

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

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

Penelitian ini terdiri dari tahap sintesis, karakterisasi, dan aplikasi. Setiap tahapan dilakukan di Laboratorium Nano Material Gedung 50 Loka Penelitian Teknologi Bersih Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LPTB LIPI) Bandung. Waktu penelitian dimulai bulan Februari sampai Juni 2020.

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

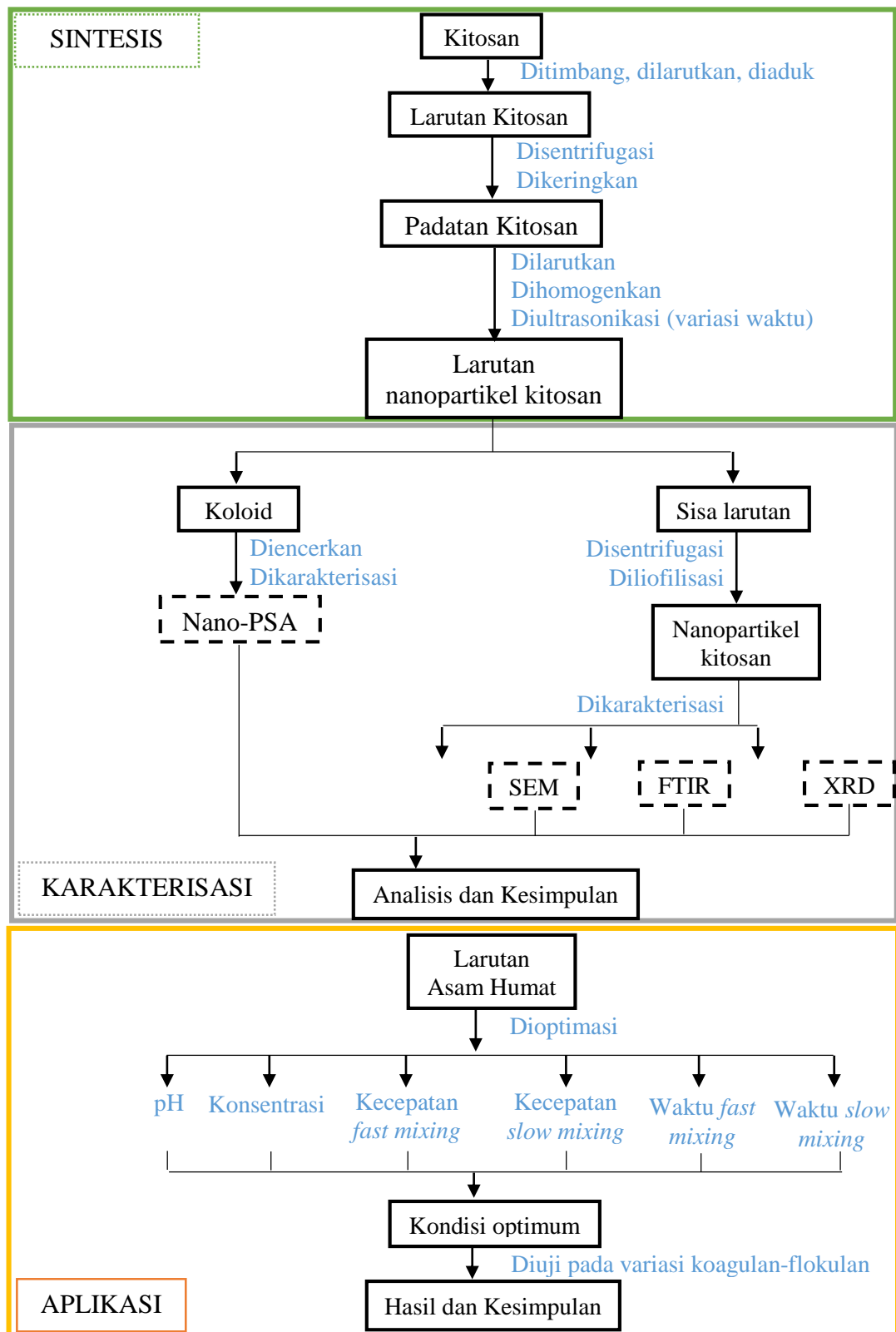
Bahan yang digunakan adalah Kitosan (DD 85% dengan Mv 29755,96 g/mol), Asam asetat glasial 98%, Natrium asetat trihidrat, Buffer asetat, Natrium hidroksida, Asam klorida, Alum, dan Akuades. Semua bahan kimia yang digunakan (kecuali alum, kitosan, dan akuades) merupakan bahan dengan *grade* PA (Merck).

Alat-alat yang digunakan pada tahap sintesis berupa alat-alat gelas standar meliputi gelas kimia, kaca arloji, batang pengaduk, spatula, botol semprot, *magnetic stirrer*, pipet, pipet ukur, *micropipette*, buret, statif, klem, neraca analitik, alat sentrifugasi, sonikator *tube*, viskositas meter, pH meter, desikator, ayakan kawat 35 mesh, dan lemari es (suhu  $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Alat-alat yang digunakan pada tahap karakterisasi nanopartikel kitosan berupa instrumentasi PSA, FTIR, XRD, dan SEM-EDX. Sementara alat-alat tambahan yang digunakan untuk aplikasi dalam pengolahan air berupa gelas kimia (ukuran 500 mL dan 1000 mL), turbidimeter, dan *jar test*.

#### **3.3 Metode Penelitian**

Penelitian ini dilakukan dengan 3 tahap yaitu tahap sintesis, karakterisasi, dan tahap aplikasi. Pada tahap sintesis dilakukan preparasi bahan dan penentuan kondisi terbaik pada variasi waktu ultrasonikasi (5, 20, dan 60 menit). Karakterisasi nanopartikel kitosan dilakukan dengan menggunakan instrumentasi PSA (Malvern zetasizer nano zs), FTIR (*Thermo Scientific,™ Nicolet™ iS5*), XRD (*Bruker, D8 Advance XRD*), dan SEM-EDX (Oxford, JEOL IT-300). Aplikasi nanopartikel kitosan sebagai biokoagulan/bioflokulan dilakukan dengan melakukan optimasi serta membandingkan pengaruh koagulan-flokulan dalam efisiensi penurunan turbiditas terhadap air sungai Citarum. Alur penelitian secara keseluruhan tersaji

pada gambar 3.1 dengan tiga tahapan utama diantaranya sintesis, karakterisasi, dan aplikasi.



**Gambar 3.1** Bagan alir penelitian

Yustika Desti Yolanda, 2021

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL KITOSAN DENGAN METODE ULTRASONIKASI SERTA APLIKASINYA SEBAGAI BIOKOAGULAN/BIOFLOKULAN DALAM PROSES PENGOLAHAN AIR**

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

### **3.4 Prosedur Penelitian**

#### **3.4.1 Sintesis Nanopartikel Kitosan**

##### **3.4.1.1 Preparasi**

###### **3.4.1.1.1 Tahap pembuatan larutan buffer asetat**

Buffer asetat dibuat dalam konsentrasi 0,1 M (pH 6,0) dengan pelarut akuades. Pengaturan pH dilakukan melalui penambahan tetes demi tetes dari asam asetat glasial atau natrium asetat, dan diukur menggunakan pH meter (Souza *et al.*, 2013).

###### **3.4.1.1.2 Tahap preparasi nanopartikel kitosan**

Pada tahap ini dilakukan preparasi dengan melarutkan kitosan 1,5% dalam pelarut buffer asetat. Larutan kitosan diaduk menggunakan *mechanical stirrer* selama 2 jam pada kecepatan  $\pm 500$  rpm, lalu disentrifugasi selama 30 menit pada kecepatan 9000 rpm (dengan jari-jari rotor 9,5 cm). Endapan dikeringkan dalam oven pada suhu 55°C selama 24 jam dan dihaluskan menggunakan mortar alu.

###### **3.4.1.1.3 Sintesis nanopartikel kitosan dengan degradasi ultrasonikasi kitosan**

Proses degradasi dilakukan pada larutan kitosan dalam buffer asetat dengan variasi periode waktu ( $t_s = 5, 20, \text{ dan } 60$  menit). Proses berlangsung dalam kondisi dingin dengan pengaturan sonikator yang dijaga tetap pada power 750 W, frekuensi 20 kHz, diameter *probe* 7 mm, amplitudo 40%, dan *pulse intensity microtip* 1 detik ON – 1 detik OFF. Larutan nanopartikel kitosan dikeringkan dengan menggunakan *freeze dryer* hingga terbentuk padatan nanopartikel kitosan. Padatan dihaluskan menggunakan mortar dan alu serta disaring menggunakan ayakan kawat ukuran 35 mesh (500 *microns*) sebelum dikarakterisasi.

##### **3.4.1 Karakterisasi Nanopartikel Kitosan**

Pada tahap ini, dilakukan karakterisasi terhadap nanopartikel kitosan yang telah disintesis. Adapun karakterisasi yang telah dilakukan diantaranya:

###### **3.4.2.1 Particle Size Analyzer (PSA)**

*Particle Size Analyzer* (PSA) merupakan instrumentasi yang mengukur nilai rata-rata ukuran partikel dan distribusi ukuran nanopartikel (polidispersitas). Sampel berupa suspensi yang didispersikan ke dalam buffer asetat pH 6,0 pada

pengenceran 5 tetes sampel : 3 mL pendispersi. Setiap sampel diukur secara triplo pada suhu 25 °C (Oh *et al.*, 2019).

#### **3.4.2.2 Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)**

Karakterisasi menggunakan alat *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) untuk melihat ukuran partikel dari NPCS serta untuk mengetahui unsur penyusun NPCS. Analisis SEM-EDX dipreparasi dengan menempelkan karbon tip pada sampel *holder*, kemudian ditempelkan serbuk NPCS pada karbon tip. Sampel terlebih dahulu *coating* menggunakan logam Au. Selanjutnya sampel dianalisis dengan instrumen SEM-EDS (Oh *et al.*, 2019).

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

Spektrum FTIR nanopartikel kitosan diukur pada rentang bilangan gelombang 3500-500  $\text{cm}^{-1}$  dalam kondisi suhu kamar menggunakan instrumen FTIR Thermoscientific. Karakterisasi FTIR ini bertujuan untuk mengetahui gugus-gugus fungsi yang terdapat dalam nanopartikel kitosan. Pada penelitian ini, FTIR digunakan untuk membandingkan spektra nanopartikel kitosan pada berbagai durasi sonikasi (Joseph *et al.*, 2018). Sampel nanopartikel dipreparasi dengan menempelkan sampel ke dalam holder untuk selanjutnya dianalisis dengan instrumen FTIR.

#### **3.4.2.4 X-Ray Diffraction (XRD)**

Karakterisasi instrumentasi *X-Ray Diffraction (XRD-Rigaku, D-Max 2500)*, dapat 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:

$$n.\lambda = n.d.\sin \theta$$

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 (Joseph *et al.*, 2018). Analisis XRD dilakukan setelah sampel telah dimasukkan ke dalam holder

dengan bantuan kaca preparat untuk memastikan permukaan sampel rata dengan permukaan holder. Selanjutnya sampel dianalisis dengan instrumen XRD.

### **3.4.2 Aplikasi Nanopartikel Kitosan sebagai Koagulan/Flokulan**

#### **3.4.3.1 Penentuan kondisi optimum parameter pengolahan air**

Optimasi pada proses koagulasi dan flokulasi dilakukan untuk memperoleh kondisi optimum. Proses pengolahan air dengan menggunakan nanopartikel kitosan. Parameter yang dioptimasi diantaranya pH (rentang 5-8), konsentrasi koagulan/flokulan (rentang 200 ppm – 500 ppm), kecepatan pengadukan fase koagulasi (rentang 100 – 200 rpm) dan flokulasi (rentang 30 – 60 rpm) (Srinivas & Vuppala, 2015), serta waktu pengadukan fase koagulasi/*fast mixing* (rentang 1 – 7 menit) dan fase flokulasi/*slow mixing* (5 - 30 menit) (Nghah & Musa, 1997). Peralatan *jar test* digunakan untuk melakukan koagulasi dan flokulasi.

#### **3.4.3.2 Preparasi air sungai citarum dan larutan koagulan/flokulan**

*Sampling* air sungai citarum dilakukan sebanyak satu kali, dan disimpan di dalam kulkas dengan suhu 4°C, saat akan diolah air sungai didiamkan di ruangan terbuka hingga suhu air sama dengan suhu ruang. Larutan kitosan dan nanopartikel kitosan dibuat pada konsentrasi 1% dalam pelarut asam asetat 1%. Sementara untuk larutan alum dibuat pada konsentrasi 1% dalam pelarut akuades.

#### **3.4.3.3 Pengujian Kinerja koagulan/flokulan kitosan, nanopartikel kitosan, dan alum**

Pengolahan air sungai Citarum dilakukan pada kondisi optimum pengolahan air dengan variasi jenis koagulan/flokulan. Dilakukan pengujian turbiditas untuk mengetahui perbedaan efisiensi penurunan turbiditas (EPT) pada setiap jenis koagulan/flokulan.