

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

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

Penelitian ini terdiri dari 2 tahap yaitu sintesis dan karakterisasi. Tahap sintesis dilakukan di laboratorium Riset Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Sedangkan tahap karakterisasi dilakukan di beberapa tempat diantaranya uji konduktivitas dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan FPMIPA UPI, uji SEM, XRD, uji FTIR dan uji *Thermal Gravimetric Analysis* (TGA) dilakukan di *Institut Teknologi Bandung (ITB)*. Sedangkan untuk dan uji kekuatan mekanik dilakukan di *Politeknik STTT Bandung*. Penelitian dimulai bulan Februari sampai bulan Juli 2019.

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

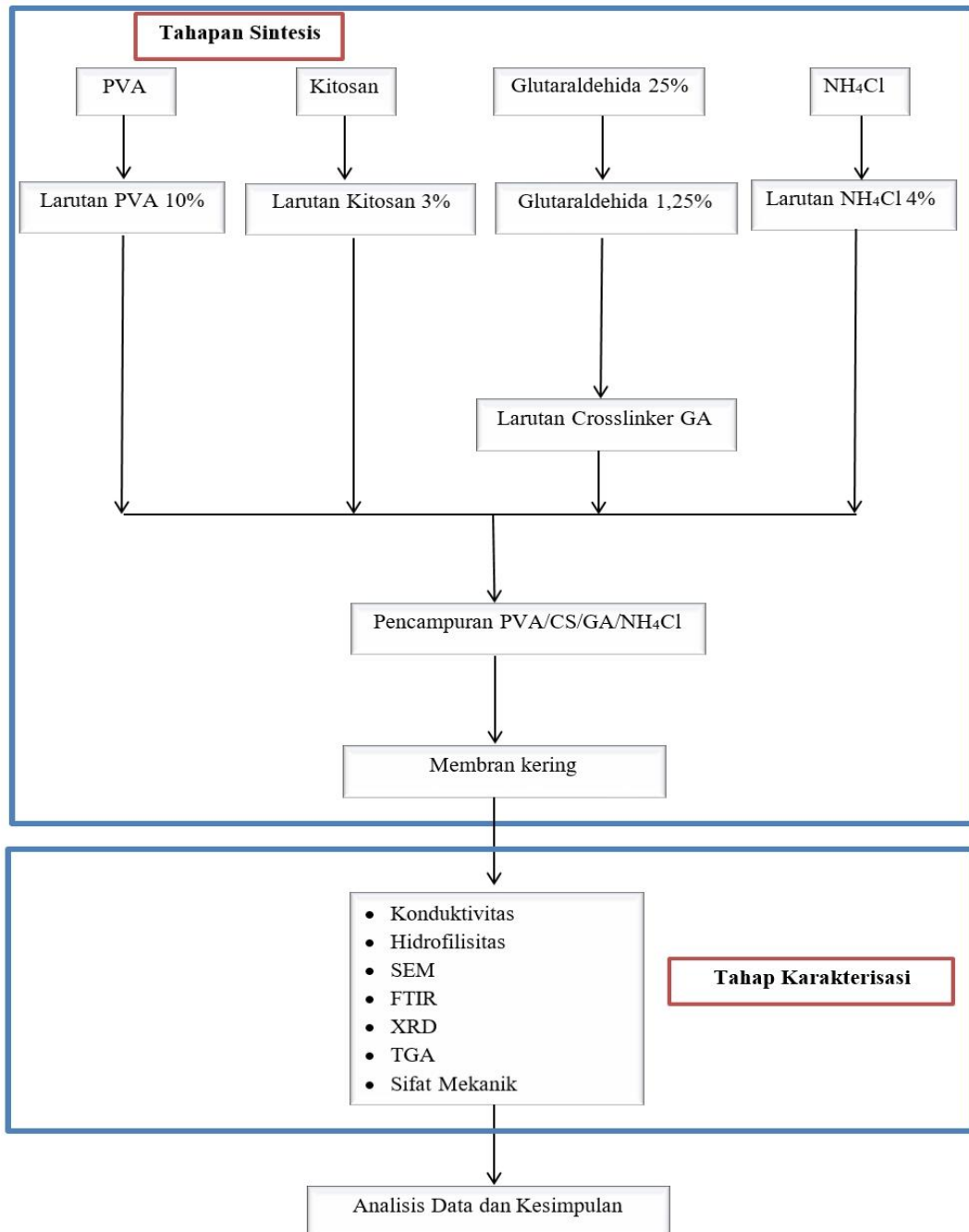
Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain gelas kimia 100 mL, 250 mL, 500 mL, ultrasonik, neraca analitik, spatula, gelas ukur 10 mL, gelas ukur 100 mL, gelas ukur 25 mL, pipet tetes, stirrer, cawan petri plastik, kaca arloji, magnetic stirrer, *micrometer skrup*, penangas listrik, batang pengaduk, mikropipet, pipet ukur 5 mL, pipet volum 25 mL, botol semprot, Digital Multimeter Metex untuk uji konduktivitas, FTIR Prestige 21 Shimadzu untuk uji *Fourier Transform Infrared* (FTIR), SEM untuk uji morfologi menggunakan instrument JEOL 1760, Tensolab-5000 untuk uji sifat mekanik, Rigaku D-MAX 2500 untuk uji *X-Ray Diffraction* (XRD), dan Hitachi 7200 untuk uji *Thermal Gravimetric Analysis* (TGA).

Sedangkan bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Polivinil alcohol *fully hydrolyzed* p.a (MW approx. 60000) (*Merck*), Kitosan (*De-Acetylation* 87,5%), Glutaraldehida 25% (*Merck*), Methanol 96%, Asam sulfat 98%, Asam asetat glasial, Akuades, dan Ammonium Klorida (*Merck*).

#### **3.3. Metode Penelitian**

Penelitian ini dilakukan dengan 2 tahap yaitu tahap sintesis dan tahap karakterisasi. Pada tahap sintesis dilakukan preparasi bahan dan optimasi komposisi PVA/CS/GA/NH<sub>4</sub>Cl. Karakterisasi film konduktif dilakukan dengan menggunakan instrument FTIR, SEM, XRD, TGA, uji kekuatan mekanik (tensile

strength dan % *strain*), hidrofilisitas, transparansi dan uji konduktivitas. Secara garis besar penelitian ini ditunjukkan pada **Gambar 3.1**.



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

### 3.4.1 Tahap Optimasi Film PVA/CS/GA

Komposisi optimum film PVA/CS/GA mengikuti penelitian sebelumnya (Septiani, 2017) dengan komposisi optimum pada ratio volume 1:1:2. Larutan PVA/CS/GA diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 2 menit, pada suhu 50°C. Setelah itu, ditambahkan larutan NH<sub>4</sub>Cl 4% dengan berbagai ratio volume (0,25; 0,50, 0,75, dan 1) pada campuran PVA/CS/GA diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 2 menit pada suhu 50°C. Kemudian masing-masing komposisi dicetak pada cawan petri plastik sebanyak 15 mL dan dibiarkan selama 5 hari pada suhu ruang hingga film kering.

### 3.4.2. Tahap Karakterisasi PVA/GA/CS/NH<sub>4</sub>Cl

#### 3.4.2.1. Konduktivitas

Pengukuran konduktivitas dilakukan dengan menggunakan alat digital multimeter. Untuk mengetahui nilai konduktivitas dari sampel, data resistensi yang diperoleh dari alat multimeter dimasukkan kedalam persamaan berikut, dengan panjang dan lebar sampel 2x2 cm :

$$R = \frac{\rho L}{A} \quad (3.1)$$

$$\sigma = \frac{L}{\rho} \quad (3.2)$$

Persamaan 3.1 dan 3.2 dapat digabungkan, sehingga diperoleh persamaan berikut ini:

$$R = \frac{L}{(A.\sigma)} \quad (3.3)$$

$$\sigma = \frac{L}{(A.R)} \quad (3.4)$$

dimana R adalah tahanan/hambatan listrik ( $\Omega$ ), L adalah panjang (cm),  $\rho$  adalah resistivitas/hambatan bahan ( $\Omega$  cm), A adalah luas permukaan sampel (cm<sup>2</sup>),  $\sigma$  adalah konduktivitas ( $\Omega^{-1}$ cm<sup>1</sup> atau S cm<sup>-1</sup>) (Irzaman *et al.*, 2010)

### 3.4.2.2. Hidrofilisitas

Sudut kontak ( $\theta$ ) adalah sudut yang dibentuk oleh sebuah garis singgung terhadap cairan pada garis kontak dan sebuah garis yang melalui dasar dari tetes cairan (Wenten, 2015). Pengukuran *contact angle* bertujuan untuk menentukan hidrofilisitas permukaan membran. Perhitungan *contact angle* permukaan membran dilakukan menggunakan metode *sessile drop* dan dievaluasi dengan aplikasi *Java Software ImageJ*. Sebelum pengukuran dilakukan, membran kering terlebih dahulu disimpan di dalam desikator selama 24 jam untuk memastikan tidak ada molekul air pada membran. Setelah itu 20  $\mu\text{L}$  akuabides diteteskan di atas permukaan membran yang datar menggunakan *microsyringe*, kemudian *contact angle* yang diperoleh dievaluasi. Pengukuran *contact angle* dilakukan di 5 titik yang berbeda pada setiap sampel. Hasil uji antara membran nanokomposit sebelum dan sesudah dimodifikasi akan dibandingkan (Stalder et al., 2006).

### 3.4.2.3. Fourier Transform Spektroskopi InfraRed (FTIR)

Pengujian FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam komposit. Spektrum FTIR *thin film* PVA/CS/GA/ $\text{NH}_4\text{Cl}$  diukur pada rentang bilangan gelombang 4000-650  $\text{cm}^{-1}$  pada suhu kamar menggunakan instrument FTIR Prestige 21 Shimadzu.

### 3.4.2.4. Scanning Electron Microscope (SEM)

Karakterisasi menggunakan alat *Scanning Electron Microscope* (SEM) bertujuan untuk melihat struktur topografi permukaan pada daerah *cross-section* di dalam *thin film* komposit. Pada penelitian ini digunakan instrumen JEOL 1760.

### 3.4.2.5. Kekuatan Mekanik

Pengujian kekuatan mekanik bertujuan untuk mengetahui kekuatan tarik (*tensile strength*) dan pengukuran % strain dari sampel. Instrumen yang digunakan adalah Tensolab-5000 dengan dimensi sampel 9 cm x 1 cm.

### 3.4.2.6. X-ray Diffraction (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 dan Scherrer dengan melihat hubungan antara jarak interlayer dan kristalinitas sampel.

Persamaan Bragg:

$$\lambda = 2.d.\sin \theta \quad (3.5)$$

dimana  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan,  $d$  adalah jarak *interfase*/jarak antara dua bidang kisi,  $\theta$  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. Pada penelitian ini digunakan instrumen Rigaku., D-MAX 2500.

#### **3.4.2.7. Thermogravimetry Analysis (TGA)**

Uji TGA dilakukan untuk mengetahui sifat termal dari film yang telah disintesis dengan menggunakan instrumen Hitachi 7200. Analisa termal merupakan suatu teknik pengukuran perubahan sifat fisik dan kimia suatu sampel sebagai fungsi perubahan suhu. Pada TGA, perubahan berat sampel sebagai fungsi dari suhu maupun waktu direkam secara otomatis. Perubahan masa sampel dapat terjadi karena adanya dekomposisi, evaporasi, adsorpsi, atau reaksi dengan atmosfer (gas) yang digunakan. Untuk proses pengurangan massa (misalnya karena dekomposisi atau reaksi yang menghasilkan gas).