

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini terdiri dari tahap sintesis, karakterisasi, dan pengujian kinerja. Tahap preparasi, sintesis, dan karakterisasi dilaksanakan di Laboratorium Riset Kimia dan Laboratorium Instrumentasi Kimia, Departemen Pendidikan Kimia, FPMIPA, Universitas Pendidikan Indonesia. Tahap karakterisasi menggunakan fasilitas di institusi lain (BRIN Pusat Teknologi bersih dan nanoteknologi). Selanjutnya, pengujian uji kinerja dilakukan di Lab Riset Gedung FPMIPA B Universitas Pendidikan Indonesia. Waktu penelitian dimulai dari bulan Desember 2023 sampai Agustus 2024.

3.2 Rencana Penelitian

Adapun plot dari rencana penelitian pada table 3.1

Tabel 3.1. Plot rencana penelitian

No	Fokus Kajian	Parameter Uji	Pengujian/Pekerjaan
0	Preparasi hidrogel		Membuat: <ul style="list-style-type: none"> - Lembaran hidrogel [PVA/Borat] (ulang komposisi optimum hasil skripsi (Indri, 2020) yaitu 20 : 5 mL) - Lembaran hidrogel [PVA/Borat/CNT] (optimasi = 20 mL : 5 mL : Xi) *Xi → optimasi CNT (0%, 0,001%, 0,005%, 0,01%) Diuji <i>swelling ratio</i> dan WCA. - Granula [PVA/Borat/CNT/CaCO₃-KCl] (gunakan komposisi gel [PVA/Borat] dengan perbandingan 20 : 5 mL untuk melapisi granula CaCO₃-KCl dengan variasi konsentrasi 10%, 5%, 2,5%.

			<ul style="list-style-type: none"> - Granula [PVA/Borat/CNT/CaCO₃-KCl] (gunakan komposisi gel [PVA/Borat/CNT] dengan perbandingan 20 : 5 mL : CNT terpilih untuk melapisi granula CaCO₃-KCl dengan variasi konsentrasi 10%, 5%, 2,5%.
1	Mengetahui komposisi optimum lembaran hidrogel [PVA/Borat/CNT] berdasarkan parameter agrokimia	<i>Swelling ratio</i>	Uji <i>Swelling ratio</i> : <ul style="list-style-type: none"> - Lembaran [PVA/Borat] - Lembaran [PVA/Borat/CNT]
		<i>Water retention</i>	Uji <i>Water retention</i> : <ul style="list-style-type: none"> - Lembaran [PVA/Borat] - Lembaran [PVA/Borat/CNT]
		<i>Release behavior</i>	<ol style="list-style-type: none"> 1) Uji penyisipan KCl pada bentuk lembaran hidrogel: <ul style="list-style-type: none"> - Hidrogel [PVA/Borat] - Hidrogel [PVA/Borat/CNT] 2) Uji <i>release</i> gel bentuk setengah lingkaran kopong: <ul style="list-style-type: none"> - Hidrogel [PVA/Borat] tersisipi KCl ke dalam aqua-dm - Hidrogel [PVA/Borat/CNT] tersisipi ke dalam aqua-dm
2	Mengetahui karakteristik lembaran hidrogel [PVA/Borat], lembaran hidrogel [PVA/Borat/CNT]	Gugus Fungsi	FT-IR
		Morfologi Permukaan	SEM
		Hidrofilisitas	Uji hidrofilisitas (<i>Water Contact Angle</i>): <ul style="list-style-type: none"> - Lembaran [PVA/Borat] - Lembaran [PVA/Borat/CNT]

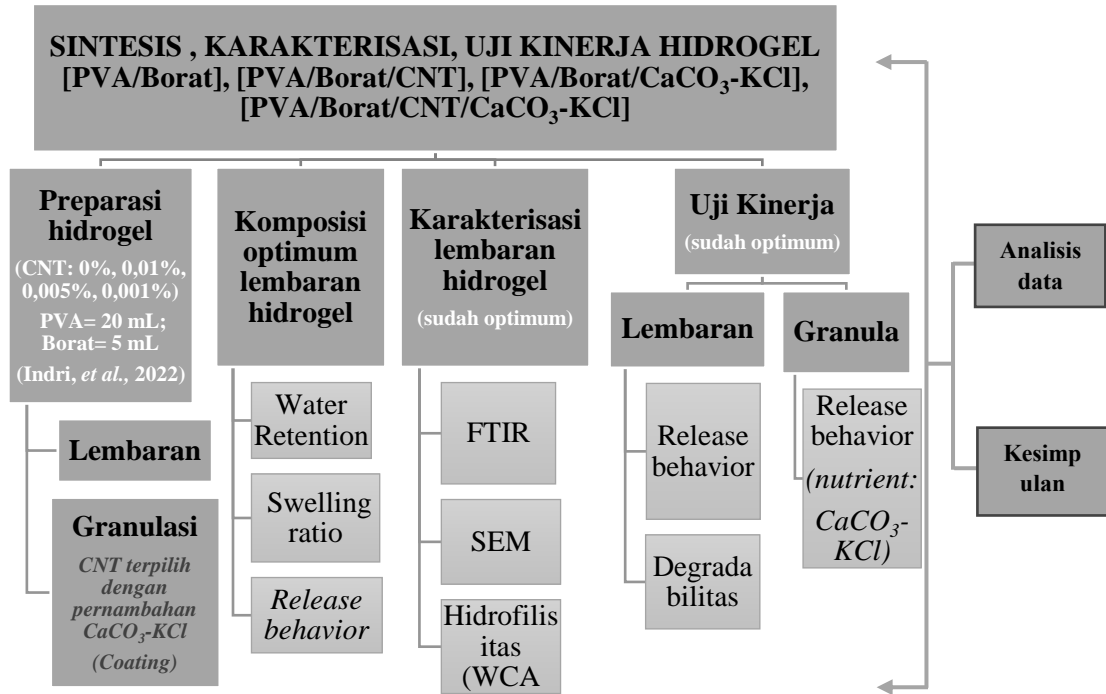
3	Mengetahui kinerja agrokimia granula hidrogel [[PVA/Borat/CNT]/CaCO ₃ -KCl] berkaitan dengan SRF	<i>Release behavior</i>	Uji <i>release</i> gel bentuk granula: <ul style="list-style-type: none"> - Granula CaCO₃-KCl dilapisi dengan hidrogel [PVA/Borat] kedalam aqua-DM - Granula CaCO₃-KCl dilapisi dengan hidrogel [PVA/Borat/CNT] kedalam aqua-DM
4	Mengetahui biodegradabilitas hidrogel	Degradabilitas	Uji biodegradabilitas: <ul style="list-style-type: none"> - Lembaran [PVA/Borat] - Lembaran [PVA/Borat/CNT]

3.3 Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada tahap sintesis berupa gelas kimia, gelas ukur, batang pengaduk, spatula, pengaduk magnetik, botol semprot, kaca arloji, pipet tetes, neraca analitik, desikator, sonikator, dan hot plate. Karakterisasi hidrogel dilakukan menggunakan beberapa instrumentasi seperti *Fourier Transmission Infra-Red* (FT-IR) ShimadzuNicolet iS5 -metode ATR, *X-ray Diffraction* (XRD) D8 Advance Bruker, *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) Phenom Pure G6 dengan detektor mix dan SEM-EDX JEOL/JMS IT200 LV dengan detektor *secondary electron*, pH meter, *set alat sessile drop* (tripod, kamera, water pass, lampu, selotip, papan hitam), *set alat pengujian porositas*, *syringe*, sonikator, *magnetic stirrer*, *hot plate*. Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu aqua DM, serbuk batuan lempung, serbuk kalium klorida (KCl), padatan polivinil alcohol (PVA) teknis, dan natrium borat (Na₂B₄O₇.10H₂O) teknis.

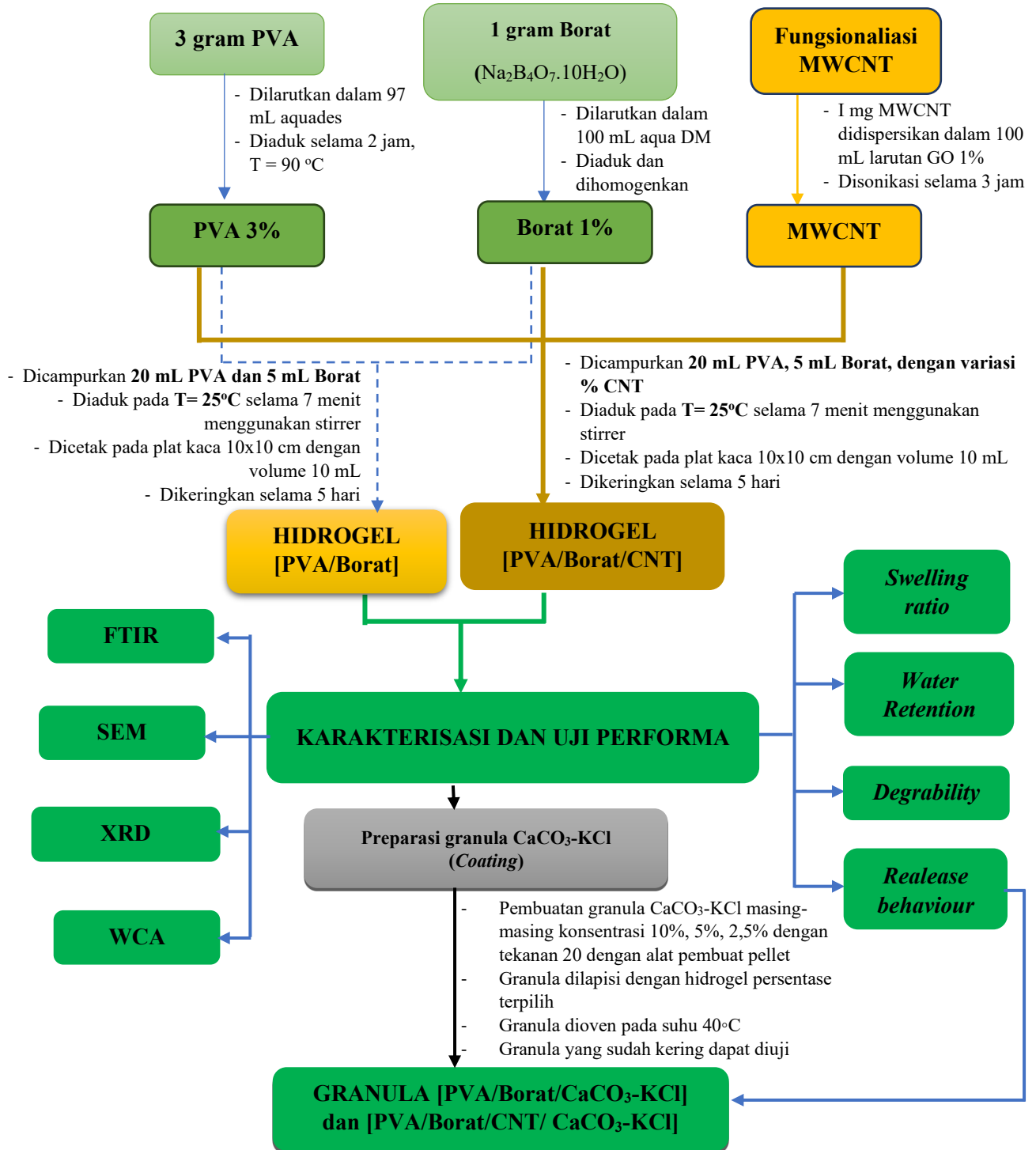
3.4 Tahap Penelitian

Tahapan penelitian disajikan pada Gambar 3.4

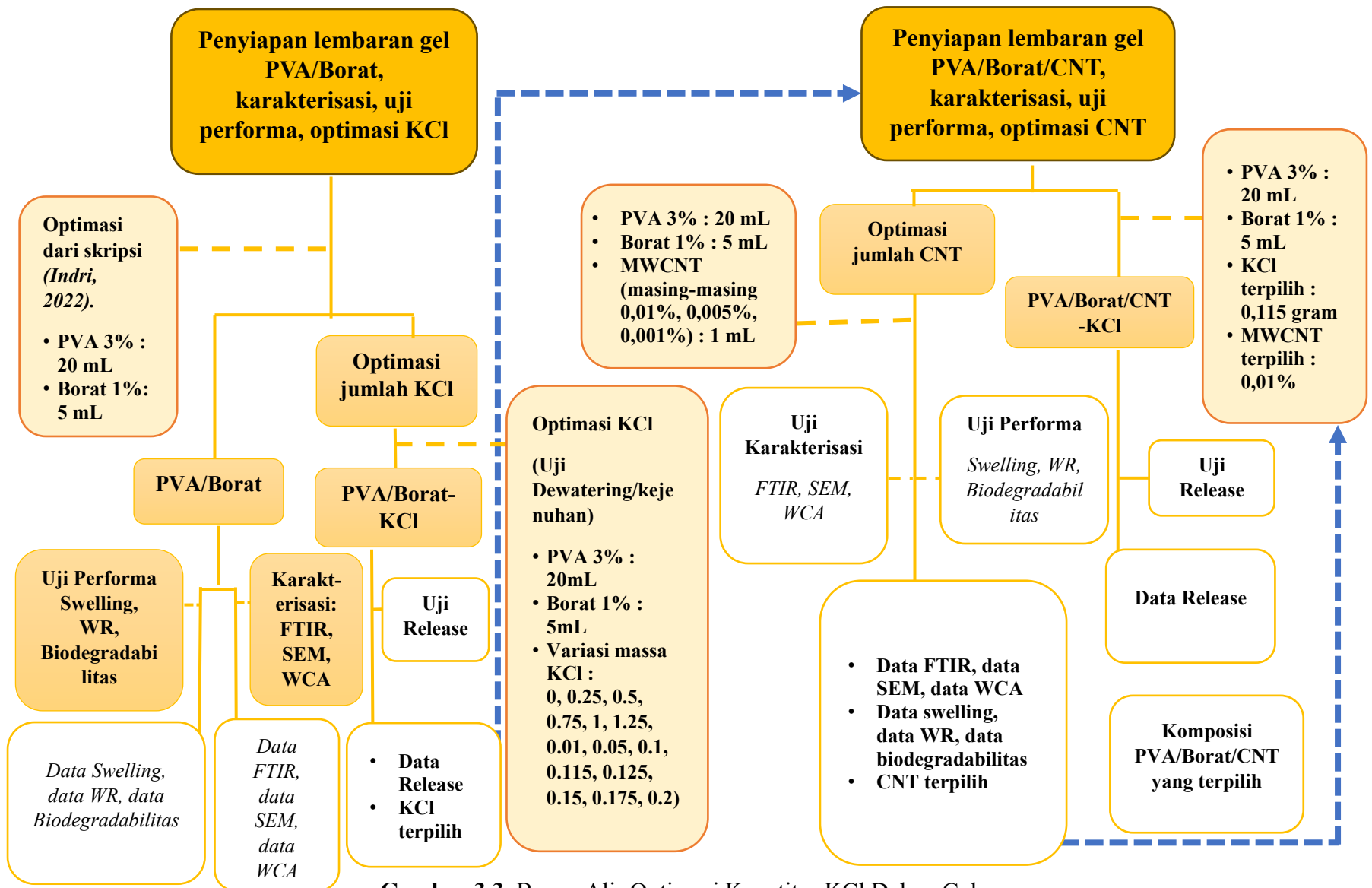


Gambar 3.1 Bagan Alir Tahapan Penelitian

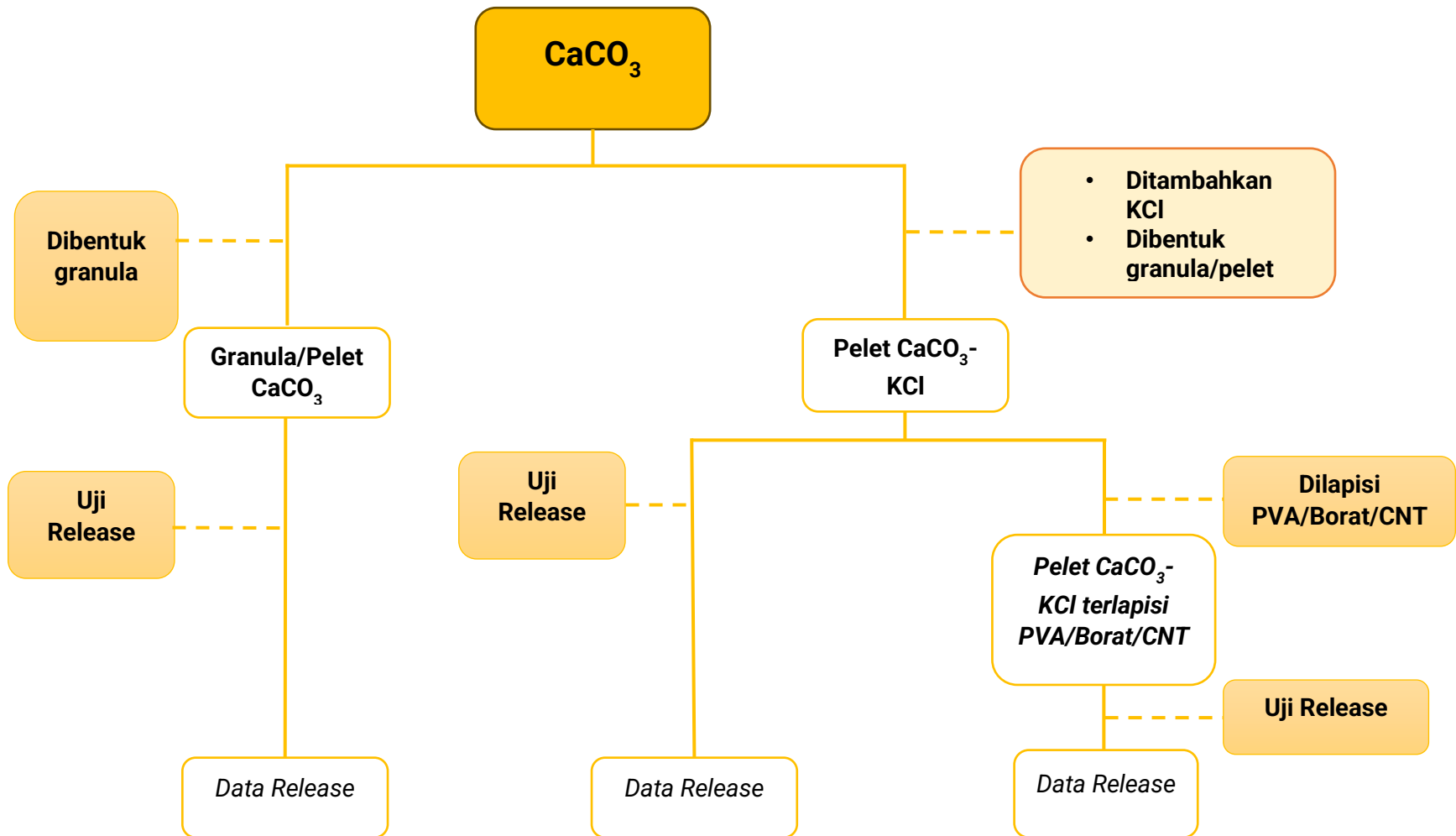
3.5 Prosedur Kerja Penelitian



Gambar 3.2 Diagram Alir Prosedur Kerja Penelitian



Gambar 3.3. Bagan Alir Optimasi Kuantitas KCl Dalam Gel



Gambar 3.4. Bagan Alir Pembuatan dan Pengujian Granula CaCO_3 -KCl Terlapisi [PVA/Borat/CNT]

3.5.1 Preparasi Granula KCl

3.5.1.1 Sintesis Lembaran Hidrogel [PVA/Borat/CNT-KCl]

Pada pembuatan lembaran hidrogel [PVA/Borat/CNT] dibuat dengan mencampurkan PVA 3% dan borat 1% diaduk dengan magnetic stirrer selama 5 menit. Dilanjutkan dengan memasukkan MWCNT dengan masing-masing persentase 0,001%, 0,005%, 0,01% dengan pipet tetes kemudian menambahkan serbuk KCl 0,115 gram diaduk dengan magnetic stirrer selama 15 menit, dicetak dalam plat akrilik 10 x 10 cm.

3.5.1.2 Sintesis Granula Hidrogel [PVA/Borat/CNT/CaCO₃-KCl]

Pada masing-masing hidrogel optimum [PVA/Borat] dan [PVA/Borat/CNT] dengan mencampurkan PVA 3%, borat 1%, dan persentase MWCNT terpilih diaduk hingga homogen dengan magnetic stirrer selama 5 menit. Pembuatan granula berbentuk pelet CaCO₃-KCl dengan persentase perbandingan konsentrasi K dari KCl yang sudah disetarakan dalam K₂O dalam NPK (K₂O : CaCO₃) yaitu 10%, 5%, 2,5%. Konsentrasi masing-masing granula dan hidrogel dengan metode *coating* yang homogen kemudian dicetak kedalam cetakan cawan porselen dan dioven selama 24 jam dengan suhu 40°C.

3.5.2 Sintesis Hidrogel [PVA/Borat/CNT]

3.5.2.1 Preprasi PVA 3%

Pembuatan larutan PVA 3% dilakukan dengan cara menimbang sebanyak 3 gram padatan PVA teknis lalu dilarutkan kedalam 97 mL aqua DM dan diaduk menggunakan magnetic stirrer sambil dipanaskan pada suhu 90°C hingga padatan PVA melarut sempurna didalam aqua-DM.

3.5.2.2 Pembuatan larutan Borat 1%

Larutan natrium borat 1% dibuat dengan cara menimbang sebanyak 1 gram Na₂B₄O₇.10H₂O lalu dilarutkan dalam 100 mL aqua DM menggunakan labu ukur 100 mL hingga tanda batas, kemudian dihomogenkan.

3.5.2.3 Fungsionalisasi MWCNT

Padatan MWCNT yang telah difungsionalisasi ditimbang sebanyak 1 mg menggunakan gelas kimia 100 mL, kemudian ditambahkan larutan 1% (1% dalam 100 mL akuades) *graphene oxide* (GO) hingga 100 mL, disonikasi selama 3 jam.

3.5.2.4 Optimasi Komposisi [PVA/Borat/CNT]

Variasi yang digunakan pada optimasi komposisi prekursor ditunjukkan pada Tabel 3.2. Parameter keberhasilan hasil optimasi diamati dari visual hidrogel yang halus, tidak terjadi gumpalan dan dapat terdispersi dengan baik.

Tabel 3.2. Optimasi Komposisi [PVA/Borat/CNT]

Kode Hidrogel	PVA (mL)	Borat (mL)	Dispersi MWCNT (%)
H-0	20	5	0
H-1	20	5	0,001
H-2	20	5	0,005
H-3	20	5	0,01

Hidrogel disintesis dengan mencampurkan larutan PVA, *crosslinker*, dan dispersi *functionalized* MWCNT, kemudian diaduk menggunakan magnetic stirrer dengan suhu kamar selama 7 menit. Larutan yang telah homogen dituangkan ke dalam cetakan berbahan akrilik berukuran 10x10 cm dan dikeringkan pada udara terbuka selama ± 5 hari.

3.6.1 Karakterisasi Hidrogel

3.6.1.1 Interaksi Kimia

Penentuan interaksi kimia antara matriks hidrogel dilakukan menggunakan spektrofotometer FTIR (Nicolet iS, 5 FTIR) pada rentang bilangan gelombang 400 – 4000 cm^{-1}) dengan scanning rate 2 cm^{-1}/s .

3.6.1.2 Morfologi permukaan

Penentuan struktur morfologi hidrogel baik pada bagian permukaan maupun cross-section dilakukan menggunakan *Scanning Electron Microscope (SEM-Hitachi S-4800)*. Pengujian sampel dilakukan dengan cara melapisi sampel 1mm x 1 mm menggunakan emas murni sebagai penghantar dan *carbon tape* dengan power 8-12 keV.

3.6.1.3 Hidrofilisitas

Hidrofilisitas hidrogel ditentukan melalui pengukuran *water contact angle (WCA)* dengan metode sessile drop. Pengukuran sudut kontak dilakukan untuk menentukan tingkat hidrofilisitas permukaan hidrogel. Pengukurannya dilakukan dengan cara mengeringkan hidrogel selama 24 jam dalam desikator sebelum di uji dengan metode *sessile drop* dan dievaluasi melalui pemrograman *Java software ImageJ*. Pengukuran dengan metode *sessile drop* dilakukan dengan cara meneteskan 20 μ L akuabides di lima titik berbeda pada permukaan hidrogel menggunakan *microsyringe*, kemudian sudut kontak yang dibentuk dihitung dan dievaluasi menggunakan program *Java Software ImageJ*.

3.7.1 Uji Performa Hidrogel

3.7.1.1 Swelling ratio

Swelling ratio didefinisikan sebagai jumlah air yang diserap oleh hidrogel sehingga hidrogel akan mengembang dan dinyatakan dalam fraksi atau persen. Pengukuran *swelling ratio* dilakukan dengan menggunakan metode gravimetri atau berdasarkan pengukuran massa. Hidrogel yang telah dicuci dan dikeringkan dipotong menjadi ukuran 2x2 cm kemudian ditimbang sebagai massa hidrogel kering. Setiap hidrogel direndam dalam 50 mL akuades dan ditimbang setiap 5

menit sebagai massa hidrogel basah, pengukuran dilakukan hingga massa hidrogel konstan atau hingga tidak terjadi perubahan dan kerusakan pada hidrogel. Besarnya air yang diserap oleh hidrogel ditunjukkan sebagai % *swelling ratio* yang dihitung dengan persamaan 3.4:

$$SR(\%) = \frac{(W_s - W_d)}{W_d} \times 100 \quad (3.4)$$

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

3.7.1.2 *Water retention*

Pengujian *water retention* dilakukan dengan menggunakan granula hasil pengujian *swelling ratio*. Pengujian *water retention* dilakukan dengan cara meletakkan granula hasil swelling di udara terbuka dan dilakukan penimbangan massa granula saat pagi dan siang hari selama beberapa hari hingga mendapatkan massa konstan.

Water retention (%WR) dapat dihitung dengan persamaan 3.5:

$$WR(\%) = \frac{(W_t - W_\infty)}{(W_0 - W_\infty)} \times 100\% \quad (3.5)$$

dimana W_0 adalah massa hidrogel awal (massa hidrogel basah hasil *swelling*) W_t adalah massa hidrogel kering yang diukur setiap hari, dan W_∞ adalah massa akhir hidrogel konstan.

3.7.1.3 *Degrabilitas*

Uji biodegradasi hidrogel dilakukan dengan hidrogel yang dipotong dengan ukuran 1 cm x 1 cm, setiap spesi yang telah ditimbang ditempatkan pada tanah pertanian yang ada didalam sebuah gelas. Gelas tersebut dibiarkan selama 30 hari dalam kondisi ambient. Variasi morfologi dan perubahan massa dari hidrogel diamati. Biodegradasi (%) hidrogel dihitung dengan persamaan 3.6 berikut:

$$BD(\%) = \frac{(W_0 - W_d)}{W_0} \times 100\% \quad (3.6)$$

dimana W_0 dan W_d masing-masing adalah berat sampel sebelum dan sesudah degradasi.

3.7.1.4 Release Behaviour

Pengujian *release behavior* dilakukan dengan cara memasukkan granula kering kedalam media aqua-DM dan diaduk menggunakan overhead stirrer dengan kecepatan 200 rpm selama 5-6 jam, dicatat perubahan konduktivitas dan pH selama pengujian.