

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

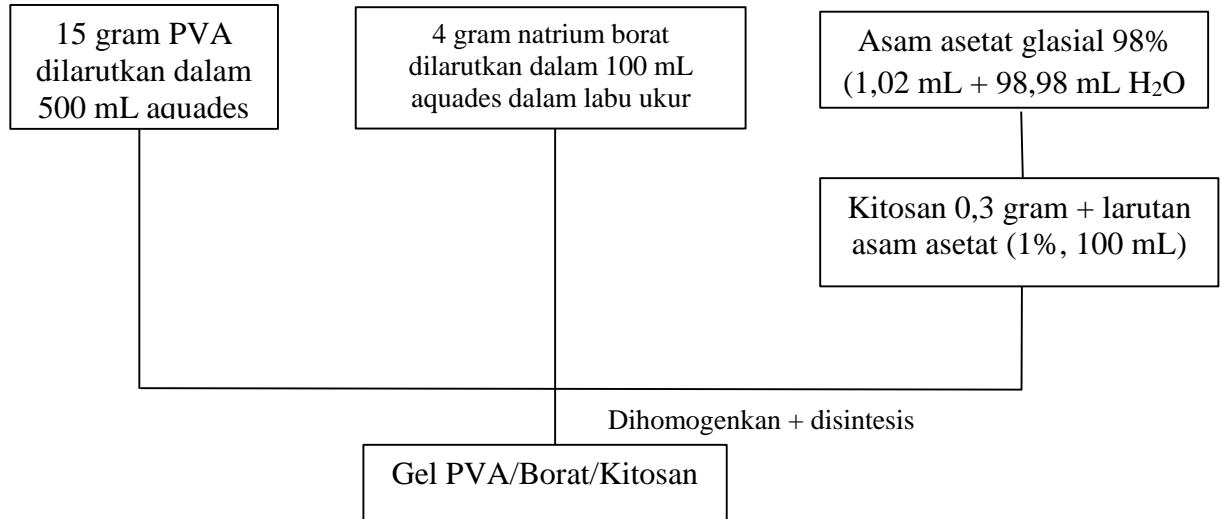
Penelitian untuk preparasi bahan, preparasi hidrogel dan uji performa dilaksanakan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia, untuk uji karakterisasi FTIR dan SEM dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia, dan untuk uji karakterisasi XRF dilakukan di Balai Pengembangan Instrumentasi LIPI Bandung. Dengan waktu penelitian yang di mulai pada bulan Maret hingga bulan Juli 2022.

3.2 Alat dan Bahan

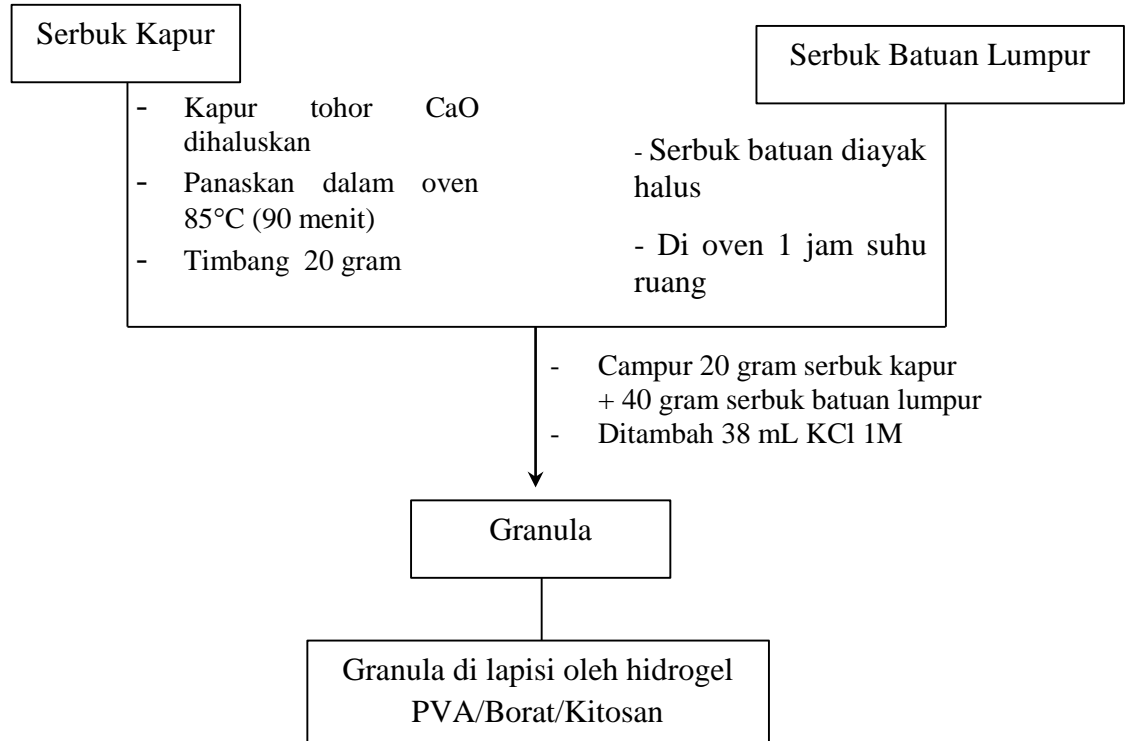
Alat – alat yang digunakan untuk menunjang penelitian ini yaitu neraca analitik, magnetic stirrer, overhead stirrer, hotplate, konduktometer, pH meter (Mettler Toledo), mikrometer skrup, oven, pisau, penggaris, lumpang & alu, gelas kimia, labu ukur, gelas ukur, pipet volumetrik, spatula, spatula pipih, cetakan berbahan flexi glass, batang pengaduk, dan penyaring. Sementara instrumen yang digunakan untuk karakterisasi yaitu Fourier Transform Infra Red (FTIR), instrumen Scanning Electro Microscope (SEM) untuk uji morfologi, instrumen X-ray Flurense (XRF). Bahan – bahan yang digunakan pada peneltian ini yaitu aquades, serbuk batuan lumpur, serbuk kapur tohor (CaO), serbuk kalium klorida (KCl), padatan polivinil alkohol (PVA) teknis, natrium borat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) teknis, kitosan teknis ($[\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NO}_4]_n$), dan KBr.

3.3. Bagan Alir Penelitian

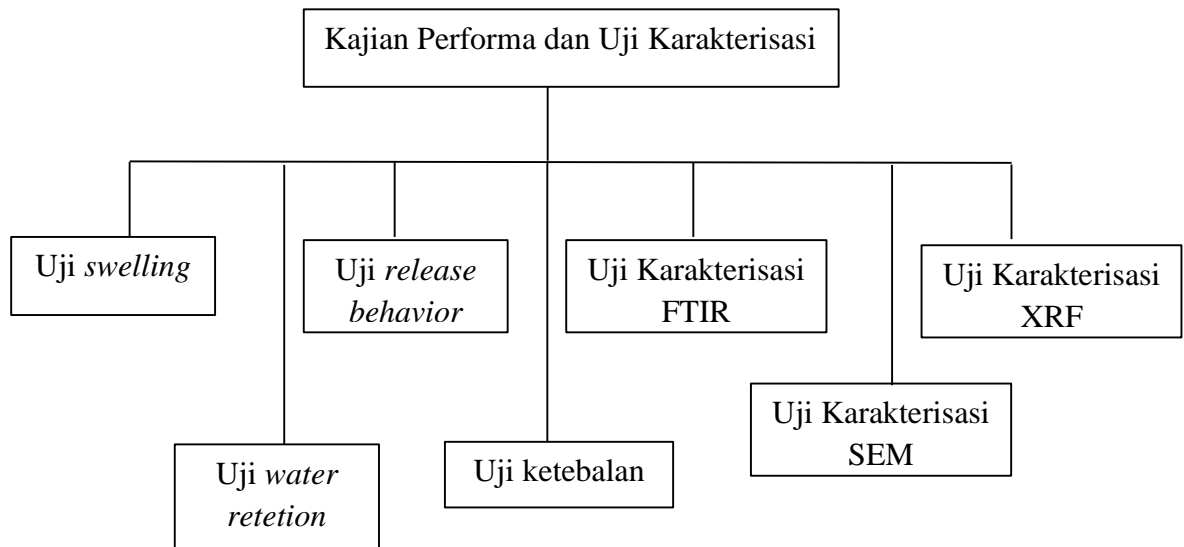
Penelitian ini dilakukan dengan melalui beberapa tahapan seperti preparasi bahan, preparasi hidrogel, kajian performa dan pengujian karakterisasi. Yang ditampilkan dalam bagan berikut ini :



Gambar 3.1 Preparasi Bahan dan Pembuatan Hidrogel



Gambar 3.2 Pembuatan dan pelapisan granula.



Gambar 3. 1 Prosedur Analisa Performa dan Karakterisasi PVA/Borat/Kitosan

3.4 Prosedur Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahapan yang meliputi (1) Penyiapan bahan, (2) Preparasi hidrogel, (3) melakukan karakterisasi dan kajian peforma yang meliputi kajian FTIR, SEM, XRF, uji ketebalan, kinetika swelling dan swelling ratio, water retention, dan release behavior.

3.4.1 Preparasi Bahan

3.4.1.1 Preparasi Serbuk Kapur

Serbuk kapur tohor (CaO) dihaluskan dengan menggunakan lumpang & alu hingga menjadi serbuk lalu diayak menjadi partikel halus. Selanjutnya kapur dipanaskan dengan oven pada suhu 85°C selama 90 menit. Kapur yang sudah kering didinginkan pada suhu ruang lalu ditimbang sebanyak 20 gram.

3.4.1.2 Preparasi Serbuk Batuan Lumpur

Serbuk batuan lumpur diayak sampai halus, selanjutnya dipanaskan dengan oven selama 1 jam kemudian didinginkan hingga suhu kamar. Serbuk batuan lumpur kemudian ditimbang sebanyak 40 gram.

3.4.1.3 Pembuatan Larutan KCl 1M

Pembuatan larutan KCl 1 M dilakukan dengan cara menimbang sebanyak 7,4560 gram padatan KCl selanjutnya dilarutkan di dalam 100 mL aquades menggunakan labu ukur 100 mL hingga tanda batas dan dihomogenkan.

3.4.1.4 Pembuatan Larutan Polivinil Alkohol (PVA) 3%

Pembuatan larutan PVA 3% dilakukan dengan cara menimbang sebanyak 3 gram padatan PVA teknis lalu dilarutkan ke dalam 100 mL aquades dan diaduk menggunakan magnetic stirrer sambil dipanaskan pada suhu 120°C hingga padatan PVA melarut sempurna di dalam aquades.

3.4.1.5 Pembuatan Larutan Natrium Borat 4%

Untuk membuat larutan natrium borat 4% dilakukan dengan cara menimbang sebanyak 4 gram $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ lalu dilarutkan dalam 100 mL aqua DM kemudian dihomogenkan.

3.4.1.6 Pembuatan Larutan Kitosan 0,3%

Untuk membuat larutan kitosan 0,3 % dilakukan dengan melarutkan kitosan (0,3 g) dalam larutan asam asetat (1%, 100 mL) pada suhu kamar (500 rpm, 24 jam).

3.4.1.7 Pembuatan Larutan Asam Asetat 1%

Larutan asam asetat glasial dipipet sebanyak 1,02 mL dalam labu takar 100 ml, kemudian ditambahkan sebanyak 98,98 mL aqua DM

3.4.2 Preparasi Hidrogel

3.4.2.1 Pembuatan Granula

Granula dibuat dengan mencampurkan 40 gram serbuk batuan lumpur dengan 20 gram bubuk kapur CaO dan dihomogenkan sampai semua partikel terdispersi secara merata. Kemudian 38 mL larutan KCl 1M ditambahkan perlahan-lahan ke dalam campuran kapur dan serbuk batuan lumpur dan diaduk sampai adonan terbentuk, kemudian adonan dibentuk dalam flexi glass berukuran 10 x 10 cm. Setelah itu diratakan adonan dengan ketebalan yang relatif seragam, potong adonan menjadi kotak berukuran 1 x 1 cm. Kemudian angkat perlahan adonan dengan spatula dan bentuk secara manual menjadi 100 butir. Granula kemudian dikeringkan selama 10 hari untuk memastikan granula benar-benar kering, dikeringkan dalam suhu ruang.

3.4.2.2 Optimasi Komposisi Kitosan

Hidrogel dengan basis PVA/Borat/Kitosan divariasikan dengan 2 komposisi kitosan yang berbeda. Variabel tetap pada optimasi ini adalah volume dari PVA dan juga borat yang merujuk pada penelitian Ramadhanty, (2021). Larutan PVA 3% dan Borat 4% ditambahkan dengan larutan kitosan dengan perbandingan masing-masing seperti pada tabel berikut :

PVA 3% (mL)	Borat 4% (mL)	Kitosan 0,3% (mL)
132	1	1
		3

Tabel 3. 1 Komposisi Optimasi kitosan

3.4.2.3 Pembuatan Larutan Hidrogel PVA/Borat dan Hidrogel PVA/Borat/Kitosan

Larutan hidrogel PVA/Borat/Kitosan dibuat dengan mencampurkan larutan PVA 3% dan larutan natrium borat 4% dengan perbandingan volume 132 mL : 1 mL kemudian larutan tersebut ditambahkan dengan komposisi kitosan. Lalu campuran tersebut diaduk hingga membentuk larutan agak kental.

3.4.2.4 Pelapisan Granula Dengan Larutan Hidrogel PVA/Borat dan PVA/Borat/Kitosan

Granula dilapisi dengan hidrogel dengan cara mencelupkan granula satu demi satu ke dalam gelas kimia berisikan larutan hidrogel. Pencelupan dilakukan secara cepat dengan menggunakan pinset. Granula yang telah dicelupkan ke dalam larutan hidrogel selanjutnya dikeringkan pada suhu kamar hingga terbentuk CRF. Pelapisan granula divariasikan yaitu, granula dengan satu kali pelapisan; granula dengan dua kali pelapisan; granula dengan tiga kali pelapisan; dan granula tanpa pelapisan. Proses pelapisan granula yang lebih dari satu pelapisan dilakukan dengan cara mencelupkan kembali granula ke dalam larutan hidrogel sesuai dengan jumlah pelapisan yang dibutuhkan.

Jenis	Jumlah Pelapisan	Jumlah
Granula KCl	Tanpa Pelapis	9
Granula KCl PVA-Borat	Lapisan 1	9
	Lapisan 2	6
	Lapisan 3	6
Granula KCl PVA-Borat- Kitosan 1mL	Lapisan 1	9
	Lapisan 2	6
	Lapisan 3	6
Granula KCl PVA-Borat Kitosan 3 mL	Lapisan 1	9
	Lapisan 2	6
	Lapisan 3	6
TOTAL		72

Tabel 3. 2 Jumlah Granula dan Variasi pelapisan

3.4.3 Uji Karakterisasi

3.4.3.1 Karakterisasi Gugus Fungsi dengan FTIR

Uji FTIR dilakukan guna mengetahui gugus fungsi apa saja yang terdapat di dalam hidrogel. Sampel yang diujikan yaitu membran hidrogel PVA teknis, PVA/Borat, Novi Nurjanah, 2022

SINTESIS, KARAKTERISASI, DAN UJI PERFORMA GRANULA BATUAN LUMPUR-KAPUR BERLAPIS HIDROGEL BERBAHAN POLIVINIL ALKOHOL, BORAT, DAN KITOSAN SEBAGAI MATERIAL CRF DENGAN NUTRIEN KCl

dan PVA/Borat/Kitosan (1 mL&3 mL). Sampel membran hidrogel dikeringkan, lalu dihaluskan sehingga menjadi serbuk dan dicampurkan dengan kalium bromida (KBr). Sampel diuji pada bilangan gelombang 4000 sampai 600 cm^{-1} . Spektrum hasil pengujian kemudian dibandingkan.

3.4.3.2 Uji Morfologi hidrogel dan granula dengan SEM

Pengujian SEM dilakukan pada granula batuan lumpur-Kapur-KCl, membran hidrogel PVA/Borat, dan membran hidrogel PVA/Borat/Kitosan (1 mL&3 mL). Pengujian dilakukan dengan alat SEM Phenom pure G6. Untuk pengujian granula dilakukan dengan cara membuat granula yang ada menjadi serbuk yang kemudian nanti granula akan diujikan dengan alat SEM. Sedangkan untuk membran hidrogel diuji dengan cara memotong membran hidrogel yang sudah dibuat menjadi ukuran 1 x 1 cm kemudian akan diujikan dengan alat SEM.

3.4.3.3 Uji kandungan unsur pada batuan lumpur dengan XRF

Analisis XRF dilakukan untuk mengkonfirmasi komposisi senyawa dan unsur dalam batuan lumpur. Pengujian XRF terdiri dari preparasi sampel dan pengujian. Preparasi sampel dimulai dengan pengayakan sampel menjadi 100 dan 200 mesh. Timbang sampel dan tambahkan pengikat. Sebelum dicetak, campuran sampel dan bahan pengikat ditempatkan dalam ball mill Herzog dan digiling selama 40 detik. Buang bahan yang dihancurkan ke dalam mangkuk aluminium dan sikat ball mill. Sampel tanah ditempatkan dalam cincin stainless steel dan ditekan. Hasil cetaknya berbentuk pelet dan bisa untuk diuji.

3.4.4 Pengujian Peforma

3.4.4.1 Uji Ketebalan

Disiapkan membran hidrogel yang telah dicetak di dalam cetakan flexi glass berukuran 10 x 10 cm. Selanjutnya hidrogel yang sudah kering dipotong berukuran 4cm x 4cm untuk hidrogel PVA/Borat ; PVA/Borat/Kitosan (1 mL) ; PVA/Borat/Kitosan (3 mL). Lalu hidrogel direndam dalam air sebanyak 30 mL, diukur tebalnya dengan alat micrometer sekrup digital setiap 30 detik sekali selama 30 menit.

3.4.4.2 Pengujian Swelling Ratio

Uji swelling ratio dikerjakan dengan cara merendam granula di dalam media aquades 500 ml selama 3 menit kemudian diangkat, ditimbang, dan dicatat massanya. Pengujian tersebut dilakukan selama 1 jam hingga didapatkan 20 data penimbangan. Pada saat pengujian *swelling ratio* dilakukan pengukuran pH dengan menggunakan pH meter yang dicelupkan ke dalam media aquades selama pengujian berlangsung.

3.4.4.3 Pengujian Water Retention

Uji water retention dikerjakan dengan menggunakan granula hasil pengujian *swelling*. Cara pengujiannya dilakukan dengan meletakkan granula hasil swelling di udara terbuka, kemudian dilakukan penimbangan massa granula saat pagi dan siang hari pada waktu yang sama selama beberapa hari hingga didapatkan massa yang konstan.

3.4.4.4 Pengujian Release Behavior

Pengujian release behavior dilakukan dengan cara memasukkan granula kering ke dalam media aquades (500 mL) dan diaduk menggunakan overhead stirrer dengan kecepatan 200 rpm, kemudian dicatat perubahan konduktivitas dan pH selama pengujian. Dilakukan hingga mendapatkan nilai konduktivitas yang konstan.