

## BAB III

### EKSPERIMEN

#### 3.1 Bahan dan alat

##### 3.1.1 Bahan yang digunakan

- Standar Polystyrene yang terdiri dari
  - Polystyrene dengan peak molecular weight 8500
  - Polystyrene dengan peak molecular weight 50000
  - Polystyrene dengan peak molecular weight 100000
  - Polystyrene dengan peak molecular weight 240000
  - Polystyrene dengan peak molecular weight 390000
- Pelarut toluene

##### 3.1.2 Alat yang digunakan

- GPC lengkap dengan Data Module
- Neraca
- Peralatan gelas ukur, pipet ukur dan tabung sampel
- Penyaring millipore 0.45 um

#### 3.2 Persiapan standar dan sampel uji

##### 3.2.1 Persiapan fase gerak

Fase gerak digunakan toluene yang telah disaring dengan filter 0.45 millipore agar kotoran tidak tercampur dalam larutan.

### 3.2.2 Persiapan sampel standar

Dipersiapkan polimer Polystyrene standar dengan Mp masing masing 8500, 50000, 100000, 240000, dan 390000.

- a) Untuk analisis pengaruh konsentrasi masing-masing sampel ditimbang 5 mg, 4 mg, 3 mg dan 2 mg dalam 4ml toluene yang telah disaring sehingga diperoleh konsentrasi 0.125%, 0.10%, 0.075%, dan 0.05% (b/v).
- b) Untuk analisis pengaruh temperatur, konsentrasi kurva kalibrasi ditentukan setelah ditemukan kondisi yang optimum dari kondisi (a).
- c) Untuk analisis pengaruh flow rate ditentukan setelah ditemukan kondisi operasi yang optimum dari kondisi (a) dan (b).

### 3.2.3 Persiapan sampel untuk optimasi pemisahan

Dipersiapkan polimer dengan Mp 100000, kemudian ditimbang 6 mg, 5 mg, 4 mg, 3 mg, dan 2 mg dalam 4 ml toluene sehingga diperoleh konsentrasi 0.15%, 0.125%, 0.10%, 0.075% dan 0.05% (b/v).

## 3.3 Pelaksanaan percobaan

Optimasi pemisahan dilakukan dengan tahapan-tahapan sebagai berikut :

### 3.3.1 Variasi konsentrasi

Sampel dianalisis pada konsentrasi yang berbeda

beda yaitu 0.125%, 0.10%, 0.075%, dan 0.05% (b/v). Dari kondisi tersebut ditentukan waktu retensi puncak, berat molekul puncak (Mp), berat molekul rata-rata dan Height Equivalen to a Theoretical Plate (HETP). Pada harga HETP terendah itulah kondisi kolom dapat dianggap paling efisien dalam melakukan pemisahan.

### 3.3.2 Variasi temperatur

Sampel dianalisis pada temperatur yang berbeda beda yaitu  $T = 30^{\circ}\text{C}$ ,  $T = 40^{\circ}\text{C}$  dan  $T = 50^{\circ}\text{C}$  pada kondisi operasi yang terbaik dari variasi konsentrasi. Pada kondisi tersebut ditentukan waktu retensi puncak, berat molekul puncak (Mp), berat molekul rata-rata, HETP dan viskositas intrinsik. Pada harga HETP terendah tersebut merupakan kondisi yang optimum.

### 3.3.3 Variasi flow rate

Sampel dianalisis pada flow rate yang berbeda beda yaitu 0.7 ml/min, 1 ml/min, 1.5 ml/min, 1.7 ml/min dan 2.0 ml/min pada kondisi operasi yang terbaik dari variasi temperatur. Dari kondisi tersebut dapat ditentukan HETP yang terendah. Pada harga HETP terendah merupakan kondisi yang terbaik (optimum).

### 3.3.4 Pengujian kondisi optimum dengan beberapa sampel

Hasil optimasi kondisi operasi selanjutnya diujikan

polimer dengan peak molecular weight 8500, 50000, 100000, 240000, 390000 sampel I dan sampel II. Dari uji tersebut dapat ditentukan tingkat keberhasilan optimasi dan berat molekul sampel.

### 3.4 Jalannya pengambilan data

Adapun langkah-langkah dalam menentukan berat molekul polimer dengan metoda Gel Permeation Chromatography. Langkah pertama diperiksa kondisi tempat penyimpan solven kemudian kompresor dihidupkan. Kran udara dibuka sehingga mencapai tekanan  $2.5\text{kg/cm}^2$ . Drain dibuka beberapa saat untuk membuang air yang tersimpan dalam kompresor. Setelah itu GPC dinyalakan dan diatur kondisinya, seperti temperatur pum, temperatur kolom, terperatur injektor serta flow rate. Kemudian sampel standar dimasukkan dalam alat penyimpan sampel.

Selanjutnya Data Module dihidupkan, lalu diprogram data jam, tanggal, kecepatan kertas dan posisi ploter.

Setelah dicapai kondisi yang stabil dengan disertai isyarat stand by, standar dimasukkan kedalam tempat sampel pada GPC dan dikondisikan beberapa saat, lalu diinjeksikan sehingga diperoleh kromatogram.

Dari kromatogram standar dapat ditentukan waktu retensi puncak untuk membuat kurva kalibrasi. Dengan kurva kalibrasi tersebut berat molekul sampel dapat ditentukan.

### 3.5 Hasil pengamatan

Hasil pengamatan pada percobaan ini disajikan dalam lampiran.

Pada lampiran I dicantumkan hasil optimasi variasi konsentrasi. Kemudian hasil optimasi variasi temperatur pada lampiran II, dan dilanjutkan dengan hasil optimasi flow rate pada lampiran IIIa. Sebagai hasil kondisi optimum nilai berat molekul puncak maupun berat molekul rata-rata dicantumkan pada lampiran IIb.

Adanya pengaruh fluktuasi temperatur, pengaruhnya pada waktu retensi dan berat molekul yang diukur sebagai pendukung analisa dicantumkan pada lampiran IIIc. Kondisi optimum dicantumkan pada lampiran IV, dilanjutkan output sampel dan perubahan pola distribusi berat molekul pada lampiran V dan VI.

