

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini terdiri dari beberapa tahap, yaitu sintesis, karakterisasi, dan uji kinerja. Proses sintesis membran komposit dilakukan di Laboratorium Riset FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Proses karakterisasi menggunakan instrumentasi *Fourier Transform Infrared (FTIR-Shimadzu)* di Laboratorium Kimia Instrumen FPMIPA UPI, *Scanning Electron Microscope (SEM-Hitachi S-4800)*, *Tensile Strength (Shimadzu EZ-EX-500M)*, uji porositas di Loka Penelitian Teknologi Bersih Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI), dan uji hidrofilitas metode sudut kontak dilakukan di Laboratorium Riset FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Uji kinerja metode *dead-end* dan *crossflow* meliputi uji permeabilitas, permselektivitas, dan sifat *antifouling* dilakukan di Laboratorium Riset FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Penelitian dilaksanakan pada bulan Maret sampai Juli 2022.

3.2 Alat dan Bahan

A. Bahan

1) Tahapan sintesis

Bahan yang digunakan pada tahapan ini meliputi: Kitosan, Asam Asetat, DMAc, Polietersulfon, Akuades, NaOH dan NH₄Cl.

2) Tahapan Karakterisasi

Bahan yang digunakan pada tahapan ini meliputi: KBr, Emas murni, Etanol, Akuabides, NaOH.

3) Tahapan Uji Kinerja

Bahan yang digunakan pada tahapan ini meliputi: Akuabides, *Bovine Serum Albumine (BSA)*, metal jingga dan metilen biru.

B. Alat

1) Tahap sintesis

Alat yang digunakan meliputi gelas ukur (10 ml, 25 ml, dan 50 ml), neraca analitik, labu takar (10 ml, 50 mL, 100 ml, dan 250 mL), gelas kimia

(50 ml, 100 ml, 250 ml, 400 ml, 1000 ml), batang pengaduk, pipet seukuran 5 ml dan 2 mL, spatula, botol semprot, pengaduk magnetik, mikrometer digital, kaca arloji, selotip dan cetakan membran ukuran 18 cm x 20 cm.

2) Tahap karakterisasi

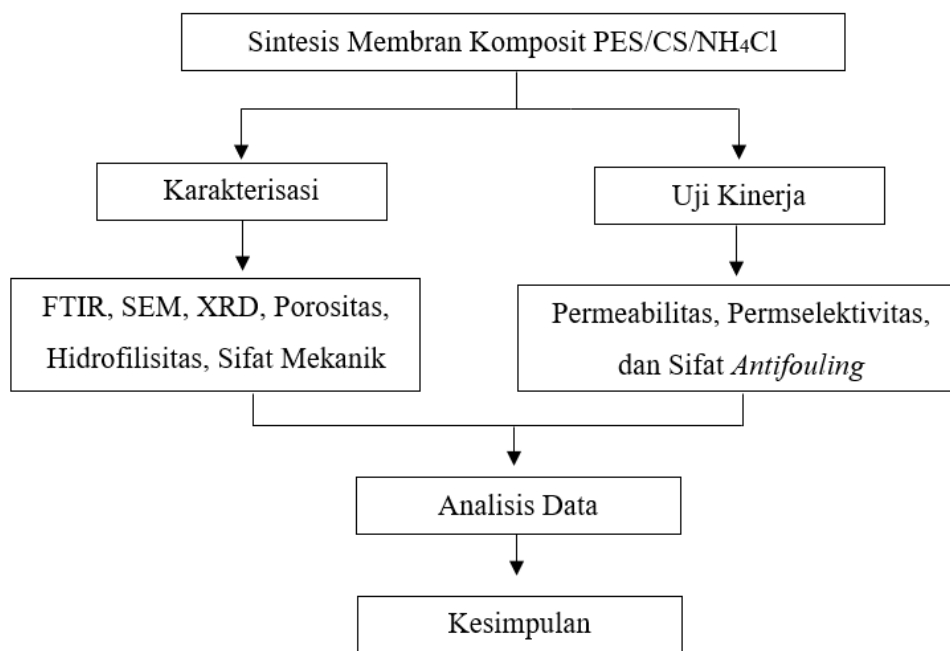
Pada tahap karakterisasi, digunakan instrumentasi *Fourier Transform Infrared (FTIR-Shimadzu)*, *X-Ray Diffraction (XRD-Rigaku, D-max 2500)*, *Scanning Electron Microscope (SEM-Hitachi S-4800)*, *Tensile Strength (Shimadzu EZ-EX-500M)*, dan *sessile drop syringe*.

3) Tahap Uji Kinerja

Alat yang digunakan pada tahap uji kinerja meliputi set alat filtrasi *dead-end*, set alat filtrasi *crossflow*, pengaduk magnetik, gelas ukur 10 mL, gelas kimia 100 mL, set alat kompresor bertekanan 8 bar, dan instrumen spektrofotometer UV-Vis (*UV Mini Shimadzu 1240*).

3.3 Metode Penelitian

Secara umum, penelitian ini terdiri dari tahap sintesis, karakterisasi dan uji kinerja yang disajikan pada Gambar 3.1. Tahap sintesis meliputi penyiapan larutan prekursor membran, pengecoran atau *casting* membran dengan polietersulfon dan pelapisan atau *coating* membran dengan kitosan dan NH_4Cl . Karakterisasi membran dilakukan dengan melakukan uji FTIR (*Fourier Transform Infrared*), SEM (*Scanning Electron Microscope*), porositas, hidrofilitas dengan metode sudut kontak, dan sifat mekanik membran. Uji kinerja meliputi pengujian permeabilitas menggunakan sistem filtrasi *dead-end* dan *crossflow*, permselektivitas, dan sifat *antifouling*.



Gambar 3. 1 Diagram Alir penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

1.4.1 Sintesis Membran Komposit

a. Pembuatan Larutan Kitosan 2%

2 g kitosan dilarutkan dalam asam asetat 2% sebanyak 100 mL menggunakan pengaduk mekanik pada suhu ruang.

b. Pembuatan Larutan PES 18%

1.8 g polietersulfon dilarutkan dalam 10 mL DMAc menggunakan pengaduk magnetik hingga larut pada suhu ruang.

c. Pembuatan Larutan NaOH 1 M

4 g NaOH dilarutkan dalam 100 mL aquades menggunakan batang pengaduk hingga larut pada suhu ruang.

d. Pembuatan Larutan Amonium Clorida (NH_4Cl)

0,1 g NH_4Cl dilarutkan menggunakan aquades dalam labu takar 100 mL sehingga diperoleh larutan induk NH_4Cl 1000 ppm. Diencerkan hingga diperoleh konsentrasi NH_4Cl 100 ppm, 200 ppm, 300 ppm, dan 400 ppm.

e. Pengecoran (*Casting*) Membran

10 mL larutan *casting* (larutan PES 18%) dituangkan ke atas pelat kaca dengan

ukuran 18 x 20 cm yang bagian tepi diberi ketebalan sesuai yang diinginkan pada proses pembuatan membran kemudian larutan *casting* disebarkan hingga semua bagian kaca terlapisi dengan larutan *casting* menggunakan batang pengaduk setelah itu pelat kaca direndam selama 3 jam dalam bak koagulasi air aquades kemudian membran yang terbentuk dikeringkan menggunakan kertas hisap.

f. Pelapisan (*Coating*) Membran

Larutan *coating* dibuat dengan mencampurkan larutan kitosan 2% dan larutan amonium klorida (NH_4Cl) berbagai konsentrasi sebagai agen bakteri dengan perbandingan volume 2:1. Kedua larutan tersebut diaduk selama 40 menit menggunakan pengaduk magnetik. Membran yang telah dikeringkan kemudian direndam dalam larutan *coating* selama 2 jam untuk membentuk membran komposit PES/CS/ NH_4Cl . Setelah itu, membran dikeringkan dalam desikator selama 24 jam. Kemudian membran direndam menggunakan NaOH 1 M selama 1 jam yang bertujuan untuk menetralkan pH asam dari asam asetat. Membran dicuci menggunakan aquades hingga air bilasan membran mencapai pH 7. Setelah itu membran dikeringkan dalam suhu ruang sebelum dikarakterisasi dan diuji kinerjanya.

1.4.2 Karakterisasi

a. Ketebalan Membran

Ketebalan membran diukur menggunakan mikrometer sekrup digital pada 5 titik berbeda. Dihitung nilai rata-rata pada setiap seri membran. Pengukuran ketebalan bertujuan untuk mengetahui pengaruh penambahan NH_4Cl pada membran komposit PES/Kitosan.

b. Identifikasi Gugus Fungsi

Identifikasi gugus fungsi bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam membran komposit PES/Kitosan/ NH_4Cl yang disintesis. Pengujian dilakukan menggunakan instrumen *Fourier Transform Infrared (FTIR-Shimadzu)*. Prinsipnya berdasarkan penyerapan sejumlah energi oleh sampel dari sinar inframerah dengan frekuensi yang sama dengan frekuensi vibrasi ikatan atau bilangan gelombang pada sampel tersebut sehingga menyebabkan terjadinya eksitasi tingkat energi vibrasi.

Putri Citra Amanda, 2022

PENGARUH PENAMBAHAN AMONIUM KLOORIDA TERHADAP KINERJA MEMBRAN KOMPOSIT ULTRAFILTRASI BERBASIS POLIETER SULFON/KITOSAN

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

c. Morfologi Membran

Uji morfologi membran menggunakan instrumen *Scanning Microscope Electron (SEM-Hitachi S-4800)* bertujuan untuk menganalisis morfologi membran komposit PES/Kitosan/NH₄Cl. Gambar morfologi diperoleh berdasarkan hasil pancaran sumber elektron sekunder sampel yang dibelokkan berlawanan arah dengan cermin. Morfologi permukaan dan penampang melintang dianalisis pada perbesaran tertentu.

d. Porositas

Uji porositas dilakukan menggunakan metode *dry-wet-weight*. Membran komposit PES/Kitosan/NH₄Cl yang sudah ditimbang dalam keadaan kering, direndam dalam akuabides selama 24 jam. Kemudian, sejumlah air pada permukaan membran dilap dengan kertas saring. Ditimbang berat basah membran. Dicatat selisih hasil penimbangan membran basah dan kering, lalu dihitung porositas membran dengan menggunakan persamaan sebagai berikut.

$$\varepsilon (\%) = \frac{\frac{\omega_w - \omega_d}{\rho_w}}{\frac{\omega_w - \omega_d}{\rho_w} + \frac{\omega_d}{\rho_p}} \times 100 \%$$

Keterangan:

ω_w = berat membran basah (g) ω_d = berat membran kering (g)
 ρ_w = densitas air (g/cm³) ρ_p = densitas polimer (g/cm³)

e. Hidrofilisitas

Pengukuran hidrofilisitas dilakukan dengan mengukur sudut kontak menggunakan metode *sessile drop*, bertujuan untuk menentukan tingkat hidrofilisitas permukaan membran. Membran komposit PES/Kitosan/NH₄Cl yang dikeringkan selama 24 jam dalam desikator sebelum di uji. Sebanyak 20 μ L akuabides diteteskan menggunakan *microsyringe* atau *micropipet* pada permukaan membran di lima titik berbeda untuk setiap sampel. Nilai sudut kontak yang terbentuk, dievaluasi dengan bantuan aplikasi *Java software ImageJ*.

f. Sifat Mekanik (*Tensile Strength*)

Pengukuran sifat mekanik (*tensile strength*) bertujuan untuk mengetahui kekuatan mekanik membran ketidak diberikan gaya, pengukurannya dilakukan

Putri Citra Amanda, 2022

PENGARUH PENAMBAHAN AMONIUM KLORIDA TERHADAP KINERJA MEMBRAN KOMPOSIT ULTRAFILTRASI BERBASIS POLIETER SULFON/KITOSAN

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

menggunakan instrumen UCT series (dumbbell ISO 527-2-5B). *Stress* adalah hasil bagi gaya perluas area. *Strain* adalah rasio $\Delta l/l_0$ dimana Δl adalah perubahan panjang sedangkan l_0 adalah panjang awal sampel. *Elongation at break* diukur untuk mengetahui pertambahan panjang membran ketika ditarik hingga putus. Pengukuran *tensile strength* dan *elongation at break* dilakukan menggunakan instrumen *tensile strength meter* sesuai standar ASTM D882.

1.4.3 Uji Kinerja Membran

Kinerja membran dievaluasi dengan melakukan beberapa parameter uji, diantaranya uji permeabilitas, permselektivitas, dan sifat *antifouling*.

a. Uji Permeabilitas (Fluks)

Uji permeabilitas bertujuan untuk mengetahui fluks air murni atau kecepatan membran dalam mendistribusikan permeat melewati membran. Pengujian dilakukan dengan menggunakan set alat filtrasi *dead-end* dan *cross-flow* pada suhu kamar. Akuabides digunakan sebagai larutan umpan.

Pada set alat *dead-end*, membran dipotong berbentuk lingkaran dengan luas area efektif membran $1,59 \times 10^{-3} \text{ m}^2$. Sedangkan pada set alat *cross-flow*, membran dipotong berbentuk persegi dengan luas area efektif membran $3 \times 10^{-3} \text{ m}^2$. Sebelum filtrasi, membran dikompaksi pada tekanan 6.9 atm selama 2 jam hingga diperoleh fluks air yang konstan. Hal ini bertujuan untuk membuat pori membran menjadi lebih seragam lembaran membran menjadi lebih kaku sehingga dapat diperoleh nilai fluks air yang konstan pada tekanan operasional yang diberikan. Filtrasi dilakukan pada variasi tekanan 3, 4, 5, 5,5 dan 6 bar. Permeabilitas (A , $\text{L}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{h}^{-1}$) atau fluks dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut.

$$A = \frac{J}{P} \qquad J = \frac{V}{S\cdot\Delta t}$$

Di mana, J adalah fluks air ($\text{L}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{h}^{-1}$), P adalah tekanan (bar), V adalah volume permeat (L), S adalah area aktif membran (m^2), dan t adalah waktu filtrasi (h) (Zhu *et al.*, 2020).

b. Uji Permselektivitas (Rejeksi)

Permselektivitas bertujuan untuk mengetahui kemampuan membran dalam menahan ataupun melewati spesi tertentu dari spesi yang lain. Permselektivitas

membran dinyatakan melalui besaran persen rejeksi (%R). Larutan umpan yang digunakan, antara lain larutan *Bovin Serum Albumin* (BSA) 100 ppm, zat warna metal jingga 10 ppm, dan zat warna metilen biru 10 ppm. Pengujian permselektivitas menggunakan set alat *dead-end* filtrasi pada keadaan suhu kamar, pH 7 dan tekanan 5 bar. Luas area efektif membran pada pengujian ini adalah $1,59 \times 10^{-3} \text{ m}^2$. Kompaksi membran dilakukan dalam tekanan 6.9 atm selama 2 jam hingga diperoleh fluks air yang konstan. Nilai rejeksi ditentukan melalui pengukuran absorbansi *feed* dan permeat menggunakan spektrofotometer UV. Nilai rejeksi merupakan selisih dari absorbansi *feed* dan permeat yang dihitung dengan persamaan sebagai berikut.

$$R = 1 - \frac{A_p}{A_f} \times 100 \%$$

Keterangan:

R = Rejeksi; A_p = Absorbansi permeat; A_f = Absorbansi *feed* atau umpan

c. Uji Sifat *Antifouling*

Uji sifat *antifouling* bertujuan untuk mengetahui tingkat pengotoran membran setelah dilakukan filtrasi beberapa siklus yang dinyatakan sebagai persen FRR (%). Fluks larutan BSA konsentrasi 100 ppm pH 7 (J_p) diukur pada tekanan transmembran 4 bar berdasarkan volume filtrat yang melewati membran. Kemudian, membran yang kotor dicuci dengan air suling selama 15 menit. Setelah itu, diukur kembali fluks air murni (J_{w2}). Nilai FRR dihitung dengan membandingkan fluks air murni setelah pencucian (J_{w2}) dengan fluks air murni dari membran bersih (J_{w1}) dengan persamaan sebagai berikut.

$$\text{FRR (\%)} = \left(\frac{J_{w2}}{J_{w1}} \right) \times 100\%$$

Nilai rasio pengotoran total atau *total fouling ratio* (R_t), rasio pengotoran reversible atau *reversible fouling ratio* (R_r) dan rasio pengotoran irreversibel atau *irreversible fouling ratio* (R_{ir}) dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut.

$$R_t (\%) = \left(1 - \frac{J_p}{J_{w1}} \right) \times 100\%$$

$$R_{ir} (\%) = \left(\frac{J_{w1} - J_{w2}}{J_{w1}} \right) \times 100\%$$

$$R_r (\%) = \left(\frac{J_{w2} - J_p}{J_{w1}} \right) \times 100\%$$

Putri Citra Amanda, 2022

PENGARUH PENAMBAHAN AMONIUM KLOORIDA TERHADAP KINERJA MEMBRAN KOMPOSIT ULTRAFILTRASI BERBASIS POLIETER SULFON/KITOSAN

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

