

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Metode Penelitian

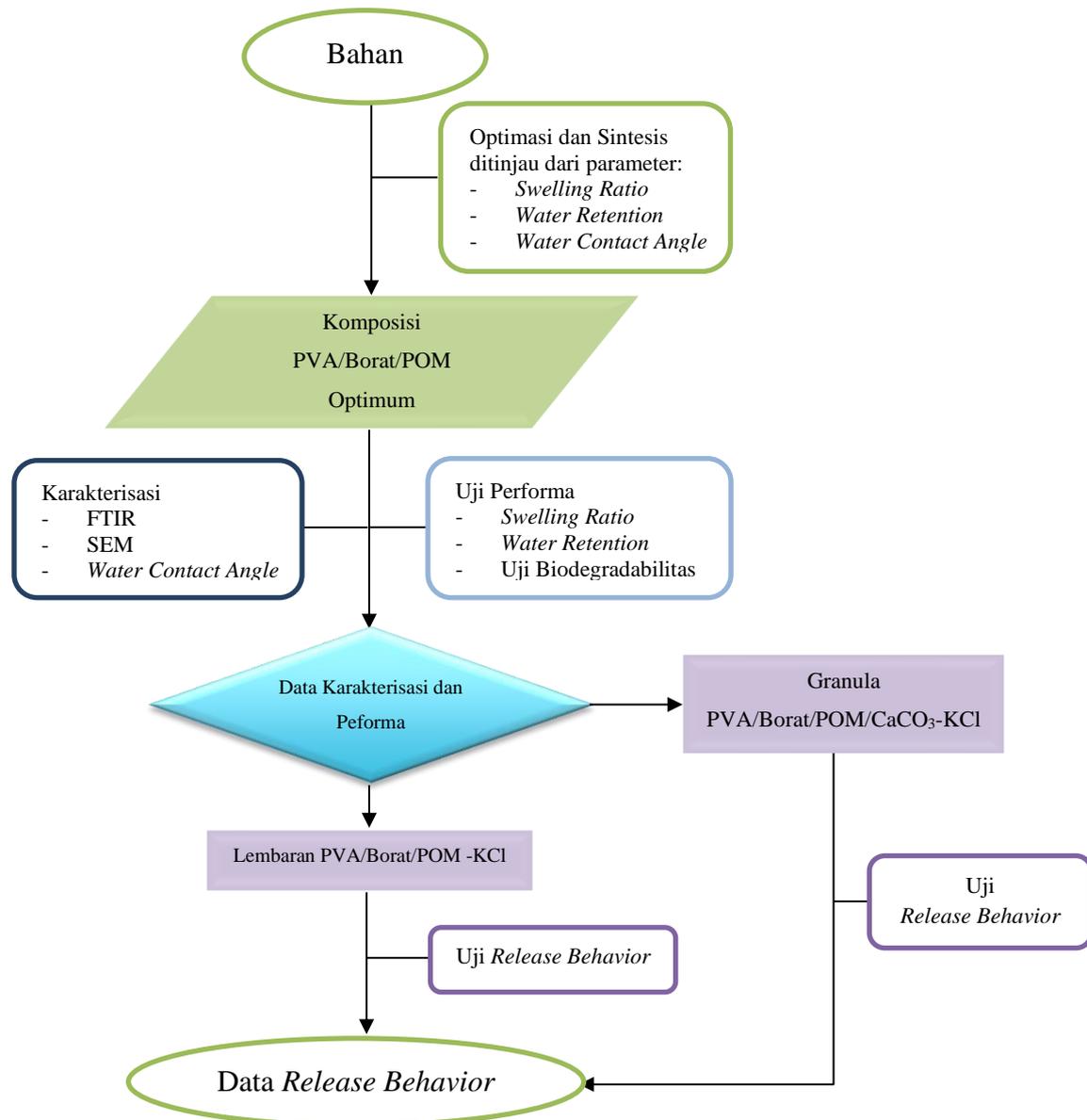
Penelitian ini dilakukan dengan pendekatan eksperimen yang terdiri dari 4 tahap yaitu: 1) optimasi dan sintesis lembaran hidrogel PVA/Borat/POM dengan parameter uji *Swelling Ratio*, *Water Retention*, dan *Water Contact Angle*; 2) karakterisasi lembaran hidrogel PVA/Borat/POM dengan instrumentasi FTIR untuk mengidentifikasi gugus fungsi, SEM untuk melihat morfologi sampel, dan *water contact angle* untuk menentukan hidrofilisitas; 3) uji performa lembaran hidrogel PVA/Borat/POM dengan *Swelling Ratio*, *Water Retention*, biodegradabilitas, dan *Release Behavior*, serta lembaran PVA/Borat/POM-KCl dengan uji *Release Behavior*; dan 4) uji performa granula CaCO₃-KCl dengan pelapisan gel PVA/Borat/POM menggunakan uji *Release Behavior*.

3.2 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini terdiri dari sintesis hidrogel PVA/Borat/POM, karakterisasi hidrogel, dan uji performa. Sintesis dan uji performa dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan FPMIPA UPI dan karakterisasi FTIR dan SEM dilakukan di Laboratorium KST Samaun Samadikun BRIN. Waktu penelitian dimulai pada bulan Maret 2024 sampai Juli 2024.

3.3 Desain Penelitian

Desain penelitian yang akan dilakukan pada penelitian ini dijelaskan secara garis besar pada **Gambar 3.1**.



Gambar 3. 1 Desain Penelitian

3.4 Variabel Penelitian

Variabel bebas merupakan variabel yang nilainya sudah ditetapkan dan tidak dipengaruhi oleh variabel lain. Variabel bebas yang digunakan dalam penelitian ini adalah variasi volume penambahan POM pada lembaran hidrogel PVA/Borat/POM serta variasi jumlah konsentrasi KCl untuk granula $\text{CaCO}_3\text{-KCl}$ yang dilapisi hidrogel PVA/Borat/POM.

Variabel terikat merupakan variabel yang nilainya tidak bisa ditentukan secara langsung, melainkan bergantung pada nilai dari variabel bebas. Variabel terikat yang

diamati dalam penelitian ini adalah karakteristik dan performa pada lembaran hidrogel PVA/Borat/POM serta perilaku pelepasan dari granula $\text{CaCO}_3\text{-KCl}$ yang dilapisi hidrogel PVA/Borat/POM.

3.5 Cara Pengolahan Data

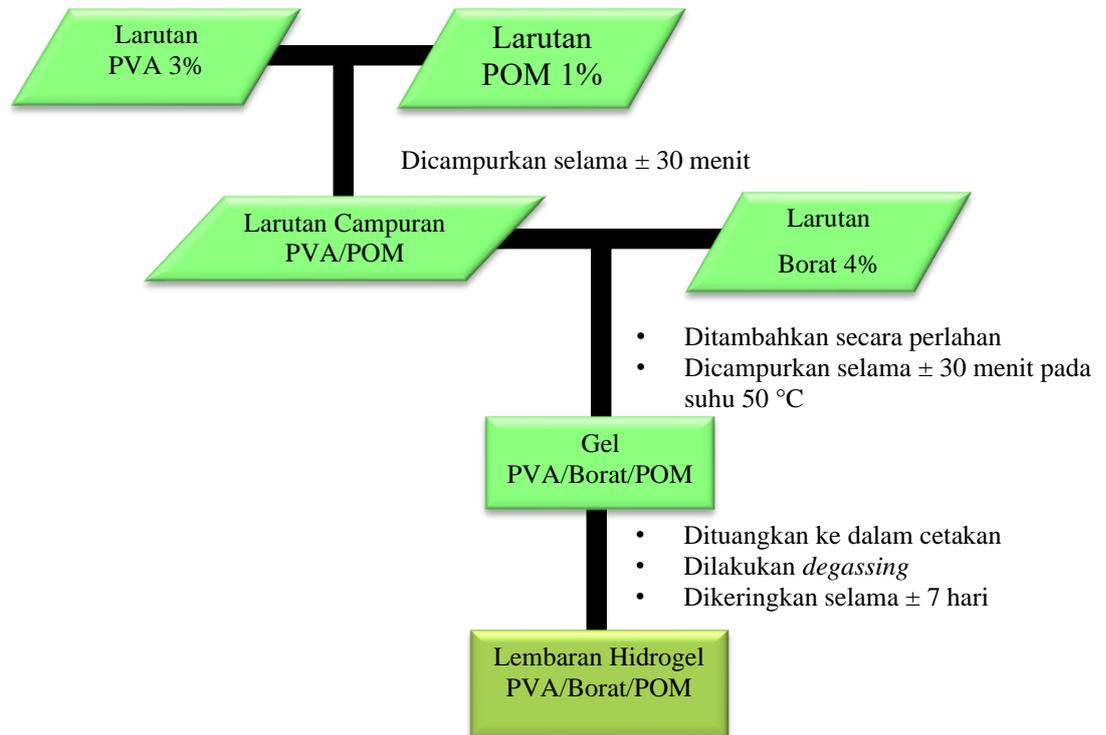
Data yang diperoleh dari penelitian ini mencakup data kualitatif dan kuantitatif. Data kualitatif meliputi karakterisasi hidrogel yang dilakukan menggunakan instrumen FTIR dan SEM untuk mengidentifikasi gugus fungsi dan bentuk morfologi, serta uji biodegradabilitas dari hidrogel PVA/Borat/POM. Data kuantitatif diperoleh melalui pengukuran terhadap parameter-parameter seperti SR, WR, WCA, dan RB.

3.6 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan selama penelitian meliputi gelas kimia (25 mL, 50 mL, 100 mL, 200 mL, 400 mL, 500 mL, dan 1000 mL), gelas ukur (10 mL, 50 mL dan 100 mL), kaca arloji, neraca analitik, pH meter (Mettler Toledo), konduktometer, *hotplate*, *shaker*, *Overhead Stirrer* (DLAB OS20-Pro), spatula, batang pengaduk, corong kaca, magnetik stirer, pipet tetes, botol semprot, kertas saring, pinset, cetakan hidrogel, cawan porselen, dan oven (Memmert). Instrumentasi yang digunakan selama penelitian adalah spektrofotometer *Fourier Transform Infra-Red* (Merk Shimadzu 8400), *Scanning Electron Spectroscopy* (JSM-IT300), dan *Ultrasonic bath* (Cole-Parmer).

Bahan yang digunakan dalam penelitian adalah polivinil alkohol teknis, natrium borat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) teknis, ekstrak *Premna oblongifolia* Merr. (POM), natrium hidroksida (NaOH), kalsium karbonat (CaCO_3), aquabidest, dan KCl.

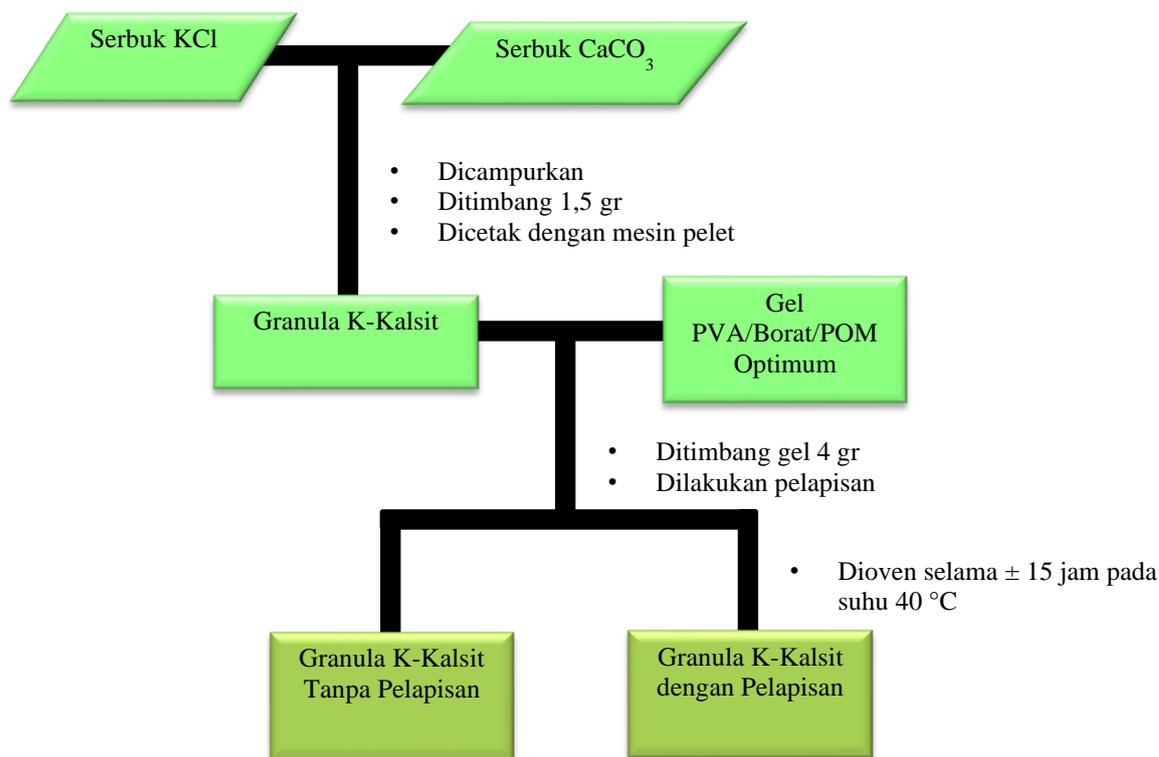
3.7 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3. 2 Sintesis Lembaran Hidrogel PVA/Borat/POM



Gambar 3. 3 Sintesis Lembaran PVA/Borat/POM-KCl



Gambar 3. 4 Sintesis Granula PVA/Borat/POM/CaCO₃-KCl

3.8 Prosedur Penelitian

3.8.1. Tahap Preparasi Bahan

3.8.1.1. Pembuatan Larutan NaOH pH 10

Sebanyak 0,0004 gram padatan NaOH ditimbang, kemudian dilarutkan dalam aquabidest dan diencerkan hingga mencapai volume 100 mL. Setelah itu, pH larutan diukur menggunakan pH meter.

3.8.1.2. Pembuatan Ekstrak *Premna oblongifolia*. Merr (POM) 1%

Proses pembuatan ekstrak POM dimulai dengan menimbang 1 gram serbuk ekstrak POM, lalu mencampurkannya dengan 100 mL larutan NaOH dengan pH sekitar 10. Campuran tersebut diaduk menggunakan magnetic stirrer selama satu jam pada suhu 50 °C. Setelah itu, ekstrak disaring menggunakan corong kaca, dan filtrat yang dihasilkan digunakan untuk pembuatan hidrogel.

3.8.1.3. Pembuatan Larutan PVA 3%

Larutan PVA 3% dibuat dengan menimbang 3 gram padatan PVA teknis, kemudian melarutkannya dalam 100 mL aquabidest. Larutan tersebut diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan pemanasan pada suhu 90 °C selama sekitar 3 jam sampai larutannya homogen.

3.8.1.4. Pembuatan Larutan Natrium Borat 4%

Untuk membuat larutan natrium borat 4%, langkah pertama adalah menimbang 4 gram padatan $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. Setelah itu, padatan tersebut larutkan ke dalam 100 mL aquabidest. Larutan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* hingga homogen.

3.8.1.5. Pembuatan Granula CaCO_3 -KCl

Granula dibuat dengan mencampurkan serbuk CaCO_3 dan serbuk KCl dengan total 1,5 gram. Campuran dicetak menggunakan mesin cetak pelet dengan menambahkan sedikit gel yang sudah optimum sebagai perekat. Pelet dicetak pada tekanan 20 bar dan variasi komposisi KCl 5%, 10%, dan 15% yang ditunjukkan pada **Tabel 3.1**.

Tabel 3. 1 Perbandingan Massa KCl- CaCO_3 pada Granula

Konsentrasi K-Kalsit	KCl (gram)	Kalsit (gram)
15%	0,327	1,171
10%	0,224	1,276
5%	0,115	1,385

3.8.2. Tahap Preparasi Hidrogel Sintesis Hidrogel PVA/Borat/POM

3.8.2.1. Optimasi Komposisi POM Terhadap Hidrogel PVA/Borat/POM

Komposisi optimasi hidrogel material PVA, Borat, POM divariasikan menjadi beberapa komposisi untuk menentukan kondisi optimum dari hidrogel. Dzulummah (2022) menentukan komposisi optimum dari volume PVA 3% dan Borat 4% dengan perbandingan rasio masing-masing adalah 8:2. Pada penelitian ini dilakukan optimasi POM pada hidrogel PVA/Borat/POM dengan mengikuti rasio pada **Tabel 3.2**. Optimasi dilihat dengan parameter SR, WR, dan WCA.

Tabel 3. 2 Rasio variasi volume POM

Larutan PVA 3% (mL)	Larutan Borat 4% (mL)	Larutan POM 1% (mL)
80	20	2,5
80	20	5
80	20	10
80	20	15
80	20	20

3.8.2.2. Sintesis Hidrogel PVA/Borat/POM

Sintesis hidrogel pada penelitian ini mengikuti rujukan hasil optimasi hidrogel PVA/Borat/POM yang sudah optimum. Larutan POM dicampurkan ke larutan PVA dan dihomogenkan dengan *magnetic stirrer* selama ± 15 menit. Selanjutnya, ditambahkan larutan borat ke dalam larutan PVA/POM menggunakan pipet tetes secara perlahan. Campuran diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama ± 1 jam pada suhu $50\text{ }^{\circ}\text{C}$. Larutan campuran dituangkan ke dalam cetakan hidrogel dan dilakukan degassing menggunakan ultrasonic bath. Selanjutnya hidrogel dikeringkan dalam suhu ruangan selama 1 hari, kemudian dikeringkan dengan bantuan kipas selama ± 7 hari hingga kering. Setelah kering, hidrogel dilepaskan dari cetakan hidrogel dan disimpan di dalam desikator untuk menghindari penyerapan air.

3.8.2.3. Sintesis Hidrogel PVA/Borat/KCl dan PVA/Borat/POM/KCl

Penambahan KCl ke dalam lembaran dilakukan pada komposisi optimum hidrogel PVA/Borat dan hidrogel PVA/Borat/POM. Larutan POM dicampurkan ke larutan PVA dan dihomogenkan dengan *magnetic stirrer* selama ± 15 menit. Padatan KCl 15% ditambahkan ke dalam larutan borat, kemudian diaduk pada suhu ruang hingga homogen. Selanjutnya, ditambahkan larutan borat-KCl ke dalam larutan menggunakan pipet tetes secara perlahan. Campuran diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama ± 1 jam pada suhu $50\text{ }^{\circ}\text{C}$. Larutan campuran dituangkan ke dalam cetakan hidrogel, dilakukan degassing menggunakan ultrasonic bath. Hidrogel dikeringkan dalam suhu ruangan selama 1 hari, kemudian dikeringkan dengan bantuan kipas selama ± 7 hari hingga kering. Setelah kering, hidrogel dilepaskan dari cetakan hidrogel dan disimpan di dalam desikator untuk menghindari penyerapan air.

3.8.2.4. Pelapisan Granula CaCO₃-KCl dengan Larutan Gel PVA/Borat/POM

Pelapisan granula CaCO₃-KCl dilakukan dengan menimbang gel PVA/Borat/POM yang sudah optimum sebanyak 4 gram. Gel yang sudah ditimbang dipipihkan, kemudian diletakkan pelet pada bagian tengah gel. Pelet ditutup dengan gel hingga terlapis seluruh bagiannya. Pelet yang sudah terlapis, dimasukkan ke dalam cawan krus dan dikeringkan dalam oven dengan suhu 50 °C selama ± 15 jam.

3.8.3. Tahap Karakterisasi Hidrogel

3.8.3.1. Fourier Transforms Infrared Spectroscopy

Karakterisasi FTIR bertujuan untuk melihat gugus fungsi pada suatu sampel. Sampel yang dikarakterisasi menggunakan FTIR adalah hidrogel PVA/Borat dan hidrogel PVA/Borat/POM. Pertama, sampel dihaluskan dan dipadatkan, kemudian dianalisis dalam bentuk pelet KBr. Spektrum yang digunakan untuk analisis berada pada rentang 4000 cm⁻¹ – 500 cm⁻¹. Hasil spektrum yang diperoleh digunakan untuk dianalisis perbedaan sebelum dan sesudah penambahan POM.

3.8.3.2. Scanning Electron Microscopy

Karakterisasi SEM digunakan untuk melihat morfologi dari suatu sampel. Sampel yang akan dikarakterisasi menggunakan SEM adalah hidrogel PVA/Borat dan hidrogel PVA/Borat/POM. Sebelum dikarakterisasi dengan SEM, hidrogel terlebih dahulu dikeringkan. Sampel diletakkan pada plat, kemudian dilihat bentuk morfologinya dengan tegangan 5 kV dan dengan pembesaran 150, 500, 1000, 2500, 5000, 10000, 15000, dan 20000 kali pada bagian permukaan dan penampang hidrogel.

3.8.3.3. Water Contact Angle

WCA digunakan untuk melihat hidrofilisitas dari hidrogel. Sampel yang dikarakterisasi dengan WCA adalah optimasi dari hidrogel PVA/Borat dan hidrogel PVA/Borat/POM. WCA dilakukan dengan menggunakan metode *Sessile Drop* dan diproses dengan *Java Software ImageJ*. Hidrogel yang sudah kering dipotong dengan ukuran 2 cm × 1 cm ditetaskan aquabidest sebanyak 1 tetes pada permukaan hidrogel menggunakan *syringe*. Karakterisasi WCA dilakukan pada 1 titik di tiap sampelnya. Setiap penetesan pada sampel dilakukan pemotretan pada waktu 0 detik-120 detik setiap 15 detik dengan total sebanyak 9× pemotretan.

Karakterisasi menggunakan aplikasi ImageJ (metode *Sessile Drop*) dilakukan dengan mengimpor setiap foto dan menganalisisnya menggunakan *plugin Drop Analysis – Drop Snake*. Selama proses ini, akan diminta untuk menandai 9 titik pada garis gelembung air dalam foto. Garis analisis kemudian disesuaikan agar sesuai dengan garis gelembung air. Nilai CA left dan right akan muncul di pojok kiri atas dan dicatat untuk kemudian dirata-ratakan.

3.8.4. Tahap Uji Performa

3.8.4.1 Swelling Ratio

Pengujian SR bertujuan untuk mengetahui kemampuan hidrogel dalam menyerap air. Sampel yang menggunakan uji SR adalah hidrogel PVA/Borat dan hidrogel PVA/Borat/POM. Pengujian ini dilakukan dengan cara merendam hidrogel kering ukuran 2 cm × 1 cm di dalam media akuabidest selama ± 30 menit. Setelah itu, sampel diangkat setiap 2 menit menggunakan pinset dan ditimbang massa hidrogel yang diperoleh. Proses ini diberhentikan hingga massa sampel mencapai kestabilan/konstan. Hasil data dicatat dan dibuat plot. Untuk menentukan persentase SR menggunakan rumus berikut:

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

Keterangan:

%SR = Persentase *swelling* ratio (%)

W_s = Massa hidrogel basah (gram)

W_d = Massa hidrogel kering (gram)

3.8.4.2 Water Retention

Pengujian Water Retention (WR) bertujuan untuk mengevaluasi kemampuan hidrogel dalam mempertahankan dan menyimpan air atau cairan di dalam struktur jaringannya selama periode tertentu. Sampel yang diuji untuk retensi air meliputi hidrogel PVA/Borat dan hidrogel PVA/Borat/POM. Pengujian dilakukan dengan menggunakan sampel hidrogel yang telah mengalami pengujian Swelling Ratio (SR) hingga mencapai tingkat pembengkakan maksimum. Setelah itu, sampel ditimbang dan dibiarkan di udara terbuka pada suhu ruangan. Penimbangan massa hidrogel dilakukan setiap 30 menit selama 4,5 jam, kemudian dilanjutkan pada pagi hari

berikutnya hingga massa mencapai nilai konstan. Persentase WR kemudian dihitung dengan menggunakan rumus berikut:

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

Keterangan:

%WR = Persentase water ratio (%)

W_t = Massa hidrogel setiap hari (gram)

W_0 = Massa hidrogel kering (gram)

W = Massa akhir hidrogel konstan (gram)

(Dzulummah, 2022)

3.8.4.3 Release Behavior

Pengujian RB memiliki tujuan untuk mengetahui kemampuan hidrogel sebagai hidrogel CRF dalam melepaskan nutrisi. Sampel yang menggunakan uji release behavior adalah hidrogel PVA/Borat/KCl, hidrogel PVA/Borat/POM/KCl, dan granula CaCO_3 -KCl yang dilapisi oleh larutan gel PVA/Borat/POM. Pengujian dilakukan dengan mengukur konduktivitas dan pH aquabidest sebelum dimasukkan sampel, kemudian sampel dimasukkan ke dalam media aquabidest (lembaran dengan ukuran 2 cm × 2 cm). Selanjutnya, campuran diaduk menggunakan overhead stirrer dengan kecepatan 200 rpm. Selama proses pengadukan, konduktivitas larutan diukur setiap 30 detik sampai nilai konduktivitas stabil, dan perubahan konduktivitas dicatat selama pengujian (Lestari, 2021).

3.8.4.4 Biodegradabilitas

Uji biodegradabilitas digunakan untuk melihat kemampuan suatu bahan terurai secara alami oleh mikroorganisme seperti bakteri dan jamur. Sederhananya, uji ini menentukan apakah suatu bahan ramah lingkungan atau tidak. Sampel yang diuji adalah hidrogel PVA/Borat dan hidrogel PVA/Borat/POM. Hidrogel dipotong dengan ukuran 2 cm × 2 cm, dan diletakkan di cawan petri. Hidrogel ditetesi dengan lumpur aktif sebanyak 2 tetes dan diratakan ke seluruh bagian sampel. Sampel tersebut dibiarkan selama 7 hari dalam suhu ruang. Amati sampel setiap hari pada jam yang sama dan dicatat perubahannya.