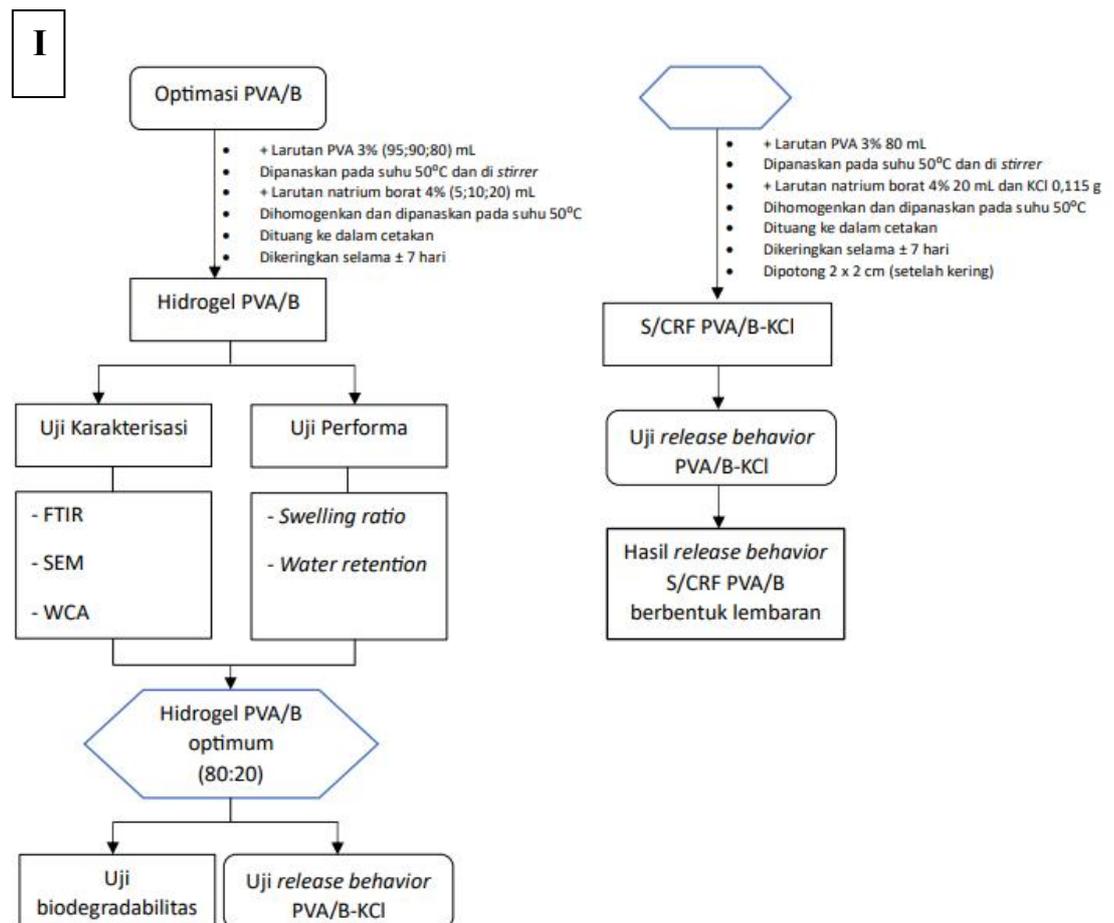
3.3 Alat dan Bahan

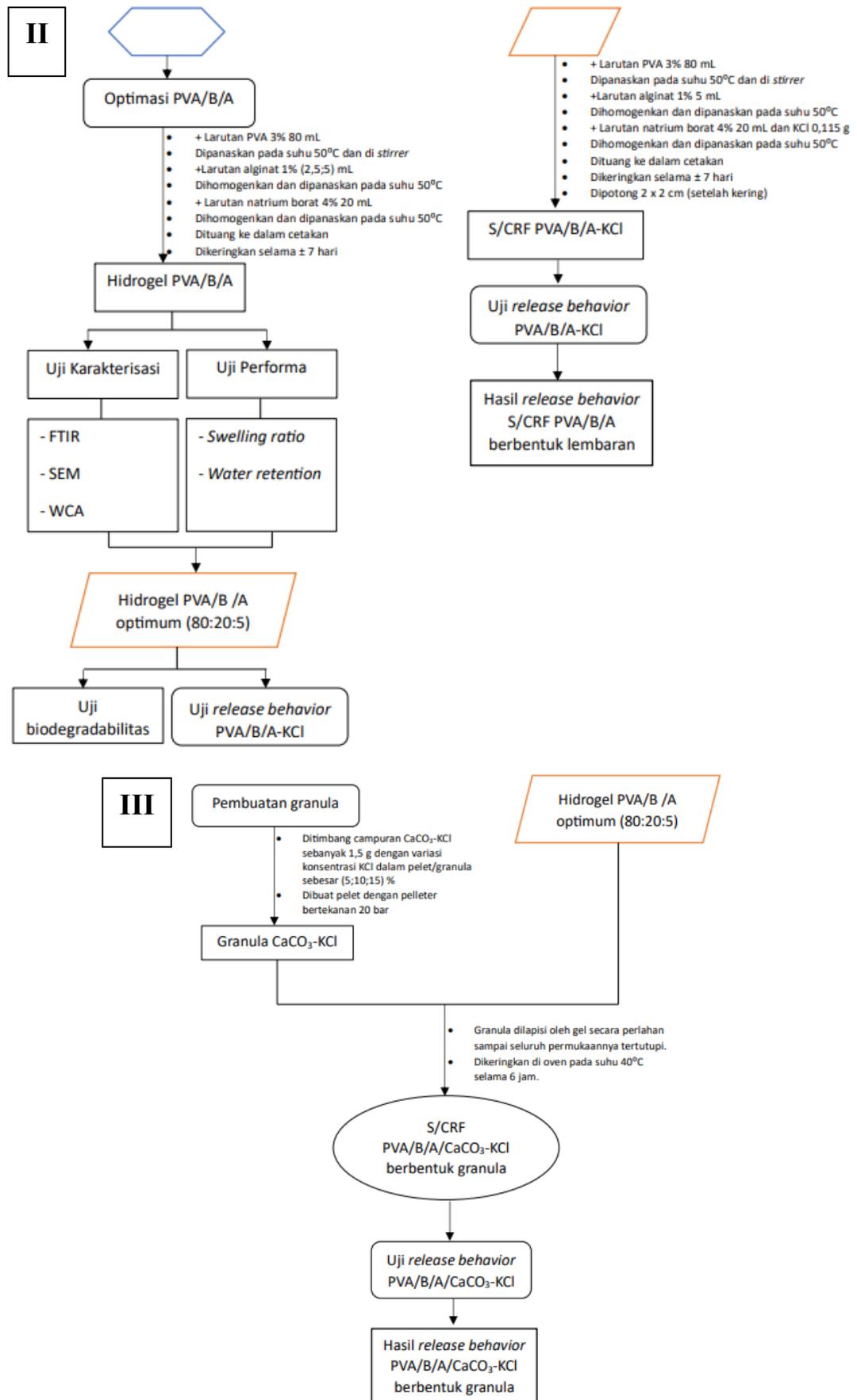
Pada penelitian ini alat yang digunakan yaitu neraca analitik, *hotplate*, *thermometer*, *overhead stirrer*, labu ukur 50 mL dan 100 mL, gelas ukur 10 mL, 50 mL, dan 100 mL, gelas kimia 100 mL, 250 mL, dan 500 mL, gelas ukur 10 mL, 50 mL, dan 100 mL, cetakan hidrogel 10 cm x 10 cm, pipet tetes, batang pengaduk, spatula, kaca arloji, konduktometer, pH meter, *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR), dan *Scanning Electron Spectroscopy* (SEM).

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu poli vinil alkohol (PVA) (Mr: 6000 g/mol), natrium borat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$), natrium alginat, kalium klorida (KCl), kalsium karbonat (CaCO_3), aquadest, dan aquabidest.

3.4 Prosedur Penelitian

Penelitian ini terbagi menjadi beberapa tahap yaitu tahap preparasi bahan prekursor, optimasi komposisi bahan hidrogel, sintesis hidrogel, karakterisasi hidrogel dengan pengujian *water contact angle*, FTIR, dan SEM, serta analisa performa agrokimia yang meliputi *swelling ratio*, *water retention*, *biodegradability*, dan *release behavior* KCl menggunakan instrumen konduktometer. Secara garis besar prosedur penelitian yang akan dilakukan digambarkan melalui diagram dibawah:





Gambar 3.1 Prosedur penelitian

3.4.1. Preparasi Bahan Prekursor Hidrogel

1. Pembuatan larutan polivinil alkohol (PVA) 3%

Padatan PVA (Mr: 6000 gram/mol) ditimbang sebanyak 3gram lalu dilarutkan hingga 100 mL menggunakan aquadest. Larutan kemudian dihomogenkan menggunakan *magnetic stirrer* disertai pemanasan pada suhu 90°C selama kurang lebih 3 jam hingga larut.

2. Pembuatan larutan borat 4%

Padatan $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ atau natrium borat ditimbang sebanyak 4gram lalu dilarutkan hingga 100 mL dengan aquadest menggunakan labu ukur 100mL. Larutan kemudian dihomogenkan hingga semua padatan larut sempurna.

3. Pembuatan larutan alginat 1%

Padatan alginat ditimbang sebanyak 1gram lalu dilarutkan hingga 100 mL menggunakan aquadest. Alginat direndam dalam aquadest terlebih dahulu selama kurang lebih 10 menit agar mudah larut. Kemudian larutan dipanaskan dan diaduk pelan menggunakan magnetic stirrer hingga suhu 60-80°C. Pemanasan dan pengadukan dilakukan hingga alginat larut sempurna dan tidak meninggalkan gumpalan.

4. Pembuatan granula KCl- $CaCO_3$

Padatan KCl ditimbang dan dihomogenkan dengan $CaCO_3$ pada konsentrasi tertentu kemudian dibentuk menjadi pelet/granula menggunakan *pelleter* dengan tekanan 20 bar.

3.4.2. Sintesis Hidrogel

1. Optimasi komposisi hidrogel PVA/Borat berbentuk lembaran

Optimasi komposisi pembuatan larutan hidrogel PVA/Borat dilakukan dengan mencampurkan larutan PVA 3% dan larutan borat 4% dengan variasi perbandingan tertentu untuk mengetahui komposisi optimum dari lembaran PVA dan

borat. Larutan PVA dan borat kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* sambil dipanaskan pada suhu 50°C hingga terbentuk cairan dengan konsistensi agak kental dan tidak berwarna. Optimasi didasarkan pada beberapa parameter yaitu *water retention*, *swelling ratio*, dan *water contact angle*.

Larutan PVA 3% dan borat 4% ditambahkan dengan perbandingan masing- masing seperti pada tabel berikut:

Tabel 3.1 Optimasi Komposisi Lembaran PVA dan borat

Larutan PVA 3% (mL)	Larutan Borat 4% (mL)
95	5
90	10
80	20

2. Optimasi komposisi hidrogel PVA/Borat/Alginat berbentuk lembaran

Optimasi komposisi pembuatan larutan hidrogel PVA/Borat/Alginat dilakukan dengan mencampurkan larutan PVA 3% dan larutan borat 4% yang sudah optimum yaitu 80:20 dengan variasi komposisi larutan alginat 1% yang berbeda pada perbandingan tertentu untuk mengetahui komposisi optimum dari alginat. Larutan PVA, borat, dan alginat kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* sambil dipanaskan pada suhu 50°C hingga terbentuk cairan dengan konsistensi agak kental. Variabel tetap pada optimasi ini adalah volume dari PVA dan borat yang sudah optimum. Optimasi alginat didasarkan pada beberapa parameter yaitu *water retention*, *swelling ratio*, dan *water contact angle*. Larutan alginat 1% ditambahkan dengan perbandingan masing- masing seperti pada tabel berikut:

Tabel 3.2 Optimasi Komposisi Lembaran PVA/Borat/Alginat

Larutan PVA 3% (mL)	Larutan Borat 4% (mL)	Larutan Alginat 1% (mL)
80	20	2,5
80	20	5

3. Sintesis S/CRF PVA/Borat-KCl berbentuk lembaran

Sintesis S/CRF PVA/Borat-KCl dilakukan dengan cara mencampurkan larutan PVA 3% sebanyak 80mL dan larutan natrium borat 4% sebanyak 20mL (kondisi optimum). Kemudian ditambahkan padatan KCl sebanyak 0,115 g (**Lampiran 1**) untuk memenuhi kebutuhan KCl 15% dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* sambil dipanaskan pada suhu 40-50°C hingga larutan homogen. Larutan dituang ke dalam cetakan *flexi glass* berbentuk persegi dengan ukuran 10 x 10 cm lalu dijeringkan pada suhu ruang selama 7 hari. Setelah kering, hidrogel dipotong- potong seukuran 2 x 2 cm.

4. Sintesis S/CRF PVA/Borat/Alginat-KCl berbentuk lembaran

Sintesis S/CRF PVA/Borat/Alginat-KCl dilakukan dengan cara mencampurkan larutan PVA 3%, larutan natrium borat 4%, dan larutan alginat dalam kondisi optimum. Kemudian ditambahkan padatan KCl sebanyak 0,115 g (**Lampiran 1**) untuk memenuhi kebutuhan KCl 15% dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* sambil dipanaskan pada suhu 40-50°C hingga larutan homogen. Larutan dituang ke dalam cetakan *flexi glass* berbentuk persegi dengan ukuran 10 x 10 cm lalu dijeringkan pada suhu ruang selama 7 hari. Setelah kering, hidrogel dipotong- potong seukuran 2 x 2 cm.

5. Sintesis granula KCl- $CaCO_3$

Granula KCl- $CaCO_3$ di sintesis dengan tekanan 20 bar. Sintesis granula KCl- $CaCO_3$ ini dilakukan dengan

memvariasikan konsentrasi KCl dalam pelet/granula yaitu 5%, 10%, dan 15% (**Lampiran 1**).

6. Sintesis S/CRF PVA/Borat/Alginat berbentuk granula

Sintesis S/CRF PVA/Borat/Alginat berbentuk granula dilakukan dengan cara mencampurkan larutan PVA 3% sebanyak 80mL, larutan natrium borat 4% sebanyak 20mL, dan larutan alginat 1% sebanyak 5mL (kondisi optimum). Larutan dihomogenkan menggunakan *magnetic stirrer* sambil dipanaskan pada suhu optimum hingga larutan homogen. Larutan ini dipersiapkan sebagai *coater*/pelapis untuk granula.

Pelapisan granula atau pelet KCl- CaCO_3 dilakukan dengan cara membungkus granula secara perlahan dengan gel sampai seluruh permukaan pelet tertutupi. Granula yang telah dibungkus dengan gel kemudian dikeringkan di oven pada suhu 40°C selama 6 jam. S/CRF PVA/Borat/Alginat/ CaCO_3 -KCl berbentuk granula ini kemudian diuji performa *release behavior*.

3.4.3. Uji Karakterisasi

1. Karakterisasi menggunakan Spektrofotometer FTIR-ATR

Karakterisasi menggunakan FTIR-ATR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terbentuk dan dapat menunjukkan interaksi kimia yang terjadi antar prekursor hidrogel. Prinsip dari pengukuran menggunakan FTIR yaitu penyerapan radiasi inframerah oleh molekul sehingga terjadi vibrasi. Spektrum yang dihasilkan dari setiap prekursor memiliki pola yang khas.

Pada karakterisasi FTIR-ATR, sampel hidrogel berbentuk lembaran bisa langsung digunakan tanpa perlu di preparasi. Sampel dianalisis pada bilangan gelombang $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$. Sampel yang akan dianalisa yaitu gugus PVA/Borat dan PVA/Borat/Alginat.

2. Karakterisasi menggunakan SEM

Morfologi sampel dianalisis menggunakan mikroskop elektron terpindai (SEM) dengan menggunakan instrumen JEOL JSM 6510 LA. Karakterisasi menggunakan SEM digunakan untuk mengetahui struktur morfologi permukaan dan *cross section* dari hidrogel. Foto morfologi diperoleh berdasarkan hasil deteksi elektron yang dihamburkan atau berdasarkan elektron sekunder yang berasal dari permukaan sampel. Sampel dipotong berukuran 1 x 1 cm kemudian dipasang pada wadah sampel dengan perekat karbon dan dilapisi dengan Ag-Pd dalam kondisi vakum untuk mencegah terbentuknya muatan elektrostatik. Analisa ini dilakukan pada tegangan percepatan 5 kV dengan perbesaran 5000x dan 10000x.

3.4.4. Uji Performa

1. *Swelling Ratio*

Swelling ratio didefinisikan sebagai jumlah air yang diserap oleh hidrogel sehingga hidrogel akan mengembang dan dinyatakan dalam fraksi atau persen. Pengujian *swelling ratio* dilakukan dengan menggunakan metode gravimetri untuk mengukur seberapa elastis hidrogel. Hidrogel hasil sintesis yang telah kering dipotong berukuran 2 x 2 cm. Uji ini dilakukan dengan penimbangan hidrogel kering (w_d) kemudian direndam dalam 100 mL aquades di gelas kimia 250 mL. Selanjutnya, hidrogel ditimbang setiap 2 menit sampai tidak terjadi perubahan atau kerusakan. Nilai *swelling ratio* dapat ditentukan melalui persamaan sebagai berikut (Muthoharoh, 2012):

$$(\%SR) = \frac{W_s - W_d}{W_d} \times 100\%$$

dimana W_s adalah massa hidrogel basah dan W_d adalah massa hidrogel kering sebelum perendaman.

2. *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*. Hidrogel yang telah direndam dari pengujian *swelling* disimpan di dalam wadah yang sudah ditimbang sebelumnya lalu ditempatkan di dalam desikator. Kemudian dilakukan penimbangan massa gel setiap 30 menit selama beberapa hari hingga mendapatkan massa yang konstan. *Water retention* (%WR) dapat dihitung dengan persamaan berikut (Durpekova *et al.*, 2021):

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

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)

3. *Water Contact Angle* (Sudut Kontak Air)

Sifat hidrofilisitas dapat ditentukan dengan mengukur sudut kontak air (*water contact angle*). Pengukuran tersebut dilakukan dengan metode *sessile drop* atau sudut kontak yang terbentuk antara permukaan hidrogel dengan tetesan air dan pengukuran besar sudut kontak dilakukan melalui *Software Java ImageJ* fitur *dropsnake*. Hidrogel yang telah disintesis dipotong menjadi ukuran 1x1 cm lalu disimpan dalam desikator selama 24 jam. Setelah itu, akuades sebagai *liquid probe* ditetaskan menggunakan *micropipet* sebanyak 20 μ L diatas permukaan hidrogel pada suhu ruang.

4. *Uji Release Behavior*

Uji *release behavior* dilakukan dengan memasukkan sampel flek hidrogel ke dalam media aquabides dan diasuk menggunakan *overhead stirrer* dengan kecepatan 200 rpm. Selama proses pengadukan, konduktivitas dan pH diukur setiap 30 detik sampai konduktivitasnya stabil. Perubahan konduktivitas dan pH selama pengujian dicatat.

5. Uji Biodegradabilitas

Biodegradabilitas adalah proses di mana organisme hidup, terutama mikroorganisme, secara kimiawi menguraikan bahan, yang mengarah pada transformasi bahan tersebut menjadi zat-zat yang tidak berbahaya tanpa risiko lingkungan dalam jangka panjang. Pengujian biodegradabilitas dilakukan bertujuan untuk memastikan bahwa bahan tersebut dapat terdegradasi dengan baik di lingkungan (Saputro & Ovita, 2017). Studi ini dilakukan dengan mengoleskan lumpur aktif pada permukaan lembaran hidrogel. Hidrogel yang mulai terdegradasi akan memunculkan bercak pada permukaannya. Pengamatan ini dilakukan selama dua minggu untuk mengetahui potensi kerusakan hidrogel.