

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini terdiri dari tahap sintesis, karakterisasi, dan pengujian kinerja. Untuk tahap preparasi, sintesis, karakterisasi dan uji kinerja dilaksanakan di laboratorium riset kimia dan laboratorium instrumentasi kimia, Departemen Pendidikan Kimia, FPMIPA, Universitas Pendidikan Indonesia. Sedangkan tahap karakterisasi *tensile strength* dan karakterisasi SEM menggunakan fasilitas di Institut Teknologi Bandung dan XRD menggunakan fasilitas di *Green Labs* Bandung. Waktu penelitian dimulai dari bulan September 2023 sampai Januari 2024.

3.2. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada tahap sintesis berupa gelas kimia, gelas ukur, batang pengaduk, spatula, pengaduk magnetik, botol semprot, kaca arloji, pipet tetes, neraca analitik, pH meter, desikator, sonikator, dan hot plate. Karakterisasi membran dilakukan menggunakan beberapa instrumentasi seperti *Fourier Transmission Infra-Red* (FT-IR) Shimadzu Nicolet iS5 -metode ATR, *X-Ray Diffraction* (XRD) D8 Advance Bruker, *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM) Phenom Pure G6 dengan detektor mix dan SEM-EDX JEOL/JMS IT200 LV dengan detektor secondary electron, pH meter, set alat sessile drop (tripod, kamera, water pass, lampu, selotip, papan hitam), set alat pengujian porositas, syringe, sonikator, dan set alat filtrasi (set crossflow, set dead-end, kompresor) *magnetic stirrer*, *hot plate*, dan spektrofotometer UV-Vis Shimadzu M1240, spektrofotometer serapan atom Qualitest WFX-130A.

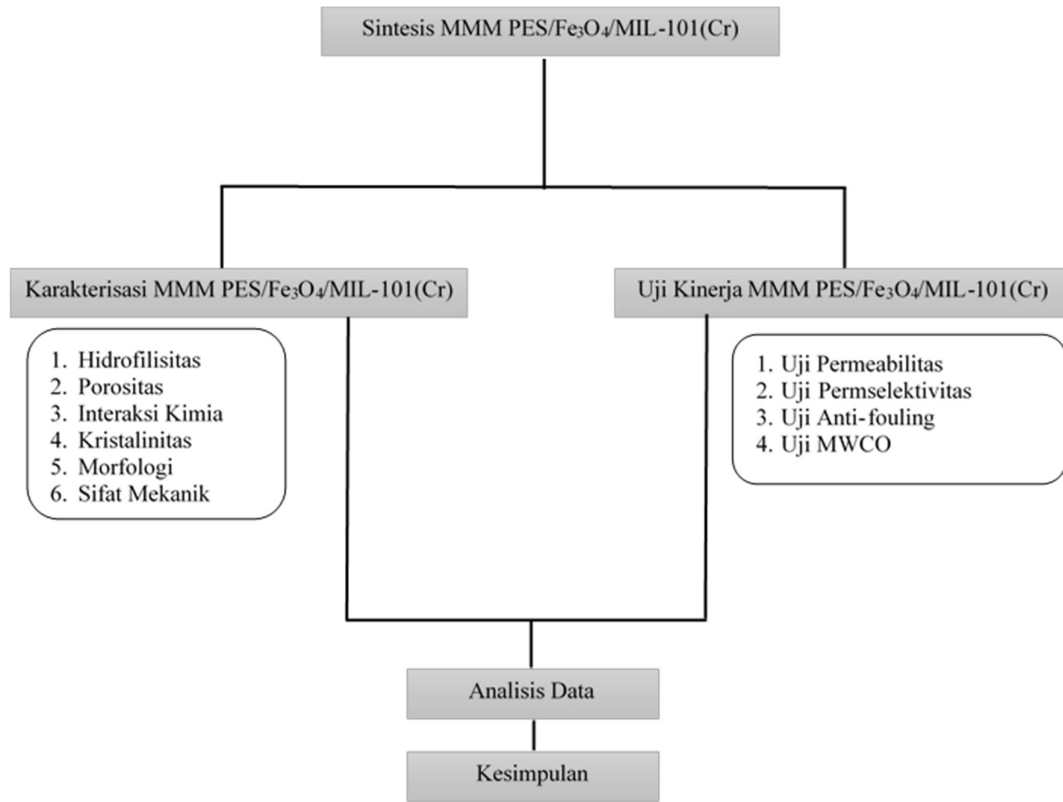
Bahan yang digunakan adalah *Polyethersulfone* (PES) 52 KDa, nano Fe_3O_4 yang diperoleh dari Sigma Aldrich, MIL-101(Cr) yang diperoleh dari Universitas Negeri Malang, *Dimethylacetamide* (DMAc) dengan kemurnian 99,7%, metil jingga 327 Da, rhodamine B 439 Da, Bovine Serum Albumin 66 KDa, garam NaCl, CaCl_2 , FeCl_3 yang dibeli dari *Merck* dengan grade *pro analysis*.

3.3. Tahap Penelitian

Tahap penelitian diawali dengan tahap sintesis. Pada tahap sintesis dilakukan preparasi prekursor membran dan optimasi komposisi pada setiap

prekursor menggunakan metode kimia. Tahap karakterisasi membran dilakukan menggunakan instrumen FTIR, SEM-EDX, XRD, *Tensile tester*, sudut kontak, dan porositas.

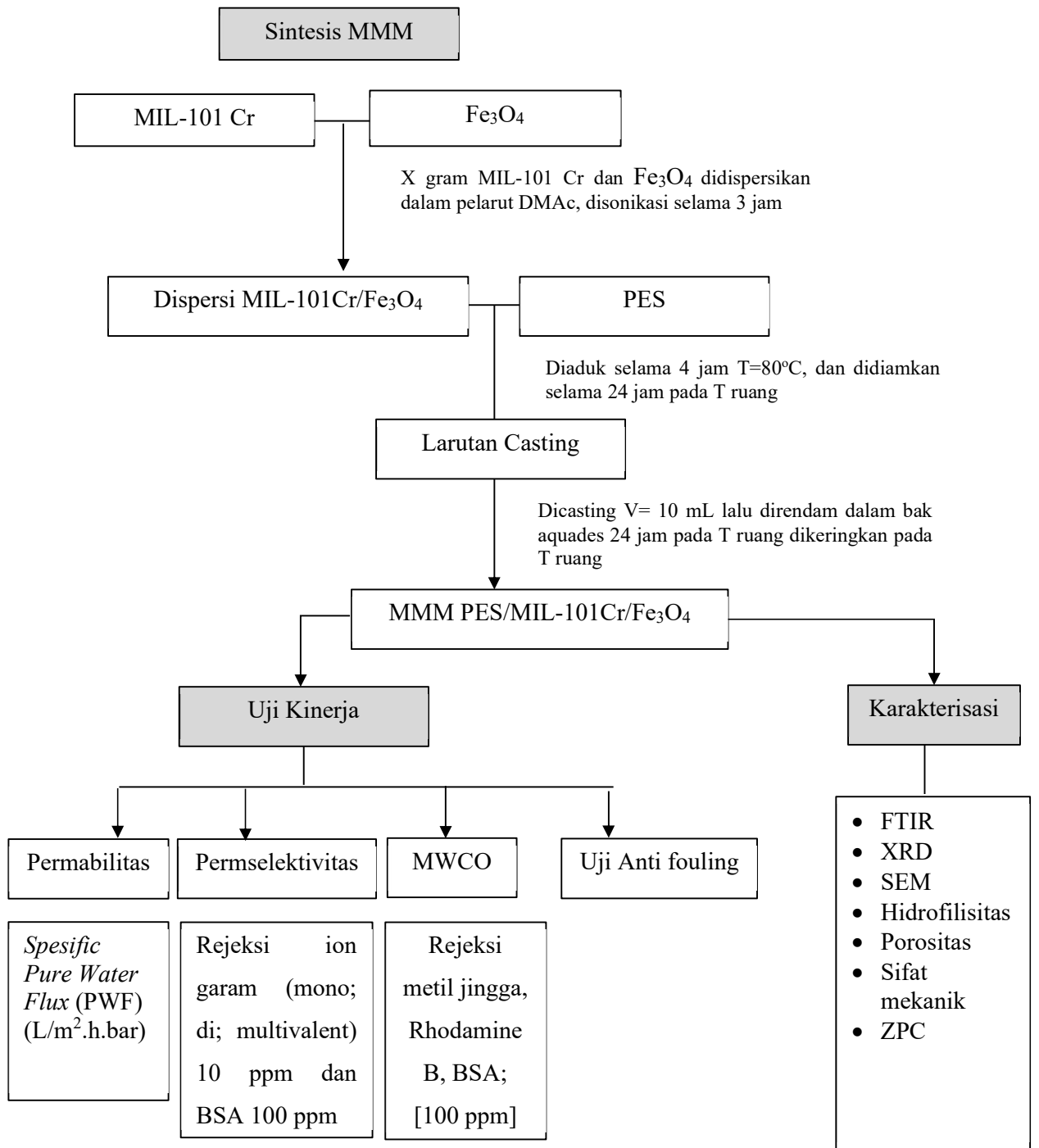
Adapun tahap uji kinerja membran dilakukan melalui uji permeabilitas, uji permselectivitas, uji antifouling dan uji MWCO. Bagan alir penelitian ditunjukkan oleh gambar 3.1.



Gambar 3.1 Bagan alir penelitian

3.4. Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian dibagi menjadi 3 tahap yaitu proses sintesis, karakterisasi dan uji kinerja MMM. Gambar 3.2 menunjukkan prosedur penelitian.



Gambar 3.2. Prosedur penelitian

3.4.1. Pembuatan Dispersi MIL-101Cr/Fe₃O₄

Filler MIL-101Cr/Fe₃O₄ dicampurkan dengan berbagai konsentrasi menggunakan pelarut DMAc menggunakan ultrasonikasi (power 50 kHz, 250 W) selama 3 jam pada temperatur 25°C.

3.4.2. Sintesis Membran

Preparasi MMM dilakukan dengan cara mencampurkan filler dengan PES dalam pelarut DMAc menggunakan *magnetic stirrer* pada 500 rpm dan suhu 80 °C 3 jam. Komposisi prekursor MMM tersaji pada Tabel 3.1, dimana komposisi PES dan MIL-101Cr dibuat tetap, namun komposisi Fe₃O₄ divariasikan.

Tabel 3. 1. Komposisi prekursor MMM

No	Membran Komposit	PES (% massa)	MIL-101Cr (% massa)	Fe ₃ O ₄ (% massa)	Pelarut (% massa)
1	M0	18	-	-	82
2	M1	18	0.2	-	81,8
3	M2	18	0.2	0,001	81,7999
4	M3	18	0.2	0,002	81,7998
5	M4	18	0.2	0,003	81,7997
6	M5	18	0.2	0,004	81,7996
7	M6	18	0.2	0,005	81,7995

Setelah homogen, larutan didiamkan pada suhu ruang untuk menghilangkan gelembung yang terbentuk selama pencampuran. Setelah itu, larutan casting dicetak dengan menggunakan roller tube menggunakan metode NIPs (*non-solvent induced inversion phase*). Hasil cetakan kemudian direndam dalam bak berisi air (non-pelarut) pada suhu ruangan selama 24 jam dan diperoleh membran. Membran kemudian dikeringkan pada temperature ruang.

3.4.3. Karakterisasi MMM

Pengukuran ketebalan MMM dilakukan menggunakan digital mikrometer (Mitutoyo) pada 4 titik membran. Penentuan interaksi kimia antara filler (MIL-101 Cr dan Fe₃O₄) dan PES dalam MMM dilakukan menggunakan spektrofotometer FTIR (Nicolet iS, 5 FTIR) pada rentang bilangan gelombang 400 – 4000 cm⁻¹) dengan scanning rate 2 cm⁻¹/s. Penentuan struktur kristal, komposisi kimia, ukuran

kristal, dan kristalinitas MMM dilakukan menggunakan X-ray diffraction (XRD) (*Rigaku, D-Max 2500*) pada 2θ 2 sampai 60° dengan sumber X-ray Cu $K\alpha$ 1.54065 Å, 30 keV.

Perhitungan jarak interlayer MMM ditentukan dari data X-ray diffraction menggunakan persamaan Bragg pada persamaan 3.1:

$$2 d \sin\theta = n \lambda \quad (3.1)$$

Keterangan:

d= jarak interlayer

n = urutan difraksi

θ = sudut antara sinar difraksi dan sinar datang

λ = panjang gelombang sinar X

Adapun penentuan kristalinitas MMM dilakukan menggunakan persamaan Scherrer pada persamaan 3.2

$$D = \frac{K \lambda}{B \cos\theta} \quad (3.2)$$

Keterangan:

D = ukuran kristal

B = FWHM (*full width half maximum*)

K = konstanta (0.96)

λ = panjang gelombang X-ray

θ = sudut Bragg

Penentuan struktur morfologi MMM baik pada bagian permukaan maupun cross-section dilakukan menggunakan *Scanning Electron Microscope (SEM-Hitachi S-4800)*. Pengujian sampel dilakukan dengan cara melapisi sampel 1mm x 1 mm menggunakan emas murni sebagai penghantar dan *carbon tape* dengan power 8-12 keV.

Penentuan porositas dan distribusi pori pada MMM (ϵ) ditentukan melalui metode dry-wet weight. Pengukuran ini dilakukan dengan cara merendam membran dalam bak koagulasi aquades dalam 24 jam, selanjutnya air yang berlebih pada

membran dihilangkan dengan kertas hisap, berat membran basah ditimbang. Lalu, membran dikeringkan pada suhu 50°C dalam inkubator selama 24 jam. Setelah membran kering, membran ditimbang. Perhitungan porositas membran dapat mengikuti persamaan 3.3

$$\varepsilon = \frac{\frac{\omega_w - \omega_d}{\rho_w} + \frac{\omega_d}{\rho_p}}{\omega_w - \omega_d} \times 100\% \quad (3.3)$$

Keterangan:

ω_w = berat membran basah (g)

ρ_w = densitas air (g/cm³)

ω_d = berat membran kering (g)

ρ_p = densitas polimer (g/cm³)

Hidrofilisitas MMM ditentukan melalui pengukuran *water contact angle* (WCA) dengan metode *sessile drop*. Pengukuran sudut kontak dilakukan untuk menentukan tingkat hidrofilisitas permukaan membran. Pengukurannya dilakukan dengan cara mengeringkan membran selama 24 jam dalam desikator sebelum di uji dengan metode *sessile drop* dan dievaluasi melalui pemrograman *Java software ImageJ*. Pengukuran dengan metode *sessile drop* dilakukan dengan cara meneteskan 20 μ L akuabides di lima titik berbeda pada permukaan membran menggunakan *microsyringe*, kemudian sudut kontak yang dibentuk dihitung dan dievaluasi menggunakan program *Java Software ImageJ*.

Pengukuran *tensile strength* bertujuan untuk mengetahui kekuatan mekanik membran ketika diberikan gaya, pengukurannya dilakukan menggunakan instrumen UCT series (Dumbbell ISO 527-2-5B). *Stress* adalah hasil bagi gaya perluas area. *Strain* adalah rasio $\Delta l/l_0$ dimana Δl adalah perubahan panjang sedangkan l_0 adalah panjang awal sampel. *Elongation at break* diukur untuk mengetahui pertambahan panjang membran ketika ditarik hingga putus. Pengukuran *tensile strength* dan *elongation at break* dilakukan menggunakan instrumen *tensile strength meter*. Hubungan antara besarnya gaya yang diberikan dengan besarnya tegangan ditunjukkan pada persamaan 3.4:

$$\sigma = \frac{F \text{ maks}}{A} \quad (3.4)$$

Keterangan:

σ = kekuatan tarik bahan (g/cm^2)

F maks = gaya maksimum (g)

A = luas penampang (cm^2)

Modulus elastisitas diwakili oleh huruf "E" dan dihitung sebagai rasio tegangan terhadap regangan di dalam daerah elastis dari kurva tegangan-regangan. Modulus elastisitas E dapat dihitung dengan persamaan 3.5:

$$E = (\Delta\sigma / \Delta\varepsilon) \quad (3.5)$$

Keterangan:

E = modulus elastisitas (Young's modulus).

$\Delta\sigma$ = perubahan tegangan (stress).

$\Delta\varepsilon$ = perubahan regangan (strain).

3.4.4. Uji Kinerja Membran

Uji kinerja membran dilakukan melalui 4 tahap uji yaitu uji permeabilitas untuk mengetahui nilai flux, uji permselektivitas untuk mengetahui nilai rejeksi membran terhadap zat organik maupun garam divalen dan monovalen, uji MWCO untuk mengetahui ukuran molekul terkecil yang dapat ditahan oleh membran.

3.4.4.1. Uji Permeabilitas

Uji permeabilitas bertujuan untuk mengetahui kecepatan membran dalam mendistribusikan permeat melewati membran. Pengujian permeabilitas dilakukan dengan menggunakan set alat *dead-end* dan *cross flow* filtrasi pada keadaan suhu kamar 8 bar. Luas area efektif membran pada pengujian ini adalah $1,52 \times 10^{-3} \text{ m}^2$. Kompaksi membran dilakukan dalam tekanan 8 atm selama 2 jam hingga diperoleh fluks air yang konstan. Kompaksi membran dilakukan sebelum pengujian membran dengan tujuan untuk membuat pori membran menjadi lebih seragam lembaran membran menjadi lebih kaku, dan juga untuk memperoleh harga fluks air yang konstan pada tekanan operasional yang diberikan. Perhitungan laju alir (Flux) mengikuti persamaan 3.6.

$$Flux = \frac{V}{A.h} \quad 3.6$$

V = Volume filtrate (L)

A = Luas penampang membran (m²)

h = waktu (h)

Untuk menentukan ukuran pori dapat dihitung menggunakan persamaan Hagen-Poiseuille, persamaan 3.7

$$J_w = \frac{Rp^2 \cdot dP}{8 \mu \left(\frac{x}{Ak}\right)} \quad 3.7$$

J_w = Flux air (L/m².h)

R_p = Equivalence Pori

dP = Pressure (bar)

μ = Viskositas (Cp)

X = Ketebalan (μm atau nm)

A_k = Porositas

3.4.4.2. Uji Permselektivitas

Permselektivitas bertujuan untuk mengetahui kemampuan membran dalam menahan ataupun melewati spesi tertentu dari spesi yang lain. Permselektivitas membran dinyatakan melalui besaran persen rejeksi (%R). Larutan protein BSA 100 ppm, garam NaCl, CaCl₂, FeCl₃ (10 ppm) digunakan dalam pengujian permselektivitas menggunakan set alat *dead-end* dan *cross-flow* pada keadaan suhu kamar, pH 7 dan tekanan 8 bar dan 3 bar. Luas area efektif membran pada pengujian ini adalah 1,52 x 10⁻³ m² (DE); 36 cm² (CF). Nilai rejeksi ditentukan melalui pengukuran absorbansi *feed* dan permeat menggunakan spektrofotometer UV. Nilai rejeksi merupakan selisih dari absorbansi *feed* dan permeat. Perhitungan persentase rejeksi membran terhadap zat pengotor mengikuti Persamaan 3.8.

$$\% \text{ Rejeksi} = 1 - \frac{(C_0 - C_1)}{C_1} \times 100\% \quad 3.8$$

Keterangan:

C_o = Konsentrasi filtrat

C_1 = Konsentrasi Feed

3.4.4.3. Uji MWCO

Pengujian MWCO dilakukan untuk mengetahui ukuran molekul terkecil yang dapat ditahan oleh membran dengan nilai rejeksi sebesar 90%. Larutan metil jingga 327 Da, rhodamine B 439 Da dan PEG 3000 Da dengan konsentrasi 100 ppm digunakan untuk menghitung *Molecular Weight Cut Off (MWCO)* menggunakan set alat *dead-end* filtrasi pada keadaan suhu kamar, pH 7 dan tekanan 8 bar. Luas area efektif membran pada pengujian ini adalah $1,52 \times 10^{-3} \text{ m}^2$. Kompaksi membran dilakukan dalam tekanan 8 bar selama 2 jam hingga diperoleh fluks air yang konstan. Nilai rejeksi ditentukan melalui pengukuran absorbansi *feed* dan *permeat* menggunakan spektrofotometer UV 274 nm untuk rhodamine B, 546 nm untuk metil jingga dan 353 nm untuk PEG 3000. Nilai rejeksi merupakan selisih dari absorbansi *feed* dan *permeat*.