

BAB III METODE PENELITIAN

3.1. Metode Penelitian

Penelitian ini akan menggunakan pendekatan eksperimental dengan sintesis granula S/CRF berbasis *biochar* dari sekam padi dan hidrogel PVA/Borat/Alginat. S/CRF akan di sintesis dalam bentuk granula *biochar* tersisipi KCl yang kemudian dilapisi dengan hidrogel PVA/B/A. Dilakukan beberapa variasi sintesis S/CRF meliputi granula *biochar* tersisipi KCl dengan proses impregnasi (24 jam dan 48 jam) dan non-impregnasi serta masing-masing granula dilapisi dan tidak dilapisi dengan hidrogel PVA/B/A. Produk S/CRF selanjutnya diuji dengan parameter-parameter yang relevan. Data yang diperoleh akan dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif untuk mengetahui karakteristik dan performa dari produk S/CRF.

3.2. Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini terbagi menjadi beberapa tahap yaitu tahap preparasi alat dan bahan, optimasi komposisi, preparasi prekursor, karakterisasi prekursor, sintesis dan karakterisasi produk, serta analisa performa produk. Penelitian tersebut dilaksanakan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan FPMIPA B dan Laboratorium Kimia Instrumen FPMIPA A, Program Studi Kimia, Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pendidikan Indonesia.

3.3. Variabel Penelitian

Variabel bebas adalah variabel yang nilainya ditentukan dan tidak dipengaruhi oleh variabel lain. Adapun variabel bebas yang digunakan dalam penelitian ini adalah perlakuan impregnasi dan pelapisan pada granula S/CRF.

Variabel terikat adalah variabel yang besar nilainya dipengaruhi oleh variabel bebas. Variabel terikat yang diamati dalam penelitian ini adalah karakteristik dan performa agrokimia hidrogel.

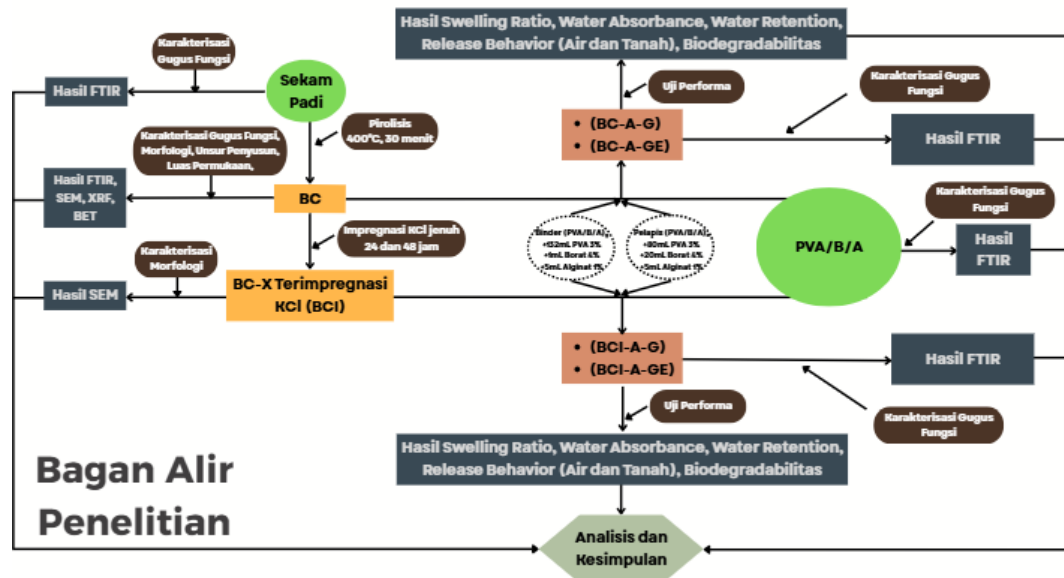
3.4. Alat dan Bahan

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, cetakan granula, pipet tetes, batang pengaduk, spatula, kaca arloji, konduktometer, pH meter, *Fourier Transform Infra-Red (FTIR)*, *Scanning Electron Spectroscopy (SEM)*, *X-Ray Fluorescence (XRF)*, *Brunauer-Emmet-Teller (BET)*, dan *Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)*.

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu polivinil alkohol (PVA) (Mr: 60000 g/mol), natrium borat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$), natrium alginat, sekam padi, kalium klorida (KCl), aquadest, dan aquabidest.

3.5. Desain Penelitian

Secara garis besar desain penelitian yang dilakukan digambarkan sebagaimana diagram pada **Gambar 3.1**.



Rumusan Masalah	Tujuan penelitian	Parameter	Instrumentasi/Metode
Bagaimana karakteristik fisiko-kimia <i>biochar</i> sekam padi yang di pirolisis pada suhu 400°C?	Mengetahui karakteristik fisiko-kimia <i>biochar</i> sekam padi yang di pirolisis pada suhu 400°C	Unsur Penyusun	XRF
		Gugus Fungsional	FTIR-ATR
		Morfologi Permukaan	SEM
		Luas Permukaan dan Volume Pori	BET
Bagaimana karakteristik fisiko-kimia hidrogel (PVA/B/A)?	Mengonfirmasi karakteristik fisiko-kimia hidrogel PVA/B/A yang akan digunakan sebagai pelapis.	Gugus Fungsional	FTIR-ATR
Bagaimana karakteristik fisiko-kimia granula S/CRF yang terbuat dari campuran <i>biochar</i> sekam padi, hidrogel (PVA/B/A), dan KCl?	Mengetahui karakteristik fisiko-kimia granula S/CRF, yang meliputi (BC-A-G), (BC-A-GE), (BCI-A-G), dan (BCI-A-GE).	Gugus Fungsional	FTIR-ATR
Bagaimana performa agrokimia granula S/CRF yang terbuat dari campuran <i>biochar</i> sekam padi, hidrogel (PVA/B/A), dan KCl?	Mengetahui performa agrokimia granula S/CRF, yang meliputi (BC-A-G), (BC-A-GE), (BCI-A-G), dan (BCI-A-GE).	Water Absorbance	Gravimetri
		Swelling Ratio	Gravimetri
		Water Retention	Gravimetri
		Release Behavior (Media Air)	Konduktivitas
		Release Behavior (Media Tanah)	AAS
		Biodegradabilitas	Organoleptik

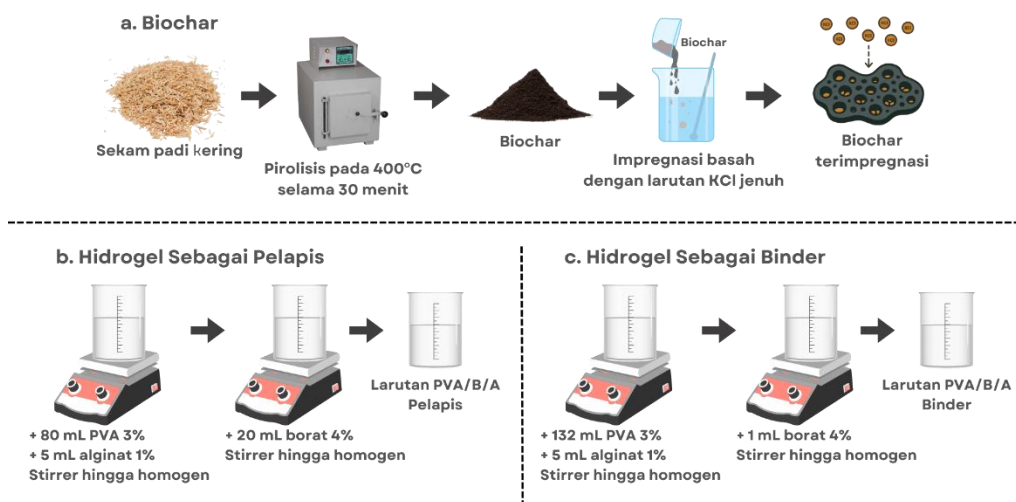
Gambar 3.1 Desain Penelitian

3.6. Prosedur Penelitian

Penelitian ini terbagi menjadi beberapa tahap yaitu tahap preparasi prekursor S/CRF; karakterisasi prekursor S/CRF yaitu *biochar* meliputi SEM, XRF, BET, FTIR dan hidrogel meliputi FTIR; sintesis S/CRF, karakterisasi S/CRF dengan FTIR; serta analisa performa agrokimia S/CRF yang meliputi *swelling ratio*, *water absorbance*, *water retention*, *release behavior* pada media air, *release behavior* pada media tanah, dan biodegradabilitas.

1. Preparasi Prekursor S/CRF

Tahapan preparasi prekursor S/CRF meliputi preparasi; *biochar*, hidrogel PVA/B/A sebagai *binder*, dan hidrogel PVA/B/A sebagai pelapis. Tahapan ini dapat dilihat pada **Gambar 3.2**.

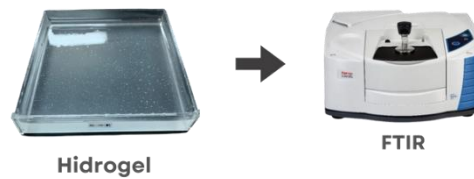


Gambar 3.2 Preparasi Prekursor S/CRF

2. Karakterisasi Prekursor S/CRF

Tahapan karakterisasi prekursor S/CRF meliputi karakterisasi *biochar* dengan menggunakan SEM, XRF, BET, dan FTIR, serta karakterisasi hidrogel dengan menggunakan FTIR. Tahapan ini dapat dilihat pada **Gambar 3.3**.

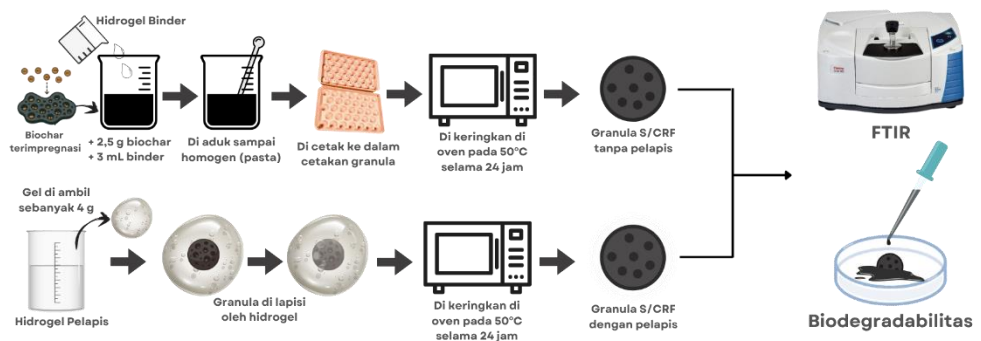




Gambar 3.3 Karakterisasi Prekursor S/CRF

3. Sintesis dan Karakterisasi Granula S/CRF

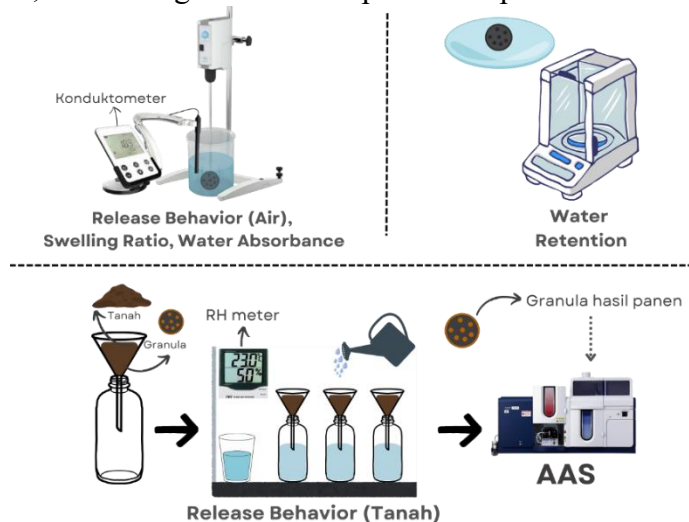
Tahapan sintesis dan karakterisasi granula S/CRF dapat dilihat pada **Gambar 3.4**.



Gambar 3.4 Sintesis dan Karakterisasi Granula S/CRF

4. Uji Performa S/CRF

Tahapan uji performa S/CRF meliputi *swelling ratio*, *water absorbance*, *water retention*, *release behavior* pada media air, *release behavior* pada media tanah, dan biodegradabilitas dapat dilihat pada **Gambar 3.5**.



Gambar 3.5 Uji Performa Granula S/CRF

3.6.1. Preparasi Bahan Prekursor S/CRF

1. Pembuatan larutan polivinil alkohol (PVA) 3%

Padatan PVA (Mr: 6000 gram/mol) ditimbang sebanyak 3gram lalu dilarutkan hingga 100 mL menggunakan aquadest. Larutan kemudian dihomogenkan menggunakan *magnetic stirrer* disertai pemanasan pada suhu 90°C selama kurang lebih 3 jam hingga larut.

2. Pembuatan larutan borat 4%

Padatan $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ atau natrium borat ditimbang sebanyak 4gram lalu dilarutkan hingga 100 mL dengan aquadest menggunakan labu ukur 100mL. Larutan kemudian dihomogenkan hingga semua padatan larut sempurna.

3. Pembuatan larutan alginat 1%

Padatan alginat ditimbang sebanyak 1gram lalu dilarutkan hingga 100 mL menggunakan aquadest. Alginat direndam dalam aquadest terlebih dahulu selama kurang lebih 10 menit agar mudah larut. Kemudian larutan dipanaskan dan diaduk pelan menggunakan *magnetic stirrer* hingga suhu 60-80°C. Pemanasan dan pengadukan dilakukan hingga alginat larut sempurna dan tidak meninggalkan gumpalan.

4. Pembuatan hidrogel PVA/B/A sebagai *binder*

Hidrogel PVA/B/A sebagai *binder* di sintesis dengan cara mencampurkan 132mL larutan PVA 3% dan 5mL larutan alginat 1% hingga larutan homogen. Kemudian, larutan borat 4% sebanyak 1mL ditambahkan ke dalam campuran PVA/A untuk menghasilkan hidrogel PVA/B/A sambil diaduk dengan pemanasan 50°C selama 1 jam hingga larutan homogen.

5. Pembuatan hidrogel PVA/B/A sebagai pelapis

Hidrogel PVA/B/A sebagai pelapis di sintesis dengan cara mencampurkan 80mL larutan PVA 3% dan 5mL larutan alginat 1% hingga larutan homogen. Kemudian, larutan borat 4% sebanyak 20mL

ditambahkan ke dalam campuran PVA/A untuk menghasilkan hidrogel PVA/B/A sambil diaduk dengan pemanasan 50°C selama 1 jam hingga larutan homogen.

6. Pembuatan *biochar* sekam padi (BC)

Sekam padi sebagai bahan baku utama dikeringkan terlebih dahulu untuk mengurangi kadar airnya. Sekam padi kering kemudian diproses melalui pirolisis pada suhu 400° selama 30 menit, yaitu pemanasan dalam kondisi terbatas oksigen, untuk menghasilkan *biochar*. *Biochar* sekam padi hasil pirolisis di haluskan dan di ayak sampai berukuran 70 mesh. Kemudian, *biochar* di cuci dengan menggunakan aquadest sebanyak 500mL untuk menghilangkan pengotor, di saring menggunakan corong dan labu buchner dengan bantuan vakum, serta di keringkan dalam oven pada suhu 50°C sampai kering.

7. Pembuatan *biochar* sekam padi terimpregnasi KCl (BCI)

Selanjutnya, *biochar* hasil pencucian di impregnasi dengan larutan KCl jenuh pada suhu kamar (*wet impregnation*). BC sebanyak 5 g ditimbang dan dilarutkan ke dalam 50mL larutan KCl jenuh sambil di aduk dengan kecepatan 300rpm. Dilakukan dua variasi waktu impregnasi yaitu 24 jam dan 48 jam yang disimbolkan dengan BCI₂₄ dan BCI₄₈ secara berturut- turut. Kemudian, BCI di saring dan di cuci dengan 200mL aquades untuk menghilangkan sisa KCl dari permukaan BCI, serta di keringkan dalam oven pada suhu 50°C sampai kering.

3.6.2. Sintesis Granula S/CRF

Selanjutnya, *biochar* yang telah diproses, baik BC dan BCI dicampurkan dengan padatan KCl untuk membentuk campuran *biochar*-KCl. Informasi terkait perhitungan komposisi *biochar* dan KCl dalam granula dapat dilihat pada **Lampiran 1**. Sebanyak 2,5gram campuran

biochar-KCl ini ditambahkan dengan 3mL larutan hidrogel *binder* dan diaduk sampai membentuk campuran yang homogen. Kemudian campuran tersebut dicetak menggunakan cetakan granula dan dikeringkan pada suhu ruang selama 1 hari serta dalam oven pada suhu 50°C sampai kering untuk membentuk granula. Maka, diperoleh granula (BC-A-G), (BCI₂₄-A-G), dan (BCI₄₈-A-G)

Selanjutnya, dilakukan proses pelapisan granula dengan hidrogel pelapis. Sebanyak 4 g hidrogel pelapis ditimbang dan digunakan untuk melapisi/membungkus satu buah granula. Granula yang telah terlapisi hidrogel tersebut kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 50°C sampai kering. Maka, diperoleh granula (BC-A-GE), (BCI₂₄-A-GE), dan (BCI₄₈-A-GE).

3.6.3. Uji Karakterisasi Prekursor S/CRF dan Granula S/CRF

1. Karakterisasi menggunakan Spektrofotometer FTIR-ATR

Karakterisasi dengan menggunakan FTIR-ATR bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terbentuk serta mengungkapkan interaksi kimia pada *biochar* sekam padi dan antar prekursor S/CRF. Prinsip kerja FTIR didasarkan pada penyerapan radiasi inframerah oleh molekul, yang mengakibatkan vibrasi molekul. Setiap prekursor menghasilkan spektrum dengan pola khas yang unik.

Dalam karakterisasi FTIR-ATR, sampel berbentuk padatan bubuk *biochar* dan granula S/CRF dapat langsung dianalisis tanpa memerlukan preparasi tambahan. Pengukuran dilakukan pada rentang bilangan gelombang 4000 - 400 cm⁻¹. Sampel yang di analisis meliputi *biochar* sekam padi, hidrogel PVA/B/A, dan granula *biochar*-KCl terimpregnasi dan tidak terimpregnasi, serta terlapisi maupun tidak terlapisi hidrogel PVA/B/A.

2. Karakterisasi dengan SEM

Analisis morfologi sampel dilakukan menggunakan mikroskop elektron terpindai (SEM) dengan instrumen JEOL JSM 6510 LA. Karakterisasi ini bertujuan untuk mengamati struktur morfologi permukaan dan struktur pori *biochar*. Citra morfologi dihasilkan melalui deteksi elektron hambur balik atau elektron sekunder yang berasal dari permukaan sampel. Sampel berupa padatan *biochar* berukuran 70 mesh, ditempelkan pada wadah sampel menggunakan perekat karbon, lalu dilapisi dengan lapisan Ag-Pd dalam kondisi vakum untuk mencegah akumulasi muatan elektrostatis. Analisis dilakukan pada tegangan percepatan 5 kV dengan tingkat perbesaran 5000x dan 10000x. Sampel yang di analisis meliputi *biochar* sebelum dan sesudah impregnasi (24 jam dan 48 jam).

3. Karakterisasi dengan XRF

Karakterisasi unsur kimia dilakukan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk mengidentifikasi dan memetakan kandungan unsur logam dan non-logam dalam *biochar*. Prinsip XRF bekerja dengan memaparkan sampel pada sinar-X berenergi tinggi, yang akan memicu pelepasan sinyal karakteristik dari atom-atom dalam sampel. Sinyal ini kemudian dianalisis untuk menentukan jenis dan konsentrasi unsur. Proses pengujian XRF dilakukan tanpa preparasi kimia lanjutan, karena metode ini bersifat non-destruktif dan dapat langsung dilakukan pada padatan berbentuk serbuk halus (Jenkins, 1999). Sebelum analisis, *biochar* dikeringkan pada suhu ruang, kemudian digerus dan diayak menggunakan ayakan 70 mesh agar homogen.

Hasil XRF digunakan untuk mengetahui keberadaan unsur-unsur seperti K, Ca, Mg, Si, Al, Fe, dan logam-logam lainnya, baik yang bersifat esensial maupun berpotensi toksik bagi tanah dan tanaman. Informasi ini penting untuk mengevaluasi kesesuaian *biochar* sebagai

bahan pembawa nutrien dalam S/CRF. Misalnya, keberadaan Si yang tinggi berasal dari dinding sel sekam padi dan berkontribusi pada kestabilan kimia dan sifat hidrofobik *biochar* (Tsai *et al.*, 2006).

4. Karakterisasi dengan BET

Analisis *Brunauer-Emmett-Teller* (BET) digunakan untuk mengukur luas permukaan spesifik (*specific surface area*) dan volume pori (*pore volume*) *biochar*. BET merupakan metode yang memanfaatkan adsorpsi gas nitrogen pada suhu 77 K (-196°C) untuk menghitung jumlah total permukaan yang tersedia dalam bahan berpori. Semakin besar luas permukaan dan volume pori, maka semakin besar kapasitas adsorpsi *biochar* terhadap air dan nutrien, yang merupakan indikator penting dalam aplikasi S/CRF (Lehmann & Joseph, 2024).

Sebelum dilakukan analisis BET, *biochar* dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C selama 24 jam untuk menghilangkan kelembaban, lalu didesikasikan dan dimasukkan ke dalam tabung analisis. Sampel kemudian melalui tahap *degassing*, yaitu pemanasan vakum pada suhu 300°C selama 3 jam untuk menghilangkan molekul-molekul gas atau uap yang teradsorpsi pada permukaan. Setelah itu, analisis dilakukan dengan injeksi gas nitrogen secara bertahap ke dalam sampel, dan *isotherm* adsorpsi-desorpsi direkam oleh alat. Data ini digunakan untuk menghitung luas permukaan menggunakan persamaan BET dan volume pori total melalui metode DFT (*Density Functional Theory*).

Karakterisasi BET dilakukan untuk mengkonfirmasi bahwa *biochar* memiliki porositas yang memadai untuk menyimpan nutrien serta mendukung pelepasan lambat. Hasil analisis ini menjadi dasar dalam menganalisis hubungan antara karakter fisik *biochar* dan performa pelepasan nutrien dalam penelitian ini.

3.6.4. Uji Performa Agrokimia

1. *Swelling Ratio (SR)*

Swelling ratio adalah ukuran kemampuan hidrogel untuk mengembang, dinyatakan dalam bentuk fraksi atau persen. *Swelling ratio* didefinisikan sebagai peningkatan massa granula setelah direndam dalam air, dikoreksi terhadap massa awalnya. Pengujian *swelling ratio* dilakukan bersamaan dengan pengujian *release behavior* pada media air. Pengukuran *swelling ratio* dilakukan menggunakan metode gravimetri untuk mengevaluasi tingkat elastisitas hidrogel. Granula S/CRF yang telah terlapisi hidrogel ditimbang untuk memperoleh massa keringnya (W_0). Granula direndam dalam 400 mL air suling dalam gelas kimia selama tiga jam sembari dilakukan pengujian *release*. Kemudian, dilakukan penimbangan granula di akhir pengujian untuk memperoleh massa basah (W_t). Nilai *swelling ratio* dihitung menggunakan persamaan berikut (Muthoharoh, 2012):

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

dimana W_t adalah massa granula basah dan W_0 adalah massa granula kering sebelum perendaman dalam gram. Nilai ini menggambarkan sejauh mana hidrogel mengalami ekspansi dan retensi air, yang dipengaruhi oleh struktur jaringan polimer dan kapasitas interaksinya dengan air.

2. *Water Absorbance (WA)*

Water absorbance adalah ukuran total kemampuan granula dalam menyerap atau menampung air, dinyatakan dalam bentuk fraksi atau persen. Tidak seperti *swelling ratio* yang hanya menilai ekspansi hidrogel, *water absorbance* memperhitungkan jumlah air yang tertahan baik di dalam lapisan hidrogel maupun di dalam pori-pori *biochar* di inti granula. Pengujian *water absorbance* dilakukan bersamaan dengan pengujian *release behavior* pada media air. Pengukuran *water*

absorbance dilakukan menggunakan metode gravimetri untuk mengevaluasi tingkat elastisitas hidrogel. Granula S/CRF yang telah terlapisi hidrogel ditimbang untuk memperoleh massa keringnya (W_0). Granula direndam dalam 400 mL air suling dalam gelas kimia selama tiga jam sembari dilakukan pengujian *release*. Kemudian, dilakukan penimbangan granula di akhir pengujian untuk memperoleh massa basahnya (W_t). Untuk memperoleh nilai W_w , digunakan pendekatan perhitungan massa akumulatif sistem (disebut W_t') yang mencakup granula, hidrogel, air terserap, sisa KCl dalam granula, serta KCl yang sudah keluar. Nilai W_t' ini dihitung berdasarkan konversi nilai konduktivitas air menjadi massa KCl terlarut, menggunakan kurva kalibrasi KCl. Selanjutnya, massa air terserap (W_w) diperoleh dari selisih antara W_t' dan W_t . Nilai *water absorbance* dihitung menggunakan persamaan berikut (Muthoharoh, 2012):

$$(\%WA) = \frac{W_w}{W_0} \times 100\%$$

dimana W_w adalah massa air yang masuk ke dalam granula dan W_0 adalah massa granula kering sebelum perendaman dalam gram.

3. *Water Retention (WR)*

Pengujian retensi air (*water retention*) merupakan salah satu parameter untuk mengevaluasi performa granula S/CRF dalam mempertahankan air selama periode waktu tertentu. Sampel untuk pengujian ini berasal dari sampel hasil perendaman yang digunakan dalam pengujian *release behavior*, *swelling ratio*, dan *water absorbance*. Granula yang telah direndam dalam pengujian tersebut ditempatkan dalam wadah yang sudah ditimbang sebelumnya, lalu disimpan di dalam desikator. Penimbangan massa granula dilakukan setiap 30 menit selama beberapa hari hingga massa sampel mencapai

kondisi konstan. Persentase retensi air (%WR) dihitung menggunakan persamaan berikut (Durpekova *et al.*, 2021):

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

Keterangan:

WR : Persentase *water retention* (%)

W_0 : Massa **hidrogel** kering (g)

W_t : Massa hidrogel setiap hari setelah ditambahkan aquadest (g)

W_∞ : Massa akhir hidrogel konstan (g)

4. *Release Behavior (RB)*

Pengujian perilaku pelepasan (*release behavior*) dilakukan pada media air dan tanah. Pada media air, dilakukan dengan memasukkan sampel granula S/CRF ke dalam media aquabides, kemudian diaduk menggunakan *overhead stirrer* pada kecepatan 250 rpm. Selama pengadukan berlangsung, konduktivitas diukur setiap 30 detik hingga nilai konduktivitas mencapai kondisi stabil. Semua perubahan pada konduktivitas selama proses pengujian dicatat secara terperinci. Konduktivitas larutan dianggap sebagai representasi jumlah ion K^+ dan Cl^- yang telah terlepas dari granula ke dalam media air

Pada media tanah, granula S/CRF di kubur dalam tanah pada wadah tertutup dan dilakukan penyiraman setiap hari selama interval waktu yang telah ditentukan. Granula yang mencapai waktu yang telah ditentukan kemudian di panen dan di uji kadar kalium yang tersisa dalam granula menggunakan AAS melalui proses destruksi granula terlebih dahulu.

5. *Biodegradabilitas*

Biodegradabilitas merupakan proses di mana bahan diuraikan secara kimiawi oleh organisme hidup, khususnya mikroorganisme, sehingga menghasilkan senyawa-senyawa yang tidak berbahaya dan

tidak menimbulkan risiko lingkungan dalam jangka panjang. Uji biodegradabilitas bertujuan untuk memastikan bahwa bahan dapat terdegradasi secara efektif di lingkungan (Saputro & Ovita, 2017). Pengujian ini dilakukan dengan mengaplikasikan lumpur aktif pada permukaan granula S/CRF. Tanda-tanda degradasi pada granula dapat diamati dari munculnya bercak pada permukaannya. Pengamatan berlangsung selama 70 hari untuk mengevaluasi potensi kerusakan granula S/CRF.