

BAB IV

RENCANA PENELITIAN

4.1 Sintesis Membran

4.1.1 Sintesis Membran Co - PVDF

Ditimbang Co-PVDF sebanyak 24% (b/v), kemudian dilarutkan dalam 10 mL N,N-DMAc diaduk dengan *magnetic stirrer* selama ± 24 jam. Larutan dituangkan ke dalam cetakan berupa kaca kemudian dicetak dan dikeringkan di udara steril untuk inversi fasa kering dan di dalam air untuk inversi fasa basah.

4.1.2 Sintesis Membrane Komposit Co-PVDF/rGO/TiO₂

Ditimbang Co-PVDF sebanyak 24% (b/v), rGO 0,1% (b/v), dan TiO₂ dengan variasi konsentrasi 0,05% (b/v), 0,1% (b/v), 0,2% (b/v) kemudian dilarutkan dalam 10 mL N,N-DMAc diaduk dengan *magnetic stirrer* selama ± 24 jam. Larutan dituangkan ke dalam cetakan berupa kaca kemudian dicetak dan dikeringkan di udara steril untuk inversi fasa kering dan di dalam air untuk inversi fasa basah

4.2 Sintesis Nanofiber

4.2.1 Sintesis Nanofiber Co-PVDF

Ditimbang PVDF kopolimer sebanyak 24% (b/v), kemudian dilarutkan dalam 10 mL N,N-DMAc diaduk dengan *magnetic stirrer* selama ± 24 jam. Larutan dimasukkan ke dalam *syringe*, selanjutnya di

electrospinning dengan kondisi laju alir 8 $\mu\text{l}/\text{min}$, jarak *nozzle* ke kolektor 17,5 cm, dan voltase 19 kV. Larutan *nanofiber* dipancarkan melalui *nozzle*, dipintal menjadi *nanofiber* dan dikumpulkan di atas kolektor *drum* yang telah dilapisi aluminium foil.

4.2.2 Sintesis Nanofiber Komposit Co-PVDF/rGO/TiO₂

Ditimbang PVDF kopolimer sebanyak 24% (b/v) dicampurkan rGO dengan variasi konsentrasi 0,05% (b/v); 0,1% (b/v); 0,5% (b/v) dan TiO₂ dengan variasi konsentrasi 0,05% (b/v); 0,1% (b/v); 0,2% (b/v) kemudian dilarutkan dalam 10 mL N,N-DMAc diaduk dengan *magnetic stirrer* selama ± 24 jam. Larutan dimasukkan ke dalam *syringe*, selanjutnya di *electrospinning* dengan kondisi laju alir 8 $\mu\text{l}/\text{min}$, jarak *nozzle* ke kolektor 17,5 cm, dan voltase 19 kV. Larutan *nanofiber* dipancarkan melalui *nozzle*, dipintal menjadi *nanofiber* dan dikumpulkan di atas kolektor *drum* yang telah dilapisi aluminium foil.

4.3 Karakterisasi dan Pengujian Membran Nanofiber

4.3.1 Karakterisasi dengan mikroskop cahaya

Larutan *nanofiber dielectrospinning* selama ± 10 detik dan ditampung dengan kaca preparat, *nanofiber* hasil *electrospinning* diamati dengan mikroskop cahaya pada perbesaran 200 kali.

4.3.2 Karakterisasi dengan SEM-EDS

Membrane atau *nanofiber* hasil sintesis dipotong dengan ukuran $\pm 1\text{cm} \times 1\text{cm}$. Sampel *nanofiber* ditempatkan di atas tempat sampel yang

terbuat dari kuningan. Sampel dilapisi dengan *Aurum* (Au) dengan alat *ion coater* selama ± 5 menit. Sampel dianalisis dengan SEM-EDS.

4.3.3 Karakterisasi dengan FTIR

Membran atau *nanofiber* hasil sintesis dipotong berukuran $\pm 1\text{ cm} \times 1\text{ cm}$. Potongan sampel *nanofiber* dipasangkan pada alat ATR FTIR. *Spectrum* ATR FTIR direkam pada bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} .

4.3.4 Karakterisasi dengan sudut kontak

Membran atau *nanofiber* hasil sintesis dipotong dengan ukuran $\pm 2\text{ cm} \times 1\text{ cm}$. Sampel *nanofiber* ditempatkan di atas kaca preparat, sebuah tetes ditempatkan di atas permukaan *nanofiber*, sudut kontak dihitung berdasarkan persamaan $\theta/2$ dengan tinggi (h) tetesan air dan dengan jari-jari (r) tetesan.

4.3.5 Karakterisasi dengan TGA

Membran atau *nanofiber* komposit hasil sintesis ditimbang masing-masing sebanyak 6-8 mg. Sampel diletakkan pada tempat sampel dalam alat TGA. Diatur suhunya mulai dari 25°C hingga 900°C dengan laju kenaikan suhu 10°C/min dan sistem atmosfer nitrogen menggunakan laju alir 20 mL/min.

4.3.6 Karakterisasi dengan DSC

Membran dan *nanofiber* hasil sintesis ditimbang masing-masing sebanyak 5-8 mg. Sampel diletakkan pada tempat sampel dalam alat DSC.

Diatur suhunya dimulai dari 25°C hingga 900°C dengan laju kenaikan suhu 10°C/min dan sistem atmosfer nitrogen.

4.4 Rekrystalisasi Garam

Garam krosok yang telah ditimbang ± 15 gram kemudian dilarutkan dengan akuades pada setelah itu larutan garam disaring menggunakan membran *nanofiber* dengan alat kompressor, selanjutnya larutan garam yang sudah bersih direkrystalisasi.

4.5 Karakterisasi Garam

4.5.1 XRD

Garam yang dianalisa harus berbentuk serbuk halus dan sampel diusahakan bebas dari kandungan air, garam dimasukkan ke dalam tempat sampel pada alat XRD atau holder, kemudian sampel yang berada di dalam holder dimasukkan ke dalam alat, setelah semuanya siap maka sampel dianalisis dengan XRD.

4.5.3 Karakterisasi dengan SEM-EDS

Membran atau *nanofiber* hasil sintesis dipotong dengan ukuran $\pm 1\text{ cm} \times 1\text{ cm}$. Sampel *nanofiber* ditempatkan diatas tempat sampel yang terbuat dari kuningan. Sampel dilapisi dengan *Aurum* (Au) dengan alat *ion coater* selama ± 5 menit. Sampel dianalisis dengan SEM-EDS.

4.5.4 Kadar Air

Garam yang sudah berbentuk serbuk sebanyak kemudian diambil $\pm 0,5$ gram dimasukkan ke dalam alat *moisture balance*, setelah itu sampel dianalisis kandungan airnya dengan *moisture balance*.

4.5.5 Turdibity

Larutan garam hasil proses penyaringan dengan kompresor, sisa dari proses dan larutan garam awal dianalisis kekeruhannya dengan menggunakan alat *turdibity*.

