

## BAB III

### METODELOGI PENELITIAN

#### 3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini terdiri dari 2 tahap yaitu (1) sintesis membran komposit kitosan-PVA-PEG-MWCNT, dan (2) karakterisasi membran komposit kitosan-PVA-PEG-MWCNT. Tahap sintesis dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA B Universitas Pendidikan Indonesia, Bandung. Sedangkan tahap karakterisasi membran dilakukan di Laboratorium *Research Center for Energy and Environmental Sciences*, Shinshu University Jepang; Laboratorium Balai Besar Tekstil, Bandung; dan Laboratorium Fisika UIN Sunan Gunung Djati, Bandung. Penelitian dimulai pada bulan Juni 2015 sampai Januari 2016.

#### 3.2. Alat dan Bahan

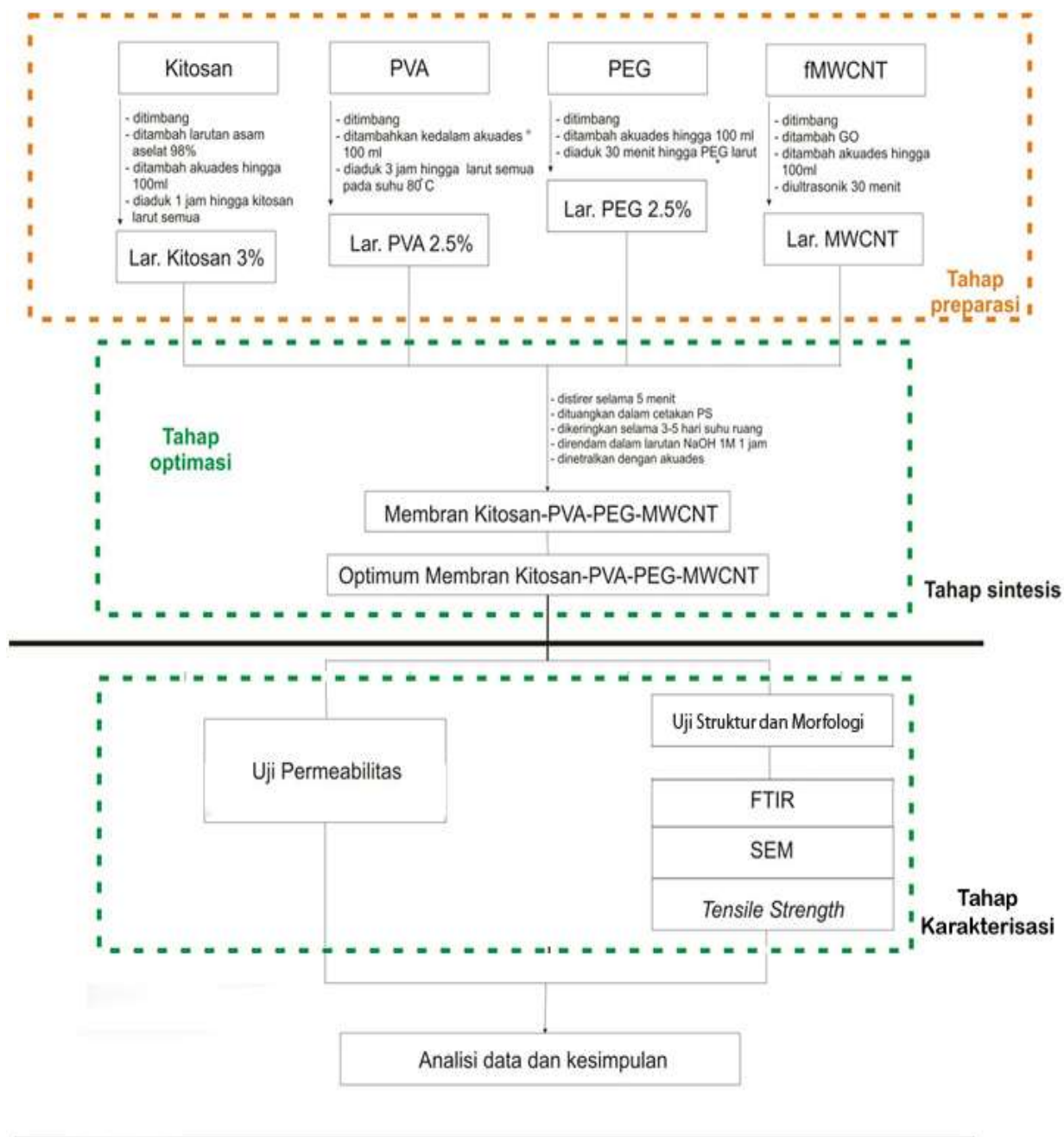
Bahan yang digunakan adalah Kitosan (*De-Acetylation* 87,5%), Polietilen Glikol 6000 (PEG6000), Natrium Hidroksida (NaOH), *Poly (vinil) alcohol*, Asam asetat 98%, Akuades, *Graphene Oxide suspended* (GO) dengan metode Hummer (menggunakan berbagai reaksi kimia untuk mengoksidasi grafit menjadi grafit oksida (Athawale, 2014), *Multiwall Carbon Nanotubes* (MWCNT/ 100 nm *bundle*) dengan metode sintesis *Chemical Vapor Deposition* (CVD), Fungsionalisasi MWCNT dengan asam kuat ( $H_2SO_4$  dan  $HNO_3$ ). Adapun untuk bahan GO dan MWCNT diperoleh dari Wako Chemical, Jepang.

Alat-alat yang digunakan pada tahap sintesis berupa alat-alat gelas standarmeliputi gelas kimia 100 mL, 250 mL, 500 mL, gelas ukur 10 mL, 25 mL, 100 mL, kaca arloji, batang pengaduk, spatula, botol semprot, *magnetic stirrer*, *magnetic bar*, pipet ukur 2 mL, 5 mL, 10 mL, pengaduk mekanik, ultrasonik, neraca analitik, alat pencetak membran (PS/ Steroform). Adapun alat-alat yang digunakan untuk uji kinerja (permeabilitas membran) yaitu menggunakan set alat filtrasi sistem *dead-end* yang dihubungkan dengan tekanan kompresor (1 atm) dan regulator air. Sedangkan untuk karakterisasi membran dilakukan dengan menggunakan beberapa instrumentasi

yaitu *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *Fourier Transform Infrared* (FTIR), dan pengukuran kekuatan mekanik (*Tensile Strength*).

### **3.3. Metode Penelitian**

Tahap sintesis membran komposit kitosan-PVA-PEG-MWCNT terdiri dari tahap preparasi dan tahap optimasi. Tahap preparasi meliputi penyiapan larutan-larutan penyusun membran. Adapun, tahap optimasi dilakukan melalui 2 tahap yaitu penentuan komposisi optimum PEG dan MWCNT dalam membran komposit kitosan-PVA, yang ditentukan dari pengujian permeabilitas. Karakterisasi membran dilakukan pada komposisi optimum melalui pengukuran dengan bantuan instrumen SEM, FTIR, dan pengukuran kekuatan mekanik. Secara garis besar skema penelitian ini dideskripsikan pada Gambar 3.1.



**Gambar 3.1** Skema Penelitian

### 3.4. Prosedur Penelitian

#### 3.4.1. Tahap Sintesis

##### 3.4.1.1. Tahap Preparasi

###### 3.4.1.1.1. Pembuatan Larutan Kitosan 3% (w/v)

Sebanyak 3 gram kitosan ditimbang, kemudian ditambahkan asam asetat 98% sebanyak 2,04 mL, kemudian dilarutkan dalam akuades hingga 100 mL. Diaduk pada suhu ruang menggunakan pengaduk mekanik selama 1 jam.

###### 3.4.1.1.2. Pembuatan Larutan PVA 2,5% (w/v)

Serbuk PVA ditimbang sebanyak 2,5 gram, kemudian ditambahkan akuades 100 mL. Diaduk dengan menggunakan batang pengaduk pada suhu 80°C selama 3 jam hingga serbuk PVA larut seluruhnya.

###### 3.4.1.1.3. Pembuatan Larutan PEG 2,5% (w/v)

PEG ditimbang sebanyak 2,5 gram, kemudian ditambahkan akuades 100 mL. Diaduk dengan menggunakan batang pengaduk hingga kristal PEG larut seluruhnya.

###### 3.4.1.1.4. Pembuatan Larutan MWCNT (Dispersi MWCNT dalam larutan GO)

*Graphene Oxide* (GO) ditimbang sebanyak 1 gram kemudian ditambahkan akuades 100 mL. Diaduk dengan menggunakan batang pengaduk hingga larut lalu ditambahkan MWCNT sebanyak 0,001 gram. Diultrasonik selama 30 menit.

###### 3.4.1.1.5. Pembuatan Larutan NaOH 1 M

NaOH ditimbang sebanyak 4 gram, kemudian dilarutkan dalam 100 mL akuades. Diaduk hingga NaOH larut semua.

##### 3.4.1.2. Tahap Optimasi Komposisi PEG

Pada tahap ini dilakukan pembuatan membran kitosan-PVA (6:2) dengan lima variasi volum PEG untuk mengetahui komposisi optimum dari

membran kitosan-PVA-PEG. Volum (kitosan, PVA dan PEG), suhu dan waktu dibuat tetap. Larutan Kitosan 3% dicampurkan dengan larutan PVA 2,5%, diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 10 menit pada suhu 80°C. Kemudian ditambahkan larutan PEG 2,5% dengan variasi masing-masing (Tabel 3.1) pada suhu ruang selama 30 menit (hingga homogen). Didiamkan selama 30 menit dan dicetak menggunakan cetakan Polistiren (PS). Dikeringkan pada suhu ruang hingga kering (3-5 hari). Kemudian membran yang telah kering direndam dalam larutan NaOH 1M selama satu jam, dan dinetralkan menggunakan akuades. Penentuan komposisi optimum PEG diperoleh melalui pengukuran permeabilitas membran komposit.

**Tabel 3.1** Variasi Komposisi Membran Kitosan-PVA-PEG terhadap Total Volum

Membran	Kitosan 3%	PVA 2,5%	PEG 2,5%
A0	6	2	-
A1	6	2	1
A2	6	2	3
A3	6	2	5
A4	6	2	7

\*) Total volum = 40 mL

### 3.4.1.3. Tahap Optimasi Komposisi MWCNT

Setelah diperoleh komposisi optimum dari Kitosan-PVA-PEG (6:2:5), selanjutnya dilakukan pembuatan membran Kitosan-PVA-PEG (6:2:5) dengan lima variasi volum MWCNT untuk mengetahui komposisi optimum dari penambahan *filler* MWCNT dalam membran. Volum kitosan, PVA, PEG, serta suhu dan waktu dibuat tetap. Larutan Kitosan 3% yang telah dicampurkan dengan larutan PVA 2,5% dan larutan PEG 2,5% kemudian ditambahkan disperse MWCNT dengan variasi masing-masing (Tabel 3.2). Kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 5 menit. Didiamkan selama 30 menit dan dicetak menggunakan cetakan Polistiren (PS). Dikeringkan pada suhu ruang hingga kering (3-5 hari). Kemudian membran yang telah kering direndam dalam larutan NaOH 1M selama satu jam, dan dinetralkan

menggunakan akuades. Komposisi optimum MWCNT ditentukan dari pengukuran permeabilitas membran komposit kitosan-PVA-PEG-MWCNT.

**Tabel 3.2** Data Variasi Komposisi Membran Kitosan-PVA-PEG-MWCNT terhadap Total Volum

Membran	Kitosan 3%	PVA 2,5%	PEG 2,5%	Dispersi MWCNT
B0	6	2	5	-
B1	6	2	5	1
B2	6	2	5	2
B3	6	2	5	3
B4	6	2	5	4

\*) Total volum = 40 mL

### 3.4.2. Tahap Karakterisasi Membran Kitosan-PVA-PEG-MWCNT

#### 3.4.2.1. Karakterisasi SEM (*Scanning Electron Microscope*)

Pengujian SEM bertujuan untuk mengetahui penampang lintang dan untuk mengetahui ukuran pori dari suatu sampel. Foto morfologi diperoleh berdasarkan hasil deteksi berkas elektron yang dipantulkan dengan energi tinggi yang berasal dari permukaan sampel. Permukaan sampel yang disinari atau terkena berkas elektron akan memantulkan kembali berkas elektron sekunder ke segala arah, tetapi dari semua berkas elektron yang dipantulkan terdapat satu berkas elektron dengan intensitas tertinggi, yang akan memberikan informasi tentang komposisi sampel (Nanda, 2013).

#### 3.4.2.2. Karakterisasi FTIR

Pengujian FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terbentuk selama sintesa (Rizki & Diah, 2014). Prinsip dari instrumen FTIR adalah penyerapan radiasi inframerah oleh molekul-molekul yang menyebabkan terjadinya vibrasi. Uji FTIR ini dilakukan untuk mengetahui keberadaan gugus fungsional pada membrane kitosan-PVA, kitosan-PVA-PEG dan kitosan-PVA-PEG-MWCNT yang telah disintesis. Spektrum serapan inframerah yang dihasilkan kemudian dianalisis secara kualitatif untuk

menginterpretasikan gugus fungsi yang terkandung (interaksi yang berlangsung dari komponen) dalam membran yang telah disintesis.

### 3.4.2.3. Kekuatan Mekanik (*Tensile Strength*)

Pengukuran kekuatan mekanik atau *Tensile strength* bertujuan untuk mengetahui kekuatan mekanik membran ketika diberikan gaya. Kekuatan mekanik yang diuji pada penelitian ini adalah perpanjangan (elongasi). Elongasi menyatakan ukuran seberapa besar pertambahan panjang material ketika dilakukan uji kekuatan tarik. Elongasi ditulis dalam bentuk persentase pertambahan panjang per panjang awal material yang diujikan.

### 3.4.3. Uji Permeabilitas

Kinerja suatu membran ditentukan oleh dua parameter meliputi permeabilitas dan selektifitas. Uji permeabilitas dilakukan untuk mengetahui besarnya fluks permeat yang melewati membran. Pada pengujian permeabilitas digunakan akuades. Permeabilitas akan menentukan harga fluks yang merupakan volum *permeat* yang melewati tiap satuan luas permukaan membran per satuan waktu. Fluks volum dirumuskan pada persamaan 3.1

$$J = \frac{V}{A.t} \quad (3.1)$$

dimana:

J = fluks volume (L/m<sup>2</sup>.jam)

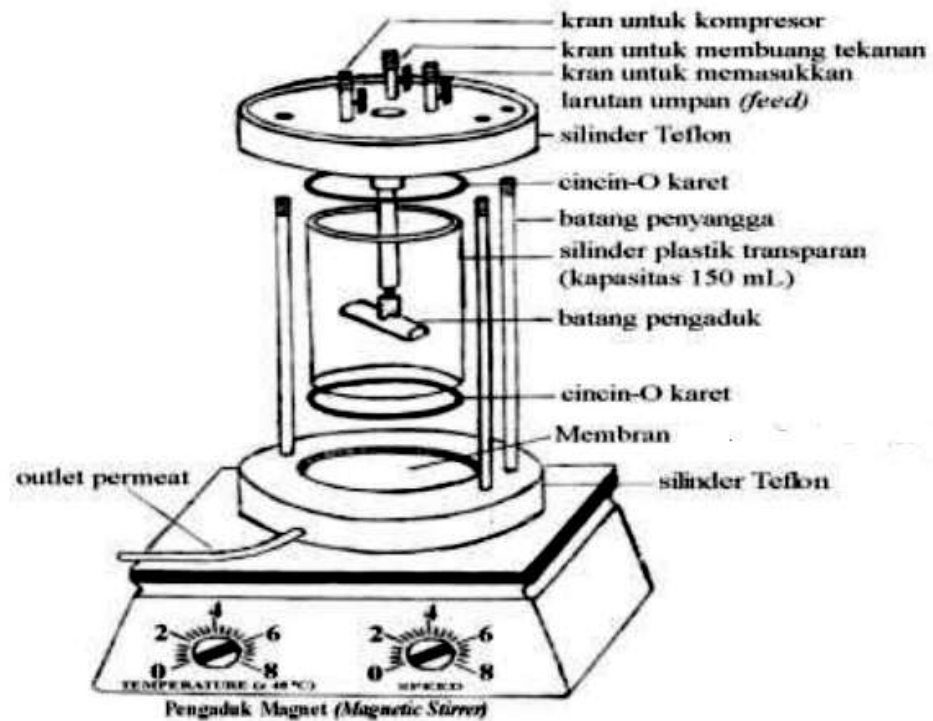
V = volume permeat (L)

A = luas permukaan (m<sup>2</sup>)

t = waktu (jam)

Pengujian permeabilitas membran menggunakan alat filtrasi sistem *dead-end*. Sistem *dead-end* diilustrasikan pada gambar 3.2. Membran yang akan diuji dipotong berbentuk lingkaran dengan diameter ± 4,5cm. Ukuran ini disesuaikan dengan desain alat filtrasi. Membran diletakkan di bagian bawah alat pengujian yang sebelumnya telah dilapisi dengan kertas saring. Larutan umpan (air

akuades) dimasukkan ke dalam sel filtrasi, kemudian ditutup rapat lalu diberikan tekanan sebesar 1 atm. Volum umpan yang digunakan sebanyak 200 mL. Sebelum pengukuran dimulai, dilakukan kompaksi terhadap membran selama 30 menit agar pori-pori membran dapat bekerja lebih efektif. Tujuan dari kompaksi ini agar diperoleh membran yang memiliki pori yang stabil. Volum permeat yang dihasilkan dicatat setiap 5 menit selama 60 menit.



**Gambar 3.2.** Set Alat Filtrasi Sistem *Dead-End* (Irfan, 2008)