

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Lokasi Penelitian

Penelitian ini memiliki serangkaian proses yaitu sintesis dan karakterisasi. Untuk tahap pekerjaan sintesis dan karakterisasi FTIR dan hidrofilitas dilakukan di Laboratorium Kimia Dasar dan Analitik yang berlokasi di Gedung FPMIPA A Universitas Pendidikan Indonesia. Sedangkan tahap pekerjaan karakterisasi SEM dan XRD dilakukan di Loka Penelitian Teknologi Bersih Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI).

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1. Alat

a. Sintesis membran nanokomposit PES/PEG/PVA/SiO₂

Alat-alat yang digunakan pada tahap sintesis berupa labu leher tiga 250 mL, *magnetic stirrer*, penangas, oven vakum, lumpang dan alu, pH meter, termometer, gelas kimia (ukuran 100 mL, 250 mL, 400 mL), gelas ukur (ukuran 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), *magnetic bar*, pengaduk mekanik, neraca analitik, alat *casting* membran (pelat kaca).

b. Karakterisasi membran nanokomposit PES/PEG/PVA/SiO₂

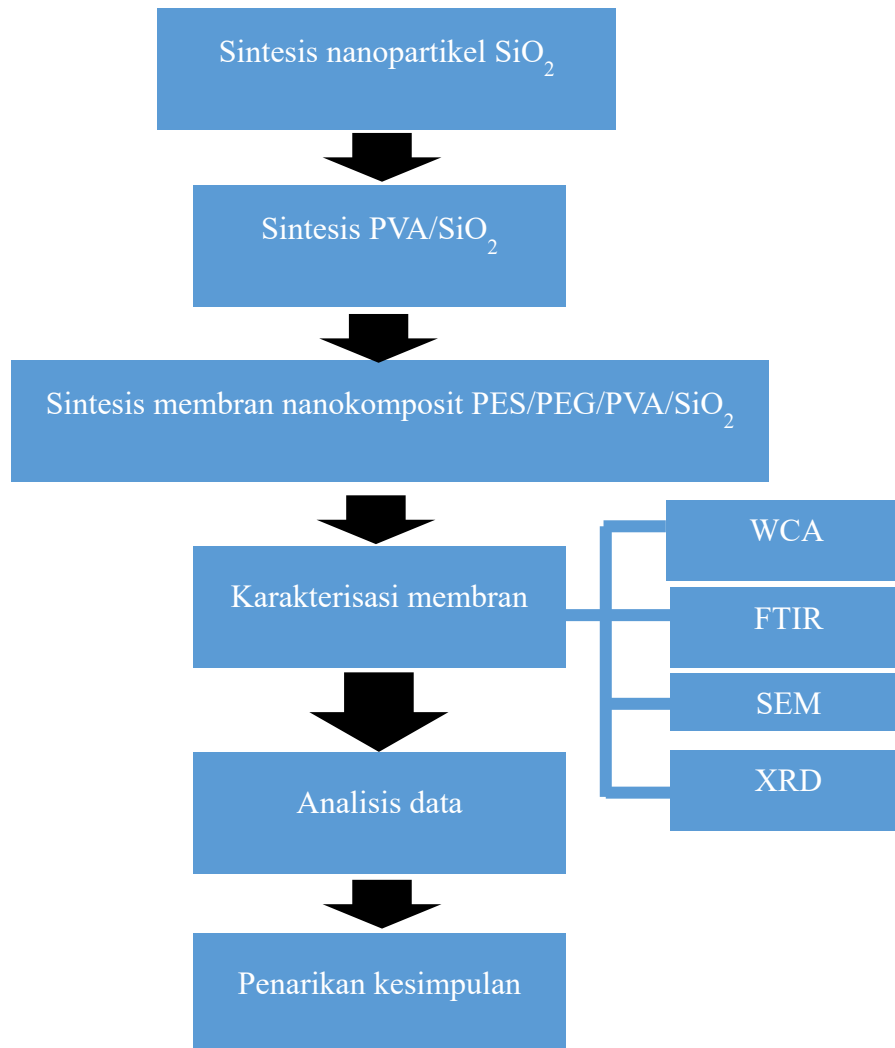
Karakterisasi membran menggunakan beberapa instrumentasi yaitu FTIR (*Fourier Transform Infrared*), SEM (*Scanning Electron microscope*) Jeol/JMS IT300 LV, *Coating SEM DII-29030SCTR*, XRD *Bruker D8 Advance* 3kW, dan set alat *sessile drop*.

3.2.2. Bahan

Polietersulfon (PES), natrium metasilikat, N,N-Dimethylacetamide (DMAc, >99.5%), PEG 6 kDa, PVA 13 kDa (derajat hidrolisis : 97%), amonia, etanol, asam nitrat, air demineralisasi, dan akuades.

3.3. Metodologi Penelitian

Pada dasarnya, penelitian ini terdiri dari beberapa tahap yaitu tahap sintesis dan karakterisasi. Tahap sintesis dibagi menjadi beberapa proses yaitu sintesis nanopartikel SiO_2 , sintesis komposit PVA/ SiO_2 dan sintesis membran nanokomposit PES/PEG/PVA/ SiO_2 . Karakterisasi yang dilakukan melalui FTIR, pengukuran *water contact angle* (WCA), SEM dan XRD.



Gambar 3.1. Diagram alir penelitian.

3.3.1. Sintesis Membran Komposit PES/PEG/PVA/ SiO_2

a. Sintesis nanopartikel SiO_2

Nanopartikel SiO_2 disiapkan dengan menimbang natrium metasilikat sebanyak 3,6 gram dan dilarutkan pada aqua DM 100 mL. Larutan natrium

metasilikat dicampurkan tetes demi tetes ke dalam pelarut amonia-etanol (3:1) sebanyak 120 mL dan didiamkan selama satu jam.

b. Sintesis komposit PVA-SiO₂

Larutan PVA 5% disiapkan dengan menimbang PVA sebanyak 5 gram kemudian dilarutkan dalam 100 mL air dan dipanaskan pada suhu 90°C. Larutan nanosilika ditambahkan asam nitrat hingga pH=3 dan dicampurkan dengan larutan PVA dengan perbandingan PVA : Nanosilika 5 : 2 selama 4 jam pada suhu 90°C.

c. Sintesis Membran PES/PEG/PVA/SiO₂

Membran PES/PEG/PVA/SiO₂ disintesis dengan rasio komposisi pada tabel 3.1. Campuran kemudian diaduk menggunakan *mechanical stirrer* dengan kecepatan 500 rpm dan suhu 80°C.

Tabel 3.1. Komposisi membran komposit PES/PEG/PVA/SiO₂

Membran	Prekursor (%w/w)			Porogen (% w/w)	Pelarut (% w/w)
	PES	PVA	SiO ₂	PEG	DMAc
P	18	-	-	-	82
MPS-0	17,25	3,58	-	3,72	75,45
MPS-1	17,25	0,85	0,35	3,72	77,83
MPS-2	17,25	1,43	0,57	3,72	77,03
MPS-3	17,25	2,57	1,03	3,72	75,43
MPS-4	17,25	3,57	1,43	3,72	74,03

3.3.2. Karakterisasi Membran PES/PVA-SiO₂

a. Interaksi Kimia antarprekursor Membran Komposit

Interaksi kimia dan gugus fungsi yang terdapat pada membran nanokomposit dikaji berdasarkan pengujian menggunakan alat FTIR. Sampel diuji dengan mencampurkan membran sebesar ±1cm x 1cm dan serbuk KBr. Lalu sampel diletakkan pada cetakan pellet KBr. 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.

b. Struktur dan Morfologi Membran

Pengukuran dilakukan menggunakan SEM JMS IT300 LV dan *Coating* SEM DII-29030SCTR. Potongan membrane/nanofiber sebesar ±1 mm x 1 mm

dilapisi emas murni (*coating*) yang akan berfungsi sebagai penghantar. Penampang melintang dan permukaan dari sampel diperbesar pada perbesaran 250-10000x. Selanjutnya dilakukan pembacaan dengan menggunakan SEM pada 20kV untuk mengetahui permukaan membran. Foto morfologi diperoleh berdasarkan hasil deteksi elektron yang dihamburkan atau berdasarkan elektron sekunder yang berasal dari permukaan sampel.

c. Hidrofilisitas (Sudut Kontak / *Contact Angle*)

Pengukuran *contact angle* bertujuan untuk menentukan hidrofilisitas permukaan membran. Pengukuran *contact angle* permukaan membran dilakukan menggunakan metode *sessile drop* dan dievaluasi dengan aplikasi *Java Software ImageJ* menggunakan fitur *dropsnake*. 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 μ L akuades diteteskan di atas permukaan membran yang datar menggunakan *microsyringe*, Tetesan yang terbentuk pada permukaan membran difoto, kemudian digunakan untuk mengevaluasi *contact angle*. Pengukuran *contact angle* dilakukan di 4 titik yang berbeda pada setiap sampel untuk meminimalisasi *experimental error* dan memperoleh nilai rata-rata. Hasil uji membran nanokomposit dengan variasi komposisi PVA/SiO₂ dibandingkan.

d. Kristalinitas Membran Komposit

Difraksi sinar X atau X-ray diffraction (XRD) digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam membran dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel, penentuan kristal tunggal dan struktur kristal. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan XRD *Bruker D8 Advance* 3kW dengan detektor *LynxEye* dan sumber radiasi Cu K α (0.154 Angstrom). Sampel berukuran 1,9 x 1,4 cm dianalisis pada rentang 2θ 5-60°.