

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian**

Penelitian ini terdiri dari 2 tahap yaitu (1) sintesis membran komposit kitosan-PVA-PEG-SWCNT dan (2) karakterisasi membran komposit kitosan-PVA-PEG-SWCNT. Tahap sintesis dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA B Universitas Pendidikan Indonesia, Bandung. Tahap karakterisasi membran dilakukan beberapa laboratorium sebagai berikut: Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA UPI, Bandung; Laboratorium Balai Besar Tekstil, Bandung; dan Laboratorium SEM FMIPA ITB, Bandung.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

Alat-alat yang digunakan pada tahap sintesis berupa alat-alat gelas standar, botol semprot, batang pengaduk, spatula, pengaduk magnet, pipet ukur, neraca analitik, pengaduk mekanik, ultrasonik, alat pencetak membran (PS/sterofom). Alat-alat yang digunakan untuk karakterisasi adalah set alat filtrasi sistem *dead-end* yang dihubungkan dengan tekanan kompresor dan pneumatik. Karakterisasi membran dilakukan dengan menggunakan

spektrofotometer *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR) (pola interaksi kitosan-PVA-PEG-SWCNT), *Scanning Electron Spectroscopy* (SEM) (morfologi membran), dan *Textechno Favigraph* (pengukuran kekuatan mekanik).

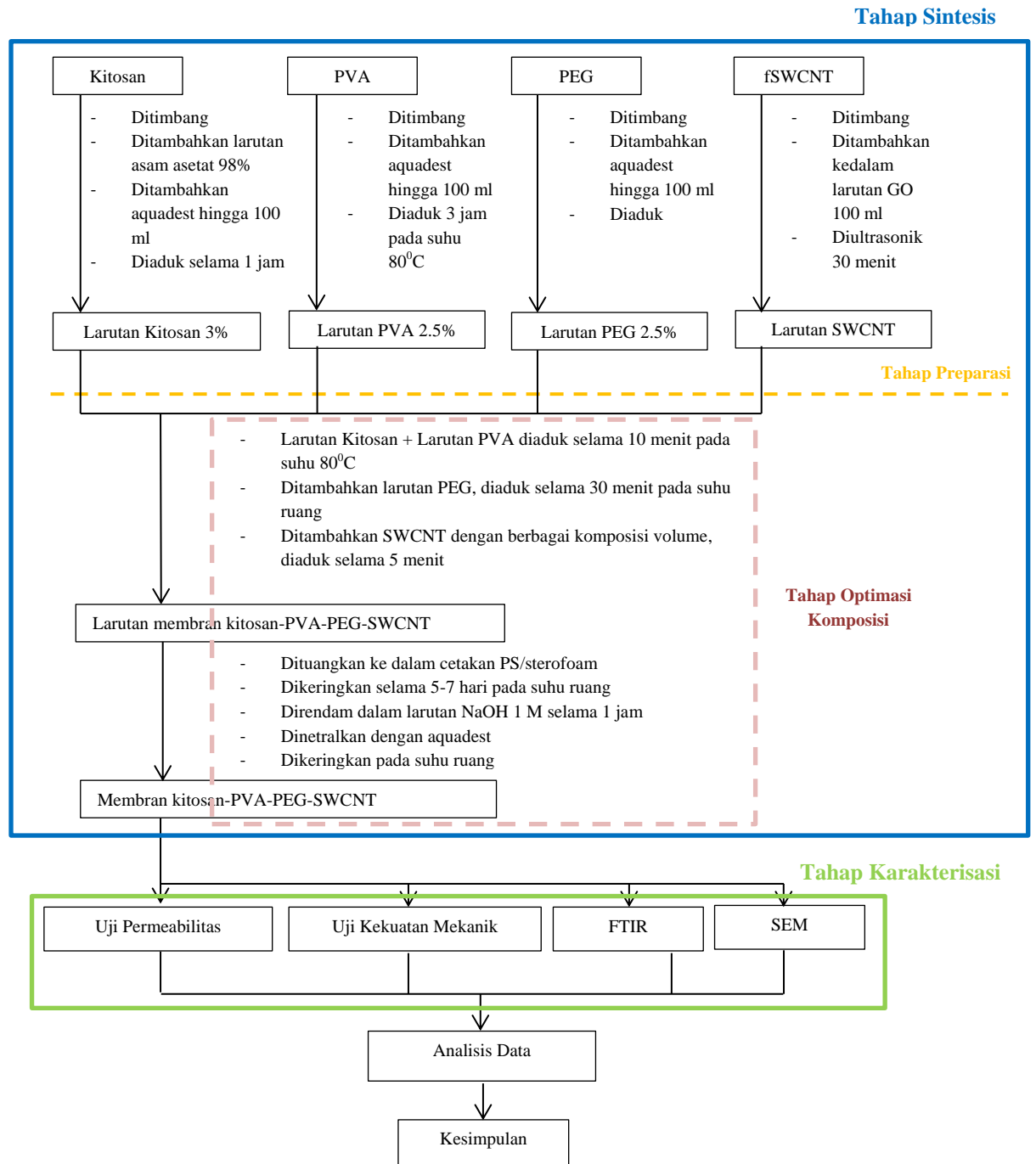
Bahan yang digunakan adalah Kitosan (*De-Acetylation* 87,5%) (Bio Chitosan Indonesia), Polietilen Glikol (PEG) BM 6000 (Brataco), Polivinil Alkohol (PVA) (Brataco), *Single Wall Carbon Nanotubes* (SWCNT) dengan metode sintesis *Chemical Vapor Deposition* (CVD) dan telah difungsionalisasi dengan asam kuat ( $H_2SO_4$  dan  $HNO_3$ ) (Wako Chemical, Jepang), *Graphene Oxide suspended* (GO) dengan metode Hummer (Wako Chemical, Jepang), asam asetat 98% (Brataco), NaOH, aquadest.

### 3.3 Metode Penelitian

Penelitian ini terdiri dari 2 tahap yaitu (1) pembuatan membran komposit kitosan-PVA-PEG-SWCNT dan (2) karakterisasi membran komposit kitosan-PVA-PEG-SWCNT. Tahap pembuatan membran komposit kitosan-PVA-PEG-SWCNT terdiri dari tahap preparasi, optimasi dan sintesis. Tahap preparasi meliputi penyiapan larutan-larutan bahan baku penyusun membran. Tahap optimasi menentukan komposisi optimum SWCNT dalam membran komposit, dan tahap sintesis, yaitu pembuatan membran pada kondisi optimum. Adapun karakterisasi membran komposit kitosan-PVA-PEG-SWCNT dilakukan melalui pengukuran dengan bantuan instrumen FTIR, SEM, *Textechno Favigraph*. Dan

pengujian kinerja membran dilakukan melalui pengukuran fluk. Tahapan penelitian secara keseluruhan tersaji pada Gambar 3.1.

### 3.4 Prosedur Penelitian



**Gambar 3.1** Diagram Alir Penelitian

Vega Isma Zakiah, 2017

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI MEMBRAN KOMPOSIT KITOSAN-PVA-PEG-SWCNT**

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

### **3.4.1 Tahap Preparasi**

#### **3.4.1.1 Pembuatan Larutan Kitosan 3% (w/v)**

Kitosan ditimbang sebanyak 3 gram, kemudian larutan asam asetat 98% dipipet sebanyak 2,04 ml, ditambahkan aquadest sebanyak 50 ml. Kemudian ditambahkan kembali aquadest hingga 100 ml. Diaduk selama 1 jam pada suhu ruang menggunakan pengaduk mekanik.

#### **3.4.1.2 Pembuatan Larutan PVA 2,5% (w/v)**

Poli (vinil alkohol) ditimbang sebanyak 2,5 gram, kemudian ditambahkan aquadest hingga 100 ml. Diaduk selama 3 jam pada suhu 80<sup>0</sup>C menggunakan pengaduk mekanik.

#### **3.4.1.3 Pembuatan Larutan PEG 2,5% (w/v)**

Poli (etilen glikol) ditimbang sebanyak 2,5 gram, kemudian ditambahkan aquadest hingga 100 ml, dihomogenkan.

#### **3.4.1.4 Pembuatan Larutan SWCNT (Dispersi SWCNT dalam GO)**

*Graphene Oxide* (GO) ditimbang sebanyak 1 gram, lalu ditambahkan aquadest 100 ml dan dihomogenkan selama 5 menit dengan alat ultrasonik. Kemudian ditambahkan SWCNT sebanyak 0,001 gram, diultrasonik selama 30 menit.

#### **3.4.1.5 Pembuatan Larutan NaOH 1M**

NaOH ditimbang sebanyak 4 gram, kemudian ditambahkan aquadest 100 ml, dihomogenkan.

### **3.4.2 Tahap Optimasi**

Pada tahap ini dilakukan pembuatan membran kitosan-PVA-PEG (6:2:5) yang ditambahkan SWCNT dengan lima variasi volume, untuk mengetahui komposisi optimum dari penambahan *filler* SWCNT dalam membran. Volume kitosan, PVA, PEG, juga suhu dan waktu dibuat tetap.

Larutan kitosan 3% ditambahkan dengan larutan PVA 2,5%, lalu diaduk selama 10 menit pada suhu 80<sup>0</sup>C menggunakan pengaduk mekanik. Kemudian ditambahkan larutan PEG 2,5%, diaduk selama 30

menit pada suhu ruang. Larutan kitosan 3% yang telah dicampurkan dengan larutan PVA 2,5% dan larutan PEG 2,5%, kemudian ditambahkan dispersi SWCNT dengan variasi masing-masing volume (Tabel 3.1). Kemudian diaduk selama 5 menit menggunakan pengaduk mekanik.

Larutan membran dituangkan ke dalam cetakan (PS)/sterofom. Dikeringkan pada suhu ruang selama 5-7 hari, hingga kering. Membran yang telah kering direndam dalam larutan NaOH 1M selama 1 jam, kemudian dinetralkan menggunakan aquadest. Komposisi optimum SWCNT ditentukan dari hasil uji permeabilitas membran kitosan-PVA-PEG-SWCNT.

**Tabel 3.1** Perbandingan Komposisi Kitosan, PVA, PEG dan SWCNT Dalam Membran Komposit

Membran	Kitosan 3% (ml)	PVA 2,5% (ml)	PEG 2,5% (ml)	Dispersi SWCNT	
				(ml)	(%)
SW-0	18,46	6,16	15,38	0	0
SW-1	17,14	5,71	14,29	2,86	7,15
SW-2	16,00	5,33	13,34	5,33	13,33
SW-3	15,00	5,00	12,50	7,50	18,75
SW-4	14,12	4,71	11,76	9,41	23,53

\*) Total volume 40 ml

\*\*) Rasio perbandingan Kitosan-PVA-PEG = 6:2:5

### **3.4.3 Tahap Sintesis**

Pada tahap sintesis dilakukan pembuatan membran menggunakan kondisi optimum yang diperoleh dari tahapan optimasi.

### **3.4.4 Tahap Karakterisasi Membran Kitosan-PVA-PEG-SWCNT**

#### **3.4.4.1 Karakterisasi FTIR**

Pengujian FTIR dilakukan dengan tujuan untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsional dalam membran kitosan-PVA-PEG-SWCNT. Instrumentasi FTIR yang digunakan adalah SHIMADZU FTIR-8400. Hasil spektrum yang dihasilkan dianalisis untuk melihat interaksi kimia yang terjadi dalam membran.

#### **3.4.4.2 Karakterisasi SEM**

Pengujian morfologi dilakukan menggunakan alat instrumentasi SEM. Pengujian ini bertujuan untuk mengetahui penampang muka dan penampang melintang serta untuk mengetahui morfologi permukaan membran (Chotimah, 2013). Prinsip kerja uji SEM dengan menggambarkan permukaan material dengan berkas



elektron yang dipantulkan dengan energi tinggi (Widayanti, 2013).

### 3.4.5 Tahap Uji Permeabilitas dan Uji Kekuatan Tarik

#### 3.4.5.1 Uji Permeabilitas

Kinerja suatu membran ditentukan salah satunya oleh permeabilitas. Permeabilitas akan menentukan harga fluks yang merupakan volume permeat yang melewati tiap satuan luas permukaan membran persatuan waktu. Fluks dirumuskan pada persamaan 3.1

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

dengan :

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

V = volume permeat (L)

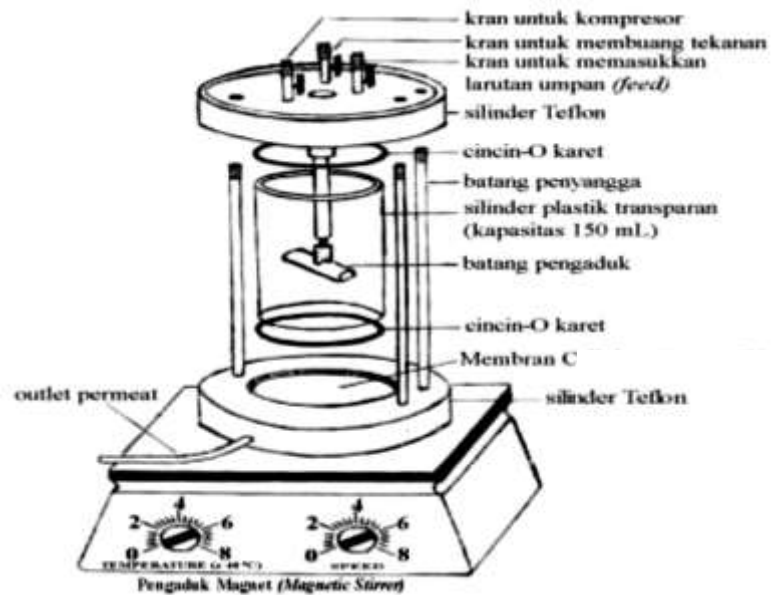
A = luas permukaan (m<sup>2</sup>)

t = waktu (t)

(Widayanti, 2013)

Sebelum uji fluks, terlebih dahulu dilakukan kompaksi terhadap membran yang akan diuji. Kompaksi dilakukan dengan mengalirkan air melewati membran hingga diperoleh fluks air yang konstan. Penurunan fluks air akan terjadi karena adanya deformasi mekanik pada matriks membran akibat tekanan yang diberikan. Proses deformasi ini mengakibatkan terjadinya pemadatan pori membran, sehingga nilai fluks menjadi turun (Widayanti, 2013).

Pengujian permeabilitas membran menggunakan alat filtrasi sistem *dead-end* (gambar 3.2). Membran yang akan diuji dipotong berbentuk lingkaran dengan diameter 5,5 cm, disesuaikan dengan desain alat filtrasi (Widayanti, 2013). Membran diletakkan dibagian bawah alat pengujian yang sebelumnya telah dilapisi dengan kertas saring. Larutan umpan (air aquadest) dimasukkan ke dalam sel filtrasi, kemudian ditutup rapat lalu diberikan tekanan sebesar 1 atm. Volume umpan yang digunakan sebanyak 100 ml. Dilakukan kompaksi selama 30 menit. Volume permeat yang dihasilkan dicatat setiap 5 menit selama 60 menit (Fitriani, 2016).



**Gambar 3.2** Set Alat Filtrasi (Irfan dalam Widayanti, 2013)

### 3.4.5.2 Uji Kekuatan Tarik

Pengujian kekuatan mekanik bertujuan untuk mengetahui kekuatan mekanik membran ketika diberi gaya. Kekuatan mekanik yang diuji berupa elongasi (perpanjangan). Elongasi menyatakan ukuran seberapa besar pertambahan panjang material ketika dilakukan uji kekuatan tarik.

Prinsip pengujian ini sampel dengan ukuran tertentu diberi beban gaya tarik yang bertambah secara kontinyu

hingga sampel putus. Nilai elongasi berupa persentase pertambahan panjang terhadap panjang awal sampel (Rahmah, 2016).