

**PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI MEMBRAN
NANOFILTRASI UNTUK PENGOLAHAN AIR**



Tesis

**Untuk memenuhi sebagian persyaratan
Mencapai derajat Sarjana S-2**

Magister Teknik Kimia

Eka Cahya Muliawati

L4C 009 019

**MAGISTER TEKNIK KIMIA
UNIVERSITAS DIPONEGORO
SEMARANG**

Februari

2012

By EKA CAHYA M. L4C009019

KATA PENGANTAR

Dengan memanjatkan segala puji syukur ke hadirat Allah SWT atas semua rahmat dan karunia-Nya sehingga penyusun dapat menyelesaikan tesis yang berjudul “Pembuatan Dan Karakterisasi Membran Nanofiltrasi Untuk Pengolahan Air” disusun untuk memenuhi persyaratan mencapai derajat S-2 pada Program Magister Teknik Kimia Universitas Diponegoro Semarang. Penyajian tesis meliputi Latar Belakang, Tujuan, Ruang Lingkup, dan Manfaat Penelitian yang dirangkum pada Bab 1, Tinjauan Pustaka pada Bab 2, Metode Penelitian pada Bab 3, Hasil dan Pembahasan pada Bab 4, Kesimpulan dan Saran pada Bab 5, serta Ringkasan pada Bab 6.

Pada kesempatan ini penulis menyampaikan terima kasih kepada Bapak Dr. Tutuk Djoko Kusworo, ST, M.Eng. dan Ibu Ir. Kristinah Haryani, MT. selaku pembimbing yang telah memberikan arahan dan bimbingan yang intensif mulai dari penulisan proposal, pelaksanaan penelitian sampai dengan penulisan laporan tesis ini. Penulis juga menyampaikan terima kasih kepada Pengelola Laboratorium Universitas Airlangga Surabaya, Pengelola Laboratorium Universitas Negeri Surabaya, Pengelola Laboratorium Mer-C Universitas Diponegoro Semarang. Tak lupa terimakasih kepada keluarga tercinta atas cinta, dukungan, motivasi, dan doa tanpa henti demi keberhasilan tesis ini, serta teman seperjuangan dan semua pihak yang telah membantu proses penyelesaian penelitian ini.

Tidak ada yang sempurna di dunia, begitu pun dengan tesis ini. Segala yang terbaik telah dilakukan dalam proses penyelesaiannya, namun kritik dan saran yang bersifat membangun sangat diharapkan sehingga karya ini dapat lebih bermanfaat bagi siapapun yang membacanya.

Semarang, Februari 2012

Penulis

HALAMAN PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa tesis ini adalah hasil pekerjaan saya sendiri dan di dalamnya tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan tinggi dan lembaga pendidikan lainnya. Pengetahuan yang diperoleh dari hasil penerbitan maupun yang belum/tidak diterbitkan, sumbernya dijelaskan di dalam tulisan dan daftar pustaka.

Semarang, Februari 2012

Eka Cahya Muliawati

By EKA CAHYA M. L4C009019

DAFTAR ISI

Halaman Judul.....	i
Halaman Pengesahan	ii
Kata Pengantar	iii
Surat Pernyataan.....	iv
Daftar Isi.....	v
Daftar Tabel	ix
Daftar Gambar.....	xi
Daftar Singkatan.....	xiv
Abstrak	xv
Abstract	xvi

BAB I : PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Ruang Lingkup Penelitian.....	5
1.5 Manfaat Penelitian	5

BAB II : TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tumbuhan Nanas	6
2.1.1 Sifar-Sifat Serat Nanas	7
2.2 Selulosa	8
2.3 Selulosa Asetat.....	9
2.4 Pulp	12
2.5 Metode Pemutihan (<i>bleaching</i>) Pulp.....	13
2.6 Tinjauan tentang Membran	13
2.7 Klasifikasi Membran	14

2.7.1 Jenis Membran Berdasarkan Bahan Dasar Pembuatan	14
2.7.2 Jenis Membran Berdasarkan Fungsi	14
2.7.2.1 Definisi Nanofiltrasi.....	16
2.7.2.2 Prinsip Kerja Nanofiltrasi	17
2.7.2.3 Aplikasi Membran Dalam Industri	18
2.7.3 Jenis Membran Berdasarkan Morfologi.....	20
2.7.4 Jenis Membran Berdasarkan Prinsip Pemisahannya.....	21
2.8 Metode Pembuatan Membran	22
2.8.1 <i>Sintering</i>	22
2.8.2 <i>Stretching</i>	23
2.8.3 <i>Track-Etching</i>	23
2.8.4 <i>Template-leaching</i>	23
2.8.5 Inversi Vasa.....	24
2.8.6 <i>Coating</i>	25
2.8.7 Pengaruh Berbagai Parameter Pada Morfologi Membran Dalam Pembuatan Membran.....	26
2.9 Proses Pemisahan dan Transport pada Membran.....	28
2.10 Membran Selulosa Asetat	29
2.11 Karakterisasi Membran	29
2.11.1 Fluks Dan Rejeksi	29
2.11.2 SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>)	30
2.11.3 Ketebalan Membran	32
2.11.4 Uji Tarik.....	32
2.12 Bahan Aditif Pada Polimer.....	33
BAB III: METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Bahan	35
3.2 Alat.....	35
3.3 Metode Penelitian.....	35
3.4 Prosedur Penelitian.....	37

3.5 Teknik Analisis	40
BAB IV: HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Pembuatan Pulp Serat Daun Nanas	45
4.2 Hasil Pemutihan Pulp	46
4.3 Sintesis Selulosa Diasetat Dari Serat Daun Nanas.....	47
4.4 Pembuatan Membran Selulosa Diasetat Dari Serat Daun Nanas dan Pembuatan Membran Selulosa Asetat Komersial	48
4.5 Karakterisasi Membran	50
4.5.1 Penentuan Morfologi Membran	50
4.5.2 Pengaruh Penambahan Aditif PEG Pada Morfologi Membran	52
4.5.3 Pengaruh Waktu Penguapan Pada Morfologi Membran.....	55
4.6 Pengukuran Fluks Membran	58
4.6.1 Pengaruh Waktu Penguapan Pelarut Terhadap Hasil Pengukuran Fluks Membran	59
4.6.2 Pengaruh Penambahan Poli Etilen Glikol (PEG) Terhadap Hasil Pengukuran Fluks Membran.....	61
4.7 Pengukuran Rejeksi Membran	62
4.7.1 Pengaruh Penambahan Aditif PEG Terhadap Hasil Pengukuran Rejeksi.....	63
4.7.2 Pengaruh Waktu Penguapan Pelarut Terhadap Hasil Pengukuran Rejeksi.....	64
4.8 Hasil Analisa FTIR (<i>Fourier Transform Infrared</i>).....	65
4.9 Hasil Pengukuran Sifat Mekanik Membran Dengan Uji Tarik.....	70
BAB V : PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	73
5.2 Saran.....	74
BAB VI: RINGKASAN	75

DAFTAR PUSTAKA	77
Lampiran	83

DAFTAR TABEL

2.1	Komposisi kimia serat nanas, serat kapas dan rami	7
2.2	Jenis membran berdasarkan fungsi	15
2.3	Aplikasi membran dalam industri	19
3.1	Parameter yang diukur, metode pengukuran dan instrumen yang digunakan	42
3.2	Rancangan variabel pembuatan membran dengan variasi konsentrasi PEG	43
3.3	Rancangan variabel pembuatan membran dengan variasi waktu penguapan tanpa penambahan 1% air	43
3.4	Rancangan variabel pembuatan membran dengan variasi waktu penguapan dengan penambahan 1% air	44
4.1	Data pengukuran fluks membran dengan variasi komposisi membran 23% CA, 5% PEG cair, variasi waktu penguapan pelarut (10, 15, 25) detik kondisi operasi 5 bar.....	60
4.2	Data pengukuran fluks membran dengan variasi komposisi membran 23% CA, 5% PEG cair, 1% aquades variasi waktu penguapan pelarut (10, 15, 25) detik kondisi operasi 5 bar	61
4.3	Data pengukuran fluks membran dengan variasi komposisi membran 23% CA, 2,5, 3,5 dan 5% PEG cair, waktu penguapan pelarut 25 detik kondisi operasi 5 bar	62
4.4	Data pengukuran rejeksi membran pada tiap variasi komposisi PEG	63
4.5	Data pengukuran rejeksi membran pada tiap variasi waktu penguapan tanpa penambahan 1% air dalam pembuatan membran.....	64
4.6	Data pengukuran rejeksi membran pada tiap variasi waktu penguapan dengan penambahan 1% air dalam pembuatan membran.....	65
4.7	Senyawa pada grafik absorbansi CA+aseton dengan CA+	

aseton+PEG.....	67
4.8 Senyawa pada grafik absorbansi CA dengan waktu penguapan 15 dan 25 detik dengan aquades.....	69
4.9 Senyawa pada grafik absorbansi CA dengan waktu penguapan 25 detik tanpa dan dengan aquades.....	70
4.10 Data pengukuran <i>modulus young</i> membran dengan variasi komposisi membran 23% CA, 5% PEG cair dan variasi waktu penguapan pelarut 10, 15, dan 25 detik.....	71
4.11 Data pengukuran <i>modulus young</i> membran dengan variasi komposisi membran 23% CA, 5% PEG cair dan variasi waktu penguapan pelarut 10, 15, dan 25 detik dengan penambahan aquades.....	71
4.12 Data pengukuran <i>modulus young</i> membran dengan variasi komposisi membran 23% CA, (2,5, 3,5, dan 5) % PEG cair waktu penguapan pelarut 25 detik	72

DAFTAR GAMBAR

2.1	Struktur selulosa.....	8
2.2	Mekanisme reaksi asetilasi.....	11
2.3	Skema pembagian proses filtrasi berdasarkan ukuran partikel ..	17
2.4	Karakteristik proses membran ..	18
2.5	Membran simetri ..	20
2.6	Membran asimetri ..	21
2.7	Membran berpori.....	21
2.8	Membran tak berpori.....	22
2.9	Skema proses <i>sintering</i> ..	23
2.10	Metode pembuatan membran dengan metode inversi fasa ..	24
2.11	Diagram fasa sistem CA/dioxan/air pada konsentrasi 10% dan 20% CA dalam larutan <i>casting</i> ..	27
2.12	Diagram fasa sistem CA/ aseton/ air dalam larutan <i>casting</i> ..	27
2.13	Skema pemisahan membran.....	28
2.14	Skema kerja SEM.....	31
2.15	Kurva tegangan-regangan ..	33
2.16	Rumus molekul polietilen glikol.....	34
3.1	Diagram alir penelitian.....	36
3.2	Rangkaian alat reflux ..	38
3.3	Skema peralatan untuk pengukuran fluks membran ..	41
4.1	Hasil preparasi serat daun nanas ..	45
4.2	Proses pembuatan lembaran pulp.....	46
4.3	Proses pembuatan larutan <i>dope</i>	47
4.4	Proses pembuatan membran dengan metode inversi fasa ..	48
4.5	Proses koagulasi ..	50
4.6	Hasil SEM penampang melintang membran selulosa diasetat serat daun	

Nanas.....	51
4.7 Hasil SEM permukaan membran selulosa diasetat serat daun Nanas.....	52
4.8 Hasil SEM penampang melintang membran untuk penambahan 2,5% PEG.....	52
4.9 Hasil SEM penampang melintang membran untuk penambahan 3,5% PEG.....	53
4.10 Hasil SEM penampang melintang membran untuk penambahan 5% PEG.....	53
4.11 Hasil SEM permukaan membran untuk penambahan 2,5% PEG.....	54
4.12 Hasil SEM permukaan membran untuk penambahan 3,5% PEG.....	54
4.13 Hasil SEM permukaan membran untuk penambahan 5% PEG.....	54
4.14 Hasil SEM penampang melintang membran untuk variasi waktu penguapan 25 detik tanpa penambahan 1% aquades.....	55
4.15 Hasil SEM penampang melintang membran untuk variasi waktu penguapan 15 detik dengan penambahan 1% aquades.....	56
4.16 Hasil SEM penampang melintang membran untuk variasi waktu penguapan 25 detik dengan penambahan 1% aquades.....	56
4.17 Hasil SEM permukaan membran untuk variasi waktu penguapan pelarut 25 detik tanpa penambahan 1% aquades.....	57
4.18 Hasil SEM permukaan membran untuk variasi waktu penguapan pelarut 15 detik dengan penambahan 1% aquades.....	57
4.19 Hasil SEM penampang permukaan membran untuk variasi waktu penguapan 25 detik dengan penambahan 1% aquades.....	58
4.20 Grafik antara fluks membran dengan variasi waktu penguapan 10,15 dan 25 detik tanpa dan dengan 1% aquades.....	60
4.21 Grafik antara rejeksi membran dengan tiap variasi komposisi PEG.....	63
4.22 Grafik antara rejeksi membran dengan tiap variasi waktu penguapan pelarut	

	tanpa penambahan 1% aquades..... ..	64
4.23	Grafik antara rejeksi membran dengan tiap variasi waktu penguapan pelarut dengan penambahan 1% aquades..... ..	65
4.24	Analisa FTIR untuk spektrum selulosa diasetat dari serat daun nanas	66
4.25	Analisa FTIR untuk spektrum	
	1.selulosa asetat + aseton	67
	2.selulosa asetat + aseton + PEG	67
4.26	Analisa FTIR untuk spektrum selulosa asetat + aseton + PEG	
	1.waktu penguapan pelarut 15 detik	69
	2.waktu penguapan pelarut 25 detik	69
	3.waktu penguapan pelarut 25 detik + dengan aquades	69

DAFTAR SINGKATAN

BBT Kemenperin	: Balai Besar Tekstil Kementrian Perindustrian
BM	: Berat Molekul
BOD	: <i>Biochemical oxygen demand</i>
CA	: <i>Cellulose Acetate</i>
COD	: <i>Chemical oxygen demand</i>
DT	: Daerah Tingkat
DMSO	: <i>Dimethyl sulfoxide</i>
ECF	: <i>Elementally Chlorine Free</i>
FAO	: <i>Food and Agriculture Organization</i>
FTIR	: <i>Fourier transform infrared spectroscopy</i>
NF	: Nanofiltrasi
NTU	: <i>Nephelometric Turbidity Units</i>
PA	: <i>Polyamide</i>
PAN	: <i>Polyacrylonitrile</i>
PEG	: <i>Polyethylene Glycol</i>
RO	: <i>Reverse Osmosis</i>
SEM	: <i>Scanning Electron Microscope</i>
TPA	: Tempat Pembuangan Akhir
TCF	: <i>Totally Chlorine Free</i>
TDS	: <i>Total Dissolved Solids</i>

ABSTRAK

Teknologi membran berkembang pesat karena dapat diaplikasikan dalam berbagai bidang. Oleh karena itu pada penelitian ini dilakukan pembuatan membran selulosa asetat dalam proses pembuatan membran nanofiltrasi. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui komposisi bahan pembuat membran yang menghasilkan kinerja optimum, mengetahui pengaruh waktu penguapan pelarut dan pengaruh penambahan PEG terhadap kinerja membran pada proses pembuatan membran asimetri untuk pengolahan air. Membran dibuat dengan metode inversi fasa dengan variasi waktu penguapan pelarut 10 detik, 15 detik, 25 detik dan variasi penambahan PEG 2,5%, 3,5%, 5%. Karakterisasi membran meliputi fluks, rejeksi, dan analisis morfologi membran kinerja optimum menggunakan SEM (Scanning Electron Microscopy). Fluks dan rejeksi diukur dengan menggunakan air payau sebagai umpan. Membran dengan kinerja optimum diperoleh pada komposisi selulosa asetat 23%, poli etilen glikol 5%, dan aseton 72%, penambahan air 1% pada waktu penguapan pelarut 25 detik dan suhu koagulan pada suhu kamar. Karakterisasi membran diperoleh kinerja optimum meliputi : fluks $34.416 \text{ L.m}^{-2}.\text{jam}^{-1}.\text{bar}^{-1}$, rejeksi untuk kekeruhan 92 %, rejeksi untuk TDS (padatan terlarut) 85 %, rejeksi untuk ion multivalent yaitu Ca sebesar 81%, modulus young 12433 N/cm^2 .

Kata kunci : membran asimetrik; PEG; selulosa asetat; selulosa diasetat; waktu penguapan

ABSTRACT

Membrane technology developed rapidly as it can be applied in various fields. Therefore in this study carried the manufacture of cellulose acetate membrane in the process of nanofiltration membranes. The purpose of this study was to determine the composition of the membrane manufacturer that produces optimum performance, the effect of solvent evaporation time and the effect of adding PEG to the performance of membrane asymmetry in the production of membranes for water treatment. Membranes prepared by phase inversion method with variation of solvent evaporation time of 10 seconds, 15 seconds, 25 seconds and the variation of the addition of 2.5% PEG, 3.5%, 5%. Characterization of the membrane covering flux, rejection, and optimum performance of the membrane morphological analysis using SEM (Scanning Electron Microscopy). Flux and rejection were measured using brackish water as feed. Membrane with optimum performance is obtained on the composition of 23% cellulose acetate, poly ethylene glycol 5%, and 72% acetone, the addition of 1% water in the solvent evaporation time of 25 seconds and room temperature. Characterization of the membrane optimum are flux $34.416 \text{ L.m}^{-2}.\text{jam}^{-1}.\text{bar}^{-1}$, rejection for turbidity 92% TDS rejection to (dissolved solids) 85 %, rejection for multivalent ions (Ca) 81%, modulus young 12433 N/cm^2 .

Keywords: asymmetric membrane; PEG; cellulose acetate; cellulose diacetate; evaporation

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Istilah membran didefinisikan sebagai lapisan tipis, pembatas antara dua fasa yang bersifat semipermeabel. Teknologi membran banyak dikembangkan, karena mempunyai beberapa keunggulan dibanding proses pemisahan yang lain. Keunggulannya yaitu pemisahan (*separation*) dapat berlangsung secara kontinyu, energi yang digunakan umumnya rendah, proses membran dapat dikombinasikan dengan proses pemisahan yang lain, sifat-sifat dan variabel membran dapat disesuaikan, zat aditif yang digunakan tidak terlalu banyak, pemisahan larutan-larutan yang peka terhadap suhu (misalnya larutan biologis dan organik), energinya tergolong hemat dan bersih, serta relatif tidak menimbulkan limbah (Nunes, 2001). Dengan keunggulannya tersebut teknologi membran digunakan dalam aplikasi yang makin luas, misalnya desalinasi air laut dan air payau, pemisahan dan pemekatan air limbah industri (*waste water treatment*), penjernihan dan sterilisasi air minum, pemisahan gas, pemisahan darah untuk penderita ginjal, serta bioteknologi.

Di Indonesia, teknologi membran belum berkembang begitu pesat seperti di negara maju karena membran belum banyak diproduksi di Indonesia. Industri yang akan menggunakan teknologi ini harus mengimpor membran beserta modul dan sistemnya sehingga harganya relatif lebih mahal. Upaya pencarian bahan baku alternatif sebagai bahan baku pembuatan membran juga sangat diperlukan mengingat Indonesia kaya dengan tanaman berselulosa tinggi. Menurut hasil penelitian Balai Besar Tekstil Kementerian Perindustrian salah satu tanaman yang mempunyai selulosa tinggi yaitu sekitar (69,5-71,5) % pada bagian daunnya adalah serat daun nanas (<http://www.bbt.kemenperin.go.id/index.php/hasil-penelitian/arena-tekstil/46-arena-2004/81-serat-nanas>).

Akhir-akhir ini, produksi nanas dunia mengalami peningkatan. Lebih dari 1 milyar ton diperdagangkan setiap tahunnya. Data dari FAO (*Food and Agriculture*

Organization) menunjukkan pada tahun 2008 jumlah produksi nanas dunia sekitar 21% dan 80% produksi nanas terkonsentrasi di Asia khususnya Thailand, Filipina, dan Indonesia (http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/inpho/docs/Post_Harvest_Compndium_-_Pineapple.pdf). Dengan meningkatnya penggunaan tumbuhan nanas yang cukup besar juga akan meningkatkan limbah yang dihasilkan. Salah satu limbah tumbuhan nanas di kota khususnya di pasar-pasar tradisional adalah limbah daun bagian pucuk buah. Dan dalam kenyataannya, belum ada penanganan khusus terhadap limbah ini selain biasa ditimbun dalam tanah atau dibuang bersama limbah lain di Tempat Pembuangan Akhir (TPA) (Santoso, 2007). Menurut Praktikno (2008) juga disebutkan tanaman nanas akan dibongkar setelah dua atau tiga kali panen untuk diganti tanaman baru, oleh karena itu limbah daun nanas terus berkesinambungan. Sehingga penelitian mendalam terhadap daun nanas untuk berbagai bidang aplikasi khususnya dibidang membran sangat penting untuk meningkatkan nilai guna tumbuhan nanas mengingat limbah daun nanas yang belum dimanfaatkan secara optimal.

Sampai saat ini penelitian yang terkait dengan kondisi pembuatan membran dan pencarian alternatif bahan baku membran masih terus menarik untuk diteliti. Hal itu disebabkan, karena banyaknya parameter yang mempengaruhi karakteristik membran yang dihasilkan. Kombinasi dari berbagai parameter tersebut memungkinkan diperolehnya *tailor-made membranes* yang spesifik untuk tujuan pemisahan tertentu.

1.2 Rumusan Masalah

Pemanfaatan membran nanofiltrasi dan RO semakin meningkat, terutama untuk memenuhi kebutuhan air bersih. Hal ini disebabkan desalinasi air laut dengan NF dan RO memiliki banyak keuntungan, seperti hemat energi, biaya produksi yang rendah, waktu mulai dan selesai yang singkat, periode konstruksi yang singkat, ruang instalasi yang lebih kecil dan biaya total air yang lebih rendah (Kumano and Fujiwara, 2008). Peningkatan penggunaan membran selanjutnya akan

mengakibatkan peningkatan kebutuhan CA sebagai bahan baku membran. Kebutuhan CA yang semakin besar akan mendorong produksi dan pengembangan CA dari berbagai macam teknologi dan bahan baku. Limbah daun nanas di Indonesia memiliki potensi yang sangat besar untuk dikembangkan menjadi bahan dasar pembuatan CA karena memiliki jumlah yang sangat banyak dengan kandungan selulosa yang tinggi, namun pemanfaatannya masih sedikit. Pada studi sebelumnya, telah dilakukan pembuatan membran nanofiltrasi untuk pemurnian air oleh Said (2000). Said menyimpulkan dengan konsentrasi CA yang digunakan antara lain 15%, 20%, 25%, 30% dan 35% serta dibandingkan dengan membran komersial (NTR 795 HR). Dari hasil proses diperoleh kinerja optimum untuk membran yang dibuat dari selulosa asetat 25% dengan pelarut aseton.

Selulosa asetat (CA) dipilih sebagai komponen polimer dikarenakan CA dapat membentuk struktur asimetrik dengan lapisan aktif yang sangat tipis dan dapat menahan bahan terlarut pada lapisan pendukung yang kasar, serta toleran terhadap klorin dan tahan terhadap terjadinya pengendapan (Uemura and Henmi, 2008; Kumano and Fujiwara, 2008). Selain itu, koeksistensi permeabilitas yang tinggi dan selektifitas yang tinggi dari CA memungkinkan untuk menghasilkan keseimbangan sifat hidrofilik dan hidrofobik (Kumano and Fujiwara, 2008).

Fadillah (2003), Rini dkk (2007), Mohammadi (2009) dan Saljoughi (2010) telah dilakukan pembuatan membran dengan penambahan aditif PEG mempunyai pengaruh yaitu meningkatkan laju permeasi membran karena PEG diketahui sebagai bahan organik pembentuk pori pada membran. Yang dkk (2001) juga menyebutkan bahwa peningkatan jumlah PEG dapat meningkatkan porositas membran komposit kitosan-selulosa, yang diperlihatkan melalui peningkatan nilai fluks membran tersebut. Sementara menurut Su dkk (2009) PEG adalah senyawa *biocompatible*, *highly hydrophilic* dan anti *fouling*.

Mengingat pada penelitian sebelumnya fluks yang maksimal akan didapat pada *critical shear rate*, dimana kenaikan *shear rate* setelah titik *critical shear rate* akan menurunkan jumlah fluks (Ismail dkk, 2002 dan Ali dkk, 2009). Variabel waktu

penguapan solvent secara jelas mengindikasikan bahwa semakin lama waktu penguapan solvent maka sebagai hasilnya akan mempertebal permukaan membran bagian dense dan memperkecil ukuran pori sebagai akibat dari adanya pembentukan konsentrasi polimer yang tinggi pada daerah sekitar *dope* - lapisan udara sehingga menyebabkan selektivitas membran meningkat dan fluks rendah (Bhongsuwan dkk, 2008). Menurut Cristina (1998) untuk mendapatkan struktur pori yang asimetrik harus memperhatikan waktu penguapan pelarut dan suhu koagulan selama proses pencetakan membran.

Sebelumnya juga pernah dilakukan penelitian penambahan air dalam larutan *dope* membran menurut Ismail dkk (2004) dan Ciptaraharja (2006) dijelaskan bahwa dengan penambahan non pelarut air akan memberikan struktur lapisan atas membran asimetrik. Dengan penambahan non pelarut air pori membran akan lebih terbuka sehingga akan memberikan nilai fluks yang lebih tinggi. Mekanisme pembentukan membran akan berubah dari *delayed demixing* menuju mekanisme pembentukan membran yang lebih *instantaneous* sehingga pada saat penambahan air pori sudah mulai terbentuk.

Mengingat beberapa referensi tersebut diatas, kebaruan pada penelitian kali ini yang akan dirumuskan sebagai permasalahan yaitu membuat membran selulosa asetat komersial kondisi operasi optimum dengan berbagai variabel didalamnya yang kemudian komposisi optimum diterapkan pada pembuatan membran selulosa diasetat dari serat daun nanas. Juga memvariasi penambahan bahan aditif PEG, memodifikasi waktu penguapan pelarut dan penambahan *nonsolven* air ke dalam larutan *dope* pada membran selulosa asetat komersial untuk meningkatkan kinerja pada membran.

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk :

1. Mensintesis selulosa diasetat dari limbah daun nanas
2. Membuat membran nanofiltrasi dari bahan dasar limbah daun nanas

3. Mengkaji komposisi bahan pembuat membran nanofiltrasi selulosa asetat komersial untuk mendapatkan kinerja membran yang optimal
4. Mengkaji pengaruh aditif PEG, waktu penguapan pelarut dan penambahan air pada larutan *dope* terhadap karakteristik membran nanofiltrasi
5. Mengkaji karakterisasi kinerja membran yang optimal dalam proses nanofiltrasi

1.4 Ruang Lingkup Penelitian

Penelitian ini dibatasi pada :

1. Penggunaan bahan dasar *acetone* sebagai pelarut polimer, *Polyethylene glycol* sebagai aditif dan selulosa asetat komersial dan selulosa diasetat dari serat daun nanas
2. Desain operasi nanofiltrasi membran dioperasikan dengan mode *dead-end*

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat Teoritis

Penelitian ini merupakan kajian eksperimental yang hasilnya berupa data-data empirik tentang karakteristik membran nanofiltrasi agar permeat yang dihasilkan mengandung ion monovalen dan berupa larutan organik dengan BM rendah.

Manfaat Metodologis

Mengetahui variasi komposisi optimal bahan pembuat membran.

Manfaat Praktis

Untuk mengurangi makin banyaknya limbah daun nanas di pasaran agar lebih bernilai tinggi secara ekonomis. Hasil dari penelitian ini dapat dijadikan referensi untuk penelitian pengembangan di masa depan khususnya dibidang teknologi membran.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tumbuhan Nanas

Tanaman nanas (*Ananas cosmosus*) termasuk famili *Bromeliaceae* merupakan tumbuhan tropis dan subtropis yang banyak terdapat di Filipina, Brasil, Hawaii, India dan Indonesia. Di Indonesia tanaman tersebut terdapat antara lain di Subang, Majalengka, Purwakarta, Purbalingga, Bengkulu, Lampung dan Palembang, yang merupakan salah satu sumber daya alam yang cukup berpotensi. Menurut data yang diperoleh oleh BBT Kemenperin, perkebunan nanas yang dimiliki kabupaten DT II Muara Enim Palembang seluas 26.345 Ha, Subang 4000 Ha, Lampung Utara 32.000 Ha dan Lampung Selatan 20.000 Ha (<http://www.bbt.kemenperin.go.id/index.php/hasil-penelitian/arena-tekstil/46-arena-2004/81-serat-nanas>).

Namun hingga saat ini tanaman nanas baru buahnya saja yang dimanfaatkan, sedangkan daunnya belum banyak dimanfaatkan sepenuhnya. Pada umumnya daun nanas dikembalikan ke lahan untuk digunakan sebagai pupuk. Tanaman nanas dewasa dapat menghasilkan 70 – 80 lembar daun atau 3 –5 kg dengan kadar air 85 %. Setelah panen bagian yang menjadi limbah terdiri dari : daun 90 %, tunas batang 9 % dan batang 1 % (<http://www.bbt.kemenperin.go.id/index.php/hasil-penelitian/arena-tekstil/46-arena-2004/81-serat-nanas>). Serat nanas terdiri atas: selulosa dan non selulosa yang diperoleh melalui penghilangan lapisan luar daun secara mekanik. Lapisan luar daun berupa pelepah yang terdiri atas sel kambium, zat pewarna yaitu klorofil, *xanthophyl* dan *carotene* yang merupakan komponen kompleks dari jenis tanin, serta lignin yang terdapat di bagian tengah daun. Selain itu lignin juga terdapat pada lamela dari serat dan dinding sel serat. Serat yang diperoleh dari daun nanas muda kekuatannya relatif rendah dan seratnya lebih pendek dibanding serat dari daun yang sudah tua. Komposisi kimia serat nanas disajikan pada Tabel 2.1. Sebagai pembanding disajikan juga komposisi kimia serat kapas dan rami.

Tabel 2.1. Komposisi Kimia Serat Nanas, Serat Kapas dan Rami (<http://www.bbt.kemenperin.go.id/index.php/hasil-penelitian/arena-tekstil/46-arena-2004/81-serat-nanas>)

Komposisi kimia	Serat Nanas (%)	Serat Kapas (%)	Serat Rami (%)
1. Alpha Selulosa	69,5 – 71,5	94	72 – 92
2. Pentosan	17,0 – 17,8	-	-
3. Lignin	4,4 – 4,7	-	0 - 1
4. Pektin	1,0 – 1,2	0,9	3 – 27
5. Lemak dan Wax	3,0 – 3,3	0,6	0,2
6. Abu	0,71 – 0,87	1,2	2,87
7. Zat-zat lain (protein, asam organik, dll)	4,5 – 5,3	1,3	6,2

2.1.1 Sifat-Sifat Serat Nanas

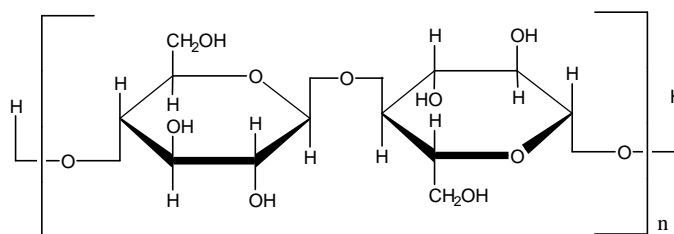
Menurut BBT kemenperin secara mikroskopi penampang membujur serat nanas dilihat dengan SEM, permukaannya terdiri atas fibril–fibril dan dengan sinar X menunjukkan bahwa serat nanas mempunyai derajat kristalinitas yang tinggi dengan sudut spiral kira-kira 15°. Pada daerah kristalin molekul-molekulnya tersusun lebih kuat/kencang dengan ikatan hidrogen dan gaya van der waals, sehingga serat nanas mempunyai kekuatan yang relatif tinggi. Kekakuan lentur atau *Flexural rigidity* dan *torsional rigidity* serat relatif lebih tinggi dibanding kapas. Hal ini menyebabkan serat mempunyai ketahanan yang besar untuk digintir (twist), sehingga serat cenderung tidak segera tergintir pada saat proses penggintiran selesai. Oleh karena itu serat cenderung kaku dan agak sulit untuk mendapatkan serat yang kompak seperti yang dikehendaki. Sifat porous dan menggelembung (swelling) pada serat nanas menunjukkan adanya sifat daya absorpsi lembab dan kemampuan untuk dicelup. Serat nanas tidak menunjukkan pengurangan kekuatan dalam penyimpanan hingga 6 bulan, sedangkan penyimpanan lebih dari 6 bulan terjadi penurunan kekuatan.

Melihat kondisi tersebut di atas serta sifat-sifat serat nanas, maka pemanfaatan limbah daun nanas untuk teknologi membran dimungkinkan memiliki prospek usaha yang positif dan perlu dikembangkan agar diperoleh teknologi tepat guna dengan nilai tambah yang cukup tinggi. Dalam penelitian ini dicoba memanfaatkan serat daun nanas sebagai bahan dasar polimer membran yaitu selulosa diasetat.

2.2 Selulosa

Selulosa adalah polisakarida yang tersusun atas satuan-satuan glukosa yang dihubungkan dengan ikatan glikosida β -1,4 antarmolekul glukosa penyusunnya (Fessenden dkk, 1992). Bahan ini merupakan komponen penyusun dinding sel tumbuhan yang memberikan daya regang sangat tinggi sehingga tumbuhan dapat tumbuh dan berkembang (John P., 1992). Selulosa merupakan salah satu polimer alam yang melimpah dan dapat dimodifikasi dimana kegunaannya sangat luas mulai dari bidang industri kertas, film transparan, film fotografi, plastik *biodegradable*, sampai untuk membran yang digunakan diberbagai bidang industri (Misdawati, 2005).

Selulosa mempunyai rumus kimia $-(C_6H_{10}O_5)_n-$ dengan n derajat polimerisasi antara 500-10.000. Polimer selulosa berbentuk linier dengan berat molekul bervariasi antara 50.000 sampai 2,5 juta. Struktur selulosa terdiri dari rantai polimer β -glukosa yang dihubungkan dengan ikatan glikosida 1,4 yang ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur selulosa (Fessenden dkk, 1992)

Selulosa mempunyai struktur rantai yang linier, sehingga kristal selulosa menjadi stabil. Polimer ini tidak larut dalam air meskipun bersifat hidrofilik. Hal ini disebabkan karena kristalinitas dan ikatan hidrogen intermolekuler antar gugus

hidroksil sangat tinggi. Selulosa hanya dapat larut dengan pelarut yang mampu membentuk ikatan hidrogen dengan selulosa. Adanya ikatan hidrogen tersebut menyebabkan molekul selulosa mengalami pengembangan. Kemampuan mengembang akan semakin meningkat jika ikatan hidrogen yang terbentuk antara selulosa dengan pelarut semakin kuat. Selulosa membentuk kerangka yang dikelilingi oleh senyawa lain yang berfungsi sebagai matriks (hemiselulosa) dan bahan yang melapisi (lignin) (Sjostrom, 1995).

Isolasi selulosa sangat dipengaruhi oleh senyawa yang menyertai di dalam sel. Senyawa-senyawa seperti lemak, lilin, protein, dan pektin sangat mudah dihilangkan dengan cara ekstraksi dengan pelarut organik dan alkali encer. Ada tiga tipe metode utama untuk isolasi dan penentuan selulosa, yaitu :

1. Pemisahan bagian utama poliosa-poliosa dan sisa lignin dari holoselulosa.
2. Isolasi langsung selulosa dari kayu.
3. Penentuan kandungan selulosa dengan cara hidrolisis total kayu, holoselulosa atau α -selulosa, diikuti dengan penentuan gula yang dihasilkan.

Dalam setiap metode isolasi, selulosa tidak dapat diperoleh dalam keadaan murni, namun hanya diperoleh sebagai hasil yang kurang murni yang biasanya disebut α -selulosa (Fengel dkk, 1995). Selulosa dapat dimodifikasi melalui reaksi esterifikasi menghasilkan suatu ester organik dan salah satu diantaranya yang dikenal dengan nama selulosa asetat. Selulosa ini umumnya diperlukan untuk mengurangi kristalinitas dan membuatnya lebih reaktif (Misdawati, 2005).

2.3 Selulosa Asetat

Selulosa asetat (CA) merupakan ester organik selulosa yang berupa padatan putih, tidak berbau dan tidak berasa serta merupakan ester yang paling penting yang berasal dari asam organik (Kirk dkk, 1985). Selain asam sulfat, dalam pembentukan CA dapat digunakan katalis asam perklorat dan zink/seng klorida. Selulosa memiliki tiga gugus hidroksil tiap residu anhidroglukosa sehingga dapat dibentuk menjadi selulosa mono-, di- atau triasetat. CA yang homogen hanya diperoleh dari substitusi

sempurna gugus-gugus hidroksil anhidroglukosa menjadi selulosa triasetat. Hal ini dapat terjadi karena sifat alami yang acak dari suatu reaksi (Sjostrom, 1995).

Jumlah gugus hidroksil yang tergantikan oleh gugus asetil berpengaruh terhadap aplikasi CA. CA tidak mudah terbakar jika dibandingkan dengan selulosa nitrat. Hal ini turut berpengaruh dalam penggunaan CA dalam bidang industri. Sifat-sifat teknis CA ditentukan oleh derajat substitusinya yang berperan terhadap kelarutannya dalam suatu pelarut dan aplikasinya (Fengel and Wegener 1984).

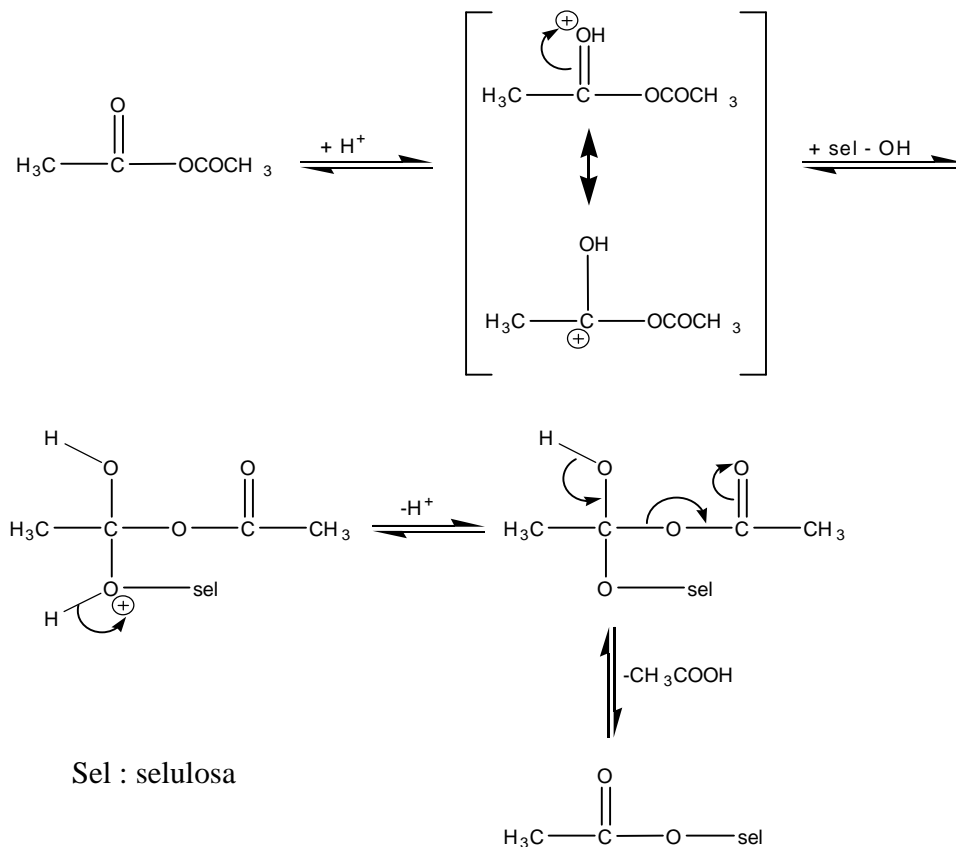
CA secara umum dapat dibedakan menjadi selulosa triasetat dan selulosa diasetat. Secara komersial CA dibuat dengan menggunakan bahan baku kapas dan pulp kayu bermutu tinggi, karena selulosa yang digunakan dalam produksi CA harus memiliki kemurnian yang tinggi. Pembuatan membran CA biasanya dilakukan dengan cara inversi fasa melalui proses pencelupan (Mulder 1996). Pembuatan CA terdiri dari empat tahap, yaitu praperlakuan (aktivasi), asetilasi, hidrolisis dan purifikasi (Fengel and Wegener 1985).

Proses aktivasi dan asetilasi selulosa sendiri dilakukan melalui tiga tahap, yaitu :

1. Tahap penggembungan, di mana selulosa direaksikan dengan pelarut sebagai bahan penggembung (*swelling agent*) atau aktivator. Dalam penelitian ini bahan penggembung yang digunakan adalah asam asetat glasial.
2. Tahap asetilasi, yaitu pemasukan gugus asetil ke dalam selulosa. Dalam penelitian ini digunakan asetat anhidrida dan katalisator asam sulfat pekat pada media asam asetat.
3. Tahap hidrolisis, yaitu mendeasetilasi atau menghidrolisis sebagian asam asetat primer menjadi asam asetat sekunder dengan derajat substitusi 2-2,5 dalam larutan asam asetat berair atau untuk mengurangi kadar asetil sehingga diperoleh derajat substitusi yang diinginkan.

Mekanisme reaksi asetilasi ditunjukkan pada Gambar 2.2 Mekanisme reaksi asetilasi diawali dengan protonasi asetat anhidrida oleh asam sulfat. Selanjutnya

gugus hidroksi dari selulosa yang bersifat nukleofil akan menyerang asetat anhidrida sehingga terbentuk zat antara, yang kemudian terurai menjadi selulosa asetat dan asam asetat dengan melepaskan proton (Sjostrom, 1995).



Gambar 2.2 Mekanisme reaksi asetilasi (Sjostrom, 1995)

Kadar asetil untuk selulosa yang saat ini dijual umumnya memiliki derajat asetilasi antara 1.7 hingga 3.0 umumnya digunakan sebagai bahan baku polimer termoplastik (Keenan dkk, 2005). Keberhasilan proses modifikasi selulosa menjadi selulosa asetat dapat dicirikan dengan menggunakan spektrofotometer FTIR.

Salah satu pemanfaatan utama CA adalah sebagai bahan utama dalam pembuatan membran nanofiltrasi (NF) dan *reverse osmosis* (RO) yang biasa digunakan untuk pemurnian air. Hal ini dikarenakan CA dapat membentuk struktur asimetrik dengan lapisan aktif yang sangat tipis dan dapat menahan bahan terlarut pada lapisan pendukung yang kasar, serta toleran terhadap klorin dan tahan terhadap terjadinya pengendapan (Uemura and Henmi 2008; Kumano and Fujiwara 2008). Selain itu, koeksistensi permeabilitas yang tinggi dan selektifitas yang tinggi dari CA memungkinkan untuk menghasilkan keseimbangan sifat hidrofilik dan hidrofobik (Kumano and Fujiwara 2008).

Pemanfaatan membran nanofiltrasi dan RO semakin meningkat, terutama untuk memenuhi kebutuhan air bersih. Hal ini disebabkan desalinasi air laut dengan NF dan RO memiliki banyak keuntungan, seperti hemat energi, biaya produksi yang rendah, waktu mulai dan selesai yang singkat, periode konstruksi yang singkat, ruang instalasi yang lebih kecil dan biaya total air yang lebih rendah (Kumano and Fujiwara 2008). Peningkatan penggunaan membran RO selanjutnya akan mengakibatkan peningkatan kebutuhan CA sebagai bahan baku membran. Kebutuhan CA yang semakin besar akan mendorong produksi dan pengembangan CA dari berbagai macam teknologi dan bahan baku. Daun nanas di Indonesia memiliki potensi yang sangat besar untuk dikembangkan menjadi bahan CA karena memiliki jumlah yang sangat banyak dengan kandungan selulosa yang tinggi, namun pemanfaatannya masih sedikit.

2.4

Pulp

Pulp biasa dikenal sebagai bubur selulosa yang merupakan bahan baku untuk pembuatan kertas dan dapat juga diproses menjadi berbagai turunan selulosa, seperti rayon dan selulosa ester. Pulp dapat diproduksi dari serat kayu maupun tumbuhan berserat. Sumber serat yang pertama kali digunakan untuk pembuatan pulp adalah kain (Noerhayati, 2004). Tujuan pembuatan pulp adalah untuk melepaskan serat-serat

secara kimia atau mekanik ataupun kombinasi kedua macam proses tersebut (Sjostrom, 1995).

Prinsip pembuatan pulp secara kimia adalah melarutkan serat ke dalam bahan kimia yang berfungsi sebagai cairan pemasak dengan bantuan pemanasan. Pembuatan pulp secara kimia dibedakan menjadi alkalis dan asam. Pulp yang dihasilkan secara kimia ini tersusun atas serat-serat halus yang sebagian besar tidak rusak karena tidak ada proses mekanis yang dibutuhkan untuk mencapai pemisahan sel (Haygreen, 1989). Kualitas pulp yang dihasilkan secara kimia lebih bagus seperti uji tarik, sobek, retak dan lipatnya sangat tinggi tetapi rendemennya rendah. Diperolehnya rendemen yang rendah dikarenakan kondisi yang dapat melarutkan lignin juga dapat merusak selulosa dan hemiselulosa (Sjostrom, 1995).

2.5 Metode Pemutihan (*Bleaching*) Pulp

Bleaching merupakan teknik yang digunakan untuk menghilangkan lignin. Biasanya digunakan untuk memucatkan tekstil dengan bantuan sinar matahari dan/atau bahan kimia seperti kalium karbonat, dan yang terakhir menggunakan hipoklorit dan klor. *Bleaching* kertas yang dibuat dari potongan kain dan serat-serat bukan kayu, mula-mula juga dilakukan dengan cara ini. Pada saat ini *bleaching* penghilangan lignin terutama dilakukan dalam prosedur multi tahap dengan tahap-tahap oksidatif yang umumnya digabung paling tidak dengan satu tahap ekstraksi alkali (Fengel dkk, 1995).

Dalam pengembangan metode *bleaching* telah ditemukan beberapa metode *bleaching* yang lebih aman terhadap lingkungan, antara lain teknologi *bleaching* dengan konsep ECF (*Elementally Chlorine Free*) dan konsep TCF (*Totally Chlorine Free*). Pada konsep ECF, unsur klor masih boleh digunakan tetapi tidak dalam bentuk Cl_2 melainkan dalam bentuk senyawa lain misalnya ClO_2 dan NaOCl . Sedangkan pada konsep TCF sama sekali tidak digunakan unsur klor. Sebagai pengganti klorin pada konsep TCF, biasanya digunakan oksigen atau ozon (Batubara, 2006).

2.6 Tinjauan Tentang Membran

Membran adalah lapisan tipis yang dapat digunakan untuk memisahkan komponen yang berbeda berdasarkan sifat permeabilitasnya. Perbedaan sifat permeabilitas inilah yang menunjang proses membran untuk diterapkan di hampir seluruh bidang terutama industri kimia. Pemisahan menjadi aplikasi industri yang utama pada teknologi membran selama 15 tahun terakhir tetapi sebenarnya studi tentang pemisahan telah dimulai jauh sebelum periode itu (Baker, 2004). Penelitian tentang sifat permeabilitas dan fenomena osmosis, pertama kali dipublikasikan oleh Abbe Nolet seorang peneliti berkebangsaan Perancis tahun 1748 (Mulder, 1996).

Dengan banyak keunggulan, penggunaan membran juga mempunyai keterbatasan yaitu terjadinya *fouling* atau polarisasi konsentrasi pada membran, dan jangka hidup membran yang relatif singkat (Mulder, 1996).

2.7 Klasifikasi Membran

Membran diklasifikasikan menjadi beberapa golongan sebagai berikut :

1. Jenis membran berdasarkan bahan dasar pembuatan
2. Jenis membran berdasarkan fungsi
3. Jenis membran berdasarkan morfologi
4. Jenis membran berdasarkan prinsip pemisahannya

2.7.1 Jenis membran berdasarkan bahan dasar pembuatan

Berdasarkan bahan dasar pembuatannya, membran dapat dibagi menjadi dua jenis, yaitu :

1. Membran biologis

merupakan membran yang sangat kompleks pada struktur dan fungsinya. Banyak dijumpai dalam sel makhluk hidup yang terdiri atas struktur dasar dari dua lapisan lemak. Contoh : sel kulit, ginjal, jantung, dan lain sebagainya (Wenten, 1996).

2. Membran sintesis

Membran sintesis merupakan membran buatan yang sengaja dibuat untuk kepentingan tertentu. Membran sintesis dibedakan menjadi dua jenis, yaitu: membran

organik dan membran anorganik (Mulder, 1996). Membran organik adalah membran yang bahan penyusun utamanya polimer dan makromolekul dengan bahan baku senyawa organik yang dibuat pada suhu rendah (suhu kamar). Contoh : membran selulosa asetat, PAN, PA, dan lain sebagainya (Mulder, 1996). Membran anorganik tersusun dari senyawa anorganik Contoh : membran keramik (seperti ZrO_2 dan $\gamma-Al_2O_3$), membran gelas (seperti SiO_2) (Mulder, 1996).

2.7.2 Jenis membran berdasarkan fungsi

Berdasarkan fungsinya, membran terbagi menjadi empat jenis, yaitu: membran mikrofiltrasi, ultrafiltrasi, nanofiltrasi, dan *reverse osmosis* (Mulder, 1996). Ciri-ciri khusus seperti ukuran pori, tekanan, dan fungsi masing-masing membran ditunjukkan pada Tabel 2.2

Tabel 2.2 Jenis membran berdasarkan fungsi (Mulder,1996)

No.	Jenis membran	Ukuran pori	Tekanan	Fungsi
1.	Mikrofiltrasi	0,05-10 μm	< 2 bar	Memisahkan suspensi dan koloid
2.	Ultrafiltrasi	1-100 nm	1-10 bar	Memisahkan makromolekul
3.	Nanofiltrasi	< 2 nm	5-25 bar	Memisahkan komponen terlarut yang mempunyai berat molekul rendah
4.	<i>Reverse osmosis</i>	< 2 nm	Air payau : 15-25 bar Air laut : 40-80 bar	Memisahkan komponen terlarut

	(RO)			dengan berat molekul rendah
--	------	--	--	-----------------------------

Proses filtrasi banyak dipakai di industri pada pengolahan air, baik air proses, air utilitas, maupun air limbah. Air industri (khususnya air proses) mempunyai spesifikasi yang tinggi karena nantinya dapat mempengaruhi produk yang dihasilkan. Spesifikasi tersebut antara lain, rendah mineral, tidak beracun, dan bebas dari mikroba. Air dengan spesifikasi tersebut bisa diperoleh dengan menggunakan medium yang dapat memisahkan partikel-partikel yang sangat kecil ukurannya. Proses yang banyak dipilih adalah nanofiltrasi dan RO.

Proses nanofiltrasi dipilih karena mempunyai beberapa keuntungan, antara lain :

1. Biaya operasi murah
2. Energi yang diperlukan rendah
3. Perawatan mudah
4. Efisiensi ruang
5. Jika ada salah satu modul yang rusak, dapat diperbaiki secara parsial (tidak akan mempengaruhi kerja secara keseluruhan)
6. Ramah lingkungan
7. Mampu memisahkan partikel sampai ukuran nanometer

Disamping kelebihan proses nanofiltrasi juga memiliki kekurangan antara lain :

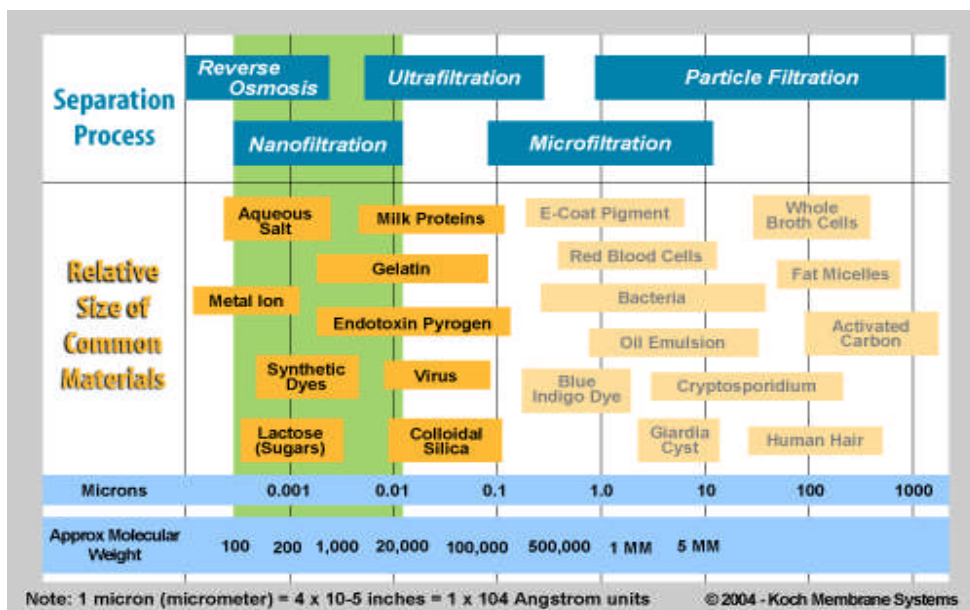
1. Biaya investasi awal cukup tinggi
2. Lebih mudah mengalami fouling
3. Perhitungan terhadap variabel yang mempengaruhi performansi membran harus cermat
4. Tidak bisa memisahkan partikel solute dengan ukuran lebih kecil dari 1nm

2.7.2.1 Definisi Nanofiltrasi

Nanofiltrasi merupakan proses khusus yang dipilih ketika proses Reverse Osmosis dan Ultrafiltrasi bukan merupakan pilihan yang tepat untuk operasi separasi.

Nanofiltrasi bisa digunakan untuk beberapa jenis pemisahan seperti demineralisasi, penghilangan zat warna, dan desalinasi. Pada larutan yang terdiri solute organik, suspended solid, dan ion polyvalen, permeat yang dihasilkan mengandung ion monovalen dan berupa larutan organik dengan BM rendah seperti alkohol (Baker, 2004).

Nanofiltrasi adalah proses yang menggunakan tekanan sebagai *driving force*. Proses separasi didasarkan pada ukuran molekul. Membran yang digunakan dalam proses nanofiltrasi memiliki retensi yang tidak terlalu besar terhadap garam univalen (Dasilva dkk, 2007). Skema pembagian proses filtrasi membran berdasarkan ukuran partikel akan ditunjukkan pada Gambar 2.3



Gambar 2.3 Skema pembagian proses filtrasi berdasarkan ukuran partikel (Wenten, 1996)

2.7.2.2 Prinsip kerja nanofiltrasi

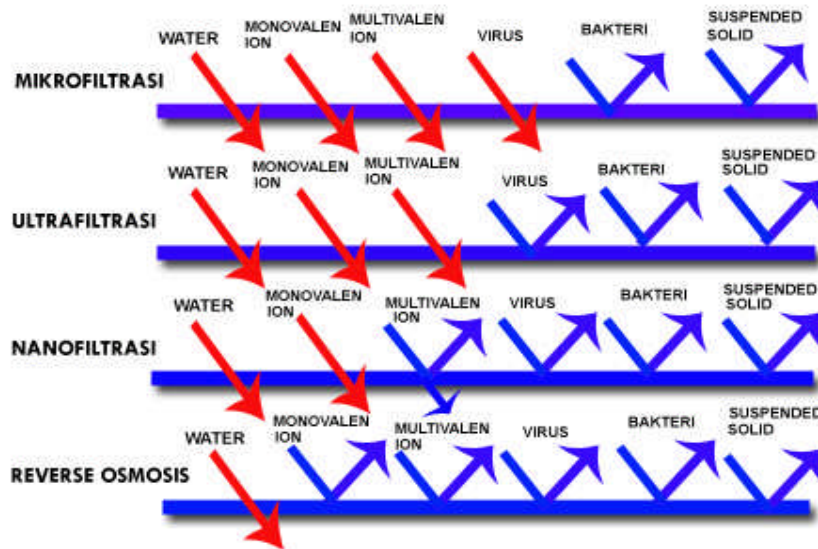
Nanofiltrasi merupakan proses yang terjadi akibat perbedaan tekanan untuk memisahkan solut berukuran lebih besar dari larutan dengan menggunakan membran

semipermeable. Proses ini dilakukan dengan cara mengalirkan larutan sepanjang permukaan membran dengan memanfaatkan beda tekanan. Filtrasi membran aliran *crossflow* menggunakan laju alir yang besar untuk meningkatkan laju permeate dan mengurangi kemungkinan terjadinya *fouling*. Partikel solut yang terejeksi (misal : garam terlarut) terpisah bersama dengan arus aliran yang keluar dan tidak terakumulasi di permukaan membran (Norman dkk, 2008).

Pori pada membran nanofiltrasi tidak bisa diamati dengan menggunakan mikroskop, walaupun begitu air masih bisa melewati membran sedangkan garam multivalent dan bahan organik dengan BM rendah akan terejeksi.

Membran nanofiltrasi dengan ukuran pori sekitar 0,001 mikrometer memiliki keterbatasan dalam mengolah air baku menjadi air minum. Membran nanofiltrasi hanya dapat memisahkan air dari padatan terlarut, bakteri, virus, ion multivalensi seperti Ca^{2+} , Mg^{2+} dll yang menyebabkan kesadahan atau molekul yang mempunyai berat molekul dengan rentang 200-5000 dan tidak dapat memisahkan ion monovalensi seperti Na^+ , K^+ dll. Hal ini berarti, membran nanofiltrasi hanya dapat mengolah air baku yang berupa air tawar (Ren dan Wang, 2011).

Sulit untuk memprediksi performansi dari membran nanofiltrasi, terutama bila terdapat lebih dari tiga macam solut dalam larutan tersebut karena rejeksi membran dipengaruhi oleh ukuran, struktur, dan muatan dari komponen dalam larutan. Akibatnya, proses piloting sangat direkomendasikan pada aplikasi nanofiltrasi, apalagi bila hasil analisa air umpan tersedia secara lengkap. Dalam Gambar 2.4 yang akan disajikan di bawah ini terlihat jenis partikel yang lolos dan juga yang terejeksi oleh membran nanofiltrasi.



Gambar 2.4 Karakteristik Proses Membran (Wenten, 1996)

2.7.2.3 Aplikasi Membran dalam Industri

Nanofiltrasi merupakan teknik yang ditemukan beberapa tahun yang lalu. Sekarang, nanofiltrasi banyak diterapkan diberbagai aplikasi pada proses pemurnian air, seperti pelunakan air, penghilangan warna, dan penghilangan mikropolutan. Pada Tabel 2.7 akan disajikan aplikasi membran dalam industri.

Tabel 2.3 Aplikasi Membran dalam Industri (Norman dkk, 2008)

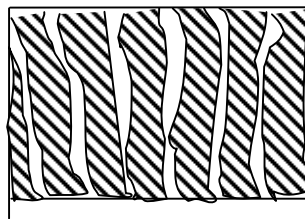
No.	Aplikasi	Permeat	Konsentrat (Retentat)	Keterangan
1.	Whey / Whey Permeat	Air limbah yang mengandung garam	<i>concentrate whey</i> tanpa garam	Memungkinkan <i>recovery</i> konsentrat laktosa dan protein dengan reduksi kandungan garam
2.	Tekstil	Zat warna	Air, garam, BOD, COD	Digunakan untuk menghilangkan garam dari zat warna sehingga didapatkan produk bernilai tinggi.
3.	Larutan Kaustik	Larutan Kaustik	BOD, COD, <i>suspended solids</i> , pembersih kaustik	Memungkinkan larutan kaustik dapat <i>directly</i> sehingga dapat mengurangi biaya pembersihan secara kimia
4.	<i>Recycle</i> dari larutan asam	Larutan asam	BOD, COD, kalsium, <i>suspended solids</i> , air asam	Memungkinkan larutan asam dapat <i>directly</i> sehingga dapat mengurangi

				biaya pembersihan secara kimia
5.	Air (laut dan payau)	Air lunak	Air sadah	produksi air secara <i>portable</i> . Air lunak dapat mengurangi terjadinya kerak pada permukaan <i>Heat Exchanger</i>
6	Antibiotik	Limbah yang mengandung garam	Antibiotik pekat tanpa garam	Menghasilkan produk farmasi bernilai tinggi

2.7.3 Jenis membran berdasarkan morfologi

Berdasarkan morfologinya, membran dapat dibagi menjadi dua jenis, yaitu :

1. Membran simetri adalah membran yang mempunyai ukuran pori-pori yang homogen baik sisi dalam maupun sisi luarnya. Ketebalannya berkisar antara 10-200 μm . Berikut membran simetri disajikan dalam Gambar 2.5



Gambar 2.5 Membran simetri (Mulder, 1996)

2. Membran asimetri adalah membran dengan ukuran pori-pori sisi luar lebih rapat dengan ketebalan antara 0,1-0,5 μm , sedangkan ukuran pori sisi dalam lebih renggang dengan ketebalan antara 50-200 μm . Membran asimetri divisualkan pada Gambar 2.6 dibawah ini.



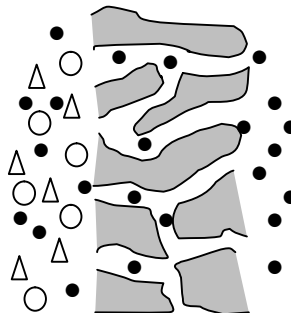
Gambar 2.6 Membran asimetri (Mulder, 1996)

2.7.4 Jenis membran berdasarkan prinsip pemisahannya

Berdasarkan prinsip pemisahannya, membran terbagi menjadi tiga jenis, yaitu :

1. Membran berpori

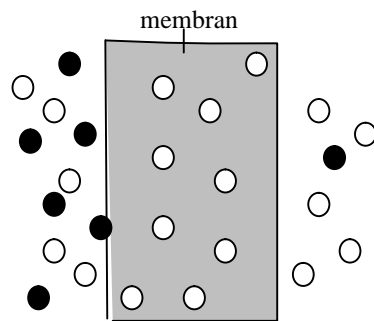
adalah membran dengan prinsip pemisahan berdasarkan pada ukuran partikel zat, yang akan divisualkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Membran berpori (Mulder, 1996)

2. Membran tak berpori

adalah membran dengan prinsip pemisahan berdasarkan atas perbedaan kelarutan dan kemampuan berdifusi. Serta tingkat selektivitas dan permeabilitasnya ditentukan dari sifat intrinsik bahan polimer membran. Membran ini sering digunakan untuk *gas separation* dan pervaporasi. Pada Gambar 2.8 akan disajikan visual dari membran tak berpori.



Gambar 2.8 Membran tak berpori (Mulder, 1996)

3. Membran cair

adalah membran yang prinsip pemisahannya tidak ditentukan oleh membran ataupun bahan pembentuk membran tersebut, tetapi oleh molekul pembawa yang spesifik (Mulder, 1996). Teknik pemisahan dengan membran cair merupakan metode pemisahan dengan selektivitas tinggi untuk pemisahan ion logam maupun senyawa organik atau anorganik (Bargeman dan Smolders, 1986).

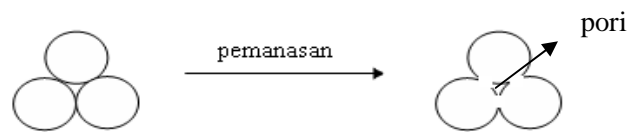
2.8 Metode Pembuatan Membran

Membran dapat dibuat dari bahan organik yang berupa polimer maupun anorganik seperti keramik, logam dan gelas. Beberapa teknik yang dapat digunakan untuk membuat membran yaitu *sintering*, *stretching*, *track-etching*, *template-leaching*, inversi fasa, dan *coating* (Mulder, 1996).

2.8.1 *Sintering*

Pembuatan membran dengan teknik *sintering* dapat dilakukan pada bahan organik maupun anorganik. Teknik ini sangat sederhana di mana bubuk dengan ukuran tertentu dikompresi dan di-*sintering* pada suhu tinggi. Pori akan terbentuk ketika terjadi kontak antar muka partikel pada saat *sintering*, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.9 Ukuran pori yang dihasilkan ditentukan oleh ukuran partikel dan

distribusi ukuran partikel dalam bubuk. Distribusi ukuran partikel yang lebih sempit akan menghasilkan membran dengan distribusi ukuran pori yang lebih sempit pula. Teknik ini akan menghasilkan membran dengan ukuran pori 0,1 sampai 10 μm . Hanya membran mikrofiltrasi yang bisa dibuat dengan metode ini, di mana porositas yang dihasilkan sekitar 20 %.



Gambar 2.9 Skematik proses *sintering* (Mulder, 1996)

2.8.2 *Stretching*

Pembuatan membran dengan teknik *stretching* hanya bisa dilakukan untuk bahan polimer yang semi kristalin. Film dari bahan polimer semi kristalin di tarik searah dengan proses *ekstruksi*, sehingga diperoleh membran dengan molekul-molekul kristal yang paralel satu terhadap yang lainnya. Jika stress mekanik diaplikasikan maka akan terjadi pemutusan dan terbentuk struktur pori dengan ukuran 0,1 sampai 0,3 μm . Porositas yang dihasilkan lebih besar dibandingkan dengan proses *sintering*, yaitu bisa di atas 90 % (Mulder, 1996).

2.8.3 *Track-etching*

Pada teknik *track-etching*, film polimer ditembak oleh partikel radiasi berenergi tinggi dengan arah tegak lurus film. Bekas tembakan partikel tersebut akan membentuk suatu lintasan pada film sehingga terbentuk pori silinder yang sangat sempit. Film tersebut kemudian dimasukkan dalam bak asam atau basa. Teknik preparasi ini menghasilkan porositas yang rendah (10 %) dengan ukuran pori sekitar 0,02-10 μm (Mulder, 1996).

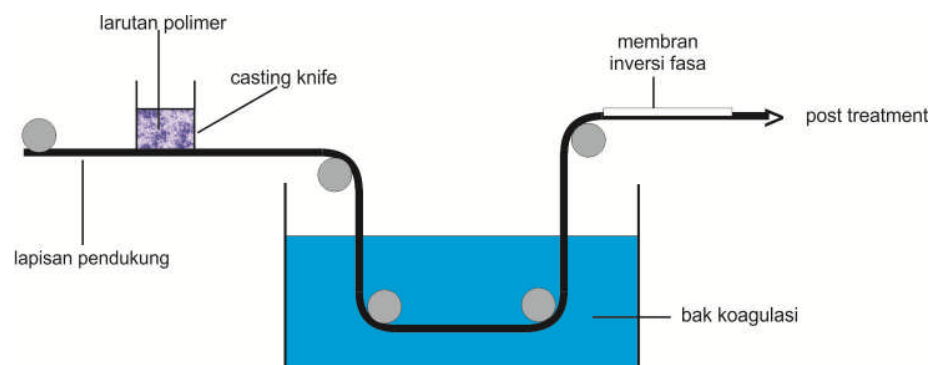
2.8.4 *Template-leaching*

Teknik ini digunakan untuk membuat membran berpori dengan cara melepaskan salah satu komponen (*leaching*). Dilakukan dengan melebur tiga

komponen homogen (misal : $\text{Na}_2\text{O-B}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$) pada suhu 1000-1500 °C, kemudian didinginkan. Sistem ini akan terbagi menjadi dua fasa. Fasa yang pertama didominasi oleh SiO_2 yang tidak larut sedangkan fasa yang lain larut. Fasa yang kedua dikeluarkan dengan suatu asam atau basa, dan akan dihasilkan suatu rentang diameter pori dengan ukuran minimum sekitar 0,005 μm . Membran gelas berpori dapat dibuat dengan cara ini (Mulder, 1996).

2.8.5 Inversi fasa

Inversi fasa adalah suatu proses pengubahan bentuk polimer dari fasa cair menjadi padatan dengan kondisi terkendali. Proses pemadatan (solidifikasi) ini diawali dengan transisi dari fasa cair satu ke fasa cair dua (*liquid-liquid demixing*). Pada tahap tertentu selama proses *demixing*, salah satu fasa cair (fasa polimer konsentrasi tinggi) akan memadat sehingga terbentuk matriks padat, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.10. Pengendalian tahap awal transisi fasa akan menentukan morfologi membran yang dihasilkan. Proses inversi fasa terjadi dengan penguapan pelarut, presipitasi dengan penguapan terkendali, presipitasi termal, presipitasi fasa uap dan presipitasi *immersi*.



Gambar 2.10 Metode pembuatan membran dengan metode inversi fasa (Mulder, 1996)

Presipitasi dengan penguapan pelarut

Presipitasi dengan penguapan pelarut merupakan teknik yang paling sederhana, di mana polimer dilarutkan pada pelarut tertentu kemudian dicetak pada penyangga yang sesuai. Membran yang diperoleh adalah membran homogen (Mulder, 1996).

Presipitasi dengan penguapan terkendali

Pada presipitasi dengan penguapan terkendali, suatu polimer dilarutkan pada campuran pelarut dan nonpelarut. Diperlukan pelarut yang lebih mudah menguap daripada nonpelarut. Hal ini supaya perubahan komposisi selama penguapan akan bergerak ke arah meningkatnya kandungan nonpelarut sehingga konsentrasi polimer menjadi lebih pekat (Mulder, 1996).

Presipitasi termal

Pada presipitasi termal digunakan pelarut tunggal atau pelarut campuran, sehingga dapat mempercepat terjadinya pemisahan fasa. Teknik ini biasanya digunakan untuk pembuatan membran mikrofiltrasi (Mulder, 1996).

Presipitasi fasa uap

Suatu film yang telah dicetak ditempatkan pada suasana uap, dimana uap terdiri dari nonpelarut jenuh dan pelarut yang sama. Pada presipitasi fasa uap digunakan konsentrasi pelarut yang lebih pekat supaya pelarutnya tidak mudah menguap sehingga terjadi penetrasi non pelarut ke dalam film (Mulder, 1996).

Presipitasi *immersi*

Pada presipitasi *immersi*, larutan polimer dicetak pada suatu penyangga kemudian direndam dalam bak koagulasi yang mengandung non pelarut. Struktur membran yang terbentuk sangat ditentukan oleh kombinasi perpindahan massa dan perpindahan fasa (Mulder, 1996).

2.8.6 Coating

Coating merupakan teknik pembuatan membran komposit yang sangat sederhana untuk memperoleh lapisan atas padat yang sangat tipis. Membran yang diperoleh dengan metode ini digunakan dalam *reverse osmosis*, *gas separation*, dan *pervaporasi* (Mulder, 1996).

Prinsip pembuatannya adalah dengan mencelupkan membran asimetrik ke dalam larutan pelapis yang mengandung polimer, pre-polimer, atau monomer dengan konsentrasi padatan dalam larutan rendah (kurang dari 1%). Membran asimetris dipisahkan dari bak yang mengandung material pelapis dan pelarut, dan akan diperoleh lapisan tipis dari larutan yang menempel pada bak. Kemudian film ini dimasukkan ke dalam oven, sehingga solven akan menguap dan terjadi *crosslinking* (Mulder, 1996).

2.8.7 Pengaruh Berbagai Parameter Pada Morfologi Membran Dalam Pembuatan Membran

Pada pembuatan membran dengan metoda *phase inversion*, akan diperoleh dua tipe membran yang berbeda, membran berpori dan membran *nonporous (dense)* tergantung dari mekanisme pembentukannya. *Instantaneous demixing* akan menghasilkan membran dengan lapisan atas berpori, sedangkan *delayed demixing* akan menghasilkan membran dengan lapisan atas *nonporous (dense)*. Beberapa parameter yang berpengaruh pada morfologi membran: (i) pemilihan sistem solven/nonsolven; (ii) pemilihan polimer; (iii) konsentrasi polimer; (iv) komposisi *coagulation bath*; (v) Komposisi larutan casting (Mulder, 1996).

Pemilihan sistem solven/nonsolven

Salah satu variabel utama pada *immersion precipitation process* adalah pemilihan sistem *solven/nonsolven*. *Solven* dan *nonsolven* harus saling melarutkan. Air umumnya dipilih sebagai *nonsolven*, walaupun nonsolven lain dapat digunakan. Sebagai contoh pada kasus pembuatan membran selulose acetat (CA) dari larutan

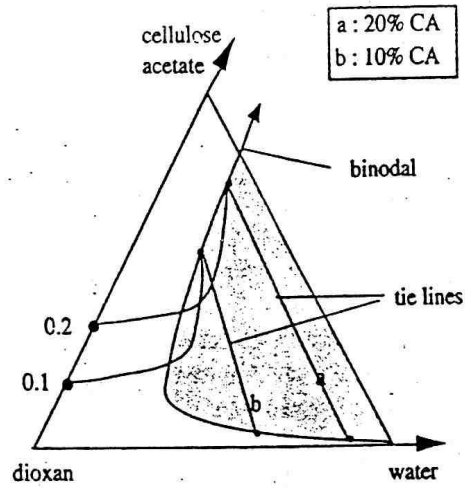
polimer 15 %. Pada penggunaan *acetone* sebagai *solvent* dan air sebagai *nonsolvent*, akan diperoleh membran *dense (delayed demixing)*, sedangkan pada penggunaan *solvent dimethylsulfoxide (DMSO)* dan air sebagai *nonsolvent*, akan diperoleh membran (*instantaneous demixing*).

Pemilihan polimer

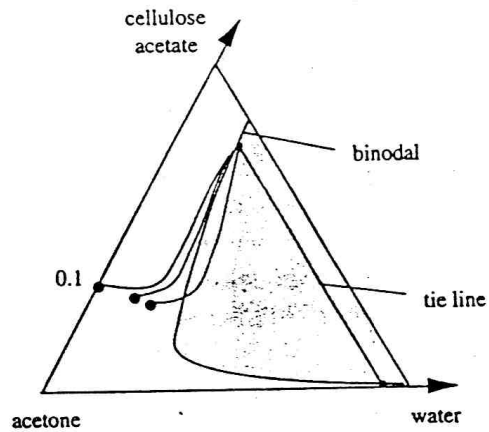
Pemilihan polimer sangat penting karena penggunaan *solvent/nonsolvent* pada *phase inversion* sangat terbatas. Pemilihan polimer akan berdampak terhadap *fouling* dan stabilitas *thermal* serta kimia dari membran yang dihasilkan.

Konsentrasi polimer

Kenaikan konsentrasi polimer pada larutan *casting* akan menyebabkan kenaikan konsentrasi polimer pada *interface*, akibatnya membran yang dihasilkan akan memiliki ukuran pori yang semakin kecil dan fluks yang rendah. Menurut Ismail dkk (2005), membran NF dapat diperoleh dari larutan polimer dengan konsentrasi 19,60-23,10 % berat. Gambar 2.11 menyajikan diagram fasa sistem CA/dioxan/air pada konsentrasi 10 % dan 20 % CA dalam larutan *casting* dan Gambar 2.12 menyajikan diagram fasa sistem CA/Aseton/air dalam larutan *casting*.



Gambar 2.11 Diagram Fasa Sistem CA/dioxan/air Pada Konsentrasi 10% dan 20% CA Dalam Larutan *Casting* (Mulder, 1996)



Gambar 2.12 Diagram Fasa Sistem CA/Aseton/air Dalam Larutan *Casting* (Mulder, 1996)

Komposisi *coagulation bath*

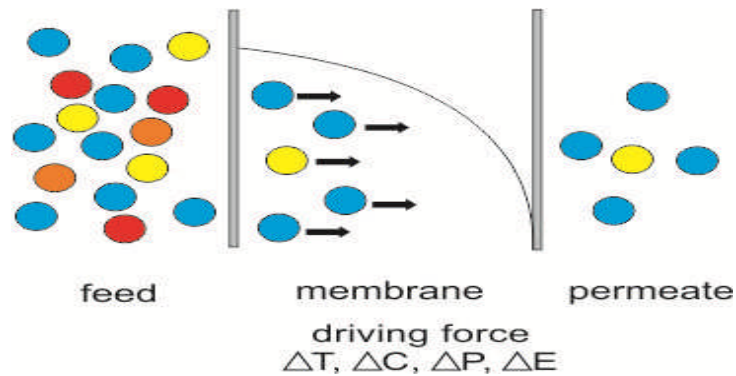
Penambahan *solven* ke dalam *coagulation bath* akan berpengaruh pada struktur membran yang terbentuk. Semakin besar konsentrasi solven di dalam *coagulation bath* berdampak pada penurunan konsentrasi polimer pada *interface*, sehingga dihasilkan membran dengan ukuran pori semakin besar.

Komposisi larutan casting

Penambahan *nonsolven* pada larutan *casting* akan berpengaruh terhadap struktur membran yang dihasilkan. Sebagai contoh kasus pengaruh penambahan air pada berbagai konsentrasi dalam sistem CA/acetone/air. Ketika tidak ada penambahan air ke dalam larutan casting, pembentukan membran melewati mekanisme *delayed demixing*, sehingga diperoleh membran *nonporous*. Penambahan air pada larutan casting menyebabkan struktur pori membran semakin terbuka.

2.9 Proses Pemisahan dan Transport pada Membran

Proses pemisahan pada membran merupakan perpindahan materi secara selektif yang disebabkan adanya gaya dorong (*driving force*). Gaya dorong tersebut berupa gradien suhu (ΔT), gradien konsentrasi (ΔC), gradien tekanan (ΔP), dan potensial listrik (ΔE). Selain itu proses pemisahan membran juga disebabkan adanya perbedaan sifat kimia dan sifat fisika antara membran dengan komponen spesi yang akan dipisahkan (Mulder, 1996 dan Winston dkk, 1992). Skema pemisahan dengan membran ditunjukkan pada Gambar 2.13.



Gambar 2.13 Skema pemisahan membran (Mulder, 1996)

Secara umum proses perpindahan massa fasa membran melalui tiga tahap, yaitu : dari umpan (*bulk fluida*) ke permukaan membran, terjadi proses difusi pada membran, dan dari permukaan membran ke permeat. Besarnya koefisien difusi molekul yang berpermeasi melalui membran tidak berpori tergantung pada ukuran partikel yang berdifusi dan sifat material membran. Secara umum, koefisien difusi menurun seiring dengan bertambahnya ukuran partikel (Wenten, 1996).

2.10 Membran Selulosa Asetat

Membran selulosa asetat adalah membran organik yang tersusun dari bahan dasar polimer selulosa asetat, biasanya pelarut aseton dan bahan aditif. Fungsi penambahan bahan aditif adalah untuk mengontrol jumlah dan ukuran pori membran. Bahan aditif akan menaikkan kekuatan pelarut untuk melarutkan selulosa asetat. Membran selulosa asetat memiliki pori asimetris, karena permukaan membran bagian atas berstruktur pori lebih kecil sedangkan permukaan bagian bawahnya berstruktur pori lebih besar (Mulder, 1996).

2.11 Karakterisasi Membran

Kriteria yang penting dalam menentukan kinerja membran dapat dilihat dari parameter fluks (permeabilitas), rejeksi (permselektivitas), ketebalan, morfologi dan

sifat mekanik membran (Mulder, 1996). Yang sebagaimana lebih lanjut akan dijelaskan secara singkat dibawah ini.

2.11.1 Fluks dan rejeksi

Kriteria penting dalam menentukan kinerja membran sebagai alat pemisah adalah fluks dan rejeksi (Radiman dkk, 2002). Permeabilitas atau fluks yang mengalir melalui membran didefinisikan dengan jumlah volume permeat yang melewati membran per satuan luas permukaan per satuan waktu.

$$J = \frac{V}{A \cdot t} \quad (1)$$

dengan : J = nilai fluks ($L \cdot m^{-2} \cdot hari^{-1}$)

t = waktu (hari)

V = volume permeat (L)

A = luas permukaan membran (m^2)

Harga fluks menunjukkan kecepatan alir permeat saat melewati membran. Harga fluks ini sangat tergantung pada jumlah dan ukuran pori-pori membran.

Permselektivitas atau efisiensi pemisahan adalah kemampuan membran untuk meloloskan spesi tertentu dan menahan spesi yang lain (Mulder, 1996). Permselektivitas biasanya dinyatakan dengan rejeksi (R) yang menunjukkan harga fraksi konsentrasi zat terlarut yang tertahan oleh membran.

$$R = \left(1 - \frac{C_p}{C_f} \right) \times 100 \% \quad (2)$$

dengan : R = koefisien rejeksi (%)

C_p = konsentrasi zat terlarut dalam permeat

C_f = konsentrasi zat terlarut dalam umpan (*feed*)

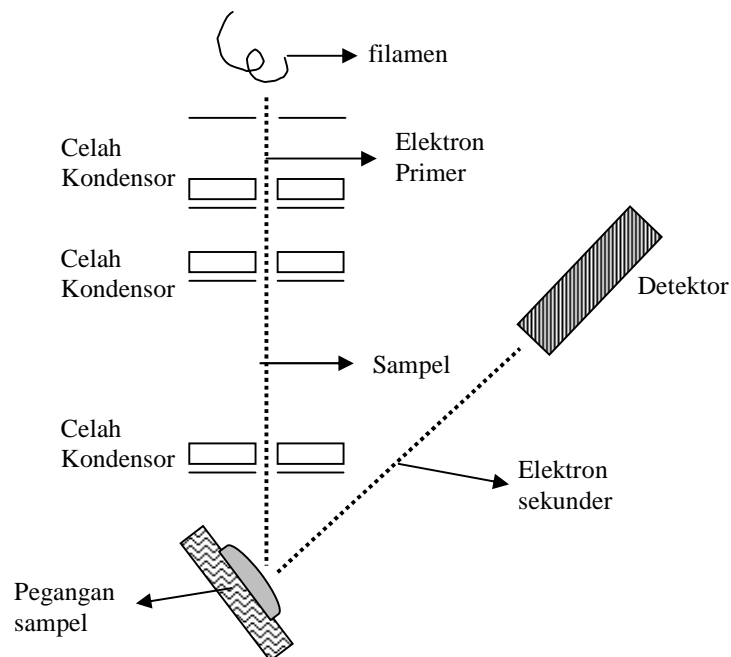
Nilai rejeksi sangat bervariasi antara 100 % (di mana zat terlarut tertahan oleh membran, sehingga diperoleh membran semipermeabel yang ideal), dan 0 % (di mana

zat terlarut dan pelarut mengalir bebas melalui membran) (Mulder,1996). Oleh karena itu, harga efisiensi rejeksi sangat ditentukan oleh ukuran pori-pori membran.

2.11.2 SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Salah satu cara untuk mengetahui morfologi membran adalah dengan uji SEM. Dengan uji ini dapat diketahui struktur permukaan dan penampang melintang suatu polimer menggunakan mikroskop elektron. Selain itu, SEM juga dapat mengetahui distribusi pori, geometri pori, ukuran pori dan porositas pada permukaan (Mulder, 1996).

Prinsip kerja SEM dimulai dengan berkas elektron primer dengan energi kinetik 1-25 kV mengenai sampel membran. Setelah mengenai membran elektron tersebut direfleksikan atau dipancarkan. Elektron yang direfleksikan ini disebut dengan elektron sekunder yang akan muncul dan menentukan *image* yang teramati pada layar *micrograph* pada alat SEM (Mulder, 1996). Skema kerja SEM ditunjukkan pada Gambar 2.14



Gambar 2.14 Skema kerja SEM (Mulder, 1996)

Ketika berkas elektron dikenakan pada suatu membran, maka ada kemungkinan membran tersebut akan terbakar atau rusak. Kerusakan ini dipengaruhi oleh jenis membran dan kecepatan berkas elektron yang diberikan. Kemungkinan akan terjadinya kerusakan ini dapat dicegah dengan melapisi sampel membran dengan lapisan konduksi, biasanya digunakan lapisan emas. Kerusakan struktur membran juga bisa terjadi pada saat pengeringan membran. Adapun metode yang biasa digunakan untuk mencegah kerusakan struktur ini adalah dengan menggunakan *cryo-unit* atau mengganti air membran dengan cairan yang mempunyai tegangan permukaan lebih kecil dari air pada saat pengeringan. Beberapa contoh cairan yang biasa digunakan adalah etanol, butanol, pentana dan heksana (Mulder, 1996).

2.11.3 Ketebalan membran

Pengukuran ketebalan membran sangat berguna baik bagi pemakai maupun pembuat membran karena secara tidak langsung ketebalan membran sebagai indikator keseragaman dan kontrol kualitas membran. Pengukuran ketebalan membran dapat digunakan alat mikrometer, dan diukur secara acak kemudian dihitung ketebalan rata-ratanya (Mulder, 1996).

2.11.4 Uji tarik

Uji tarik merupakan salah satu pengujian sifat fisik yang melibatkan deformasi material di bawah tekanan tertentu. Terdapat beberapa besaran fisika yang digunakan untuk menentukan sifat fisik material yaitu tegangan (*stress*), regangan (*strain*), dan *Modulus Young*. Ketiga besaran ini diperoleh dengan melakukan uji tarik terhadap material yang akan diukur.

Tegangan (*stress*) adalah besarnya gaya (F) yang diberikan pada material yang diuji persatuan luas material (A) (Lando and Maron, 1974). Hubungan antara

besarnya gaya yang diberikan dengan besarnya tegangan ditunjukkan pada persamaan (3).

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (3)$$

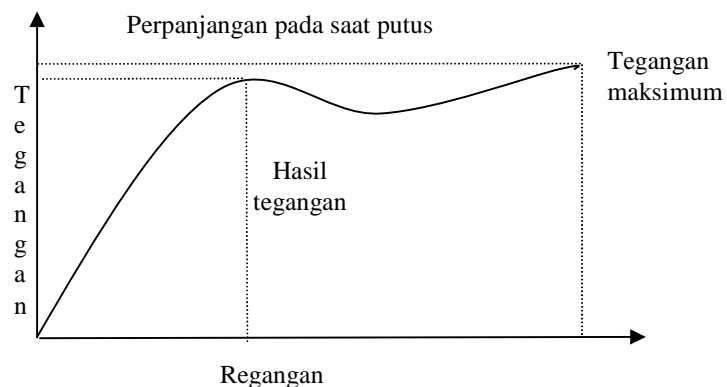
Regangan (*strain*) adalah perbandingan mula-mula akibat suatu gaya dengan arah sejajar perubahan panjang tersebut (Lando *and* Maron, 1974). Hubungan antara regangan dengan perubahan panjang ditunjukkan pada persamaan (4).

$$\Delta\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (4)$$

Modulus Young (*E*) adalah kemiringan dari kurva tegangan-regangan sebelum tercapai hasil tegangan (Lando *and* Maron, 1974). Persamaannya adalah sebagai berikut :

$$E = \frac{\sigma}{\Delta\varepsilon} \quad (5)$$

Kemiringan kurva tegangan-regangan untuk mendapatkan *Modulus Young* ditunjukkan pada Gambar 2.15.



Gambar 2.15 Kurva tegangan-regangan (Mulder, 1996)

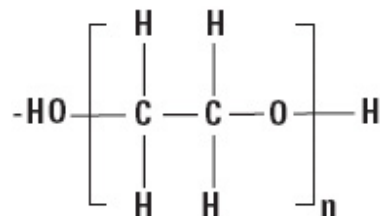
2.12 Bahan aditif pada polimer

Bahan aditif pada polimer yaitu bahan yang ditambahkan pada polimer untuk meningkatkan kemampuan pemrosesan dan mengubah kualitas dan sifat produk polimer. Bahan aditif yang banyak ditambahkan pada polimer dapat berfungsi sebagai zat penstabil (*stabilizer*), zat pemlastis (*plasticizer*), zat pengisi (*filler*), dan zat-zat lain seperti zat warna, akselerator, zat penahan nyala (Billmeyer, 1962).

Pada pembuatan membran bahan aditif yang ditambahkan kepada polimer untuk menambah fleksibilitas dan *workabilitynya* yaitu sifat mekanik dan kinerja membran yang optimal. Pada penelitian ini menggunakan bahan Poli etilen glikol (PEG).

PEG adalah molekul sederhana dengan struktur molekul linier atau bercabang, polieter netral, sesuai dengan beberapa variasi bobot molekul, dan larut dalam air dan beberapa pelarut organik. PEG dengan bobot molekul dibawah 700 berbentuk cair pada suhu ruang, sedangkan PEG dengan bobot molekul 700-900 berbentuk semi solid dan PEG dengan bobot molekul 900-1000 atau lebih berbentuk padat pada suhu ruang. Bobot molekul kurang dari 1000, PEG bersifat kental, cairan tak berwarna. Sedangkan bobot molekul yang lebih tinggi dari 1000 bersifat lilin dan berbentuk padatan putih (Harris, 1992). Sementara menurut jurnalnya Su (2009) PEG adalah senyawa *biocompatible*, *highly hydrophilic* dan anti *fouling*.

PEG dibuat secara komersial melalui reaksi etilen oksida dengan air atau etilen glikol dengan sejumlah kecil katalis natrium klorida. Jumlah dari etilen glikol menentukan berat molekul PEG yang dihasilkan. Rumus molekul PEG dapat dilihat pada Gambar 2.16



Gambar 2.16 Rumus molekul polietilen glikol (id.wikipedia.org/wiki/Polietilen_glikol)

PEG larut dalam air dan beberapa pelarut organik meliputi toluene, metil klorida, etanol dan aseton. PEG tidak larut dalam heksana dan hidrokarbon alifatik yang serupa, dietil eter serta etilen glikol. Kelarutan ini banyak digunakan untuk sintesis turunan PEG mulai reaksi dengan menggunakan pelarut organik seperti toluen, dan pemisahan produk dilakukan dengan menambahkan bahan yang tidak larut seperti heksan atau etil eter (Harris, 1992).

BAB III

METODE PENELITIAN

Pada bab ini akan diuraikan mengenai bahan dan alat dalam penelitian, rangkaian alat penelitian, prosedur penelitian, dan analisa hasil.

3.1 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini berderajat pro analisis, kecuali disebutkan lain. Bahan-bahan tersebut antara lain : limbah daun nanas, selulosa asetat teknis, larutan NaOH (teknis), akuades (teknis), asam asetat glasial, H₂SO₄ pekat, aseton, asetat anhidrida, air payau (teknis), NaOCl 5 % (teknis), natrium azida 1 %, Ca(OH)₂ (teknis), PEG cair (polietilen glikol) 400.

3.2 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah Seperangkat alat reflux atau ekstraksi, shaker, turbidimeter, pH meter, TDS meter, pelat kaca, *casting knife*, *Permeability Cell*, *fourier transform infrared (FTIR)*, *Scanning Electron Microscope (SEM)*, *Texture Analyzer*.

3.3 Metode Penelitian

Proses pembuatan membran selulosa diasetat diawali dengan mengisolasi selulosa dari daun nanas. Kemudian dilakukan reaksi asetilasi dan hidrolisis sehingga menghasilkan selulosa diasetat. Dengan pelarut yaitu aseton, selulosa asetat teknis dengan variasi yaitu : 23 %, polietilen glikol sebagai bahan aditif dengan variasi yaitu : 2,5 %b/b, 3,5 %b/b, 5 %b/b dan penambahan 1 % air. Pencetakan membran menggunakan metode inversi fasa dengan variasi waktu penguapan 10, 15, dan 25 detik. Komposisi yang optimal digunakan untuk pembuatan membran selulosa diasetat. Metode ini dilakukan dengan cara mencetak membran di atas pelat kaca kemudian dicelupkan ke dalam bak koagulasi. Selanjutnya dilakukan karakterisasi dengan penentuan permselektivitas dan permeabilitas, uji *fourier transform infrared (FTIR)*, *Scanning Electron Microscopy (SEM)*.

Penelitian Pendahuluan

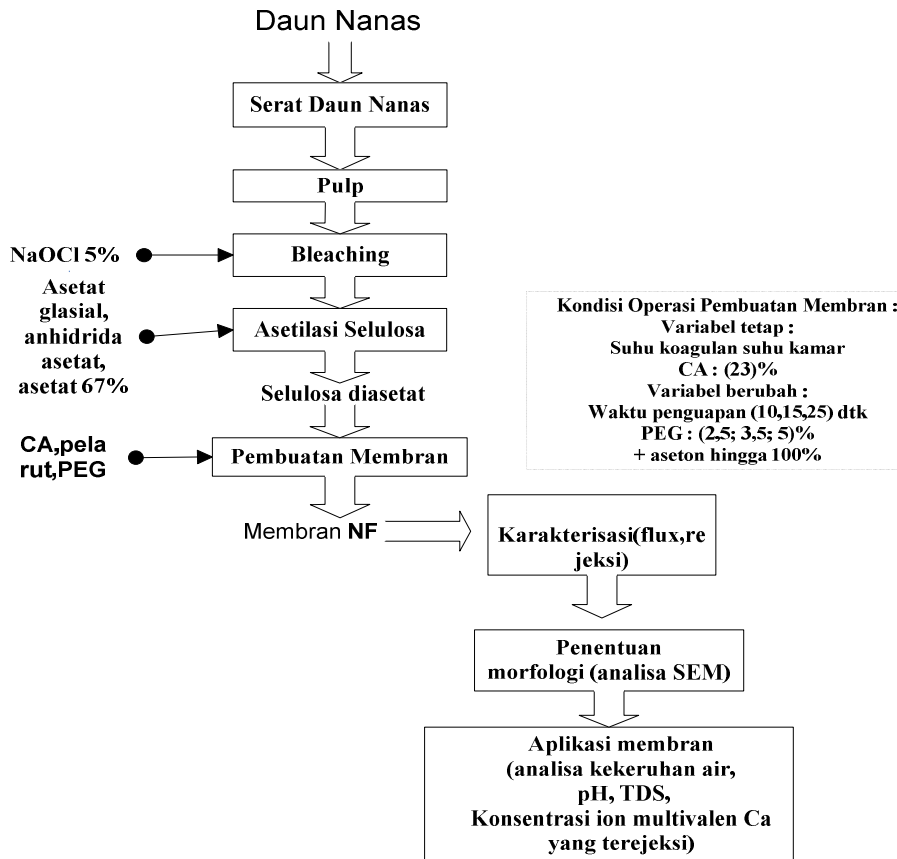
Penelitian pendahuluan ini dilakukan untuk mendapatkan tujuan penelitian utama, yaitu untuk mendapatkan padatan selulosa diasetat yang akan digunakan untuk penelitian utama.

Penelitian ini menggunakan alat shaker bersuhu inkubasi. Penelitian dilakukan di laboratorium kimia universitas airlangga.

Penelitian Utama

Penelitian utama ini dilakukan untuk mendapatkan tujuan penelitian kedua dan ketiga, yaitu untuk mengetahui komposisi membran yang optimum.

Tahapan penelitian yang akan dilakukan ditunjukkan sebagaimana bagan yang tertera pada Gambar 3.1



Ga

mbar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian terdiri dari pembuatan beberapa pereaksi, penelitian pendahuluan, dan penelitian utama.

a. Pembuatan Pereaksi

1. Pembuatan larutan NaOH 17,5 % (b/v)

Ditimbang sebanyak 17,5 gram NaOH, kemudian dimasukkan dalam gelas beker 100 mL dan dilarutkan dengan akuades. Karena NaOH bersifat eksoterm maka perlu dilarutkan sedikit demi sedikit sambil diaduk. Setelah semua NaOH larut,

dipindahkan ke labu ukur 100 mL secara kuantitatif, diencerkan sampai tanda batas dengan akuades.

2. Pembuatan larutan Ca(OH)_2 2,5 % (b/v)

Ditimbang 2,5 gram Ca(OH)_2 , kemudian dimasukkan dalam gelas beker 100 mL dilarutkan dengan akuades. Setelah semua Ca(OH)_2 larut, dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL secara kuantitatif, diencerkan sampai tanda batas dengan akuades.

3. Pembuatan larutan NaOCl 5 % (v/v)

Pada labu ukur 100 mL dimasukkan secara kuantitatif 41,67 mL NaOCl 12%. Kemudian diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

4. Pembuatan larutan asam asetat 67 % (v/v)

Pada labu ukur 100 mL dimasukkan secara kuantitatif 68,37 mL asam asetat 98 % (p.a.), kemudian diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

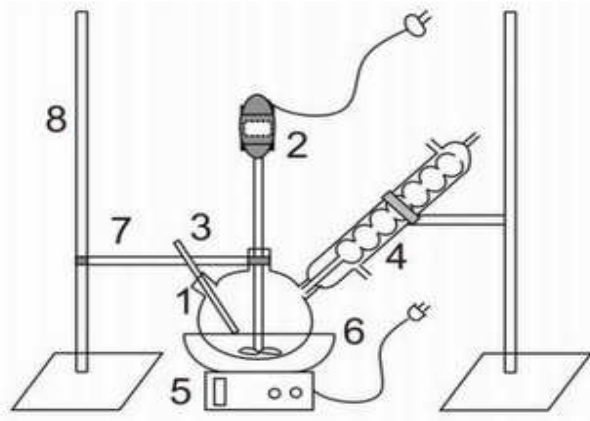
b. Penelitian Pendahuluan

1. Preparasi serat daun nanas

Serat daun nanas dibersihkan kemudian direndam dalam akuades selama 2 minggu sampai kulit daun nanas tersebut lunak dan serat-seratnya terpisah. Serat daun nanas kemudian dicuci sampai bersih kemudian dikeringkan di udara terbuka (Wijanji, 2006).

2. Pembuatan pulp serat daun nanas

Serat daun nanas sebanyak 20 gram ditambahkan Ca(OH)_2 2,5 % (b/v) 150 mL dan direndam selama 3 hari. Setelah itu dicuci dengan akuades dan dimasukkan ke dalam labu alas bulat yang sebelumnya sudah diisi dengan 300 mL larutan NaOH 17,5 % (b/v), kemudian direfluks selama 4 jam, yang alat nya disajikan pada Gambar 3.2 Setelah dingin, serat daun nanas dicuci sampai bebas NaOH dan diblender dan dicetak menjadi lembaran pulp dan dikeringkan dalam oven dengan suhu 60°C selama 1 hari (Wijanji, 2006).



Gambar 3.2 Rangkaian Alat Reflux

Rangkaian alat utama:

(1). Labu leher tiga; (2). Motor pengaduk; (3). Termometer; (4). Pendingin balik; (5). Kompor pemanas; (6). Waterbath; (7). Klem; (8). Statif

3. Proses pemutihan (*bleaching*) pulp daun nanas

Sebanyak 10 gram pulp daun nanas dimasukkan ke dalam gelas beker yang berisi 88 mL akuades yang telah dipanaskan sampai 60 °C. Pulp ini kemudian diaduk hingga menjadi bubur. Setelah mencapai suhu kamar ditambahkan NaOCl 5 % (v/v) sebanyak 2,5 gram. Campuran ini kemudian diaduk dan dibiarkan selama 30 menit. Setelah selesai, dicuci dengan akuades sampai bebas basa. Campuran ini kemudian direndam dengan NaOH 2 % (b/v) sambil diaduk dan dibiarkan selama 30 menit. Kemudian dicuci dengan akuades sampai bebas basa dan diuji menggunakan kertas lakmus merah. Pulp yang telah *dibleaching* ini kemudian dikeringkan di udara terbuka (Grandis, 2008).

4. Asetilasi selulosa serat daun nanas

Sebanyak 10 g pulp serat daun nanas ditambahkan asam asetat glasial 24 mL sambil diaduk pada suhu 40 °C selama 1 jam. Setelah 1 jam ditambahkan campuran asam sulfat pekat 0,1 mL dan asam asetat glasial 60 ml, dan diaduk lagi selama 45 menit pada suhu yang sama. Kemudian campuran didinginkan sampai mencapai suhu

18 °C dan ditambahkan asetat anhidrida sebanyak 27 mL yang sudah didinginkan sampai suhu 15°C. Selanjutnya ke dalam campuran ditambahkan asam sulfat pekat 1 mL dan asam asetat glasial 60 mL diaduk dengan waktu asetilasi 3 jam pada suhu 40 °C. Setelah selesai, ditambahkan asam asetat 67 %(v/v) sebanyak 30 mL tetes demi tetes selama 2 jam pada suhu 40 °C dan diaduk lagi dengan melakukan waktu hidrolisis 15 jam pada suhu kamar (Santoso, 2007). Setelah melakukan asetilasi dan hidrolisis, selulosa diasetat diendapkan dengan menambahkan akuades setetes demi setetes dan diaduk sehingga diperoleh endapan yang berbentuk serbuk. Endapan disaring dan dicuci sampai netral. Endapan dikeringkan dalam oven pada suhu 60 – 70 °C. Setelah kering endapan disimpan dalam desikator (Santoso, 2007). Proses asetilasi dilakukan di laboratorium Kimia Universitas Airlangga Surabaya.

c. penelitian utama

1. Pembuatan membran selulosa diasetat dari serat daun nanas dan pembuatan membran nanofiltrasi dari selulosa asetat teknis

Yang ditambahkan kedalam bahan pembuat membran yaitu selulosa diasetat komersial atau hasil sintesis dari serat daun nanas 23 % sebagai bahan dasar membran, aseton sebagai pelarut, polietilen glikol sebagai zat aditif. Polimer (Selulosa diasetat atau selulosa asetat teknis) dimasukkan bersama dengan aseton ke dalam labu erlenmeyer bertutup kemudian ditambahkan polietilen glikol dan diaduk selama kurang lebih 7 jam dengan pengaduk magnetik hingga semua polimer larut. Selanjutnya larutan didiamkan selama 1 hari untuk menghilangkan gelembung udara dan siap untuk dicetak dengan teknik inversi fasa.

Cara pencetakan dengan teknik inversi fasa yaitu dengan menuangkan larutan *dope* ke atas pelat kaca yang bagian tepinya telah diberi selotip. Selanjutnya "*casting knife*" digerakkan ke bawah untuk membentuk lapisan tipis pada pelat kaca dan dibiarkan dengan variasi waktu penguapan pelarut 10,15, dan 25 detik. Setelah itu pelat kaca dimasukkan ke dalam bak koagulasi yang berisi air dengan suhu koagulan suhu kamar. Membran yang telah dicetak kemudian dibiarkan selama 1 hari dalam air

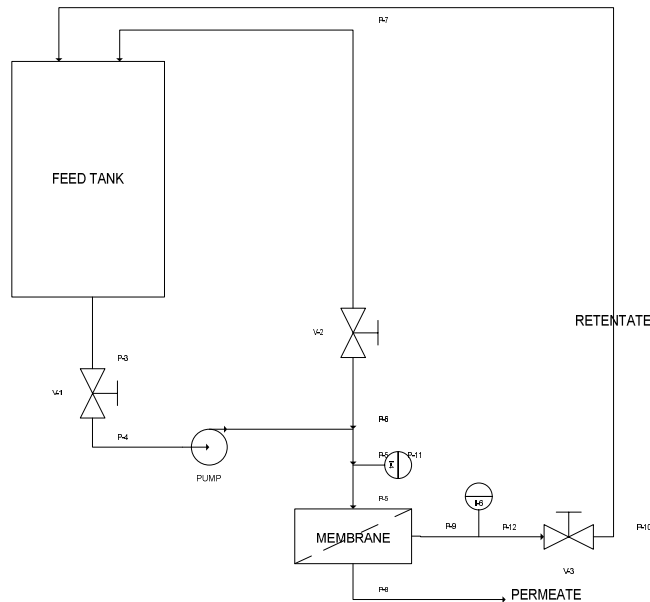
dingin, selanjutnya membran dicuci dengan air yang mengalir untuk menghilangkan kelebihan pelarut. Membran kemudian dipotong sesuai ukuran sel filtrasinya dan disimpan dalam larutan natrium azida 1%.

3.5 Teknik Analisis

1. Karakterisasi membran selulosa asetat dari serat daun nanas

a. Penentuan fluks dan rejeksi membran

Nilai fluks ditentukan dengan sel filtrasi *dead end* seperti ditunjukkan pada Gambar 3.3 Dalam sel filtrasi diletakkan kertas saring dan membran yang akan diukur nilai permeabilitasnya. Akuades dengan volume kurang lebih 150 ml dimasukkan ke dalam sel filtrasi dan ditutup rapat kemudian diberikan tekanan udara sebesar 5 atm. Kemudian dilakukan kompaksi terlebih dahulu agar rantai polimer menyusun diri selama 30-45 menit. Setelah proses kompaksi, akuades dalam sel filtrasi diganti dengan air payau, pengukuran fluks air payau dilakukan dengan mengukur volume air payau yang dapat ditampung selama selang waktu tertentu dengan interval 10 menit. Nilai fluks dihitung dengan perbandingan volume permeat per satuan luas membran per satuan waktu seperti pada persamaan (3). Penentuan koefisien rejeksi dilakukan dengan menentukan konsentrasi sebelum dan sesudah melewati membran seperti pada persamaan (4).



Gambar 3.3 Skema peralatan untuk pengukuran fluks membran

b. Uji FTIR

Pengamatan terhadap gugus fungsional dilakukan menggunakan uji *fourier transform infrared* (FTIR). Uji ini bertujuan untuk mengkonfirmasi apakah selulosa diasetat hasil isolasi dari serat daun nanas telah didapatkan, apakah poli etilen glikol (PEG) terdapat pada membran dan untuk mengetahui perbedaan gugus fungsi senyawa-senyawa pada waktu penguapan yang berbeda. Penelitian ini dilakukan di laboratorium Kimia Universitas Negeri Surabaya.

c. Penentuan morfologi membran

Penentuan morfologi membran dilakukan dengan SEM, mula-mula membran dikeringkan terlebih dahulu, kemudian membran direndam dalam nitrogen cair selama beberapa detik hingga mengeras. Sebelum dilakukan pemotretan, membran diangkat dan dipatahkan kedua ujungnya dengan pinset. Potongan membran ini dilapisi emas murni (*coating*) yang berfungsi sebagai penghantar. Penampang melintang dan permukaan membran difoto dengan perbesaran tertentu.

2. Aplikasi membran selulosa asetat teknis dan selulosa diasetat dari serat daun nanas untuk pengolahan air sumur

Aplikasi membran selulosa diasetat daun nanas dapat digunakan sebagai membran nanofiltrasi untuk pengolahan air sumur. Yang diukur analisa kekeruhan air sumur ditentukan dengan alat turbidimeter dengan menganalisa nilai NTU air sumur sebelum dan sesudah melewati membran, analisa pH air sumur ditentukan dengan alat pH meter dengan menganalisa nilai pH air sumur sebelum dan sesudah melewati membran, analisa TDS air sumur ditentukan dengan alat TDS meter dengan menganalisa nilai TDS air sumur sebelum dan sesudah melewati membran, analisa konsentrasi Ca yg terejeksi pada larutan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ditentukan dengan alat buret dengan menganalisa konsentrasi Ca sebelum dan sesudah melewati membran dengan metode titrasi kompleksometri.

3. Analisa Data

Dalam penelitian ini dilakukan pengolahan data hasil penelitian dengan membuat tabel dan grafik hubungan antara hasil percobaan dengan variabel yang dipilih.

Tabel 3.1 Parameter yang diukur, metode pengukuran dan instrumen yang digunakan

No	Parameter	Metode	Instrumen
1.	Kimia hasil isolasi dan sifat kimia membran	<i>Spektrometri infrared</i>	<i>Fourier Transform Infrared (FTIR)-spectrometer</i>
2.	Morfologi membran	Pengamatan	<i>Scanning electron microscope (SEM)</i>
3.	Rejeksi pH,	Pengukuran langsung dan	pH meter, TDS

	TDS,kekeruhan air	titrasi Kompleksometri	meter,Tubidy
	Konsentrasi Ca		Biuret
4.	Permeabilitas/fluks	Pengukuran volume permeat	Gelas Ukur

Rancangan Variabel

Rancangan variabel yang akan digunakan pada penelitian ini disajikan pada Tabel 3.2, Tabel 3.3 dan Tabel 3.4

Tabel 3.2. Rancangan Variabel Pembuatan Membran dengan variasi konsentrasi PEG (poli etilen glikol)

Run	Variabel		Yang Dihitung	Hasil
	Konsentrasi PEG	Kuantitas Coating Casting “Penyapuan”		
1.	2,5 %	10 x	- permeabilitas	J dan R
2.	3,5 %	10 x	- rejeksi	optimal
3.	5 %	10 x	- uji FTIR - uji SEM	

Kondisi tetap :

- Konsentrasi Selulosa asetat teknis 23 %
- Solven : Aseton
- Non Solven : Air
- Waktu penguapan solven sebelum dimasukkan bak koagulan 25 detik
- Pengeringan I : suhu kamar selama 1 jam
- Pengeringan II : dengan oven suhu 35°C selama 12 jam

Tabel 3.3. Rancangan Variabel Pembuatan Membran dengan variasi waktu penguapan tanpa penambahan 1 % air

Run	Variabel		Yang Dihitung	Hasil
	Waktu Penguapan Solven (detik)	Kuantitas Coating Casting “Penyapuan”		
1.	10	10 x	- permeabilitas	J dan R
2.	15	10 x	- rejeksi	optimal
3.	25	10 x	- uji FTIR	
4.	25	10 x	- uji SEM	

Kondisi tetap :

- Untuk run 1-3 Konsentrasi Selulosa asetat teknis 23 %
- Untuk run 4 Konsentrasi Selulosa diasetat dari serat daun nanas 23 %
- Solven : Aseton
- Non Solven : Air
- Konsentrasi PEG 5 %
- Pengeringan I : suhu kamar selama 1 jam
- Pengeringan II : dengan oven suhu 35°C selama 12 jam

Tabel 3.4. Rancangan Variabel Pembuatan Membran dengan variasi waktu Penguapan dengan penambahan 1 % air

Run	Variabel		Yang Dihitung	Hasil
	Waktu Penguapan Solven (detik)	Kuantitas Coating Casting "Penyapuan"		
1.	10	10 x	- permeabilitas	J dan R
2.	15	10 x	- rejeksi	optimal
3.	25	10 x	- uji FTIR - uji SEM	

Kondisi tetap :

- Konsentrasi Selulosa asetat teknis 23 %
- Solven : Aseton
- Non Solven : Air
- Konsentrasi PEG 5 %
- Pengeringan I : suhu kamar selama 1 jam
- Pengeringan II : dengan oven suhu 35°C selama 12 jam

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pembuatan Pulp Serat Daun Nanas

Untuk memperoleh selulosa dari serat daun nanas, disiapkan terlebih dahulu dengan merendam daun nanas selama satu minggu di dalam air yang berfungsi untuk mempercepat pembusukan sehingga seratnya mudah untuk dipisahkan dari daging daunnya. Setelah diperoleh seratnya seperti Gambar 4.1 di bawah kemudian terlebih dahulu merendam serat ke dalam larutan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 2,5 % (b/v) yang berfungsi untuk mengembangkan serat agar lebih lunak. Setelah itu, serat daun nanas dicuci dan dikeringkan di udara terbuka. Serat daun nanas yang telah disiapkan, kemudian dilakukan proses refluks yaitu dengan memasukkan serat kedalam labu leher tiga dengan menambahkan NaOH 17,5 % (b/v) selama 4 jam pada suhu $60\text{ }^\circ\text{C}$. Tujuan dari proses tersebut adalah untuk menghilangkan lignin.



Gambar 4.1 Hasil Preparasi Serat Daun Nanas



Gambar 4.2 Proses Pembuatan Lembaran Pulp

Setelah proses refluks di atas selesai, serat daun nanas dicuci dengan aquades sampai bebas basa. Serat daun nanas tersebut kemudian dibuat bubur selulosa dengan cara dihaluskan menggunakan *blender*, dan bubur selulosa dicetak menjadi pulp selulosa menggunakan plat seng seperti Gambar 4.2 di atas sambil dipanaskan untuk menghilangkan kandungan air.

4.2 Hasil Pemutihan Pulp

Selain dengan refluks, lignin juga dapat dihilangkan melalui proses *bleaching* (pemutihan). Pada penelitian ini, proses *bleaching* dilakukan dengan menggunakan NaOCl 5 % (v/v). Pulp serat daun nanas dimasukkan ke dalam gelas beker yang berisi aquades yang sebelumnya telah dipanaskan sampai suhu 60°C. Campuran tersebut kemudian diaduk hingga menjadi bubur dan ditambahkan NaOCl 5 % (v/v) sebagai *bleaching agent*, kemudian diaduk dan didiamkan selama 30 menit. Setelah

itu campuran dicuci dengan aquades sampai bebas basa, kemudian direndam dengan NaOH 2 % (b/v) selama 30 menit untuk menghilangkan sisa lignin. Campuran dicuci sampai bebas basa. Pulp yang telah diputihkan, dikeringkan di udara terbuka.

Dari penelitian sebelumnya, isolasi selulosa dari serat daun nanas dengan melalui proses refluks dengan NaOH 17,5 % (b/v), waktu pemasakan 4 jam, dan dilanjutkan dengan proses *bleaching*, dihasilkan komposisi kimia pulp adalah : kadar selulosa sebesar 83,80 %, kadar lignin 5,90 % dan kadar air 0,09 % (Wijanji, 2006).

4.3 Sintesis Selulosa Diasetat dari Serat Daun Nanas

Sintesis selulosa diasetat dari serat daun nanas dilakukan dengan menggunakan metode asetilasi. Metode asetilasi untuk sintesis selulosa diasetat dilakukan melalui tiga tahapan yaitu: pengembangan, asetilasi dan tahap hidrolisis (Sjostrom, 1995). Sebelum tahap pengembangan, pulp serat daun nanas yang telah diputihkan, digiling untuk mendapatkan permukaan pulp yang lebih luas sehingga akan mempercepat proses pelarutan. Untuk mereaktifkan struktur polimer dari selulosa serat daun nanas ditambahkan asam asetat glasial sebagai zat pengembangan (*swelling agent*) dan *dishaker* pada suhu 40°C selama 1 jam. Selain itu, penambahan asam asetat glasial juga berfungsi untuk mempercepat reaksi. Selulosa yang diaktifkan mempunyai kecepatan tiga kali lipat daripada selulosa yang tidak diaktifkan (Sjostrom, 1995). Selanjutnya ditambahkan campuran asam asetat glasial dan asam sulfat pekat dan *dishaker* selama 45 menit pada suhu yang sama untuk proses pengembangan agar terjadi penetrasi molekul pengembang (pelarut) ke dalam struktur polimer (selulosa) dan mereaktifkan struktur selulosa sehingga selulosa terasetilasi sempurna (Carl, 1997). Kemudian campuran didinginkan dan ditambahkan anhidrida asetat dingin sebagai pereaksi pada reaksi asetilasi. Pendinginan dilakukan karena terjadi reaksi eksotermal (melepaskan panas) antara campuran dengan anhidrida asetat. Campuran ini kemudian *dishaker* kembali selama 3 jam. Setelah 3 jam, campuran berubah menjadi larutan kental yang berwarna coklat

tua. Hal ini menandakan bahwa reaksi asetilasi berjalan sempurna dan terbentuk selulosa triasetat.

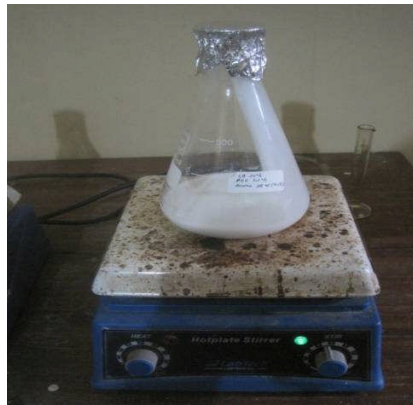
Untuk reaksi hidrolisis pembentukan selulosa diasetat, yaitu reaksi penggantian gugus fungsi antara gugus asetil dengan gugus hidroksil, dilakukan dengan penambahan asam asetat berair 67 % (b/v). Proses hidrolisis dilakukan selama 15 jam. Selanjutnya larutan diendapkan dengan menambahkan akuades tetes demi tetes. Endapan disaring dengan corong *buchner* dan dicuci sampai bebas asam yang diuji dengan kertas lakmus biru, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 60-70 °C. Selulosa diasetat hasil sintesis tersebut dihaluskan dengan menggunakan mortar sampai halus.

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya Santoso (2007) hidrolisis selama 15 jam dihasilkan selulosa diasetat yang sifatnya mendekati selulosa diasetat standart. Pada penelitian sebelumnya dengan waktu hidrolisis 15 jam diperoleh selulosa diasetat yang memiliki karakterisasi yaitu kadar asetil sebesar 39,31 %, berat molekul rata-rata selulosa diasetat (M_v) sebesar 51.540,13 g/mol, suhu transisi gelas (T_g) pada suhu 210,1 °C, perubahan entalpi sebesar 77,0 mJ/mg. Hasil IR pulp serat daun nanas, selulosa diasetat pada penelitian ini ditunjukkan pada lampiran.

4.4 Pembuatan Membran Selulosa Diasetat dari Serat Daun Nanas dan Pembuatan Membran Selulosa Asetat Komersial

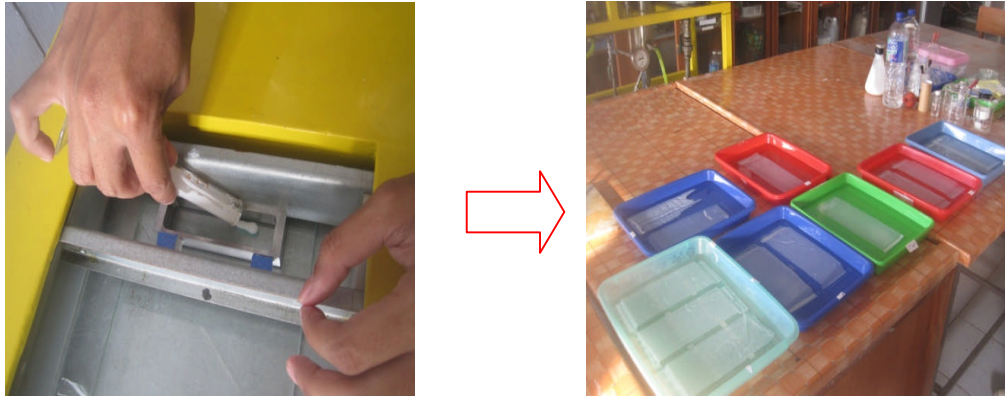
Untuk membuat membran berbahan selulosa diasetat dari serat daun nanas ataupun dari selulosa asetat komersial, sebelumnya dibuat larutan *dope* terlebih dahulu seperti terlihat pada Gambar 4.3. Selulosa diasetat hasil sintesis dari serat daun nanas ataupun selulosa asetat komersial secara terpisah dimasukkan ke dalam erlenmeyer bertutup yang telah berisi aseton dan diaduk menggunakan pengaduk magnetik hingga polimer larut sempurna. Fungsi dari aseton adalah sebagai pelarut selulosa asetat. Setelah itu ditambahkan PEG dan diaduk kurang lebih selama 6 jam hingga larutan menjadi homogen. PEG berfungsi sebagai bahan aditif yang dapat

membentuk pori-pori membran (Fadillah, 2003). Selain itu, PEG juga berfungsi sebagai pelarut tidak sempurna bagi selulosa asetat, karena dapat meningkatkan daya larut selulosa asetat. Setelah selulosa diasetat larut sempurna dalam aseton dan PEG, akan menghasilkan larutan *dope*. Larutan didiamkan selama 1 malam untuk menghilangkan gelembung udara. Tujuan dari penghilangan gelembung udara ini adalah agar tidak terbentuk *pinhole* pada saat membran dicetak, yang menyebabkan kinerja membran berkurang. Setelah itu larutan *dope* siap dicetak dengan metode inversi fasa.



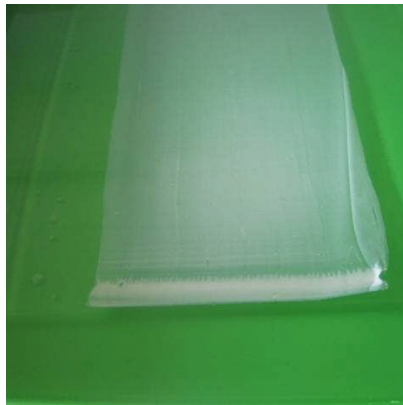
Gambar 4.3 Proses Pembuatan Larutan Dope

Cara pembuatan membran dengan metode inversi fasa yaitu dengan menuangkan larutan *dope* ke atas plat kaca, kemudian *casting knife stainless steel* digerakkan ke bawah untuk membentuk lapisan tipis dari larutan *dope* tersebut yang divariasikan PEG dengan konsentrasi 2,5 %, 3,5 % dan 5 % juga dilakukan variasi penambahan aquades 1 %. Kemudian dibiarkan dengan variasi waktu penguapan 10, 15, dan 25 detik. Setelah itu plat kaca dimasukkan ke dalam bak koagulasi dengan suhu koagulan suhu kamar sesuai pada Gambar 4.4 di bawah ini.



Gambar 4.4 Proses Pembuatan Membran Dengan Metode Inversi Fasa

Pada saat proses koagulasi seperti pada Gambar 4.5 terjadi difusi antara aseton-PEG dengan air pada bak koagulasi. Aseton dan PEG berdifusi ke luar membran. Proses pendesakan aseton dan PEG oleh air menyebabkan terbentuknya pori-pori membran.



Gambar 4.5 Proses Koagulasi

Membran yang telah dicetak, dicuci dengan air mengalir dan disimpan selama 1 hari dalam akuades untuk menghilangkan sisa pelarut. Selanjutnya membran dipotong berbentuk lingkaran dengan diameter 5 cm, sesuai sel filtrasi, dan disimpan dalam larutan natrium azida 1% agar membran tidak mudah rusak oleh mikroorganismenya. Membran yang telah dibuat kemudian dilakukan karakterisasi yang bertujuan untuk mendapatkan kinerja membran yang optimum. Karakterisasi ini

meliputi : pengukuran fluks (permeabilitas), nilai rejeksi (permselektivitas) dan analisa morfologi membran dengan SEM.

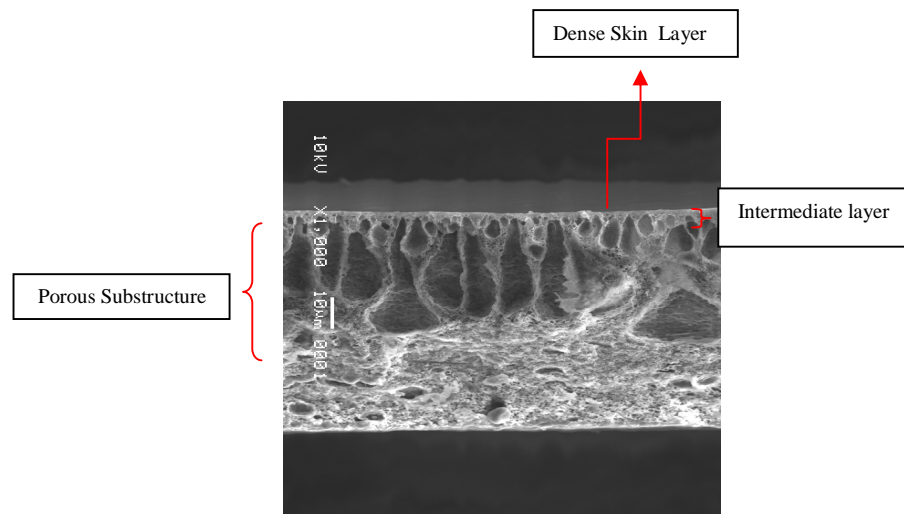
4.5 Karakterisasi Membran

4.5.1 Penentuan morfologi membran

Salah satu cara untuk mengetahui morfologi membran adalah dengan uji SEM. Dengan uji ini dapat diketahui struktur permukaan dan penampang melintang suatu membran menggunakan mikroskop elektron (Mulder, 1996). Analisa SEM menunjukkan bentuk dan perubahan atau morfologi permukaan dari sampel yang dianalisis. Pada prinsipnya bila terjadi perubahan suatu bahan misalnya perubahan struktur permukaan, maka bahan tersebut cenderung mengalami perubahan energi. Energi yang telah berubah tersebut dapat dipancarkan, dipantulkan, dan diserap serta diubah bentuknya menjadi fungsi gelombang elektron yang dapat ditangkap dan dibaca hasilnya (Mumpuni, 2011).

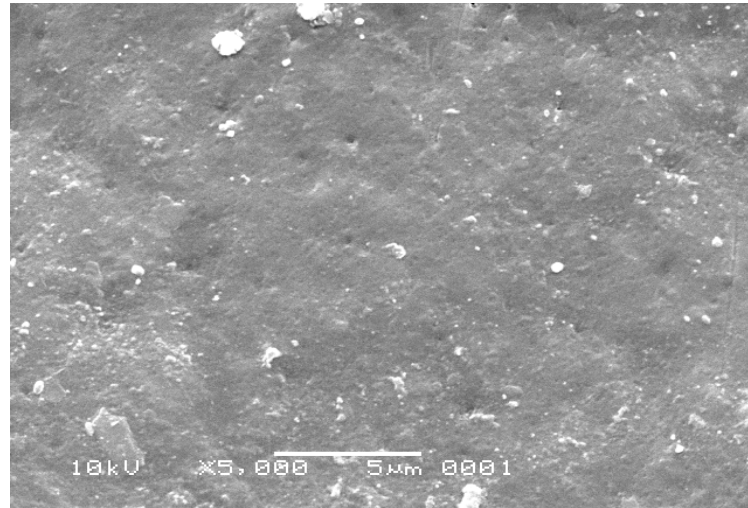
Pada penelitian ini dapat dihasilkan membran asimetrik dari polimer dengan metode inversi fasa yang ditunjukkan dari hasil analisa SEM. Pada gambar terlihat jelas terdapat tiga lapisan yaitu lapisan dense yang berada pada permukaan atas membran yang berfungsi sebagai lapisan selektif, lapisan intermediet yaitu lapisan yang berada diantara lapisan dense dan lapisan penyangga yang berfungsi sebagai penyangga mekanik membran. Pada penelitian dilakukan analisa morfologi pada membran selulosa diasetat daun nanas dan selulosa asetat komersial yang memiliki kondisi optimum.

Hasil SEM penampang melintang membran selulosa diasetat serat daun nanas ditunjukkan pada Gambar 4.6 dengan perbesaran 1000 kali. Pada gambar tersebut tampak pada membran terdapat rongga berbentuk seperti jari dan struktur membran terlihat asimetrik.



Gambar 4.6 Hasil SEM penampang melintang membran selulosa diasetat serat daun Nanas

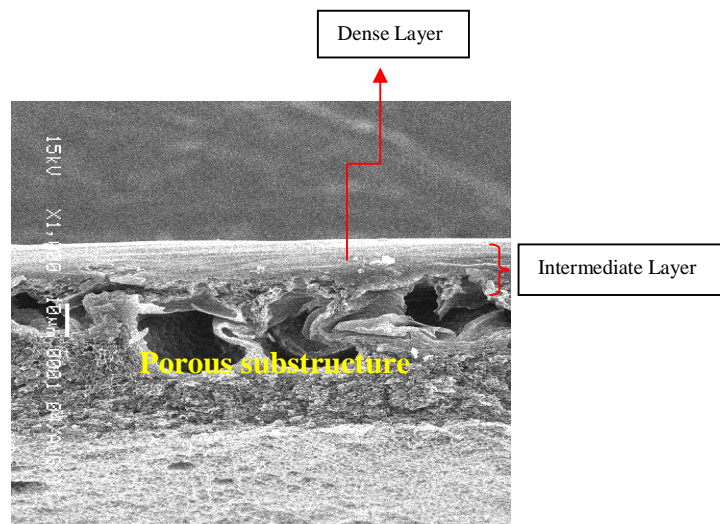
Hasil SEM permukaan membran selulosa diasetat daun nanas ditunjukkan pada Gambar 4.7 dengan perbesaran 5000 kali. Dari gambar tersebut dapat terlihat distribusi pori dari membran. Tetapi, permukaan membran selulosa diasetat kurang rata. Hal ini disebabkan karena proses pencetakan membran dilakukan secara manual, sehingga ketebalan permukaan yang terbentuk tidak sama. Terdapat mata ikan atau lubang ini menandakan larutan selulosa diasetat belum larut sempurna pada saat pembuatan larutan *dope*.



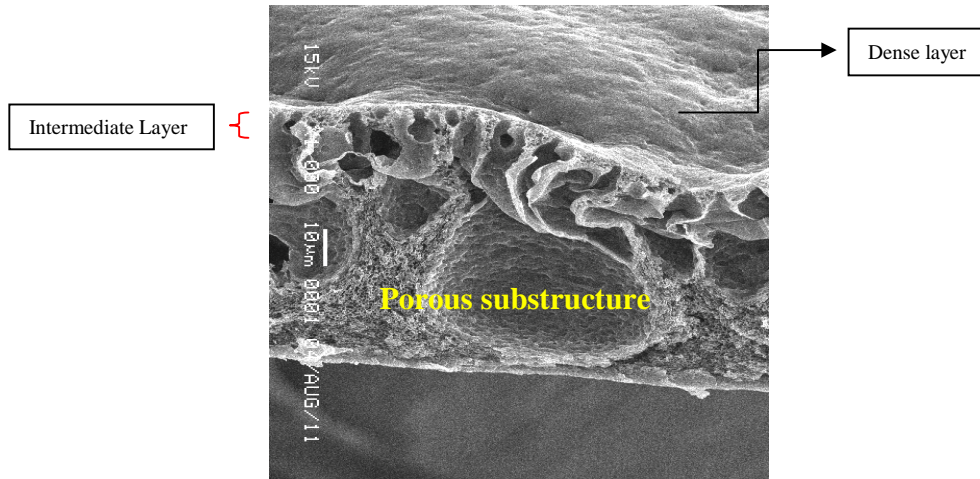
Gambar 4.7 Hasil SEM permukaan membran selulosa diasetat serat daun Nanas

4.5.2 Pengaruh Penambahan Aditif PEG Pada Morfologi Membran

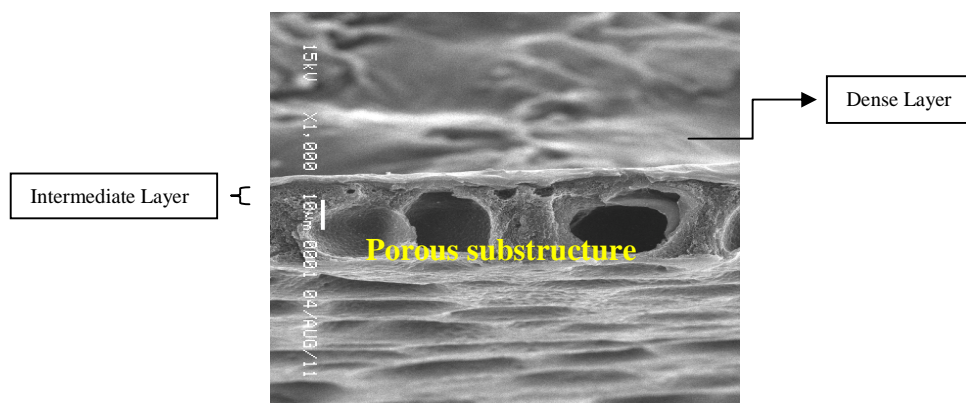
Pada Gambar 4.8, 4.9, dan 4.10 ketiga gambar terlihat membran asimetrik seiring dengan banyaknya penambahan PEG Gambar 4.9 dan 4.10 pori terlihat lebih asimetrik dan seragam, tampak pada semua membran terdapat pori berbentuk seperti jari



Gambar 4.8 Hasil SEM penampang melintang membran untuk penambahan 2,5% PEG

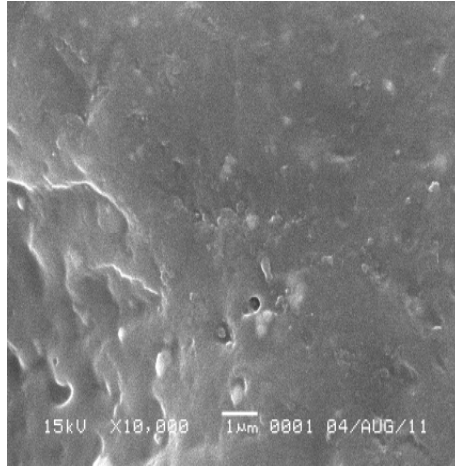


Gambar 4.9 Hasil SEM penampang melintang membran untuk penambahan 3,5% PEG

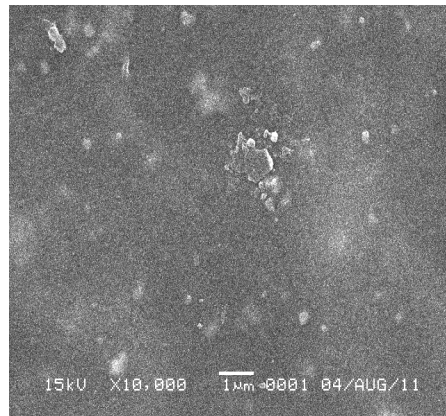


Gambar 4.10 Hasil SEM penampang melintang membran untuk penambahan 5% PEG

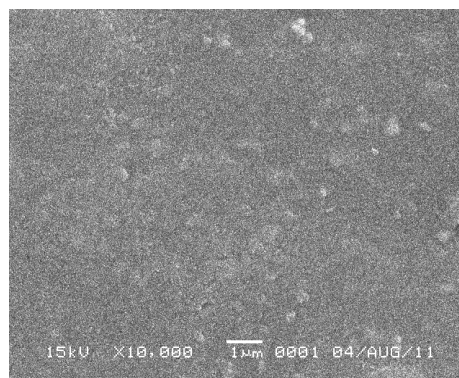
Dari Gambar 4.11, 4.12, dan 4.13 terlihat ada perbedaan pada Gambar 4.13 struktur pori lebih rapat dan dense. Seiring dengan penambahan PEG semakin banyak semakin non porous pada permukaan membran. Pada Gambar 4.11 terlihat kurang merata ketebalannya karena pada saat pembuatan casting dilakukan secara manual dan terdapat ada seperti *void* pada permukaan membran.



Gambar 4.11 Hasil SEM permukaan membran untuk penambahan PEG 2,5%



Gambar 4.12 Hasil SEM permukaan membran untuk penambahan PEG 3,5%

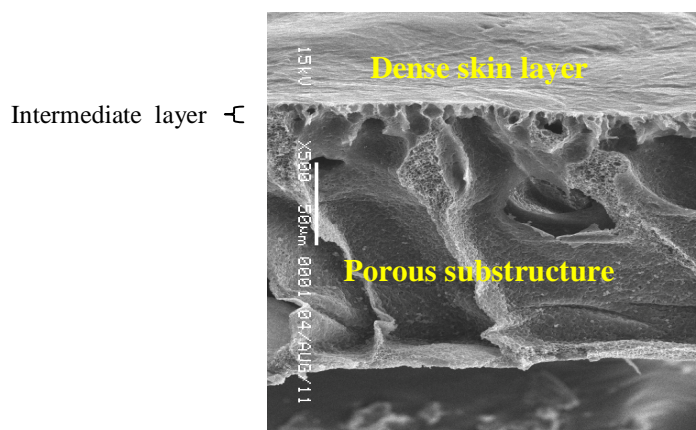


Gambar 4.13 Hasil SEM permukaan membran untuk penambahan PEG 5%

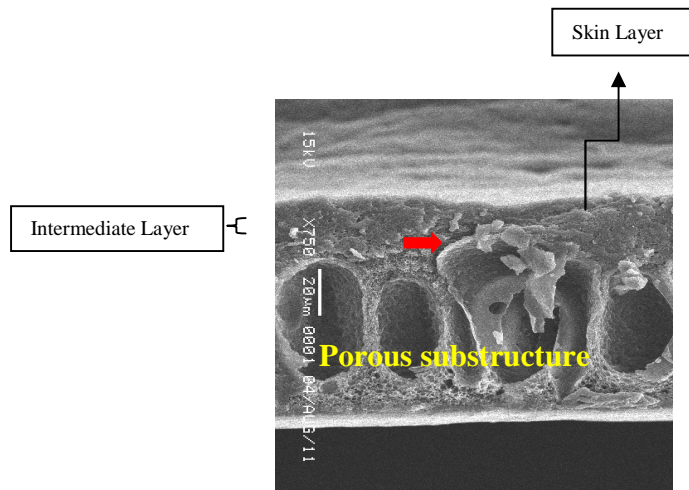
4.5.3 Pengaruh Waktu Penguapan Pada Morfologi Membran

Pada Gambar 4.14, 4.15, dan 4.16 di bawah menunjukkan penampang melintang membran terlihat sama-sama asimetrik. Tetapi terdapat perbedaan pada kedua gambar ditunjukkan pada panah merah. Pori terlihat tidak seragam dikarenakan masih ada udara atau pelarut yang terjebak pada saat proses penguapan. Pada Gambar 4.15 dan 4.16 yaitu dengan penambahan 1 % aquades pori juga terlihat berbeda yaitu lebih homogen dibandingkan tanpa penambahan 1% aquades.

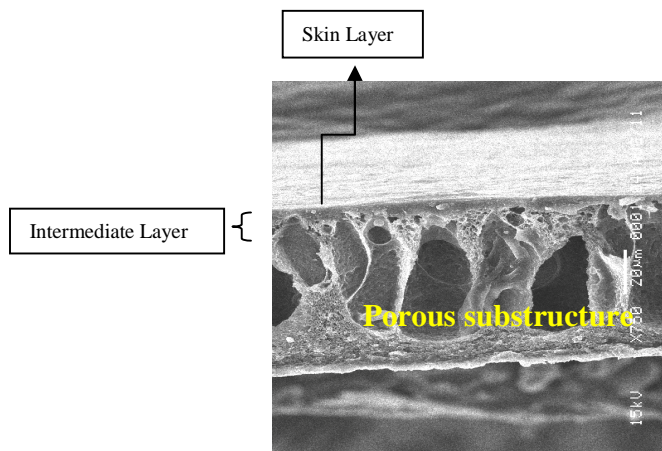
Dari beberapa gambar melintang membran di bawah semua terlihat pada membran terdapat rongga berbentuk seperti jari (*finger-like macrovoid*). Fenomena terbentuknya *finger-like macrovoid* umum terjadi pada asimetrik membran karena cairan dengan viskositas tinggi pada membran telah terdifusi oleh cairan dengan viskositas rendah sehingga terbentuk rongga berbentuk jari / *finger-like macrovoid* (Ren dan Wang, 2011). Terbentuknya macrovoid dapat menurunkan kekuatan mekanik membran (Ren dan Wang, 2011). Jadi dengan dengan lebih kecilnya *macrovoid* yang terbentuk maka kekuatan mekanik membran yang diukur dengan nilai *modulus young* akan lebih besar nilainya.



Gambar 4.14 Hasil SEM penampang melintang membran untuk variasi waktu penguapan 25 detik tanpa penambahan 1% aquades



Gambar 4.15 Hasil SEM penampang melintang membran untuk variasi waktu penguapan 15 detik dengan penambahan 1% aquades

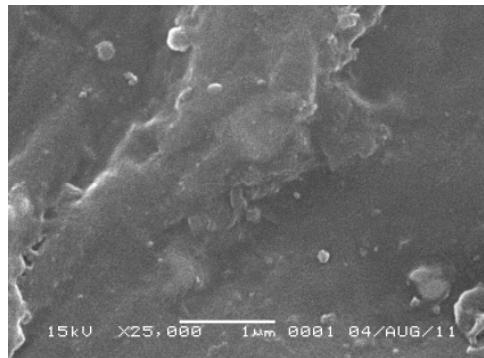


Gambar 4.16 Hasil SEM penampang melintang membran untuk variasi waktu penguapan 25 detik dengan penambahan 1% aquades

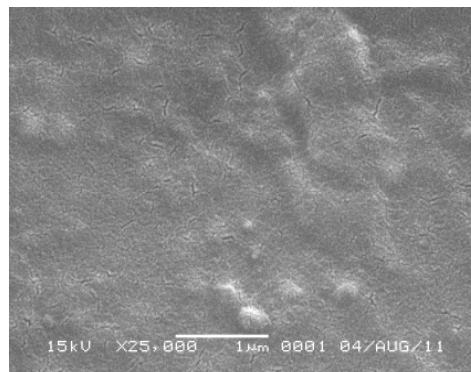
Pada Gambar 4.17, 4.18 dan 4.19 terdapat perbedaan yaitu dengan penambahan aquades permukaan membran semakin lebih dense rapat dan halus dibandingkan tanpa penambahan aquades ini dikarenakan saat penambahan aquades membantu pembentukan pori banyak seragam dan pada saat proses *casting* juga jauh

lebih mudah karena larutan *dope* tidak terlalu pekat. Adapun perbedaan gambar permukaan pada waktu penguapan 25 detik, permukaan terlihat lebih halus dibandingkan dengan gambar penguapan 15 detik karena pembentukan skin pada waktu penguapan pelarut 25 detik lebih lama proses delayed demixingnya.

Pada waktu penguapan 25 detik juga terlihat lapisan dense yang terbentuk lebih tebal karena waktu penguapan yang lebih lama memberikan kesempatan skin lapisan atas untuk berikatan sehingga terbentuk lapisan dense yang lebih tebal dan dapat berakibat pada meningkatnya rejeksi dan penurunan fluks. Lapisan dense yang lebih tebal juga akan meningkatkan kekuatan mekanik membran yang dapat diketahui dari nilai *modulus young* yang lebih besar.



Gambar 4.17 Hasil SEM permukaan membran untuk variasi penguapan pelarut 25 detik tanpa penambahan 1% aquades



Gambar 4.18 Hasil SEM permukaan membran untuk variasi penguapan pelarut 15 detik dengan penambahan 1% aquades



Gambar 4.19 Hasil SEM permukaan membran untuk variasi penguapan pelarut 25 detik dengan penambahan 1% aquades

4.6 Pengukuran Fluks Membran

Pengukuran fluks membran dilakukan dengan alat filtrasi *dead end* untuk mengukur laju alir membran per satuan luas per satuan waktu. Sebelum dilakukan pengukuran fluks, membran dikompaksi terlebih dahulu dengan menggunakan aquades sampai volume yang dapat melewati membran konstan pada tiap satuan waktu. Hal ini dilakukan dengan tujuan untuk menguatkan ikatan dalam membran agar tidak mudah sobek dan agar diperoleh fluks air yang konstan. Setelah proses kompaksi selesai, dilakukan pengukuran fluks membran setiap 10 menit sampai 1 jam. Luas membran sebesar $10,75 \times 10^{-4} \text{ m}^2$ dengan jari-jari masing membran 1,85 cm. Untuk menghitung nilai fluks dilakukan menggunakan persamaan (1). Pengukuran fluks membran untuk selulosa diasetat dari serat daun nanas dengan variasi komposisi membran 23% selulosa asetat, 5% PEG cair, 1% penambahan air dan waktu penguapan pelarut 25 detik didapatkan fluks sebesar $55.80 \text{ L.M}^{-2}.\text{h}^{-1}$. Di bawah ini disajikan data-data penelitian fluks untuk polimer selulosa asetat komersial.

4.6.1 Pengaruh waktu penguapan pelarut terhadap hasil pengukuran fluks membran

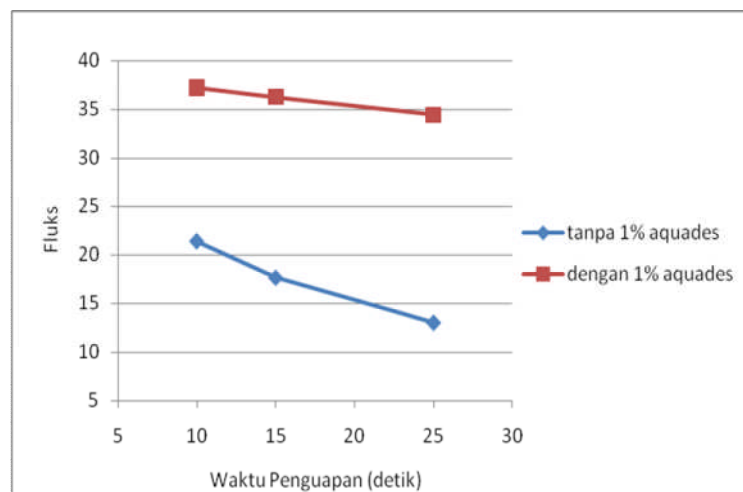
Dari Tabel 4.1, 4.2 dan Gambar 4.20 waktu penguapan pelarut berpengaruh terhadap pembentukan *skin* membran bagian permukaan. Semakin lama waktu penguapan maka semakin cepat terbentuk *skin* serta pori bagian atas semakin kecil, rapat dan halus. Ini menyebabkan nilai fluks turun dan nilai rejeksi naik. Waktu penguapan juga berpengaruh pada ukuran pori, semakin lama waktu penguapan membuat pori bagian atas lebih kecil dan selektif (Marlina, 2002). Hal ini dikarenakan terjadi proses *delayed demixing* sehingga diperoleh membran non porous pada permukaan.

Waktu penguapan mengakibatkan peningkatan konsentrasi polimer pada bagian atas lapisan membran yang menyebabkan pori membran menjadi lebih kecil atau *dense*. Terlebih lagi lapisan ini akan menghambat kecepatan pertukaran sisa solvent dan non solvent melalui permukaan membran selama proses imersi di dalam bak koagulasi berlangsung. Fenomena inilah yang menyebabkan terbentuknya membran dengan ukuran pori yang lebih kecil yang akhirnya menghasilkan fluks yang lebih kecil (Li, 2009 dan Soroko, 2011).

Pada data pengukuran fluks, dapat dilihat bahwa semakin lama waktu yang dibutuhkan larutan umpan untuk melewati membran, nilai fluks semakin kecil. Hal ini dikarenakan karena terjadinya *fouling* pada permukaan membran, yaitu deposisi padatan tersuspensi atau padatan terlarut pada permukaan membran, pada mulut atau di dalam pori-pori membran yang mengakibatkan penurunan kinerja membran.

Penambahan nonsolven pada larutan casting akan berpengaruh terhadap struktur membran yang dihasilkan. Ketika tidak ada penambahan air ke dalam larutan casting, pembentukan membran melewati mekanisme *delayed demixing*, sehingga diperoleh membran *nonporous*. Penambahan air pada larutan casting menyebabkan struktur pori membran semakin terbuka (Mumpuni, 2011).

Pada pengukuran fluks, dapat dilihat bahwa semakin lama waktu yang dibutuhkan larutan umpan untuk melewati membran, maka nilai fluks semakin kecil. Hal ini disebabkan karena terjadinya *fouling*, yaitu perubahan yang bersifat *irreversible* yang disebabkan oleh interaksi secara fisik dan kimiawi antara membran dengan partikel yang terdapat dalam proses pemisahan (Wenten, 1996).



Gambar 4.20 Grafik antara fluks membran dengan variasi waktu penguapan 10,15 dan 25 detik tanpa dan dengan 1% aquades

Tabel 4.1 Data pengukuran fluks membran dengan variasi komposisi membran 23% selulosa asetat, 5% PEG cair, variasi waktu penguapan pelarut (10, 15, 25) detik dan tekanan operasi 5 bar

Variasi Waktu Penguapan (detik)	Volume Permeat (ml) tiap 10 menit		Flux (L.M ⁻² .h ⁻¹)	Flux Rata-rata
10	V1	4	22.325	21.393
	V2	3,5	19.53	
	V3	4	22.325	
15	V1	3,5	19.53	17.671
	V2	4	22.325	
	V3	2	11.16	
25	V1	3	16.745	13.023
	V2	2,5	13.955	
	V3	1,5	8.37	

Tabel 4.2 Data pengukuran fluks membran dengan variasi komposisi membran 23% selulosa asetat, 5% PEG cair, 1% aquades, variasi waktu penguapan pelarut (10, 15, 25) detik dan tekanan operasi 5 bar

Variasi Waktu Penguapan (detik)	Volume Permeat (ml) per 10 menit		Flux (L.M ⁻² .h ⁻¹)	Flux Rata-rata
10	V1	7	39.0619	37.202
	V2	6,5	36.2718	
	V3	6,5	36.2718	
15	V1	6,5	36.2718	36.272
	V2	6,5	36.2718	
	V3	6,5	36.2718	
25	V1	6,5	36.2718	34.416
	V2	6	33.4883	
	V3	6	33.4883	

4.6.2 Pengaruh penambahan poli etilen glikol (PEG) terhadap hasil pengukuran fluks membran

Di bawah ini disajikan data-data fluks untuk polimer selulosa asetat komersial dengan variasi penambahan PEG pada larutan dope. Dari Tabel 4.3 penambahan komposisi PEG berpengaruh terhadap pembentukan pori semakin kecil, meningkatkan keteraturan bentuk pori pada membran. Fadillah (2003), Rini (2007), Mohammadi (2009) dan Saljoughi (2010) telah dilakukan pembuatan membran dengan penambahan aditif PEG mempunyai pengaruh yaitu meningkatkan laju permeasi membran karena PEG diketahui sebagai bahan organik pembentuk pori pada membran. Yang (2001) juga menyebutkan bahwa peningkatan jumlah PEG dapat meningkatkan porositas membran komposit kitosan-selulosa, yang diperlihatkan melalui peningkatan nilai fluks membran tersebut. Dari Tabel 4.3 terlihat semakin banyak komposisi PEG pada larutan *dope* membran menghasilkan nilai fluks yang semakin tinggi.

Tabel 4.3 Data pengukuran fluks membran dengan variasi komposisi larutan dope 23% selulosa asetat, 2,5%, 3,5%, 5% PEG cair, waktu penguapan pelarut 25 detik, tekanan operasi 5 bar

Variasi Poli etilen glikol (PEG) %	Volume Permeat (ml) per 10 menit		Flux (L.M ⁻² .h ⁻¹)	Flux Rata-rata
	V1	V2		
2,5%	V1	3	16.745	16.745
	V2	3	16.745	
	V3	3	16.745	
3,5%	V1	4,5	25.115	23.255
	V2	4	22.325	
	V3	4	22.325	
5%	V1	6	33.49	33.49
	V2	6	33.49	
	V3	6	33.49	

4.7 Pengukuran rejeksi membran

Pengukuran rejeksi membran dilakukan secara bersamaan dengan pengukuran fluks membran yaitu menggunakan sel filtrasi *dead end*. Sedangkan umpan yang dilewatkan membran adalah sampel air payau. Untuk pengukuran rejeksi, air payau sebelum dan sesudah dilewatkan membran diukur derajat kekeruhannya dengan menggunakan turbidimeter, TDS terlarut dengan TDS meter, dan diukur kadar Ca^{2+} dengan titrasi substitusi. Pengukuran kadar Ca^{2+} didasarkan pada kemampuan membran nanofiltrasi yang hanya dapat merejeksi sampai sebatas ukuran ion bivalen seperti Ca^{2+} dan Mg^{2+} dengan rentang berat molekul 200-5000 (Ren dan Wang, 2011).

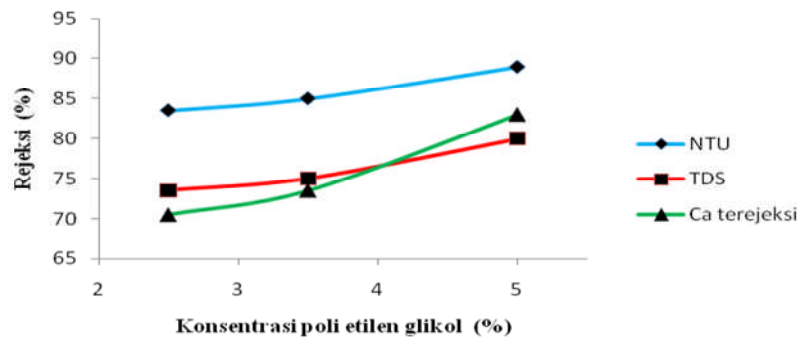
Selektivitas membran dinyatakan dalam koefisien rejeksi, yaitu kemampuan membran meloloskan spesi tertentu dan menahan spesi yang lain. Untuk menghitung nilai rejeksi dilakukan menggunakan persamaan (2). Pengukuran rejeksi membran untuk selulosa diasetat dari serat daun nanas dengan variasi komposisi membran 23% selulosa asetat, 5% PEG cair, 1% penambahan aquades dan waktu penguapan pelarut 25 detik didapatkan rejeksi NTU atau kekeruhan sebesar 70 %, rejeksi TDS sebesar 63%, dan untuk uji rejeksi ion Ca sebesar 54%. Dibawah ini disajikan data-data rejeksi untuk polimer selulosa asetat komersial.

4.7.1 Pengaruh Penambahan Aditif PEG Terhadap Hasil Pengukuran Rejeksi

Dari tabel 4.4 dan Gambar 4.21 di bawah menunjukkan bahwa penambahan komposisi poli etilen glikol (PEG) berpengaruh terhadap nilai rejeksi membran. Semakin banyak jumlah PEG, nilai rejeksi semakin tinggi. Hal ini disebabkan karena semakin banyak jumlah PEG, maka ukuran pori semakin kecil dan seragam, sehingga nilai rejeksi untuk kekeruhan, nilai TDS, dan rejeksi ion multi valen Ca semakin besar. Semakin kecil ukuran pori semakin tinggi nilai selektivitasnya (Mulder, 1996).

Tabel 4.4 Data pengukuran rejeksi membran pada tiap variasi komposisi PEG

Komposisi PEG (% b/b)	Rejeksi Kekeruhan (%)	Rejeksi TDS (%)	Rejeksi Ca (%)
2,5%	83,5%	73,5%	70,5%
3,5%	85%	75%	73,5%
5%	89%	80%	83%



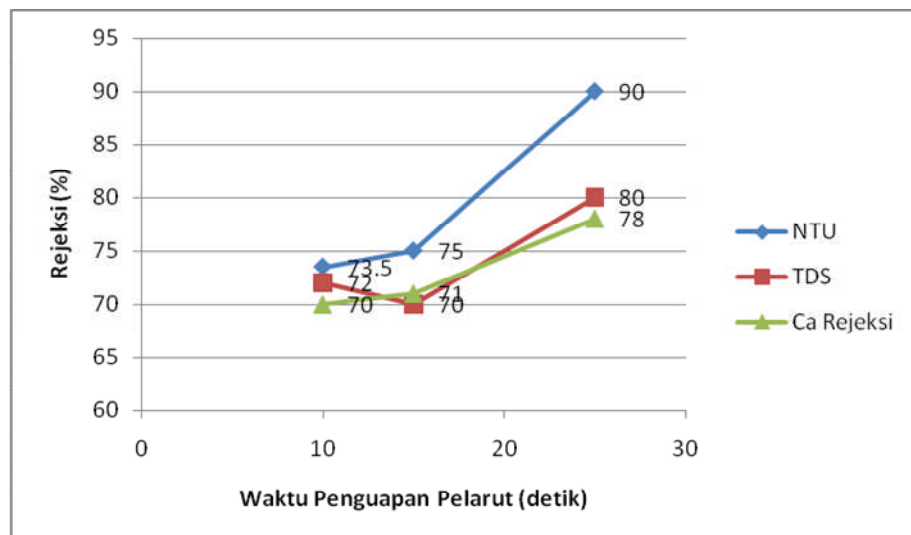
Gambar 4.21 Grafik hubungan antara rejeksi membran untuk rejeksi kekeruhan (NTU), TDS dan Ca pada berbagai komposisi PEG

4.7.2 Pengaruh Waktu Penguapan Pelarut Terhadap Hasil Pengukuran Rejeksi

Dari tabel 4.5, tabel 4.6, Gambar 4.22 dan 4.23 di bawah menunjukkan bahwa semakin kecil ukuran pori semakin tinggi nilai selektivitasnya (Mulder, 1996). Waktu penguapan pelarut berpengaruh pada pori bagian atas, semakin non porous (dense) pori bagian atas semakin besar nilai rejeksinya. Penambahan 1% air pada larutan dope berpengaruh pada fluks dan rejeksinya semakin besar karena pori sudah mulai terbentuk pada saat pencampuran.

Tabel 4.5 Data pengukuran rejeksi membran pada tiap variasi waktu penguapan tanpa penambahan 1% aquades dalam pembuatan membran

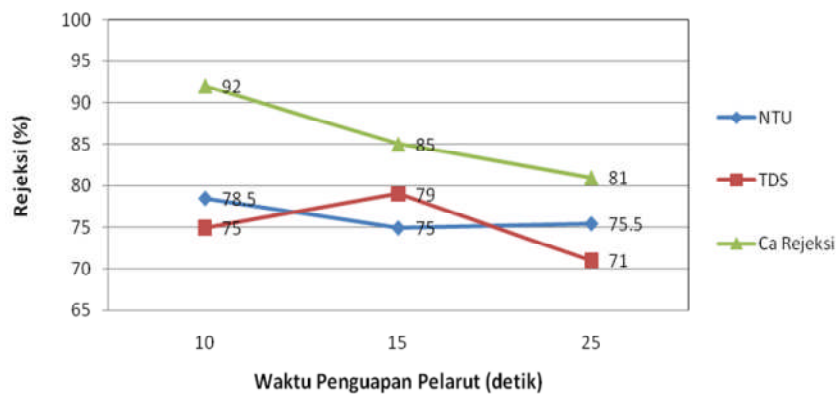
Waktu Penguapan Pelarut (detik)	Rejeksi Kekeruhan (%)	Rejeksi TDS (%)	Rejeksi Ca (%)
10	73,5%	72%	70%
15	75%	70%	71%
25	90%	80	78



Gambar 4.22 Grafik hubungan antara rejeksi membran untuk rejeksi kekeruhan (NTU), TDS dan Ca pada berbagai waktu penguapan pelarut tanpa penambahan 1% aquades

Tabel 4.6 Data pengukuran rejeksi membran pada tiap variasi waktu penguapan dengan penambahan 1% aquades dalam pembuatan membran

Waktu Penguapan Pelarut (detik)	Rejeksi Kekeruhan (%)	Rejeksi TDS (%)	Rejeksi Ca (%)
10	78,5%	75%	75,5%
15	75%	79%	71%
25	92%	85%	81%



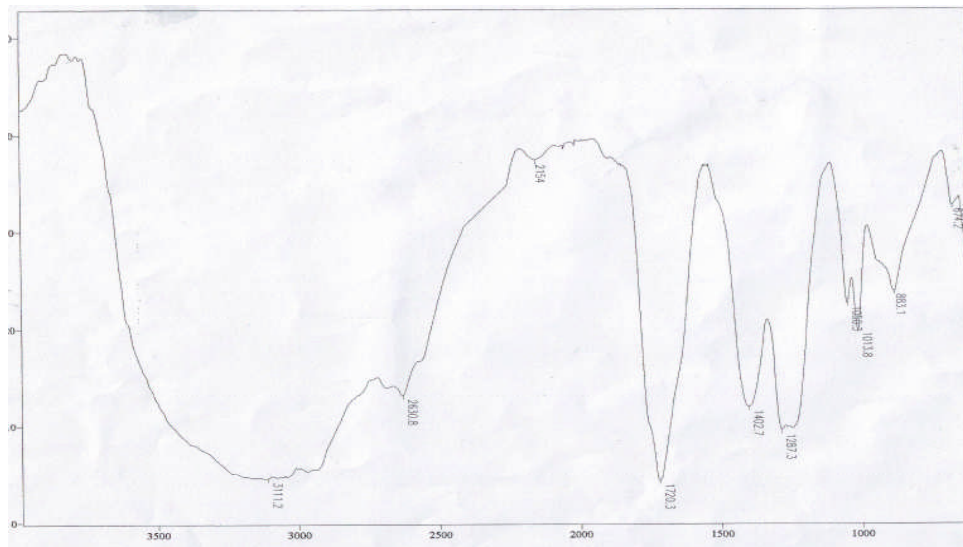
Gambar 4.23 Grafik hubungan antara rejeksi membran untuk rejeksi kekeruhan (NTU), TDS dan Ca pada berbagai waktu penguapan pelarut dengan penambahan 1% aquades

4.8 Hasil Analisa FTIR (*Fourier Transform Infrared*)

Analisa FTIR (*Fourier Transform Infrared*) pada membran digunakan untuk mengetahui adanya senyawa yang terdapat didalam membran tersebut dilihat dari puncak-puncak yang muncul pada panjang gelombang tertentu berikut dibawah ini akan disajikan beberapa gambar spektrumnya.

Pada spektrum IR selulosa diasetat serat daun nanas seperti pada Gambar 4.24 muncul puncak tajam pada bilangan gelombang $1720,3 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan

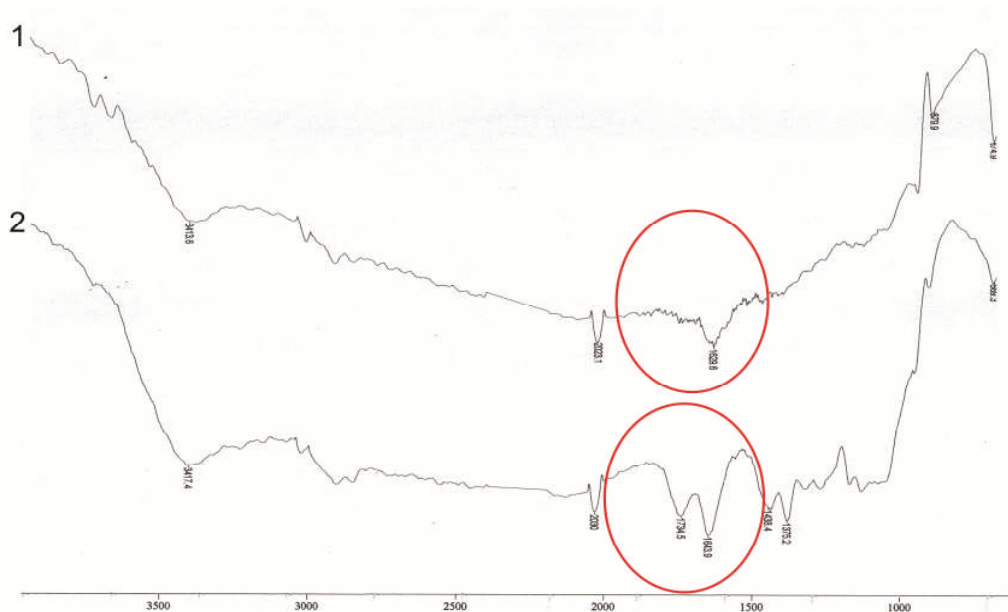
adanya karbonil (C=O) dan pada bilangan gelombang $1287,3 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya ikatan C-O ester. Antara spektrum IR selulosa diasetat serat daun nanas dengan selulosa serat daun nanas terdapat perbedaan. Pada spektrum IR selulosa diasetat, terdapat gugus fungsi karbonil (C=O) dan ikatan C-O ester sedangkan pada spektrum IR selulosa tidak terdapat gugus fungsi tersebut. Hal ini membuktikan bahwa selulosa sudah terasetilasi membentuk selulosa diasetat. Selain itu, pada spektrum IR selulosa diasetat serat daun nanas muncul puncak melebar tajam pada bilangan gelombang $3111,2 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya gugus hidroksil (-OH).



Gambar 4.24 Analisa FTIR untuk spektrum selulosa diasetat dari serat daun nanas

Pada Gambar 4.25 dapat dilihat bahwa membran memiliki gugus OH, C=O, -CH, dan R-COH yang ditunjukkan dengan panjang gelombang yang ada pada Tabel 4.7. Pada Tabel 4.7 dapat dilihat bahwa perbedaan antara analisa absorbansi membran selulosa asetat+aseton dengan membran selulosa asetat+aseton+PEG terletak pada perbedaan luasan puncak serapan yaitu pada bilangan gelombang 1629.6 cm^{-1} dan 1643.9 cm^{-1} . PEG sendiri dapat diindikasikan dengan adanya gugus fungsi C=O dan

unit ulang $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}-$ yaitu pada bilangan gelombang 1438.4. Pada gambar 4.24 dapat dilihat bahwa selulosa asetat+aseton+PEG mempunyai luasan puncak serapan yang lebih besar. Semakin luas puncak serapan menunjukkan bahwa adanya penambahan konsentrasi PEG sehingga membuat bertambah berat molekul PEG dan semakin besar pula unit ulang $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}-$ dimana merupakan gugus fleksibel dalam poli etilen glikol, yang menyebabkan kekakuan rantai berkurang. Oleh karena itu dapat mempengaruhi sifat PEG sebagai pembentuk segmen lunak (Rohaeti, 2003).



Gambar 4.25 Analisa FTIR untuk spektrum :

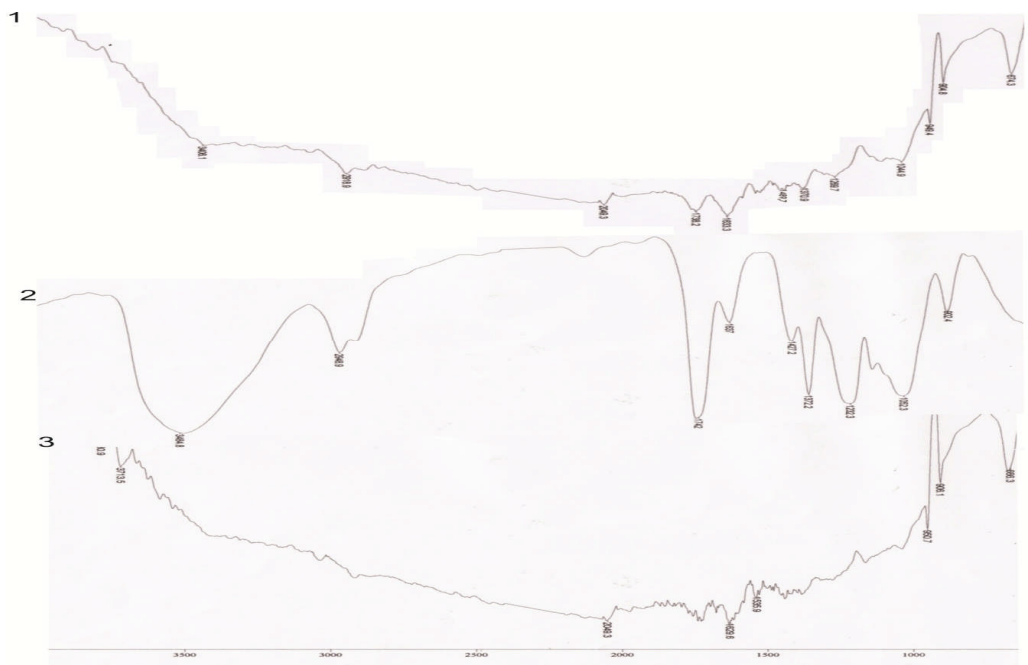
1. selulosa asetat + aseton
2. selulosa asetat + Aseton + PEG (poli etilen glikol)

Tabel 4.7 Senyawa pada grafik absorptansi selulosa asetat (CA) + aseton dengan selulosa asetat + aseton + PEG (poli etilen glikol)

No .	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)		Senyawa Kimia
	CA + Aseton (cm ⁻¹)	CA+aseton+PEG (cm ⁻¹)	
1.	3413.6	3417.4	-OH
2.	1629.6	1643.9	C=O
3.	-	1438.4	-CH ₂
4.	879.9	880	C-C
5	674.9	669.3	C-C-CHO

Pada Gambar 4.26 dapat dilihat bahwa membran memiliki gugus OH,C=O,CH₃,- COOH,dan C – O – C Ether yang ditunjukkan dengan panjang gelombang yang ada pada Tabel 4.8. Pada Tabel 4.8 dapat dilihat bahwa terjadi pergeseran panjang gelombang senyawa kimia pada waktu penguapan 15 dan 25 detik. Terjadinya pergeseran panjang gelombang tersebut menandakan bahwa waktu penguapan berpengaruh kepada struktur morfologi membran. Pada absorptansi membran selulosa asetat dengan waktu penguapan 25 detik pada bilangan gelombang 3484.8 cm⁻¹ yaitu gugus –OH memiliki luasan yang lebih besar dibandingkan pada absorptansi membran selulosa asetat dengan waktu penguapan 15 detik pada bilangan gelombang 3406.1 cm⁻¹ dan pada waktu penguapan 25 detik bilangan gelombang 1232.3 cm⁻¹ yaitu gugus –COOH memiliki luasan yang lebih besar dibandingkan bilangan gelombang waktu penguapan 15 detik yaitu 1269.7 cm⁻¹.

Pada sub bab sebelumnya, dapat dilihat bahwa rejeksi membran dengan waktu penguapan 25 detik menunjukkan hasil yang lebih baik daripada waktu penguapan 15 detik. Hal ini menunjukkan bahwa pada waktu penguapan 25 detik memiliki laju membran yang optimal. Pada Tabel 4.9 dan Gambar 4.25 yaitu dengan komposisi penambahan aquades pada larutan dope, terdapat pergeseran panjang gelombang dan setiap gugus fungsi memiliki luasan yang lebih berkurang.



Gambar 4.26 Analisa FTIR untuk spektrum selulosa asetat + aseton + PEG

1. waktu penguapan pelarut 15 detik
2. waktu penguapan pelarut 25 detik
3. waktu penguapan pelarut 25 detik + 1% aquades

Tabel 4.8 Senyawa pada grafik absorbansi membran selulosa asetat dengan waktu penguapan 15 dan 25 detik dengan aquades

No .	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)		Senyawa Kimia
	Waktu Penguapan 15 detik	Waktu Penguapan 25 detik	
1.	2918.9 ; 3406.1	2948.9 ; 3484.8	- OH
2.	1633.3 ; 1738.2	1637 ; 1742	C=O
3.	1370.9 ; 1489.7	1372.2 ; 1427.2	CH ₃ -CH ₂
4.	1269.7	1232.3	- COOH
5.	1044.9	1052.3	C - O - C Ether
6.	904.8	902.4	C-H tekuk

Tabel 4.9 Senyawa pada grafik absorbansi membran selulosa asetat dengan waktu penguapan 25 detik tanpa dan dengan aquades

No	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)		Senyawa kimia
	Non aquades	+aquades	
1	2948.9 ; 3484.8	3780,9	- OH
2	1637 ; 1742	1629,6	C=O
3	1372.2 ; 1427.2	1535,9	CH ₃ -CH
4	1232.3	906,1	- COOH
5	1052.3	666,3	C – O – C Ether
6	902.4	950,7	C-H tekuk

4.9 Hasil pengukuran sifat mekanik membran dengan uji tarik

Membran yang berkualitas tinggi adalah membran dengan sifat mekanik yang tinggi. Pada penelitian ini, pengukuran sifat mekanik membran dilakukan dengan uji tarik menggunakan alat texture analyser. Dari hasil penelitian uji tarik dapat ditentukan nilai *Modulus Young*. Uji tarik dilakukan dengan membran ditarik dengan kecepatan 5 mm/s hingga membran putus. Kemudian diperoleh nilai *Modulus Youngnya*.

Dari Tabel 4.10 menunjukkan bahwa waktu penguapan pelarut sangat berpengaruh terhadap karakteristik membran, seiring semakin lamanya waktu penguapan akan didapatkan membran dengan kekuatan mekanik yang lebih besar. Semakin lama waktu penguapan pelarut dapat menghasilkan membran dengan pori yang rapat karena ketika pelarut diuapkan, larutan polimer yang masih berbentuk cair bergerak mengisi pori sehingga menghasilkan pori yang lebih rapat, konsentrasi pada permukaan semakin tinggi membuat membran bertambah tebal. Semakin tebal membran semakin naik *modulus youngnya*. Karena membran semakin tebal akan

semakin susah untuk rusak, kekuatan antar ikatan polimer semakin kuat sehingga tidak mudah untuk diputuskan.

Selain itu pada hasil analisa SEM dapat diketahui bahwa *finger-like macrovoid* yang terbentuk pada membran dengan waktu penguapan 25 detik lebih kecil dibanding pada membran dengan waktu penguapan 10 detik. *Finger-like macrovoid* dengan ukuran yang lebih besar akan menurunkan kekuatan mekanik membran sehingga akan didapat nilai *modulus young* yang lebih kecil.

Tabel 4.10 Data pengukuran *modulus young* membran dengan variasi komposisi membran 23% selulosa asetat, 5% PEG cair, dan variasi waktu penguapan pelarut 10, 15 dan 25 detik

Variasi waktu penguapan pelarut (detik)	<i>Modulus Young</i> (N/cm ²)
10	6338
15	7789
25	7977

Dari Tabel 4.11 menunjukkan bahwa dengan penambahan aquades 1% akan meningkatkan *modulus young*nya karena air dapat menaikkan ikatan hidrogennya sehingga membran bersifat plastis dan pada saat penambahan air pori sudah mulai terbentuk sehingga jumlah pori semakin banyak, lebih rapat dan sifat mekaniknya semakin kuat dan tahan terhadap tekanan.

Tabel 4.11 Data pengukuran *modulus young* membran dengan variasi komposisi membran 23% selulosa asetat, 5% PEG cair, dan variasi waktu penguapan pelarut 10, 15 dan 25 detik dengan penambahan aquades

Variasi waktu penguapan pelarut (detik)	<i>Modulus Young</i> (N/cm ²)
10	7788
15	10341
25	12433

Dari Tabel 4.12 di bawah, dapat diketahui bahwa semakin banyak komposisi poli etilen glikol (PEG), nilai *Modulus Young*-nya semakin turun. Hal ini disebabkan karena PEG dapat menurunkan ikatan hidrogennya dan sebagai pembentuk segmen lunak sehingga sifat mekaniknya semakin turun. Semakin tinggi konsentrasi PEG akan menurunkan sifat mekaniknya karena membran semakin halus dan lunak.

Tabel 4.12 Data pengukuran *modulus young* membran dengan variasi komposisi larutan dope 2,5%, 3,5%, 5% PEG cair, 23% selulosa asetat dan waktu penguapan pelarut 25 detik

Variasi komposisi PEG (%)	<i>Modulus Young</i> (N/cm ²)
2,5	7864
3,5	6736
5	5872

BAB V

PENUTUP

5.1. Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang dilakukan terhadap membran selulosa diasetat dari serat daun nanas dan selulosa asetat komersial dengan penambahan poli etilen glikol (PEG) dapat disimpulkan antara lain :

1. Selulosa diasetat dapat disintesis dari limbah daun nanas
2. Membran nanofiltrasi selulosa diasetat dibuat dengan variasi komposisi membran 23% selulosa diasetat dari serat daun nanas, 5% PEG cair, 1% penambahan air dan waktu penguapan pelarut 25 detik didapatkan fluks sebesar $55.80 \text{ L.M}^{-2}.\text{h}^{-1}$ dan nilai rejeksi kekeruhan sebesar 70%, rejeksi TDS sebesar 63%, rejeksi ion Ca sebesar 54%.
3. Dengan variasi waktu penguapan pelarut 10 detik, 15 detik, 25 detik dan variasi penambahan PEG 2,5%, 3,5%, 5%. Membran dengan kinerja optimum diperoleh pada komposisi selulosa asetat 23%, poli etilen glikol 5%, dan aseton 72%, penambahan air 1% pada waktu penguapan pelarut 25 detik dan suhu koagulan suhu kamar. Karakterisasi membran diperoleh kinerja optimum meliputi : fluks $34.416 \text{ L.m}^{-2}.\text{jam}^{-1}$, rejeksi untuk kekeruhan 92 %, rejeksi untuk TDS (padatan terlarut) 85 %, rejeksi untuk ion multivalent yaitu Ca sebesar 81% *modulus young* 12433 N/cm^2 .
4. Penambahan komposisi polietilen glikol (PEG) berpengaruh terhadap pembentukan pori yaitu dengan semakin meningkatnya komposisi penambahan PEG, pori semakin kecil dan meningkatkan keteraturan bentuk pori pada membran sehingga nilai fluks dan rejeksi semakin besar Waktu penguapan pelarut juga berpengaruh pada pembentukan pori *skin* membran

yang semakin kecil yang mengakibatkan nilai fluks semakin kecil dengan nilai rejeksi yang semakin besar.

5. Dari uji FTIR diketahui bahwa pada membran dengan penambahan poli etilen glikol ditandai dengan adanya gugus C=O mempunyai luasan puncak serapan yang lebih besar sehingga semakin besar pula unit ulang $-\text{CH}_2-\text{CH}_2\text{O}-$. Pada variasi waktu penguapan 25 detik memiliki luasan area yang paling luas pada gugus $-\text{COOH}$ yang berakibat pada meningkatnya nilai rejeksi. Dari hasil analisa SEM dapat diketahui sifat morfologi membran bahwa membran selulosa asetat yang dihasilkan yaitu membran asimetrik dan dengan seiring meningkatnya konsentrasi poli etilen glikol dan waktu penguapan pori membran yang terbentuk semakin *dense* dan semakin halus. Dari hasil uji tarik menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi PEG akan menurunkan sifat mekanik sehingga membran semakin lunak dan halus, sementara waktu penguapan yang lebih besar akan didapatkan membran dengan ketahanan mekanik yang lebih tinggi.

5.2. Saran

Saran yang dapat diberikan di dalam penelitian ini yaitu, antara lain :

1. Melakukan penelitian lebih lanjut dengan memvariasi waktu penguapan pelarut dan memvariasi komposisi PEG yang berbeda untuk memperoleh kinerja membran yang lebih baik.
2. Melakukan penelitian lebih lanjut untuk aplikasi yang lain dari membran asimetrik selulosa asetat.
3. Mencari sumber alternatif lain sebagai bahan dasar pembuat membran selulosa diasetat.

DAFTAR PUSTAKA

- Ali, Nora'aini, N. Syazana A. Halim, A. Jusoh, and Azizah Endut. 2009. *The Formation and Characterization of An Asymmetric Nanofiltration Membrane For Amonia-Nitrogen Removal : Effect of Shear Rate*. Elsevier : Biosource Technology 101 : 1459-1465.
- Baker, W.R. 2004. *Membrane technology and Applications.*, 2nd edition., California: Jon Willey & Sons.
- Bargeman D. and Smolders C. A. 1986. *Liquid Membrane. Synthetic Membranes : Science, Engineering and Aplications*. Editor : Bungay, P. M, D. Reidel Publishing Company, The Netherlands.
- Batubara R. 2006. *Teknologi bleaching ramah lingkungan*. Fakultas Pertanian. Universitas Sumatera Utara.
- Bhongsuwan D. and Bhongsuwan T. 2008. *Preparation of Cellulose Acetate Membranes For Ultra-Nano-Filtrations*: Kasetsart J.(Nat.Sci) 42:311-317.
- Billmeyer, F.W. 1962. *Text Book of Polymer Science*. John Willey and Sons., Inc., New York and London.
- Carl J. 1997. *Preparation of Cellulose Acetate*. Industrial and Engineering Chemistry. 75-79
- Ciptaraharja I. 2006. *Membran Nanofiltrasi untuk penghilangan ion valensi tinggi dan senyawa organik dari sumber air salinitas tinggi*. Jurnal Teknik Kimia Indonesia. Vol 5, No 3. Hal : 478-489.
- Cristina, R. 1998. *Structure of water in asymmetric celullose ester membrans-an ATR FTIR study*,Journal of Membran Science
- Dasilva and Marta S.F. 2007. *Polyamide and Polyetherimide Organic Solvent Nanofiltration Membranes*. Thesis.University Of Nova De Lisboa.
- Fadillah F. 2003. *Pengaruh penambahan Poli etilen glikol terhadap karakteristik membrane selulosa asetat*. Fakultas teknologi pertanian. Institut Pertanian Bogor.

- Fengel D. dan Wegener G. 1995. *Kayu, Kimia Ultrastruktur Reaksi-Reaksi*, diterjemahkan oleh Hardjono Sastro Hamidjojo, Edisi I, UGM Press. Yogyakarta.
- Fessenden R.J. dan Fessenden J.S. 1992. *Kimia Organik* (Diterjemahkan oleh Pudjaatmaka), Edisi 3, Jilid II, Penerbit Erlangga, Jakarta. 525 halaman.
- Grandis, K. 2008. Pembuatan Selulosa Diasetat dari Kapuk Randu, *Skripsi Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Airlangga. Surabaya.*
- Harris, M.J. 1992. *Poly (Ethylene Glycol) Chemistry. Biotechnical and Biomedical Applications*. Plenum Press. New York.
- Haygreen, J.G. 1989. *Hasil Hutan dan Ilmu Kayu* (Diterjemahkan oleh Sutjipto A. Hadikusumo), UGM Press, Yogyakarta.
- Ismail A.F., A.R. Hassan and Ng be Cheer. 2002. *Effect of Shear Rate on The Performance of Nanofiltration Membrane For Water Desalination: Songklanakarin J. Sci. Technol.* Page : 879-889.
- Ismail A.F., Suhana Jalil, and Shahrir Hashim. 2004. *Preparation and characterization of polyethersulfone hollow fiber nanofiltration membranes made from PES/NMP/PEG 400/WATER*. Science direct : Journal of Membrane Science.
- Ismail A.F. and A.R. Hassan. 2005. *Formation and Characterization of Asymmetric Nanofiltration Membrane : Effect of Shear Rate and Polymer Concentration*. Science direct : Journal of Membrane Science 270 : 57-72.
- John, P.. 1992. *Biosynthesis of The Major Crop Products*, John Willey and Sons, Chicester. Hlm 154.
- Keenan T.M, Tanenbaum S.W, and Nakas J.P. 2005. *Biodegradable polymers from renewable forest resources*. Smith R, editor. *Biodegradable polymers for industrial applications*. Cambridge: Woodhead.
- Kirk B.E. and D.F. Othmer. 1985. *Encyclopedia of Chemical Technology. The interscience encyclopedia Inc., New York.*

- Kumano A. and Fujiwara N. 2008. *Cellulose triacetate membranes for reverse osmosis*. Li *et al.* editor. *Advanced membrane technology and applications*. New Jersey: John Wiley & Sons Inc. Page: 21-46.
- Lando J.B. and Maron S.H. 1974. *Fundamental of Physical Chemistry*., Macmillan Publishing Co., Inc., New York.
- Li, G. 2009. *An Experimental Investigation of Evaporation Time and The Relative Humidity On A Novel Positively Charge Ultrafiltration Membrane Via Dry-Wet Phase Inversion* : Elsevier. *Journal of Membrane Science* 326. Page : 168-177.
- Marlina, Saiful S., Johan. 2002. Pengaruh Jumlah Formamida dan Waktu Evaporasi Pada Pembuatan Membran Selulosa Asetat. *Jurnal Natural*. Vol 2, No 1. Hal 14-20.
- Misdawati. 2005. Sintesis Selulosa Kaproat Melalui Reaksi Interesterifikasi Antara Selulosa Asetat Dengan Metil. *Jurnal Sains Kimia*. Vol 9, No.1. hlm 38-45.
- Mohammadi, T. 2009. *Effect of Production Conditions on Morphology and Permeability of asymmetric cellulose acetate membranes*. Vol 243. hlm 1-7.
- Mulder, M. 1996. *Basic Principles of Membrane Technology*. Netherland: Kluwer Academic.
- Mumpuni. 2011. Pembuatan Membran Komposit Pervaporasi Berbasis Poliether Sulfone-Biopolimer Untuk Dehidrasi Bioethanol. Thesis teknik kimia. Universitas Diponegoro. Semarang.
- Nunes, P.S. 2001. *Membrane Technology in the chemical industry*. New York : John Wiley & Sons.
- Noerhayati C.Y., 2004, Pemanfaatan Serat Batang Kenaf (*Hibiscus cannabinus L.*) sebagai Bahan Baku Pembuatan Pulp, *Skripsi Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Airlangga. Surabaya*.
- Norman L.N, Anthony G. Fane, W. S. Winston Ho, and T. Matsuura. 2008. *Advanced Membrane Technology and Applications*. John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey, Canada.

- Pratikno, H. 2008. Teknologi Pemanfaatan Serat Daun Nanas Sebagai Alternatif Bahan Baku Tekstil. *Jurnal Teknoin*, Vol. 13, No. 02, Desember 2008, Page : 31-35. ISSN : 0853-8697.
- Radiman C.L. dan Suendo, V. Perkembangan Sains dan Teknologi, *Prosiding Seminar Kimia bersama UKM-IIB ke-5*, hal 15-22, Malaysia, 16-17 Juli 2002.
- Ren, Jizhong and Rong Wang. 2011. *Preparation of Polymeric Membranes : Handbook of Environmental Engineering : Membrane and Desalination Technology*. Vol. 13. Page : 47-100.
- Rini P.A., Rum Hastuti dan Gunawan. 2008. Pengaruh Komposisi *Poly Ethylene Glycol* (PEG) Dalam Membran Padat Silika Dari Sekam Padi Dan Aplikasinya Untuk Dekolorisasi Limbah Cair Batik. Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Diponegoro. Semarang.
- Rohaeti E., 2003. Pengaruh variasi berat molekul poli etilen glikol terhadap sifat mekanik poliuretan. *Jurnal matematika dan sains*. Vol 8. No 2.
- Santoso, S.D. 2007. Pembuatan Selulosa Diasetat dari Serat Daun Nanas (*Ananas comosus*), Skripsi Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Airlangga. Surabaya.
- Said, A.A.. 2000. Studi Pembuatan Membran Nanofiltrasi Untuk Pemurnian Air. Thesis. Jurusan Teknik Kimia, Institut Teknologi Bandung.
- Saljoughi E. 2010. *Effect of PEG additive and coagulation bath temperature on the morphology permeability and thermal/chemical stability of asymmetric CA membranes*. Vol.262. hlm 72-78.
- Su Y.L., Wei Cheng, Chao Li, and Zhongyi Jiang. 2009. *Preparation of antifouling ultrafiltration membranes with poly(ethylene glycol)-graft-polyacrylonitrile copolymers*. Elsevier. *Journal of Membrane Science*. Page : 246-252
- Sjostrom, E. 1995. *Kimia Kayu : Dasar-dasar dan Penggunaannya* (diterjemahkan oleh Hardjono Sastro Hamijoyo), Edisi Kedua, Gadjah Mada University Press, Yogyakarta.

- Soroko and Iwona. 2011. *The Effect of Membrane Formation Parameters on Performance of Polyimide Membrane For Organic Solvent Nanofiltration (OSN). Part B : Analysis of Evaporation Step and The Role of Co-Solvent*: Elsevier. Journal of Membrane Science. Page : 163-171.
- Uemura T. and Henmi M. 2008. *Thin-film composite membranes for reverse osmosis*. Li *et al.* editor. *Advanced membrane technology and applications*. New Jersey: John Wiley & Sons Inc. hlm 3-18.
- Wang and Dongliang. 2000. *Highly Permeable Polyethersulfone Hollow Fibre Gas Separation Membranes Prepared Using Water As Non-Solvent Additive* : Elsevier. Journal of Membrane Science (2000) 147-158.
- Wenten, I. G. 1996. *Membrane Technology for Industry and Environmental Protection*, UNESCO, Center for Membrane Science and Technology, Institut Teknologi Bandung.
- Winston W. S. and Kamaslesh K. Sirkat. 1992. *Membran Handbook*, Chapman and Hall, New York. Page : 455-571.
- Wijanji, R.R.. 2006. Pengaruh Konsentrasi NaOH dan Waktu Pemasakan Terhadap Rendemen Pulp Serat Daun Nanas (*Ananas comosus*), *Skripsi Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Airlangga. Surabaya*.
- Yang L., Hsiao W., and Chen P. 2001. Chitosan-cellulose composite membrane for affinity purification of biopolymers and immunoadsorption. Elsevier. Journal of Membrane Science. Vol 197. Page : 185-197.
- <http://www.bbt.kemenperin.go.id/index.php/hasil-penelitian/arena-tekstil/46-arena-2004/81-serat-nanas> , diakses 29 juni 2011
- http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/inpho/docs/Post_Harvest_Compndium_-_Pineapple.pdf , diakses 20 januari 2011
- http://id.wikipedia.org/wiki/Polietilen_glikol , diakses 2 maret 2011

LAMPIRAN

1. Data Pengukuran flux

Perhitungan nilai fluks untuk tiap komposisi membran digunakan rumus :

$$J = \frac{V}{A \cdot t}$$

Dengan : J = nilai fluks ($\text{L} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{jam}^{-1}$)

P = Tekanan Operasi (bar)

t = waktu (jam)

V = volume permeat (L)

A = luas permukaan membran (m^2)

Contoh perhitungan :

Volume permeat (V) = 4 mL = 4×10^{-3} L

Tekanan Operasi (P) = 5 bar

Waktu (t) = 10 menit = 0,1667 jam

Luas permukaan (A) = $\pi \cdot r^2 = 3.14 \times (1,85 \times 10^{-2})^2 = 10.75 \times 10^{-4} \text{m}^2$

Fluks (J) = $\frac{10 \times 10^{-3}}{10,75 \times 10^{-4} \times 0,1667} = 55.803 \text{L} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$

- a. Hasil pengukuran fluks membran dengan variasi komposisi membran 23% selulosa asetat, 5% PEG cair, dan variasi waktu penguapan pelarut 10, 15 dan 25 detik

Variasi Waktu Penguapan (detik)	Volume Permeat (ml) tiap 10 menit		Flux ($L.M^{-2}.h^{-1}$)	Flux Rata-rata
10	V1	4	22.325	21.393
	V2	3,5	19.53	
	V3	4	22.325	
15	V1	3,5	19.53	17.671
	V2	4	22.325	
	V3	2	11.16	
25	V1	3	16.745	13.023
	V2	2,5	13.955	
	V3	1,5	8.37	

- b. Hasil pengukuran fluks membran dengan variasi komposisi membran 23% selulosa asetat, 5% PEG cair, 1% aquades dan variasi waktu penguapan pelarut 10, 15 dan 25 detik

Variasi Waktu Penguapan (detik)	Volume Permeat (ml) per 10 menit		Flux ($L.M^{-2}.h^{-1}$)	Flux Rata-rata
10	V1	7	39.0619	37.202
	V2	6,5	36.2718	
	V3	6,5	36.2718	
15	V1	6,5	36.2718	36.272
	V2	6,5	36.2718	
	V3	6,5	36.2718	
25	V1	6,5	36.2718	34.416
	V2	6	33.4883	
	V3	6	33.4883	

- c. Hasil pengukuran fluks membran dengan variasi komposisi larutan dope 2,5%, 3,5%, 5% PEG cair, 23% selulosa asetat dan waktu penguapan pelarut 25 detik

Variasi Poli etilen gilkol (PEG) %	Volume Permeat (ml) per 10 menit		Flux ($L.M^{-2}.h^{-1}$)	Flux Rata-rata
2,5%	V1	3	16.745	16.745
	V2	3	16.745	
	V3	6	33.49	
3,5%	V1	4,5	25.115	23.255
	V2	4	22.325	
	V3	4	22.325	
5%	V1	6	33.49	33.49
	V2	6	33.49	
	V3	6	33.49	

2. Data Pengukuran Rejeksi

Perhitungan nilai rejeksi untuk tiap komposisi membran digunakan rumus :

$$R = \left[1 - \frac{C_p}{C_f} \right] \times 100\%$$

Dengan :

R = koefisien rejeksi (%)

C_p = konsentrasi zat terlarut dalam permeat (satuan dalam NTU atau TDS atau Konsentrasi Ca)

C_f = konsentrasi zat terlarut dalam umpan (satuan dalam NTU atau TDS atau Konsentrasi Ca)

Contoh perhitungan :

➤ Rejeksi NTU

$C_p = 1,82$ NTU

$C_f = 11$ NTU

$$R = 1 - \frac{1,82}{11} \times 100\% = 83,5 \%$$

➤ Rejeksi TDS

$C_p = 980$

$C_f = 3700$

$$R = 1 - \frac{980}{3700} \times 100\% = 73,5 \%$$

➤ Rejeksi Ca

$C_p = 78,04$ ppm

$C_f = 264,53$ ppm

$$R = \left(1 - \frac{78,64}{264,53} \right) \times 100\% = 73,5 \%$$

Titration substitusi untuk analisa Ca pada $\text{Ca}(\text{OH})_2$

Titration substitusi EDTA digunakan untuk menganalisa keberadaan Ca pada air umpan.

Bahan yang digunakan:

- Larutan KCN 10%
- Larutan KOH 8M
- Larutan Hydroxilamine
- Indikator HHSSNA
- Larutan standar EDTA (3,723gr EDTA + 1000ml aquades)
- Aquades

Prosedur:

- Ambil 5ml sampel, kemudian encerkan sampai 50ml dengan aquades
- Tambahkan 0,5ml KCN 10%, 0,5ml hydroxilamine, 2ml KOH 8M
- Aduk dan tambahkan indikator HHSSNA
- Titration dengan larutan standar EDTA sampai terjadi perubahan warna dari jingga menjadi warna biru terang.
- Catat kebutuhan titran.

$$\text{Ca (mg)} = \frac{V \text{ titran} \times 1 \times 400,8}{V \text{ sampel}}$$

a. Hasil pengukuran rejeksi membran pada tiap variasi komposisi PEG

➤ Rejeksi NTU

Variasi Poli Etilene glikol (PEG) %	NTU sebelum	NTU Sesudah	Rejeksi NTU (%)
2,50%	11	1,82	83,50%
3,50%	11	1,65	85%
5%	11	1,21	89%

➤ Rejeksi TDS

Variasi Poli Etilene glikol (PEG) %	TDS sebelum	TDS Sesudah	Rejeksi TDS (%)
2,50%	3700	980	73,50%
3,50%	3700	925	75%
5%	3700	740	80%

➤ Rejeksi Ca

Variasi Poli Etilene glikol (PEG) %	Konsentrasi Ca sebelum (ppm)	Konsentrasi Ca sesudah (ppm)	Rejeksi Ca (%)
2,50%	264,53	78,04	70,50%
3,50%	264,53	70,10	73,50%
5%	264,53	44,97	83%

- b. Hasil pengukuran rejeksi membran pada tiap variasi waktu penguapan tanpa penambahan 1% air dalam pembuatan membran.

➤ Rejeksi NTU

Variasi Waktu Penguapan (detik)	NTU sebelum	NTU sesudah	Rejeksi NTU (%)
10	12	3,18	73,50%
15	12	3	75%
25	12	1,2	90%

➤ Rejeksi TDS

Variasi Waktu Penguapan (detik)	TDS sebelum	TDS sesudah	Rejeksi TDS (%)
10	3700	1036	72%
15	3700	1110	70%
25	3700	740	80%

➤ Rejeksi Ca

Variasi Waktu Penguapan (detik)	Konsentrasi Ca sebelum (ppm)	Konsentrasi Ca sesudah (ppm)	Rejeksi Ca (%)
10	264,53	79,359	70%
15	264,53	76,7137	71%
25	264,53	58,1966	78%

- c. Hasil pengukuran rejeksi membran pada tiap variasi waktu penguapan dengan penambahan 1% air dalam pembuatan membran

➤ Rejeksi NTU

Variasi Waktu Penguapan (detik)	NTU sebelum	NTU sesudah	Rejeksi NTU (%)
10	12	2,58	78,50%
15	12	3	75%
25	12	0,96	92%

➤ Rejeksi TDS

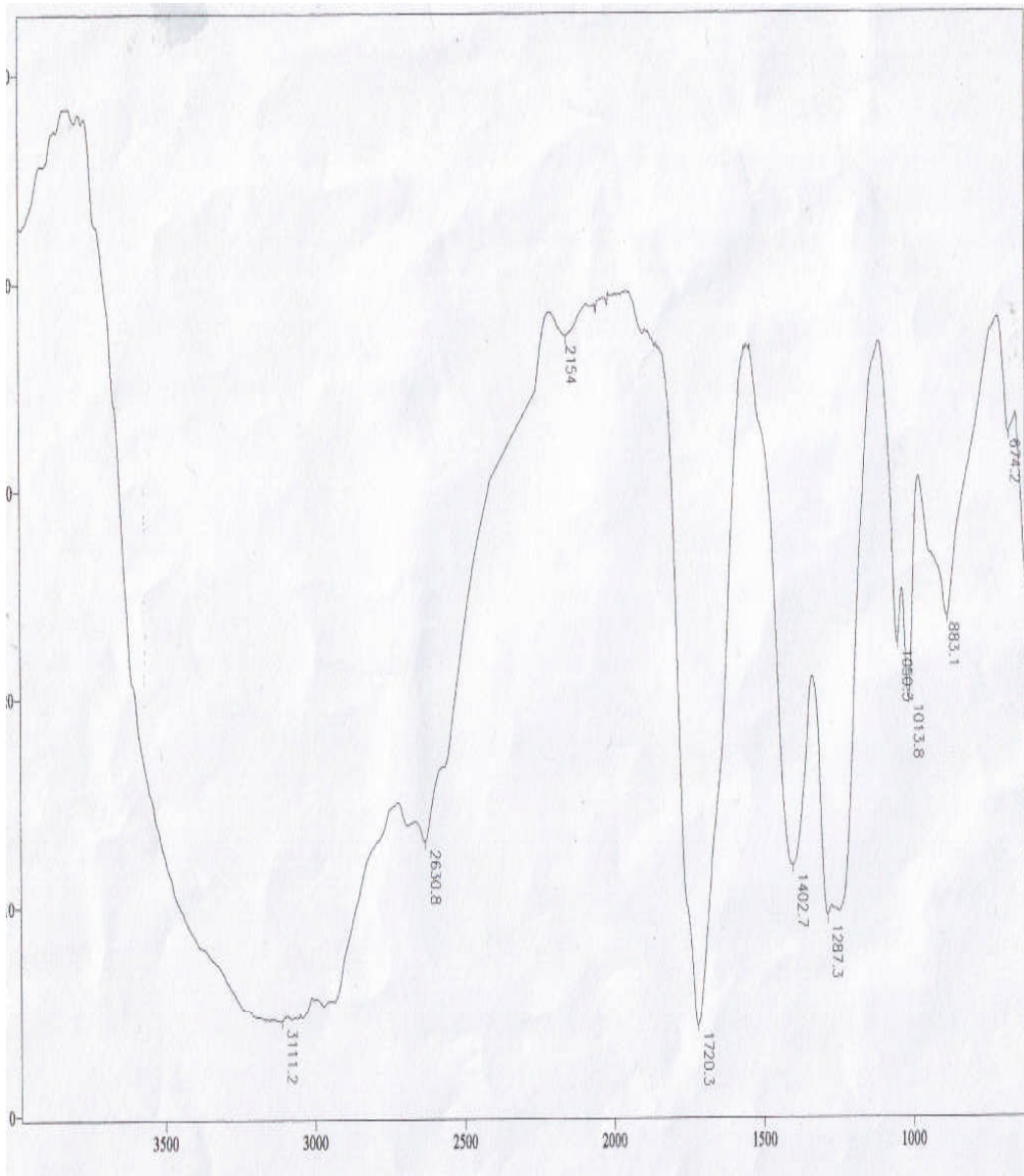
Variasi Waktu Penguapan (detik)	TDS sebelum	TDS sesudah	Rejeksi TDS (%)
10	3700	925	75%
15	3700	777	79%
25	3700	555	85%

➤ Rejeksi Ca

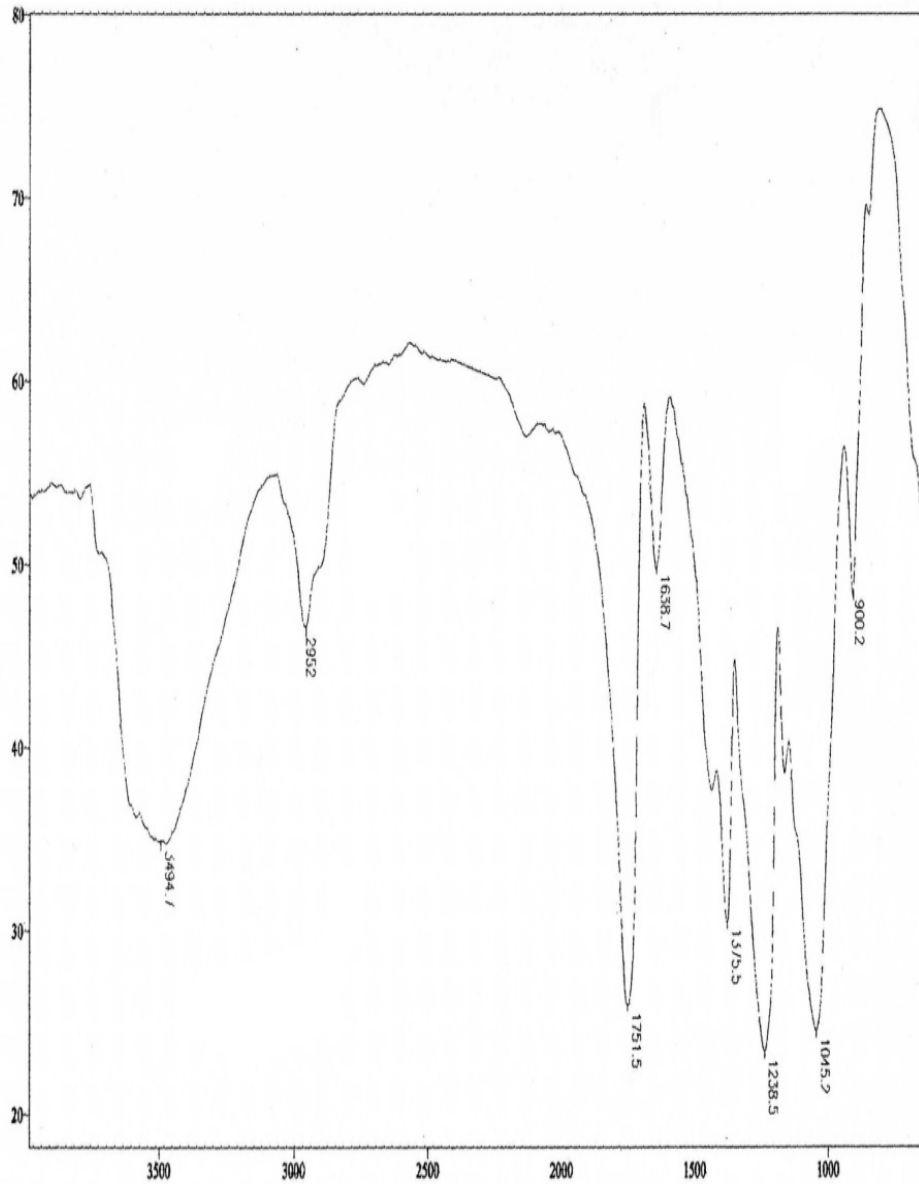
Variasi Waktu Penguapan (detik)	Konsentrasi Ca sebelum (ppm)	Konsentrasi Ca sesudah (ppm)	Rejeksi Ca (%)
10	264,53	64,80985	75,50%
15	264,53	76,7137	71%
25	264,53	50,2607	81%

3. Hasil Pengukuran FTIR

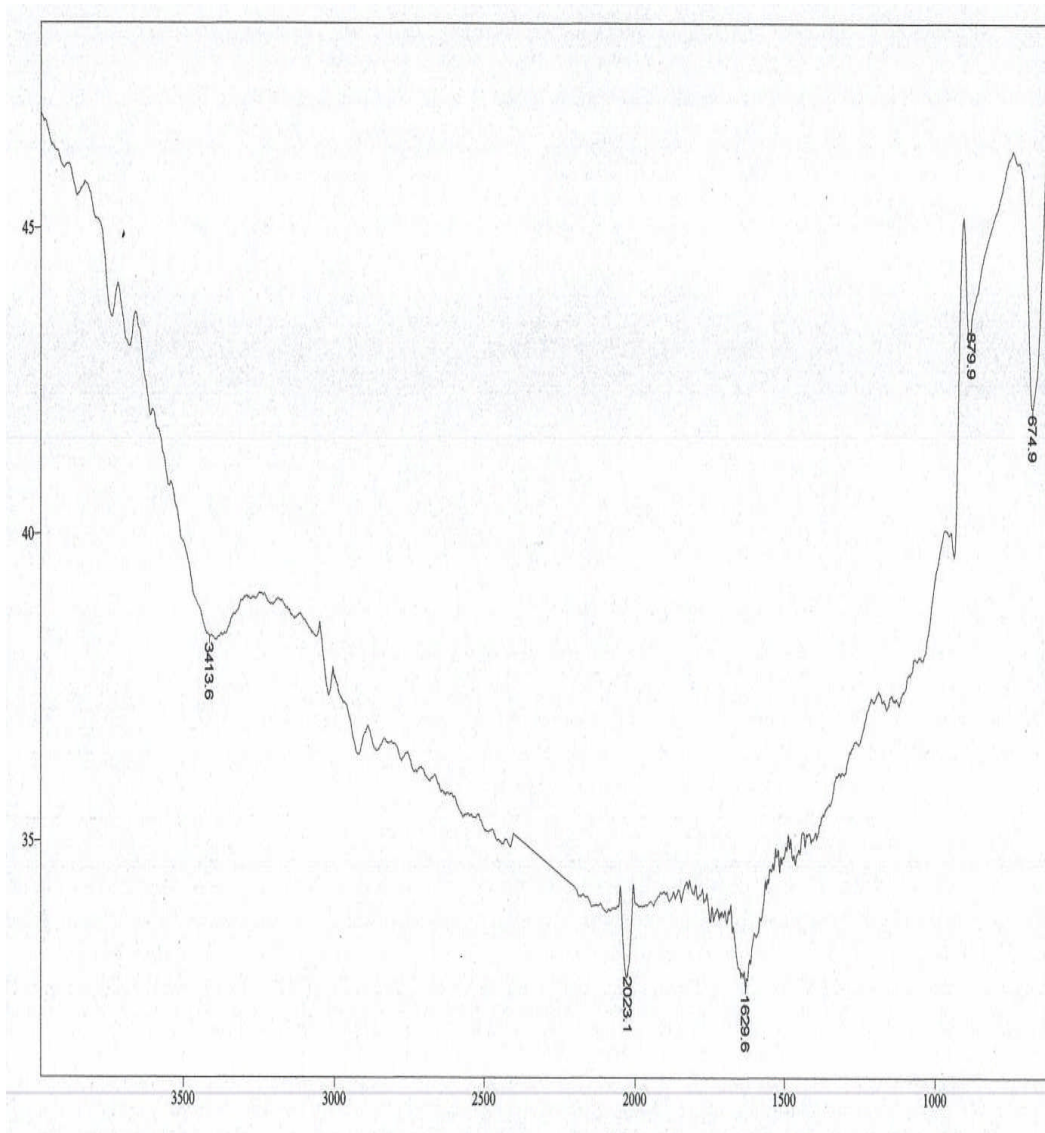
A. Hasil Analisa FTIR untuk spectrum selulosa diasetat



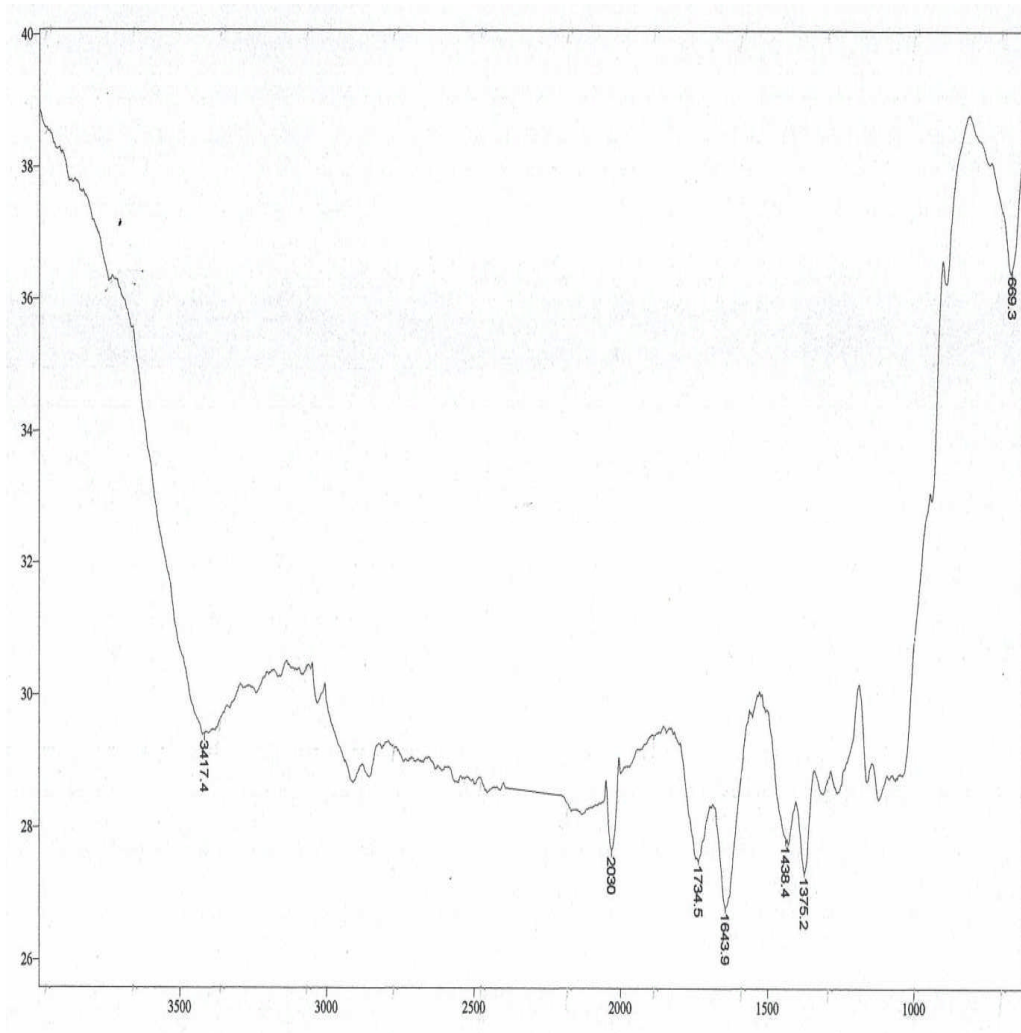
B. Hasil analisa FTIR untuk spectrum selulosa diasetat standart



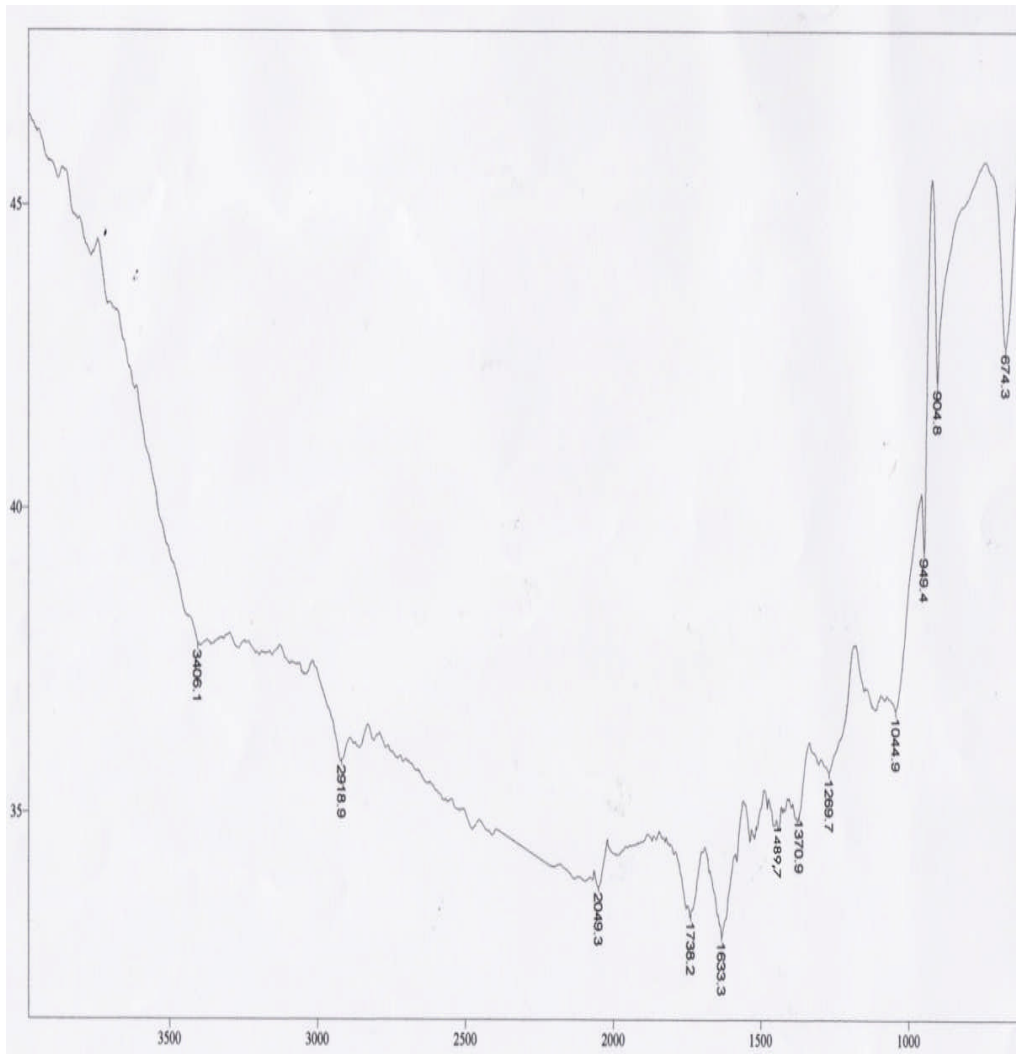
C. Hasil Analisa FTIR untuk spectrum CA + ASETON



D. Hasil Analisa FTIR untuk Spektrum CA + ASETON + PEG

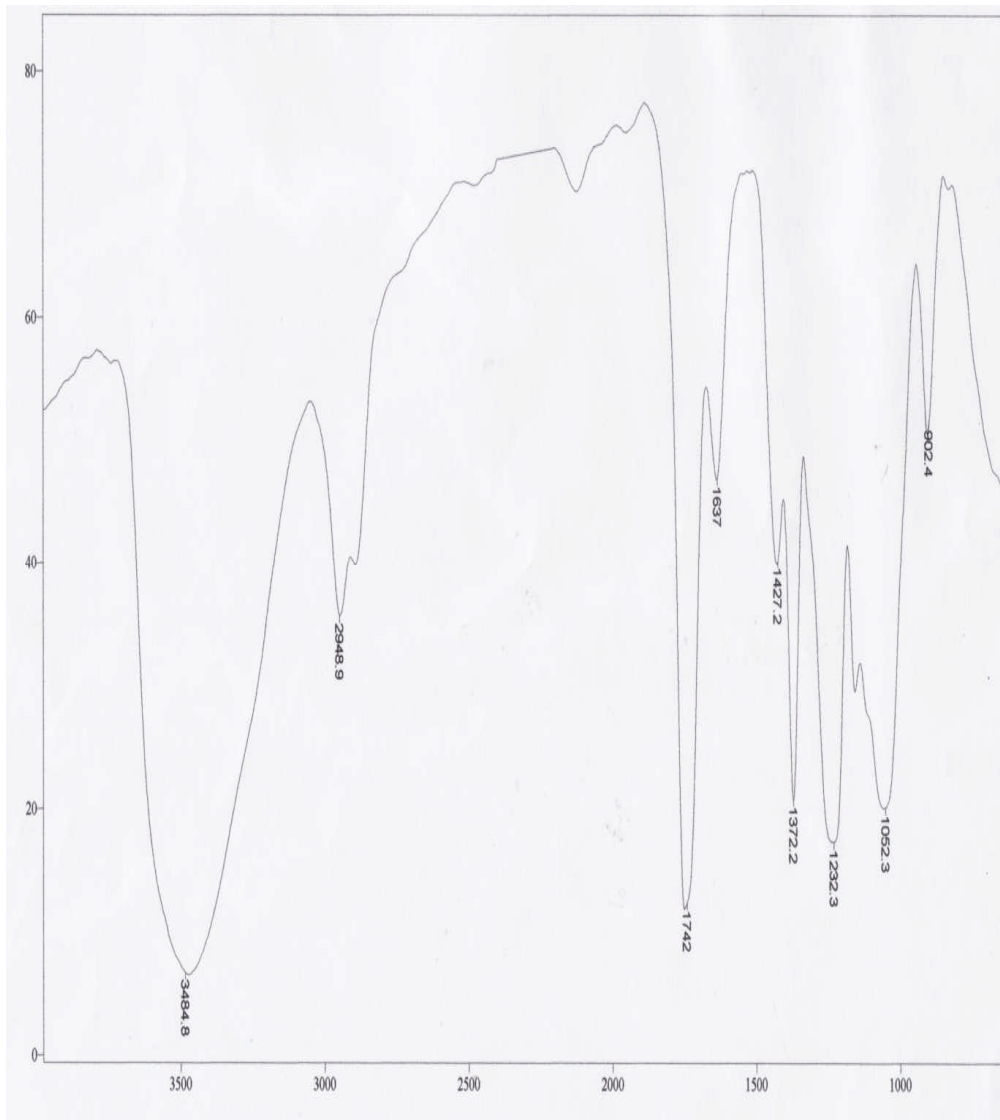


E. Hasil Analisa FTIR untuk spektrum CA; PEG cair; waktu penguapan 15 detik



By EKA CAHYA M. L4C009019

F. Hasil Analisa FTIR untuk spektrum CA ; PEG CAIR ; WAKTU PENGUAPAN 25 DETIK



G. Hasil Analisa FTIR untuk Spektrum CA ; PEG; 1% AQUADES ; WAKTU PENGUAPAN 25 DETIK

