

## **BAB III METODE PENELITIAN**

### **3.1 Metode Penelitian**

Penelitian ini akan menggunakan pendekatan eksperimental dengan menambahkan polimer alam yaitu *Gracilaria* pada hidrogel S/CRF PVA/Borat. Sintesis hidrogel PVA/Borat/*Gracilaria* dibuat dengan dua jenis yang berbeda yaitu matriks dan *reservoir* (granula). Kemudian, ditambahkan  $\text{CaCO}_3$  dan KCl sebagai nutrisi. Untuk jenis hidrogel matriks, KCl dihomogenkan dengan larutan hidrogel sedangkan untuk jenis *reservoir* hidrogel digunakan sebagai pelapis  $\text{CaCO}_3$ -KCl. Dilakukan optimasi komposisi hidrogel melalui uji *swelling ratio*, *water retention*, dan *water contact angle*. Kemudian hidrogel dikarakterisasi dengan instrumen *fourier transform infra red* (FTIR), dan *scanning electron microscope* (SEM). Dilakukan uji *release behavior* pada kedua jenis hidrogel menggunakan konduktometer dan dilakukan uji biodegradabilitas pada hidrogel. Dilakukan uji biodegradabilitas untuk mengetahui sifat *biodegradable* dari masing-masing hidrogel.

### **3.2 Lokasi dan Waktu Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Riset Kimia FPMIPA B, Departemen Pendidikan Kimia, Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pendidikan Indonesia. Waktu penelitian dilaksanakan pada bulan Maret hingga Mei 2024.

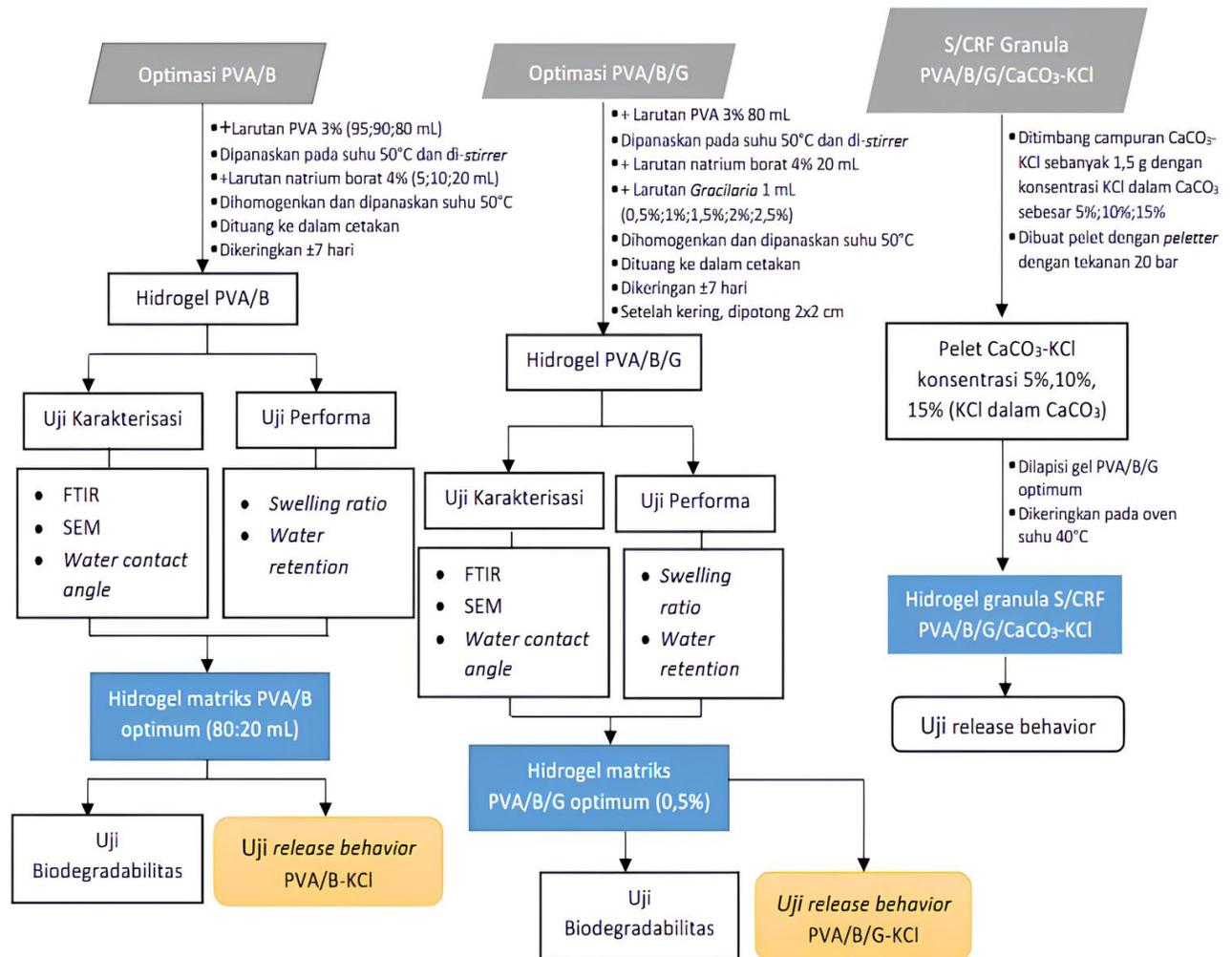
### **3.3 Alat dan Bahan**

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 tepung rumput laut (*Gracilariaceae.*), polivinil alkohol (PVA), natrium borat ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) p.a; kalium klorida (KCl); Kalsit ( $\text{CaCO}_3$ ); dan aquabidest.

### 3.4 Prosedur Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahapan yang meliputi preparasi bahan, preparasi hidrogel, serta melakukan karakterisasi dan kajian performa yang meliputi FTIR, SEM, *swelling ratio*, *water retention*, *release behavior*, *water contact angle*, dan *biodegradability*.



Gambar 3.1 Prosedur Penelitian

### 3.5.1 Preparasi Bahan

Tahapan preparasi hidrogel PVA/Borat/*Gracilaria*-KCl terdiri dari pembuatan larutan PVA, larutan natrium borat, larutan *Gracilaria*, padatan CaCO<sub>3</sub>, dan padatan KCl.

#### 3.5.1.1 Pembuatan Larutan Polivinil Alkohol (PVA) 3%

PVA p.a ditimbang sebanyak 3 gram lalu dilarutkan ke dalam aquabidest sedikit demi sedikit sebanyak 97 mL. Larutan diaduk terus menerus disertai dengan pemanasan pada suhu 90 °C hingga menjadi larutan homogen.

#### 3.5.1.2 Pembuatan Larutan Natrium Borat 4%

Natrium borat p.a ditimbang sebanyak 4 gram dengan pelarut aquabidest di dalam labu ukur 100 mL.

#### 3.5.1.3 Pembuatan Larutan Ekstrak *Gracilaria*

Larutan *Gracilaria* dibuat dengan cara menimbang bubuk *Gracilaria* sebanyak 0,5;1;1,5;2; dan 2,5 gram *Gracilaria* yang sudah dikeringkan dan dihaluskan kemudian masing-masing dilarutkan hingga volume 100 mL dengan aquabidest lalu dihomogenkan dan dipanaskan pada suhu 50°C hingga menjadi larutan homogen.

#### 3.5.1.4 Pembuatan Granula CaCO<sub>3</sub>-KCl

Padatan KCl dengan konsentrasi 5%, 10% dan 15% setara dengan konsentrasi K<sub>2</sub>O yang dihomogenkan dengan padatan CaCO<sub>3</sub> masing-masing konsentrasi ditimbang sebanyak 1,5 gram kemudian dibentuk menjadi butiran granula menggunakan *peletter* dengan tekanan 20 bar.

### 3.5.2 Preparasi Hidrogel

#### 3.5.2.1 Optimasi PVA-Borat

Hidrogel dengan komposisi PVA/Borat divariasikan dengan 3 komposisi PVA dan borat yang berbeda, dengan tujuan untuk mengetahui komposisi dan kondisi optimum dari hidrogel.

Larutan PVA dan borat dibuat dengan perbandingan berbeda-beda, lalu hidrogel sebagai matriks dicetak dan diperhatikan tekstur gel yang terbentuknya.

Tabel 3.1 Optimasi Komposisi Matriks PVA/Borat

<b>PVA 3%</b>	<b>Borat 4%</b>
95 mL	5 mL
90 mL	10 mL
80 mL	20 mL

### 3.5.2.2 Optimasi Komposisi *Gracilaria*

Hidrogel dengan komposisi PVA/Borat/*Gracilaria* divariasikan dengan 5 komposisi *Gracilaria* yang berbeda yaitu konsentrasi 0,5%;1%;1,5%;2% ;dan 2,5% dengan tujuan untuk mengetahui komposisi optimum dari *Gracilaria*.

Masing-masing larutan PVA 3% ditambahkan 1 mL larutan *Gracilaria* kemudian ditambahkan larutan borat 4% lalu dihomogenkan sambil dipanaskan pada suhu 50°C.

Tabel 3.2 Optimasi Komposisi Matriks PVA/Borat/*Gracilaria*

<b>PVA 3%</b>	<b>Borat 4%</b>	<b><i>Gracilaria</i> 1 mL</b>
80 mL	20 mL	0,5%
80 mL	20 mL	1%
80 mL	20 mL	1,5%
80 mL	20 mL	2%
80 mL	20 mL	2,5%

### 3.5.2.3 Tahap Sintesis Hidrogel Matriks PVA/Borat/*Gracilaria*-KCl

Sintesis matriks hidrogel PVA/Borat/*Gracilaria*-KCl dilakukan dengan cara mencampurkan larutan PVA optimum, larutan natrium borat yang sudah dihomogenkan dengan KCl sebanyak 0,5655 g, dan

larutan *Gracilaria* optimum. Kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* sambil dipanaskan suhu 40-50°C hingga larutan homogen. Cairan dimasukkan ke dalam cetakan *flexi glass* bentuk persegi dengan ukuran 10×10 cm kemudian dikeringkan pada suhu ruang selama 7 hari. Setelah kering, CRF dipotong-potong seukuran 2×2 cm.

#### **3.5.2.4 Tahap Sintesis Hidrogel *Reservoir* PVA/Borat/*Gracilaria*-KCl dengan *Filler* CaCO<sub>3</sub>**

Sintesis hidrogel PVA/Borat/*Gracilaria* sebagai *coating* dilakukan dengan cara mencampurkan larutan PVA optimum, larutan natrium borat optimum, dan larutan *Gracilaria* kondisi optimum. Kemudian granula CaCO<sub>3</sub>-KCl yang sudah dibentuk dengan *peletter* dilapisi dengan hidrogel dan dikeringkan pada oven dengan suhu 40°C.

### **3.5.3 Karakterisasi dan Kajian Performa**

#### **3.5.3.1 *Swelling ratio***

Pengujian *swelling ratio* menggunakan metode gravimetri dilakukan untuk mengukur seberapa elastis hidrogel. Langkah pertama dalam analisis ini adalah penimbangan hidrogel kering ( $w_d$ ), kemudian direndam dalam 100 mL aquades di gelas kimia 250 mL. Selanjutnya, hidrogel ditimbang setiap 2 menit selama 30 menit sampai tidak terjadi perubahan atau kerusakan. Untuk menentukan presentase *swelling ratio* pada hidrogel, dapat digunakan rumus yang dikemukakan oleh (Muthoharoh 2012).

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

Keterangan:

%SR = Presentasi *swelling ratio* (%)

$W_s$  = Massa hidrogel basah (gram)

$W_d$  = Massa hidrogel kering (gram)

### 3.5.3.2 *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 basah diletakkan di udara terbuka dan dilakukan penimbangan massa saat pagi dan sore hari selama beberapa hari hingga mendapatkan massa yang konstan.

*Water retention* (%WR) kemudian dihitung dengan persamaan berikut:

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

%WR = Presentase *water retention*

W = massa hidrogel sebelum ditambahkan air (awal)

$W_o$  = massa hidrogel setelah ditambahkan air

$W_t$  = massa hidrogel setiap harinya setelah ditambahkan air

### 3.5.3.3 Uji *Release behavior*

Pengujian *release behavior* dilakukan dengan cara sampel hidrogel yang sudah dipotong dengan ukuran 2×2 cm dimasukkan ke dalam aquades dan diaduk menggunakan *overhead stirrer* dengan kecepatan 200 rpm. Selama pengadukan, konduktivitas air diukur setiap 30 detik sampai konduktivitasnya stabil.

#### **3.5.3.4 Biodegradability**

Hidrogel dipotong dengan ukuran 1×1 cm masing-masing hidrogel disiapkan 2 buah. Hidrogel ditetaskan cairan lumpur aktif yang tidak dihomogenkan dan dihomogenkan dengan *shaker*. Kemudian diamati perubahan yang terjadi pada hidrogel selama 25 hari.

#### **3.5.3.5 Water contact angle (Hidrofilisitas)**

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 1×1 cm lalu ditetaskan aquades menggunakan pipet sebanyak 1 tetes diatas permukaan hidrogel pada suhu ruang. Pengukuran sudut kontak dilakukan setiap 15 detik selama hidrogel menyerap semua air diatasnya.

#### **3.5.3.6 Fourier Transforms Infrared Spectroscopy (FTIR)**

Pengujian FTIR bertujuan untuk menentukan gugus fungsi pada hidrogel. Sampel yang dianalisa yaitu PVA/Borat dan PVA/Borat/*Gracilaria* berbentuk matriks. 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.

#### **3.5.3.7 Instrumen SEM**

Morfologi sampel dianalisis Scanning Electron Microscope (SEM) dengan menggunakan instrumen SEM SU3500. Sampel yang telah dipotong berukuran 1x1 cm dipasang pada wadah sampel dengan perekat karbon dan dilapisi dengan Ag-Pd dalam kondisi

vakum untuk mencegah terbentuknya muatan elektrostatik. Analisis dilakukan pada tegangan percepatan 5 kV dengan perbesaran 10000x dan 20000x dengan pengamatan pada *cross section* dan *surface section*.