

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini terbagi menjadi beberapa tahapan yang meliputi preparasi granula kapur-lempung-KCl, preparasi larutan hidrogel PVA-borat 1%, pelapisan granula oleh hidrogel PVA-borat, karakterisasi hidrogel PVA-borat menggunakan FTIR, pengujian *swelling ratio; water retention; release behavior*. Penelitian tersebut dilakukan di Laboratorium Kimia Dasar dan Analitik (LKDA) dan Laboratorium Kimia Instrumen untuk karakterisasi FTIR. Penelitian ini dilakukan pada rentang waktu Maret 2021 hingga November 2021.

3.2 Alat dan Bahan

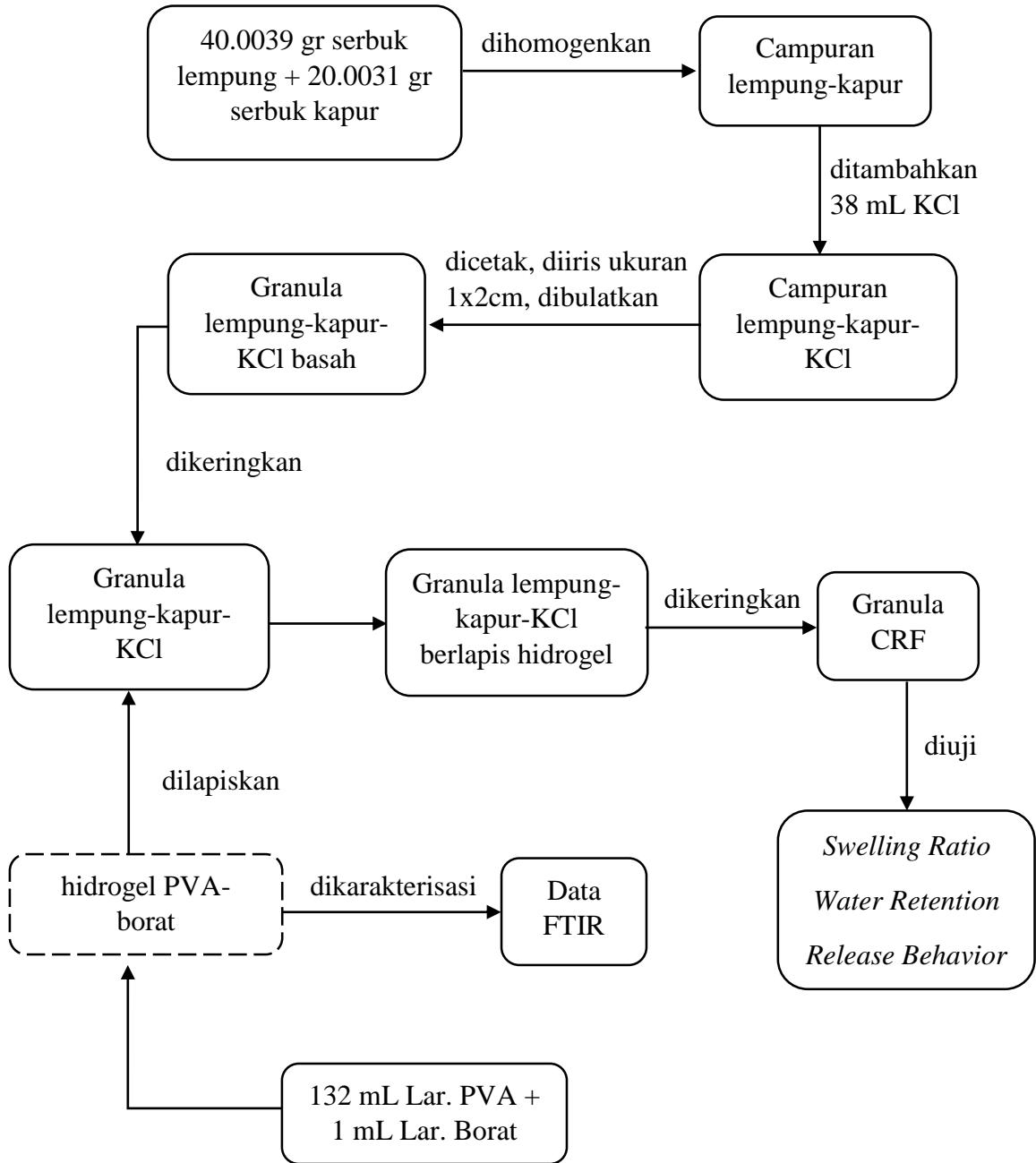
Alat – alat yang digunakan untuk menunjang penelitian ini yaitu neraca analitik, *magnetic stirrer, overhead stirrer, hotplate*, konduktometer, pH meter (Mettler Toledo), oven, pisau, penggaris, lumpang & alu, gelas kimia, labu ukur, gelas ukur, pipet mikro 1 mL & 2 mL, spatula, spatula pipih, cetakan berbahan akrilik, dan penyaring. Instrumen yang digunakan untuk karakterisasi yaitu *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Bahan – bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu aqua-DM, serbuk batuan lempung, kapur tohor (CaO), serbuk kalium klorida (KCl), padatan polivinil alkohol (PVA) teknis, dan natrium borat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) teknis.

3.3 Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahapan yang meliputi (1) preparasi granula lempung-kapur-KCl, (2) preparasi larutan hidrogel PVA-borat 1%, (3) pelapisan granula oleh larutan hidrogel PVA-borat, (4) karakterisasi PVA-borat menggunakan FTIR, dan (5) pengujian *swelling ratio, water retention, dan release behavior* pada granula.

3.4 Prosedur Penelitian

Secara garis besar, prosedur penelitian digambarkan melalui diagram berikut:



Gambar 3.1 Diagram Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi Serbuk Kapur

Batuhan kapur tohor (CaO) dihaluskan dengan menggunakan lumpang & alu hingga menjadi sebuk lalu diayak untuk mendapatkan partikel halus. Serbuk kapur kemudian ditambahkan air untuk mengeluarkan panas didalamnya sehingga terbentuk kapur padam. Kapur kemudian dipanaskan menggunakan *oven* dengan suhu 85°C selama 90 menit. Kapur yang telah kering kemudian didinginkan pada suhu ruang lalu ditimbang sebanyak 20 gram.

3.4.2 Preparasi Serbuk Lempung

Serbuk batuan lempung diayak hingga halus kemudian dipanaskan menggunakan *oven* selama 1 jam lalu didinginkan pada suhu ruang. Serbuk lempung kemudian ditimbang sebanyak 40 gram.

3.4.3 Pembuatan Larutan KCl 1M

Pembuatan larutan KCl 1 M dilakukan dengan cara menimbang sebanyak 7.4564 gram padatan KCl lalu dilarutkan kedalam 100 mL aqua DM menggunakan labu ukur 100 mL hingga tanda batas dan dihomogenkan.

3.4.4 Pembuatan Granula

Pembuatan granula dilakukan dengan cara mencampurkan 40.0039 gram serbuk lempung dengan 20.0031 gram serbuk kapur CaO dan dihomogenkan hingga semua partikel terdistribusi secara merata. Campuran kapur dan lempung kemudian ditambahkan 38 mL larutan KCl 1 M secara bertahap dan diaduk hingga terbentuk adonan yang kemudian dicetak kedalam *flexi glass* dengan ukuran 10x20 cm. Setelah adonan diratakan dan memiliki ketebalan yang relatif sama, adonan diiris berbentuk kotak dengan ukuran 1x2cm. Irisan adonan kemudian diambil menggunakan spatula secara perlahan dan dibentuk bulat menggunakan tangan sehingga menghasilkan 100 butir granula. Granula kemudian dikeringkan selama 14 hari untuk memastikan bahwa granula benar – benar sudah mengering secara menyeluruh.

3.4.5 Pembuatan Larutan Polivinil Alkohol (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.

3.4.6 Pembuatan Larutan Natrium Borat 4%

Untuk membuat larutan natrium borat 4% dilakukan dengan cara menimbang sebanyak 4 gram Na₂B₄O₇.10H₂O lalu dilarutkan dalam 100 mL aqua DM menggunakan labu ukur 100 mL hingga tanda batas, kemudian dihomogenkan.

3.4.7 Pembuatan Larutan Hidrogel PVA-Borat 1%

Pembuatan larutan hidrogel PVA-borat 1% dilakukan dengan cara mencampurkan 132 mL larutan PVA 3% dengan 1 mL larutan natrium borat 4% dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dan dipanaskan pada *hotplate* bersuhu 50°C hingga terbentuk cairan dengan konsistensi agak kental dan tak berwarna.

3.4.8 Pelapisan Granula Dengan Larutan Hidrogel PVA-Borat

Pelapisan granula dilakukan dengan cara mencelupkan granula satu persatu secara perlahan kedalam gelas kimia berisi larutan PVA-borat menggunakan pinset. Proses pencelupan harus dilakukan dengan cepat. Granula yang telah dicelupkan kedalam larutan PVA-borat kemudian dikeringkan pada suhu ruang.

	JUMLAH PEPLAPISAN	KODE	JUMLAH GRANULA
Total	Tanpa Pelapis	TP	16 Butir
	Lapis ke-1	P1	21 Butir
	Lapis ke-2	P2	21 Butir
	Lapis ke-3	P3	21 Butir
	Lapis ke-4	P4	21 Butir

Tabel 3.1 Jumlah Granula dan Variasi Pelapisan

3.4.9 Karakterisasi Hidrogel PVA-Borat Menggunakan FTIR

Pengujian dengan FTIR dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat didalam hidrogel. Sampel yang diuji yaitu membran hidrogel PVA-borat, PVA teknis, dan natrium borat teknis. Sampel membran hidrogel dicuci, dikeringkan, lalu dihaluskan sehingga menjadi serbuk dan dicampurkan dengan kalium bromida (KBr) dengan perbandingan 1:1000 gram. Sampel diuji pada bilangan gelombang 4000^{-1} sampai 600 cm^{-1} . Spektrum hasil pengujian kemudian dibandingkan.

3.4.10 Pengujian *Swelling Ratio*

Pengujian *swelling ratio* dilakukan dengan cara merendam granula didalam media aqua-DM selama 3 menit lalu diangkat, ditimbang, dan dicatat massanya. Langkah tersebut dilakukan selama 1 jam sehingga dihasilkan 20 data penimbangan. Pada uji ini juga dilakukan pengukuran konduktivitas dengan menggunakan konduktometer yang dicelupkan kedalam media aqua-DM selama pengujian berlangsung.

3.4.11 Pengujian *Water Retention*

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

3.4.12 Pengujian *Release Behavior*

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.