

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Metode Penelitian

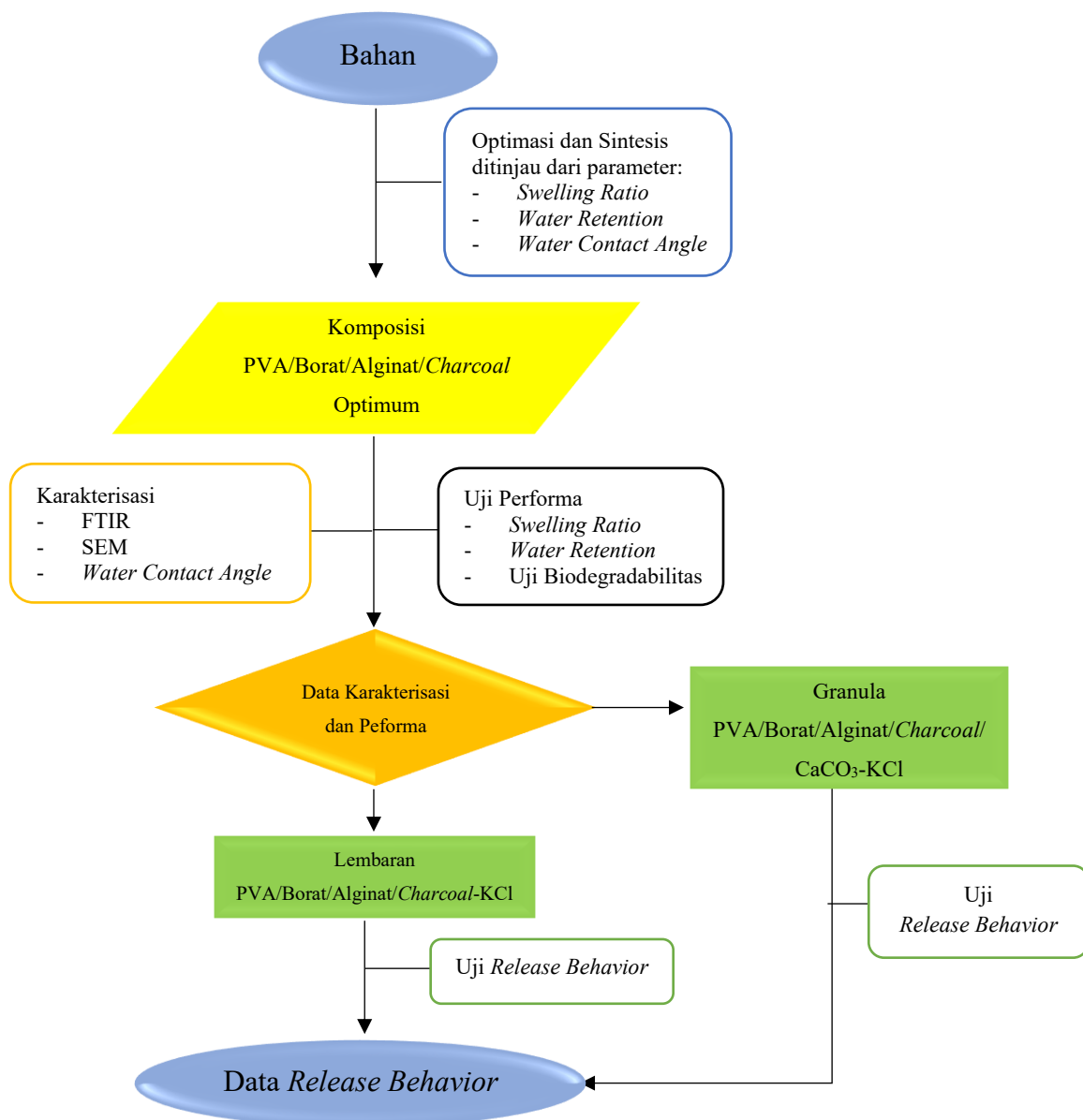
Penelitian ini dilakukan dengan pendekatan eksperimen yang meliputi 4 tahapan yaitu: 1) optimasi dan sintesis lembaran hidrogel PVA/Borat/Alginat/Charcoal yang ditinjau dari tiga parameter uji *Swelling Ratio*, *Water Retention*, dan *Water Contact Angle*; 2) karakterisasi lembaran hidrogel PVA/Borat/Alginat/Charcoal dengan instrumentasi FTIR untuk mengidentifikasi ikatan atau gugus fungsi hidrogel, SEM untuk mengkonfirmasi morfologi hidrogel, dan *Water Contact Angle* untuk menentukan hidrofilisitas; 3) uji performa lembaran hidrogel PVA/Borat/Alginat/Charcoal dengan *Swelling Ratio*, *Water Retention*, biodegradabilitas, dan *Release Behavior*, serta lembaran PVA/Borat/Alginat/Charcoal-KCl dengan uji *Release Behavior*; dan 4) uji performa *Release Behavior* pada granula CaCO₃-KCl dengan pelapisan gel PVA/Borat/Alginat/Charcoal.

3.2 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini terbagi menjadi beberapa tahapan yang meliputi sintesis lembaran hidrogel PVA/Borat/Alginat/Charcoal dan hidrogel *reservoir* granula CaCO₃-KCl yang di *coating* oleh PVA/Borat/Alginat/Charcoal, uji performa, dan karakterisasi. Sintesis dan uji performa dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan FPMIPA UPI, untuk karakterisasi FTIR dan SEM dilakukan di Laboratorium KST Samaun Samadikun BRIN. Penelitian ini dilakukan pada rentang waktu Maret 2024 hingga Juli 2024.

3.3 Desain Penelitian

Desain penelitian yang akan dilakukan pada penelitian ini secara garis besar dijelaskan melalui diagram dibawah ini:



Gambar 3. 1 Desain Penelitian

3.4 Variabel Penelitian

Variabel bebas merupakan variabel yang nilainya ditetapkan dan tidak dipengaruhi oleh variabel lain. Adapun variabel bebas yang digunakan dalam penelitian ini adalah variasi konsentrasi *Charcoal* pada lembaran hidrogel PVA/Borat/Alginat/*Charcoal* serta variasi jumlah konsentrasi KCl untuk granula Kalsit-KCl yang dilapisi hidrogel PVA/Borat/Alginat/*Charcoal*.

Variabel terikat merupakan variabel yang nilainya tidak dapat ditentukan secara langsung, melainkan bergantung pada nilai variabel bebas. Dalam penelitian ini,

variabel terikat yang diamati meliputi karakteristik dan performa pada lembaran hidrogel PVA/Borat/Alginat/*Charcoal* serta perilaku pelepasan dari granula Kalsit-KCl yang dilapisi hidrogel PVA/Borat/Alginat/*Charcoal*.

3.5 Cara Pengolahan Data

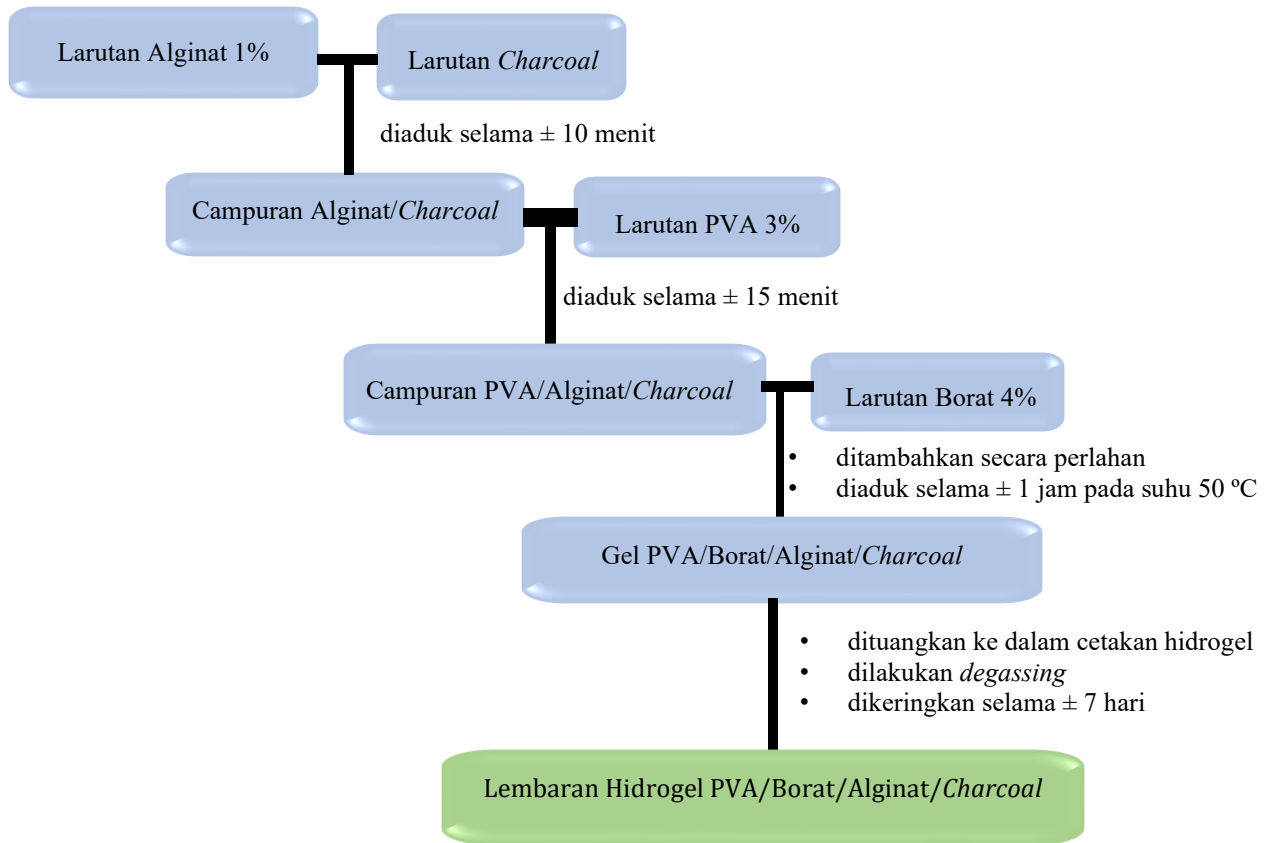
Data yang diperoleh dari penelitian ini mencakup data kualitatif dan kuantitatif. Data kualitatif meliputi karakterisasi hidrogel yang dilakukan menggunakan instrumen FTIR dan SEM untuk mengidentifikasi gugus fungsi dan bentuk morfologi, serta uji biodegradabilitas dari hidrogel PVA/Borat/Alginat/*Charcoal*.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

3.6 Alat dan Bahan

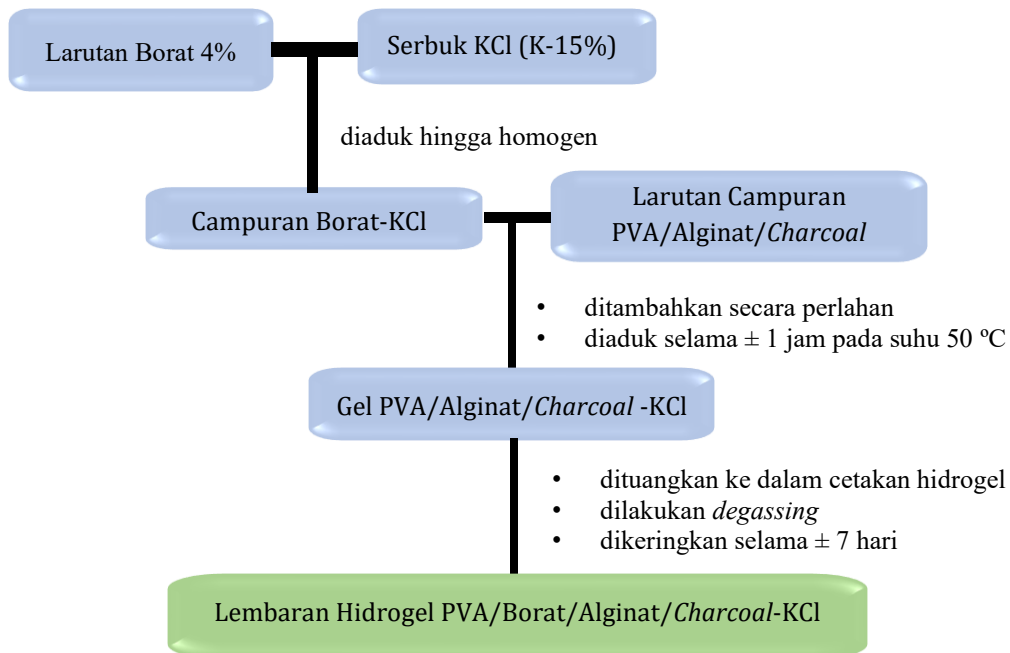
Alat-alat yang digunakan dalam menunjang penelitian ini yaitu neraca analitik, kaca arloji, spatula, gelas kimia (25 mL, 50 mL, 100 mL, 200 mL, 400 mL, 500 mL, dan 1000 mL), gelas ukur (100 mL, 50 mL, dan 10 mL), batang pengaduk, *magnetic stirrer*, pipet tetes, syringe, konduktometer, *Overhead Stirrer* (DLAB OS20-Pro), *hotplate*, pH meter (Mettler Toledo), botol semprot, kertas saring, cetakan hidrogel, lumpang, cawan porselen, oven (Mettler), dan pinset. Instrumentasi yang digunakan meliputi spektrofotometer *Fourier Transform Infra-Red* (Merk Shimadzu 8400), *Scanning Electron Microscope* (SEM) (JSM-IT300), dan *ultrasonic bath* (Cole-Parmer).

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu polivinil alkohol (PVA) teknis, natrium borat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) teknis, alginat, *Charcoal*, kalsium karbonat (CaCO_3), serbuk kalium klorida (KCl), dan *aquabidest*.

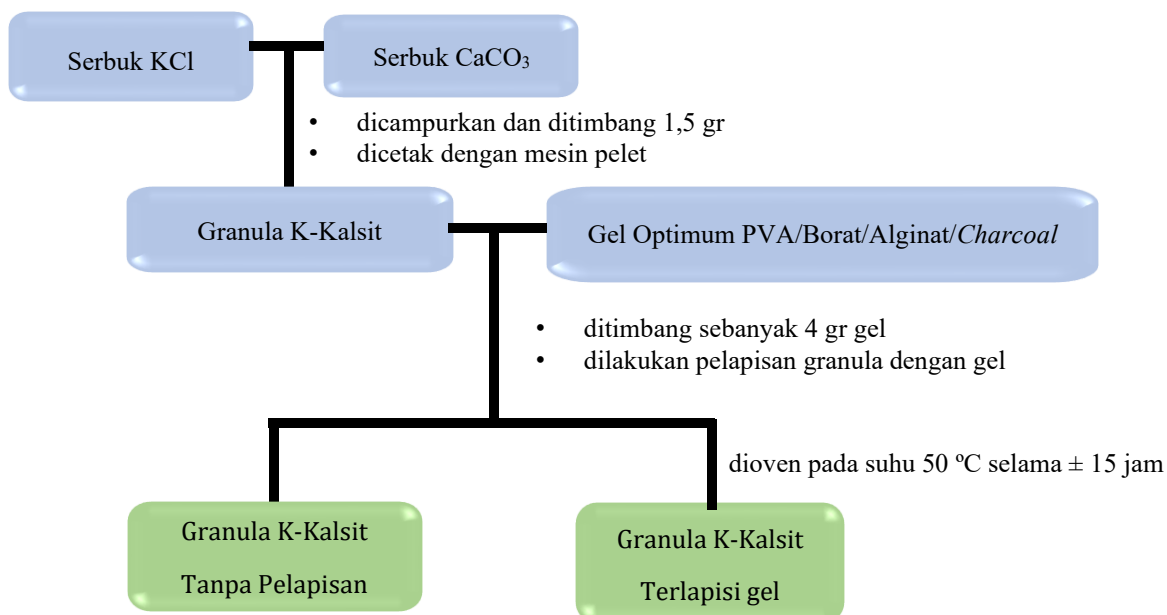
3.7 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3. 2 Sintesis Lembaran Hidrogel PVA/Borat/Alginat/Charcoal



Gambar 3. 3 Sintesis Lembaran PVA/Borat/Alginat/Charcoal-KCl



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

3.8 Prosedur Penelitian

3.8.1 Preparasi Bahan

3.8.1.1 Pembuatan Larutan Polivinil Alkohol (PVA) 3%

Pembuatan larutan PVA 3% dilakukan dengan menimbang 3 gram padatan PVA teknis, kemudian melarutkannya dalam 100 mL *aquabidest*. Larutan ini diaduk menggunakan *magnetic stirrer* sambil dipanaskan pada suhu 90 °C hingga larutan menjadi homogen atau padatan PVA larut sepenuhnya, yang ditandai dengan tidak adanya gumpalan dalam larutan.

3.8.1.2 Pembuatan Larutan Natrium Borat 4%

Pembuatan larutan natrium borat 4% dilakukan dengan menimbang 4 gram padatan Na₂B₄O₇·10H₂O, kemudian melarutkannya dalam 100 mL *aquabidest* dan mengaduknya menggunakan *magnetic stirrer* hingga larutan menjadi homogen.

3.8.1.3 Pembuatan Larutan Alginat 1%

Pembuatan larutan alginat 1% dilakukan dengan menimbang 1 gram alginat teknis, lalu melarutkannya dalam 100 mL *aquabidest*. Larutan tersebut diaduk menggunakan *magnetic stirrer* sambil dipanaskan pada suhu 50 °C hingga alginat larut sepenuhnya.

3.8.1.4 Pembuatan Larutan *Charcoal*

Pembuatan larutan *Charcoal* dilakukan dengan cara ditimbang padatan *Charcoal* sebanyak (0,5; 0,75; dan 1 mg), kemudian didispersikan dalam 100 mL *aquabidest*. Dispersi dilakukan dengan menggunakan sonikator selama 3 jam pada suhu ruang.

3.8.1.5 Pembuatan Granula CaCO₃-KCl

Pembuatan granula dibuat dengan cara mencampurkan serbuk CaCO₃ 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-CaCO₃ pada Granula

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

3.8.2 Preparasi Lembaran Hidrogel PVA/Borat/Alginat/*Charcoal*

3.8.2.1 Optimasi Komposisi *Charcoal*

Komposisi hidrogel PVA/Borat/Alginat yang digunakan pada penelitian ini adalah 80 mL larutan PVA, 20 mL larutan borat, dan larutan alginat 1% yang dikondisikan sebanyak 5 mL. Hidrogel dengan basis PVA/Borat/Alginat divariasikan dengan 3 variasi konsentrasi larutan *Charcoal*, yang bertujuan untuk mengetahui konsentrasi optimum dari *Charcoal*. Larutan *Charcoal* dengan variasi konsentrasi berbeda ditambahkan sebanyak 1 mL. Pada tahap optimasi dilakukan dengan 3 parameter uji yaitu SR, WR, dan WCA.

Tabel 3. 2 Optimasi Komposisi Lembaran PVA/Borat/Alginat/Charcoal

Rasio Volume Lembaran PVA/Borat/Alginat/Charcoal			
Larutan PVA 3% (mL)	Larutan Borat 4% (mL)	Larutan Alginat 1% (mL)	Charcoal (ppm)
80	20	0,5	5
80	20	0,5	7,5
80	20	0,5	10

3.8.2.2 Sintesis Hidrogel PVA/Borat/Alginat/Charcoal

Hidrogel PVA/Borat/Alginat/Charcoal disintesis dengan konsentrasi larutan dan volume yang optimum. Larutan Charcoal dihomogenkan ke dalam larutan alginat dan diaduk selama ± 10 menit, kemudian larutan tersebut ditambahkan ke larutan PVA dan diaduk selama ± 15 menit. Setelah itu, ditambahkan larutan borat menggunakan pipet tetes secara perlahan. Larutan campuran diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama ± 1 jam pada suhu $50\text{ }^{\circ}\text{C}$. Campuran kemudian dituangkan ke dalam cetakan hidrogel, kemudian dilakukan *degassing* menggunakan *ultrasonic bath*. Setelah itu, hidrogel dikeringkan dalam suhu ruangan selama 1 hari, kemudian dikeringkan dengan bantuan kipas selama ± 7 hari hingga kering. Setelah kering, hidrogel dikeluarkan dari cetakan dan disimpan di dalam desikator untuk mencegah penyerapan air.

3.8.2.3 Sintesis Hidrogel PVA/Borat/Alginat/KCl dan Hidrogel PVA/Borat/Alginat/Charcoal/KCl

Pada penelitian ini, KCl ditambahkan ke dalam lembaran hidrogel PVA/Borat/Alginat dan PVA/Borat/Alginat/Charcoal pada komposisi optimum. Larutan Charcoal dihomogenkan ke dalam larutan alginat dan diaduk selama ± 10 menit, kemudian larutan tersebut ditambahkan ke larutan PVA dan diaduk selama ± 15 menit (untuk lembaran PVA/Borat/Alginat tidak dilakukan penambahan Charcoal). Padatan KCl 15% ditambahkan ke dalam larutan borat dan diaduk hingga homogen. Setelah itu, ditambahkan larutan borat-KCl menggunakan pipet tetes secara perlahan. Larutan campuran diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama ± 1 jam pada suhu $50\text{ }^{\circ}\text{C}$. Campuran kemudian dituangkan ke dalam cetakan hidrogel, dilakukan *degassing* menggunakan *ultrasonic bath*, dan dikeringkan dalam suhu ruangan selama

1 hari, kemudian dikeringkan dengan bantuan kipas selama ± 7 hari hingga kering. Setelah kering, hidrogel dikeluarkan dari cetakan dan disimpan di dalam desikator untuk mencegah penyerapan air.

3.8.2.4 Pelapisan Granula CaCO_3 -KCl dengan Larutan Gel PVA/Borat/Alginat/Charcoal

Granula CaCO_3 -KCl dilapisi dengan larutan gel PVA/Borat/Alginat/Charcoal dalam kondisi optimum dengan cara menimbang gel sebanyak 4 gram kemudian dipipihkan. Pelet diletakkan pada bagian tengah gel kemudian ditutup seluruh bagian pelet dengan gel hingga terlapisi semua bagiannya. Pelet yang telah terlapisi gel dimasukkan ke dalam cawan krus dan dikeringkan menggunakan oven pada suhu 50°C selama ± 15 jam.

3.8.3 Karakterisasi Hidrogel PVA/Borat/Alginat/Charcoal

3.8.3.1 Fourier Transforms Infra-Red Spectroscopy

Pengujian dengan FTIR bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam membran hidrogel. Sampel yang diuji menggunakan FTIR meliputi hidrogel PVA/Borat/Alginat dan PVA/Borat/Alginat/Charcoal. Proses pengujian dimulai dengan menghaluskan sampel hidrogel, kemudian memadatkannya dalam bentuk pelet KBr. Spektrum yang dihasilkan dianalisis dalam rentang bilangan gelombang dari 4.000 cm^{-1} hingga 500 cm^{-1} . Hasil spektrum digunakan untuk membandingkan perbedaan antara hidrogel sebelum dan sesudah penambahan charcoal dalam pembentukan gugus fungsi.

3.8.3.2 Scanning Electron Microscopy

Pengujian menggunakan SEM bertujuan untuk mengetahui keadaan morfologi dari membran hidrogel. Sampel membran hidrogel yang diuji menggunakan SEM meliputi PVA/Borat/Alginat dan PVA/Borat/Alginat/Charcoal. Pengujian diawali dengan mengeringkan sampel hidrogel yang akan diuji terlebih dahulu. Sampel yang telah kering ditempatkan pada plat dan kemudian diamati morfologinya menggunakan instrumen SEM dengan tegangan 5 keV dan pembesaran 150, 500, 1.000, 2.500, 5.000, 10.000, 15.000, dan 20.000 kali pada bagian *surface* dan *cross sectional* hidrogel.

3.8.3.3 Water Contact Angle

Pengujian WCA bertujuan untuk menentukan hidrofilisitas hidrogel menggunakan metode *Sessile Drop* dan dianalisis dengan Java Software ImageJ. Sampel yang dianalisis meliputi PVA/Borat, PVA/Borat/Alginat, dan PVA/Borat/Alginat/Charcoal selama proses optimasi. Hidrogel yang telah kering dipotong dengan ukuran 2 cm × 1 cm, lalu diteteskan satu tetes *aquabidest* pada permukaannya menggunakan *syringe*. Karakterisasi WCA dilakukan di satu titik pada setiap sampel. Setiap penetesan difoto pada waktu 0 detik dan setiap 15 detik selama 2 menit, dengan total sebanyak 9 foto.

Karakterisasi dilakukan dengan aplikasi ImageJ menggunakan metode *Sessile Drop*, di mana setiap foto diunggah dan dianalisis menggunakan *Plugins Drop Analysis – Drop Snake*. Proses ini memerlukan penempatan 11 titik pada garis gelembung air dalam foto. Garis analisis disesuaikan dengan garis gelembung air pada gambar. Nilai CA left dan right akan muncul di pojok kiri atas, dan nilai ini dicatat untuk kemudian dirata-ratakan.

3.8.4 Uji Performa Hidrogel

3.8.4.1 Swelling Ratio

Pengujian SR bertujuan untuk mengetahui kemampuan hidrogel dalam menyerap air. Sampel hidrogel yang diuji SR yaitu PVA/Borat, PVA/Borat/Alginat, dan PVA/Borat/Alginat/Charcoal. pengujian ini dilakukan dengan cara merendam hidrogel kering dengan ukuran 2 × 1 cm dalam media akuades selama ± 30 menit. Setelah itu, sampel diangkat setiap 2 menit menggunakan pinset dan ditimbang massa hidrogel yang diperoleh. Proses ini diberhentikan hingga massa sampel konstan. Hasil data dicatat dan dibuat *plot*. Dalam menentukan persentase *swelling ratio* menggunakan persamaan berikut:

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

Keterangan:

SR = Persentase *swelling ratio* (%)

W_t = Massa hidrogel basah (gram)

Fuji Nur Resa, 2024

SINTESIS, KARAKTERISASI, DAN UJI PERFORMA PVA/BORAT/ALGINAT/CHARCOAL SEBAGAI MATERIAL SLOW/CONTROLLED-RELEASE FERTILIZER KCl

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

W_0 = Massa hidrogel kering (gram)

(Hendrawan *et al.*, 2022)

3.8.4.2 *Water Retention*

Pengujian WR bertujuan untuk mengevaluasi kemampuan hidrogel dalam mempertahankan dan menyimpan cairan dalam struktur jaringannya selama periode waktu tertentu. Sampel hidrogel yang diuji WR meliputi PVA/Borat, PVA/Borat/Alginat, dan PVA/Borat/Alginat/*Charcoal*. Uji WR dilakukan pada sampel hidrogel yang telah melalui pengujian SR hingga mencapai kapasitas maksimumnya. Selanjutnya, sampel ditimbang dan dibiarkan di udara terbuka pada suhu ruangan. Penimbangan massa hidrogel dilakukan setiap 30 menit selama 4,5 jam setelah SR, serta dilanjutkan pada hari berikutnya di pagi hari hingga mencapai massa yang konstan. Persentase *water retention* dapat dihitung menggunakan persamaan berikut:

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

Keterangan:

WR = Persentase *water retention* (%)

W_t = Massa hidrogel pada setiap harinya (gram)

W_0 = Massa hidrogel kering (gram)

W = Massa akhir hidrogel konstan (gram)

(Hendrawan *et al.*, 2019)

3.8.4.3 *Release Behavior*

Pengujian RB memiliki tujuan untuk mengetahui kemampuan hidrogel sebagai material S/CRF dalam pelepasan nutrisi KCl. Sampel yang diuji RB diantaranya lembaran PVA/Borat/Alginat/KCl, lembaran PVA/Borat/Alginat/*Charcoal*/KCl, dan granula CaCO_3 -KCl yang dilapisi oleh larutan gel PVA/Borat/Alginat/*Charcoal*. Pengujian diawali dengan mengukur konduktivitas dan pH awal *aquabidest*, kemudian sampel dimasukkan ke dalam *aquabidest* (untuk sampel lembaran menggunakan hidrogel berukuran 2 cm × 2 cm). Setelah itu, campuran diaduk menggunakan overhead stirrer pada kecepatan 200 rpm. Selama proses pengadukan, konduktivitas

larutan diukur setiap 30 detik hingga nilai konduktivitas mencapai kestabilan, dan hasilnya dicatat.

3.8.4.4 Biodegradabilitas

Pengujian biodegradabilitas bertujuan untuk melihat kemampuan suatu bahan dapat terurai secara alami oleh mikroorganisme sehingga dapat ditentukan bahan atau material tersebut merupakan material yang ramah lingkungan. Sampel yang dilakukan uji biodegradabilitas diantaranya PVA/Borat/Alginat dan PVA/Borat/Alginat/*Charcoal*. Pengujian diawali dengan pemotongan hidrogel dengan ukuran 2 cm × 2 cm, kemudian ditimbang dan ditempatkan pada cawan petri dengan diteteskan lumpur aktif sebanyak 2 tetes dan diratakan keseluruh bagian sampel. Cawan petri berisi sampel tersebut dibiarkan selama 7 hari dalam suhu ruang. Terakhir, diamati sampel setiap hari pada jam yang sama dan dicatat perubahannya.