

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Pelaksanaan

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Fisik dan Kimia Anorganik, Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya pada bulan Januari hingga Juni 2011.

3.2 Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini mempunyai derajat *pro analysis* (p.a) kecuali disebutkan lain meliputi: aquades, suspensi TiO₂ dalam metanol, formamida, NaOH teknis, etanol, aseton, Ca(OH)₂ teknis, aquades, asam asetat glasial, asetat anhidrida, NaOCl teknis dan H₂SO₄ pekat.

3.2.2 Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah gelas beker, pemanas, gelas ukur, termometer, labu Erlenmeyer bertutup, pipet tetes, pengaduk, mikrometer sekrup, pengaduk magnetik, seperangkat alat refluks, plat kaca, bak koagulasi, sel filtrasi *dead end*, corong *Buchner*, cawan petri steril, pipet steril, seperangkat alat uji SEM, *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), spektrofotometri UV-Vis MAYAPADA, XRD serta alat *autograph* tipe AG-10TE Shimadzu.

3.3 Pembuatan Larutan

3.3.1 Pembuatan larutan NaOH 17,5% (b/v)

Menimbang 17,5 gram NaOH, lalu melarutkan dengan aquades sedikit demi sedikit dalam gelas beker 100 mL, kemudian menambahkan aquades sampai volume 100 mL.

3.3.2 Pembuatan larutan NaOH 2% (b/v)

Menimbang 2 gram NaOH, lalu dilarutkan dengan aquades sedikit demi sedikit dalam gelas beker 100 mL, kemudian menambahkan aquades sampai volume 100 mL.

3.3.3 Pembuatan larutan Ca(OH)₂ 2.5% (b/v)

Menimbang 2,5 gram Ca(OH)₂, lalu melarutkan dengan aquades sedikit demi sedikit dalam gelas beker 100 mL, kemudian menambahkan aquades sampai volume 100 mL.

3.3.4 Pembuatan larutan NaOCl 5% (v/v)

Diambil dengan hati-hati 41,7 mL NaOCl 12%, kemudian memindahkan ke dalam gelas beker 100 mL, kemudian menambahkan aquades sampai volume 100 mL.

3.3.5 Pembuatan larutan asam asetat 67% (v/v)

Larutan asam asetat glacial 98% (*p.a*) diambil 67 mL, kemudian memindahkan ke dalam gelas beker 100 mL dan menambahkan aquades sampai volume 100 mL.

3.3.6 Pembuatan larutan formamida 2% (v/v)

Larutan formamida diambil 2 mL, kemudian memindahkan ke dalam gelas beker 100 mL dan menambahkan aquades sampai volume 100 mL.

3.3.7 Pembuatan larutan NaOH 0,1 M

Ditimbang 0,4 gram NaOH padat dilarutkan dengan aquades dalam gelas beker 100 mL, kemudian diencerkan dengan aquades hingga volume 100 mL.

3.3.8 Pembuatan larutan induk *congo red* 1000 ppm

Ditimbang 1,0000 gram *congo red* padat dilarutkan dengan akuadem sedikit demi sedikit dalam gelas beker, kemudian dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 1000 mL dan diencerkan dengan akuadem hingga tanda batas.

3.3.9 Pembuatan larutan standar *congo red*

Diambil larutan induk *congo red* 1000 ppm sebanyak 0,50; 1,00; 1,50; 2,00 dan 2,50 mL kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuadem sampai tanda batas, sehingga diperoleh larutan standar *congo red* dengan konsentrasi 5, 10, 15, 20 dan 25 ppm.

3.3.10 Pembuatan larutan sampel *congo red*

Diambil 12,50 mL larutan induk *congo red* 1000 ppm dimasukkan dalam labu ukur 500 mL dan diencerkan sampai volume 500 mL sehingga diperoleh larutan sampel *congo red* 25 ppm.

3.3.11 Penentuan panjang gelombang maksimum *congo red*

Larutan standar *congo red* dengan kadar 25 ppm diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-vis untuk menentukan panjang gelombang maksimum dengan blanko akuadem.

3.3.12 Pembuatan kurva standar *congo red*

Larutan standar *congo red* yang telah dibuat dengan konsentrasi 5, 10, 15, 20 dan 25 ppm diukur absorbansinya masing-masing dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Kemudian dari data tersebut dibuat kurva yang kemudian ditentukan persamaan garis regresi liniernya, misal persamaan garis linier secara umum: $y = a + bx$, dimana sumbu y sebagai absorbansinya dan sumbu x sebagai konsentrasi *congo red* (ppm).

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Pembuatan pulp dari serat daun nanas

Sebanyak 20 gram serat daun nanas dibersihkan kemudian direndam dengan akuades selama 1 minggu. Serat daun nanas yang telah direndam ditambahkan 200 mL $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 2,5% (b/v) dan direndam selama 3 hari. Setelah proses perendaman selesai, serat daun nanas dicuci dengan aquades sampai bebas basa yang dapat diperiksa dengan menggunakan kertas lakmus. Setelah itu serat daun nanas dimasukkan ke dalam labu alas bulat yang telah diisi dengan 300 mL larutan NaOH 17,5% (b/v) lalu direfluks selama 4 jam. Kemudian setelah suhu menurun serat daun nanas dicuci dengan aquades hingga bebas NaOH. Serat daun nanas yang telah bebas basa kemudian dihancurkan dengan *blender*, dicetak menjadi lembaran pulp lalu dikeringkan selama 1 hari dengan oven pada suhu 60°C.

3.4.2 Pemutihan (*bleaching*) pulp serat daun nanas

Sebanyak 10 gram pulp serat daun nanas dimasukkan ke dalam gelas beker yang berisi 88 mL aquades dalam gelas beker yang telah dipanaskan pada suhu

60°C, kemudian dilakukan pengadukan hingga bertekstur seperti bubur. Setelah mencapai suhu kamar, ditambahkan 100 mL NaOCl 5% (v/v) ke dalam campuran pulp dan dibiarkan sampai 30 menit sambil terus diaduk. Kemudian pulp dibilas dengan aquades dan direndam kembali dengan NaOH 2% (b/v) dan dibiarkan selama 30 menit kemudian dicuci dengan aquades hingga bebas basa kemudian dikeringkan di udara terbuka.

3.4.3 Sintesis selulosa diasetat dari serat daun nanas

Sebanyak 10 gram pulp kering dari serat daun nanas ditimbang dan ditambah dengan asam asetat glasial 24 mL sambil diaduk pada suhu 40°C selama 1 jam. Setelah itu ditambahkan campuran asam sulfat pekat 0,1 mL dan asam asetat glasial 60 mL dan diaduk lagi selama 45 menit pada suhu yang sama. Kemudian campuran didinginkan sampai mencapai suhu 18°C dan ditambahkan asetat anhidrida sebanyak 27 mL yang sudah didinginkan sampai suhu 15°C. Selanjutnya campuran tadi ditambahkan asam sulfat pekat 1 mL dan asam asetat glasial 60 mL, kemudian di aduk dengan waktu asetilasi selama 3 jam pada suhu 40°C. Setelah itu, ditambahkan asam asetat 67% (v/v) sebanyak 30 mL tetes demi tetes dan diaduk selama 2 jam pada suhu 40°C dan diaduk lagi dengan melakukan waktu hidrolisis 15 jam pada suhu kamar. Setelah melakukan asetilasi dan hidrolisis, selulosa diasetat diendapkan dengan menambahkan akuades tetes demi tetes dan diaduk sehingga diperoleh endapan yang berbentuk serbuk. Endapan dikeringkan dalam oven pada suhu 60-70°C. setelah kering endapan disimpan dalam desikator.

3.4.4 Pembuatan membran fotokatalitik dari selulosa diasetat serat daun nanas dan TiO₂

Langkah pertama dalam pembuatan membran fotokatalitik ini adalah dengan menyiapkan bahan dasar membran dengan komposisi selulosa diasetat hasil sintesis 16% (b/b), formamida 2% (v/v), aseton 83% (v/v) dan TiO₂ (1% suspensi TiO₂ dalam metanol) dengan variasi konsentrasi 0,25%, 0,5%, 0,75% dan 1% (b/v). Selulosa diasetat hasil sintesis dan aseton dimasukkan ke dalam labu Erlenmeyer bertutup dan diaduk dengan pengaduk magnetik hingga larut sempurna. Kemudian ditambahkan formamida dan suspensi TiO₂, kemudian diaduk kurang lebih selama 6 jam hingga larutan menjadi homogen, setelah itu didiamkan 1 malam untuk menghilangkan gelembung udara.

Larutan yang telah bebas dari gelembung udara dibuat membran dengan metode inverse fasa. Langkah awal ialah dengan menuangkan larutan dope diatas pelat kaca yang bagian tepinya telah diberi selotip, kemudian untuk membentuk dan meratakan permukaan membran, digunakan silinder *stainless steel*, yang digerakkan satu arah tanpa pengulangan sehingga terbentuk lapisan tipis membran. Kemudian dibiarkan hingga terjadi proses penguapan dengan variasi waktu 20, 25, 30 dan 35 detik, lalu pelat kaca dimasukkan ke dalam bak koagulasi dengan suhu koagulan 2°C. Membran yang telah berhasil dicetak disimpan dalam air dingin selama 1 hari kemudian dicuci dengan air mengalir untuk menghilangkan sisa-sisa pelarut.

3.5 Karakterisasi Membran

3.5.1 Pengukuran ketebalan membran

Ketebalan membran diukur dengan alat mikrometer sekrup pada pojok atas, bagian tengah dan pojok bawah membran, kemudian dihitung ketebalan rata-rata tiap komposisi TiO_2 pada membran dengan variasi waktu penguapan.

3.5.2 Penentuan kinerja membran

Kinerja suatu membran sangat ditentukan oleh parameter utama berupa nilai fluks dan rejeksi. Sebelum diukur fluks dan rejeksinya, membran fotokatalitik dari selulosa diasetat serat daun nanas dan TiO_2 direndam dengan 150 mL larutan *congo red* yang akan di saring sambil didegradasi menggunakan sinar UV selama 4 jam. Selanjutnya, nilai fluks dan koefisien rejeksi membran ditentukan dengan menggunakan alat sel filtrasi *dead end*.



Gambar 3.1 Alat sel filtrasi *dead end*.

Pada sel filtrasi *dead end*, membran dan kertas saring yang akan dihitung nilai fluks dan rejeksinya dipotong sesuai ukuran sel filtrasinya. Kemudian kertas saring dan membran tersebut dimasukkan kedalam sel filtrasi dan dimasukkan 150 mL aquades dan ditutup rapat dan diberi tekanan sebesar 2 atm. Membran dilakukan kompaksi selama 30-45 menit. Setelah proses kompaksi selesai, aquades diganti dengan sampel *congo red*. Pengukuran fluks sampel *congo red*

dilakukan dengan mengukur volume *congo red* yang tertampung dalam selang waktu tertentu sehingga didapat nilai fluks yang dihitung sesuai rumus penentuan fluks pada persamaan 1.

Untuk penentuan rejeksi membran, dilakukan dengan mengukur konsentrasi *congo red* sebelum dan sesudah melewati membran dengan alat turbidimeter. Hasil koefisien rejeksi dapat diketahui dengan menggunakan rumus penentuan rejeksi.

3.5.3 Penentuan sifat mekanik membran

Penentuan sifat mekanik membran dilakukan dengan uji tarik. Sampel membran dipotong dengan ukuran 2x6 cm lalu ujung-ujung sampel yang telah diukur panjang awalnya (l_0) dijepit dengan alat uji tarik yang dijalankan hingga sampel putus. Nilai besaran gaya (F) yang dibutuhkan untuk memutuskan membran dan perubahan panjang (Δl) sampai sampel tepat putus dicatat dalam alat uji tarik sehingga didapat nilai *stress*, *strain* dan modulus young.

3.5.4 Penentuan morfologi membran

Sampel membran yang akan diperiksa dikeringkan terlebih dahulu kemudian direndam dengan nitrogen cair selama beberapa detik hingga mengeras. Sampel yang direndam diangkat dan dipatahkan dengan pinset pada kedua ujungnya. Potongan sampel dilapisi emas murni (*coating*) yang berfungsi sebagai penghantar. Kemudian sampel difoto pada permukaan dan penampang melintang dengan persebaran tertentu.

3.5.5 Analisa Inframerah (IR)

Analisis IR untuk melihat perubahan gugus fungsi dari membran yang diberi penambahan TiO₂ dilakukan dengan mencampur 1 mg membran fotokatalitik selulosa diasetat serat daun nanas-TiO₂ dengan KBr sebanyak 100 mg. Campuran ini dihaluskan dalam mortar dan dimasukkan dalam cetakan pellet dan ditekan hingga membentuk lapisan yang transparan. Pelet kemudian dimasukkan ketempat sampel dan diuji pada spektra pada daerah 1400-4000 cm⁻¹.

3.6 Analisa XRD

Difraksi sinar-X merupakan bentuk metode yang menggunakan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang yang sesuai dengan jarak antar atom bidang kristal. Sinar-X yang dipakai dalam analisa kristal TiO₂ memancarkan pita-pita radiasi K₁ dan K₂, dimana K₂ dan K₁ akan diserap oleh logam dengan panjang gelombang tertentu dan digunakan untuk suatu analisa.

3.7 Degradasi Larutan Congo Red dengan Membran Fotokatalitik dari Selulosa Diasetat Serat Daun Nanas dan TiO₂

Larutan induk *congo red* 1000 ppm diambil 12,50 mL dimasukkan dalam labu ukur 500 mL dan diencerkan dengan akuades hingga volume 500 mL sehingga diperoleh larutan kontrol *congo red* 25 ppm. Membran fotokatalitik dari selulosa diasetat serat daun nanas dan TiO₂ direndam dengan 150 mL larutan *congo red* yang akan di saring sambil didegradasi menggunakan sinar UV selama 4 jam. Kemudian larutan *congo red* disaring dengan membran fotokatalitik dari selulosa diasetat serat daun nanas dan TiO₂. Hasil degradasi diambil sebanyak 5 mL untuk diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum.

3.8 Diagram Alir

