

BAB III

METODELOGI PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahap diantaranya tahap sintesis, karakterisasi serta uji kinerja. Tahap sintesis dan uji kinerja membran dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA B Universitas Pendidikan Indonesia, Bandung dan Balai Besar Tekstil, Bandung. Sedangkan tahap karakterisasi membran dilakukan di Laboratorium *Research Center for Energy and Environmental Sciences*, Shinshu University Jepang. Penelitian dimulai pada bulan April 2016 sampai Oktober 2016.

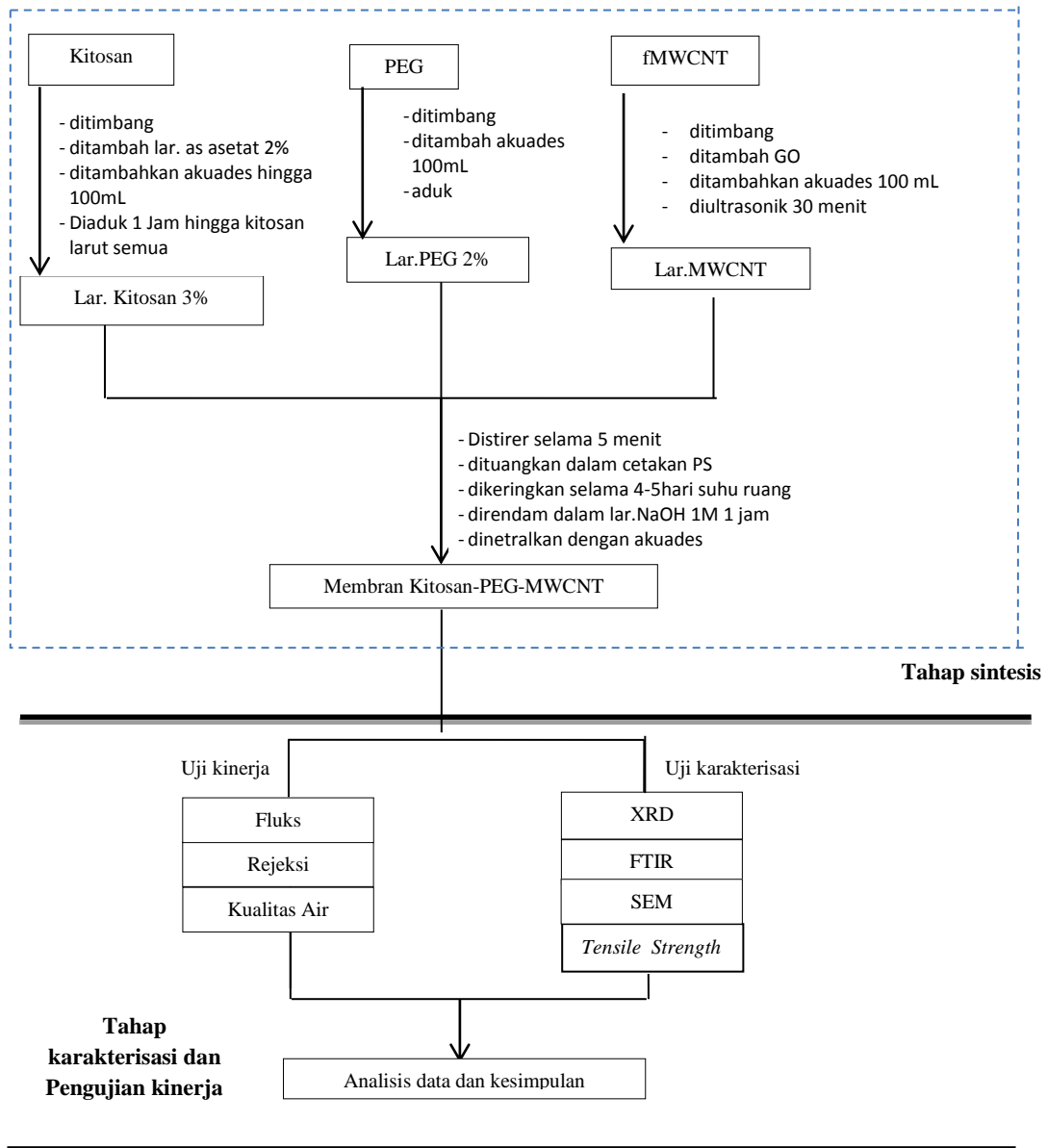
3.2. Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan adalah Kitosan (DD 87,5%), Polietilen Glikol 6000 (PEG6000), Natrium Hidroksida (NaOH), Asam asetat 98%, Akuades, *Graphene Oxide suspended* (GO) (metode *Hummer*), *Multiwall Carbon Nanotubes* (MWCNT) dengan metode *Chemical Vapor Deposition* (CVD), menghasilkan MWCNT~100nm *bundle*. Fungsionalisasi MWCNT menggunakan asam kuat (H_2SO_4 dan HNO_3). GO dan MWCNT didapat dari Wako *Chemical*, Japan.

Alat-alat yang digunakan pada tahap sintesis berupa alat-alat gelas standar meliputi gelas kimia 100 mL, 250 mL, gelas ukur 10 mL, 100 mL, kaca arloji, batang pengaduk, spatula, botol semprot, *magnetic stirrer*, pipet ukur 2 mL, 5 mL, 10 mL, *magnetic bar*, pengaduk mekanik, ultrasonik, neraca analitis, alat pencetak membran (PS/Sterofom). Sedangkan alat-alat yang digunakan untuk uji kinerja (permeabilitas dan perselektifitas membran) yaitu menggunakan *set alat* filtrasi sistem *dead-end* yang dihubungkan dengan kompresor angin dan regulator air, turbidimeter dan photometer. Untuk karakterisasi membran digunakan beberapa instrumentasi yaitu *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *X-ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan pengukuran kekuatan mekanik.

3.3. Metode Penelitian

Secara garis besar penelitian ini terdiri dari tahap sintesis, karakterisasi dan uji kinerja (Gambar 3.1). Tahap preparasi meliputi penyiapan larutan-larutan penyusun membran. Tahap sintesis meliputi pencampuran larutan penyusun membran dan pencetakan.. Karakterisasi membran dilakukan melalui pengukuran dengan bantuan instrumen SEM, FTIR, dan XRD. Adapun Kinerja membran ditentukan dari pengukuran nilai fluks, rejeksi membran, dan kualitas air setelah filtrasi menggunakan membran



3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Tahap Sintesis

3.4.1.1 Tahap Preparasi

3.4.1.1.1 Pembuatan Larutan Kitosan 3%

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

3.4.1.1.2 Pembuatan Larutan PEG 2%

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

3.4.1.1.3 Pembuatan Larutan MWCNT (Dispersi MWCNT dalam larutan GO)

Graphene Oxide (GO) ditimbang sebanyak 1 gram kemudian ditambahkan akuades 100 mL, lalu ditambahkan MWCNT sebanyak 0,001 gram. Diultrasonik selama 30 menit.

3.4.1.1.4 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 Sintesis Membran

Pada tahap ini dilakukan pembuatan membran kitosan-PEG-MWCNT (2:1:0,75) dengan total volume 20 mL. Metode yang digunakan pada pembuatan membran komposit ialah *solution mixing*. Dicampurkan larutan Kitosan 3%, larutan PEG 2% dan larutan MWCNT terdispersi GO. Kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirer* selama 5 menit. Lalu dicetak menggunakan cetakan Polistiren (PS). Dikeringkan pada suhu ruang hingga kering (7 hari). Kemudian membran yang telah kering direndam dalam larutan NaOH 1M selama satu jam, dan dinetralkan menggunakan akuades.

3.4.2 Tahap Karakterisasi Membran Kitosan-PEG-MWCNT

3.4.2.1 Karakterisasi SEM

Pengujian morfologi bertujuan untuk mengetahui penampang muka dan penampang melintang membran. Foto morfologi diperoleh berdasarkan hasil deteksi elektron yang dihamburkan atau berdasarkan elektron sekunder yang berasal dari permukaan sampel. Elektron yang dihamburkan yang berasal dari sampel lebih dalam akan memberikan informasi tentang komposisi sampel karena memiliki elektron yang lebih kuat dan tampak lebih terang pada foto morfologi yang dihasilkan (Setiabudi *et al*, 2012).

3.4.2.2 Karakterisasi FTIR

Pengujian dengan menggunakan alat FTIR bertujuan untuk mengetahui pola interaksi antara gugus-gugus fungsi dalam matriks membran (kitosan-PEG-MWCNT). Spektrum serapan inframerah yang dihasilkan material mempunyai pola yang khas. Prinsip dari instrumen FTIR ini adalah penyerapan radiasi inframerah oleh molekul-molekul yang menyebabkan vibrasi molekul..

3.4.2.3 Karakterisasi XRD

Salah satu metode karakterisasi dalam menentukan kristalinitas material adalah menggunakan alat instrumentasi *X-Ray Diffraction* (XRD). Metode ini mengidentifikasi fasa kristalin dalam material serta struktur kisinya. Penentuan kristalinitas dapat mengikuti persamaan Bragg.

Persamaan Bragg:

$$n.\lambda = n.d.\sin\Theta \quad (3.1)$$

dimana λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan, d adalah jarak *interfase*/jarak antara dua bidang kisi, Θ adalah sudut antara sinar

datang pada bidang normal, dan n adalah orde pembiasan. Makin banyak bidang kristal dalam sampel, makin kuat intensitas yang dihasilkan. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu.

3.4.2.4 *Tensile strength*

Pengukuran *Tensile strength* atau kekuatan mekanik bertujuan untuk mengetahui kekuatan mekanik membran ketika diberikan gaya. Pada penelitian ini kekuatan mekanik yang diuji adalah elongasi/perpanjangan. 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 Tahap Kinerja Membran Kitosan-PEG-MWCNT

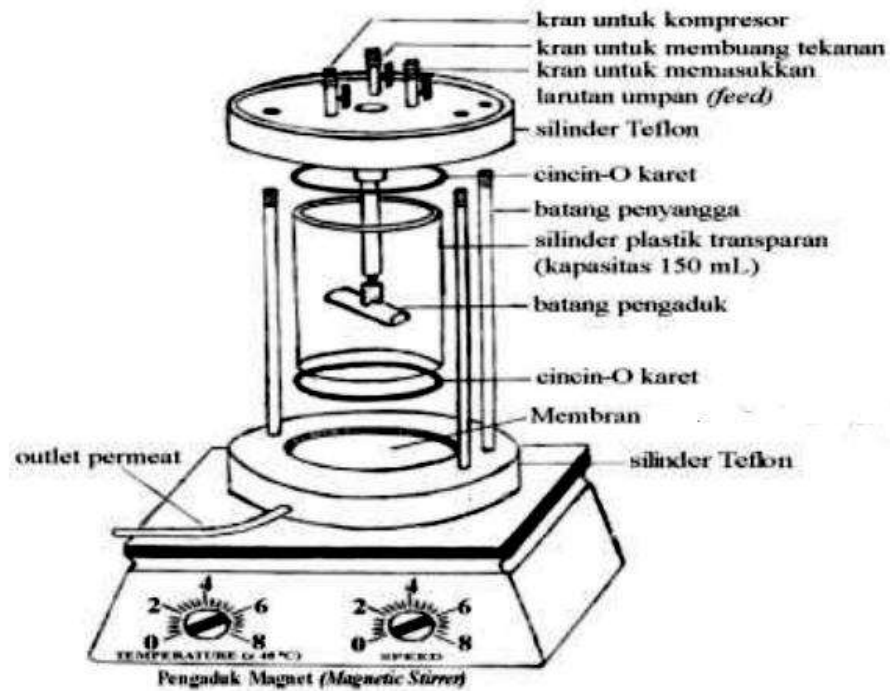
3.4.3.1 Uji Permeabilitas

Uji permeabilitas bertujuan untuk mengetahui kemampuan air/laju fluks air dalam melewati membran. Pada pengujian permeabilitas digunakan aquades. Gambaran detail alat filtrasi sistem *dead-end* diilustrasikan gambar 3.2. Pengujian ini dilakukan dengan menempatkan membran uji kedalam *set alat* filtrasi, dalam penelitian ini menggunakan sistem *dead-end* filtrasi. Membran dipotong berbentuk lingkaran dengan diameter 6 cm (Ukuran disesuaikan dengan desain alat filtrasi) kemudian diletakkan didalam alat filtrasi. Sebelum diuji fluks air, terlebih dahulu dilakukan kompaksi terhadap membran. Kompaksi dilakukan dengan memberikan tekanan 2 atm (28 psi) selama satu jam dengan mengalirkan aquades melewati membran hingga diperoleh fluks air yang konstan. Tujuan dari kompaksi ini agar diperoleh membran yang memiliki pori yang seragam dilihat dari nilai fluks yang sudah konstan. Penentuan laju fluks dilakukan dengan menggunakan persamaan 3.3.

$$J_w = \frac{Q}{A \cdot t} \quad (3.3)$$

Dimana:

	J_w	= Laju fluks (L/m ² :jam)
	Q	= Volume permeat (Liter)
	A	= Luas area efektif membran (m ²)
	t	= waktu permeat (jam)



Gambar 3.2 Alat Filtrasi sistem *dead-end filtration* (Irfan, 2008)

3.4.3.2 Uji Rejeksi

Uji rejeksi bertujuan untuk mengetahui kemampuan membran dalam menahan ataupun melewati spesi tertentu dari spesi yang lain. Perselektivitas membran dinyatakan melalui besaran persen rejeksi (%R). Persen rejeksi menunjukkan perbandingan konsentrasi spesi tertentu dalam permeat, ditunjukkan pada persamaan 3.4

$$\%R = \left(1 - \frac{C_p}{C_f}\right) \times 100\% \quad (3.4)$$

dimana :

- %R = persen rejeksi
- C_p = konsentrasi permeat
- C_f = konsentrasi konsentrat/rentetate

Nilai rejeksi untuk konsentrasi spesi pada permeat dan konsentrat diukur menggunakan turbidimeter nilai yang terukur merupakan nilai turbiditas.

3.4.3.3. Kualitas Air

Pengujian kualitas air dilakukan terhadap air sungai Citarum sebelum dan sesudah dilakukan filtrasi menggunakan membran hasil sintesis. Penetapan kualitas air meliputi uji turbiditas, *total suspended solid* (TSS) dan *chemical oxygen demand* (COD). Uji turbiditas menggunakan turbidimeter Lovibond. Uji TSS dan COD menggunakan alat *Maxy Direct Lovibond*.