

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian yang dilakukan meliputi pembuatan membran, karakterisasi membran dan aplikasi untuk penjernihan air sungai Kaligarang.

#### **3.1. Peralatan**

Penyiapan larutan cetak membran menggunakan peralatan gelas yang biasa dipakai dan untuk pengadukan digunakan pengaduk magnet. Pelat kaca digunakan untuk mencetak film membran, selotif untuk membuat ketebalan membran dan batang pengaduk untuk mencetak membran. Bak koagulasi digunakan untuk mengkoagulasi membran yang sudah dicetak. Seperangkat alat mikrofiltrasi, kompresor dan stopwatch untuk mengukur fluks. Neraca elektronik Kern 870 untuk menimbang bahan. Spektrofotometer UV-VIS Shimadzu UV-1201 untuk mengukur konsentrasi sukrosa. Seperangkat alat Bubble Point Tester dan tabung gas N<sub>2</sub> untuk mengukur diameter pori maksimum. Mikrometer untuk mengukur ketebalan membran. Turbidimeter Orbeco-Hellige model 8000 untuk mengukur kadar kekeruhan, AAS Perkin Elmer 3110 untuk menganalisa kadar logam dan pH meter Orion model 420A untuk mengukur derajat keasaman.

#### **3.2. Bahan-bahan**

Untuk pembuatan membran digunakan selulosa asetat teknis sebagai polimer, aseton p.a. sebagai pelarut, PEG-400, PEG-4000 dan LiCl p.a. sebagai aditif. Untuk

pengukuran fluks digunakan akuades. Sedangkan untuk pengukuran rejeksi digunakan sukrosa teknis dan untuk menganalisa konsentrasi sukrosa digunakan  $H_2SO_4$  p.a dan phenol p.a. Untuk penyimpanan membran digunakan formalin.  $HNO_3$  p.a. untuk preparasi sampel sebelum analisa AAS. Larutan standar Ca untuk membuat kurva standar Ca dan akuabides untuk pengenceran.

### 3.3. Prosedur Kerja

#### 3.3.1. Pembuatan membran

Larutan cetak dibuat dengan melarutkan selulosa asetat (SA) pada campuran aseton (AS) dan zat aditif dengan komposisi sebagai berikut (dalam % berat) :

Tabel 3.1. Komposisi larutan cetak

| No  | SA | AS | PEG-400 | PEG-4000 | LiCl |
|-----|----|----|---------|----------|------|
| 1.  | 7  | 84 | 9       | -        | -    |
| 2.  | 8  | 84 | 8       | -        | -    |
| 3.  | 9  | 84 | 7       | -        | -    |
| 4.  | 10 | 84 | 6       | -        | -    |
| 5.  | 7  | 84 | -       | 9        | -    |
| 6.  | 8  | 84 | -       | 8        | -    |
| 7.  | 9  | 84 | -       | 7        | -    |
| 8.  | 10 | 84 | -       | 6        | -    |
| 9.  | 7  | 84 | -       | -        | 9    |
| 10. | 8  | 84 | -       | -        | 8    |
| 11. | 9  | 84 | -       | -        | 7    |
| 12. | 10 | 84 | -       | -        | 6    |

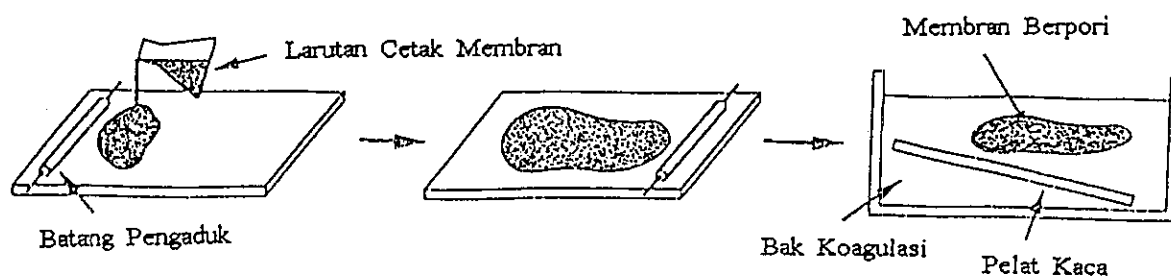
Pelarutan selulosa asetat dilakukan dalam labu erlenmeyer tertutup sambil diaduk. Penambahan selulosa asetat dilakukan secara bertahap, sedangkan pengadukan dilakukan dengan menggunakan pengaduk magnetik. Proses pengadukan

berlangsung selama 24 jam sampai polimer selulosa asetat larut semua. Setelah itu larutan cetak dibiarkan selama 8 jam untuk menghilangkan udara yang terperangkap dalam larutan cetak akibat pengadukan.

Pencetakan membran dilakukan di atas pelat kaca yang rata dengan sisi-sisinya dilapisi selotif. Oleh karenanya membran mempunyai ketebalan yang kurang lebih sama dengan ketebalan selotif. Agar didapat ketebalan yang seragam maka digunakan selotif yang sama. Pencetakan dilakukan dengan batang pengaduk. Sebelum pencetakan pelat kaca dibersihkan dengan menggunakan alkohol atau aseton, diusahakan tidak ada debu pada pelat kaca.

Setelah pencetakan, membran yang terbentuk dibiarkan selama 5, 10 dan 15 detik untuk mengetahui pengaruh penguapan pelarut. Setelah proses penguapan selesai, membran yang terbentuk langsung direndam dalam air es ( $10^{\circ}\text{C}$ ) untuk proses gelasi sampai membran terkoagulasi. Setelah itu membran dicuci dengan air yang mengalir selama 2 jam hingga pelarutnya hilang.

Setelah itu membran diambil dari pelat kaca dan dipotong sesuai dengan kebutuhan. Untuk mencegah terjadinya kerusakan oleh bakteri, membran disimpan dalam air yang mengandung formalin.



Gambar 3.1. Skema pembuatan membran<sup>(12)</sup>

### 3.3.2. Karakterisasi membran

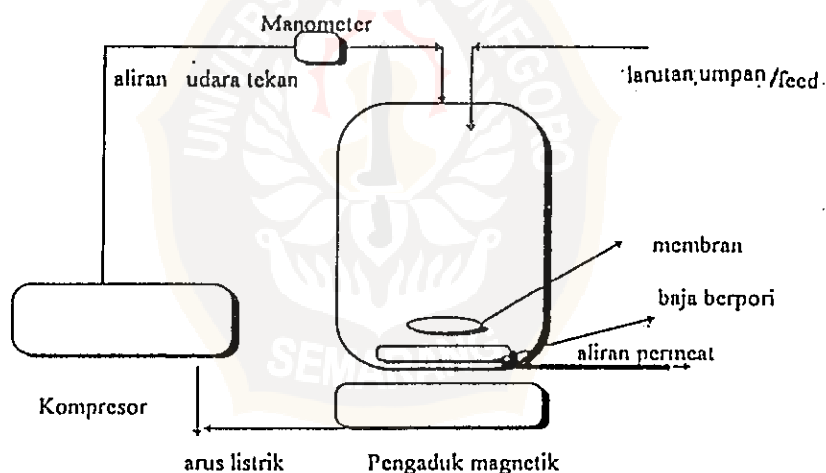
Karakterisasi membran bertujuan untuk mengetahui sifat-sifat membran yang dihasilkan. Karakterisasi membran meliputi pengukuran ketebalan, pengukuran fluks air, rejeksi terhadap larutan sukrosa teknis dan pengukuran diameter pori maksimum.

#### 3.3.2.1. Pengukuran ketebalan

Ketebalan membran diukur dengan menggunakan mikrometer. Pengukuran dilakukan di lima tempat berbeda kemudian diambil rata-ratanya.

#### 3.3.2.2. Pengukuran fluks air

Pengukuran fluks menggunakan sel mikrofiltrasi, sebagai berikut :



Gambar 3.2. Skema proses sel mikrofiltrasi

Sel diisi dengan akuades, setelah itu sel diberi tekanan 2 atm melalui kompresor sambil diaduk menggunakan pengaduk magnetik. Air akan keluar melalui membran. Kecepatan permeat mula-mula tinggi, lama-lama menurun hingga akhirnya

alirannya konstan. Waktu yang dibutuhkan untuk mencapai fluks yang stabil dinamakan waktu kompaksi yang lamanya kurang lebih 30 menit. Setelah kompaksi maka air yang melewati membran ditampung pada gelas ukur sampai 10 ml dan dihitung waktu yang diperlukan untuk mencapai volume 10 ml itu. Pengukuran itu dilakukan berulang kali sampai diperoleh nilai yang konstan.

#### **3.3.2.3. Pengukuran rejeksi**

Membran yang telah diketahui nilai fluksnya, kemudian ditentukan nilai rejeksinya terhadap sukrosa. Proses pengukurannya sama dengan pengukuran fluks air. Bedanya cairan yang dimasukkan adalah larutan sukrosa teknis 100.000 ppm.

Konsentrasi umpan dan permeat diukur dengan spektrofotometer UV-VIS pada  $\lambda_{maks} = 486,3$  nm. Larutan sukrosa tersebut direaksikan dengan  $H_2SO_4$  p.a dan larutan phenol 5% dengan perbandingan 1:5:1.

#### **3.3.2.4. Pengukuran diameter pori maksimum**

Pengukuran diameter pori maksimum dilakukan dengan menggunakan metode titik gelembung. Prinsip kerja alat penguji titik gelembung adalah teori kapilaritas dengan diameter kolom air sebanding dengan tinggi kolom air. Pada pengukuran ini dicatat tekanan yang diperlukan sampai gelembung pertama muncul.

#### **3.3.3. Aplikasi untuk penjernihan air sungai Kaligarang**

Dari membran dengan zat aditif yang berbeda, masing-masing diambil yang permeabilitasnya tertinggi dan terendah untuk penjernihan air sungai.

### 3.3.3.1. Pengukuran fluks air sungai

Pengukuran fluks sampel sama dengan pengukuran fluks air. Penentuan fluks sampel dilakukan selama 8 jam. Pengambilan contoh untuk pengukuran fluks dilakukan tiap 30 menit.

### 3.3.3.2. Analisa kekeruhan

Contoh untuk analisa kekeruhan adalah permeal yang ditampung selama 2,5 jam pertama, 2,5 jam kedua dan 3 jam terakhir. Larutan umpan dan permeal ditentukan kadar kekeruhannya menggunakan turbidimeter.

### 3.3.3.3. Analisa absorbansi UV pada 260 nm

Pengukuran ini untuk mengetahui kemampuan membran untuk merejeksi senyawa organik makromolekul dengan BM 500-100.000, seperti asam humat, polisakarida dan protein. Masing-masing umpan dan permeal diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-VIS pada 260 nm.

### 3.3.3.4. Analisa logam Ca dengan AAS

Masing-masing umpan dan permeal dipreparasi terlebih dahulu sebelum dianalisa dengan AAS. Sebanyak 100 ml sampel dimasukkan dalam gelas kimia, ditambah 5 ml HNO<sub>3</sub> p.a. dan diuapkan hingga kering. Setelah dingin ditambah 5 ml HNO<sub>3</sub> p.a. hingga sisa sampel larut semua. Kemudian diencerkan dengan akuabides hingga 100 ml. Setelah itu diukur absorbansinya pada  $\lambda_{maks} = 422,7$  nm.

### 3.3.3.5. Penentuan derajat keasaman (pH)

Terhadap umpan dan permeal diukur pH-nya pada suhu kamar dengan pH meter.

