

BAB III

METODE PENELITIAN

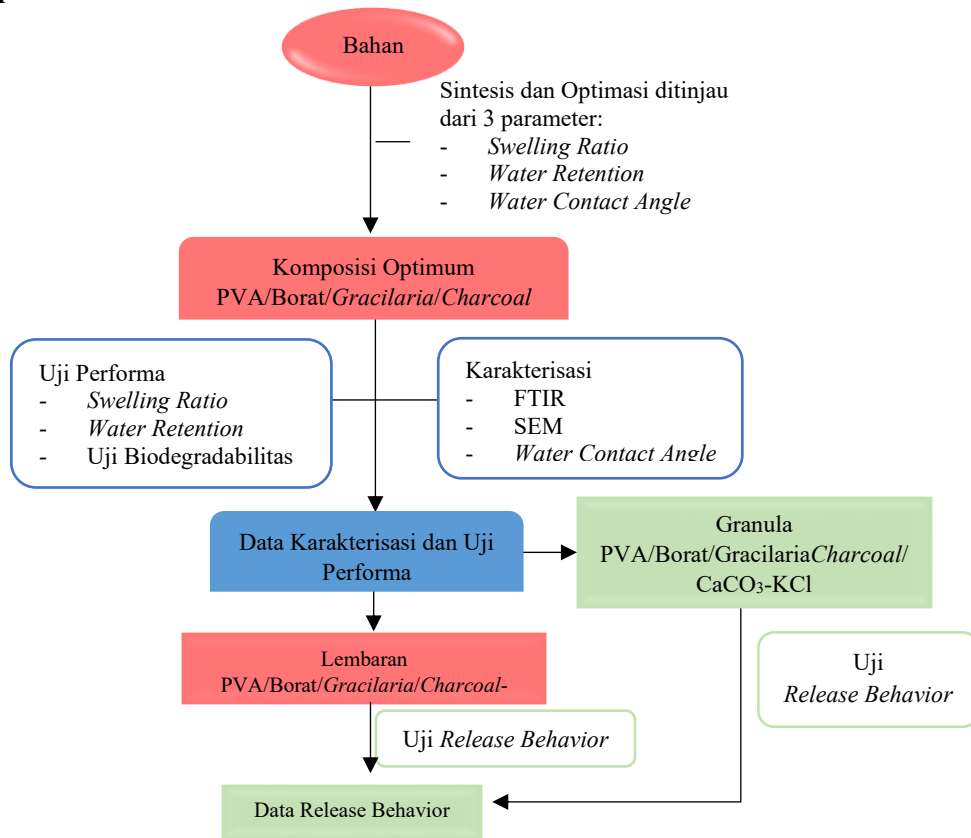
3.1. Metode Penelitian

Penelitian ini akan menggunakan pendekatan eksperimental dengan menambahkan polimer alam yaitu *Gracilaria* dan *filler charcoal* pada hidrogel PVA/Borat sebagai *slow/controlled release fertilizer*. Kemudian, dilakukan serangkaian percobaan dengan memvariasikan konsentrasi *charcoal* untuk mendapatkan kondisi optimum. Sintesis hidrogel PVA/Borat/*Gracilaria*/*Charcoal* dibuat dengan dua jenis yang berbeda yaitu lembaran dan granula yang kemudian akan diuji dengan parameter-parameter yang relevan. Data yang didapat akan dianalisis secara kuantitatif untuk mengetahui pengaruh penambahan *charcoal* terhadap performa dan karakteristik hidrogel berbentuk lembaran dan granula.

3.2. Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini terbagi menjadi beberapa tahapan yang meliputi sintesis hidrogel PVA/Borat/*Gracilaria sp.*/*Charcoal*, karakterisasi hidrogel PVA/Borat/*Gracilaria sp.*/*Charcoal* menggunakan FTIR, SEM, WCA, dan uji performa seperti, *swelling ratio* (SR), *water retention* (WR), dan *release behavior* (RB). Penelitian tersebut dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan FPMIPA UPI, dan 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



Gambar 3.1 Desain Penelitian

3.4 Variabel Penelitian

Variabel bebas adalah variabel yang nilainya ditetapkan secara independen dan tidak dipengaruhi oleh variabel lain. Dalam penelitian ini, variabel bebas yang digunakan adalah variasi penambahan *charcoal* pada hidrogel PVA/Borat/*Gracilaria*/KCl berbentuk lembaran serta konsentrasi nutrisi (KCl) pada granula PVA/Borat/*Gracilaria*/*Charcoal*/CaCO₃-KCl.

Variabel terikat adalah variabel yang nilainya dipengaruhi oleh variabel bebas. Variabel terikat yang diamati adalah karakteristik dan performa agrokimia pada kedua jenis hidrogel.

3.5. Alat dan Bahan

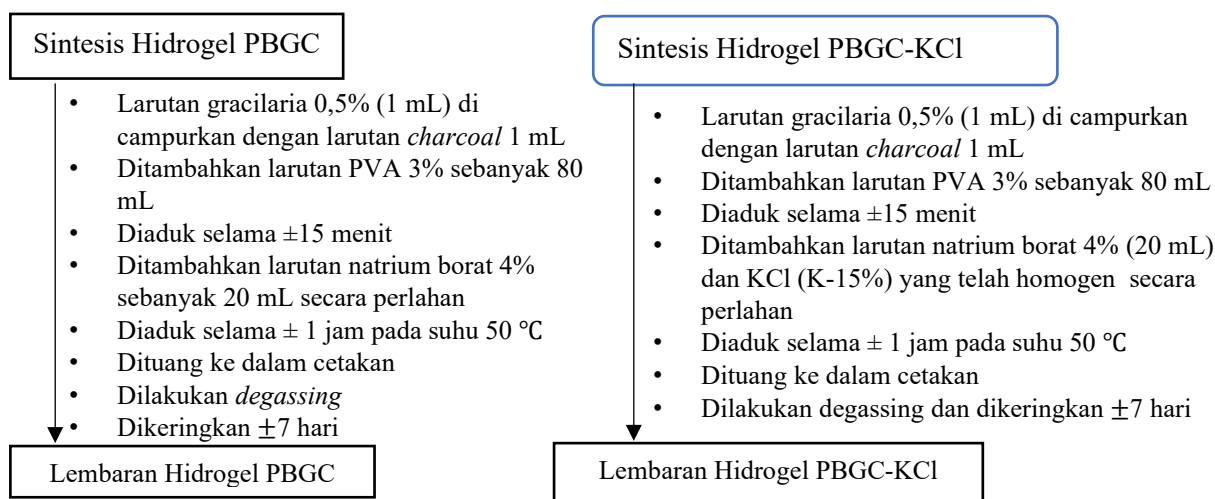
Pada penelitian ini alat yang digunakan yaitu *hotplate*, *overhead stirrer*, labu ukur 50 mL dan 100 mL, gelas ukur 10 mL, 50 mL, dan 100 mL, gelas kimia 100 mL, 250 mL, dan 500 mL, gelas ukur 10 mL, 50 mL, dan 100 mL, cetakan hidrogel 10 cm × 10 cm, stirrer bar, *magnetic stirrer*, pipet tetes, botol semprot, spatula, batang pengaduk, kaca arloji, pH

meter, dan konduktometer. Instrumen yang digunakan, yaitu: *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR), *Scanning electron Microscopy* (SEM), *chopper*, *magnetic stirrer*, *ultrasonic bath*, dan neraca analitik.

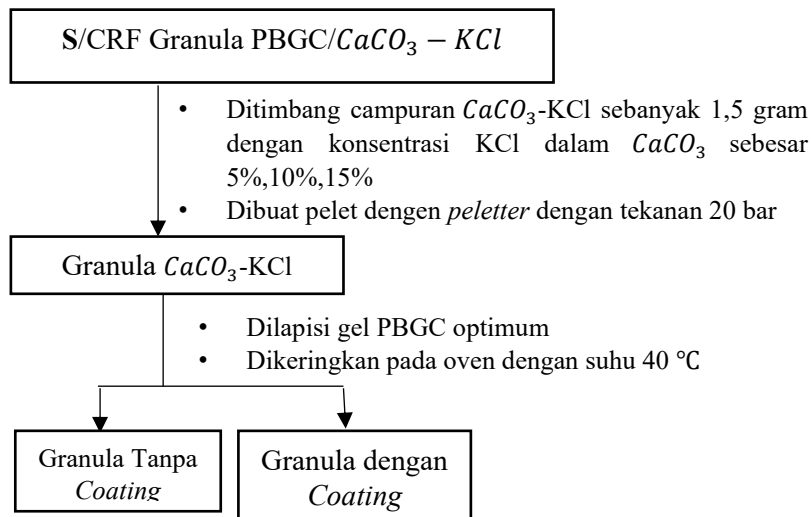
Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu tepung rumput laut (*Gracilariaceae.*), polivinil alkohol (PVA) (Mr: 6000g/mol), aquabides natrium borat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) p.a, kalium klorida (KCl), aquades, *charcoal*, dan kalsium karbonat (CaCO_3).

3.6. Prosedur Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan beberapa tahapan termasuk persiapan bahan, pembuatan bahan prekursor, sintesis serta optimasi komposisi hidrogel. Selanjutnya, dilakukan karakterisasi menggunakan FTIR, SEM, serta analisis agrokimia yang mencakup pengujian *swelling ratio*, kemampuan menahan air, perilaku pelepasan, dan biodegradabilitas.



Gambar 3.2 Prosedur Sintesis Lembaran PBGC dan PBGC-KCl



Gambar 3.3 Pembuatan Granula CaCO₃-KCl

3.6.1. Preparasi Bahan

Tahapan preparasi hidrogel PVA/Borat/*Gracilaria*/Charcoal-KCl terdiri dari pembuatan larutan PVA, larutan natrium borat, larutan *gracilaria*, padatan CaCO₃, dan padatan KCl.

3.6.1.1. Pembuatan Larutan Polivinil Alkohol (PVA) 3%

Sebanyak 3 gram PVA p.a ditimbang dan dilarutkan secara bertahap dalam 100 mL aquabides. Larutan diaduk sambil dipanaskan pada suhu 90 °C sampai menjadi larutan homogen.

3.6.1.2. Pembuatan Larutan Natrium Borat 4%

Sebanyak 4 gram natrium borat p.a ditimbang dan dilarutkan dalam 100 mL aquabides.

3.6.1.3. Pembuatan Larutan Ekstrak *Gracilaria*

Larutan *Gracilaria* dibuat dengan menghaluskan *Gracilaria* menggunakan chopper, lalu dibuat variasi *glacilaria* 0,5 gram; 0,75 gram; dan 1 gram. Serbuk *Gracilaria* dilarutkan ke dalam aquabides sebanyak 100 mL. Larutan diaduk terus menerus disertai dengan pemanasan pada suhu 90 °C hingga menjadi larutan homogen.

3.6.1.4. Pembuatan Charcoal

Charcoal yang digunakan dihasilkan dari pembakaran tempurung kelapa, lalu digiling halus dan disaring menggunakan saringan dengan ukuran 70 mesh. Charcoal dengan konsentrasi 5 ppm, 7,5 ppm, dan 10 ppm dicampurkan ke dalam 100 mL

aquabides 100 mL. Proses pencampuran dilakukan dengan menggunakan sonikator selama 2 jam dengan suhu ruang.

3.6.1.5. Sintesis Granula KCl-CaCO₃

Pembuatan granula dibuat dengan cara mencampurkan serbuk CaCO₃ dengan serbuk KCl dengan variasi persen KCl, yaitu 5%, 10%, dan 15% dengan total 1,5 gram, lalu dihomogenkan dengan diaduk. Setelah itu dicetak ke dalam cetakan FTIR dengan dilapisi gel PVA/Borat/*Gracilaria*/Charcoal yang sudah optimum membentuk sebuah pelet.

3.6.2. Sintesis Hidrogel

3.6.2.1. Sintesis dan Optimasi Hidrogel PVA/Borat/*Gracilaria*/Charcoal

Komposisi hidrogel PVA/Borat/*Gracilaria*/Charcoal yang digunakan pada penelitian ini adalah 80 ml larutan PVA, 20 mL larutan borat, dan larutan *Gracilaria* 0,5% sebanyak 1 mL, dan larutan charcoal sebanyak 1 mL yang divariasikan dengan 3 variasi konsentrasi. Larutan PVA, borat, *Gracilaria*, dan charcoal diaduk menggunakan *magnetic stirrer* sambil dipanaskan pada suhu 50 °C hingga terbentuk cairan dengan konsistensi agak kental. Campuran tersebut kemudian dituangkan ke dalam cetakan hidrogel dan dilakukan proses *degassing* menggunakan *ultrasonic bath*. Setelah itu, hidrogel dikeringkan pada suhu ruangan selama 1 hari, lalu dilanjutkan dengan pengeringan menggunakan kipas selama sekitar 7 hari hingga benar-benar kering. Setelah kering, hidrogel dilepaskan dari cetakan dan disimpan dalam desikator untuk mencegah penyerapan air. Pada tahap optimasi dilakukan dengan 3 parameter uji yaitu SR, WR, dan WCA.

Tabel 3.1 Optimasi Komposisi Matriks PBGC

Sampel	PVA 3% (mL)	Borat 4% (mL)	Gracilaria 0,5% (mL)	Charcoal (ppm)
PBGC ₁	80	20	1	5
PBGC ₂	80	20	1	7,5
PBGC ₃	80	20	1	10

3.6.2.2. Sintesis Lembaran Hidrogel PVA/Borat/*Gracilaria*/Charcoal-KCl

Sintesis matriks hidrogel PBG-KCl dan PBGC-KCl dilakukan dengan cara mencampurkan larutan natrium borat optimum dengan KCl (K-15%) hingga homogen. Larutan PVA optimum dicampurkan dengan *Gracilaria* optimum dan *charcoal* optimum, serta larutan natrium borat-KCl. Kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* sambil dipanaskan pada suhu 50 °C hingga terbentuk cairan dengan konsistensi agak kental. Campuran tersebut kemudian dituangkan ke dalam cetakan hidrogel dan dilakukan proses *degassing* menggunakan *ultrasonic bath*. Setelah itu, hidrogel dikeringkan pada suhu ruangan selama 1 hari, lalu dilanjutkan dengan pengeringan menggunakan kipas selama sekitar 7 hari hingga benar-benar kering. Setelah kering, hidrogel dilepaskan dari cetakan dan disimpan dalam desikator untuk mencegah penyerapan air. Setelah kering, dipotong-potong seukuran 2 × 2 cm.

3.6.2.3. Pelapisan Granula KCl-CaCO₃ dengan Hidrogel PBGC

Pelet KCl-CaCO₃ dilapisi dengan larutan hidrogel PBGC dalam kondisi optimum dengan cara menimbang 4 gram gel PBGC. Lapisi granula KCl-CaCO₃ dengan hidrogel PBGC. Granula yang telah diberi lapisan hidrogel kemudian dikeringkan dalam oven selama 6 jam pada suhu 40 °C. Kemudian di dinginkan hingga suhu ruang.

3.6.3. Karakterisasi dan Kajian Performa

3.6.3.1 *Swelling Ratio*

Uji *swelling ratio* dengan metode gravimetri dilakukan untuk mengukur tingkat elastis hidrogel. Metode ini memberikan informasi penting mengenai kemampuan hidrogel untuk menyerap air dan mengembang, yang menunjukkan elastisitasnya. Proses awal analisis ini melibatkan penimbangan hidrogel kering (W_d), lalu hidrogel direndam dalam 25 mL aquabides di dalam gelas kimia 50 mL. Setiap 2 menit, hidrogel diangkat dari air untuk ditimbang kembali, dan proses ini diulang hingga menit ke-30 sampai tidak terjadi perubahan atau kerusakan. Presentase swelling ratio hidrogel dapat dihitung menggunakan rumus yang dikemukakan oleh (Zhou & Wu, 2011)

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

Massa hidrogel setelah direndam dicatat sebagai (W_s) dan massa hidrogel sebelum perendaman adalah (W_d). Massa yang digunakan adalah selisih antara massa hidrogel setelah dikurangi dan massa wadah.

3.6.3.2 *Water Retention*

Uji *water retention* adalah parameter penting untuk menilai kemampuan hidrogel dalam mempertahankan air selama periode waktu tertentu. Pengujian ini dilakukan pada suhu kamar tanpa menggunakan media khusus, dengan menggunakan hidrogel yang telah mengalami *swelling*. Sampel ditimbang dalam kondisi kering dan setelah perendaman. Selanjutnya, sampel dibiarkan di udara terbuka pada suhu kamar dan massa hidrogel diukur setiap 30 menit selama 3 jam, kemudian diukur kembali keesokan harinya hingga massa konstan. Persentase *Water retention* (%WR) dihitung menggunakan persamaan berikut:

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

Keterangan:

%WR = Presentase *water retention*

W = massa akhir hidrogel konstan (gram)

W_0 = massa hidrogel kering (gram)

W_t = massa hidrogel setiap harinya setelah direndam dalam aquabides (gram)

3.6.3.3. *Water Contact Angle (WCA)*

Sifat hidrofilisitas dapat ditentukan dengan mengukur sudut kontak air (*Water Contact Angle*). Hidrogel yang telah disintesis dipotong menjadi ukuran 1×1 cm. Setelah itu, akuades sebagai *liquid probe* ditetaskan menggunakan *micropipet* sebanyak 20 μ L diatas permukaan hidrogel pada suhu ruang. Ambil gambar tetesan air pada permukaan hidrogel menggunakan kamera setiap gambar diambil 15 detik selama 2 menit untuk satu variasi hidrogel. Selanjutnya, sudut kontak pada gambar yang diperoleh dihitung menggunakan aplikasi *Image J* dengan memanfaatkan fitur *Drop Analysis-Dropsnake* dalam *plugins*. Hasil pengujian hidrogel untuk berbagai jenis kemudian dibandingkan.

3.6.3.4. *Uji Release Behaviour*

Uji perilaku pelepasan dilakukan dengan cara menempatkan sampel hidrogel dalam media aquabides. Hidrogel direndam dalam 400 mL aquabides sambil diaduk

menggunakan stirrer pada kecepatan 200 rpm. Konduktometer dikalibrasi menggunakan larutan standar 1413 $\mu\text{S}/\text{cm}$. Dicatat perubahan konduktivitas dan pH selama pengujian berlangsung.

3.6.3.5. Uji Biodegradabilitas

Pengujian biodegradabilitas dilakukan dengan cara menyimpan sampel ke dalam cawan petri. Sampel ditetaskan dengan lumpur aktif dan dioleskan pada permukaan hidrogel. Cawan petri ditutup dan dicatat perubahan yang terjadi selama dua minggu.

3.6.3.6. Fourier Transforms Infrared Spectroscopy (FTIR)

Uji FTIR dilakukan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam hidrogel. Sampel yang diuji meliputi lembaran PVA/Borat/*Gracilaria* dan PVA/Borat/*Gracilaria*/Charcoal. Sampel hidrogel berbentuk lembaran dapat langsung diuji tanpa perlu preparasi tambahan, dan pengujian dilakukan pada rentang panjang gelombang 4000- 500 cm^{-1} .

3.6.3.7. Instrumen SEM

Pengujian menggunakan instrumentasi SEM bertujuan untuk mengetahui penampang muka hidrogel. Sampel hidrogel kering dengan ukuran $1 \times 1 \text{ cm}$. diletakkan pada plat untuk dianalisis morfologinya. Pengamatan dilakukan pada tegangan percepatan g kV dengan perbesaran 150 $\times$, 1000 $\times$, 2500 $\times$, dan 5000 $\times$ untuk memeriksa bagian permukaan dan penampang hidrogel.