

BAB III

METODE PENELITIAN

Membran selulosa asetat dibuat dari *nata de coco* yang meliputi pembuatan *nata de coco*, pembuatan membran selulosa asetat, dan karakterisasi membran. Membran diaplikasikan terhadap larutan yang mengandung ion Mg^{2+} . Membran selulosa asetat dianalisis dengan spektroskopi FTIR untuk mengetahui adanya gugus asetil. Membran selulosa asetat dikarakterisasi permeabilitas dan selektivitasnya dengan alat mikrofiltrasi dan diameter pori maksimum membran diukur dengan metode titik gelembung. Ketebalan membran diukur dengan mikrometer sekrup dan kelarutan membran diuji dengan melarutkan membran pada pelarut aseton, air dan n-heksana. Kadar ion Mg^{2+} dalam larutan dianalisis dengan spektroskopi AAS. Dalam penelitian ini diamati variabel-variabel berikut.

1. Variabel yang dinilai

Nilai permeabilitas, selektivitas, ketebalan, ukuran pori, kelarutan membran, dan konsentrasi permeat ion Mg^{2+} .

2. Variabel bebas

Konsentrasi larutan $MgCl_2$.

3. Variabel tetap

Komposisi dan kondisi media fermentasi *nata de coco*, komposisi dan kondisi reaktan saat sintesis selulosa asetat.

3.1 Peralatan dan Bahan

3.1.1 Alat-alat

1. Alat-alat gelas standar laboratorium
2. Neraca analitik
3. Satu set alat untuk reaksi sintesis selulosa asetat
4. Satu set sel mikrofiltrasi
5. Spektrofotometer FTIR Shimadzu 8201 PC
6. Spektrofotometer UV-Vis Shimadzu
7. Spektrofotometer AAS Perkin-Elmer 3110

3.1.2 Bahan-Bahan

Bahan-bahan yang digunakan sebagai berikut.

1. Air kelapa
2. Starter bakteri *Acetobacter xylinum*
3. Diamonium fosfat p.a
4. Sukrosa
5. Asam asetat glasial p.a
6. Asam asetat anhidrida p.a
7. Piridina p.a
8. Akuades
9. Gas nitrogen (N₂)
10. Larutan MgCl₂.6H₂O

3.2 Cara Kerja

3.2.1 Pembuatan Bioselulosa *Nata de Coco* (Maulani, 2002)

Sebanyak 2,5 L air kelapa disaring kemudian dipanaskan sampai mendidih dan dibuang buihnya. Sebanyak 25 g sukrosa dan 4 g diamonium fosfat ditambahkan ke dalam air kelapa kemudian dipanaskan kembali sampai mendidih dan dibiarkan selama 5 menit. Selanjutnya pH larutan dibuat sampai dengan 4 dengan menambahkan asam asetat. Setelah dingin larutan dituangkan ke dalam wadah plastik (sebagai media biopolimerisasi). Untuk 100 mL media ditambahkan starter bakteri *Acetobacter xylinum* sebanyak 10 mL. Media biopolimerisasi ditutup kertas bersih dan didiamkan selama 7 hari.

3.2.2 Asetilasi Bioselulosa *Nata de Coco* (Furniss, dkk., 1978)

Sebanyak 500 mg bioselulosa *nata de coco* (BNC) direndam dalam 30 mL asam asetat glasial selama 1 jam. Sampel kemudian dimasukkan ke dalam labu leher tiga berpenangas es dengan suhu sekitar 0-5°C. Kondisi dalam labu leher tiga dibuat *inert* dengan mengalirkan gas nitrogen (N₂). Sejumlah 5 mL asam asetat anhidrida, 1 mL piridina ditambahkan ke dalam labu leher tiga tersebut. Kemudian reaktan diaduk dengan pengaduk magnetik selama 2 jam. Produk asetilasi dikeluarkan dan didiamkan semalaman. Sampel yang diperoleh dicuci dengan akuades kemudian dikeringkan dan didapat membran selulosa asetat.

3.2.3 Analisis Gugus Fungsi Membran Selulosa Asetat

Produk selulosa asetat yang terbentuk dianalisis dengan Spektroskopi FTIR shimadzu 8201 PC untuk mengetahui adanya gugus asetil dalam produk selulosa asetat.

3.2.4 Karakterisasi Membran Selulosa Asetat

Karakterisasi suatu membran dimaksudkan untuk mengetahui sifat-sifat membran yang dihasilkan. Karakterisasi membran meliputi pengukuran fluks air (permeabilitas), rejeksi (selektivitas) membran terhadap suatu larutan, pengukuran diameter pori membran, pengukuran ketebalan membran, dan pengukuran kelarutan membran.

3.2.4.1 Pengukuran Fluks Air (permeabilitas) (Ahmad, 1999; Siahaan dan Suseno, 1997)

Fluks air suatu membran diukur dengan sel mikrofiltrasi. Sel diisi dengan akuades kemudian sel diberi tekanan 2 atm melalui kompresor sambil diaduk menggunakan pengaduk magnetik. Pada saat tertentu akuades akan menembus membran dengan kecepatan alir yang tinggi kemudian turun dan menuju nilai yang konstan atau stabil. Waktu yang digunakan untuk mencapai fluks air yang stabil disebut waktu kompaksi yang durasinya kurang lebih 30 menit. Setelah kompaksi selama 30 menit tersebut, akuades ditampung dalam gelas ukur sampai 10 mL dan waktu yang dibutuhkan untuk mencapai volume tersebut dicatat. Pengukuran dilakukan berulang kali sampai didapatkan hasil yang konstan atau stabil.

3.2.4.2 Pengukuran Rejeksi (selektivitas) (Siahaan dan Suseno, 1997)

Membran yang telah diperoleh nilai fluks airnya kemudian ditentukan nilai rejeksinya terhadap sukrosa. Cara pengukurannya sama dengan pengukuran yang dilakukan pada fluks air, hanya larutan yang dipakai adalah larutan sukrosa 10.000 ppm. Pengukuran absorbansi menggunakan spektrofotometer UV-Vis shimadzu dengan metode kurva kalibrasi. Pada metode kalibrasi, Larutan sukrosa dibuat dengan konsentrasi 0-50 ppm.

Larutan umpan dan permeat diencerkan 250 kali. Kemudian masing-masing larutan umpan dan permeat sukrosa diambil 1 mL dan ditambah 5 mL H₂SO₄ p.a. dan 1 mL fenol 5%. Kemudian konsentrasi umpan dan permeat diukur dengan spektrofotomer UV-Vis pada $\lambda = 486,5$ nm.

3.2.4.3 Pengukuran Diameter Pori Maksimum (Mulder, 1996)

Pengukuran diameter maksimum suatu membran berdasarkan pada prinsip kerja alat penguji titik gelembung. Metode titik gelembung memakai teori kapilaritas dengan diameter kolom air sebanding tinggi kolom air. Pada pengukuran diameter pori maksimum membran dicatat tekanan yang diperlukan sampai gelembung pertama muncul.

3.2.4.4 Pengukuran Ketebalan Membran (Siahaan dan Suseno, 1997)

Pengukuran ketebalan membran dilakukan di lima tempat berbeda pada permukaan membran dengan menggunakan mikrometer sekrup, kemudian ke lima hasil tersebut diambil hasil rata-ratanya.

3.2.4.5 Pengukuran Kelarutan Membran

Kelarutan suatu membran dapat diketahui dengan cara mengukur perbedaan massa kering membran sebelum dan sesudah direndam dalam berbagai pelarut. Membran selulosa asetat ditimbang untuk mengetahui massanya. Kemudian membran dilarutkan kedalam pelarut air, aseton dan n-heksana sebanyak 30 mL selama 24 jam. Setelah itu, membran dikeringkan dengan cara diangin-angikan. Kemudian membran ditimbang.

3.2.5. Penerapan Membran untuk Melewatkan Ion Mg^{2+}

Aplikasi membran dilakukan dengan cara sel mikrofiltrasi diisi dengan larutan $MgCl_2$ dengan konsentrasi 10, 20, 40, 50 ppm kemudian sel diberi tekanan 2 atm melalui kompresor sambil diaduk menggunakan pengaduk magnetik. Pada saat konsentrasi tertentu larutan $MgCl_2$ akan keluar dari membran dengan kecepatan alir yang tinggi kemudian turun dan menuju hasil yang konstan atau stabil. Konsentrasi ion Mg^{2+} larutan umpan dan permeat dianalisis dengan metode AAS.