

BAB III

METODE PENELITIAN

Tahap pertama pada penelitian ini adalah preparasi bahan meliputi pembuatan model limbah dan preparasi reagen yang lain. Tahap kedua adalah proses sublimasi sebanyak tiga kali untuk masing-masing sampel. Tahap terakhir adalah analisa secara kualitatif dan kuantitatif.

3.1 Variabel Penelitian

1. Variabel yang dinilai: konsentrasi MBAS dan tegangan permukaan.
2. Variabel bebas: jenis limbah cair cucian dari produk detergen yang berbeda.
3. variabel tetap: tekanan gas N_2 , berat pakaian, jenis pakaian, cara pencucian, komposisi dan kadar garam.

3.2 Metode Analisa

1. Analisa kualitatif yaitu menentukan spektra LAS sebelum dan setelah sublimasi dengan spektrometer FTIR.
2. Analisa kuantitatif yaitu menentukan konsentrasi MBAS menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan tegangan permukaan.

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Alat-alat gelas standard, neraca analitik, seperangkat alat sublimasi, spektrofotometer UV-Vis Spectronic 120 Shimadzu, dan spektrofotometer FTIR Shimadzu.

3.3.2 Bahan

Asam sulfat 18 M, NaOH kristal, NaCl kristal, NaHCO₃ kristal, Indikator pp, akuades, NaH₂PO₄H₂O kristal, detergen bubuk jenis A, B, dan C, dan LAS murni.

3.4 Cara Kerja

3.4.1 Preparasi Bahan

a Pembuatan larutan surfaktan dari detergen

Detergen sebanyak 3 gram dilarutkan dalam 1 liter aquades. Diambil 3 ml dan diencerkan dengan aquades sampai 1 liter.

b Pembuatan model limbah cair surfaktan hasil cucian

Pelarutan 30 gram detergen dalam 10 liter aquades. Pakaian seberat 1 kg direndam selama 15 menit. Pakaian dicuci dan air limbah ditampung. Diambil 3 ml kemudian diencerkan dengan aquades sampai 1 liter.

c Metilen biru 30 ppm

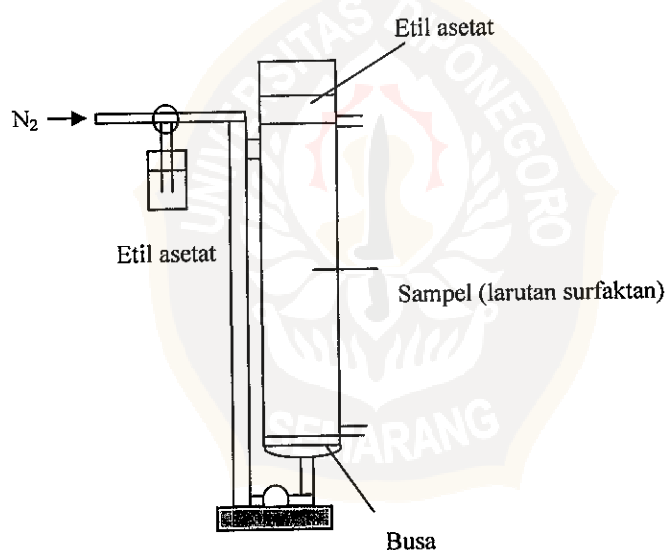
Sebanyak 100 mg metilen biru dilarutkan dalam 100 ml air. Diambil 30 ml ke dalam labu ukur 1000 ml dan ditambahkan 500 ml air, 40 ml H_2SO_4 6N dan 50 g $\text{NaH}_2\text{PO}_4\text{H}_2\text{O}$. Larutan diencerkan hingga tanda batas.

d Larutan pencuci fosfat.

Sebanyak 40 ml H_2SO_4 6N ditambahkan ke dalam labu takar 1000 ml yang telah berisi 500 ml aquadest. Sebanyak 50 g $\text{NaH}_2\text{PO}_4\text{H}_2\text{O}$ ditambahkan dan diaduk hingga larut. Larutan diencerkan dengan aquades hingga tanda batas.

3.4.2 Proses Sublasi

Seperangkat alat sublasi disusun seperti pada gambar 3.1



Gambar 3.1. Seperangkat alat sublasi

Larutan surfaktan dialirkan secara perlahan ke dalam tabung sublator. Ditambah garam NaCl seberat 80 gram dan NaHCO_3 seberat 4 gram. Sebanyak 50 ml etil asetat dialirkan secara perlahan melalui dinding tabung sublator hingga terbentuk

lapisan di atas larutan surfaktan. Gas N_2 dialirkan ke dalam larutan etil asetat yang berada pada tabung lain. Proses tersebut dilakukan pada tekanan optimum ($0,5 \text{ N/cm}^2$). Dilakukan sublimasi 3 kali, masing-masing 10 menit. Larutan etil asetat-surfaktan ditampung dan dikumpulkan.

3.4.3 Analisa Bahan Aktif Metilen Biru (MBAS)

a Penentuan panjang gelombang maksimum

Dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis Spectronic 120 Shimadzu, dicari absorbansi maksimum pada panjang gelombang 640 nm sampai dengan 660 nm. Ditentukan panjang gelombang maksimum.

b Pembuatan kurva kalibrasi

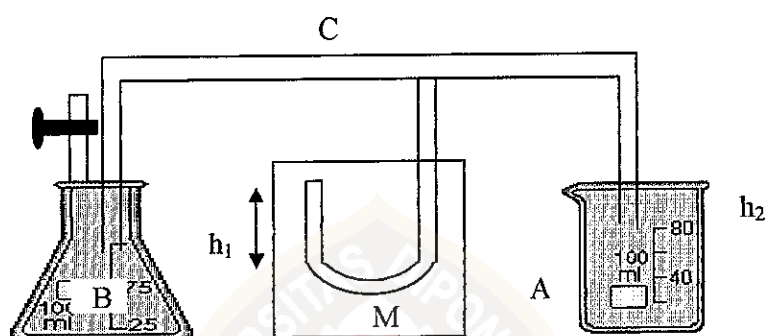
Surfaktan MBAS dilarutkan dalam 100 ml akuades dengan konsentrasi 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 ppm. Larutan dipindahkan ke dalam corong pemisah dan dinetralkan (ditandai dengan penambahan indikator pp 2-3 tetes, ditambahkan NaOH 1N hingga larutan berwarna merah muda, dan warna merah muda dihilangkan dengan beberapa tetes H_2SO_4 1N). Sebanyak 25 ml metilen biru dan 10 ml kloroform dimasukkan ke dalam corong pemisah. Corong pisah di guncangkan selama 30 detik. Lapisan bawah dipisahkan dari fase air, diekstrak kembali dengan kloroform sebanyak 10 ml sebanyak 2 kali. Semua ekstrak kloroform dicampur dan dicuci dengan larutan pencuci fosfat 20 ml sebanyak 3 kali. Absorbansi diukur pada panjang gelombang maksimum dengan spektrofotometer UV-Vis Spectronic 120 Shimadzu.

c Penentuan konsentrasi MBAS

Residu surfaktan dilarutkan dengan aquades hingga 1000 ml. Larutan tersebut ditentukan konsentrasinya dengan perlakuan sebagaimana tersebut diatas.

d Penentuan tegangan permukaan

Larutan sampel dituang dalam gelas beker A. Diukur selisih tinggi saat air dialirkan melalui pipa kapiler (h_1).



Gambar 3.2 Seperangkat alat pengukur tegangan permukaan

Perlakuan tersebut diulang tiga kali pada masing-masing sampel.

e Analisa kualitatif surfaktan MBAS.

Digunakan spektrofotometer FTIR Shimadzu untuk menentukan spektra surfaktan murni dan dibandingkan dengan spektra hasil sublimasi.