

## BAB III METODE PENELITIAN

### 1.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan mulai Januari 2023 hingga selesai. Untuk rentan waktu dua bulan pertama yaitu Januari 2023 – Desember 2023 dilakukan untuk penelitian pembuatan sampel dan pengujian pada tanaman pada di Laboratorium Fisika Material Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati Bandung dan *Integrated laboratory of materials and instrumentation* Institut Teknologi Bandung dan pembuatan karya tulis dilaksanakan pada bulan November 2023 hingga selesai.

### 1.2 Alat Dan Bahan

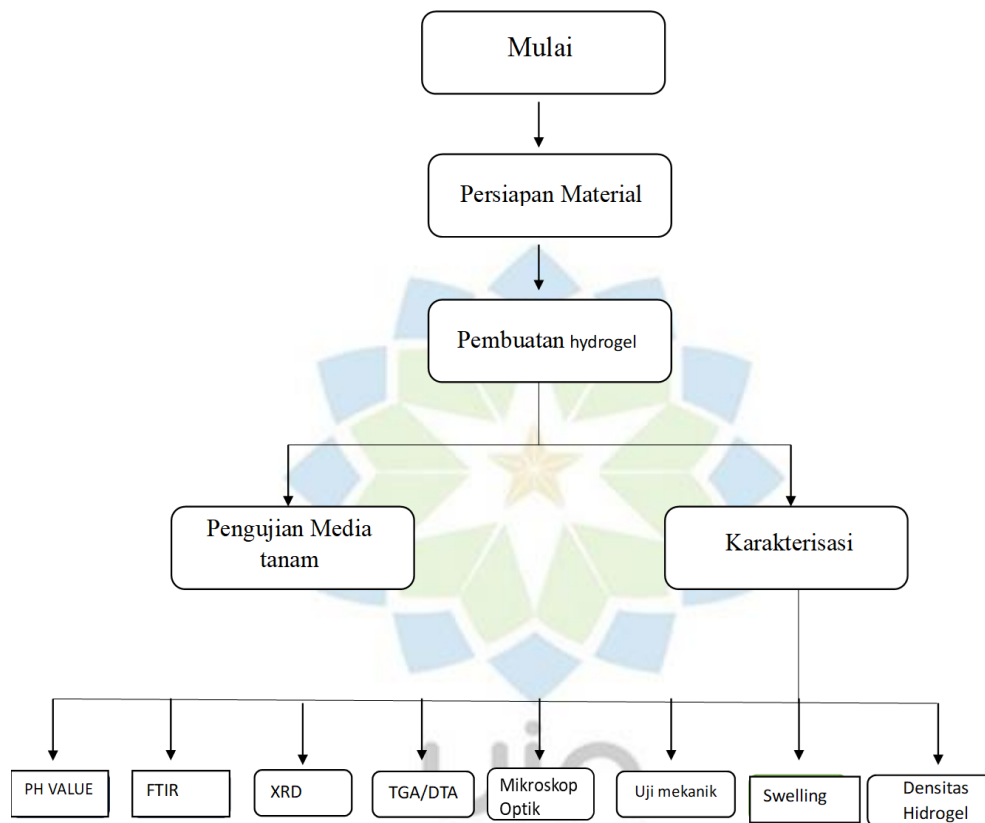
Terdapat alat dan bahan yang dipergunakan dalam penelitian ini ditampilkan pada Tabel 3.1

**Table 1.1** Alat dan bahan

No.	Alat dan Bahan	Jumlah
1.	Agarose	0,625 gram
2.	<i>Deionized Water</i> (DI water)	50 ml
3.	Cangkang Telur	0,063 gram
4.	<i>Ultrasonic bath</i>	1 set
5.	<i>Dehidrator</i>	1 set
6.	<i>Magnetic stirrer</i>	1 buah
7.	wadah	1 buah
8.	Timbangan Analitik	1 buah
9.	Gelas ukur	1 buah
10.	<i>Breaker Glass</i>	2 buah
11.	pH meter	1 buah
12.	Biji brokoli	1 pcs

### 1.3 Diagram Alir Prosedur Percobaan

Adapun prosedur percobaan yang dilakukan tertuang dalam Gambar 3.1. Terdapat beberapa tahapan diantaranya, persiapan material, sintesis komposit hydrogel, karakteristik, dan analisis data yang telah didapatkan.



Gambar 1.1 Alur Penelitian

### 1.4 Prosedur Penelitian

#### 1.4.1 Tahap Persiapan

Pada tahap ini, disiapkan peralatan dan bahan yang akan digunakan untuk membuat komposit hidrogel Agar-ES. Semua peralatan disiapkan dengan baik dan dipastikan kondisinya dalam keadaan layak digunakan

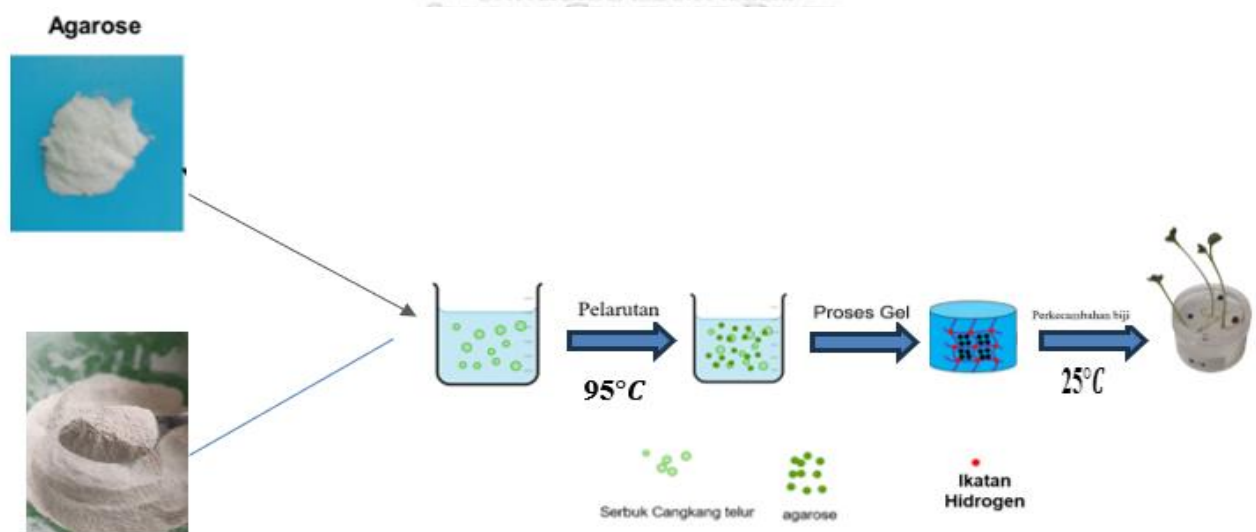
#### 1.4.2 Tahap Sintesis

##### 1. Tahap Sintesis Larutan Komposit Hidrogel Agar-ES

Komposit hidrogel Agar-ES dibuat dengan rasio massa agarose: cangkang telur yang berbeda yaitu: 10;0, 10;1, 10;3 dan 10;5 dilambangkan sebagai Agar-ES0, Agar-ES1, Agar-ES3, dan Agar-ES5, masing-masing. Cara pembuatan komposit hidrogel serbuk cangkang telur adalah:

- Serbuk agarose 0,625 g ditambahkan dengan serbuk cangkang telur untuk masing masing variasi
- Variasi cangkang telur Agar-ES0, Agar-ES1, Agar-ES3, dan Agar-ES5
- Kemudian ditambahkan ke 50 mL aquades lalu dilakukan pengadukan.
- Campuran komposit agarose dan cangkang telur dipanaskan pada suhu 95 °C di bawah pengadukan terus menerus sampai agarose larut sempurna.
- Selanjutnya, Larutan Komposit hidrogel Agar-ES telur dispersi dengan ultrasonic bath (ultrasonikasi) selama 1 jam pada suhu kamar.
- Setelah itu larutan komposit cangkang telur hidrogel dituangkan ke dalam cetakan pot urin dengan ukuran 10 cc .
- Hidrogel agarose-cangkang telur diperoleh setelah pendinginan pada suhu kamar.
- Hidrogel diuji sebagai media tanam

Proses sintesis selanjutnya seperti pada Gambar 3.2.



## **A. Tahap Uji Komposit Hidrogel Agar- ES sebagai Media Tanam**

Percobaan perkecambahan dilakukan dalam inkubator cahaya dan diinkubasi pada suhu  $25 \pm 2$  ° C di bawah cahaya terus menerus dan kelembaban 50%. Komposit cangkang telur hidrogel dan tanah digunakan sebagai media kultur, dan benih tanaman ditekankan secara merata pada permukaan media kultur. Setiap media terdapat sembilan benih dan lima ulangan untuk setiap media. Sebuah benih dianggap berkecambah ketika radikula 1-2 mm telah tumbuh dari benih dan persentase perkecambahan dicatat setiap hari sampai hari ketujuh. Kemudian, bibit dipanen, dan indeks pertumbuhan, termasuk akar diukur panjang batang, panjang batang, berat segar, dan berat kering. Semua percobaan dilakukan masing masing tiga kali. Data eksperimen dianalisis menggunakan analisis varians (ANOVA). Signifikansi statistik ditetapkan ke  $p < 0,05$ . Hasil percobaan disajikan sebagai mean  $\pm$  standar deviasi.

### **1.4.3 Karakterisasi**

#### **1. Densitas Hidrogel**

Massa jenis hidrogel Agar-ES ditentukan dengan mengukur massa dan dimensi potongan hidrogel berbentuk kotak. Selanjutnya densitas hidrogel ditentukan menggunakan persamaan dari rujukan sebagai berikut:  $\rho = \frac{m}{v}$

#### **2. Derajat Pengembangan (*Degree of swelling*) dan Weight loss**

Kemampuan hidrogel Agar-ES untuk mengembang diuji dengan mengukur massa kering sampel dan massa hidrogel yang mengembang pada dalam larutan DI water pH normal. Hidrogel dengan ukuran 2 x 5 cm dikeringkan pada suhu 50°C sampai pengurangan massa tidak terlalu besar (5 x 24 jam). Hidrogel kering selanjutnya diinkubasi pada larutan DI water suhu 37°C (yang merepresentasikan

suhu tubuh manusia) di dalam incubator. Inkubasi dilakukan selama 0,3,6,12,24, dan 48 jam.

Selanjutnya dilakukan penimbangan massa sampel setelah inkubasi. Degree of swelling dihitung dengan persamaan:

$$\text{Degree of swelling} = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100$$

Lalu setelah sampel dilakukan Swelling, selanjutnya tahap Pengujian Weighloss. Mengeringkan hidrogel pada suhu 50<sup>0</sup> C selama 5 hari (Wi). Kemudian hidrogel kering direndam dilarutan aquades pada suhu 37<sup>0</sup> C selama 48 jam. Hidrogel dikeringkan kembali di oven pada suhu 50<sup>0</sup> C selama 5 hari (Wi).

Retensi air dihitung dengan Persamaan :

$$\text{Degree of swelling} = \frac{W_t - W_0}{W_t} \times 100$$

dimana W<sub>0</sub> adalah berat hidrogel yang mengembang pada suhu kamar dan W<sub>t</sub> adalah berat hidrogel yang ditempatkan dalam inkubator pengering.

### 3. Mikroskop Optik

Komposit hidrogel serbuk cangkang telur kering diamati Morfologi internal hidrogel diamati oleh mikroskop optik diukur pada perbesaran 10x (AmScope MUI1000, Amerika Serikat). Struktur morfologi hidrogel ditentukan menggunakan mikroskop optik. Hidrogel Agar-ES awalnya dikeringkan dengan kertas tisu untuk menghilangkan kelebihan air. Lalu hidrogel dipotong dalam arah melintang dan dikeringkan dengan dehidrator. Morfologi internal hidrogel diamati oleh mikroskop optik diukur pada perbesaran 10x (AmScope MUI1000, Amerika Serikat). pori-pori ukuran yang terlihat pada setiap permukaan hidrogel dihitung dari luas permukaan yang diukur menggunakan Perangkat lunak ImageJ (versi 6.4-bit Java 8).

### 4. XRD

Untuk menganalisis fase dan mengetahui struktur kristal dan derajat kekristalan dari setiap sampel hidrogel Agar-ES , agarose dan serbuk cangkang telur dilakukan karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*) (Rigaku SmartLab). Parameter operasi alat XRD: The X-ray source used Cu-K $\alpha$  radiation at 40 kV and

30 mA; 2theta was from 2 to 90°. Database: Inorganic Crystal Structure Database (ICSD), integrasi dengan software PDXL2

## **5. FTIR**

Untuk mengidentifikasi gugus fungsi dan mengamati perubahan struktural hidrogel yang terjadi pada pembentukan hidrogel cangkang telur dilakukan karakterisasi FTIR spectroscopy (IRPrestige21, Shimadzu, Japan). Karakterisasi FTIR dilakukan untuk sampel serbuk PVA/agarose, serbuk cangkang telur dan komposit hidrogel cangkang telur.

## **6. TG/DTg**

Untuk menentukan stabilitas termal dan perubahan fasa akibat perubahan entalpi hidrogel Agar-ES digunakan Thermogravimetric Analysis (TGA) dan Derivative Thermogravimetric Analysis (DTG) Hitachi STA7300. Parameter karakterisasi TG/DTA adalah temperature maksimum 900°C, kecepatan pemanasan 10°C/menit menggunakan aliran gas.

## **7. Uji Mekanik**

Uji mekanik dilakukan untuk menentukan elastisitas hidrogel. Metoda yang digunakan untuk menentukan elastisitas bahan adalah uji tekan. Alat Universal Tensile Machine (SM-200, Sinowon, Cina) digunakan pada uji tekan. Sampel disiapkan dalam bentuk tabung dengan dimensi 20 mm x 5 mm x 3 mm. Selanjutnya hidrogel diletakan diantara dua pelat kemudian ditekan dengan gaya tertentu sehingga didapatkan perubahan jarak kompresi untuk digambarkan pada kurva tegangan vs regangan. Tegangan merupakan perbandingan antara gaya tekan dengan luas area hidrogel. Sementara, regangan adalah rasio perubahan ketinggian hidrogel ketika mengalami tekan. Modulus kompresi pada penelitian ini ditentukan dengan menghitung kemiringan kurva tegangan-regangan.

## **8. pH**

Pengukuran pH hidrogel Agar-ES perlu dilakukan mengingat kebutuhan formulasi pertumbuhan tanaman yang dipengaruhi oleh pH. Hanna pH-Meter digunakan untuk mengukur pH larutan hidrogel Agar-ES. Sebelum digunakan pH-meter kalibrasi terlebih dahulu dengan cara mencelupkan elektroda ke dalam larutan buffer sampai angka pH meter menunjukkan angka yang sama dengan pH

larutan buffer. Uji Ph ini dapat memengaruhi berbagai aspek hidrogel, termasuk pembentukan, stabilitas, dan kinerjanya. pH yang terlalu tinggi atau terlalu rendah dapat mengubah sifat kimia nutrien dalam media tanam dan memengaruhi kemampuan tanaman untuk menyerap nutrisi esensial.

