

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Tempat dan Waktu Penelitian**

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Fisik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya Malang antara bulan Maret - Juni 2017.

#### **3.2 Alat Dan Bahan Penelitian**

##### **3.2.1 Alat Penelitian**

Alat-alat yang diperlukan dalam penelitian ini yaitu neraca analitik , seperangkat alat gelas, bola hisap, piknometer, Gelas Kimia, *hydraulic press*

##### **3.2.2 Bahan Penelitian**

Bahan yang digunakan untuk penelitian ini yang pertama yaitu nata propionat, aseton, aquades.

#### **3.3 Tahapan Penelitian**

1. Pelarutan sampel Selulosa propionat dalam campuran aquades aseton
2. Karakterisasi film tipis nata propionat
3. Analisa Data

#### **3.4 Prosedur Kerja**

##### **3.4.1 Pelarutan dan Pembuatan Film Tipis Selulosa propionat dalam pelarut Aquades Aseton**

Uji kelarutan produk selulosa propionat dilakukan untuk mengetahui pelarut dari selulosa propionat tersebut. Selulosa propionat sebanyak 0,5 g dimasukkan dalam Erlenmeyer 25 mL kemudian ditambahkan campuran pelarut aquades:aseton pada berbagai ratio (4:1,3:1,2:1, 1:2,1:3:1:4), diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 48 jam dan diamati perubahan yang terjadi.. Jika terbentuk gel/ mengembang selanjutnya dilakukan pengepresan menggunakan *hydraulic press* pada suhu 100° C dengan waktu 5-10 menit sampai terbentuk film tipis. Film tipis yang terbentuk

kemudian dikarakterisasi meliputi Indeks Swelling, Berat jenis dan Diameter pori.

### 3.4.2 Karakterisasi

#### a. Penentuan Indeks *Swelling*

Dalam menentukan indeks swelling langkah pertama yaitu film tipis dibuat ukuran 1x1 cm kemudian ditimbang ( $B_A$ ) kemudian direndam dengan akuades selama 30 menit dalam cawan petri. Setelah 30 menit produk diangkat dikeringkan permukaannya dengan kertas saring untuk menghilangkan air yang terdapat pada permukaan, kemudian ditimbang massanya ( $B_k$ ). Setelah ditimbang pada 30 menit kemudian dimasukkan lagi pada cawan petri disk untuk 30 menit kedua dan seterusnya menit ke 210. Indeks *swelling* dapat dihitung dengan menggunakan persamaan:

$$\text{Indeks } swelling = \frac{B_k - B_A}{B_A} \times 100$$

Keterangan:

$B_A$  = massa awal sampel (g)

$B_k$  = massa akhir (g)

#### b. Penentuan Berat Jenis Dengan Piknometer

Piknometer (5mL) kosong ditimbang, piknometer diisi dengan aquades dan ditutup hingga tidak terdapat gelembung. Kemudian piknometer yang berisi aquades ditimbang. Data tersebut digunakan untuk kalibrasi volume piknometer dengan mengetahui berat jenis aquades pada 25°C. Selanjutnya ke dalam piknometer yang telah berisi aquades dimasukkan sampel nata propionate dan aquades sampai penuh dan ditimbang sebagai massa total. Hal yang perlu diperhatikan dalam uji berat jenis dengan menggunakan piknometer yaitu tidak boleh terdapat gelembung pada saat ditutup. Berat jenis suatu bahan dapat dihitung berdasarkan persamaan:

$$\rho \text{ aquades} = \frac{mB - mA}{V_p}$$
$$\rho \text{ sampel} = \frac{mC}{(V_p - (\frac{mD - mE}{\rho_{\text{aquades}}}))}$$

Keterangan:

$mA$  : massa piknometer kosong

$mB$  : massa aquades+piknometer

- mC : massa sampel
- mD : massa total (massa piknometer+sampel+aquades)
- mE : massa piknometer+sampel
- Vp : Volume piknometer

**c. Penentuan Berat Jenis Secara Dimensional**

Film tipis dibuat lingkaran dengan diameter sekitar 2 cm dan diukur ketebalan menggunakan mikromer pada 5 posisi. Kemudian bulatan film tipis tersebut ditimbang. Dengan menghitung volume film tipis hasil pengukuran tersebut maka dapat diperoleh berat jenis secara dimensional.

**d. Penentuan Ukuran Pori Secara *Bubble Point***

Pengujian secara *bubble point* dilakukan untuk mengetahui ukuran pori yang dihasilkan dari produk reaksi yang terbentuk. Langkah pertama yaitu film tipis berbentuk lingkaran (diameter  $\pm 2,5$  cm) diukur ketebalannya dengan menggunakan mikrometer sekrup. Selanjutnya film tipis dibasahi dengan aquades dan dimasukkan dalam *filter holder*. *Syringe* bawah berisi udara yang telah diketahui volumenya dihubungkan dengan *filter holder* bagian bawah. Sedangkan *syringe* atas berisi air dihubungkan dengan *filter holder* bagian atas. Kemudian tekanan udara dari *syringe* bawah diberikan sambil diamati gelembung udara pertama yang keluar melewati produk reaksi. Sehingga diperoleh volume udara yang digunakan. Ukuran pori dapat dihitung berdasarkan persamaan berikut:

$$\Delta P = \frac{V_0}{V_i} \times 10^{-5} \text{ Nm}^{-2}$$

$$r_p = \frac{2\gamma}{\Delta P} \cos \theta$$

Keterangan:

- $r_p$  = jari-jari pori
- $\gamma_{\text{air}}$  =  $72 \times 10^{-3}$  N/m
- $\cos \theta$  = 1
- $V_0$  = volume awal udara
- $V_i$  = volume akhir udara

### 3.4 Analisis Data

#### 3.4.1 Parameter kelarutan Polimer ( $d$ ) dan $\delta_{\text{mix}}$

No	Sampel	Volume Aquades (mL)	Volume Aseton (mL)	$d$	$\delta_{\text{mix}}$
1	Aquades : aseton (2:1)	10	5		
2	Aquades:aseton (3:1)	15	5		
3	Aquades : Aseton(4:1)	20	5		
4	Aquades : Aseton(1:2)	5	10		
5	Aquades : Aseton(1:3)	5	15		
6	Aquades : Aseton(1:4)	5	20		

**Perhitungan nilai  $d$  menggunakan persamaan 2.6**