

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahap diantaranya adalah sintesis, uji karakterisasi, dan uji kinerja. Sintesis membran dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA B Universitas Pendidikan Indonesia. Uji kinerja membran dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA B Universitas Pendidikan Indonesia. Sedangkan tahap karakterisasi membran yaitu; Uji FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen, FPMIPA A Universitas Pendidikan Indonesia, uji SEM dilakukan di Laboratorium *Plasticity Control and Mechanical Modelling*, Universitas Yeungnam, Korea dan Laboratorium *Research center for nanosciences and nanotechnology*, uji *contact angle*, *average pore radius* dan porositas membran dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA B Universitas Pendidikan Indonesia, sedangkan uji kekuatan mekanik dilakukan di Balai Besar Tekstil, Bandung. Penelitian dimulai pada bulan Januari 2017 sampai Juli 2017.

3.2. Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan adalah Kitosan (DD 87,5%), Polietilen Glikol 6000 (PEG 6000), Natrium Hidroksida (NaOH), Asam asetat 98%, Akuades, Akuabides, *Bovine Serum Albumin* (BSA) 67 kDa, wantex, *Graphene Oxide suspended* (GO) (metode *Hummer*), *Multiwall Carbon Nanotubes* (MWCNT) dengan metode *Chemical Vapor Deposition* (CVD), menghasilkan MWCNT~100 nm *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, 400 mL, gelas ukur 10 mL, 25 mL, 50 mL, 100 mL, kaca arloji, batang pengaduk, spatula, botol semprot, *magnetic stirrer*, pipet ukur 2 mL, 5 mL, 10 mL, labu ukur 10 mL, 25 mL, 50 mL, 100 mL,

Fadhila Azzahrah Muttaqin, 2017

KARAKTERISTIK DAN KINERJA MEMBRAN ULTRAFILTRASI NANOKOMPOSIT KITOSAN/PEG/MWCNT PADA SISTEM DEAD-END DAN CROSSFLOW

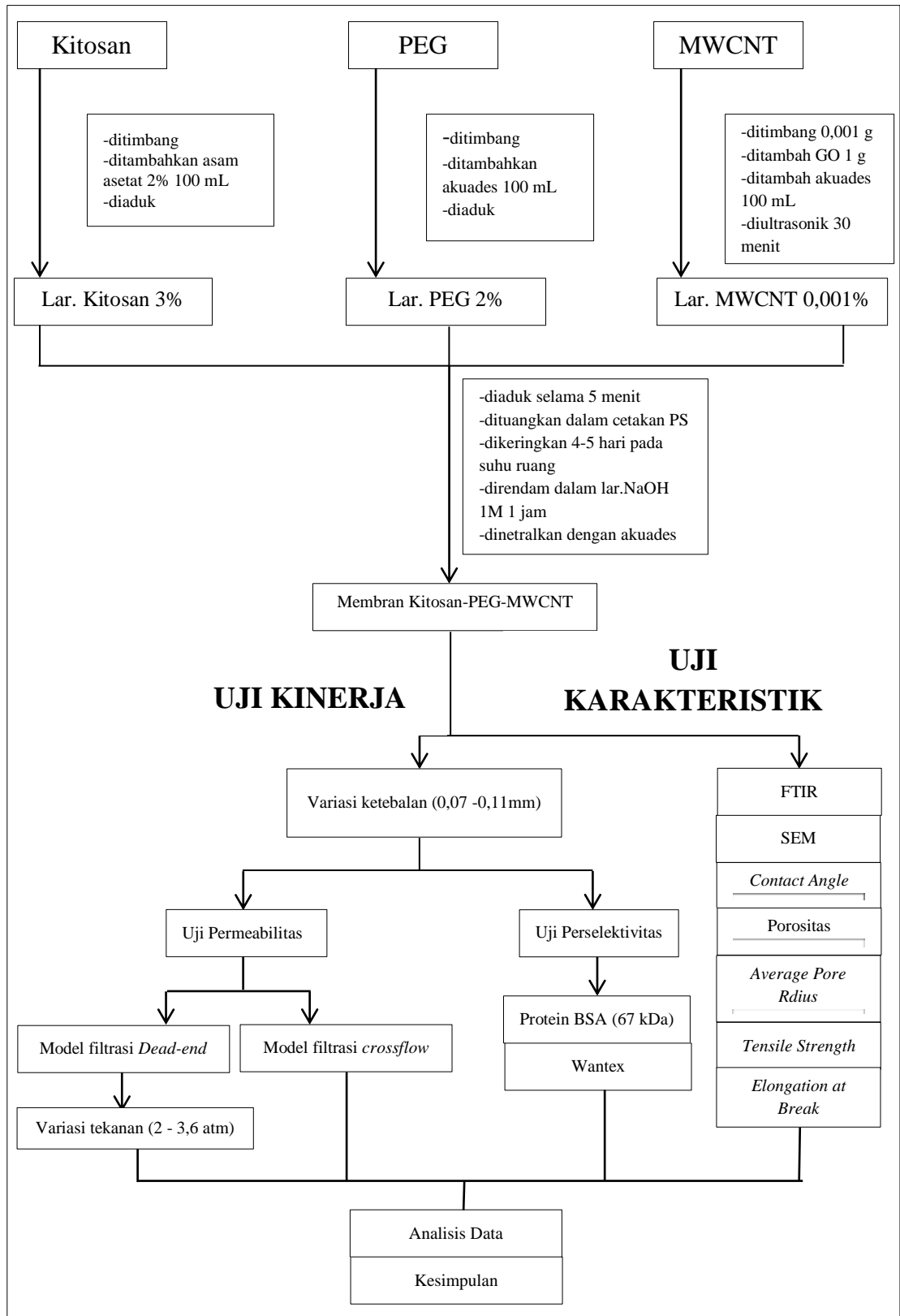
Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

magnetic bar, pengaduk mekanik, ultrasonik, neraca analitis, alat pencetak membran (cawan petri kaca). Sedangkan untuk karakterisasi membran digunakan beberapa instrumentasi yaitu Simadzu *Fourier Transform Infrared* (FTIR), dan Textechno Favigraph 41066 untuk uji kekuatan mekanik.

3.3. Metode Penelitian

Secara garis besar penelitian ini terdiri atas tahap sintesis, uji kinerja membran dan uji karakterisasi (Gambar 3.1). Tahap uji kinerja membran meliputi kinerja permeabilitas dan selektivitas (protein dan wantex) dilakukan dengan model filtrasi *dead-end* dan model filtrasi *crossflow*. Karakterisasi membran dilakukan menggunakan spektroskopi FTIR, SEM, pengukuran *contact angle*, porositas, *average pore radius*, *tensile strength*, dan *elongation at break*.

SINTESIS



Gambar 3.1. Diagram alir penelitian

Fadhila Azzahrah Muttaqin, 2017

KARAKTERISTIK DAN KINERJA MEMBRAN ULTRAFILTRASI NANOKOMPOSIT KITOSAN/PEG/MWCNT PADA SISTEM DEAD-END DAN CROSSFLOW

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

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, dilarutkan dalam 100 mL asam asetat 2 % (asam asetat 98% sebanyak 2,04 mL ditambahkan 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 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 seluruhnya.

3.4.1.2 Tahap Sintesis Membran

Pada tahap ini dilakukan pembuatan membran nanokomposit kitosan/PEG/MWCNT. Metode yang digunakan pada pembuatan membran nanokomposit adalah inversi fasa. Untuk membuat larutan *casting*, dicampurkan larutan kitosan 3%, larutan PEG 2%, larutan MWCNT 0,001% dalam GO dengan perbandingan volume 8:4:3, kemudian diaduk selama 5-10 menit. Sebanyak 20-25 mL larutan *casting* dituang ke dalam cetakan cawan petri kaca. Didiamkan selama 72 jam dalam inkubator pada suhu 25°C hingga membran benar-benar kering dan

dapat dilepaskan dari cetakan. Kemudian di rendam dalam NaOH 1M selama 1 jam untuk menetralkan asam asetat. Membran kemudian dicuci dengan akuades hingga netral.

3.4.2 Karakterisasi Membran Nanokomposit Kitosan-PEG-MWCNT

3.4.2.1 Karakterisasi FTIR

Pengujian dengan menggunakan alat FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus-gugus fungsi dalam membran nanokomposit kitosan/PEG/MWCNT yang telah disintesis. 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.

3.4.2.2 Karakterisasi SEM

Pengujian morfologi membran bertujuan untuk mengetahui 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).

3.4.2.3 Pengukuran Sifat Mekanik

Pengukuran sifat mekanik diantaranya adalah pengukuran *tensile strength* dan pengukuran *elongation at break* untuk mengetahui elastisitas membran. *Tensile strength* bertujuan untuk mengetahui kekuatan mekanik membran ketika diberikan gaya. Sedangkan *elongation at break* diukur untuk mengetahui elastisitas membran. Pengukuran *tensile strength* dan *elongation at break* dilakukan menggunakan alat *Textechno Favigraph*.

3.4.2.4. Pengukuran Contact Angle

Pengukuran *contact angle* bertujuan untuk menentukan hidrofilitas permukaan membran. Perhitungan sudut kontak permukaan membran dilakukan dengan aplikasi *ImageJ*. Sebelum pengukuran, membran nanokomposit

Fadhila Azzahrah Muttaqin, 2017

KARAKTERISTIK DAN KINERJA MEMBRAN ULTRAFILTRASI NANOKOMPOSIT KITOSAN/PEG/MWCNT PADA SISTEM DEAD-END DAN CROSSFLOW

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

dikeringkan terlebih dahulu di dalam desikator selama 24 jam. Tetesan air berukuran 20 µl diteteskan di atas permukaan membran yang homogen dan datar menggunakan *microsyringe*, kemudian tetesan tersebut dihitung sudut kontakannya.

3.4.2.5 Porositas

Porositas membran ditentukan dengan metode *dry-wet weight*. Membran direndam dalam akuabides selama 24 jam kemudian air yang ada pada permukaan dilap dengan kertas saring, selanjutnya berat membran basah ditimbang. Kemudian, membran yang basah dikeringkan dalam oven pada suhu 50°C selama 24 jam sebelum akhirnya membran tersebut ditimbang dalam keadaan kering. Selisih dari kedua membran (sampel membran basah dan kering), porositas membran dapat dihitung menggunakan persamaan 3.1. (Garcia *et al.*, 2014):

$$\varepsilon(\%) = \frac{\frac{W_w - W_d}{\rho_w} + W_d}{\frac{W_w - W_d}{\rho_w} + \frac{W_d}{\rho_p}} \times 100 \quad (3.1)$$

W_w = berat membran basah (g)

W_d = berat membran kering (g)

ρ_w = densitas air (g/cm³)

ρ_p = densitas polimer (g/cm³).

3.4.2.6 Average Pore Radius

Ukuran pori membran diekspresikan dengan nilai *average pore radius* (r_m). Ukuran pori membran merupakan parameter yang sangat berguna untuk mengevaluasi kinerja membran. Jari-jari rata-rata membran (r_m) dianggap sebagai perkiraan dari ukuran pori sesungguhnya dan nilai ini mewakili ukuran pori sepanjang ketebalan membran. Parameter ini ditentukan dengan metode kecepatan filtrasi air dibawah tekanan konstan dan dapat dihitung dengan persamaan *Guerout-Elford-Fery* (Yuliwati *et al.*, 2011):

$$r_m = \sqrt{\frac{(2,9 - 1,75 \times \varepsilon) \times (8 \times \mu \times \zeta \times Q_w)}{\varepsilon \times A_m \times \Delta P}} \quad (3.2)$$

Fadhila Azzahrah Muttaqin, 2017

KARAKTERISTIK DAN KINERJA MEMBRAN ULTRAFILTRASI NANOKOMPOSIT KITOSAN/PEG/MWCNT PADA SISTEM DEAD-END DAN CROSSFLOW

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

ε = porositas

μ = viskositas air (Pa.s)

ζ = ketebalan membran

Q_w = aliran air (m^3/s)

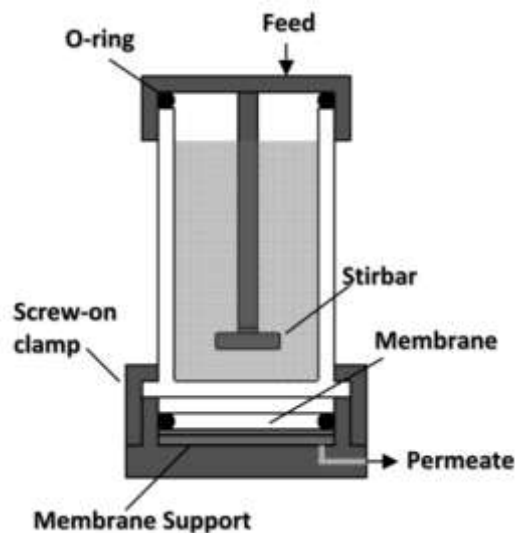
A_m = area efektif membran

ΔP = tekanan (Pa).

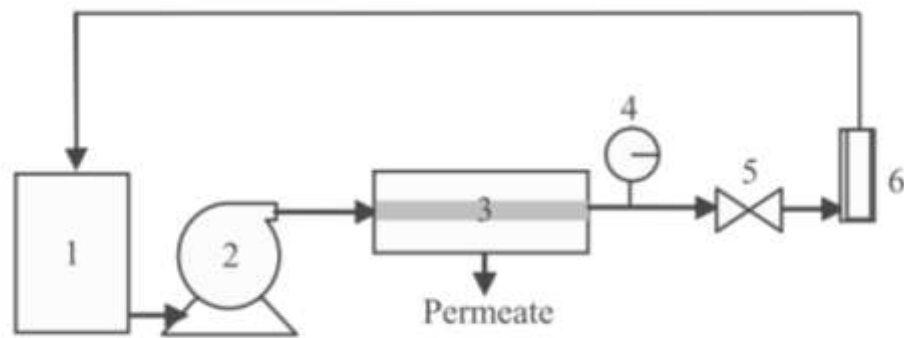
3.4.3. Uji Kinerja Membran

3.4.3.1. Uji Permeabilitas

Uji permeabilitas bertujuan untuk mengetahui kemampuan air/laju fluks air dalam melewati membran. Permeabilitas sering disebut juga sebagai fluks air murni. Pada pengujian fluks digunakan akuabides sebagai larutan *feed*. Gambaran detail set alat filtrasi sistem *crossflow* dan *dead-end* diilustrasikan pada gambar 3.1 dan 3.2.



Gambar 3.2. Set alat filtrasi sistem *dead-end* (McCloskey *et al.*, 2010)



Gambar 3.3. Set alat filtrasi sistem *crossflow*. 1: tangki larutan *feed*; 2: pompa; 3: sel membran; 4: *pressure gauge*; 5: keran; 6: pipa (Hilal *et al.*, 2008)

Pengujian ini dilakukan dengan menempatkan membran kedalam set alat filtrasi, dalam penelitian ini menggunakan sistem *dead-end* dan *crossflow* filtrasi. Membran yang digunakan pada pengujian ini dipotong berbentuk lingkaran dengan luas area 0,00196 m² kemudian diletakkan didalam alat filtrasi. Sebelum uji fluks air, terlebih dahulu dilakukan kompaksi terhadap membran yang akan diuji dengan mengalirkan air melewati membran hingga diperoleh fluks air konstan. Kompaksi juga dapat membuat 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 (Mahendran *et al.*, 2004). Kompaksi dilakukan dengan memberikan tekanan 2 atm (28 psi) untuk mengalirkan air melewati membran hingga diperoleh fluks air yang konstan. Waktu kompaksi yang digunakan selama 1 jam. Fluks dapat dihitung dengan persamaan 3.3 (Vasanth *et al.*, 2013).

$$J = \frac{V}{A_m \times t} \quad (3.3)$$

Dimana:

J = fluks permeasi (L/m².jam)

V = volume sampel yang tersaring (L)

A_m = luas permukaan membrann (m²)

t = waktu filtrasi (jam).

3.4.3.2. Uji Perselektivitas

Uji perselektivitas bertujuan untuk mengetahui kemampuan membran dalam menahan ataupun melewati spesi tertentu dari spesi yang lain. Perselektivitas membran dinyatakan melalui besaran persen rejeksi (%R). Sebelum uji fluks air, terlebih dahulu dilakukan kompaksi terhadap membran yang akan diuji dengan mengalirkan akuabides melewati membran dengan memberikan tekanan 2 atm (28 psi) untuk mengalirkan air melewati membran hingga diperoleh fluks air yang konstan, waktu kompaksi yang digunakan selama 1 jam. Kemudian membran dikompaksi menggunakan larutan uji (protein BSA dan wantex) selama 30 menit. Persen rejeksi menunjukkan perbandingan konsentrasi spesi tertentu dalam permeat, ditunjukkan pada persamaan 3.4

$$\%R = \frac{C_F - C_P}{C_F} \times 100\% \quad (3.4)$$

Dimana:

%R = persen rejeksi

C_p = konsentrasi permeat

C_f = konsentrasi konsentrat/*rentetate*

Nilai rejeksi untuk konsentrasi spesi pada permeat dan konsentrat diukur menggunakan instrumen UV-VIS, khususnya pada daerah sinar tampak 500-700 nm. Pengukuran konsentrasi ini didapatkan dari persamaan Lambert-Beer 3.5:

$$A = \epsilon \times b \times c \quad (3.5)$$

Dimana:

A= Absorbansi

ϵ = Absorptivitas molar

b = ketebalan kuvet

c = konsentrasi

Dari persamaan diatas, dapat dilihat bahwa nilai konsentrasi berbandingan lurus terhadap nilai absorbansi, sehingga nilai rejeksi untuk konsentrasi bisa didapat dari selisih nilai absorbansi sebelum dan sesudah filtrasi.