

BAB III

Metode Penelitian

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Fisik dan Laboratorium Instrumentasi Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya Malang, antara bulan April hingga Juli 2017.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat dan Instrumen

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah ayakan 80-100 mesh, *hydraulic press* dilengkapi sistem pemanas, plat *stainless-steel*, piknometer 5 mL, dan spektrofotometer *Infra Red* 8400S (Shimadzu).

3.2.2 Sampel dan Bahan Kimia

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah selulosa oksalat hasil sintesis Arizka [5]. Sedangkan bahan yang digunakan adalah gliserol, aseton (teknis), etanol (teknis), toluena (pa), dan akuades.

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahapan, yakni:

1. Preparasi serbuk selulosa oksalat.
2. Preparasi campuran pelarut aseton, akuades, dan gliserol.
3. Proses swelling selulosa oksalat dalam campuran pelarut.
4. Pembuatan film tipis menggunakan teknik sintering.

5. Karakterisasi membran meliputi penentuan densitas, indeks *swelling*, dan spektrofotometri FTIR.
6. Analisa hasil dari data yang diperoleh.

3.4 Cara Kerja

3.4.1 Preparasi serbuk selulosa oksalat

Selulosa oksalat hasil sintesis diayak dengan ayakan berukuran 80-100 mesh. Serbuk yang lolos ayakan 80 mesh dan tertahan pada ayakan 100 mesh disimpan dalam desikator.

3.4.2 Preparasi campuran pelarut aseton, akuades, dan gliserol

Pelarut yang digunakan adalah campuran akuades dan aseton dengan perbandingan volume 1 : 1. Selanjutnya, ke dalam 10 mL campuran pelarut ditambahkan aditif gliserol. Gliserol yang ditambahkan ke dalam campuran pelarut adalah dengan perbandingan volume campuran pelarut : gliserol berturut-turut 10:0, 10:1, 10:3, 10:5, 10:7, dan 10:9. Masing-masing campuran ditempatkan dalam wadah berbeda.

3.4.3 Proses *swelling* selulosa oksalat dalam campuran pelarut dan aditif gliserol

Serbuk selulosa oksalat ditimbang 0,5 g kemudian dimasukkan ke dalam erlenmeyer yang telah berisi 10 mL campuran pelarut dan aditif pada perbandingan 10:0. Erlenmeyer ditutup menggunakan film plastik polietilen dan diaduk menggunakan pegaduk magnetik selama 48 jam hingga serbuk mengalami *swelling*. Percobaan yang sama juga dilakukan dengan menggunakan campuran pelarut-aditif untuk perbandingan lainnya, seperti yang tertera pada Tabel B.1 (Lampiran B.1).

3.4.4 Pembuatan film tipis menggunakan teknik sintering

Selulosa oksalat yang sudah *swelling* kemudian disaring menggunakan kain kasa. Padatan yang masih basah diletakan dalam cetakan alumunium berbentuk lingkaran dengan diameter 2 cm. Selanjutnya, cetakan diletakkan di antara dua plat *stainless-steel* yang telah dilapisi dengan kain kasa [7]. Plat ditekan panas menggunakan *hydraulic press* pada variasi temperatur 95°C, 100°C, 105°C dan 110°C selama 5 menit. Setelah dingin, membran dilepas dari cetakan dan dicuci menggunakan etanol teknis, lalu dikeringkan dan disimpan dalam desikator. Percobaan juga dilakukan pada temperatur 100°C dengan variasi waktu 5, 10, 15, 30 menit. Kondisi sintering yang digunakan dipilih berdasarkan hasil membran yang terbentuk.

3.4.5 Karakterisasi

3.4.5.1 Spektrofotometri FTIR

Karakterisasi dengan metode spektrofotometri FTIR dilakukan untuk mengetahui perbedaan gugus fungsi yang dimiliki sampel membran selulosa oksalat. Sampel membran selulosa oksalat dihaluskan, dicampur dengan padatan KBr dan dibuat pellet. Pellet dimasukkan ke dalam *demountable cell* dalam spektrofotometer FTIR. Analisis dilakukan pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} .

3.4.5.2 Indeks *Swelling*

Indeks *swelling* membran diuji secara gravimetri. Sampel membran selulosa oksalat masing-masing ditimbang dalam keadaan kering dan bersih. Masing-masing sampel direndam dalam akuades selama 2 jam. Sampel kemudian diangkat dan akuades yang melekat pada permukaan dikeringkan menggunakan kertas saring kasar dan ditimbang. Membran direndam kembali dalam akuades dan percobaan yang sama dilakukan untuk variasi waktu perendaman 4,

6, 8, 10, dan 12 jam. Indeks *swelling* dihitung menggunakan persamaan (2.1).

3.4.5.3 Densitas

Penentuan densitas membran selulosa oksalat dilakukan dengan menggunakan alat piknometer 5 mL. Piknometer dicuci dan dibilas dengan aseton, dikeringkan, dan ditimbang massanya. Kemudian piknometer diisi dengan toluen hingga penuh, dan dilakukan penimbangan massa kembali. Densitas toluen dihitung menggunakan persamaan (3.1).

Toluena dalam piknometer dikeluarkan sedikit sehingga volume dalam piknometer tersisa ± 3 mL. Selanjutnya, membran selulosa oksalat yang diketahui massanya dimasukkan dalam piknometer. Piknometer diisi hingga penuh dengan penambahan toluen, ditutup, dan ditimbang kembali. Densitas padatan membran selulosa oksalat dihitung menggunakan persamaan (2.1).

3.4.6 Analisa hasil dan analisa data

3.4.6.1 Analisa FTIR

Intensitas dan serapan khas pada spektrum FTIR menjadi indikator untuk mengetahui pengaruh gliserol pada pembuatan membran selulosa oksalat. Analisa data berdasarkan perbandingan besar intensitas pada produk yang dibuat dengan berbagai variasi penambahan, serta terdapatnya serapan khas untuk beberapa gugus fungsi, seperti C-O eter pada $1070-1150\text{ cm}^{-1}$, tidak adanya serapan C-O gliserol, C-O bending pada $1400-1450\text{ cm}^{-1}$, serta C=O pada sekitar 2700 cm^{-1} .

3.4.6.2 Penentuan indeks *swelling*

Harga indeks *swelling* membran selulosa oksalat dilakukan dengan perhitung menggunakan persamaan:

$$IS = \frac{W_s - W_d}{W_d} \times 100\% \quad (2.2)$$

Keterangan:

- IS = indeks *swelling* (%)
- W_s = berat saat mengembang (g)
- W_d = berat kering (g)

3.4.6.3 Penentuan densitas

Penentuan densitas toluen dilakukan dengan perhitungan menggunakan persamaan:

$$\rho_L = \frac{(m_1 - m_0)}{V_t} \quad (3.1)$$

Keterangan:

- ρ_L = densitas toluen (g/mL)
- m_0 = massa piknometer (g)
- m_1 = massa piknometer + toluen (g)
- V_t = volume piknometer (mL)

Sementara, penentuan densitas membran selulosa oksalat dilakukan dengan perhitungan menggunakan persamaan :

$$\rho_s = \rho_L \left\{ \frac{m_s}{[(M_1 - M_0) + m_s - (M_2 - M_0)]} \right\} \quad (2.1)$$

Keterangan:

- ρ_s = densitas material membran selulosa ester (g/mL)
- ρ_L = densitas toluen (g/mL)
- m_s = massa membran selulosa ester (g)
- M_0 = massa piknometer (g)
- M_1 = massa piknometer + toluen (g)
- M_2 = massa piknometer + toluen + membran selulosa ester (g)