

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan November 2017 – Maret 2018. Penelitian terkait fabrikasi dan pengujian selektivitas membran komposit hidrofobik dilaksanakan di Laboratorium Operasi Teknik Kimia, Jurusan Teknik Kimia FT-UB. Pengukuran sudut kontak membran komposit hidrofobik dilakukan di Laboratorium Instrumentasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya Jurusan Fisika. Pengujian FT-IR pada suspensi silika hidrofobik dilakukan di Laboratorium Sentral Universitas Negeri Malang. Pengujian SEM (*Scanning Electron Microscope*) membran komposit hidrofobik dilakukan di Laboratorium Material dan Metalurgi Jurusan Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

3.2. Rancangan Penelitian

Penelitian ini menggunakan metode eksperimen untuk memperoleh data penelitian dengan variabel – variabel yang sudah ditetapkan.

3.2.1. Variabel Bebas

- Rasio H₂O:natrium silikat : 15:1, 16:1, 17:1, 18:1, dan 19:1
- Konsentrasi NH₄OH : 0,1M; 0,2M; 0,3M; 0,4M; dan 0,5M
- Persen massa minyak dalam campuran : 55%, 60%, 65%, 70%, dan 75%

3.2.2. Variabel Terikat

Sudut kontak air, kestabilan sudut kontak membran komposit hidrofobik, dan selektivitas pemisahan eksperimental dengan mengacu pada variabel-variabel yang telah ditetapkan sebagai berikut.

3.2.3. Variabel Tetap

Produk : Membran komposit silika hidrofobik

Bahan baku :

- Kain katun "Toyobo" 2 cm x 2 cm
- Natrium silikat murni (SiO_2 : 25,5% - 28,5%, Na_2O : 7,5% - 8,5%)

3.3. Alat dan Bahan Penelitian

3.3.1. Alat Penelitian

3.3.1.1. Alat Utama

Pada penelitian ini terdapat berbagai alat utama yang digunakan, antara lain: *ultrasonic bath*, *oven (Red Line Binder)*, neraca analitik, klem dan statif, *magnetic stirrer* dan modul membran.

3.3.1.2. Alat Gelas

Pada penelitian ini terdapat berbagai alat gelas yang digunakan, antara lain: gelas ukur, labu erlenmeyer, gelas beaker, buret, pipet volume, spatula, cawan petri, dan pipet tetes.

3.3.1.3. Alat Pendukung

Pada penelitian ini terdapat berbagai alat pendukung yang digunakan, antara lain: *aluminium foil*, plastisin, dan selotip.

3.3.2. Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan selama penelitian meliputi :

1. Kain katun murni merk *Toyobo*
2. Minyak goreng merk *Sovia* sebagai pengganti CPO
3. Natrium silikat (SiO_2 : 25,5% - 28,5%, Na_2O : 7,5% - 8,5%) diproduksi oleh Merck Millipore
4. NaOH
5. Surfaktan ABS (*Alkyl Benzene Sulfonate*)
6. Asam asetat (glasial) *grade pro analis (PA)* dengan kemurnian 100% diproduksi oleh Merck
7. Amonium hidroksida *grade pro analis (PA)* dengan kemurnian *extra pure 32%* diproduksi oleh Merck

8. Larutan *tetraethoxysilane* (TEOS) dengan kemurnian 98,0% diproduksi oleh Aldrich
9. Etanol dengan kemurnian 96,0%
10. n-heksana *grade pro analis* (PA) dengan kemurnian 99,0% diproduksi oleh Merck
11. *Deionized Water*

3.3.3. Instrumen

Instrumen yang digunakan dalam penelitian ini adalah Goniometer, FT-IR (*Fourier Transform Infra Red*) dan SEM (*Scanning Electron Microscope*).

3.4. Tujuan Tahapan Penelitian

3.4.1. Pretreatment : Persiapan Kain sebagai Media

Tahapan ini bertujuan dalam preparasi kain katun murni agar dapat didepositkan partikel silika hidrofobik. Prosesnya menggunakan larutan alkali yang dapat menghilangkan pengotor, mencegah aktivitas mikroba, dan meningkatkan efisiensi pendepositan partikel (Yasdanshenas dan Khalilbabad, 2012).

3.4.2. Tahapan Utama Penelitian

3.4.2.1. Preparasi Sol Silika Hidrofilik

Tahapan ini bertujuan dalam pembuatan sol silika yang masih bersifat hidrofilik. Sol silika tersebut nantinya akan dimodifikasi pada tahapan selanjutnya sehingga bersifat hidrofobik

3.4.2.2. Preparasi Silika Hidrofobik

Tahapain ini bertujuan menghasilkan gel silika hidrofobik dimana sol silika dimodifikasi dengan agen pemodifikasi sehingga bersifat hidrofobik

3.4.2.3. Pelapisan Kain Katun dengan Silika Hidrofobik

Tahapan ini merupakan proses pendepositan silika hidrofobik pada kain katun yang telah mendapatkan perlakuan awal (*pretreatment*), sehingga didapatkan membran komposit silika hidrofobik. Membran ini diaplikasikan dalam proses pemisahan campuran minyak-air

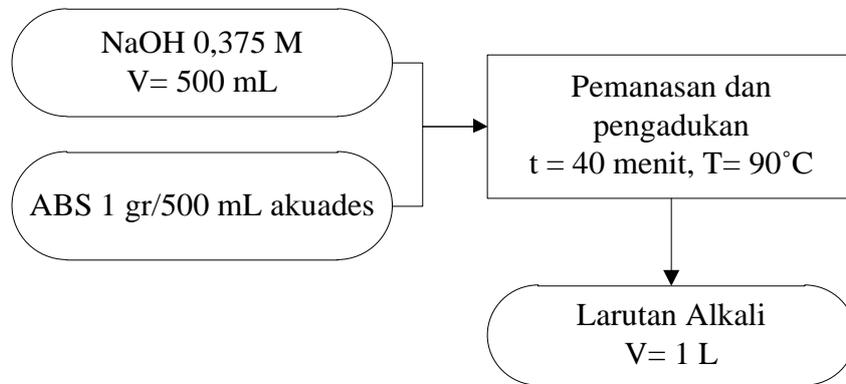
3.5. Prosedur Penelitian dan Analisa Data

3.5.1. Persiapan Kain sebagai Media

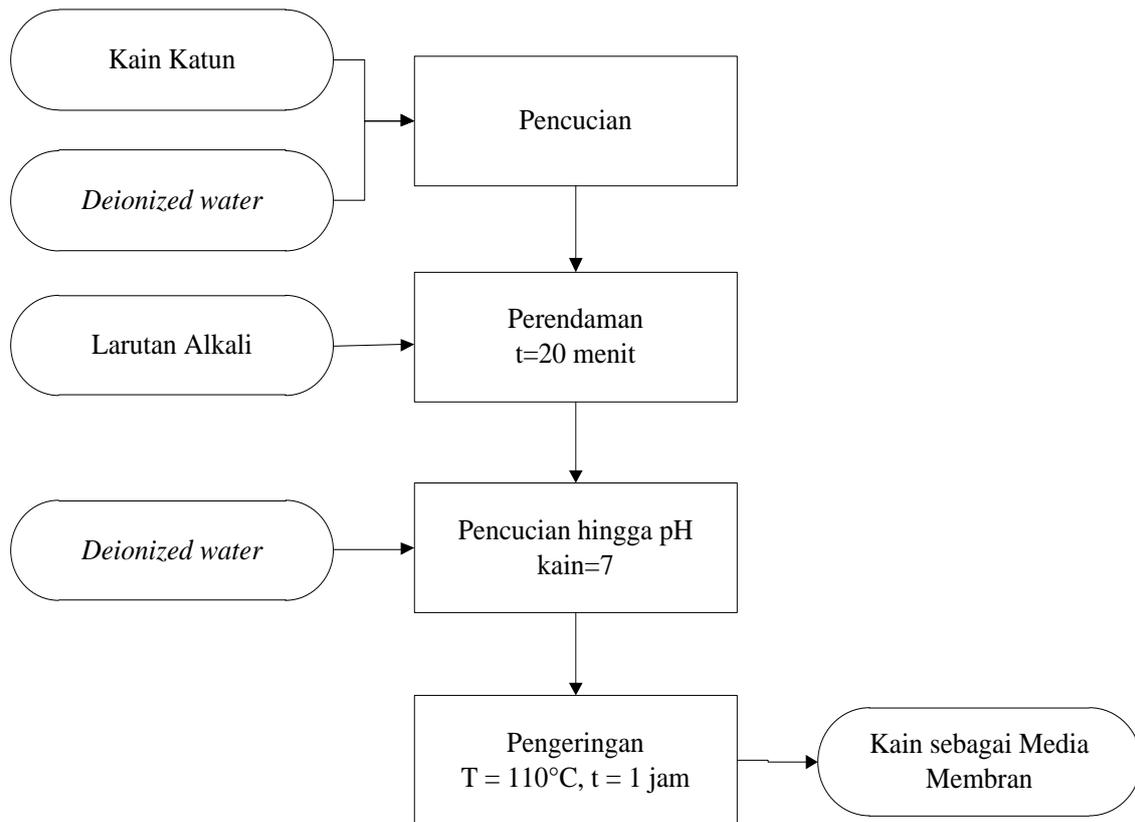
Pada tahapan ini, kain akan mendapat perlakuan menggunakan larutan alkali dimana larutan ini merupakan campuran antara NaOH dengan ABS (*Alkyl Benzene Sulfonate*). Larutan NaOH 0,375 M dibuat dengan melarutkan 7,5 gram NaOH dalam 500 ml akuades. Larutan ABS dibuat dengan melarutkan ABS 1 gram ke dalam 500 ml akuades. Kedua larutan tersebut kemudian dicampur dengan pemanasan pada suhu 90°C selama 40 menit dan didapatkan larutan alkali (Xue dkk., 2013).

Kemudian, dilakukan perendaman kain dalam larutan alkali selama 20 menit (Montazer dan Sadighi, 2005). Kain sebelumnya dicuci terlebih dahulu dengan air bebas ion untuk menghilangkan pengotor yang menempel pada kain. Setelah direndam, kain dibilas dengan air hingga pH 7 dan dikeringkan pada suhu 110°C (Xue dkk., 2013).

Diagram alir proses tersebut tertera pada gambar 3.1 dan 3.2 berikut.



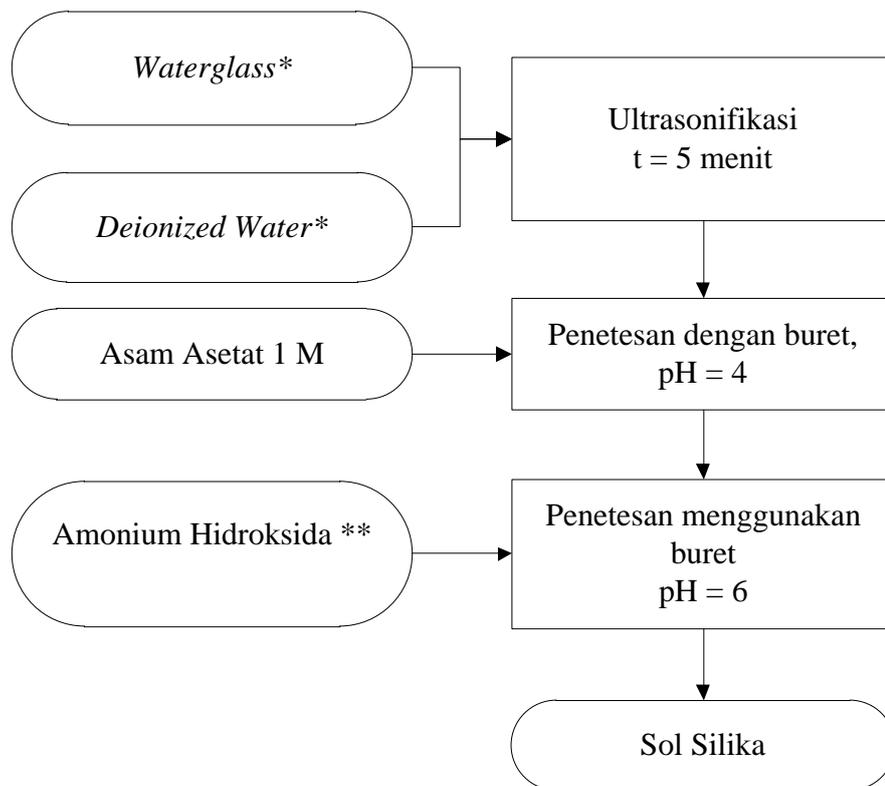
Gambar 3.1 Diagram alir pembuatan larutan alkali



Gambar 3.2 Diagram alir persiapan kain katun sebagai media

3.5.2. Preparasi Sol Silika Hidrofilik

Pada tahap ini, dibutuhkannya sumber silika yang berasal dari natrium silikat dengan *grade* Pro Analisis (PA). Natrium silikat dicampurkan dengan *deionized water* sebagai sumber H₂O dengan rasio tertentu yang menjadi variabel pada penelitian ini. Kedua bahan dihomogenkan dengan menggunakan *ultrasonic bath* selama 5 menit dan didapatkan larutan dengan pH awal 13. Larutan asam asetat dengan konsentrasi 1 M dibuat dengan mencampurkan asam asetat (glasial) yang memiliki kemurnian 100% dengan *deionized water* dimana perbandingan volumenya adalah 1:17 (Widiamara dan Gunawan, 2017). Larutan tersebut diteteskan menggunakan buret pada larutan natrium silikat secara perlahan hingga pH menunjukkan nilai 4. Kemudian dilanjutkan dengan penetesan larutan amonium hidroksida menggunakan buret hingga mencapai pH 6 dimana larutan tersebut didapatkan melalui pencampuran ammonium hidroksida *grade* pro analisis (kemurnian 32%) dengan *deionized water* menggunakan variasi konsentrasi yang dibutuhkan. Pengukuran pH dilakukan dengan menggunakan indikator pH universal. Diagram alir proses tersebut tertera pada gambar 3.3 berikut.



*dengan variasi perbandingan *Deionized Water:Natrium silikat* 15:1, 16:1, 17:1, 18:1, dan 19:1

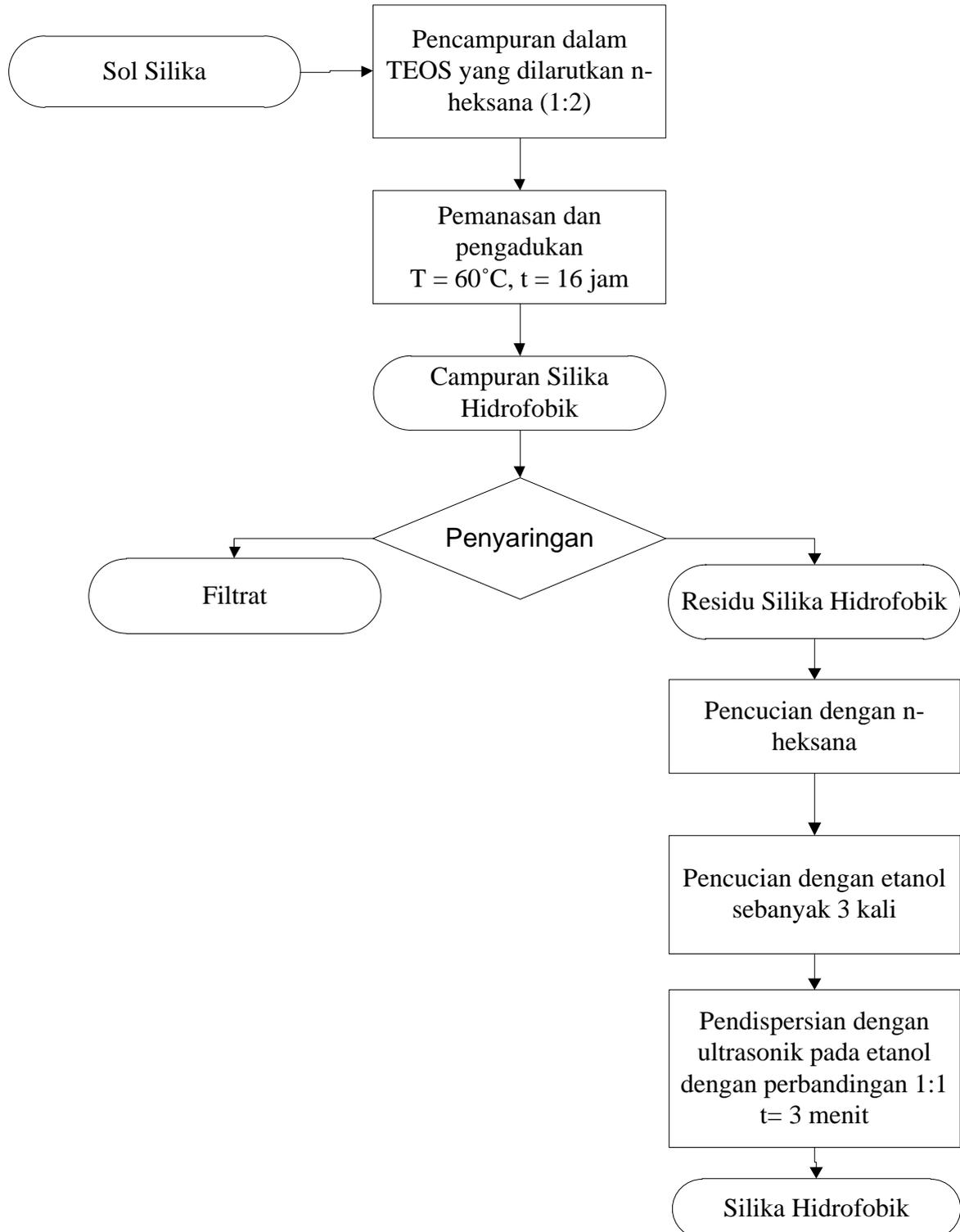
** dengan variasi konsentrasi 0,1M ; 0,2M; 0,3M; 0,4M; dan 0,5M

Gambar 3.3 Diagram alir preparasi sol silika

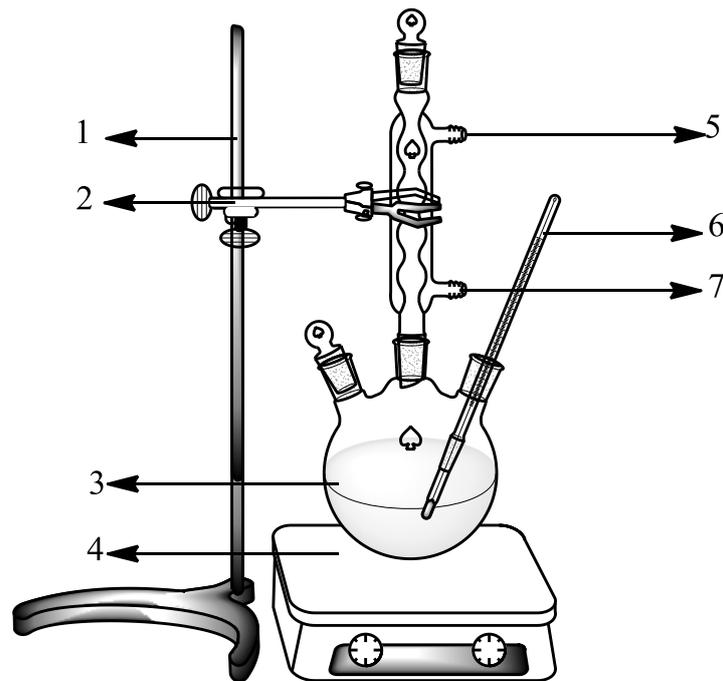
3.5.3. Preparasi Silika Hidrofobik

Silika hidrofobik dibuat melalui proses sililasi menggunakan larutan TEOS sebagai agen pemodifikasi partikel sol silika yang masih bersifat hidrofilik. Larutan TEOS dicampur terlebih dahulu dengan n-heksana menggunakan perbandingan volume 1:2 (Widiamara dan Gunawan, 2017). Kemudian sol silika hidrofilik yang telah dipreparasi sebelumnya diumpankan ke dalam campuran tersebut dan dilakukan pemanasan dan pengadukan pada suhu 60°C selama 16 jam dengan kecepatan pengadukan 600rpm. Pada akhir proses sililasi akan didapatkan campuran yang terdiri atas silika hidrofobik, n-heksana, dan air (Xue dkk., 2013). Campuran tersebut disaring dengan menggunakan vakum dan residu penyaringan berupa silika hidrofobik dicuci dengan n-heksana dan etanol. Pencucian dengan n-heksana dilakukan sebanyak 1 kali sementara pencucian dengan etanol sebanyak 3 kali. Silika hidrofobik kemudian diultrasonifikasi dalam etanol dengan perbandingan berat 1:1 selama 3 menit (Xue dkk., 2013). Diagram alir

proses tersebut tertera pada gambar 3.4 dan rangkaian selama modifikasi sol silika hidrofilik menjadi silika hidrofobik diilustrasikan pada gambar 3.5.



Gambar 3.4 Diagram alir preparasi SiO₂ hidrofobik



Keterangan:

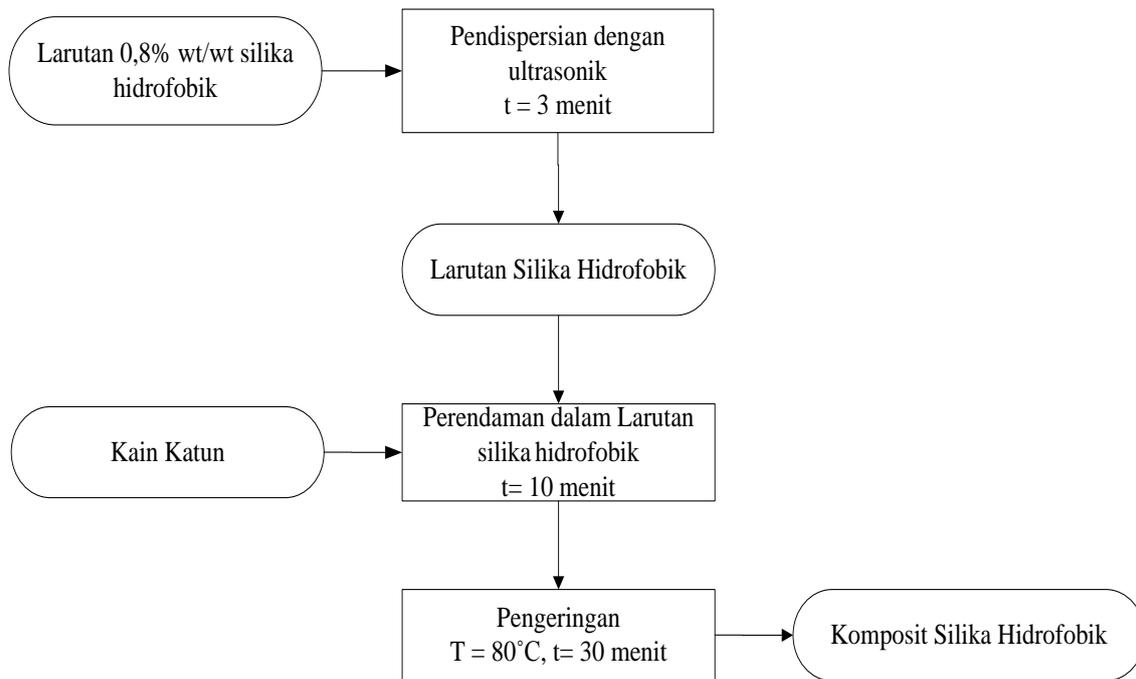
1. Statif
2. Klem
3. Labu Tiga Leher Alas Datar
4. *Hotplate and magnetic stirrer*
5. Aliran Air Pendingin ke Pompa
6. Termometer
7. Aliran Air Pendingin ke Kondensor

Gambar 3.5 Rangkaian alat proses modifikasi sol SiO₂ hidrofobik

3.5.4. Pelapisan Kain Katun dengan Silika Hidrofobik

Pelapisan kain katun dilakukan dengan membuat larutan silika hidrofobik 0,8% (wt/wt) dengan pelarut etanol. Pendispersian silika hidrofobik dalam etanol dilakukan selama 3 menit menggunakan *ultrasonic bath*. Kain katun yang telah mendapatkan perlakuan sebelumnya, direndam dalam larutan silika hidrofobik selama 10 menit. Kemudian, dilakukan pengeringan dalam oven dengan suhu 80°C selama 30 menit untuk mendapatkan kain komposit silika hidrofobik yang digunakan dalam proses

pemisahan campuran minyak-air (Song dkk., 2016). Diagram alir proses ini tertera pada gambar 3.6.



Gambar 3.6 Diagram alir preparasi kain komposit SiO₂ hidrofofik

3.4.5 Pengukuran Sudut Kontak Komposit Silika Hidrofofik

Pengukuran sudut kontak dilakukan untuk mendapatkan nilai sudut kontak dari tiap sampel yang didapatkan. Pengukuran sudut kontak dilakukan dengan meneteskan 5 μ l ke atas permukaan membran komposit silika hidrofofik menggunakan mikropipet. Kemudian, dilakukan pengujian sudut kotak menggunakan instrumen goniometer.

3.4.6 Uji Gugus Fungsi Silika pada Sol SiO₂ Hidrofofik

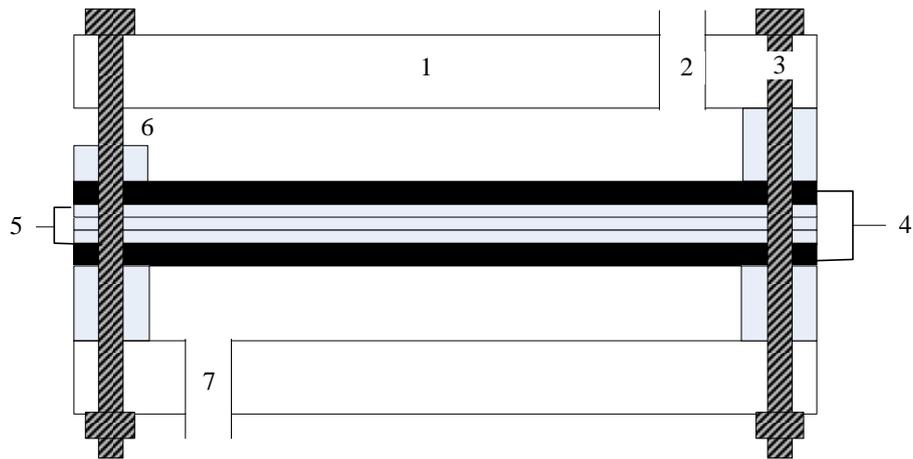
Uji ini dilakukan menggunakan FT-IR untuk mengetahui keberadaan ikatan Si–OH, Si–O–Si, dan C–H dalam silika hidrofofik. Preparasi sampel didapatkan melalui pengeringan silika hidrofofik yang didapatkan melalui proses sililasi. Pengeringan dilakukan menggunakan oven dengan suhu 80°C dan akan menghasilkan serbuk silika hidrofofik yang kemudian diuji menggunakan FT-IR.

3.4.7 Uji Morfologi Permukaan Membran Komposit Hidrofobik

Uji ini dilakukan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*) guna mengetahui morfologi permukaan membran komposit hidrofobik. Sampel kain yang akan diuji yaitu kain katun murni, kain katun yang telah didepositkan dengan silika hidrofobik, dan kain katun setelah proses pemisahan minyak-air.

3.4.8 Uji Selektivitas Membran Komposit Hidrofobik pada Proses Pemisahan Campuran Minyak-Air

Pengujian selektivitas membran komposit hidrofobik diawali dengan membuat campuran minyak-air dengan variasi persen minyak dalam campuran sebesar 55%, 60%, 65%, 70%, dan 75%. Homogenisasi minyak dan air dilakukan dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 10 menit (Wang dan Geng, 2016). Rangkaian alat proses pemisahan campuran minyak-air menggunakan modul dan permeat akan ditampung dalam beaker glass 100 mL. Membran yang digunakan dalam separasi diletakkan di dalam modul sebanyak 3 lapisan dan dilengkapi dengan gasket dan baut untuk mencegah keluarnya sampel uji. Proses separasi dimulai dengan menuangkan campuran ke dalam modul. Rangkaian modul separasi diilustrasikan pada gambar 3.8

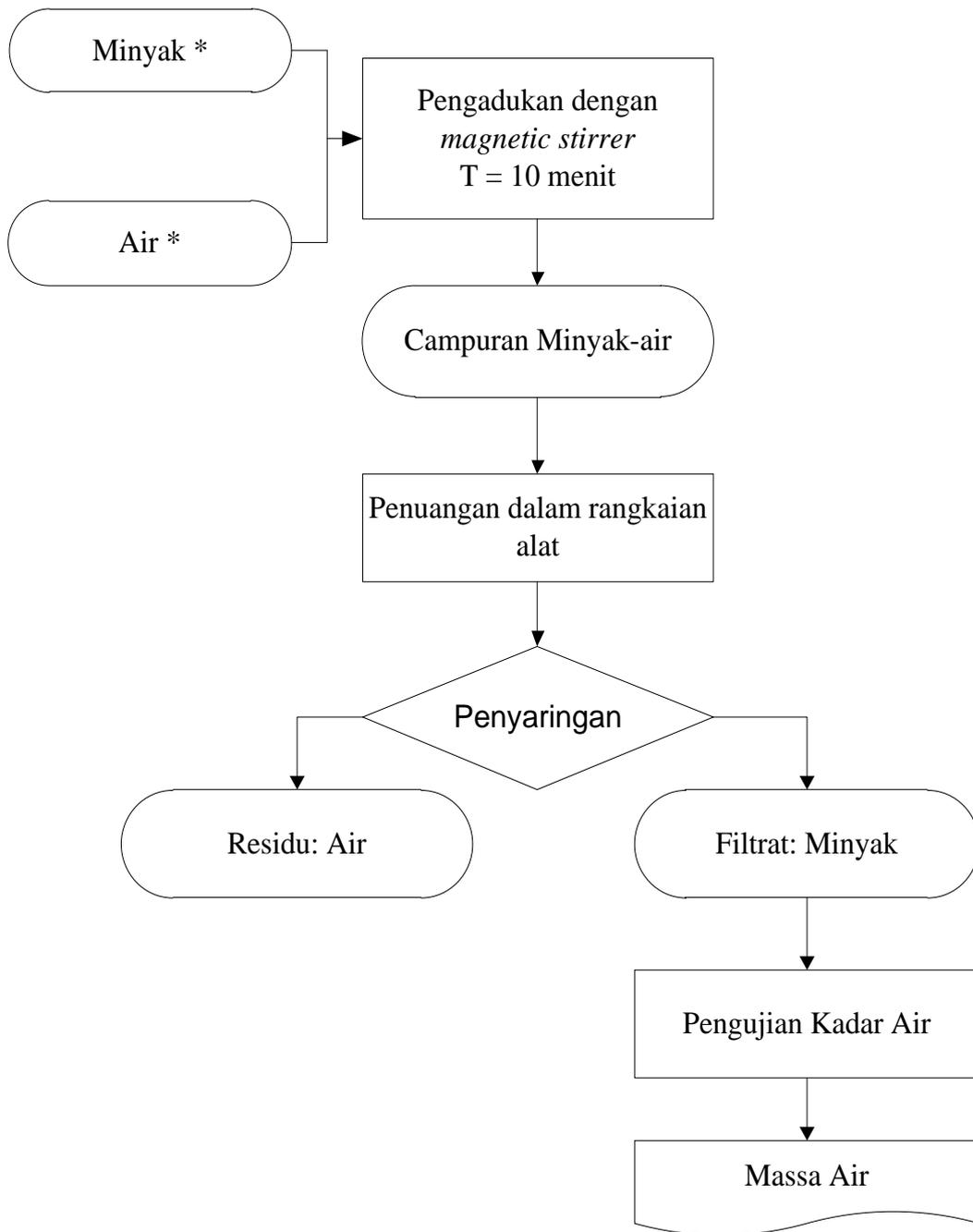


Keterangan:

1. Modul Membran
2. Inlet
3. Baut
4. Gasket
5. Membran Komposit Silika Hidrofobik
6. Aliran Air
7. Outlet

Gambar 3.7 Rangkaian alat proses pemisahan campuran CPO-Air

Minyak yang melewati membran kemudian akan diuji kandungan airnya untuk mengetahui selektivitas membran komposit silika hidrofobik. Diagram alir proses pemisahan campuran minyak-air terdapat pada gambar 3.9.



* dengan persen massa minyak terhadap air adalah 55%, 60%, 65%, 70%, dan 75%

Gambar 3.8 Diagram alir pemisahan campuran CPO-Air

Parameter yang digunakan untuk menggambarkan selektivitas membran silika hidrofobik adalah koefisien rejeksi (R). Koefisien rejeksi adalah fraksi konsentrasi zat terlarut pada permeat terhadap konsentrasi zat terlarut pada umpan, dan dirumuskan sebagai berikut:

$$R = 1 - \frac{C_p}{C_f} \times 100\%$$

Dimana:

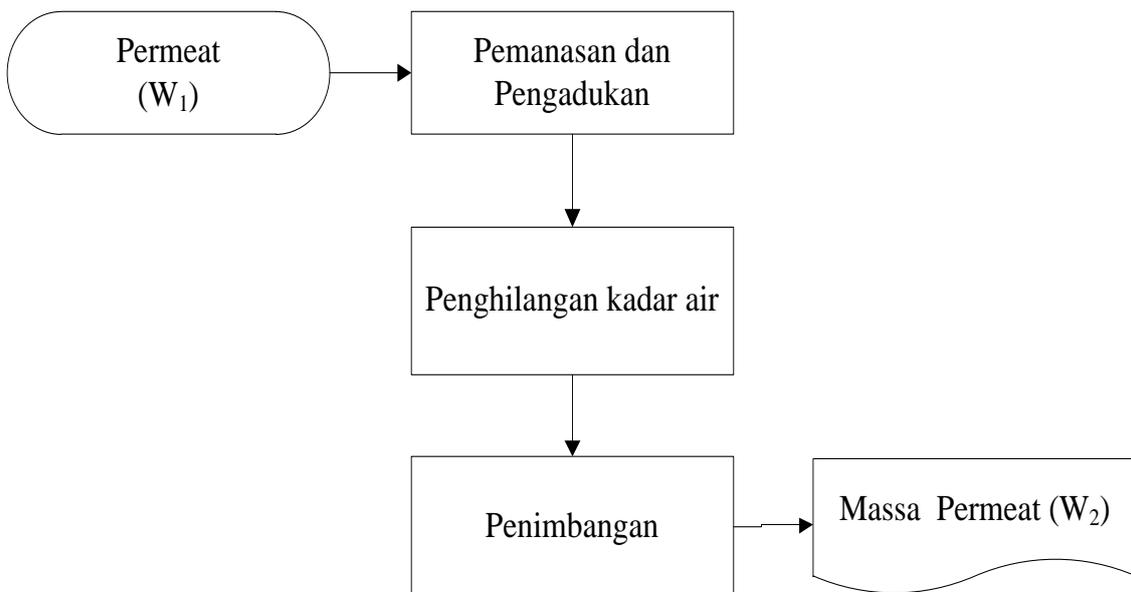
R = koefisien rejeksi

C_p = konsentrasi zat terlarut air dalam permeat

C_f = konsentrasi zat terlarut dalam umpan

Nilai R akan berada diantara 0 sampai 1. Jika harga R = 1 maka air dapat ditahan oleh membran secara sempurna (Notodarmojo dkk., 2004).

Menghitung massa air dalam filtrat minyak dilakukan berdasarkan SNI 01-2901-2006. Adapun diagram alir pengujian kadar air ditunjukkan oleh Gambar 3.10. Sebelum melakukan proses pemanasan, wadah yang akan digunakan selama proses pemanasan ditimbang terlebih dahulu (W). Wadah yang berisi sampel permeat berupa c minyak ditimbang (W₁) kemudian dipanaskan dan diaduk pada *hotplate* hingga mengeluarkan asap namun tidak melebihi 130°C. Pada awal pemanasan wadah digoyang-goyang perlahan sampai tidak ada percikan air. Apabila pemanasan sudah mencapai titik akhir, maka sampel dimasukkan desikator selama 15 menit lalu ditimbang beratnya (W₂).



Gambar 3.9 Diagram alir pengujian kadar air dalam filtrat CPO

Pemanasan dan pendinginan dalam desikator dilakukan beberapa kali hingga selisih berat antara dua kali penimbangan berturut-turut tidak melebihi 0,02% dari berat contoh uji. Kadar air dihitung berdasarkan rumus dibawah ini dan dinyatakan dalam 3 desimal.

$$\% \text{ Kadar air} = \frac{W_2 - W_1}{W_2 - W_1} \quad (3-2)$$

Dimana:

W = berat wadah (g)

W₁ = berat wadah dengan sampel (g)

W₂ = berat wadah dan sampel setelah dihilangkan kadar airnya (g)

