

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Riset Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Untuk keperluan analisis FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI, analisis AAS dilakukan di TEKMIIRA, dan analisis XRD dilakukan di Laboratorium Pusat Survei Geologi. Waktu penelitian di mulai pada bulan Maret 2013 sampai dengan Januari 2014.

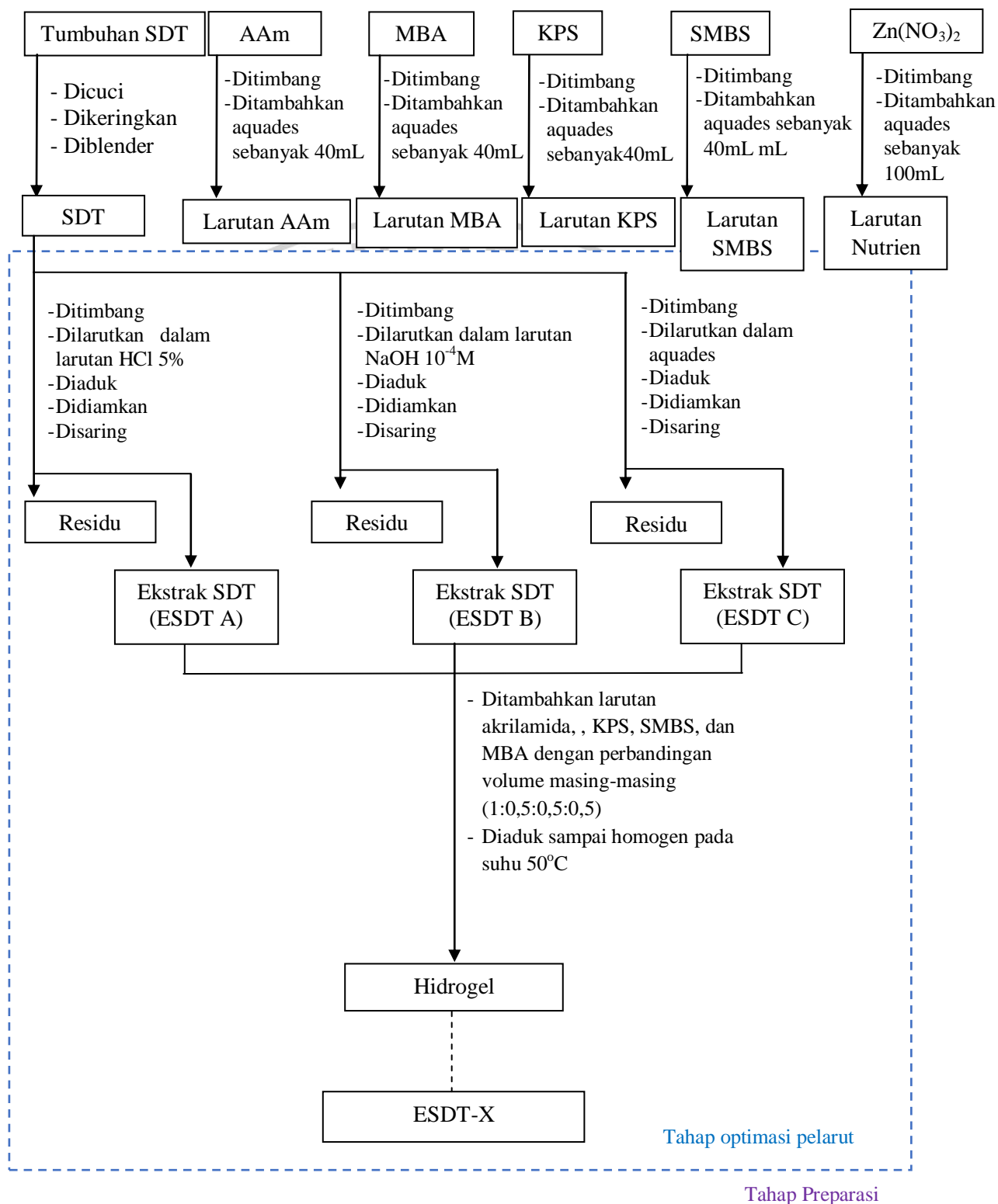
3.2 Alat-Alat Penelitian

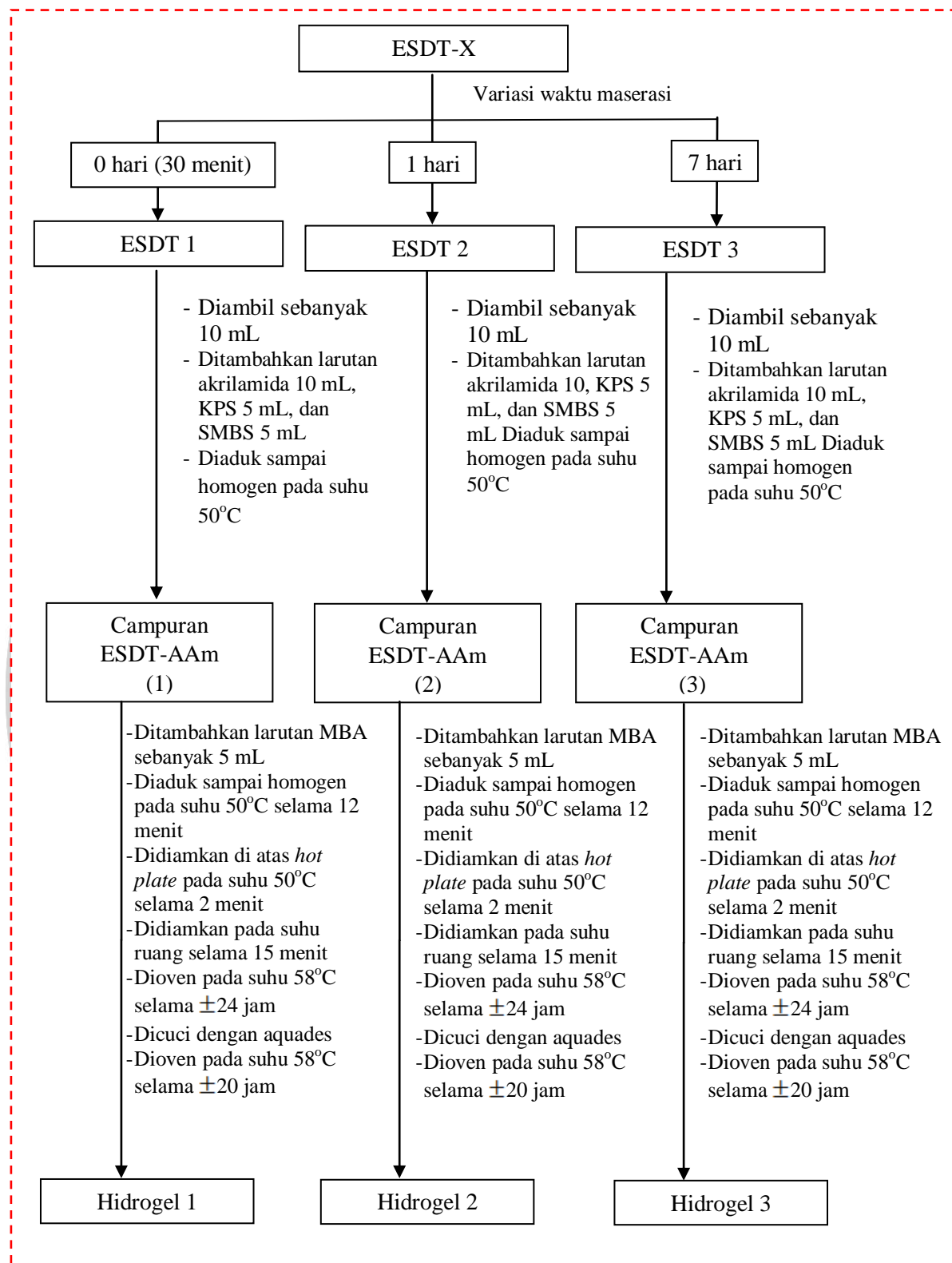
Preparasi dan sintesis hidrogel CRF menggunakan beberapa alat sebagai berikut: gelas kimia (50 mL, 100 mL, dan 250 mL), gelas ukur (10 mL dan 50 mL), labu ukur (100 mL dan 250 mL), kaca arloji, neraca analitik, botol semprot, kertas saring, spatula, batang pengaduk, oven, plastik *wraps*, aluminium *foil*, *stopwatch*, pipet tetes, blender. Instrumentasi yang digunakan untuk keperluan karakterisasi adalah FTIR (Shimadzu), AAS (Verkin Kelmer), dan XRD (X'Pert PRO).

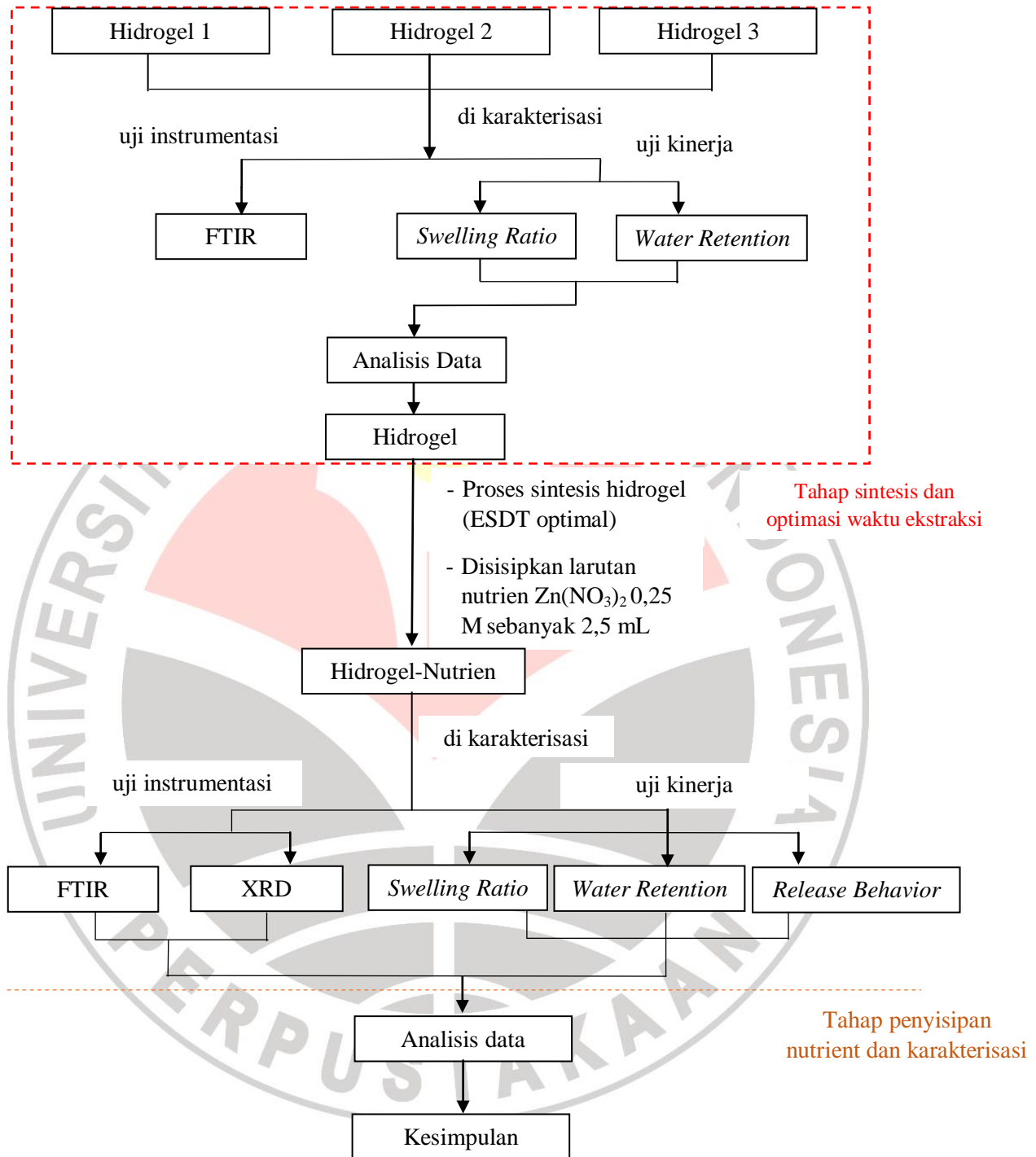
3.3 Bahan- Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan adalah simplisia SDT, monomer akrilamida, N'-N metilenbis akrilamida (MBA), kalium persulfat (KPS), sodium metabisulfit (SMBS), asam klorida, zink nitrat ($Zn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$), NaOH dan aquades.

3.4 Prosedur Penelitian







Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.4.1 Tahap Preparasi

3.4.1.1. Pembuatan Larutan Asam Klorida 5%

Larutan asam klorida 37% dipipet sebanyak 33,8 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL, lalu ditambahkan aquades sampai volume 250 mL dan dihomogenkan.

3.4.1.2. Pembuatan Larutan NaOH 10^{-4} M

NaOH ditimbang sebanyak 0,0004 gram, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL, lalu ditambahkan aquades sampai volume 1000 mL dan dihomogenkan.

3.4.1.3. Pembuatan Larutan Akrilamida 1,4 M

Akrilamida ditimbang sebanyak 4,002 gram, kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL, lalu ditambahkan aquades sebanyak 40 mL dan dihomogenkan.

3.4.1.4. Pembuatan Larutan MBA 0,13 M

MBA ditimbang sebanyak 0,8002 gram, kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL, lalu ditambahkan aquades sebanyak 40 mL dan dihomogenkan.

3.4.1.5. Pembuatan Larutan Kalium Persulfat (KPS) 1,4 M

KPS ditimbang sebanyak 2,013 gram, kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 50 mL, lalu ditambahkan aquades sebanyak 5 mL dan dihomogenkan.

3.4.1.6. Pembuatan Larutan Sodium Metabisulfit (SMBS) 0,07 M

SMBS ditimbang sebanyak 0,5604 gram, kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL, lalu ditambahkan aquades sebanyak 40 mL dan dihomogenkan.

3.4.1.7. Tahap Pembuatan Nutrien 0,25 M

Zink nitrat ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ditimbang sebanyak 6,5349 gram. Kemudian dilarutkan ke dalam aquades 50 mL, dihomogenkan dan ditambahkan kembali aquades hingga volume 100 mL.

3.4.1.8. Tahap Pembuatan Ekstrak SDT

Simplisia SDT dikeringkan di udara terbuka selama 6 jam. Simplisia yang telah kering kemudian dihaluskan menggunakan blender. Pembuatan ekstrak SDT dilakukan dengan cara simplisia SDT yang telah dihaluskan, ditimbang sebanyak 20 gram lalu dilarutkan ke dalam tiga jenis pelarut yang berbeda yaitu larutan HCl 5%, larutan NaOH 10^{-4} M, dan aquades masing-masing sebanyak 100 mL. Kemudian diaduk menggunakan batang pengaduk. Ekstrak yang didapat kemudian disaring menggunakan corong kaca dan kertas saring, filtrat SDT dengan HCl 5%, NaOH 10^{-4} M, dan aquades secara berturut-turut disebut ESDT A, ESDT B, dan ESDT C. Selanjutnya ESDT digunakan dalam pembuatan hidrogel. Ditambahkan AAm, KPS, SMBS, dan MBA kepada masing-masing ESDT dengan perbandingan volume ESDT:AAm:KPS:SMBS:MBA (1:1:0,5:0,5:0,5). Dari hasil sintesis akan didapat ESDT optimal (ESDT-X) yang ditunjukkan dengan terbentuknya hidrogel.

3.4.2 Tahap Sintesis

3.4.2.1. Optimasi Waktu Ekstraksi SDT

Ekstrak SDT hasil optimasi pelarut (ESDT-X) diambil dengan jumlah yang sama pada tiap waktu ekstraksi (0, 1, dan 7 hari) dengan mencampurkan pereaksi dalam jumlah yang sama (Tabel 3.1). Hidrogel yang terbentuk kemudian di uji kinerja dan instrumentasi. Uji kinerja hidrogel meliputi *swelling ratio* dan *water retention*, sedangkan uji instrumentasi dengan analisis FTIR. Dari hasil uji akan didapatkan waktu optimum ekstraksi SDT yang ditunjukkan dengan hasil uji optimum dari hidrogel.

Tabel 3.1 Optimasi waktu ekstraksi SDT

Waktu ekstraksi SDT (hari)	ESDT	Akrilamida	MBA	KPS	SMBS
0	10 mL	10 mL	5 mL	5 mL	5 mL
1	10 mL	10 mL	5 mL	5 mL	5 mL
7	10 mL	10 mL	5 mL	5 mL	5 mL

3.4.2.2. Sintesis Hidrogel

Campurkan larutan ekstrak SDT kondisi optimal, akrilamida, larutan KPS dan SMBS dalam gelas kimia 250 mL, kemudian diaduk selagi dipanaskan pada suhu 50°C. Kemudian ditambahkan larutan MBA. Diaduk selagi dipanaskan kembali dengan suhu yang sama selama 12 menit hingga homogen. Hidrogel yang terbentuk dikeringkan dengan menggunakan oven selama ± 24 jam pada suhu 58°C. Kemudian hidrogel dicuci menggunakan aquades dan dikeringkan kembali menggunakan oven selama ± 20 jam pada suhu 58°C.

3.4.3 Sintesis Hidrogel CRF (*Controlled Release Fertilizer*)

3.4.3.1 Penyisipan Nutrien ke dalam Hidrogel

Hidrogel hasil sintesis dalam kondisi optimum disisipkan nutrisi yang dalam bentuk larutan nutrien. Metode yang digunakan yaitu larutan nutrien disisipkan ke dalam hidrogel pada saat proses sintesis. Adapun mikronutrien yang disisipkan yaitu Zink Nitrat 0,25 M. Selanjutnya hidrogel yang ditambahkan nutrien akan di karakterisasi dan serta di uji kinerjanya melalui pengukuran FTIR, XRD, uji *swelling ratio*, *water retention*, dan *release behavior*.

3.4.3.2 Tahap Karakterisasi Struktur Morfologi Hidrogel

3.4.3.2.1 *Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy*

Karakterisasi FTIR ini dilakukan untuk mengetahui interaksi kimia (gugus fungsi) dalam pembentukan hidrogel. Spesifikasi alat FTIR yang digunakan adalah SHIMADZU FTIR-8400, jenis sampel yang dikarakterisasi

dengan FTIR yaitu SDT, Akrilamida, MBA, hidrogel dengan kondisi waktu optimasi berbeda (0, 1, dan 7 hari). Sampel dihaluskan kemudian dipadatkan bentuk pelet KBr. Sampel KBr kemudian dianalisa dengan FTIR *spectrometer*. Spektrum direkam dalam daerah bilangan gelombang dari 4000 cm⁻¹ sampai 600 cm⁻¹. Spektrum yang diperoleh kemudian dibandingkan satu sama lain untuk melihat interaksi kimia dan meramalkan mekanisme reaksi yang terjadi dalam pembentukan hidrogel.

3.4.3.2.2 X-Ray Diffraction (XRD) (Cu ke α) (X-Pert PRO)

Pengujian XRD ditujukan untuk menentukan kristalinitas hidrogel digunakan instrumentasi XRD dimana energi yang digunakan adalah 50kV/300mA dan sumber radiasi (Cu ke α). Sebelum pengukuran, hidrogel terlebih dahulu dikeringkan dan kemudian dihaluskan. Setelah itu, sampel hidrogel ditempatkan pada sampel holder kemudian dianalisa XRD dan diperoleh difraktogram dari sampel. Jarak inter layer dan kristalinitas sampel dapat ditentukan dengan menganalisa menggunakan persamaan Bragg dan Scherrer. Persamaan Bragg dapat menentukan jarak inter layer, sehingga dengan menggunakan persamaan Scherrer dapat menentukan nilai kristalinitas.

Persamaan Bragg:

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \dots \dots \dots (3.1)$$

Dimana d adalah jarak inter layer, λ adalah panjang gelombang, n adalah orde difraksi, dan θ adalah sudut difraksi.

Persamaan Scherrer:

$$L = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} \dots \dots \dots (3.2)$$

Dimana L adalah nilai kristalinitas, K adalah faktor bentuk dari kristal/tetapan (0,92), β adalah *full width at half maximum* (rad), dan θ adalah sudut difraksi.

3.4.3.3 Uji Kinerja Hidrogel

3.4.3.3.1 *Swelling Ratio*

Untuk mempelajari *swelling* hidrogel, digunakan metode *swelling ratio* dari sampel hidrogel dapat ditentukan melalui gravimetri. *Swelling rasio* diperlukan untuk mengetahui tingkat elastisitas hidrogel. Hidrogel kering ditimbang (W_d) lalu direndam dalam 25 mL aquades dalam gelas kimia 100 mL. Setelah beberapa saat, hidrogel diangkat dan permukaannya dikeringkan dengan menggunakan kertas hisap. Hidrogel kemudian ditimbang kembali berdasarkan rentang waktu yang telah ditentukan (tiap 2 menit selama 10 menit, kemudian 5 menit selama 50 menit, 10 menit selama 30 menit, 30 menit selama 180 menit dan setiap satu hari selama 3 hari) setelah waktu pengangkatan hidrogel (W_s). *Swelling Rasio* pada hidrogel dipelajari dengan menggunakan persamaan 2.1.

3.4.3.3.2 *Water Retention (Retensi Air)*

Faktor *water retention* dalam hidrogel berfungsi untuk mempertahankan kelembaban dan kandungan nutrisi dalam tanah pertanian. Untuk mempelajari *water retention* tanah yang mengandung hidrogel, sampel hidrogel kering ditanam di dalam 40 g tanah kering yang ditempatkan dalam cangkir (A). Sejumlah 40 g tanah kering lain tanpa hidrogel ditempatkan dalam cangkir (B), kemudian setiap cangkir ditimbang (W). Setelah itu, air suling sebanyak 25 mL ditambahkan ke dalam kedua cangkir dan ditimbang kembali (W_o). Cangkir tersebut disimpan pada kondisi suhu kamar yang sama dan ditimbang setiap hari (W_t) sampai berat tanah kembali seperti sebelum ditambahkan air suling. *Water retention (%WR)* dari hidrogel kemudian dihitung dengan Persamaan 2.2.

3.4.3.3.3 *Release Behavior*

Profil release nutrisi dalam hidrogel dapat ditentukan dari pengukuran absorpsi dan desorpsi nutrisi pada dan dari hidrogel dengan menggunakan bantuan instrumentasi AAS (*Atomic Absorption Spectroscopy*). Pengukuran dengan AAS untuk mengetahui perubahan konsentrasi pada hidrogel sebelum dan setelah pelepasan nutrisi dengan cara mengukur larutan standar terlebih dahulu untuk membuat kurva standar kalibrasi, yaitu hubungan linier antara absorbansi

(sumbu Y) dan konsentrasi (sumbu X). Kurva standar ini digunakan untuk menentukan konsentrasi sampel yang terukur dengan cara hidrogel kering direndam ke dalam larutan nutrisi zink nitrat dengan konsentrasi 1, 2, 3, 4, dan 5 ppm selama 1 jam kemudian hidrogel yang telah *dicoating* nutrisi ditanamkan ke dalam 50 mL aquades selama 1 jam. Konsentrasi nutrisi yang terdesorpsi dari hidrogel ditentukan dengan mengukur konsentrasi dengan metode AAS pada panjang gelombang 766.5 nm, energi 64 %, dan intensitas waktu 0,7 detik. Pengukuran dilakukan secara triplo.

