

BAB IV. METODE PENELITIAN

4.1. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Pendidikan Kimia Jurusan PMIPA-FKIP Universitas Riau, selama 6 bulan yaitu Mei – Oktober 2007

4.2. Bahan dan alat yang digunakan

Bahan yang digunakan sebagai berikut khitin dari limbah udang, NaOH, Polisulfon (PSf), Polietilenglikol (PEG), N,N-dimetilasetamida (DMAc) –Merck, Asam Asetat–Merck., Metanol, etanol, isopropanol, –Merck, Etil asetat, Heksana- Merck dan HCl - Merck

Sedangkan alat yang digunakan adalah peralatan gelas yang umum, dipergunakan di laboratorium kimia, pengaduk magnetik + magnetik bar, Stopwatch, Sel berpengaduk, Oven, Peralatan pencetak membran, yaitu: meja horizontal, pelat kaca, selotip, batang silinder stainless steel dan bak koagulasi

4.2. *Prosedur Penelitian*

4.2.1. *Pemisahan khitin dari limbah udang*

Limbah cangkang udang dibersihkan dengan cara dicuci, kemudian dikeringkan dalam oven selama 5 jam pada suhu 70- 75⁰C. Cangkang udang yang telah kering diblender hingga menjadi serbuk dan dimasukkan kedalam gelas piala dan ditambahkan NaOH 1N, kemudian dipanaskan pada suhu 80⁰C selama 3 jam sambil diaduk. Campuran disaring dan dicuci serta dimasukkan kembali kedalam gelas piala, lalu ditambahkan HCl 1N dan dibiarkan selama 12 jam pada suhu kamar. Perlakuan NaOH dan HCl diulang sebanyak dua kali, setelah itu khitin yang diperoleh direfluks dengan aseton hingga terbentuk butiran-butiran putih. Perubahan khitin menjadi khitosan (proses deasetilasi)

Khitin sebanyak 20 gr ditambahkan 200 ml NaOH 47% dan dipanaskan pada suhu 110°C selama empat jam, kemudian dilakukan penyaringan, pencucian dan pengeringan.

4.2.2. Pembuatan membran komposit khitosan/polisulfon

Polisulfon (PSf) dilarutkan dalam DMAc dan ditambahkan PEG, dengan perbandingan berat 18 : 64 : 18 dan diaduk dengan pengaduk magnet selama 10 – 20 jam dalam erlenmeyer tertutup, lalu didiamkan antara 3 – 4 jam untuk menghilangkan gelembung udara. Disiapkan alat pencetak membran, yaitu kaca yang telah dilapisi selotip disisi kiri dan kanan, dihamparkan pada meja horizontal, sementara itu bak koagulasi diisi dengan air. Kemudian larutan dituangkan diatas kaca dan diratakan dengan batang silinder stainless steel hingga terbentuk lapisan tipis, kemudian kaca direndam kedalam bak koagulasi. Membran yang sudah terkoagulasi kemudian dicuci berulang-ulang dengan air mengalir untuk menghilangkan sisa pelarutnya.

Kemudian khitosan dilarutkan dalam asam asetat dengan variasi perbandingan 1: 10(w/v), kemudian disaring dan siap dilapisi pada permukaan atas membran polisulfon dengan cara pencelupan selama 30 menit, kemudian dibiarkan dan dikeringkan pada temperatur ruang dan selanjutnya membran dikeringkan pada temperatur 70°C selama 2 jam di dalam oven. Kemudian membran ditambahkan NaOH 2,6% dalam metanol, lalu dicuci dengan air serta dikeringkan. Membran komposit khitosan-polisulfon siap untuk diuji ketahanan terhadap pelarut, pH dan ditentukan waktu operasi serta dikarakterisasi.

4.2.3. Uji Ketahanan Membran Komposit Terhadap Pelarut

Membran komposit ditimbang beratnya dan langsung dikontakkan secara statis dengan masing-masing pelarut (etanol, metanol, isopropanol, etil asetat dan hexana) selama 24 jam pada temperatur 25°C. Lalu membran dikeringkan di dalam oven selama 24 jam pada temperatur 40°C. Selanjutnya persentase *swelling* dihitung.

4.2.4. Uji Ketahanan Membran Komposit Terhadap pH

Membran komposit ditimbang beratnya dan langsung dikontakkan secara statis dengan larutan dengan pH (2,5; 4; 5,5; 7; 8,5; 10 dan 11,5) diatur dengan

menggunakan 2N HCl atau NaOH. Dan dibiarkan selama 24 jam pada temperatur 25°C. Lalu membran dikeringkan di dalam oven selama 24 jam pada temperatur 40°C. Selanjutnya persentase *swelling* dihitung.

4.2.5. Penentuan Waktu Operasi dan Morfologi Membran

a. Waktu Operasi

Membran yang mempunyai persentase *swelling* yang paling rendah dan tinggi baik terhadap pelarut maupun terhadap pH, dipotong berbentuk lingkaran sesuai dengan ukuran sel pengaduk. Letakkan di dalam sel dan isi sel dengan 150 ml air murni dan pelarutnya. Beri tekanan 1 atm ke dalam sel dan biarkan mengalir dan tentukan waktu operasi membran tersebut.

b. Penentuan morfologi membran

Membran yang mempunyai persentase *swelling* yang paling rendah dan tinggi baik terhadap pelarut maupun terhadap pH, pori-porinya diamati dengan SEM dilanjutkan dengan pengambilan foto hasil pengamatan. Foto membran yang diambil adalah permukaan atas, bawah dan penampang lintang. Kemudian dianalisa bentuk dan ukuran pori-porinya.