

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

A. Lokasi dan waktu penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Riset Kimia dan Laboratorium Kimia Lingkungan 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 Juli 2010 sampai bulan Desember 2011.

B. Alat dan Bahan

1. Alat-alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan antara lain, alat gelas standar, *magnetic stirrer*, sel filtrasi, kompresor, botol semprot, oven, neraca analitik, *wrapping paper*, kertas saring, dan alat SEM.

2. Bahan-bahan Penelitian

Bahan yang digunakan adalah serbuk kitosan, asam asetat, silika, CuSO_4 , natrium hidroksida (NaOH), urea, pereaksi nessler dan aquades.

C. Prosedur penelitian

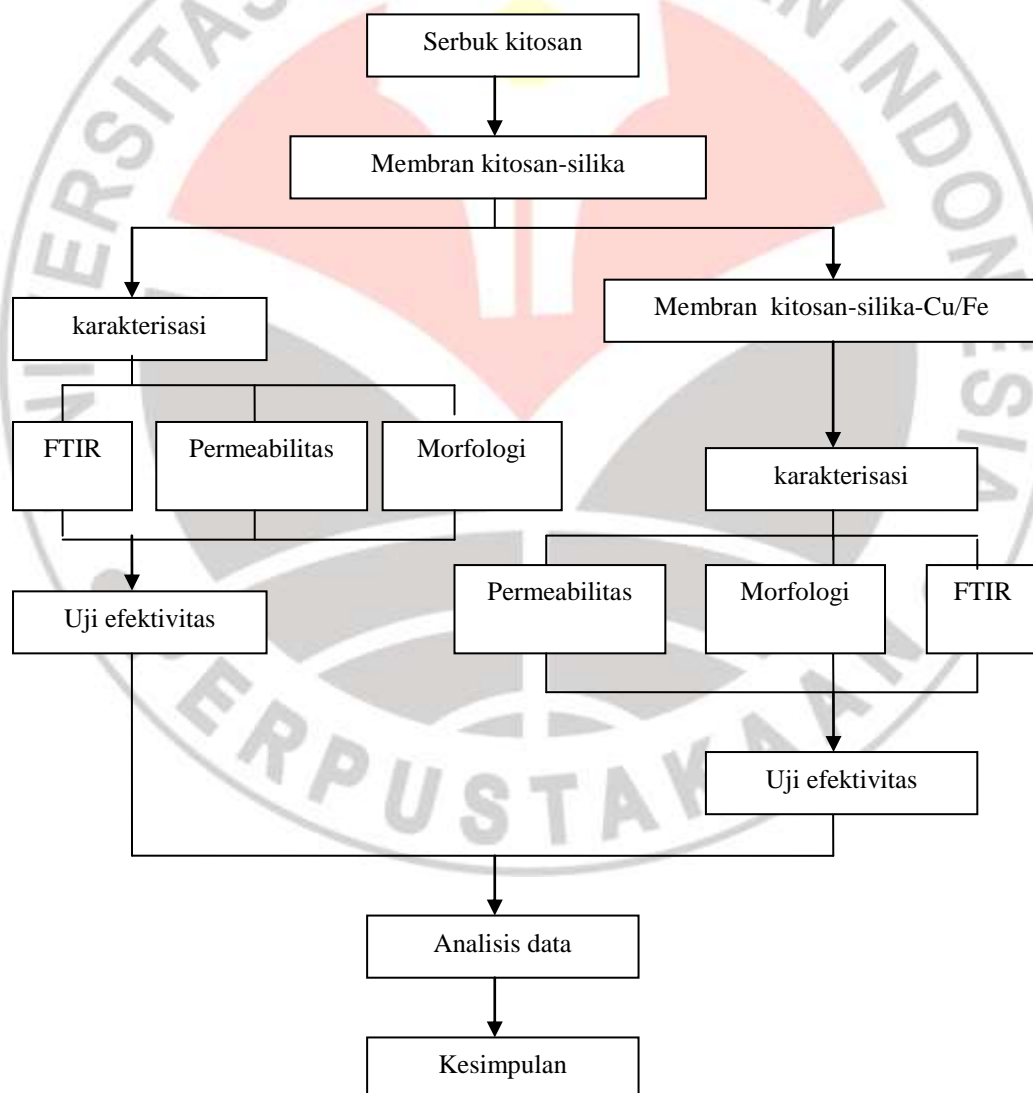
Tahap kegiatan yang dilakukan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Tahap pembuatan membran kitosan-silika.
2. Tahap pembuatan membran kitosan-silika-Cu (Cu dan Fe)

3. Tahap karakterisasi membran kitosan-silika dan membran kitosan-silika-Cu (Cu dan Fe)
4. Tahap pengujian efektivitas membran kitosan-silika dan membran kitosan-silika-Cu (Fe dan Cu) sebagai filter dan adsorben urea.

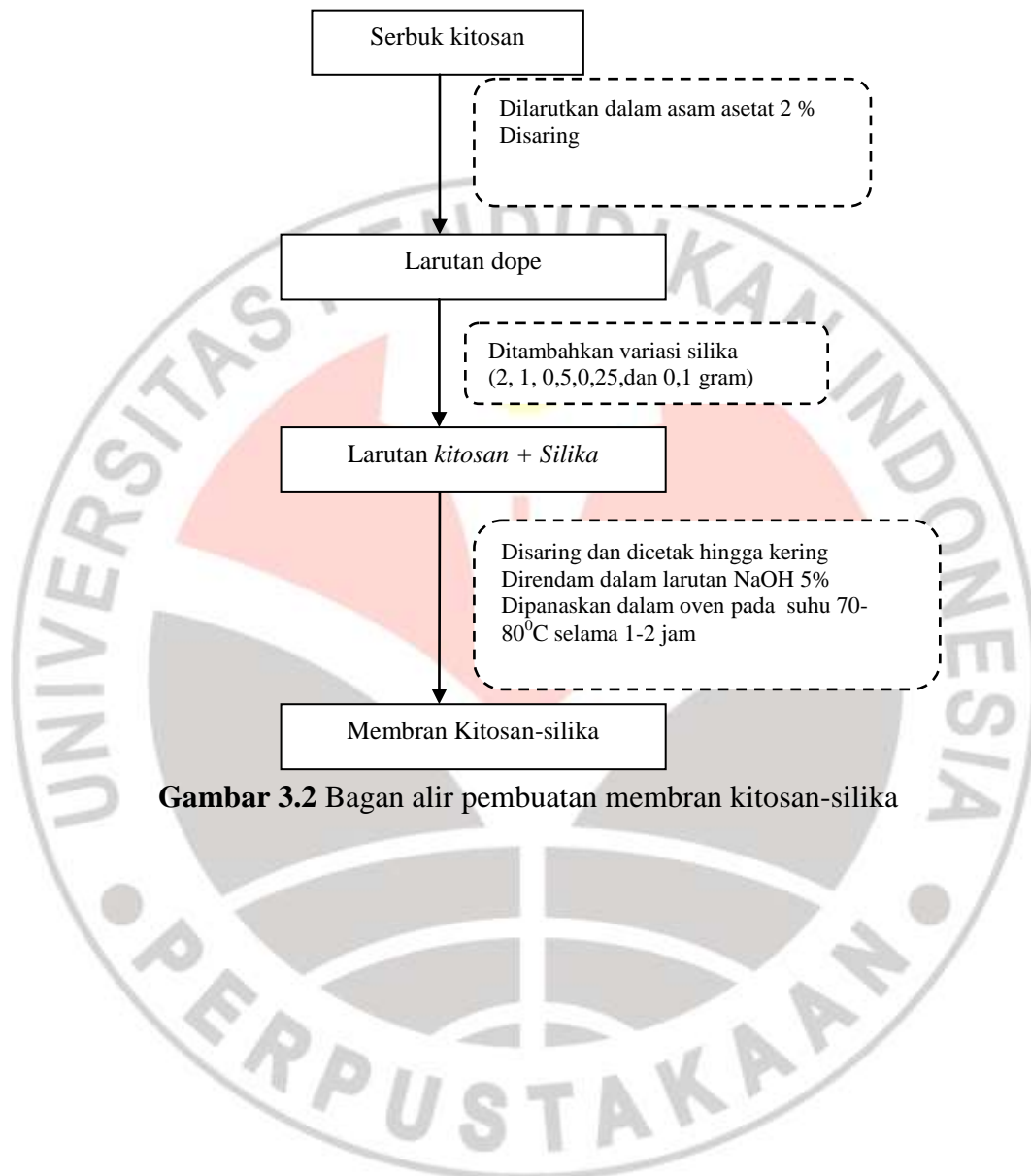
D. Bagan Alir penelitian

Dalam proses pengerjaannya, Diagram alir penelitian ini dapat ditunjukkan secara umum pada gambar 3.1 di bawah ini:



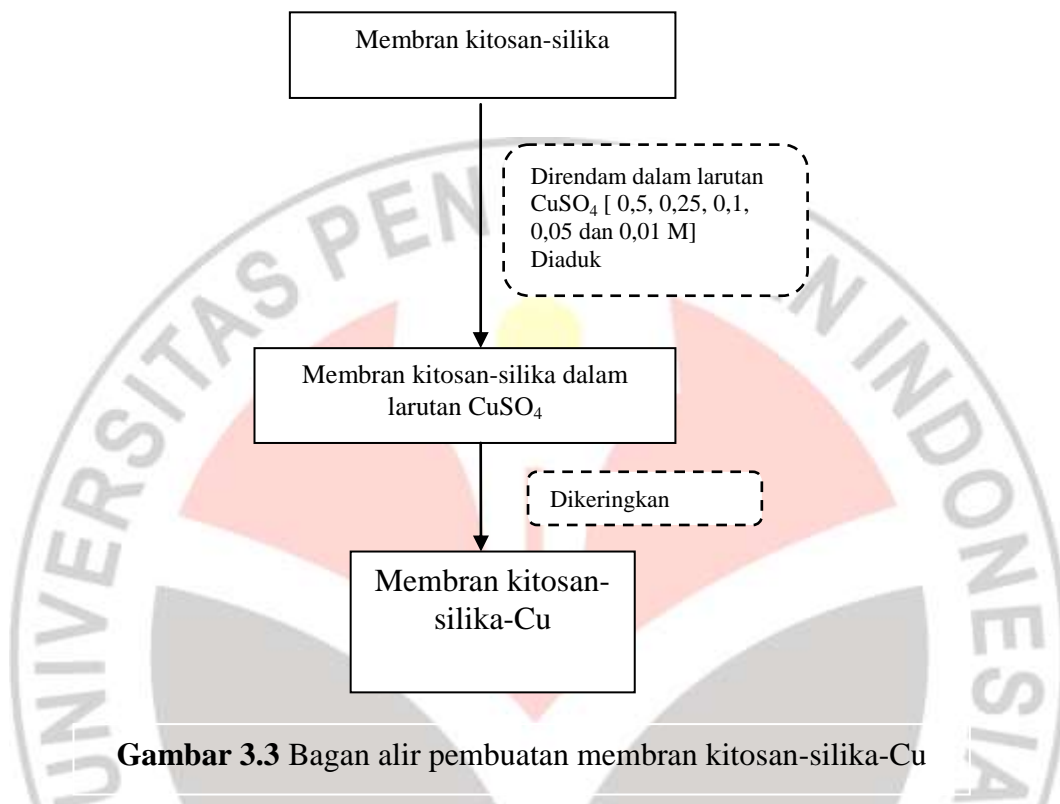
Gambar 3.1 Bagan alir keseluruhan penelitian modifikasi membran kitosan-silika-Cu (Cu dan Fe) sebagai filter dan adsorben urea

Sedangkan untuk proses secara khususnya, proses pembuatan membran kitosan-silika ditunjukkan oleh gambar 3.2



Gambar 3.2 Bagan alir pembuatan membran kitosan-silika

Setelah didapatkan membran kitosan-silika pada kondisi optimum, membran kitosan-silika-Cu dapat dibuat berdasarkan diagram alir pada gambar 3.3 di bawah ini:



Gambar 3.3 Bagan alir pembuatan membran kitosan-silika-Cu

E. Prosedur Kerja

1. Pembuatan Membran-Kitosan-Silika

a. Pembuatan larutan kitosan

Membran dibuat dengan cara melarutkan 1 gram kitosan ke dalam larutan 2% asam asetat. Pengadukan dilakukan selama 15 menit dengan kecepatan 70 rpm. Larutan tersebut disaring menggunakan corong pisah yang telah diberi kertas saring.

b. Optimasi variasi silika

Variasi silika yang dilakukan meliputi perbandingan berat kitosan:silika (dalam gram) yang berbeda-beda (1:2, 1:1, 2:1, 4:1, 10:1). Penambahan masing-masing perbandingan silika dilakukan pada larutan silika yang telah disaring. Pengadukan dilakukan selama 6 jam pada kecepatan 100 rpm.

c. Pembentukan membran kitosan-silika

Larutan yang telah dibentuk sebelumnya dicetak pada gelas kaca dan dibiarkan kering. Membran yang kering kemudian direndam dalam NaOH 5 % dan dipanaskan dalam oven pada suhu 70-80°C selama 2 jam. Dibilas dengan akuades dan dibiarkan kering kembali pada suhu ruangan.

2. Pembuatan membran kitosan-silika-Cu

Dibuat larutan CuSO₄ dengan konsentrasi 0,5 M, 0,25 M, 0,1 M dan 0,05 M. Membran kitosan-silika optimum yang terbentuk direndam pada masing-masing larutan CuSO₄ dan diaduk dengan kecepatan 70 rpm selama 12 jam. Selanjutnya dicuci oleh akuades dan dikeringkan pada suhu ruangan untuk proses selanjutnya.

3. Karakterisasi membran kitosan-silika dan membran kitosan-silika-Cu

a. Uji gugus fungsi

Untuk menentukan gugus fungsi pada membran, digunakan spektroskopi inframerah FTIR 8400 dengan menggunakan 4 sampel, yaitu sampel membran kitosan, membran kitosan-silika, membran kitosan-silika-Cu dan membran

kitosan-silika-Cu hasil uji efektivitas adsorpsi. Semua 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 cm^{-1} .

b. Uji permeabilitas membran kitosan-silika dan membran kitosan-silika-Cu

Uji permeabilitas membran dilakukan dengan menggunakan sel filtrasi berpengaduk, dimana di dalamnya telah disimpan membran kitosan-silika dan membran kitosan-silika logam dengan lapisan pendukung berupa kertas saring. Kemudian sel filtrasi diisi dengan air. Pengukuran dilakukan dengan menghitung fluks air yang melewati membran. Sebelum pengukuran, terlebih dahulu dilakukan kompaksi terhadap membran selama 45-60 menit. Waktu pengukuran ditentukan selama 60 menit kemudian volume permeat dicatat.

c. Uji bentuk morfologi

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.

4. Uji efektivitas filtrasi dan adsorpsi membran kitosan-silika dan membran kitosan-silika-Cu (Cu dan Fe) terhadap urea

a. Uji efektivitas membran kitosan-silika dan membran kitosan-silika-Cu sebagai filter urea

Efektivitas filtrasi membran ditentukan menggunakan sel filtrasi berpengaduk dengan larutan induk urea 100 ppm. Larutan induk urea difiltrasi selama 1 jam untuk kemudian diukur nilai absorbansi filtratnya menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Metode yang digunakan untuk mengukur absorbansi adalah metode nessler.

b. Efektivitas membran kitosan-silika dan membran kitosan-silika-Cu sebagai adsorben urea

Efektivitas membran kitosan-silika dan membran kitosan-silika-Cu diukur dengan merendam membran dalam larutan induk urea 100 ppm. larutan hasil rendaman tersebut diambil 1 mL dan diencerkan hingga 10 mL. Ditambahkan pereaksi nessler sebanyak 1 mL dan dipanaskan pada suhu 60°C selama 30 menit. Larutan tersebut diukur adsorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Dengan mengetahui nilai absorbansi pada larutan filtrat yang kemudian dibandingkan dengan nilai absorbansi maksimum pada larutan induk urea 100 ppm, dapat diketahui konsentrasi urea yang berada pada larutan.