

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan selama 8 bulan, pada bulan Maret hingga Oktober 2014. Pembuatan sampel dilakukan di Laboratorium Fisika Material Departemen Fisika dan Laboratorium Kimia Fisik Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga (UNAIR). Pengujian serta karakterisasi sampel dilakukan di Laboratorium Fisika Material dan Laboratorium Kimia Fisik Universitas Airlangga (UNAIR), Laboratorium Fisika Terapan Universitas Brawijaya (UB), Laboratorium Dasar Bersama Universitas Negeri Malang (UM) dan Laboratorium Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh November (ITS).

3.2 Bahan dan Alat Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah akuades, selulosa asetat, asam format, D-glukosa monohidrat, kreatinin, NaCl, NaHCO₃, KCl, KH₂PO₄·3H₂O, MgCl₂·6H₂O, Na₂SO₄, 1M HCl, CaCl₂·2H₂O, (CH₂OH)₃CNH₂. Alat-alat yang digunakan yaitu gelas *beaker*, spatula, kertas timbangan, pipet, aluminium *foil*, *wrap plastic*, gelas ukur, neraca digital, *magnetic stirrer*, oven, pH meter dan *spinneret*. Terdapat pula alat yang digunakan dalam melakukan uji karakterisasi yaitu *Scanning Microscope Electron (SEM)* (Merk FEI, Tipe: Inspect S50, Jepang) untuk mengetahui morfologi permukaan membran *hollow fiber*, *autograph* untuk mengetahui kekuatan tarik, *crossflow filtration* dan turbidimeter untuk mengukur kemampuan filtrasi membran.

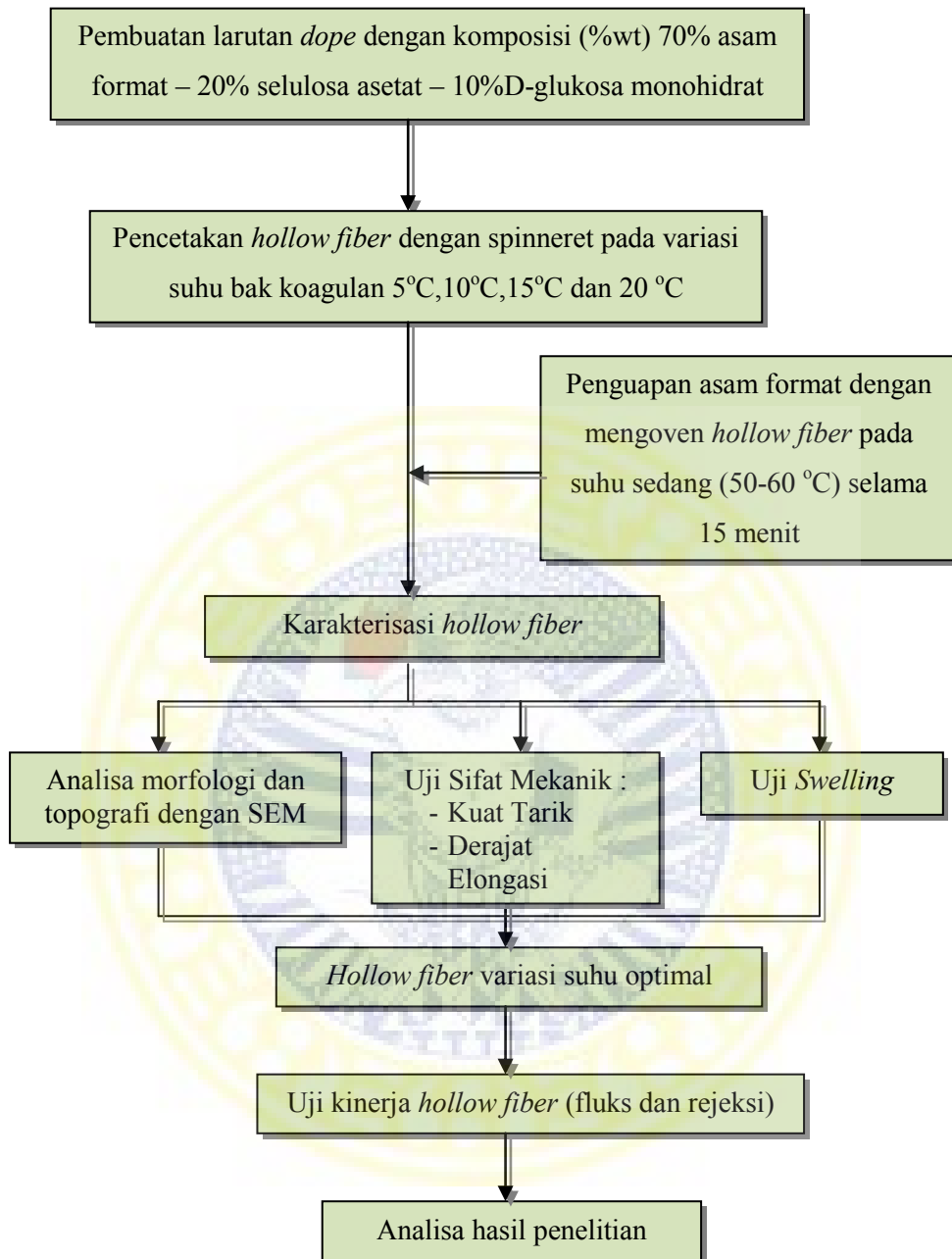
3.3 Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian ini meliputi tiga tahap yaitu persiapan bahan, pembuatan sampel, serta pengujian atau karakterisasi sampel. Diagram alir prosedur penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 3.1.

3.3.1 Persiapan Bahan

Bahan yang digunakan untuk membuat membran ialah selulosa asetat, asam format dan *D*-glukosa monohidrat. Selulosa asetat dan *D*-glukosa monohidrat disini berbentuk serbuk halus berwarna putih. Butiran-butiran *D*-glukosa lebih mudah menggumpal seperti gula halus, sedangkan selulosa asetat lebih ringan dan tidak menggumpal. Asam format yang digunakan berupa bahan cair tidak berwarna namun memiliki bau khas asam yang sangat pekat. Karena sifatnya yang iritan, perlu digunakan sarung tangan kedap air apabila bekerja menggunakan bahan asam format.

Persiapan bahan diawali dengan menimbang masing-masing bahan menggunakan timbangan digital. Takaran komposisi yang akan digunakan yaitu 20% wt selulosa asetat, 10% wt *D*-glukosa monohidrat dan asam format sebanyak 70% wt (Idris et al., 2009). Masing-masing bahan yang telah ditimbang, ditempatkan dalam cawan petri yang berbeda untuk memudahkan proses selanjutnya yaitu pembuatan larutan *dope*.



Gambar 3.1 Diagram Alir Prosedur Penelitian *Hollow Fiber* Selulosa Asetat – *D*-Glukosa Monohidrat sebagai Dialiser

3.3.2 Pembuatan Larutan *Dope*

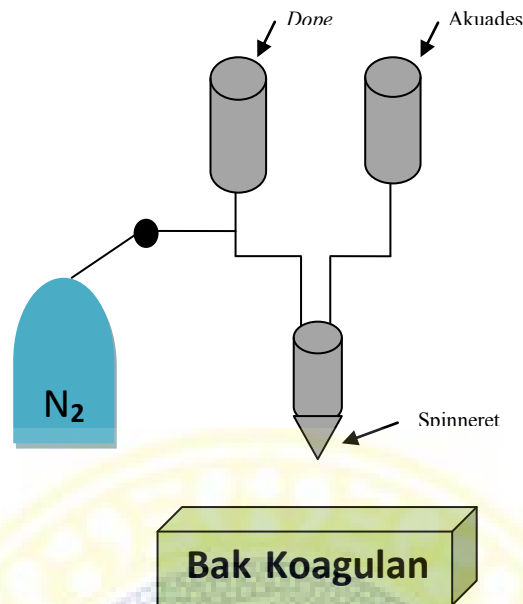
Sebelum memulai pencetakan membran *hollow fiber* selulosa asetat – *D*-glukosa monohidrat, terlebih dahulu dilakukan pembuatan larutan *dope*

menggunakan *stirrer* sehingga mempercepat bahan untuk larut dan homogen.. Larutan *dope* dibuat diawali dengan melarutkan serbuk selulosa asetat sedikit demi sedikit ke dalam asam format untuk memudahkan proses pelarutan. Setelah selulosa asetat larut, kemudian ditambahkan D-glukosa monohidrat sebagai bahan aditif sedikit demi sedikit dan diaduk hingga homogen atau kurang lebih 1-2 jam. Setelah itu hasil larutan ketiga bahan yang disebut dengan larutan *dope* didiamkan dalam gelas *beaker* dan ditutup rapat dengan *wrap plastic* selama kurang lebih 24 jam untuk menghilangkan gelembung udara yang terperangkap selama proses pengadukan berlangsung (Idris et al., 2009).

3.3.3 Pencetakan *Hollow Fiber*

Proses pencetakan *hollow fiber* dilakukan menggunakan alat *spinneret* dengan akuades sebagai koagulan. Variasi suhu bak koagulan dilakukan pada empat titik suhu yaitu 5°C, 10°C, 15°C, 20°C. Pencetakan dimulai dengan menuangkan larutan *dope* pada pipa penampung, kemudian diberi tekanan dari kompresor untuk mendorong aliran *dope* melewati jarum *spinneret* dan keluar menuju bak koagulan seperti yang ditunjukkan pada skema bagian alat *spinning* melalui Gambar 3.2 (Peng et al., 2012).

Larutan *dope* yang keluar melalui jarum *spinneret* akan terkoagulasi di dalam bak koagulan berbentuk *hollow fiber* dan dibiarkan selama kurang lebih 1 jam untuk memastikan seluruh larutan telah terkoagulasi atau berubah fase menjadi padat. Setelah itu hasil cetakan *hollow fiber* yang terbentuk dipanaskan pada oven selama 10 menit pada suhu 50°C-60°C untuk menguapkan dan menghilangkan sisa-sisa asam format (Idris et al., 2009).



Gambar 3.2 Skema Bagian Alat *Spinning Hollow Fiber* Selulosa Asetat – *D*-Glukosa Monohidrat

3.3.4 Karakterisasi

Setelah selesai proses pembuatan *hollow fiber*, dilakukan pengujian terhadap sampel yang dihasilkan untuk menganalisa karakter yang dimiliki *hollow fiber* pada masing – masing variasi suhu. Karakterisasi yang dilakukan meliputi uji fisis berupa karakterisasi terhadap morfologi permukaan membran, uji mekanis dengan mengukur besar kuat tarik dan nilai elongasi, uji ketahanan membran terhadap cairan melalui uji *swelling*, serta uji kemampuan filtrasi dengan metode *crossflow filtration* dan turbidimetri.

3.3.4.1 Karakterisasi Morfologi dengan SEM

Karakterisasi morfologi berupa ukuran pori dan diameter (lingkaran dalam dan luar) *hollow fiber* selulosa asetat – *D*-glukosa monohidrat dapat diketahui dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM). Sampel membran *hollow fiber*

yang akan diuji dibersihkan terlebih dahulu dan dikeringkan sebelum ditempatkan pada *sample holder*. Ukuran sampel *holder* 12 mm atau 25 mm (Ichsan, 2012).

Sampel yang telah ditempatkan pada *holder* dengan merekatkannya menggunakan *double-sided tape* konduktif. Kemudian dilakukan proses *sputting* dengan Au dan Pd untuk menempelkan sampel diperlukan (Ichsan, 2012). Kontak area sampel yang luas akan menguntungkan untuk identifikasi sampel. Alat SEM akan menghasilkan citra yang dapat dianalisa berupa intensitas cahaya yang terbentuk dari sampel yang diuji. Hasil citra tersebut ditampilkan dalam layar komputer.



Gambar 3.3 Alat Uji *Scanning Electron Microscope* (SEM)

3.3.4.2 Uji Tarik

Pengujian kekuatan tarik merupakan salah satu uji mekanik menggunakan alat bernama *autograph*. Sampel yang digunakan pada uji kekuatan tarik biasanya

berbentuk persegi panjang dengan masing-masing ujung yang lebih lebar, sehingga dilakukan modifikasi untuk sampel *hollow fiber* karena bentuknya yang bukan persegi panjang melainkan serat berongga menyerupai selang. Modifikasi dilakukan dengan mengoleskan gumpalan lem epoksi resin (agar tidak merusak sampel) pada kedua ujung sampel, sehingga ukuran ujung lebih besar dan sampel tidak tergecet *holder* yang dapat menyebabkan perubahan bentuk sampel (Nayla, 2013).

Sampel *hollow fiber* yang telah diberi olesan lem epoksi resin, dijepitkan pada penjepit sampel. Setelah itu mesin dinyalakan dan beban penarik dipasang pada satuan Newton. Kemudian sampel ditarik dengan kecepatan tertentu hingga putus. Sebelum dimulai penarikan, panjang *hollow fiber* harus telah diukur terlebih dahulu. Besaran yang perlu dicatat ialah nilai beban penarik dan perubahan panjang sampel pada saat putus. Hasil yang akan diperoleh adalah nilai kuat tarik dan elongasi dari bahan yang diuji (Tuharno, 2009).

3.3.4.3 Uji *Swelling*

Uji *swelling* terhadap *hollow fiber* selulosa asetat – *D*-glukosa monohidrat dilakukan dengan menimbang massa sampel terlebih dahulu sebagai massa awal (w_i) kemudian merendamnya pada larutan SBF selama 4 jam (lama waktu rata-rata terapi hemodialisa).

Larutan SBF dibuat dengan melarutkan beberapa bahan sebagai berikut ke dalam akuades (Marques et al., 2011) :

1. NaCl (8,035 g/L)
2. NaHCO₃ 0,355 g/L)

3. KCl (0,225 g/L)
4. $\text{KH}^2\text{PO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (0,231 g/L)
5. $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (0,311 g/L)
6. Na_2SO_4 (0,072 g/L)
7. 1M HCl (39 mL)
8. $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (0,292 g/L)
9. $(\text{CH}_2\text{OH})_3\text{CNH}_2$ (6,118 g/L)
10. 1M HCl titrasi pH 7,4 pada suhu 37°C

Pelarutan diawali dengan menambahkan bahan 1-6 ke dalam 500 mL akuades dan diaduk hingga homogen. Kemudian dimasukkan bahan nomor 7 dan diikuti bahan nomor 8 dan 9 sambil terus diaduk. Setelah homogen, volume larutan dinaikkan hingga 1L sembari dititrasi dengan 1M HCl hingga pH mencapai 7,4 (Marques et al., 2011).

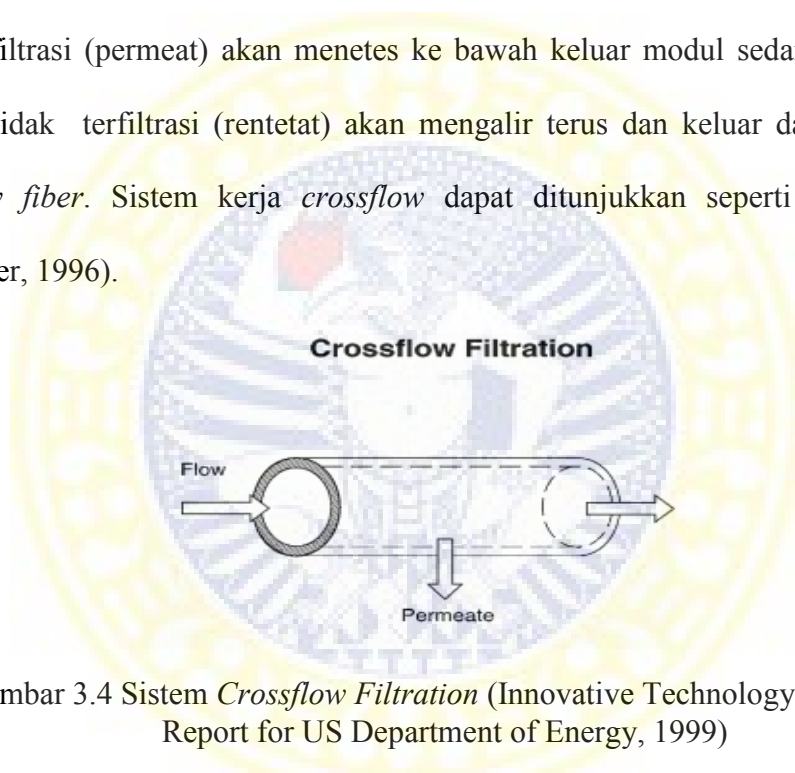
Sampel membran *hollow fiber* yang telah direndam SBF selama 4 jam, dikeringkan dengan tisu dan ditimbang massanya sebagai massa akhir (w_t). Penghitungan besar derajat swelling dilakukan menggunakan persamaan 2.5 yaitu $\% \text{swelling} = ((w_t - w_i) / w_i) \times 100\%$.

3.3.4.4 Uji Filtrasi

Pengujian karakterisasi membran berdasarkan sifat mekanik dan fisiknya telah dilakukan. Analisa hasil uji dilakukan untuk menentukan *hollow fiber* pada variabel suhu bak koagulan manakah yang memiliki kemampuan terbaik untuk dijadikan kandidat membran dialiser. Uji filtrasi dilakukan terhadap *hollow fiber* dengan analisa uji terbaik saja yaitu dengan menggunakan metode *crossflow*.

Melalui uji filtrasi ini, akan didapatkan nilai fluks dan koefisien rejeksi membran terhadap kreatinin.

Larutan kreatinin-akuades dipersiapkan dahulu dengan membuat konsentrasi yang sama dengan nilai konsentrasi kreatinin pasien ginjal yaitu 2,5mg/dL (Verma et al., 2006). Kemudian larutan kreatinin yang merupakan larutan umpan dialirkan secara paralel dengan membran *hollow fiber*. Larutan hasil filtrasi (permeat) akan menetes ke bawah keluar modul sedangkan larutan yang tidak terfiltrasi (rentetat) akan mengalir terus dan keluar dari ujung lain *hollow fiber*. Sistem kerja *crossflow* dapat ditunjukkan seperti Gambar 3.4 (Mulder, 1996).



Gambar 3.4 Sistem *Crossflow Filtration* (Innovative Technology Summary Report for US Department of Energy, 1999)

Setelah itu dapat dilakukan pengujian filtrasi terhadap larutan kreatinin. Sampel *hollow fiber* diuji dengan sistem *cross-flow* tersebut. Nilai fluks dihitung berdasarkan persamaan $J = V/A.t$ (2.3), dimana J merupakan nilai fluks ($L.m^{-2}.hari^{-1}$), t merupakan waktu (hari), V merupakan volume permeat (L) dan A merupakan luas permukaan membran (m^2).

Setelah diperoleh larutan yang sudah tersaring, konsentrasi larutan tersebut akan diukur menggunakan turbidimeter untuk mengetahui nilai rejeksi *hollow*

fiber terhadap kreatinin. Pengukuran nilai rejeksi dilakukan dengan mengukur konsentrasi kreatinin sebelum dan sesudah melewati membran menggunakan turbidimeter. Data yang diperoleh dapat dihitung berdasarkan persamaan $R = (1 - C_p/C_f) \times 100\%$ (2.4) dimana R merupakan nilai koefisien rejeksi, C_p adalah konsentrasi zat terlarut dalam permeat dan C_f adalah konsentrasi zat terlarut dalam umpan atau *feed* (Mulder, 1996).

