

## BAB III METODE PENELITIAN

### 3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini terdiri dari beberapa tahap, yaitu tahap sintesis, karakterisasi, dan uji kinerja. Proses sintesis membran komposit dilakukan di Laboratorium Riset FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Proses karakterisasi menggunakan instrumentasi *Fourier Transform Infrared (FTIR-Nicolet 155)* di BRIN, *X-ray Diffraction (XRD)* di Greenlab, uji porositas dan pengukuran sudut kontak (hidrofilisitas) dilakukan di Laboratorium Riset FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Uji kinerja dengan sistem filtrasi *cross-flow*, meliputi uji permeabilitas, permselektivitas, dan *molecular weight cut off (MWCO)* dilakukan di Laboratorium Riset FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Penelitian dilaksanakan pada bulan Maret 2023 sampai Agustus 2023.

### 3.2 Alat dan Bahan

#### A. Bahan

Bahan yang digunakan, meliputi Kitosan (CS) (DD 85 % dengan Mr 29755, 96 g/mol), Asam Asetat glasial 98% ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), Dimetil Asetamida (DMAc), Polieter Sulfon (PES) (Mr 58,000 g/mol), Natrium Hidroksida (NaOH) (Mr 40 g/mol), kitosan (Mr 53,49 g/mol), MWCNT, *Bovine Serum Albumin (BSA)* (Mr 66000 Da), Akuabides, dan Akuades. Semua bahan yang digunakan kecuali aquades memiliki *grade pro analysis (PA)* dari *Merck Germany*.

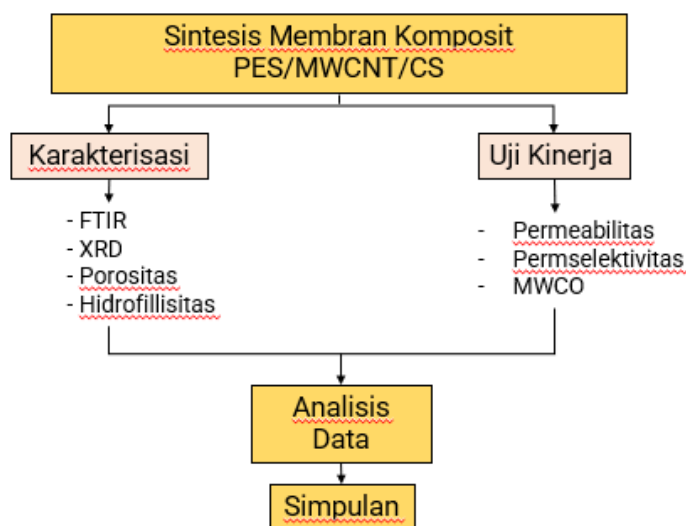
#### B. Alat

Alat yang digunakan pada tahap sintesis, meliputi gelas ukur (10, mL), neraca analitik, gelas kimia (50, 100, 250, dan 400 mL), pipet ukur (5 dan 2 mL), spatula, batang pengaduk, botol semprot, pengaduk magnetik, mikrometer digital, kaca arloji, selotip dan cetakan kaca (15 x 20 cm). Pada tahap karakterisasi, digunakan instrumentasi *Fourier Transform Infrared*

(FTIR-Nicolet 155), dan *x-ray diffraction* (XRD D8 Advance Bruker). Pada tahap uji kinerja menggunakan set alat filtrasi *cross-flow*, pengaduk magnetik, gelas ukur 10 mL, gelas kimia 100 mL, dan instrumen spektrofotometer UV-Vis (UV Mini Shimadzu 1240).

### 3.3 Metode Penelitian

Secara umum, penelitian ini terdiri dari tahap sintesis, karakterisasi, dan uji kinerja yang disajikan pada gambar 3.1.



**Gambar 3. 1** Diagram Alir Penelitian

Tahap sintesis meliputi penyiapan larutan prekursor membran, dan pembuatan larutan *casting* membran dengan polietersulfon (PES)/MWCNT/CS menggunakan metode *in-situ solution mixing*. Karakterisasi membran dilakukan dengan melakukan uji FTIR (*Fourier Transform Infrared*), XRD (*X-Ray Diffraction*), uji porositas, dan sudut kontak (hidrofilisitas). Uji kinerja menggunakan sistem filtrasi *cross-flow* meliputi pengujian permeabilitas, permeabilitas, dan *molecular weight cut off* (MWCO).

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Sintesis Membran Komposit

##### 3.4.1.1 Pembuatan Larutan Kitosan 0.1%, 0.25%, dan 0.5%

Azzahra Annur Rizqia, 2023

PENGARUH KITOSAN TERHADAP KARAKTERISTIK DAN KINERJA MIXED MATRIX MEMBRANE PES/MWCNT

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

0.1 g, 0.25 g, dan 0.5 g kitosan masing-masing dilarutkan dalam 100 mL asam asetat 1% menggunakan pengaduk mekanik pada suhu ruang.

#### **3.4.1.2 Pembuatan Larutan PES 15%**

1.5 g polietersulfon dilarutkan dalam 10 mL DMAc menggunakan pengaduk magnetik (500 rpm) pada suhu 80°C.

#### **3.4.1.3 Pembuatan Larutan NaOH 1 M**

4 g NaOH dilarutkan dalam 100 mL aquades menggunakan batang pengaduk hingga larut pada suhu ruang.

#### **3.4.1.4 Pembuatan Larutan MWCNT**

0.1 mg MWCNT dilarutkan menggunakan 10 mL DMAc lalu didispersi menggunakan ultrasonikasi.

#### **3.4.1.5 Pembuatan Film atau *Casting* Membran**

1 mL larutan kitosan (0.1%, 0.25%, dan 0.5%) dituangkan ke dalam 10 mL larutan MWCNT, lalu dicampurkan ke dalam 10 mL larutan PES 15% (larutan *casting*) dituangkan ke atas pelat kaca berukuran 15 x 20 cm dengan bagian tepi dilapisi selotip sesuai ketebalan membran yang diinginkan. Larutan *casting* disebarkan menggunakan batang pengaduk hingga semua bagian kaca terlapisi larutan *casting*. Lalu, pelat kaca direndam dalam bak koagulasi (aquades) selama 24 jam. Membran yang terbentuk dikeringkan menggunakan kertas isap.

### **3.4.2 Karakterisasi**

#### **3.4.2.1.1 Ketebalan Membran**

Ketebalan membran diukur menggunakan mikrometer sekrup digital di 5 titik yang berbeda. Dihitung nilai rata-rata pada setiap seri membran. Tujuan dari pengukuran ketebalan yaitu untuk mengetahui pengaruh penambahan CS pada membran komposit PES/MWCNT.

#### **3.4.2.1.2 *Fourier Transform Infrared* (FTIR)**

Metode FTIR dilakukan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam membran komposit PES/MWCNT/CS yang disintesis. Pengujian dilakukan menggunakan instrumen *Fourier Transform Infrared (FTIR-Nicolet 155)* dengan kondisi pengukuran pada bilangan gelombang 4000 – 400  $\text{cm}^{-1}$ . Metode ini memiliki prinsip berdasarkan penyerapan sejumlah energi oleh sampel dari sinar inframerah dengan frekuensi yang sama dengan frekuensi vibrasi ikatan atau bilangan gelombang pada sampel tersebut yang menyebabkan terjadinya eksitasi tingkat energi vibrasi.

#### 3.4.2.1.3 X-Ray Diffraction (XRD)

Pengukuran struktur dan kristalinitas membran dilakukan menggunakan Instrumentasi *X-Ray Diffraction (XRD-Rigaku, D-Max 2500)* dengan sumber sinar X (Cu  $K\alpha$  1,54 Angstrom) untuk mengetahui modifikasi kitosan terhadap bentuk kristal dan struktur membran pada membran komposit PES/MWCNT/CS.

#### 3.4.2.1.4 Uji Porositas

Uji porositas bertujuan untuk menentukan kapasitas adsorpsi dan penyerapan air pada membran yang dapat mempengaruhi karakteristik morfologi serta kinerja membran (Khoo *et al.*, 2021; Lusiana *et al.*, 2020). Uji porositas dilakukan menggunakan metode *dry-wet-weight*. Membran komposit PES/MWCNT/CS yang sudah ditimbang dalam keadaan kering, direndam dalam akuabides selama 24 jam. Kemudian, sejumlah air pada permukaan membran dilap dengan kertas saring. Ditimbang berat basah membran. Dicatat selisih hasil penimbangan membran basah dan kering, lalu dihitung porositas membran menggunakan persamaan (1) (Khoerunnisa *et al.*, 2020).

$$\varepsilon (\%) = \frac{\frac{\omega w - \omega d}{\rho w} + \frac{\omega d}{\rho p}}{\omega w - \omega d + \frac{\omega d}{\rho p}} \times 100 \% \quad (1)$$

Keterangan:

$\omega_w$  = berat membran basah (g)

$\omega_d$  = berat membran kering (g)

$\rho_w$  = densitas air (g/cm<sup>3</sup>)  
= 1,01 g/cm<sup>3</sup>

$\rho_p$  = densitas polimer (g/cm<sup>3</sup>)  
= 1,043 g/cm<sup>3</sup>

#### 3.4.2.1.5 Sudut Kontak (Hidrofilisitas)

Hidrofilisitas membran diukur melalui nilai sudut kontak. Pengukuran sudut kontak dilakukan dengan metode *sessile drop*. Membran komposit PES/MWCNT/CS yang dikeringkan selama 24 jam dalam desikator sebelum diuji. Sebanyak 20  $\mu$ L akuabides diteteskan menggunakan *microsyringe* atau *micropipet* pada permukaan membran di lima titik berbeda untuk setiap sampel. Sudut kontak dihitung dengan bantuan aplikasi *Java Software ImageJ*.

### 3.4.3 Uji Kinerja Membran

Kinerja membran dievaluasi dengan sistem filtrasi *cross-flow* melalui beberapa parameter uji yang dijelaskan sebagai berikut.

#### 3.4.3.1 Uji Permeabilitas

Permeabilitas diukur melalui nilai fluks air murni. Pengukuran fluks bertujuan untuk mengetahui jumlah air yang dapat melewati membran dalam waktu tertentu (Thakur & Voicu, 2016). Fluks dinormalisasi dengan dibagi tekanan untuk mengetahui efek pengotoran membran yang dinyatakan sebagai fluks spesifik air murni atau permeabilitas (Abitha & Thomas, 2018). Pengujian dilakukan dengan menggunakan set alat filtrasi *cross-flow* pada suhu kamar. Akuabides digunakan sebagai larutan umpan.

Pada set alat *cross-flow*, membran dipotong berbentuk persegi dengan luas area efektif membran  $3,6 \times 10^{-3} \text{ m}^2$ .

$$J = \frac{V}{S \cdot \Delta t} \quad (2)$$

Filtrasi dilakukan pada variasi tekanan 2-3 bar. Fluks ( $J$ ,  $\text{L} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$ ) dapat dihitung melalui persamaan (2).  $P$  adalah tekanan (bar),  $V$  adalah volume permeat (L),  $S$  adalah area aktif membran ( $\text{m}^2$ ), dan  $t$  adalah waktu filtrasi (h) (Zhu *et al.*, 2020).

### 3.4.3.2 Uji Permselectivitas (Rejeksi)

Permselectivitas membran dinyatakan melalui besaran persen rejeksi (%R). Uji rejeksi bertujuan untuk mengetahui ketahanan terhadap spesi tertentu dari spesi yang lain yang melewati membran. Larutan umpan yang digunakan, antara lain larutan *Bovine Serum Albumin* (BSA) 100 ppm-400 ppm. Pengujian menggunakan set alat *cross-flow* filtrasi pada keadaan suhu kamar, pH 7 dan tekanan 2 bar. Luas area efektif membran pada pengujian ini adalah  $3,6 \times 10^{-3} \text{ m}^2$ .

$$R = 1 - \frac{A_p}{A_f} \times 100 \% \quad (3)$$

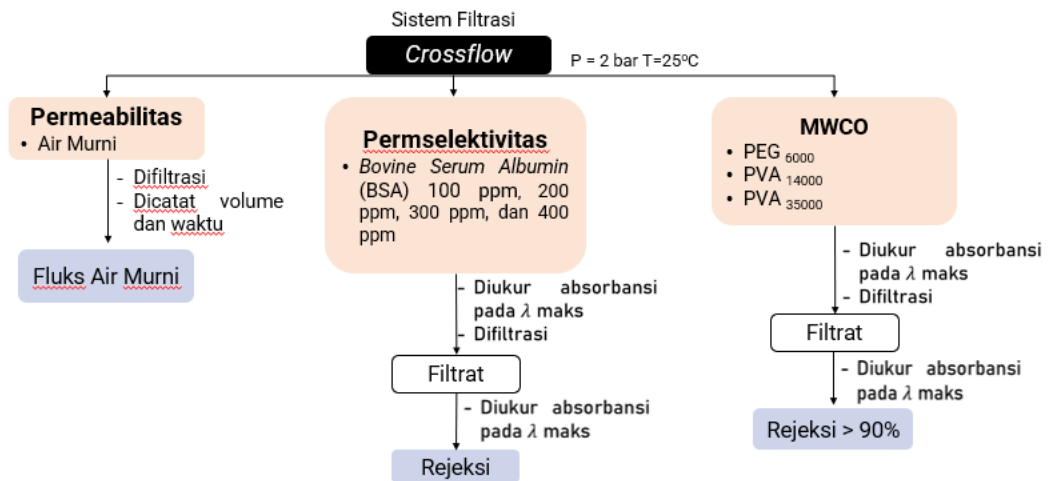
Nilai rejeksi ditentukan melalui pengukuran absorbansi *feed* dan permeat menggunakan spektrofotometer UV. Nilai rejeksi merupakan selisih dari absorbansi *feed* dan permeat yang dihitung dengan persamaan (3). Di mana,  $R$  adalah rejeksi,  $A_p$  adalah absorbansi permeat,  $A_f$  adalah absorbansi *feed* atau umpan (Zhu *et al.*, 2020).

### 3.4.3.3 Uji *Molecular Weight Cut Off* (MWCO)

Pengujian MWCO dilakukan untuk mengetahui ukuran molekul terkecil yang dapat ditahan oleh membran dengan nilai rejeksi sebesar 90%. Larutan PEG<sub>6000</sub>, PVA<sub>14000</sub> dan PVA<sub>35000</sub> dengan konsentrasi 100 ppm digunakan untuk menghitung *Molecular Weight Cut Off* (MWCO) menggunakan set alat *cross-flow* filtrasi pada keadaan suhu kamar, pH 7 dan tekanan 2 bar. Luas area efektif membran pada

pengujian ini adalah  $3.6 \times 10^{-3} \text{ m}^2$ . Nilai rejeksi ditentukan melalui pengukuran absorbansi *feed* dan *permeat* menggunakan spektrofotometer UV. Nilai rejeksi merupakan selisih dari absorbansi *feed* dan *permeat*.

Alur tahapan uji kinerja membran komposit PES/MWCNT/CS disajikan pada **gambar 3.2**.



**Gambar 3. 2** Tahapan pengujian kinerja membran komposit