

BAB III

METODOLOGI PERCOBAAN

Terdapat tiga tahap pekerjaan yang dilakukan pada penelitian ini. Tahap pertama adalah pembuatan membran dengan metode inversi fasa., dimana setiap membran dibedakan oleh komposisi dan waktu penguapan. Setelah pembuatan membran, dilakukan karakterisasi untuk mengetahui sifat permeabilitas, selektifitas, ketebalan membran dan diameter pori maksimum membran. Tahap ketiga adalah aplikasi membran untuk menurunkan kesadahan air serta pengukuran kadar Ca dan Mg pada sampel air sumur tanah dalam dari Bukit Sambiroto Asri Kodya Semarang. Dilakukan pula uji kemampuan membran untuk menahan bakteri pada sampel air sumur yang diambil dari puskesmas Bendan, Pekalongan.

3.1. Bahan dan Alat

3.1.1. Bahan-bahan yang digunakan

Selulosa asetat dari Hoeset Celanese Corporation USA, aseton p.a.Merck, dimetilformamida Merck untuk membuat larutan cetak membran. Untuk rejeksi digunakan larutan sukrosa, H_2SO_4 p.a. dan phenol. Na.EDTA, larutan buffer serta indikator Eriochrom Black T digunakan untuk mengetahui kesadahan air. Formalin untuk menyimpan membran dan gas N_2 untuk mengetahui diameter pori maksimum. Aquadest dan aquabidest sebagai larutan pengecer. Larutan standar Ca Merck dan Mg Merck untuk penetapan kadar logam Ca dan Mg. Untuk uji

kemampuan membran menahan bakteri digunakan media Lactose Broth dan Hearth Infussion Broth.

3.1.2. Alat-alat yang digunakan

Satu set alat mikrofiltrasi yang terdiri dari tabung air bertekanan, kompressor, sel mikrofiltrasi, pengaduk magnet dan manometer untuk mengukur permeabilitas dan selektifitas membran. Pelat kaca, selotif, batang pengaduk dan bak koagulasi untuk mencetak membran. Mikrometer Mitoyo untuk mengukur ketebalan membran. Spektrofotometer UV-VIS Shimadzu untuk mengukur besarnya rejeksi terhadap umpan sukrosa. Spektrofotometer Serapan Atom untuk mengukur kadar logam Ca dan Mg. Satu set alat titrasi untuk mengukur kesadahan air dan satu set alat milipore untuk menguji kemampuan membran menahan bakteri.

3.2. Pembuatan dan karakterisasi membran

Pembuatan membran dilakukan dengan variasi komposisi larutan polimer dan waktu penguapan seperti tertera pada tabel 3.1.

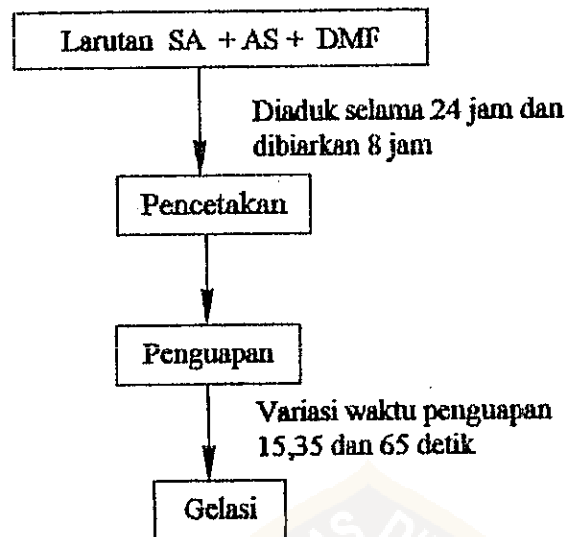
Tabel 3.1. Komposisi Larutan Cetak Membran

Jenis membran	SA		AS		DMF ²		t (detik)
	%	m(g)	%	V (ml)	%	V (ml)	
1	8	2,9	45	20,7	47	18,1	15
2	8	2,9	45	20,7	47	18,1	35
3	8	2,9	45	20,7	47	18,1	65
4	9	3,27	45	20,7	46	17,7	15
5	9	3,27	45	20,7	46	17,7	35
6	9	3,27	45	20,7	46	17,7	65
7	10	3,64	45	20,7	45	17,3	15
8	10	3,64	45	20,7	45	17,3	35
9	10	3,64	45	20,7	45	17,3	65
10	11	4	45	20,7	44	16,9	15
11	11	4	45	20,7	44	16,9	35
12	11	4	45	20,7	44	16,9	65

Keterangan :

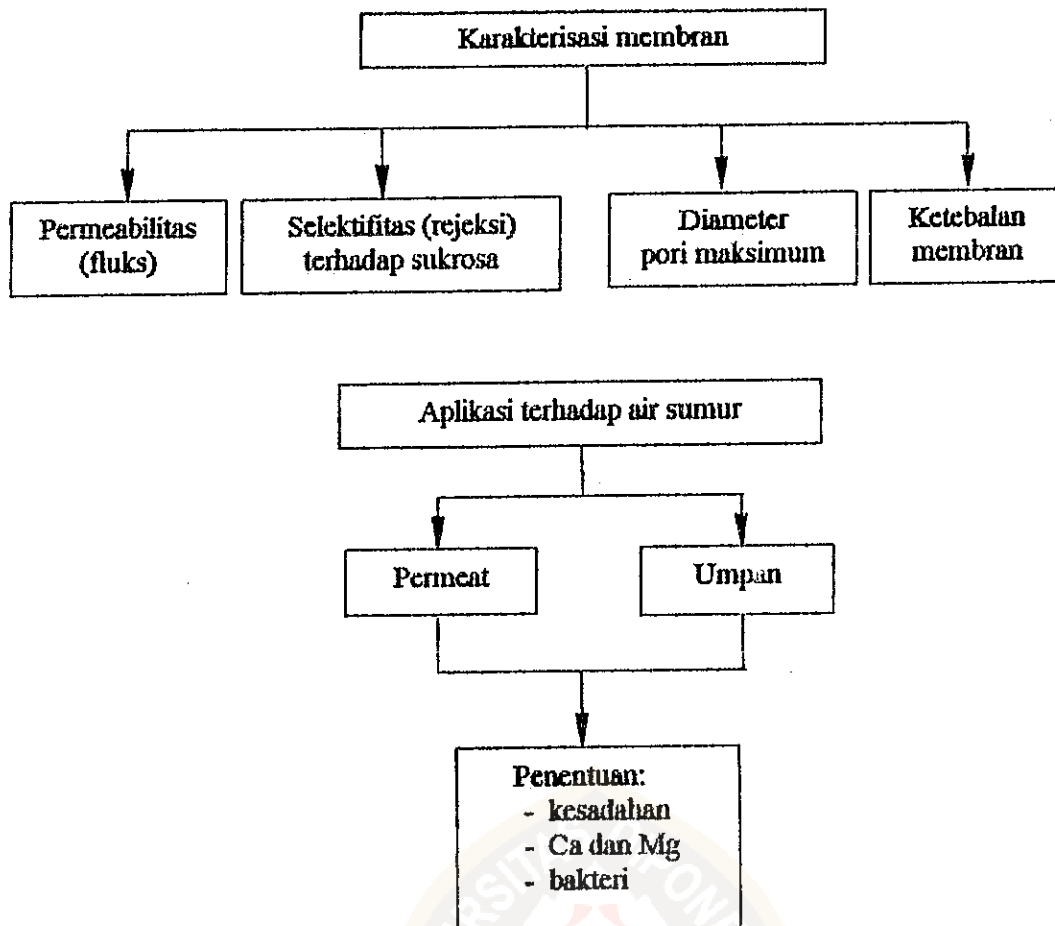
SA adalah selulosa asetat, AS adalah aseton, DMF adalah dimetilformamida, m adalah massa dalam satuan gram, V adalah volume dalam satuan ml dan t adalah waktu penguapan.

Dengan demikian berdasarkan variasi ini dibuat 12 jenis membran. Adapun diagram alir proses pembuatan membran adalah seperti dalam gambar 3.1.



Gambar 3.1. Diagram Alir Pembuatan Membran

Setelah diperoleh 12 jenis membran, maka dilakukan karakterisasi pada setiap membran. Karakterisasi meliputi pengukuran permeabilitas (fluks air), selektifitas (rejeksi) terhadap larutan sukrosa, ketebalan membran dan diameter pori maksimum. Setelah dikarakterisasi, membran dengan nilai fluks terbesar dan terkecil diaplikasikan untuk penyaringan air. Parameter kualitas air yang ditentukan adalah kesadahan, kadar logam Ca dan Mg serta bakteri ditunjukkan pada gambar 3.2.



Gambar 3.2. Diagram alir karakterisasi dan aplikasi membran

3.3. Cara Kerja.

3.3.1. Pembuatan membran datar selulosa asetat.

Pembuatan membran datar selulosa asetat dilakukan dengan menggunakan metoda inversi fasa dengan tahap-tahap sebagai berikut :

1. Dimasukkan sejumlah pelarut aseton dan DMF dengan komposisi seperti dalam tabel 3.1. ke dalam erlenmeyer tertutup yang telah berisi pengaduk magnetik.

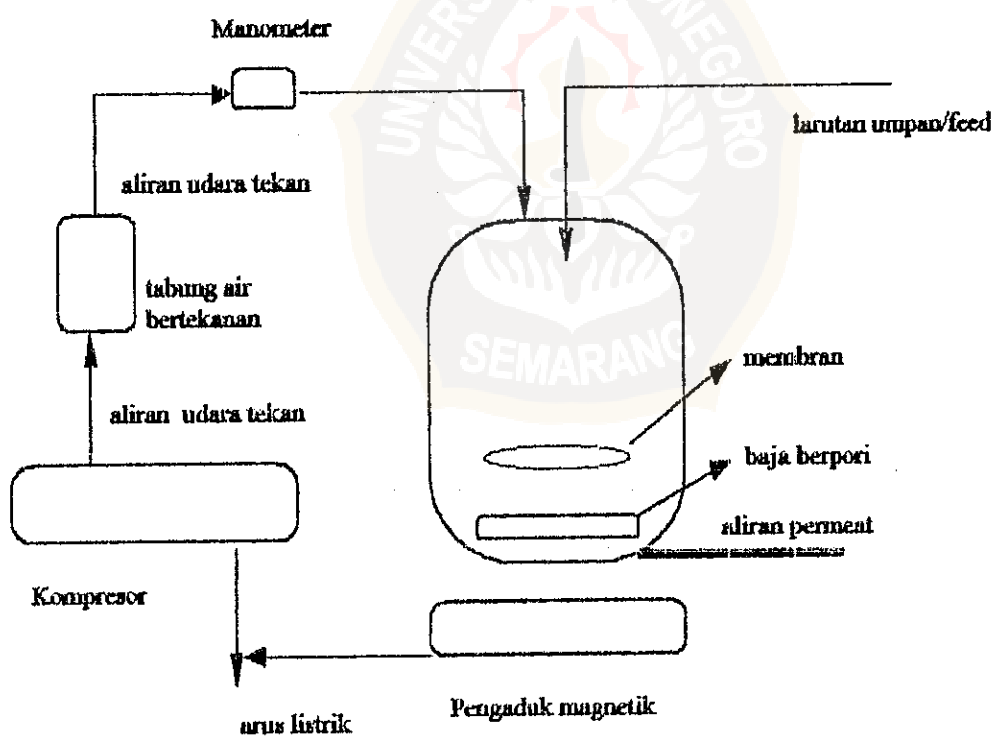
2. Dimasukkan selulosa asetat secara bertahap sedikit demi sedikit ke dalam erlenmeyer yang diletakkan di atas meja magnetik, sampai semua selulosa asetat larut dan diaduk terus selama 24 jam sehingga diperoleh larutan yang homogen.
3. Setelah 24 jam, pengadukan dihentikan dan larutan dibiarkan selama 8 jam untuk menghilangkan udara yang terperangkap dalam larutan akibat pengadukan.
4. Setelah itu dilakukan pencetakan membran di atas pelat kaca yang rata dengan sisi-sisinya dilapisi selotip.
5. Membran yang sudah dicetak tadi dibiarkan selama 15, 35 dan 65 detik untuk mengetahui pengaruh penguapan pelarut.
6. Setelah tahap penguapan membran yang terbentuk direndam dalam air es pada bak koagulasi untuk proses gelasi. Kemudian langsung dicuci dengan air yang mengalir selama kurang lebih 2 jam supaya pelarutnya hilang.
7. Membran diambil dari pelat kaca dan dipotong sesuai kebutuhan, lalu disimpan dalam air yang mengandung formalin.
8. Pekerjaan 1 -7 diulangi untuk membran dengan komposisi larutan yang lain (tabel 3.1).

3.3.2. Karakterisasi membran

Karakterisasi membran yang dilakukan dalam penelitian ini meliputi pengukuran permeabilitas, selektifitas, ketebalan membran dan diameter pori maksimum.

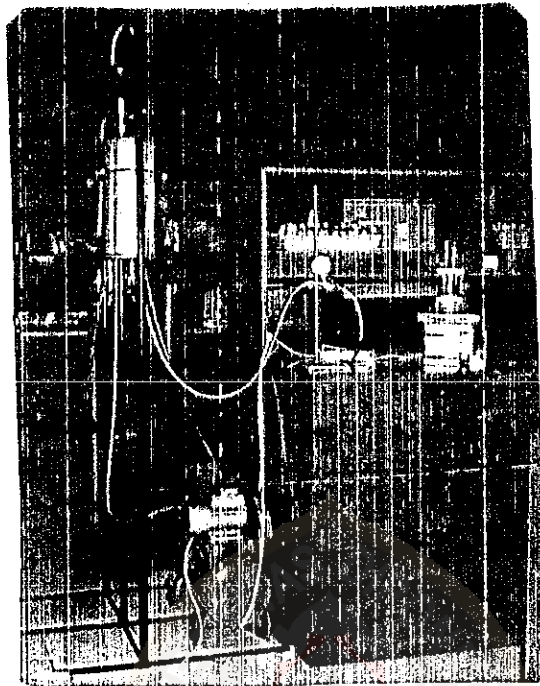
3.3.2.1. Pengukuran Permeabilitas (fluks air)

Pada pengukuran permeabilitas digunakan aquadest sebagai umpan. Mula-mula tabung diisi dengan aquadest, lalu air dialirkan dari tabung ke sel uji membran. Udara dikeluarkan dari kompressor dan diatur sehingga tekanan udara dalam sel konstan 2 atm. Air akan mengalir melalui membran. Kecepatan permeat mula-mula sangat tinggi, lama-lama menurun sehingga akhirnya alirannya konstan atau stabil. Waktu yang dibutuhkan untuk mencapai permeabilitas yang stabil lamanya kurang lebih 30 menit. Setelah itu maka air yang melewati membran ditampung pada gelas ukur 10 ml dan dicatat waktu yang dibutuhkan untuk mencapai volume 10 ml. Pengukuran itu dilakukan berulang kali sampai diperoleh nilai yang konstan.



Gambar 3.3. Skema Proses Mikrofiltrasi.

Foto dibawah ini adalah rangkaian alat penguji membran untuk proses mikrofiltrasi.



Gambar 3.4. Alat penguji membran untuk proses mikrofiltrasi

3.3.2.2. Pengukuran keselektifan (Rejeksi).

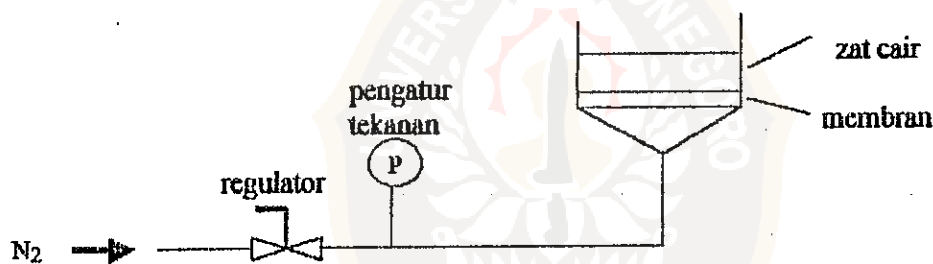
Membran yang telah diketahui permeabilitasnya (pekerjaan 3.3.2.1) nilai selektifitasnya ditentukan terhadap sukrosa. Proses pengukuran sama dengan pengukuran permeabilitas membran. Perbedaannya cairan yang dimasukkan adalah sukrosa 10.000 ppm.

Larutan sukrosa 10.000ppm dimasukkan dalam sel mikrofiltrasi. Setelah setengah jam permeat pertama ditampung sebanyak 5 ml, lalu rejeksi terhadap larutan sukrosa dilanjutkan setengah jam lagi. Permeat kedua ditampung lagi sebanyak 5 ml. Konsentrasi umpan dan permeat diukur dengan spektrofotometer

UV-VIS pada $\lambda = 490$ nm. Larutan umpan dan permeat diencerkan dahulu pada pengenceran 250 kali. Kemudian masing-masing diambil 1 ml dan direaksikan dengan 5 ml H_2SO_4 p.a dan 1 ml phenol 5%. Kemudian diukur absorbansinya.

3.3.2.3. Pengukuran diameter pori maksimum

Pengukuran diameter pori maksimum dilakukan dengan menggunakan metoda titik gelembung. Membran yang akan ditentukan ukuran porinya dimasukkan dalam sel yang diisi dengan air. Kemudian diberi tekanan dari sisi bawah membran yang telah mengenai air. Sebuah gelembung udara akan menembus membran. Penembusan pertama kali terjadi melalui ukuran pori yang terbesar dan tekanan pada saat itu dicatat. Skema alat penguji titik gelembung adalah sebagai berikut :



Gambar 3.5. Skema Alat Penguji Titik Gelembung. ⁽¹⁾

3.3.2.4. Pengukuran ketebalan membran

Pengukuran dilakukan di lima tempat yang berbeda pada membran dengan menggunakan mikrometer, kemudian diambil rata-ratanya.

3.3.3. Aplikasi membran terhadap air sumur tanah dalam.

Sampel diambil dari air sumur tanah dalam dari daerah bukit Sambiroto asri yang dahulu merupakan pegunungan kapur. Kemudian dilakukan pengukuran penurunan kesadahan air oleh membran dengan permeabilitas terbesar dan terkecil.

Pengambilan permeat sama dengan pengukuran permeabilitas, yaitu menggunakan sel mikrofiltrasi. Permeat yang diambil diukur kesadahan nya dengan metoda titrasi kompleksometri dengan pengkompleks Na.EDTA.

3.3.3.1. Pengukuran kesadahan air.

Pengukuran kesadahan air dilakukan dengan metoda titrasi kompleksometri dengan menggunakan larutan Na.EDTA. sbb :

1. Sampel air sebanyak 25 ml ditambahkan dengan 25 ml aquadest dan 2 ml larutan buffer pH $10 \pm 0,1$ serta 0,75 g indikator Eriochrom Black T.
2. Setelah terjadi larutan berwarna merah muda sampel dititrasi dengan larutan Na.EDTA 0,01M sampai terjadi larutan berwarna biru. Kemudian dicatat volume Na.EDTA yang terpakai.

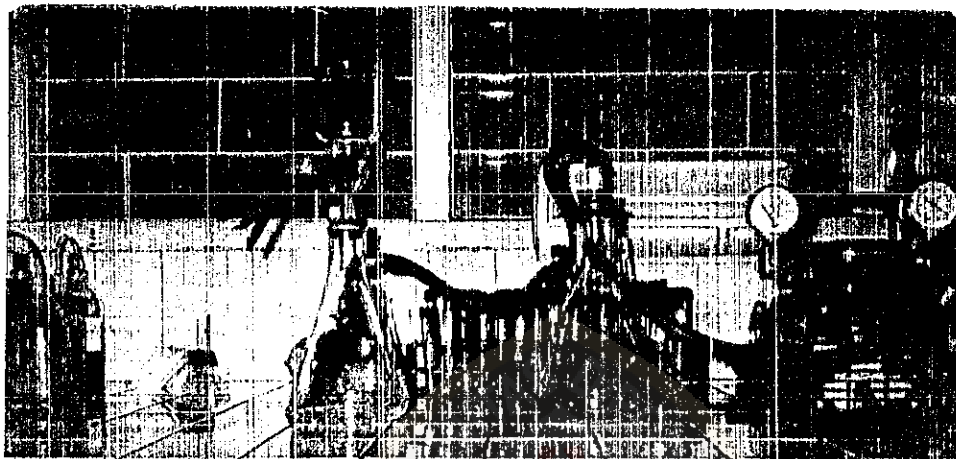
3.3.3.2. Pengukuran kadar logam Ca dan Mg dengan AAS.

Masing-masing umpan dan permeat dipreparasi terlebih dahulu sebelum dianalisa dengan AAS. Sebanyak 100 ml sampel dimasukkan dalam gelas kimia lalu ditambah 5 ml HNO₃ p.a. dan diuapkan hingga kering.. Setelah dingin ditambah 5 ml HNO₃ p.a. hingga semua sisa sampel larut. Kemudian diencerkan dengan aquabidest hingga 100 ml. Setelah itu diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum Ca = 422,7 nm dan Mg = 285,2 nm.

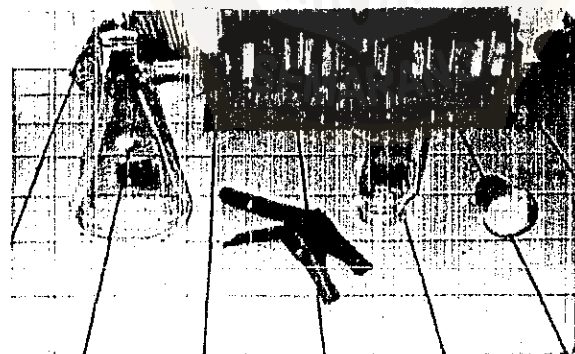
3.3.3.3. Uji kemampuan membran menahan bakteri

Membran dengan nilai permeabilitas terbesar dan terkecil digunakan untuk menahan bakteri dengan cara sampel air dilewatkan pada membran pada alat Milipore. Kemudian 1 ml sampel air sebelum dan sesudah disaring masing-masing ditanam pada medium Lactose Broth 10 ml yang berisi tabung Durham dan Hearth

Infussion Broth (HIB) 10 ml. Adanya bakteri dapat diketahui dari gas yang terjadi pada tabung Durham dan larutan Lactose Broth yang semula merah menjadi kuning keruh. Sedangkan pada HIB dapat diketahui dari warna larutan yang kuning jernih menjadi keruh.⁽¹²⁾ Foto berikut ini adalah rangkaian alat uji kemampuan membran untuk menahan bakteri.



(a) Rangkaian alat Millipore



(b) Komponen-komponen Alat Millipore

**Gambar 3.6. (a) Rangkaian Alat Millipore,
(b) Komponen-komponen alat Millipore**