

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Deskripsi Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI yang beralamat di Jl. Dr. Setiabudi No.229 Bandung. Untuk keperluan analisis menggunakan FTIR, UV-Vis Mini dan Turbidimeter digunakan Laboratorium Kimia Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia, FPMIPA UPI sedangkan untuk analisa SEM dilakukan di Laboratorium Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi dan Kelautan (P3GL). Waktu pelaksanaan kegiatan penelitian dimulai dari bulan Maret 2008 sampai bulan November 2008.

3.2 Desain Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan terdiri dari tiga tahap yaitu tahap pembuatan membran, tahap karakterisasi dan tahap aplikasi.

3.2.1 Tahap Pembuatan Membran

Pada tahap ini, kitosan, polietilen glikol (PEG) BM 6000 dan larutan CH_3COOH 0,1M disiapkan untuk proses pembuatan membran. Proses pembuatan membran ini meliputi pembuatan larutan kitosan 2% (b/v), larutan PEG 2 % (b/v), larutan cetak (*dope*) dan proses pencetakan membran.

3.2.2 Tahap Karakterisasi

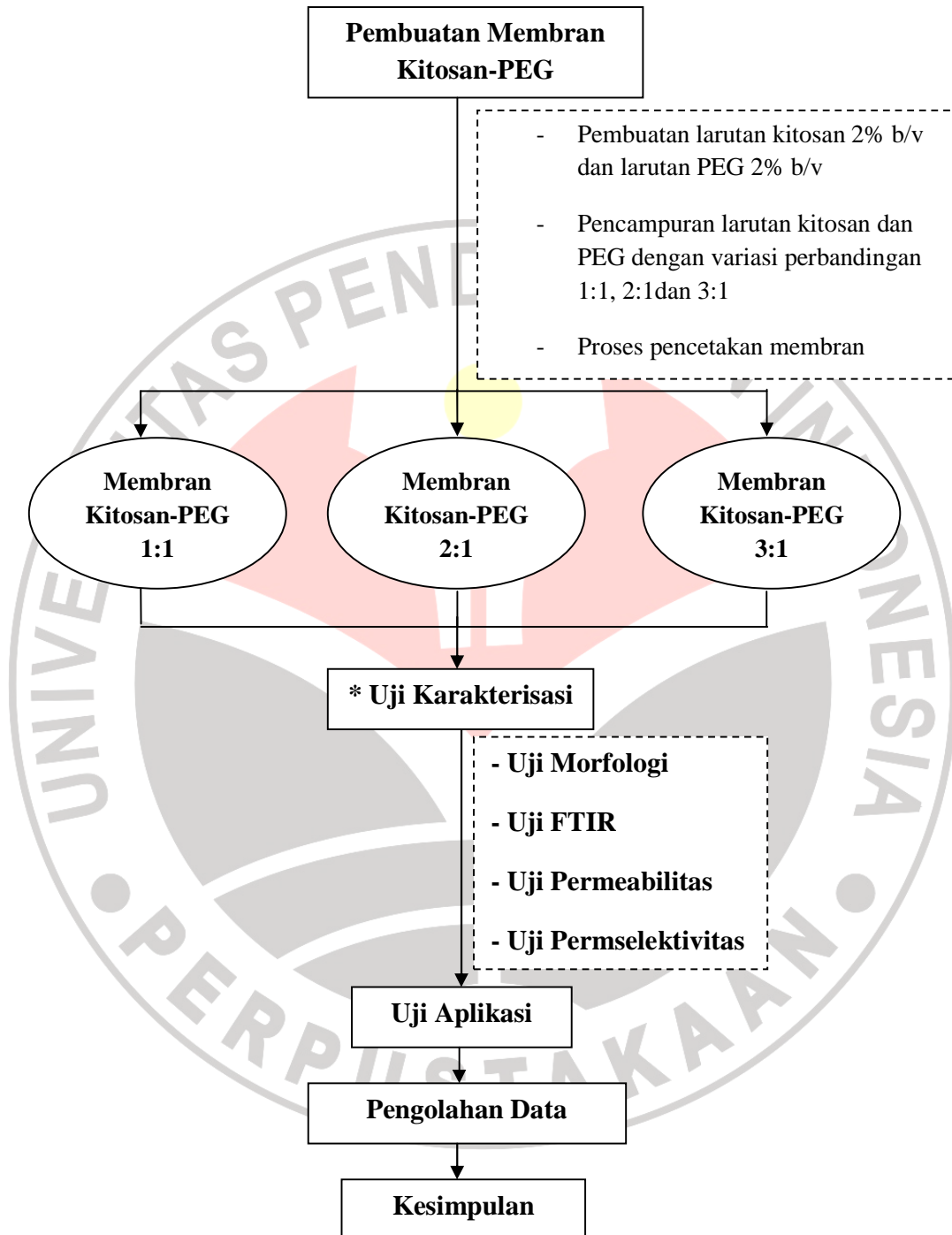
Pada tahap ini, selain dilakukan karakterisasi membran kitosan-PEG juga dilakukan karakterisasi terhadap kitosan (dari cangkang udang) dan PEG BM 6000. Tahap karakterisasi ini meliputi uji FTIR kitosan, uji FTIR PEG, uji morfologi membran dengan SEM (Scanning Electron Microscope), uji FTIR membran, uji permeabilitas dan uji permselektivitas membran.

3.2.3 Tahap Aplikasi

Pada tahap ini, membran kitosan-PEG yang dihasilkan diuji kinerjanya pada proses penjernihan air sungai melalui uji permselektivitas .

3.3 Diagram Alir Penelitian

Penelitian ini dilakukan sesuai dengan diagram alir yang ditunjukkan pada gambar 3.1



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

Ket : * = uji karakterisasi dst. tidak dilakukan terhadap membran yang rapuh

3.4 Alat dan Bahan

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

Bahan atau zat-zat kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah: Kitosan (dari cangkang udang), Polietilen glikol (PEG) BM 6000, Asam Asetat, Pewarna tekstil warna biru, Air sungai dan Aquades.

3.5 Prosedur Kerja

3.5.1 Tahap Pembuatan Membran

Kitosan dilarutkan dalam larutan asam asetat 0,1 M untuk membuat larutan 2% (b/v), lalu diaduk dengan magnetik stirrer selama 8 jam pada suhu ruangan. Dibuat juga larutan PEG 2% (b/v) dalam asam asetat 0,1 M. Kedua larutan tersebut kemudian dicampurkan dengan variasi perbandingan kitosan dan PEG yaitu 1:1, 2:1 dan 3:1, untuk membuat larutan cetak (*dope*).

Langkah selanjutnya, larutan *dope* dituangkan di atas cetakan plastik dan dibiarkan menyebar hingga membentuk lapisan tipis, kemudian dibiarkan pada suhu kamar hingga didapat membran kering. Membran yang sudah kering dilepaskan dari cetakan kemudian direndam dalam NaOH 1 M selama 3 jam, lalu membran dicuci dengan aquades hingga netral dan dikeringkan.

3.5.2 Tahap Karakterisasi

Untuk mengetahui keberhasilan pembuatan membran kitosan-PEG, maka terlebih dahulu dilakukan uji FTIR kitosan dan uji FTIR PEG BM 6000 yang kemudian dilanjutkan dengan uji morfologi membran dengan SEM (Scanning Electron Microscope), uji FTIR membran, uji permeabilitas dan uji permselektivitas membran.

3.5.2.1 Uji Morfologi Membran dengan SEM

Sebelum dilakukan pemetretan SEM, membran terlebih dahulu dikeringkan dan direndam dalam nitrogen cair selama beberapa detik sampai mengeras. Membran kemudian diangkat dan dipatahkan dengan pinset pada kedua ujungnya. Potongan membran kemudian dilapisi (di-coating) dengan emas murni yang berfungsi sebagai penghantar. Permukaan dan penampang lintang dari permukaan membran difoto dengan perbesaran tertentu.

3.5.2.2 Uji FTIR

Sebanyak ± 1 mg serbuk membran kitosan-PEG dicampur dengan KBr sebanyak ± 10 mg. Campuran ini kemudian digerus dengan mortar sampai halus lalu ditekan untuk memperoleh bentuk pelet. Pelet KBr tersebut kemudian dimasukkan ke dalam tempat cuplikan dan direkam dengan spektra inframerah pada bilangan gelombang antara $400-4000\text{ cm}^{-1}$. Prosedur yang sama diterapkan pada PEG dan kitosan.

3.5.2.3 Uji Permeabilitas Membran

Untuk pengujian permeabilitas membran digunakan sel filtrasi berpengaduk yang di dalamnya ditempatkan membran dengan lapisan pendukung berupa kertas saring. Metode yang digunakan cukup sederhana, fluks air yang melewati membran dihitung sebagai fungsi dari tekanan yang digunakan. Membran dipotong berbentuk lingkaran dengan diameter 4,5 cm. Ukuran ini disesuaikan dengan desain alat filtrasi. Air dimasukkan ke dalam sel filtrasi yang dibawahnya telah ditempatkan membran, ditutup rapat lalu diberikan tekanan sebesar 1 atm. Sebelum pengukuran dimulai, dilakukan kompaksi terhadap membran selama 30-60 menit. Waktu pengukuran ditentukan selama 75 menit dan volume permeat dicatat.

3.5.2.4 Uji Permselectivitas Membran

Pada pengujian permselectivitas membran juga digunakan sel filtrasi berpengaduk yang di dalamnya ditempatkan membran dengan lapisan pendukung berupa kertas saring. Untuk pengujian ini digunakan larutan pewarna tekstil berwarna biru sebagai larutan umpan. Membran dipotong berbentuk lingkaran dengan diameter 4,5 cm dimana ukuran ini disesuaikan dengan desain alat filtrasi. Larutan pewarna tekstil dengan konsentrasi 300 ppm dimasukkan ke dalam sel filtrasi, ditutup rapat lalu diberikan tekanan sebesar 1 atm dan hasil filtrasi (permeat) ditampung. Konsentrat dan permeat diukur absorbansinya dengan alat UV-VIS Mini pada panjang gelombang 644,5 nm.

Pemilihan larutan umpan ini karena penggunaan membran mikrofiltrasi untuk memisahkan makromolekul dari suatu larutan. Ukuran molekul dari zat warna biru indigo cukup besar yaitu $\pm 1 \mu\text{m}$ dengan berat molekul ± 500.000 . Selain itu, pemilihan larutan umpan dalam uji permselektivitas ini dapat disesuaikan dengan uji aplikasi yang akan dilakukan. Dikarenakan membran yang dihasilkan akan diuji aplikasinya terhadap penjernihan air sungai maka digunakan larutan berwarna sebagai larutan umpan. Hal ini dikarenakan pengamatan secara visual jernih atau tidak jernihnya air berhubungan dengan parameter warna.

3.6 Uji Aplikasi

Uji aplikasi diterapkan pada air sungai. Air sungai dimasukkan ke dalam sel filtrasi berpengaduk yang di dalamnya ditempatkan membran dengan lapisan pendukung berupa kertas saring, ditutup rapat lalu diberikan tekanan sebesar 1 atm dan hasil filtrasi (permeat) ditampung. Kemudian, larutan umpan (air sungai tanpa penambahan apapun) dan hasil filtrasi (permeat) diuji turbiditasnya menggunakan alat turbidimeter digital.

3.7 Analisis Data

- Uji Permeabilitas Membran

Data yang diperoleh berupa volum permeat (L), waktu (jam), dan diameter membran (m) dimasukkan ke dalam rumus :

$$J = \frac{V}{A \cdot t}$$

dimana: J = fluks ($L/m^2 \cdot \text{jam} \cdot \text{atm}$)

V = volume permeat (L)

A = luas permukaan membran (m^2)

t = waktu (jam)

- Uji Permselectivitas Membran

Data yang diperoleh berupa absorbansi (Abs) dari hasil pengukuran konsentrat dan permeat dengan menggunakan alat UV-Vis Mini. Harga absorbansi yang terukur dianggap sebanding dengan harga konsentrasi sesuai dengan hukum Lambert-Beer:

$$A = \epsilon b C$$

Dengan demikian nilai % rejeksi dapat dihitung dengan menggunakan rumus:

$$\% R = \left(1 - \frac{C_p}{C_f}\right) \times 100\%$$

dimana : % R = persen rejeksi

C_p = konsentrasi spesi dalam permeat

C_f = konsentrasi spesi dalam konsentrat