

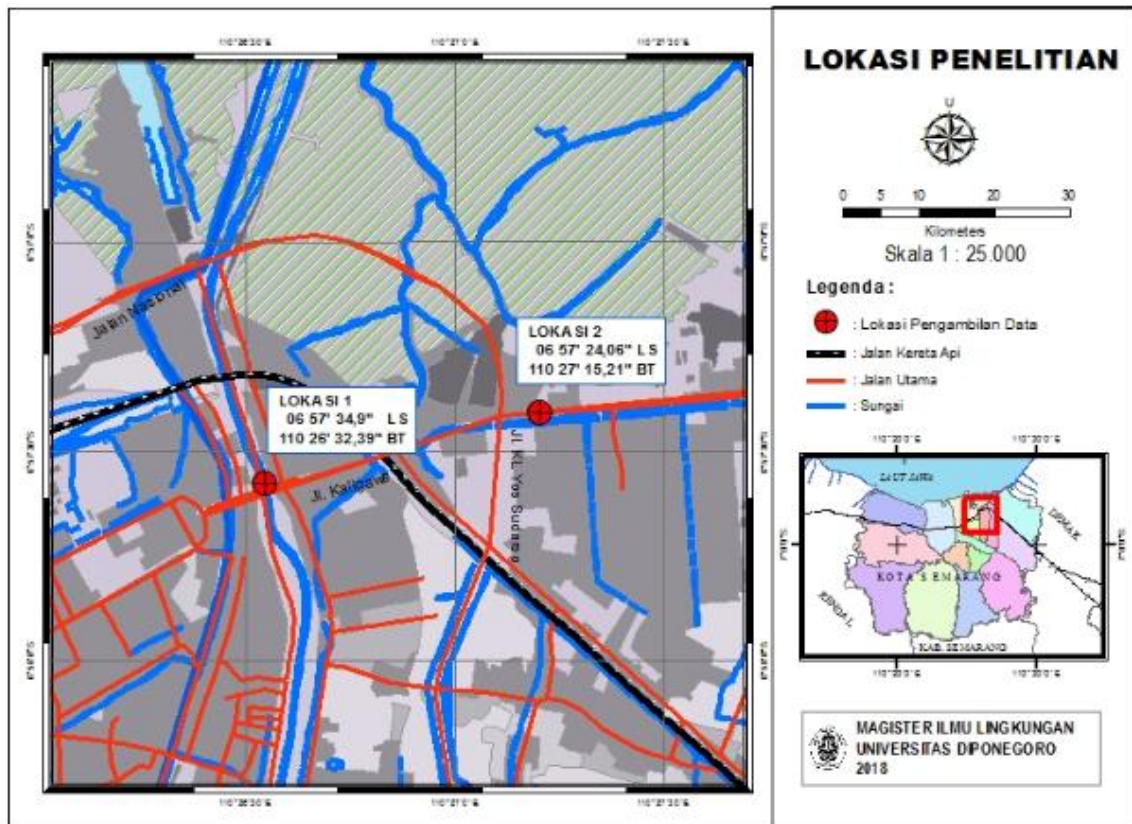
III. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Penelitian yang dilakukan termasuk penelitian eksperimen skala laboratorium. Dalam studi eksperimental peneliti memanipulasi paling sedikit satu variabel, mengontrol variabel lain yang relevan, dan mengobservasi efek/pengaruhnya terhadap satu atau lebih variabel terikat. Penelitian ini bertujuan untuk mengolah limbah domestik dengan salinitas tinggi (*saline domestic wastewater*) menjadi air minum melalui aplikasi membran. Desain eksperimen pada penelitian ini menggunakan membran nanofiltrasi dengan model *cross-flow*.

3.2. Lokasi Penelitian

Lokasi pengambilan sampel *saline domestic wastewater* yaitu di Sungai Banjir Kanal Timur dan saluran drainase kawasan Terboyo Kecamatan Genuk Semarang (gambar 3.1), sedangkan ujicoba pengolahan limbah menjadi sumber air minum dengan aplikasi membran dilakukan di *Membrane Research Center* (MeR-C) UPT Laboratorium Terpadu Universitas Diponegoro. Pengujian sampel dilakukan di Balai Pengujian dan Laboratorium Lingkungan Hidup Dinas Lingkungan Hidup dan Kehutanan Provinsi Jawa Tengah serta Laboratorium Penelitian Teknik Lingkungan Universitas Diponegoro.



Gambar 3.1 Peta Lokasi Pengambilan Sampel

3.3. Ruang Lingkup Penelitian

1. Limbah domestik yang digunakan dalam penelitian ini berasal dari kawasan Terboyo Kecamatan Genuk Semarang.
2. Tipe sample adalah *grab sample* (sampel sesaat) dimana sampel dikumpulkan dalam sebuah wadah pada waktu tertentu (Hadi, 2005). Kondisi sampel diasumsikan homogen.

3.4 Rancangan Penelitian

Proses pengolahan limbah pada penelitian ini diawali dengan proses *pre-treatment* menggunakan kertas saring, berfungsi untuk memisahkan partikel berukuran besar. Setelah melalui tahap *pre-treatment* selanjutnya baru dilakukan filtrasi menggunakan membran nanofiltrasi NF 270 untuk penyisihan polutan.

Variabel bebas yang digunakan berupa variasi tekanan 4, 5, dan 6 bar (Al-Zoubi et al, 2007) sedangkan variabel terikat terdiri dari parameter *Total Dissolve Solid* (TDS), *Chemical Oxygen demand* (COD), Ion Klorida (Cl^-), Minyak lemak dan nitrit dengan pengontrolan temperatur pada rentang 25 – 28 °C serta volume umpan 250 ml.

3.4.1 Alat dan Bahan

Alat :

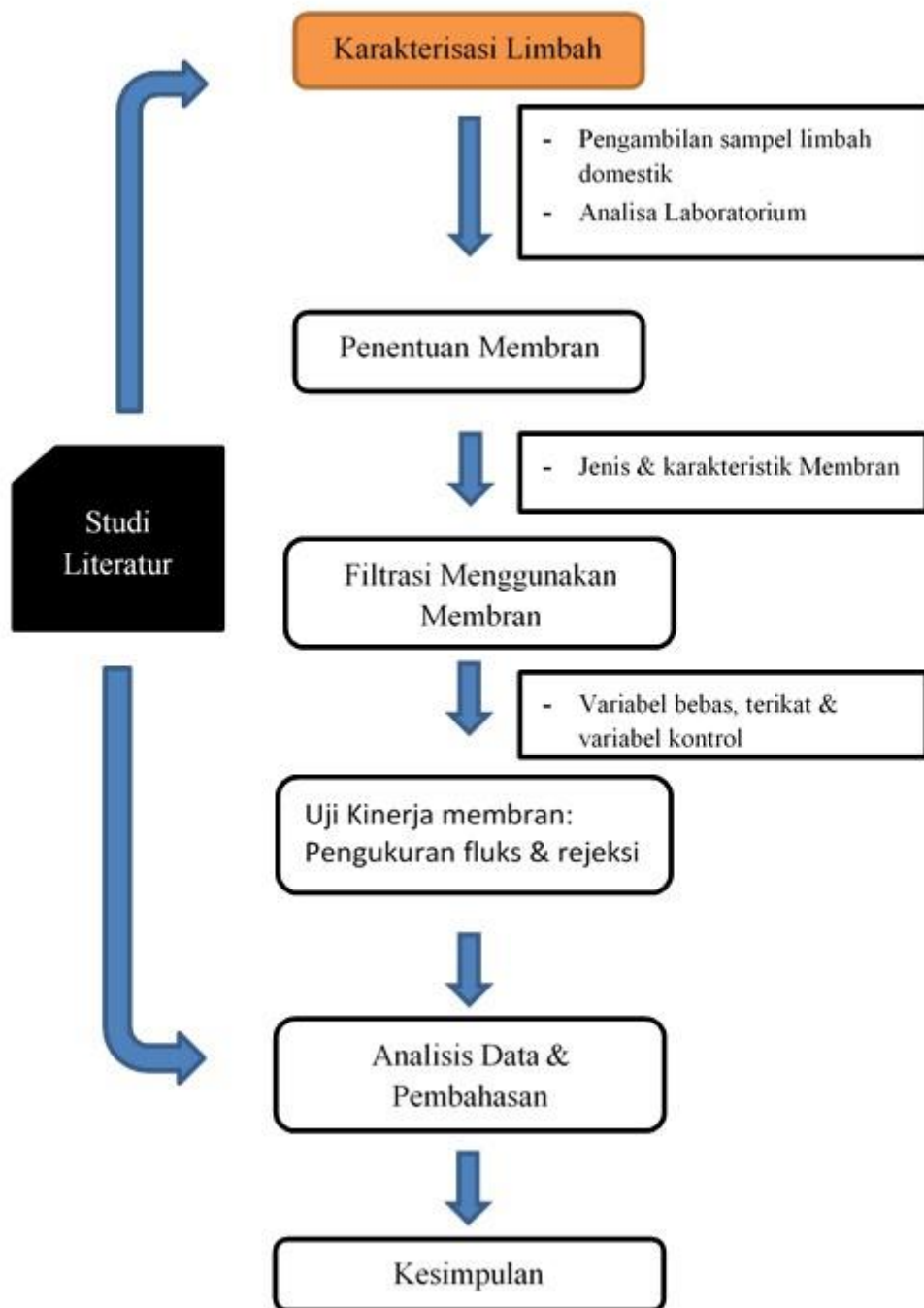
1. Unit Filtrasi Membran
2. TDS Meter dari Extech instruments
3. COD Reaktor dari HACH USA
4. Spektrofotometer Genesys 10S UV-VIS dari Thermo Scientific USA (dengan ketelitian 0,001)
5. Alat titrasi

Bahan

1. Saline domestic wastewater
2. Limbah sintetik
 - NaCl teknis (CV. Indriasari)
 - Glukosa (Merck)
 - NaCl (pro analyses) dari Merck
3. Membran nanofiltrasi NF 270 (DOW Filmtec™ Membranes)
4. H_2SO_4
5. Digestion solution
6. Kalium kromat 5 %
7. AgNO_3
8. Asam Sulfanilat
9. NED dihidrochlorida

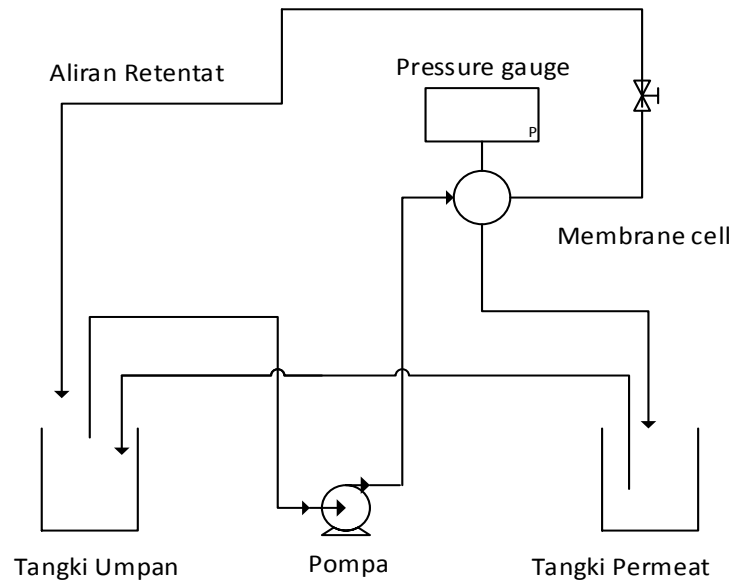
Tabel 3.1 Karakteristik Membran Nanofiltrasi NF270 DOW Filmtec berdasarkan manufaktur

Karakteristik	NF270
Material	Poliamide Thin-Film Composite
MWCO (Da)	150 – 200
Tekanan Maksimum (bar)	41
Temperatur maksimum (°C)	45
Range pH (operasi kontinyu)	2-11
Rejeksi NaCl (%)	50
Rejeksi MgSO ₄ (%)	> 97



Gambar 3.2 Kerangka Pemikiran

3.4.2. Rangkaian Alat Penelitian



Gambar 3.3 Flowchart Proses Filtrasi Membran



Gambar 3.4 Rangkaian Alat Filtrasi Membran

3.5 Teknik Pengumpulan Data

a. Data Primer

Data primer yang dibutuhkan berupa hasil analisa laboratorium sampel limbah domestik dari Kawasan Terboyo Kecamatan Genuk yang diperoleh melalui pengambilan sampel di lapangan. Pengambilan sampel dilakukan sesuai dengan SNI 6989.59 2008 tentang Metoda Pengambilan Contoh Air Limbah dan SNI 6989.57 2008 tentang Metoda Pengambilan Contoh Air Permukaan.

b. Data Sekunder

Data sekunder diperoleh melalui studi literatur dari jurnal penelitian, peraturan terkait baku mutu air minum, dan handbook tentang prinsip kerja membran serta aplikasinya.

3.6 Pembuatan Limbah Sintetik *Saline Domestic Wastewater*

Rentang konsentrasi limbah domestik salinitas tinggi (*saline domestic wastewater*) yang diambil dari Sungai Banjir Kanal Timur dan drainase Kawasan Terboyo untuk parameter TDS, COD dan Klorida adalah masing - masing 3050 – 3160 mg/L, 39.1 – 39.3 mg/L dan 2130 – 3017.5 mg/L. Limbah sintetik yang dibuat mengacu pada karakteristik limbah aslinya dengan konsentrasi TDS 3108 mg/L, COD 39,2 mg/L dan Klorida 2500 mg/L . Sedangkan penelitian terhadap parameter nitrit dan minyak lemak langsung menggunakan limbah asli.

Adapun bahan yang digunakan adalah sebagai berikut :

a. Total Dissolve Solid (TDS)

NaCl teknis 3,108 gr dilarutkan dalam aquadest 1000 ml, sehingga diperoleh konsentrasi TDS sintetik sebesar 3160 mg/L

b. Chemical Oxygen Demand (COD)

COD sintetik dapat dibuat menggunakan glukosa, dimana menurut Boyles (1997) 500 mg/L glukosa memberikan nilai COD 495 mg/L. Sehingga untuk

membuat COD sintetik 39,2 mg/L diperlukan glukosa 0,0392 gr dalam 1 liter aquades.

c. Klorida (Cl⁻)

Dalam penelitian ini digunakan 2 jenis garam yakni Sodium Klorida (NaCl) pro analis dan CaCl₂ food grade sebagai larutan sintetik untuk menggambarkan konsentrasi ion klorida. Untuk mendapatkan konsentrasi klorida 2500 mg/L dibutuhkan 4,5 gr NaCl dalam 1 liter aquades sedangkan kalsium klorida yang dilarutkan sebanyak 3,91 gr dalam 1000 ml aquades.

3.7 Teknik Analisa Data

a. Analisa Sampel

Sampel uji berupa limbah sintetik maupun limbah asli dianalisa sebelum dan sesudah treatment menggunakan membran nanofiltrasi.

▪ *Total Dissolve Solid (TDS)*

Pengukuran TDS dapat dilakukan secara langsung menggunakan peralatan portable yaitu TDS meter, dengan cara mencelupkan probe dalam sampel uji.

▪ *Chemical Oxygen Demand (COD)*

Analisa COD sesuai SNI 06-6989.3-2004 tentang Cara Uji Kebutuhan Oksigen Kimiawi (KOK) dengan Refluks Tertutup Secara Spektrometri.

1. Sampel uji sebanyak 2,5 ml dimasukkan ke dalam tabung reaksi, lalu ditambahkan 1,5 ml digestion solution serta pereaksi asam sulfat 3,5 ml.
2. Larutan campuran dikocok supaya homogen, kemudian masukkan ke dalam COD reaktor selama 120 menit dengan temperatur 150°C, lalu dinginkan.

3. Lakukan pengukuran sampel menggunakan spektrofotometer dengan panjang gelombang 600 nm untuk konsentrasi COD tinggi (≥ 100 mg/L) dan 420 nm untuk COD rendah (≤ 90 mg/L).
4. Baca nilai absorbansinya, lalu masukkan dalam kurva kalibrasi.

▪ Klorida

Ion klorida dianalisa dengan metode mohr (argentometri) berdasarkan SNI 6989.19:2009 dengan langkah sebagai berikut :

1. Ambil 1 ml sampel uji, lakukan pengenceran 100 kali (dikarenakan metode argentometri hanya dapat diaplikasikan untuk konsentrasi klorida ≤ 100 mg/L).
2. Campurkan larutan yang telah diencerkan serta 1 ml kalium kromat 5 % ke erlenmeyer 250 ml
3. Lakukan titrasi dengan perak nitrat (AgNO_3) yang telah dibakukan hingga terjadi perubahan warna (kuning kemerahan)
4. Ulangi point 1-3 untuk larutan blanko (aquadest)
5. Hitung konsentrasi klorida dengan rumus berikut :

$$[\text{Cl}^-] = \frac{(A-B) \times N}{V} \times f \quad (3.1)$$

dengan, A : Jumlah titran / perak nitrat yang diperlukan dalam titrasi sampel uji (mL)

B : Jumlah titran / perak nitrat yang diperlukan dalam titrasi blanko (mL)

N : Normalitas titran

f : Pengenceran

V : Jumlah sampel uji (mL)

- Minyak Lemak

Parameter minyak lemak dianalisa dengan 2 metode yaitu metode gravimetri (SNI 6989.10 :2011) untuk limbah sebelum diolah (feed) dan menggunakan analyser untuk permeat (limbah setelah treatment).

- Nitrit

Uji nitrit dilakukan dengan metode spektrofotometri dengan langkah sebagai berikut

- a. Tambahkan 1 ml asam sulfanilat dan 1 ml NED dihydrochlorida ke dalam 25 ml contoh uji, lalu kocok dan diamkan selama 15 menit.
- b. Ukur intensitasnya dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 520 nm.
- c. Buat larutan standar nitrit 0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.5, 0.7 dan 1.0 ppm dengan mengencerkan larutan standar nitrit 10 ppm.
- d. Lakukan prosedur yang sama untuk 25 ml tiap larutan standar, lalu buat kurva kalibrasi antara absorban dan konsentrasi (ppm) serta tentukan slope (ppm/unit absorbansi)

b. Pengukuran Kinerja Membran

1. Uji Fluks Membran

Pengujian fluks membran dilakukan dengan tahapan sebagai berikut :

- Membran dicetak menggunakan alat pencetak membran dengan diameter 4.2 cm, kemudian direndam selama 30 menit dalam aquades.
- Selanjutnya membran dikompaksi dengan aquades menggunakan unit membran dalam waktu 30 menit supaya

struktur pori membran lebih stabil dengan tekanan lebih tinggi dari tekanan operasi.

- Fluks awal (J_0) diukur menggunakan aquades selama 15 menit untuk mengetahui nilai fluks membran terhadap aquades.
- Filtrasi dapat dilakukan dengan melewatkan sampel larutan selama 2 jam pada tekanan operasi yang diinginkan.
- Permeat ditimbang per 15 menit untuk menguji fluks (J).

Fluks dihitung dengan persamaan berikut (Mulder, 1996) :

$$J = \frac{V}{A.t} \quad (3.2)$$

dengan : J = Fluks (liter/m² jam)
 V = Volume permeat (liter)
 A = Luas Membran (m²)
 t = Waktu pengambilan permeat (jam)

2. Perhitungan Rejeksi

Koefisien rejeksi (R) merupakan parameter yang berfungsi untuk menggambarkan selektifitas membran dengan rumus (mulder. 1996)

$$R = 1 - \frac{c_p}{c_f} \times 100\% \quad (3.3)$$

R = Koefisien rejeksi (%)
 C_p = Konsentrasi zat terlarut permeat
 C_f = Konsentrasi zat terlarut umpan