

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1. Lokasi dan Waktu Penelitian**

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI yang beralamat di Jl. Dr. Setiabudhi No.229 Bandung. Untuk keperluan Analisis digunakan Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI dan Laboratorium Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi dan Kelautan (P3GL). Waktu pelaksanaan kegiatan penelitian dimulai dari bulan Maret 2010 sampai bulan Agustus 2010.

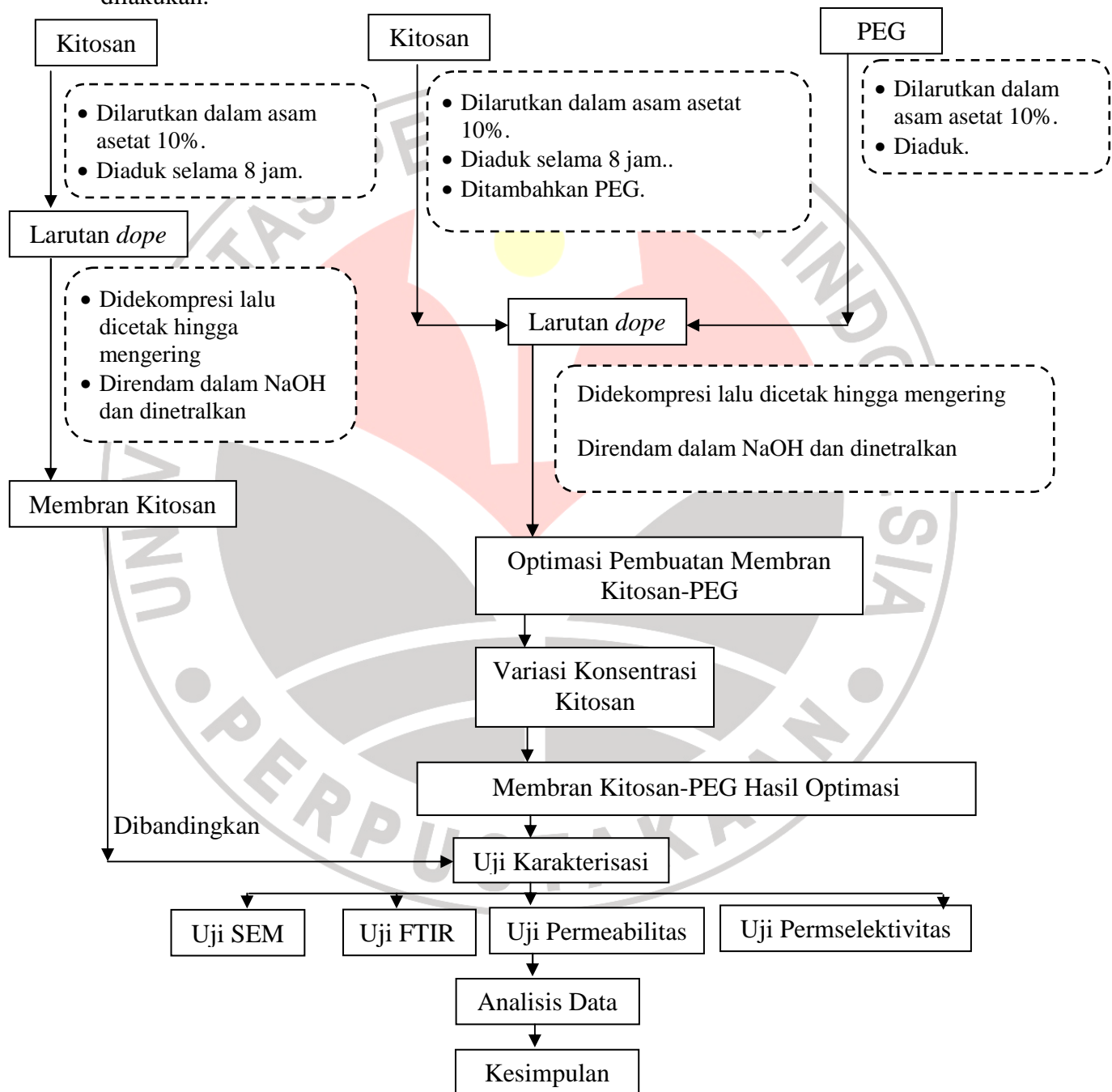
#### **3.2. Alat dan bahan**

Bahan atau zat-zat kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah kitosan, asam asetat, Polietilen glikol (PEG), NaOH, Pewarna tekstil warna hitam dan Aquades.

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah Spektrofotometer FT-IR Shimadzu 8400, SEM (*Scanning Electron Microscope*), *Magnetic stirrer*, Sel Filtrasi, Micrometer scrup, Kompresor, Alat-alat gelas standar, Botol penyemprot, Kertas saring, , UV-Vis Mini, Neraca analitis, dan Cetakan palstik.

### 3.3. Diagram Alir Penelitian

Penelitian yang dilakukan sesuai dengan diagram alir yang ditunjukkan pada Gambar 3.1. Pada gambar tersebut ditunjukkan tahapan-tahapan penelitian yang dilakukan.



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

Tahap awal penelitian yaitu Kitosan dan Polietilen Glikol (PEG) masing-masing dilarutkan dalam asam asetat 10% secara terpisah, kemudian dicampurkan sampai membentuk larutan homogen. Lalu dilakukan optimasi konsentrasi kitosan. Setelah ditarik kesimpulan dan didapatkan membran hasil optimasi, kemudian dilakukan uji karakteristik membran melalui uji SEM, FTIR, permeabilitas dan permselektivitas.

### **3.4. Prosedur kerja**

#### **3.4.1. Tahap Pembuatan Membran**

Membran yang dibuat pada tahap ini yaitu membran kitosan dan membran kitosan dengan Polietilen Glikol. Metode pembuatan yang digunakan yaitu inversi fasa dalam hal ini presipitasi dimana pencetakan dilakukan pada suhu ruangan (25°C). Setelah seluruh pelarut menguap dan didapatkan membran yang kering, kemudian membran direndam dalam NaOH 4% lalu dinetralkan.

##### **a. Pembuatan Membran Kitosan**

Dibuat larutan kitosan 2% (m/v), dimana sebanyak 2 g kitosan dilarutkan dalam 100 mL asam asetat 10% (v/v). Pengadukan dilakukan selama 8 jam, kemudian larutan disaring dan didekompresi selama 2 jam untuk menghilangkan gelembung udara. Larutan *dope* dituangkan di atas cetakan plastik dan dibiarkan selama 72 jam pada suhu ruangan hingga seluruh pelarutnya menguap. Setelah membran mengeras, kemudian dilepas dari cetaknya. Untuk menghilangkan kelebihan asam asetat, membran direndam dalam NaOH 4% (m/v) kemudian dibilas dengan air deionisasi hingga netral dan dikeringkan.

### **b. Pembuatan Membran Kitosan-Polietilen Glikol (PEG)**

Sebanyak 2 g kitosan dilarutkan dalam 100 mL asam asetat 10% (v/v) untuk membuat larutan kitosan 2% (m/v). Setelah diaduk dan disaring, kemudian ditambahkan Polietilen Glikol (PEG) sebanyak 2% (m/v) atau sebanyak 1970  $\mu$ L. Larutan kemudian diaduk selama  $\frac{1}{2}$  jam hingga larutan menjadi homogen dan disebut sebagai larutan *dope*. Selanjutnya larutan didekompresi untuk menghilangkan gelembung udara, lalu dituangkan di atas cetakan plastik dan dibiarkan selama 72 jam pada suhu ruangan hingga seluruh pelarutnya menguap. Setelah membran mengeras, kemudian dilepas dari cetaknya. Untuk menghilangkan kelebihan asam asetat, membran direndam dalam NaOH 4% (m/v) kemudian dibilas dengan air deionisasi hingga netral dan dikeringkan.

### **3.4.2. Optimasi Konsentrasi Larutan Kitosan**

Pada tahap ini dibuat membran kitosan-PEG dengan konsentrasi kitosan yang bervariasi dimulai dari 0,5%, 0,6%, 0,65%, 0,75%, 1%, 2%, hingga 3,5% (m/v), menggunakan pelarut asam asetat 10% (v/v) dan PEG yang ditambahkan, dibuat tetap untuk semua larutan *dope*, yaitu 2% (m/v).

#### **a. Membran dengan Konsentrasi Kitosan 0,5% (m/v)**

Kitosan yang digunakan sebanyak 0,5 g kemudian dilarutkan dalam 100 mL asam asetat 10% (v/v). Setelah diaduk selama 8 jam, kemudian larutan ditambah Polietilen Glikol (PEG) 2% (m/v) yaitu sebanyak 490  $\mu$ L. Larutan lalu diaduk, didekompresi kemudian dicetak

**b. Membran dengan Konsentrasi Kitosan 0,6% (m/v)**

Kitosan yang digunakan sebanyak 0,6 g kemudian dilarutkan dalam 100 mL asam asetat 10% (v/v). Setelah diaduk selama 8 jam, kemudian larutan ditambah Polietilen Glikol (PEG) 2% (m/v) yaitu sebanyak 590  $\mu$ L. Larutan lalu diaduk, didekompresi kemudian dicetak

**c. Membran dengan Konsentrasi Kitosan 0,65% (m/v)**

Kitosan yang digunakan sebanyak 0,65 g kemudian dilarutkan dalam 100 mL asam asetat 10% (v/v). Setelah diaduk selama 8 jam, kemudian larutan ditambah Polietilen Glikol (PEG) 2% (m/v) yaitu sebanyak 640  $\mu$ L. Larutan lalu diaduk, didekompresi kemudian dicetak.

**d. Membran dengan Konsentrasi Kitosan 0,75% (m/v)**

Kitosan yang digunakan sebanyak 0,75 g kemudian dilarutkan dalam 100 mL asam asetat 10% (v/v). Setelah diaduk selama 8 jam, kemudian larutan ditambah Polietilen Glikol (PEG) 2% (m/v) yaitu sebanyak 740  $\mu$ L. Larutan lalu diaduk, didekompresi kemudian dicetak.

**e. Membran dengan Konsentrasi Kitosan 1% (m/v)**

Sebanyak 1 g kitosan dilarutkan dalam 100 mL asam asetat 10% (v/v). Setelah diaduk selama 8 jam, kemudian larutan ditambahkan Polietilen Glikol (PEG) 2% (m/v) yaitu sebanyak 990  $\mu$ L. Setelah diaduk dan didekompresi, larutan kemudian dicetak.

**f. Membran dengan Konsentrasi Kitosan 2% (m/v)**

Sebanyak 2 g kitosan dilarutkan dalam 100 mL asam asetat 10% (v/v). Setelah diaduk selama 8 jam, kemudian larutan ditambahkan Polietilen Glikol (PEG) 2% (m/v) yaitu sebanyak 1970  $\mu$ L. Setelah diaduk dan didekompresi, larutan kemudian dicetak.

**g. Membran dengan Konsentrasi Kitosan 3,5% (m/v)**

Kitosan yang digunakan sebanyak 3,5 g kemudian dilarutkan dalam 100 mL asam asetat 10% (v/v). Setelah diaduk selama 8 jam, kemudian larutan ditambah Polietilen Glikol (PEG) 2% (m/v) yaitu sebanyak 3450  $\mu$ L. Larutan lalu diaduk, didekompresi kemudian dicetak.

**h. Membran dengan Konsentrasi Kitosan 5% (m/v)**

Kitosan yang digunakan sebanyak 5 g kemudian dilarutkan dalam 100 mL asam asetat 10% (v/v). Setelah diaduk selama 8 jam, kemudian larutan ditambah Polietilen Glikol (PEG) 2% (m/v) yaitu sebanyak 4930  $\mu$ L. Larutan lalu diaduk, didekompresi kemudian dicetak.

Setelah membran mengering, kemudian membran direndam dalam NaOH 4% (m/v) lalu dinetralkan dengan akuades dan dikeringkan. Seluruh membran yang telah terbentuk kemudian diuji kinerjanya melalui uji permeabilitas untuk menentukan konsentrasi optimum kitosan.

### **3.4.3. Tahap Karakterisasi**

Tahap karakterisasi yang dilakukan meliputi uji morfologi dengan SEM (Scanning Electron Microscope), uji FTIR membran, uji permeabilitas, dan uji permselektivitas membran.

#### **3.4.3.1. Uji Bentuk Morfologi Membran dengan SEM**

Uji SEM bertujuan untuk mengetahui penampang muka dan penampang melintang membran serta untuk mengetahui ukuran pori membran. Sebelum diuji, membran terlebih dahulu dikeringkan dan direndam dalam nitrogen cair selama beberapa detik hingga mengeras kemudian dipecahkan. Setelah itu, sampel ditempatkan pada wadah sampel kemudian dilapisi dengan emas dan dapat langsung diuji bentuk morfologinya.

#### **3.4.3.2. Uji FTIR**

Untuk menentukan gugus fungsi pada membran, digunakan spektroskopi inframerah FTIR 8400 dengan menggunakan 2 sampel, yaitu sampel membran kitosan dan membran kitosan-Polietilen Glikol (PEG) hasil optimasi. Kedua sampel mendapatkan perlakuan yang sama, dimana sampel dihaluskan kemudian dipadatkan dan dianalisis dalam bentuk pelet KBr. Spektrum direkam dengan spektra inframerah pada bilangan gelombang antara  $400-4000\text{ cm}^{-1}$ .

#### **3.4.3.3. Uji Permeabilitas Membran**

Uji permeabilitas membran dilakukan dengan menggunakan sel filtrasi berpengaduk, dimana di dalamnya telah disimpan membran dengan lapisan pendukung berupa kertas saring. Kemudian sel filtrasi diisi dengan air.

Pengukuran dilakukan dengan menghitung fluks air yang melewati membran sebagai fungsi dari tekanan. Sebelum pengukuran, terlebih dahulu dilakukan kompaksi terhadap membran selama 45-60 menit. Waktu pengukuran ditentukan selama 60 menit kemudian volume permeat dicatat.

#### **3.4.3.4. Uji Permselectivitas**

Permselectivitas menyatakan kemampuan membran untuk menahan ataupun melewatkan spesi tertentu dari spesi yang lain. Permselectivitas membran dinyatakan melalui besaran persen rejeksi (% R). Persen rejeksi menunjukkan perbandingan konsentrasi spesi tertentu dalam permeat dan konsentrat, seperti yang ditunjukkan pada persamaan 2.2.

