

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini terbagi menjadi tiga tahapan, yaitu sintesis, karakterisasi, dan pengujian kinerja. Untuk tahap preparasi, sintesis, dan karakterisasi dilaksanakan di laboratorium riset kimia, Program Studi Kimia, FPMIPA, Universitas Pendidikan Indonesia. Sedangkan tahap karakterisasi FTIR menggunakan fasilitas di *Green Labs* Bandung, karakterisasi *tensile strength* menggunakan fasilitas di Balai Besar Tekstil Bandung. Adapun karakterisasi SEM dan uji kinerja membran komposit dalam pemisahan gas dilakukan di *School of Chemical Engineering*, Universiti Sains Malaysia (USM). Waktu penelitian dimulai dari bulan Februari hingga Juli 2024.

3.2. Alat dan Bahan

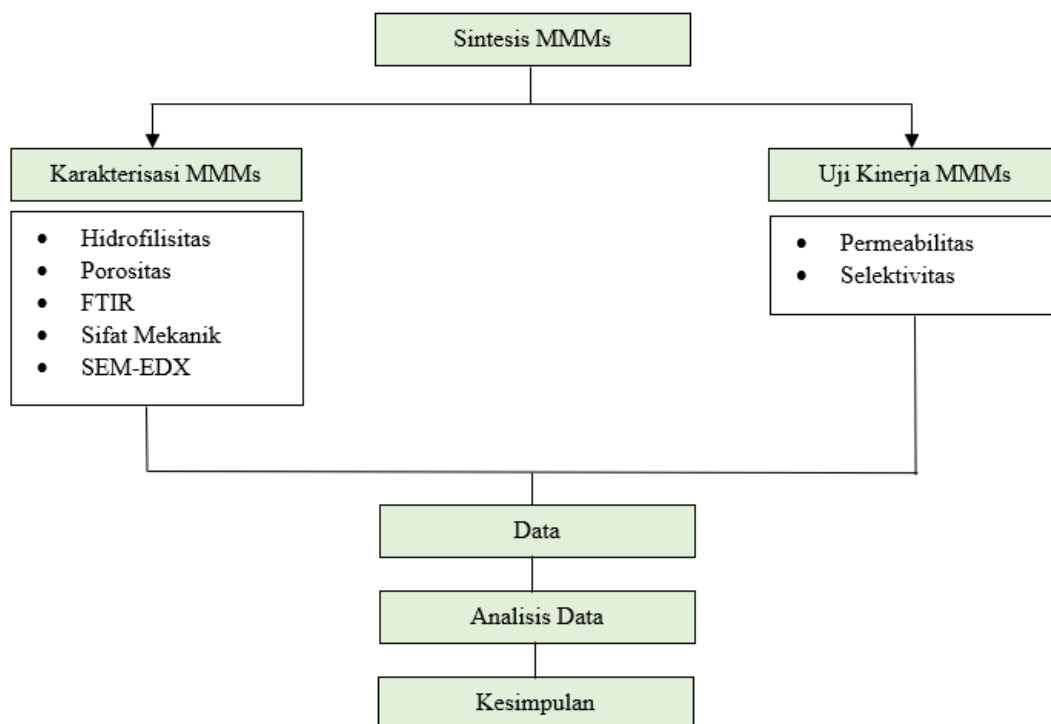
Peralatan yang digunakan pada tahap sintesis berupa gelas kimia, gelas ukur, batang pengaduk, spatula, pengaduk magnetik, *hot plate*, botol semprot, kaca arloji, pipet tetes, neraca analitik, pH meter, desikator, sonikator, dan *hot plate*. Karakterisasi membran dilakukan menggunakan beberapa instrumentasi seperti *Fourier Transmission Infra-Red* (FT-IR) Bruker Alpha II, *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM TM3000 Hitachi with BSE Detector), pH meter, set alat sessile drop (tripod, kamera, water pass, lampu, selotip, papan hitam), dan set alat pengujian porositas (kaca arloji dan neraca analitik).

Bahan yang digunakan yaitu *Poly (vinylidene fluoride-co-hexafluoropropylene)* (PVDF-HFP) berat molekul 300.000 g/mol, MIL-101(Cr) yang diperoleh dari Universitas Sebelas Maret, *Graphene Oxide* (GO) diperoleh dari Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN), Pelarut Dimetilformamida (DMF) dengan kemurnian 99,5% dan aquabides.

3.3. Tahap Penelitian

Pada tahap sintesis dilakukan preparasi prekursor membran dan optimasi komposisi prekursor. Tahap karakterisasi membran dilakukan menggunakan

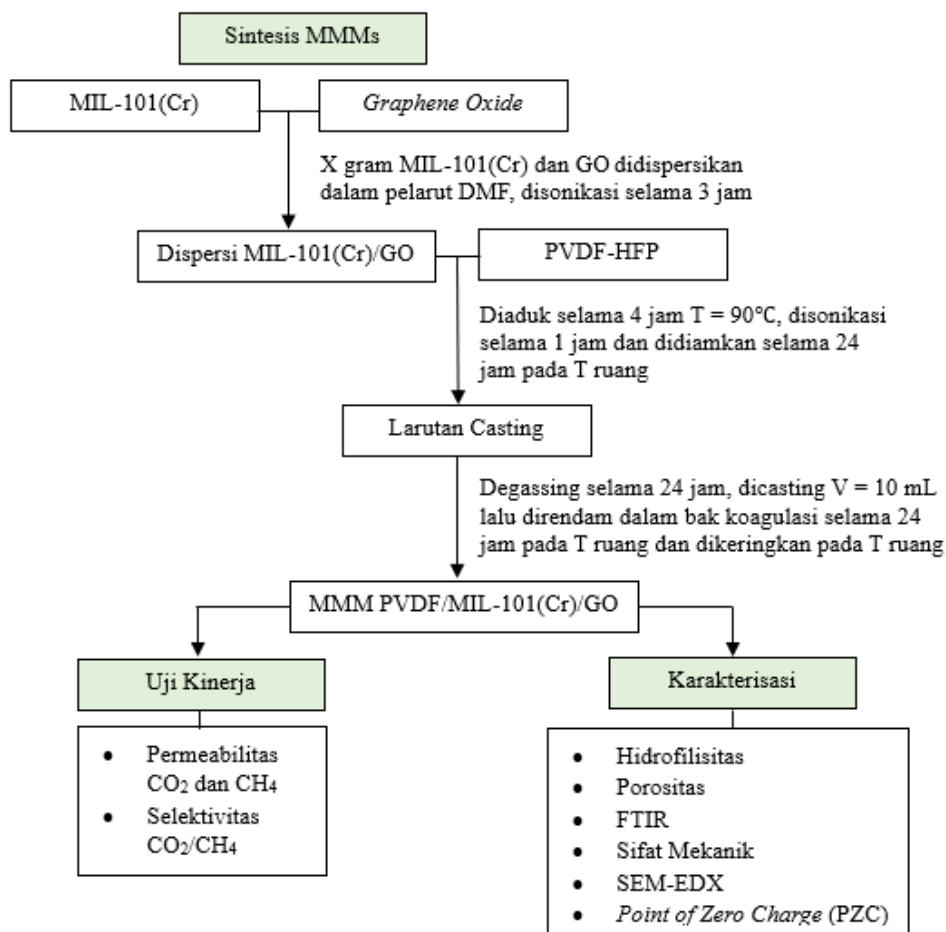
instrumen FTIR, SEM-EDX, XRD, *tensile tester*, sudut kontak, PZC dan porositas. Adapun tahap uji kinerja membran dilakukan melalui uji permeasi gas dan uji selektivitas pada gas tunggal dan gas campuran. Bagan alir penelitian tersaji pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

3.4. Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian dibagi menjadi tahap sintesis, karakterisasi dan uji kinerja MMMs seperti disajikan pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Prosedur penelitian

3.4.1. Pembuatan Dispersi MIL-101Cr/GO

Filler MIL-101Cr/GO dicampurkan dengan berbagai konsentrasi menggunakan pelarut DMF menggunakan ultrasonikasi (power 50 kHz, 250 W) selama 3 jam pada temperatur 25°C hingga diperoleh dispersi yang homogen.

3.4.2. Sintesis Membran

Preparasi MMM dilakukan dengan cara mencampurkan dispersi komposit filler dengan PVDF dalam pelarut DMF menggunakan *magnetic stirrer* pada kecepatan pemutaran 300 rpm dan suhu 90°C selama 4 jam. Komposisi prekursor MMM tersaji pada Tabel 3.1, dimana komposisi PVDF dan MIL-101(Cr) dibuat tetap, sedangkan komposisi GO divariasikan.

Putri Amalia Zahraj, 2024

SINTESIS, KARAKTERISASI DAN UJI KINERJA MIXED MATRIX MEMBRANES PVDF/MIL-101(Cr)/GO UNTUK PEMISAHAN GAS CO₂

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

Tabel 3.1 Komposisi prekursor MMM

No	Seri Membran	PVDF (%)	MIL-101Cr (%)	GO (%)	DMF (%)
1	M0	15	-	-	85
2	M1	15	0,2	-	84,8
3	M2	15	0,2	0,1	84,7
4	M3	15	0,2	0,3	84,5
5	M4	15	0,2	0,5	84,3

*Persentase (%) PVDF dan filler merupakan perbandingan massa

Setelah diperoleh larutan yang homogen, selanjutnya larutan casting diultrasonikasi kembali selama 1 jam dan dibiarkan pada suhu ruang selama 24 jam untuk menghilangkan gelembung yang terbentuk selama pencampuran. Kemudian larutan casting dicetak dengan menggunakan pelat kaca menggunakan metode NIPs (*non-solvent induced inversion phase*). Hasil cetakan kemudian direndam dalam bak berisi air aquades (non-pelarut) pada suhu ruang selama 24 jam dan diperoleh membran basah. Membran kemudian dikeringkan pada temperatur ruang.

3.4.3. Karakterisasi MMM

Pengukuran ketebalan MMM dilakukan menggunakan mikrometer digital (Mitutoyo) pada 5 titik permukaan membran. Penentuan interaksi kimia antara filler (MIL-101 (Cr) dan GO) dan PVDF dalam MMM dilakukan menggunakan spektrofotometer FTIR (*Bruker Alpha II FTIR*) pada rentang bilangan gelombang $400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$ dengan scanning rate $2 \text{ cm}^{-1}/\text{s}$. Penentuan struktur morfologi MMM baik pada bagian permukaan (*surface area*) maupun *cross-section* dilakukan menggunakan *Scanning Electron Microscope (SEM-Hitachi S-4800)*. Pengujian sampel dilakukan dengan cara melapisi sampel $1 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$ menggunakan emas sebagai penghantar dengan power 8-12 keV.

Penentuan porositas dan distribusi pori pada MMM (ϵ) dilakukan dengan metode *dry-wet weight*. Pengukuran ini dilakukan dengan cara merendam membran

dalam bak berisi aquades selama 24 jam. Kelebihan air pada membran kemudian dihilangkan dengan kertas hisap dan berat membran basah ditimbang. Selanjutnya, membran dikeringkan pada suhu ruang selama 5 hari. Setelah membran kering, membran ditimbang menggunakan neraca analitik. Perhitungan porositas membran dapat mengikuti persamaan 3.3

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

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 pada membran komposit dapat ditentukan melalui pengukuran sudut kontak air atau *water contact angle* (WCA) dengan metode *sessile drop*. Pengukuran sudut kontak dilakukan untuk mengetahui derajat hidrofilisitas permukaan membran. Uji ini dilakukan dengan mengeringkan membran selama 24 jam dalam desikator. Lalu membran diletakkan di atas pelat kaca pada permukaan yang lurus. Aquades sebanyak 5 μ L diteteskan ke atas membran menggunakan mikropipet dan diulangi pengukuran sebanyak 5 kali. Sudut kontak yang terbentuk kemudian dihitung dan dievaluasi menggunakan *software ImageJ*. Kemudian, penentuan ukuran pori bagian *surface-area* dan *cross-section* ditujukan untuk memperoleh informasi terkait ukuran pori rata-rata MMMs. Ukuran pori dapat dihitung menggunakan *software ImageJ*.

Pengujian *tensile strength* pada membran bertujuan untuk mengetahui kekuatan mekanik membran ketika diberikan gaya. Pengukurannya dilakukan menggunakan instrumen Textechno Favigraph I-PI-067. Tegangan (*stress*) adalah hasil bagi antara gaya tarik yang bekerja pada benda terhadap luas penampang benda tersebut. Regangan (*strain*) merupakan perubahan relatif ukuran atau bentuk

suatu benda yang terkena tegangan. Regangan dapat didefinisikan sebagai perbandingan antara pertambahan panjang suatu benda dengan panjang awal benda tersebut. Selain itu, regangan adalah ukuran seberapa besar perubahan bentuk suatu benda. Perpanjangan saat putus (*elongation at break*) adalah rasio panjang awal dan akhir bahan sebelum putus. *Elongation at break* digunakan untuk mengukur pertambahan panjang membran ketika ditarik hingga putus atau menahan perubahan bentuk tanpa retak. Pengukuran *tensile strength* dan *elongation at break* dilakukan dengan menggunakan alat ukur kuat tarik atau *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 permukaan bahan uji (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).

Pengukuran *point of zero charge* (PZC) MMMs bertujuan untuk mengetahui sifat-sifat material berdasarkan perhitungan pH, dimana muatan total pada permukaan partikel dalam larutan adalah nol. Pengukuran dilakukan dengan merendam membran dalam larutan NaCl dengan variasi pH 4, 6, 8, 10, dan 12 lalu

di-*shaker* selama 24 jam dengan kecepatan pemutaran 145 rpm. Setelah itu diukur perubahan pH pada larutan dan dihitung selisihnya menggunakan persamaan 3.6.

$$\Delta\text{pH} = \text{pH}_0 - \text{pH}_1 \quad (3.6)$$

Keterangan:

ΔpH = perubahan pH

pH_0 = pH awal larutan

pH_1 = pH akhir larutan

3.4.4. Uji Kinerja Membran

Uji kinerja membran dilakukan melalui 2 tahap uji, yaitu uji permeasi gas CO₂ pada umpan gas tunggal dan gas campuran untuk mengetahui laju aliran gas melewati membran, serta uji selektivitas CO₂/CH₄ dan CO₂/N₂ untuk mengetahui nilai rejeksi membran terhadap N₂ dan CH₄.

3.4.4.1. Uji Permeasi Gas

Uji permeasi bertujuan untuk mengetahui kecepatan molekul gas dalam melalui membran ke dalam sisi permeat. Pengujian permeasi dilakukan dengan menggunakan set alat permease gas pada suhu 25°C dan tekanan 4 bar (1 bar = 750,062 cmHg). Luas area efektif membran pada pengujian ini adalah 3,1415 cm². Perhitungan laju alir gas mengikuti persamaan 3.6.

$$\frac{P}{l} = \frac{Q}{\Delta p \cdot A} \quad (3.6)$$

Keterangan:

P = Permeasi gas CO₂ (GPU) (1 GPU = 1×10^{-6} cm³ (STP)/cm²·s·cmHg)

l = ketebalan lapisan selektif membran (μm)

Q = laju aliran gas yang teradsorpsi (cm³/s)

Δp = perbedaan tekanan parsial yang melintasi membran (cmHg)

A = Luas penampang membran (cm²)

3.4.4.2. Uji Selektivitas

Selektivitas gas bertujuan untuk mengetahui kemampuan suatu metode atau teknologi dalam memisahkan gas permeat dari campuran gas. Tujuan utamanya adalah untuk memastikan bahwa metode tersebut dapat memisahkan gas target dengan baik tanpa terganggu oleh pengganggu lain sehingga dapat meningkatkan efisiensi dan akurasi dalam berbagai aplikasi. Perhitungan selektivitas gas mengikuti persamaan 3.7.

$$\alpha_{AB} = \frac{P(A)}{P(B)} \quad (3.7)$$

Keterangan:

$\alpha_{A/B}$ = Selektivitas gas A terhadap gas B

P (A) = Permeasi gas A

P (B) = Permeasi gas B

Untuk menghitung selektivitas gas campuran, Persamaan (3.8) diterapkan sebagai berikut:

$$\alpha^*_{AB} = \frac{y_A/x_A}{y_B/x_B} \quad (3.8)$$

Keterangan:

y_A = Fraksi volumetrik gas A dalam aliran permeat

x_A = Fraksi volumetrik gas B dalam aliran umpan

y_B = Fraksi volumetrik gas B dalam aliran permeat

x_B = Fraksi volumetrik gas B dalam aliran umpan