

**STUDI PENGARUH KONSENTRASI DAN SUHU LARUTAN  
PENGENDAP PADA KARAKTERISTIK MEMBRAN  
KITOSAN BERPENDUKUNG SELULOSA TERHADAP  
REJEKSI ION FOSFAT**

**SKRIPSI**

oleh :

**WAHYU PRADANA PURDIANTO  
0210920042-92**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2007**

**STUDI PENGARUH KONSENTRASI DAN SUHU LARUTAN  
PENGENDAP PADA KARAKTERISTIK MEMBRAN  
KITOSAN BERPENDUKUNG SELULOSA TERHADAP  
REJEKSI ION FOSFAT**

**SKRIPSI**

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

oleh :

**WAHYU PRADANA PURDIANTO**  
**0210920042-92**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2007**

**LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI**

**STUDI PENGARUH KONSENTRASI DAN SUHU LARUTAN  
PENGENDAP PADA KARAKTERISTIK MEMBRAN  
KITOSAN BERPENDUKUNG SELULOSA TERHADAP  
REJEKSI ION FOSFAT**

oleh :

**WAHYU PRADANA PURDIANTO**  
**0210920042-92**

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji  
pada tanggal .....  
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

**Pembimbing I**

**Pembimbing II**

**Ir. Bambang Poerwadi, MS.**  
**NIP. 131 616 318**

**Dr. Diah Mardiana, MS.**  
**NIP. 131 960 436**

**Mengetahui,**  
**Ketua Jurusan Kimia**  
**Fakultas MIPA Universitas Brawijaya**

**M. Farid Rahman, S.Si., M.Si.**  
**NIP. 132 158 726**

## LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Wahyu Pradana Purdianto  
NIM : 0210920042-92  
Jurusan : Kimia  
Penulis Tugas Akhir Berjudul :  
Studi Pengaruh Konsentrasi dan Suhu Larutan Pengendap pada  
Karakteristik Membran Kitosan Berpendukung Selulosa  
terhadap Rejeksi Ion Fosfat

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Isi dari Tugas Akhir yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam Tugas Akhir ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata Tugas Akhir yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Februari 2007

Yang menyatakan,

(Wahyu Pradana Purdianto)

NIM. 0210920042-92

# **STUDI PENGARUH KONSENTRASI DAN SUHU LARUTAN PENGENDAP PADA KARAKTERISTIK MEMBRAN KITOSAN BERPENDUKUNG SELULOSA TERHADAP REJEKSI ION FOSFAT**

## **ABSTRAK**

Telah dipelajari pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap pada metode pembalikan fasa terhadap karakteristik membran asimetris kitosan berpendukung selulosa. Pada penelitian ini digunakan larutan NaOH dengan konsentrasi 1%, 2%, 3%, 4%, dan 5% sebagai larutan pengendap, masing-masing pada suhu 30°C, 40°C, dan 50°C. Adapun karakteristik membran dinyatakan sebagai fluks air dan koefisien rejeksi terhadap ion fosfat. Konsentrasi ion fosfat dalam permeat dan konsentrat ditentukan dengan metode spektrofotometri. Hasil penelitian yang didukung uji statistik menggunakan Analisis Ragam dengan  $\alpha=0,05$  menunjukkan bahwa konsentrasi dan suhu larutan pengendap mempunyai pengaruh pada karakteristik membran kitosan. Peningkatan konsentrasi larutan pengendap menyebabkan fluks air menurun sedangkan koefisien rejeksi meningkat hingga konsentrasi larutan pengendap 4% kemudian menurun pada konsentrasi 5%. Peningkatan suhu larutan pengendap menyebabkan fluks air meningkat sedangkan koefisien rejeksi menurun. Koefisien rejeksi tertinggi diperoleh pada konsentrasi larutan pengendap 4% dengan suhu 40°C dengan nilai 33,58%.



**INFLUENCE STUDY OF THE COAGULATION SOLUTION  
CONCENTRATION AND TEMPERATURE ON  
THE CHARACTERISTICS CHITOSAN MEMBRANE  
SUPPORTED BY CELLULOSE TOWARDS REJECTION  
OF PHOSPATE ION**

**ABSTRACT**

The characteristics of asymmetric chitosan membrane supported by cellulose, as the effect of coagulation solution concentration and temperature in phase inversion methods has been studied. In this research, NaOH solution which concentration were 1%, 2%, 3%, 4%, and 5% used as a coagulation solution at 30<sup>0</sup>C, 40<sup>0</sup>C, and 50<sup>0</sup>C for each concentration. The characteristics of membrane expressed as water flux and rejection coefficient towards phosphate ion. The concentration of phosphate ion in permeate and concentrate were determined spectrophotometrically. The result, analysis by Analysis of Variance at  $\alpha = 0,05$  showed that both of concentration and temperature have influence on the characteristics of chitosan membrane. As the concentration of coagulation solution increased, water flux tend to decrease while rejection coefficient increased until its concentration 4% then decreased at 5%. Increasing of the coagulation solution temperature cause water flux tend to increase whereas rejection coefficient decrease. The highest rejection coefficient is 33,58%, obtained at its concentration 4% and temperature 40<sup>0</sup>C.



## KATA PENGANTAR

**Assalamualaikum Wr. Wb**

Puji syukur penulis sampaikan kepada Allah SWT atas segala limpahan rahmat, karunia dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir dengan judul **Studi Pengaruh Konsentrasi dan Suhu Larutan Pengendap pada Karakteristik Membran Kitosan Berpendukung Selulosa terhadap Rejeksi Ion Fosfat**.

Penulis juga menyampaikan terimakasih kepada :

1. Ir. Bambang Poerwadi, MS. selaku dosen Pembimbing I dan Dr. Diah Mardiana, MS selaku dosen Pembimbing II atas segala bimbingan, kesabaran dan motivasi yang diberikan kepada penulis selama penyusunan tugas akhir.
2. M. Farid Rachman, S.Si., M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia dan Dosen Penasehat Akademik yang telah memberikan semangat serta masukan kepada penulis selama masa studi.
3. Dr. Atikah, Apt,M.Si, Dr. Soebiantoro, Apt,M.Sc, Darjito, S.Si, M.Si, Dr. drh. Aulanni'am, DES, dan Dra. Anna Roosdiana, M.App.Sc. selaku dosen penguji atas bimbingan dan masukan yang diberikan kepada penulis dalam penyelesaian tugas akhir.
4. Seluruh Dosen dan Staf Pengajar Jurusan Kimia, untuk segala ilmu, bimbingan dan perhatian yang diberikan.
5. Orangtua dan seluruh keluarga, atas semua dukungan dan doa yang diberikan.
6. Rekan-rekan Kimia terutama angkatan 2002 dan semua pihak yang turut membantu penyelesaian tugas akhir ini.

Penulis menyadari naskah tugas akhir ini masih jauh dari kesempurnaan, karenanya kritik dan saran yang membangun dari semua pihak sangat penulis harapkan demi perbaikan ke depan. Besar harapan penulis semoga naskah ini dapat memberikan manfaat bagi pembaca dan semua pihak yang membutuhkan.

Malang, Februari 2007

Penulis

## DAFTAR ISI

Halaman

HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PENGESAHAN .....	ii
HALAMAN PERNYATAAN .....	iii
ABSTRAK .....	iv
ABSTRACT .....	v
KATA PENGANTAR .....	vi
DAFTAR ISI .....	vii
DAFTAR GAMBAR .....	ix
DAFTAR TABEL .....	x
DAFTAR LAMPIRAN .....	xi
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1. Latar Belakang .....	1
1.2. Perumusan Masalah .....	3
1.3. Batasan Masalah .....	3
1.4. Tujuan Penelitian .....	3
1.5. Manfaat Penelitian .....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1. Membran .....	4
2.2. Kitosan .....	6
2.3. Spektrofotometri Infra Merah .....	7
2.4. Selulosa .....	8
2.5. Karakterisasi Membran .....	9
2.6. Ion Fosfat .....	10
2.7. Analisa Fosfat secara Spektrofotometri Sinar Tampak .....	10
2.8. Hipotesis .....	12
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN</b>	
3.1. Tempat dan waktu penelitian .....	13
3.2. Alat penelitian .....	13
3.3. Bahan penelitian .....	13
3.3.1. Bahan utama .....	13
3.3.2. Bahan kimia .....	13
3.4. Tahapan penelitian .....	13
3.5. Cara Kerja .....	14
3.5.1. Karakterisasi kitosan .....	14

3.5.2. Preparasi <i>dope</i> kitosan .....	14
3.5.3. Pembuatan membran kitosan berpendukung selulosa .....	14
3.5.4. Karakterisasi membran .....	15
3.5.5. Penentuan konsentrasi ion $\text{PO}_4^{3-}$ secara spektrofotometri sinar tampak .....	15
3.6. Analisa Data .....	17
3.6.1. Penentuan persamaan regresi linier dan koefisien korelasi untuk kurva baku ion $\text{PO}_4^{3-}$ .....	17
3.6.2. Uji statistik pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap terhadap fluks air dan koefisien rejeksi terhadap ion $\text{PO}_4^{3-}$ .....	18
 <b>BAB IV PEMBAHASAN</b>	
4.1. Karakterisasi Kitosan .....	19
4.2. Pembuatan Membran .....	19
4.3. Karakterisasi Membran .....	21
4.3.1. Pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap terhadap fluks air .....	22
4.3.2. Pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap terhadap koefisien rejeksi ion $\text{PO}_4^{3-}$ .....	27
 <b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b>	
5.1. Kesimpulan .....	32
5.2. Saran .....	32
 <b>BAB VI DAFTAR PUSTAKA</b> .....	 33
 <b>LAMPIRAN</b> .....	 36

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Teks	Halaman
2.1.	Diagram fasa tiga komponen pada pembuatan membran dengan metode pembalikan fasa.....	5
2.2.	Struktur monomer kitosan .....	6
2.3.	Struktur monomer selulosa .....	8
2.4.	Kurva Kalibrasi.....	11
4.1.	Pembentukan ikatan silang kitosan dengan menggunakan glutaraldehid.....	20
4.2.	Grafik pengaruh konsentrasi larutan pengendap pada setiap level suhu larutan pengendap terhadap fluks air .....	24
4.3.	Grafik pengaruh konsentrasi larutan pengendap pada setiap level suhu larutan pengendap terhadap koefisien rejeksi .....	28
L.7.1.	Kurva serapan ion $\text{PO}_4^{3-}$ pada berbagai panjang gelombang .....	50
L.7.2.	Kurva baku ion $\text{PO}_4^{3-}$ .....	51
L.11.1.	Gambar alat uji membran .....	70

## DAFTAR TABEL

Tabel	Teks	Halaman
3.1.	Variasi konsentrasi dan suhu larutan pengendap.....	15
4.1	Fluks air rata-rata pada masing-masing variasi konsentrasi dan suhu larutan pengendap .....	22
4.2.	Koefisien rejeksi membran terhadap ion fosfat pada masing-masing variasi konsentrasi dan suhu larutan pengendap .....	27
L.1.1.	Data spektrum infra merah kitosan .....	37
L.7.1.	Penentuan panjang gelombang maksimum ion $\text{PO}_4^{3-}$ .....	50
L.7.2.	Data serapan ion $\text{PO}_4^{3-}$ pada panjang gelombang 400nm ..	51
L.8.1.	Data tebal membran .....	52
L.8.2.1.	Data volume air yang menembus membran selama 5 menit .....	54
L.8.2.2.	Fluks air membran .....	55
L.8.3.1.	Data volume larutan fosfat yang menembus membran ....	56
L.8.3.2.	Data serapan fosfat dalam permeat dan konsentrat .....	57
L.8.3.3.	Data konsentrasi fosfat dalam permeat dan konsentrat .....	58
L.8.3.4.	Data koefisien rejeksi membran terhadap ion fosfat ..	59
L.8.4.	Data Fluks Air Selulosa .....	59
L.8.5.	Data Koefisien Rejeksi Selulosa .....	59
L.9.1.	Pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap terhadap fluks air .....	60
L.9.2.	Tabel dua arah pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap terhadap fluks air.....	60
L.9.3.	Analisa ragam pengujian pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap terhadap fluks air.....	63
L.9.4.	Uji BNT 5% pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap terhadap fluks air.....	64
L.10.1.	Pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap terhadap koefisien rejeksi membran.....	65
L.10.2.	Tabel dua arah pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap terhadap koefisien rejeksi membran.....	65
L.10.3.	Analisa ragam pengujian pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap terhadap koefisien rejeksi .....	68
L.10.4.	Uji BNT 5% pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap terhadap koefisien rejeksi.....	69

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Teks	Halaman
1.	Spektrum infra merah kitosan .....	36
2.	Perhitungan derajat deasetilasi kitosan .....	38
3.	Preparasi larutan .....	39
4.	Perhitungan preparasi larutan .....	40
5.	Diagram alir penelitian .....	43
6.	Diagram alir cara kerja .....	44
7.	Pembuatan kurva baku ion $\text{PO}_4^{3-}$ .....	50
8.	Data hasil penelitian .....	52
9.	Uji statistik pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap terhadap fluks air membran.....	60
10.	Uji statistik pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap terhadap koefisien rejeksi membran.....	65
11.	Skema alat uji membran .....	70



# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Kitosan adalah biopolimer alami yang merupakan senyawa turunan dari kitin. Kitosan sebagai polimer alami bersifat biokompatibel yaitu aman, tidak beracun, dan mudah diuraikan oleh mikroorganisme (*biodegradable*), sehingga aman untuk lingkungan (Chandrasekaran, 1992).

Kitosan merupakan polisakarida yang mengandung gugus amino. Adanya gugus amino menyebabkan kitosan merupakan polielektrolit kationik ( $pK_a \approx 6,5$ ) sehingga mudah larut dalam larutan asam encer membentuk larutan kental yang dapat dibentuk menjadi membran (Krajewska, 2001). Membran kitosan yang dibuat untuk filtrasi adalah termasuk membran semipermeabel asimetris. Ukuran pori membran dapat dikontrol dengan penambahan porogen seperti partikel silika dan zat aditif seperti glutaraldehid dalam campuran kitosan dan pelarutnya (Anonymous<sup>b</sup>, 2004).

Kemampuan kitosan membentuk membran hidrogel dapat diaplikasikan dalam proses pemisahan, salah satunya dalam bidang pertanian, yaitu sebagai pelapis pupuk dan pestisida yang bertujuan untuk mengendalikan pelepasan zat-zat tersebut ke lingkungan (Krajewska, 2001). Fosfor merupakan salah satu unsur hara yang dibutuhkan oleh tanaman dengan fungsi yang tidak tergantikan oleh unsur hara lain. Tanaman menyerap fosfor secara maksimal pada pH tanah sekitar 7 dalam bentuk  $H_2PO_4^-$  dan  $HPO_4^{2-}$ . Kebutuhan tanaman akan fosfor dapat dipenuhi dengan pemakaian pupuk yang mengandung fosfor (Purwowidodo, 1991). Pelepasan unsur hara pupuk yang tidak terkendali akan menyebabkan variasi konsentrasi yang bersifat sementara dan mencapai tingkat optimum dalam periode waktu yang pendek. Pada penggunaan pupuk yang mempunyai kandungan utama berupa fosfor, unsur hara yang terlepas akan mudah hilang akibat penguapan, pencucian dan erosi oleh air hujan (Leiwakabessy, 1982). Peristiwa ini dapat mengakibatkan pencemaran air permukaan berupa pertumbuhan dan pelapukan yang cepat dari vegetasi akuatik yang tidak terkendali yang biasa disebut eutrofikasi (Gilliam, *et al.*, 1997). Konsep pengendalian pelepasan menjadi suatu alternatif dalam menyelesaikan masalah ini, dimana teknologi ini seringkali

melibatkan penggunaan membran. Pupuk dapat dilapisi dengan menggunakan membran untuk mengontrol proses pelepasan unsur hara yang terkandung dalam pupuk.

Membran secara umum didefinisikan sebagai penghalang selektif di antara dua fasa. Proses pembuatan membran mempengaruhi ukuran pori membran dan ketebalan membran yang terbentuk (Mulder, 1991). Metode yang banyak digunakan untuk pembuatan membran semipermeabel adalah metode pembalikan fasa, dimana padatan polimer dilarutkan dalam campuran pelarut tertentu membentuk fasa cair, kemudian diendapkan sehingga membentuk fase padat. Proses ini meliputi lima tahap penting, yaitu pembuatan larutan polimer homogen, penuangan larutan polimer, penguapan sebagian pelarut (evaporasi), pengendapan polimer, dan *annealing* (Routenbach and Albrect, 1989).

Parameter penting yang sangat menentukan kinerja membran dalam suatu proses pemisahan adalah permeabilitas dan selektifitas membran, yang dinyatakan sebagai fluks air dan koefisien rejeksi terhadap zat terlarut tertentu. Peningkatan efisiensi pemisahan tersebut dapat dicapai dengan kombinasi optimal antara struktur molekul bahan polimer dengan morfologi membran yang dihasilkan (Radiman dan Suendo, 2002). Struktur pori membran disesuaikan dengan penggunaan membran. Membran yang digunakan untuk pemisahan harus memiliki struktur pori dengan ukuran pori yang kecil dengan distribusi pori yang rapat, sehingga dapat menghasilkan koefisien rejeksi yang tinggi (Mulder, 1991)

Faktor yang mempengaruhi morfologi membran antara lain konsentrasi larutan polimer, waktu evaporasi, temperatur non pelarut dan komposisi non pelarut. Untuk mendapatkan morfologi membran yang memiliki karakteristik tertentu, maka dalam setiap tahap harus dilakukan pengendalian terhadap faktor-faktor tersebut (Mulder, 1991). Tahap pengendapan sangat menentukan struktur pori membran yang terbentuk pada saat pemadatan polimer. Pada proses pengendapan polimer, pelarut akan digantikan oleh non pelarut melalui proses difusi dan akan menghasilkan polimer padat setelah seluruh pelarut digantikan oleh non pelarut. Laju pergantian pelarut oleh non pelarut melalui proses difusi sangat dipengaruhi oleh komposisi non pelarut dan suhu non pelarut (Routenbach and Albrect, 1989).

Membran dengan struktur kimia dan kekuatan mekanik yang lebih baik dapat dibentuk dengan membuat membran berpendukung misalnya membran kitosan berpendukung selulosa. Serat selulosa relatif kuat, selain itu selulosa juga merupakan polimer alami yang dapat terbiodegradasi dan keberadaannya melimpah di alam. Pembuatan membran berpendukung selulosa dapat menggabungkan masing-masing kelebihan dari kitosan dan selulosa (Yang, *et al.*, 2001).

## **1.2 Perumusan Masalah**

Berdasarkan uraian latar belakang maka dapat dirumuskan masalah bagaimana pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap pada karakteristik membran kitosan berpendukung selulosa yang meliputi fluks air dan koefisien rejeksi terhadap ion fosfat.

## **1.3 Batasan Masalah**

Berdasarkan perumusan masalah di atas, maka penelitian ini memiliki batasan masalah sebagai berikut :

1. Kitosan yang digunakan adalah kitosan yang diproduksi oleh laboratorium polimer BATAN Pasar Jumat Jakarta dengan derajat deasetilasi sebesar 68,30%.
2. Karakterisasi membran kitosan dilakukan pada tekanan udara normal yaitu 1 atmosfer.
3. Karakter membran meliputi fluks air dan koefisien rejeksi terhadap ion fosfat.

## **1.4 Tujuan Penelitian**

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap pada karakteristik membran kitosan berpendukung selulosa yang meliputi fluks air dan koefisien rejeksi terhadap ion fosfat

## **1.5 Manfaat Penelitian**

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat yaitu sebagai studi dasar untuk mengetahui kemampuan membran kitosan berpendukung selulosa dalam mengontrol laju pelepasan ion fosfat ke lingkungan dalam aplikasinya sebagai pelapis pada pupuk.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Membran

Membran secara umum didefinisikan sebagai penghalang selektif di antara dua fasa. Berdasarkan morfologi atau strukturnya, membran dapat diklasifikasikan menjadi dua jenis, yaitu (Mulder, 1991);

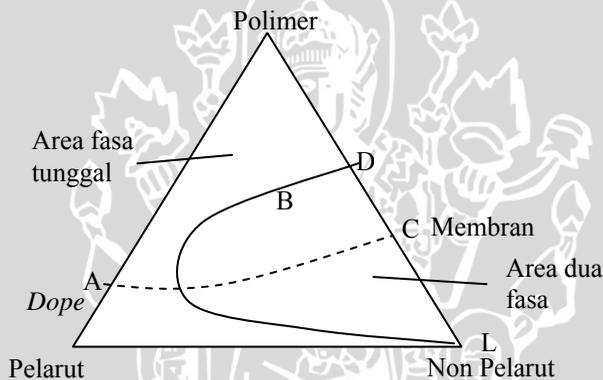
- 1). Membran simetris; yang mempunyai ketebalan antara 10 sampai 200  $\mu\text{m}$  dan transfer massa ditentukan oleh ketebalan membran.
- 2). Membran asimetris; yang tersusun dari lapisan atas yang rapat dengan ketebalan 0,1-0,5  $\mu\text{m}$  dan lapisan pendukung berpori dengan ketebalan antara 50-100  $\mu\text{m}$ . Membran ini mengkombinasikan selektifitas tinggi dari membran yang rapat dan kecepatan permeasi yang tinggi dari membran yang sangat tipis.

Modifikasi sifat membran juga dapat dilakukan dengan membuat membran yang dilapisi oleh suatu bahan pendukung. Membran berpendukung umumnya merupakan perbaikan dari membran fasa balik. Pada teknik pembuatan membran ini dipilih lapisan pendukung dan lapisan aktif (skin) dari bahan yang berbeda untuk fungsi yang optimal (Routenbach and Albrect, 1989).

Proses pembuatan membran mempengaruhi ukuran pori membran dan ketebalan membran yang terbentuk (Mulder, 1991). Metode yang banyak digunakan untuk pembuatan membran semipermeabel adalah metode pembalikan fasa. Pembalikan fasa adalah suatu proses yang melibatkan fasa padat polimer menjadi cair setelah dilarutkan dalam campuran pelarut tertentu membentuk fasa cair, kemudian dikoagulasikan sehingga membentuk fasa padat. Proses ini meliputi lima tahap penting, yaitu pembuatan larutan polimer homogen, penguapan larutan polimer, penguapan sebagian pelarut (evaporasi), pengendapan polimer, dan *annealing* (Routenbach and Albrect, 1989).

Faktor yang mempengaruhi morfologi membran antara lain konsentrasi larutan polimer, waktu evaporasi, temperatur non pelarut dan komposisi non pelarut. Untuk mendapatkan morfologi membran yang memiliki karakteristik tertentu, maka dalam setiap tahap harus dilakukan pengendalian terhadap faktor-faktor tersebut (Mulder,

1991). Dalam proses pengendapan polimer, pelarut akan digantikan oleh non pelarut dan akan menghasilkan polimer padat setelah seluruh pelarut digantikan oleh non pelarut. Pelarut dan non pelarut tidak hanya berada di permukaan polimer tetapi juga berdifusi ke dalamnya. Struktur membran secara langsung didapatkan dari kombinasi transfer massa dan pemisahan fasa. Pada tahap pengendapan, larutan polimer mengalami pemisahan fasa menjadi fasa kaya polimer dan fasa kurang polimer. Fasa kaya polimer selanjutnya mengalami perubahan fasa menjadi fasa padat membentuk membran dan fasa kurang polimer akan membentuk pori membran. Proses pengendapan polimer dapat dijelaskan dengan diagram tiga komponen pada Gambar 2.1 (Routenbach and Albrect, 1989).



Gambar 2.1 Diagram fasa tiga komponen pada pembuatan membran dengan metode pembalikan fasa.

Sistem secara keseluruhan dibagi menjadi dua bagian, yaitu fasa tunggal, saat tiga komponen dapat bercampur dan fasa ganda dimana terdapat dua fasa yaitu padat dan cair. *Dope* terbentuk pada titik A. Ketika lapisan *dope* masuk dalam bejana pengendap, pelarut akan digantikan oleh non pelarut (larutan pengendap). Campuran tiga komponen mencapai bagian fasa ganda pada titik B. Penggantian lebih lanjut pelarut oleh non pelarut menghasilkan fasa padat yang kaku (*rigid*) dari polimer pada titik C. Dua fasa terbentuk, yaitu fasa padat dengan intensitas polimer yang tinggi, titik D, yang membentuk matriks membran, dan fasa cair yang tidak mengandung

polimer, titik L, yang akan membentuk pori membran (Routenbach and Albrect, 1989).

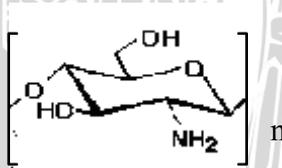
Membran asimetris sebagian besar mempunyai sifat semikristalin. Membran ini terdiri atas bagian amorf dan bagian kristalin. Bagian amorf ditandai dengan struktur yang tidak teratur, sedangkan bagian kristalin ditandai dengan struktur yang teratur. Kristalinitas merupakan faktor yang sangat penting terutama pada polimer bercabang atau linier. Kristalinitas memiliki pengaruh yang besar terhadap sifat mekanik dan kinerja transport membran yaitu permeabilitas dan selektifitas membran (Mulder, 1991).

## 2.2 Kitosan

Kitosan, (1→4)-2-amino-2-deoksi-β-D-glukosa, adalah poliaminosakarida alami yang merupakan senyawa turunan dari kitin. Kitin melalui proses ekstraksi dan deasetilasi dengan basa dapat menghasilkan kitosan yang merupakan biopolimer alami yang tersusun dari dua gula umum, glukosamin (2-amino-2-deoksi-D-glukosa, 75-85%) dan N-asetilglukosamin (2-asetamido-2-deoksi-D-glukosa, 15-25%) (Chandrasekaran, 1992).

Perubahan kitin menjadi kitosan dapat diamati dari perubahan gugus fungsional spektra inframerah kitin dan kitosan, dimana terjadi pergantian gugus amida menjadi gugus amina (Wood and Kellog, 1989).

Struktur monomer kitosan adalah sebagai berikut (Anonymous<sup>c</sup>, 2006):



Gambar 2.2 Struktur monomer kitosan

Kitosan dapat dilarutkan dengan asam yang akan mengubah gugus  $-NH_2$  (tidak larut) menjadi  $NH_3^+$  yang larut dalam air. Asam yang banyak digunakan adalah asam asetat dengan jumlah 1- 4 % (v/v) tergantung dari banyak polimer kitosan yang digunakan. Dalam bentuk amina bebas, kitosan tidak larut dalam air pada pH netral. Pada pH asam (pH 3-4) gugus amino bebas ( $-NH_2$ ) terprotonasi

membentuk gugus amino dengan muatan kationik ( $-\text{NH}_3^+$ ) (Suharman, 2001).

Kitosan mempunyai gugus amino dan termasuk polimer polielektrolit kationik ( $\text{pK}_a \approx 6,5$ ) yang memberikan sifat basa sehingga mudah larut dalam larutan asam encer dan membentuk larutan kental yang dapat digunakan untuk pembuatan membran hidrogel. Membran hidrogel adalah membran yang dapat mengikat sejumlah air dalam struktur rantai tanpa larut dalam air (Wang, *et al.*, 2004). Dalam larutan asam dengan pH kurang dari 6,5 (dibawah  $\text{pK}_a$  kitosan), gugus amino kitosan terprotonasi, sehingga menyebabkan pengembangan pada membran. Penambahan pereaksi ikatan silang akan menurunkan derajat pengembangan karena pereaksi ikatan silang tersebut menurunkan jumlah gugus amino bebas. Stabilitas membran yang baik didapatkan dengan penambahan pereaksi ikatan silang glutaraldehid ke dalam larutan polimer dengan konsentrasi antara 0,1 – 1 % (v/v). Aplikasi kitosan sebagai membran digunakan dalam berbagai proses pemisahan seperti dalam ultrafiltrasi, osmosis balik, dialisis, pemisahan protein dan pervaporasi (Krajewska, 2001).

Pembuatan membran kitosan dengan menggunakan metode fasa balik menggunakan pereaksi ikatan silang, dilakukan melalui 3 tahap, yaitu: (1) pencetakan larutan polimer yang mengandung pereaksi ikatan silang dan penguapan sebagian pelarut; (2) transformasi sol-gel; (3) perlakuan panas untuk menstabilkan struktur pori dan memperbaiki sifat mekanik. Larutan polimer kitosan disiapkan dengan melarutkan kitosan dalam larutan asam asetat dengan konsentrasi 2 - 6% (v/v) Pengendapan larutan kitosan dapat dilakukan dalam larutan NaOH 5% (b/v) pada suhu 50 °C selama 2 jam dalam bak pengendap. Larutan NaOH akan menggantikan pelarut asam asetat dan merubah kelarutan polimer sehingga terjadi pemadatan polimer membentuk membran (Anonymous<sup>b</sup>, 2004).

### **2.3 Spektrofotometri Infra Merah**

Metode spektrofotometri infra merah digunakan untuk analisa kuantitatif dan analisa kualitatif. Pada analisa kuantitatif digunakan untuk menentukan kadar suatu zat organik. Sedangkan pada analisa kualitatif digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsional dari senyawa organik (Khopkar, 1990).

Setiap senyawa yang memiliki ikatan kovalen, baik senyawa organik maupun anorganik akan menyerap berbagai frekuensi radiasi elektromagnetik dalam daerah spektrum inframerah. Daerah spektrum elektromagnetik inframerah terletak pada panjang gelombang lebih tinggi dari 400 nm hingga 800 nm. Setiap tipe ikatan yang berbeda mempunyai sifat frekuensi vibrasi yang berbeda dan karena tipe ikatan yang sama dalam dua senyawa berbeda terletak dalam lingkungan yang sedikit berbeda, maka tidak ada dua molekul yang berbeda strukturnya akan mempunyai bentuk serapan inframerah atau spektrum inframerah yang tepat sama. Dengan membandingkan spektra inframerah dari dua senyawa yang diperkirakan identik maka seseorang dapat menyatakan apakah senyawa tersebut identik atau tidak (Sastrohamidjojo, 1992).

Kitosan mempunyai gugus fungsional amida dan metilen dengan bilangan gelombang berkisar  $1500-1625\text{ cm}^{-1}$  dan  $2800-2900\text{ cm}^{-1}$  (Wang, *et al.*, 2004). Secara kuantitatif kitin dapat dibedakan dengan kitosan berdasarkan derajat deasetilasi dengan rumus (Wood dan Kellog, 1989):

$$DD = 98,03 - [34,68 \times \left( \frac{\text{absorbansi pada vibrasi N-H dari amida}}{\text{absorbansi pada vibrasi C-H dari metilen}} \right)] \quad (2.1)$$

Keterangan:

DD = derajat deasetilasi

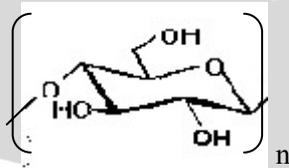
98,03 = derajat deasetilasi kitosan tertinggi

34,68 = derajat deasetilasi kitin terendah

## 2.4 Selulosa

Selulosa merupakan polisakarida yang terkandung dalam tanaman. Berat molekul bervariasi antara 500.000 sampai 1.500.000, dengan jumlah segmen berkisar antara 3000 dan 9000 (Mulder, 1991).

Struktur monomer selulosa dapat dilihat pada Gambar 2.3 (Anonymous<sup>c</sup>, 2006):



Gambar 2. 3 Struktur monomer selulosa

Struktur rantai selulosa adalah linier sehingga bersifat kristalin dan polimer ini hidrofilik tetapi tidak larut dalam air. Hal ini dikarenakan adanya ikatan hidrogen intermolekuler antara gugus hidroksil. Selulosa atau turunan selulosa terutama digunakan sebagai bahan untuk membran dialisis (Mulder, 1991).

## 2.5 Karakterisasi Membran

Proses pemisahan oleh membran dikarakterisasi oleh penggunaan membran dalam pemisahan berdasarkan ukuran partikel. Kemampuan atau kinerja membran ditentukan oleh dua parameter, yaitu selektifitas dan laju alir melewati membran dinyatakan sebagai fluks atau laju permeasi, yang didefinisikan sebagai volume aliran yang melewati membran per satuan luas membran dan satuan waktu sesuai persamaan (Mulder, 1991):

$$J = \frac{V}{A \cdot t} \quad (2.2)$$

Dimana: J = fluks ( $\text{Lm}^{-2}\text{jam}^{-1}$ )

V = volume larutan yang menembus membran/permeat (L)

A = luas permukaan bagian dalam membran ( $\text{m}^2$ )

t = interval waktu (jam)

Selektifitas membran terhadap campuran dapat dinyatakan sebagai retensi (R) atau faktor pemisahan ( $\alpha$ ). Selektifitas yang tinggi didapatkan ketika ukuran zat terlarut relatif besar dibandingkan dengan ukuran pori membran. Untuk larutan campuran yang terdiri atas pelarut (sebagian besar air) dan zat terlarut, selektifitas lebih sesuai dinyatakan sebagai retensi R terhadap zat terlarut yang juga dapat dinyatakan sebagai rejeksi. Zat terlarut sebagian atau sepenuhnya tertahan, sedangkan molekul pelarut bebas melewati membran. Rejeksi zat terlarut dinyatakan dengan persamaan (Mulder, 1991);

$$\%R = \frac{C_f - C_p}{C_f} \times 100\% = \frac{1 - C_p}{C_f} \times 100\% \quad (2.3)$$

Dimana: % R = koefisien rejeksi membran (%)

C<sub>f</sub> = konsentrasi zat terlarut dalam umpan (*feed*)

C<sub>p</sub> = konsentrasi zat terlarut dalam permeat

Selektifitas membran dipengaruhi oleh interaksi antarmuka dengan zat terlarut yang akan melewatinya, ukuran partikel zat

terlarut dan ukuran pori permukaan membran. Membran dengan fugsu untuk pemisahan memiliki ukuran pori yang kecil dengan distribusi pori yang rapat untuk mendapatkan selektifitas yang tinggi (Mulder, 1991).

## 2.6 Ion Fosfat

Fosfor merupakan salah satu unsur hara esensial bagi tanaman dan fungsinya tidak dapat digantikan oleh unsur hara lain. Fosfor diserap tanaman sebagian besar pada pH tanah sekitar 7 dalam bentuk ion ortofosfat primer ( $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ ), selanjutnya dalam bentuk ion ortofosfat sekunder ( $\text{HPO}_4^{2-}$ ) (Purwowidodo, 1991). Fosfat mempunyai efek yang cukup besar terhadap organisme perairan. Konsentrasi fosfat yang berlebih di permukaan air dapat meningkatkan pertumbuhan alga dan eceng gondok. Organisme tersebut menggunakan oksigen yang cukup banyak dan menghalangi masuknya sinar matahari ke dalam perairan. Hal ini menyebabkan kematian organisme lain yang hidup di dalam air. Fenomena ini disebut dengan eutrofikasi (Gilliam, *et. al.*, 1997).

Zat hara yang diperlukan dalam peningkatan hasil dan mutu tanaman diantaranya nitrogen, fosfor, kalium dan belerang. Jumlah zat-zat hara tersebut harus cukup untuk memenuhi kebutuhan tanaman. Oleh karena itu pemupukan harus berimbang, dimana jenis dan dosis pupuk harus sesuai dengan kebutuhan tanaman dan jumlah zat hara yang tersedia dalam tanah. Tanah yang kadar hara fosfatnya (P) rendah harus dipupuk sebanyak 100 kg/Ha (Anonymous<sup>a</sup>, 2001).

Pelepasan unsur hara dari pupuk dapat dikendalikan dengan modifikasi pada pupuk. Salah satu cara yang dapat digunakan adalah pupuk berlapis zeolit (Astuti, 2005). Cara lain adalah dengan menggunakan membran sebagai pelapis pupuk. Membran yang digunakan adalah membran yang mudah terbiodegradasi dan tidak beracun, seperti membran kitosan (Rohindra, *et.al.*, 2003).

## 2.7 Analisa Fosfat secara Spektrofotometri Sinar Tampak

Metode spektrofotometri didasarkan pada interaksi antara energi radiasi elektromagnetik dengan molekul. Interaksi tersebut menimbulkan peristiwa penyerapan energi radiasi elektromagnetik, dimana serapan ini bersifat karakteristik atau spesifik untuk setiap molekul karena bergantung pada struktur elektronik molekul tersebut

(Pecsok, *et. al.*, 1976). Analisa kuantitatif didasarkan pada banyaknya sinar yang diserap oleh molekul dalam sampel. Ketika sinar radiasi dengan intensitas  $I_0$  dilewatkan melalui sampel yang tebalnya  $b$  (cm) dengan konsentrasi  $c$  (ppm) maka sebagian radiasi akan diserap dan sebagian lagi akan diteruskan sehingga intensitas radiasi akan berkurang menjadi  $I$ . Serapan dari radiasi ini mengikuti hukum Lambert-Beer yang dapat dituliskan sebagai berikut (Ewing G.W., 1985):

$$\log \frac{I_0}{I} = abc \quad \text{atau} \quad A = abc$$

Dimana:  $A$  = serapan

$I_0$  = intensitas radiasi sinar masuk

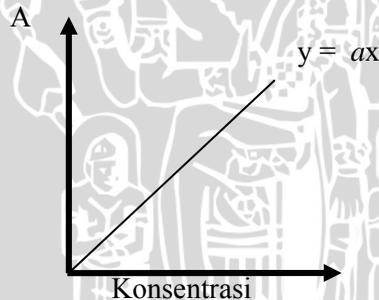
$I$  = intensitas radiasi sinar keluar

$a$  = nilai absorpsivisitas

$b$  = tebal kuvet

$c$  = konsentrasi zat

Bila harga  $a$  dan  $b$  tetap, maka hubungan antara absorbansi ( $A$ ) terhadap konsentrasi dapat dinyatakan sebagai hubungan linier kurva kalibrasi (Ewing, 1985).



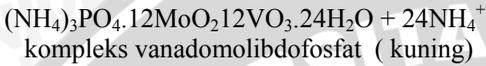
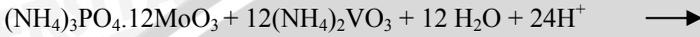
Gambar 2.4. Kurva Kalibrasi

Konsentrasi larutan sampel dapat diperoleh dengan menginterpolasikan serapan terukur pada panjang gelombang yang sama ke dalam kurva standar (Kennedy, 1990).

Penentuan kadar fosfat dapat dilakukan secara spektrofotometri sinar tampak yaitu dengan menggunakan pereaksi vanadomolibdofosfat. Prinsip dari reaksi ini adalah ortofosfat dan ammonium molibdat bereaksi dalam suasana asam membentuk asam heteropolar yaitu asam molibdofosfat. Penambahan vanadium akan menghasilkan kompleks vanadomolibdofosfat yang berwarna

kuning. Intensitas warna kuning kompleks sebanding dengan konsentrasi fosfat (Clesceri, *et. al.*, 1989).

Reaksi yang terjadi adalah (Clesceri, *et. al.*, 1989):



## 2.8 Hipotesis

Konsentrasi dan suhu larutan pengendap akan berpengaruh pada karakteristik membran kitosan berpendukung selulosa terhadap rejeksi ion fosfat.



## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Tempat dan Waktu Penelitian**

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Fisika Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA), Universitas Brawijaya, Malang selama 6 bulan, dari bulan Mei sampai dengan Oktober 2006.

#### **3.2 Alat penelitian**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah pelat kaca (10 x 15 X 0,5) cm, batang *stainless steel* diameter 1 cm, bejana koagulasi, termoregulator Cole-Palmer Polystat tipe 12106-35, neraca analitik Mettler tipe AE 50, mikrometer sekrup Tricle, seperangkat sel ultrafiltrasi, seperangkat alat gelas, rak tabung reaksi, botol semprot, batang dan pengaduk magnetic IKAMAG RH, spektrofotometer Thermo Spectronic model 333142, kuvet, spektrofotometer infra merah Shimadzu tipe FTIR-8400S, stopwatch Q & Q, penjepit krus, oven Memmert dan sebagai alat pendukung digunakan selotip Goldtape 3000 mm x 10 mm x 0,13 mm.

#### **3.3 Bahan penelitian**

##### **3.3.1 Bahan Utama**

Kitosan teknis dan kertas saring.

##### **3.3.2 Bahan Kimia**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah, asam asetat, glutaraldehid, natrium hidroksida, asam fosfat teknis 55,58%, amonium molibdat, ammonium metavanadat, asam klorida, kalium dihidrogenfosfat, akuades. Bahan yang digunakan dengan derajat pro-analisis (p.a), kecuali disebutkan lain.

#### **3.4 Tahapan Penelitian**

1. Karakterisasi kitosan
2. Preparasi *dope* kitosan
3. Pembuatan membran kitosan berpendukung selulosa
4. Karakterisasi membran kitosan berpendukung selulosa

- 4.1 Pengukuran fluks air
- 4.2 Pengukuran rejeksi membran terhadap larutan ion  $\text{PO}_4^{3-}$
5. Penentuan konsentrasi ion  $\text{PO}_4^{3-}$  secara spektrofotometri sinar tampak
  - 5.1 Pembuatan kurva baku ion  $\text{PO}_4^{3-}$
  - 5.2 Penentuan kadar ion  $\text{PO}_4^{3-}$  dalam permeat
  - 5.3 Penentuan kadar ion  $\text{PO}_4^{3-}$  dalam konsentrat
6. Analisa data

### 3.5. Cara Kerja

#### 3.5.1 Karakterisasi Kitosan

Kitosan teknis yang digunakan sebagai bahan utama pembuatan membran kitosan dikarakterisasi dengan menggunakan spektrofotometer infra merah untuk mengetahui derajat deasetilasi (DD) kitosan tersebut. Derajat deasetilasi dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan:

$$DD = 98,03 - \left[ 34,68 \times \left( \frac{\text{serapan vibrasi N - H dari amida pada } 1595,99 \text{ cm}^{-1}}{\text{serapan vibrasi C - H dari metilen pada } 2873,74 \text{ cm}^{-1}} \right) \right]$$

Keterangan:

DD = derajat deasetilasi

98,03 = derajat deasetilasi kitosan tertinggi

34,68 = derajat deasetilasi kitin terendah

#### 3.5.2 Preparasi *Dope* Kitosan

Kitosan dengan berat 0,25 g dilarutkan dengan 15 mL larutan asam asetat 2% dalam gelas kimia 100 mL selama 1 jam pada temperatur kamar, kemudian ditambahkan 0,5 mL glutaraldehid 0,1 % dan 9,5 mL pelarut asam asetat dan diaduk dengan pengaduk magnetik selama 24 jam untuk membuat *dope*.

#### 3.5.3 Pembuatan Membran Kitosan Berpendukung Selulosa

Kertas saring ditempatkan di atas plat kaca dan dilapisi dengan selotip pada bagian tepinya untuk memberikan ketebalan  $\pm 0,13$  mm pada lapisan kitosan. *Dope* yang telah disiapkan pada percobaan 3.5.2 dituangkan secukupnya ke atas plat kaca datar yang

telah dilapisi kertas saring. Selanjutnya *dope* diratakan menggunakan batang *stainless steel*.

Lapisan film yang terbentuk masing-masing secepatnya dikoagulasikan dalam bejana berisi larutan pengendap selama 1 jam. Proses pengendapan dilakukan dengan variasi konsentrasi dan suhu larutan pengendap seperti pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Variasi konsentrasi dan suhu larutan pengendap

Suhu ( $^{\circ}\text{C}$ )	NaOH (%) (b/v)
30	1
	2
	3
	4
	5
40	1
	2
	3
	4
	5
50	1
	2
	3
	4
	5

Membran yang terbentuk dilepas dari plat kaca, kemudian dicuci dengan air PDAM hingga pH air bilasan 7 yang diuji dengan kertas lakmus merah dan dibilas dengan akuades. Selanjutnya membran yang terbentuk dikeringkan pada suhu kamar. Membran yang telah jadi dipotong dengan diameter 5 cm kemudian diukur ketebalannya dengan mikrometer sekrup, dan disimpan dalam keadaan kering.

### 3.5.4 Karakterisasi Membran

#### 3.5.4.1 Pengukuran Fluks Air

Fluks air diukur dengan menentukan volume air yang menembus membran persatuan waktu. Air ditempatkan dalam sel ultrafiltrasi, kemudian volume air yang menembus membran

ditampung setiap 5 menit selama 1 jam. Fluks ditentukan dengan persamaan sebagai berikut:

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

Dimana : J = fluks ( $\text{Lm}^{-2}\text{jam}^{-1}$ )

V = volume larutan yang menembus membran (L)

A = luas permukaan ( $\text{m}^2$ )

t = interval waktu (jam)

### 3.5.4.2 Pengukuran rejeksi membran terhadap larutan ion $\text{PO}_4^{3-}$

Pengukuran rejeksi membran dilakukan dengan menentukan jumlah ion fosfat yang dapat tertahan oleh membran. Dalam percobaan ini dilakukan dengan cara menempatkan larutan ion fosfat dengan konsentrasi 1930,5 ppm sebanyak 200 mL kedalam sel ultrafiltrasi. Volume larutan ion fosfat yang menembus membran kemudian ditampung selama 30 menit. Selanjutnya konsentrasi larutan ion fosfat baik di fasa permeat maupun konsentrat dianalisis secara kuantitatif. Penentuan rejeksi membran dilakukan dengan menghitung prosentase ion fosfat yang tertahan oleh membran. Besarnya rejeksi membran ditentukan dengan persamaan sebagai berikut:

$$R = 1 - \frac{C_p}{C_k} \times 100 \%$$

Dimana: R = rejeksi membran (%)

C<sub>p</sub> = konsentrasi fosfat dalam permeat

C<sub>k</sub> = konsentrasi fosfat dalam konsentrat

### 3.5.5 Penentuan Konsentrasi Ion $\text{PO}_4^{3-}$ secara Spektrofotometri Sinar Tampak

#### 3.5.5.1 Pembuatan kurva baku ion $\text{PO}_4^{3-}$

Larutan stok ion  $\text{PO}_4^{3-}$  100 ppm diencerkan menjadi 5 ppm; 10 ppm; 15 ppm; 20 ppm; 25 ppm dan 30 ppm dalam labu ukur 50 mL. Masing-masing larutan ion  $\text{PO}_4^{3-}$  tersebut diambil sebanyak 35 mL ke dalam labu takar 50 mL dan ditambah dengan 10 mL pereaksi vanadomolibdat kemudian ditambah akuades hingga tanda batas, dikocok dan didiamkan selama 10 menit.

Larutan ion  $\text{PO}_4^{3-}$  dengan konsentrasi 20 ppm yang telah ditambah pereaksi vanadomolibdat diukur absorbansinya pada panjang gelombang 390 – 490 nm dengan selisih pengukuran sebesar 10 nm. Dari pengukuran ini didapatkan panjang gelombang maksimum kompleks ion  $\text{PO}_4^{3-}$ . Selanjutnya masing-masing larutan  $\text{PO}_4^{3-}$  dengan konsentrasi 5 ppm; 10 ppm; 15 ppm; 20 ppm; 25 ppm dan 30 ppm yang telah ditambah pereaksi vanadomolibdat diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Data yang diperoleh selanjutnya dibuat kurva baku ion  $\text{PO}_4^{3-}$ .

### **3.5.5.2 Penentuan kadar ion $\text{PO}_4^{3-}$ dalam permeal**

Larutan ion fosfat yang melewati membran selama 30 menit ditampung dalam tempat penampung kemudian di ambil sebanyak 0,5 mL dipindahkan ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Selanjutnya 35 mL larutan hasil pengenceran dipindahkan ke dalam labu ukur 50 mL, ditambah pereaksi vanadomolibdat sebanyak 10 mL dan ditambah akuades hingga tanda batas. Setelah itu dikocok dan didiamkan selama 10 menit. Larutan sampel tersebut diambil 10 mL ke dalam kuvet dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Nilai absorbansi diekstrapolasi ke dalam kurva baku untuk memperoleh konsentrasi ion fosfat dalam permeal (Cp).

### **3.5.5.3 Penentuan kadar ion $\text{PO}_4^{3-}$ dalam konsentrat**

Larutan ion fosfat yang tidak melewati membran selama 30 menit ditampung dalam tempat penampung kemudian diambil sebanyak 0,5 mL dipindahkan ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Selanjutnya dilakukan analisis seperti pada percobaan 3.5.5.2. Konsentrasi ion fosfat yang diperoleh dinyatakan sebagai Ck.

## **3.6 Analisa Data**

### **3.6.1 Penentuan persamaan regresi linier dan koefisien korelasi untuk kurva baku ion $\text{PO}_4^{3-}$**

Persamaan regresi linier digunakan untuk membuat kurva baku. Persamaan regresi linier secara umum dinyatakan sebagai  $y = ax$ , dengan  $y$  adalah serapan larutan ion  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $a$  adalah

kemiringan grafik, dan  $x$  adalah konsentrasi larutan ion  $\text{PO}_4^{3-}$  terukur. Nilai koefisien  $a$  dapat dihitung dengan persamaan :

$$a = \frac{\sum \Delta x \Delta y}{\sum \Delta x^2}$$

sedangkan koefisien korelasi ditentukan dengan persamaan:

$$R^2 = \frac{\sum \Delta x \Delta y}{\sqrt{\sum \Delta x^2 \sum \Delta y^2}}$$

### 3.6.2 Uji statistik pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap terhadap fluks air dan rejeksi terhadap ion $\text{PO}_4^{3-}$

Data-data yang diperoleh dianalisa secara statistika dengan menggunakan metode Rancangan Acak Lengkap Faktorial (RAL Faktorial) dengan  $\alpha = 0,05$ . Apabila terdapat perbedaan diantara perlakuan akan diuji lebih lanjut dengan uji Beda Nyata Terkecil (BNT) dengan taraf nyata 5% seperti ditunjukkan pada Lampiran 9.

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Penelitian ini mengkaji pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap dalam pembuatan membran kitosan berpendukung selulosa terhadap karakteristik membran yang meliputi fluks air dan koefisien rejeksi membran terhadap ion fosfat.

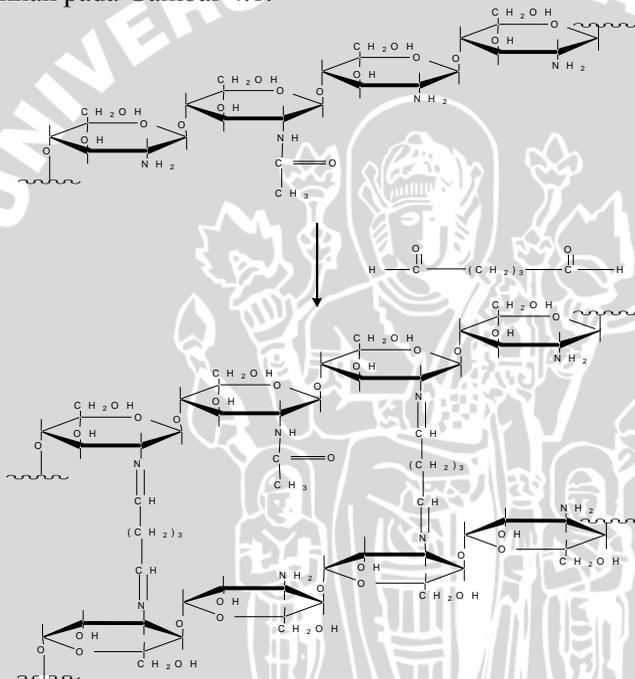
#### **4.1 Karakterisasi Kitosan**

Parameter yang dapat digunakan untuk mengetahui kualitas dari kitosan salah satunya adalah derajat deasetilasi (DD). Derajat deasetilasi menunjukkan nilai perubahan gugus asetil yang meninggalkan molekul menjadi gugus amino bebas dalam rantai polimer (Wang, *et.al.*, 2004). Semakin bertambahnya gugus amino bebas akan meningkatkan nilai derajat deasetilasi dari kitosan. Jumlah gugus amino bebas kitosan menentukan sifat kelarutan kitosan, pada pH asam gugus amino ini terprotonasi membentuk gugus amino dengan muatan kationik ( $-NH_3^+$ ) yang mempermudah kelarutan kitosan dalam air. Dengan demikian, semakin besar nilai derajat deasetilasi kitosan maka semakin besar kelarutannya. Untuk menentukan derajat deasetilasi kitosan dapat dilakukan identifikasi dengan spektrofotometer inframerah. Dengan membandingkan nilai serapan dari gugus amida pada bilangan gelombang  $1500-1625\text{ cm}^{-1}$  dan gugus metilen pada bilangan gelombang  $2800-2900\text{ cm}^{-1}$  dapat ditentukan nilai derajat deasetilasi kitosan. Perhitungan pada Lampiran 2 menunjukkan bilangan gelombang vibrasi amida (tekuk) dan metilen (ulur) berturut-turut sebesar  $1595,66\text{ cm}^{-1}$  dan  $2873,74\text{ cm}^{-1}$ . Kitosan yang digunakan dalam penelitian ini merupakan kitosan teknis dan dari perhitungan diperoleh nilai derajat deasetilasi sebesar 68,30%.

#### **4.2 Pembuatan Membran**

Membran dibuat dengan metode pembalikan fasa. Proses pembuatan membran sangat mempengaruhi ukuran pori dan struktur membran yang terbentuk (Mulder, 1991). Kitosan dilarutkan dalam asam asetat dan ditambahkan glutaraldehid sebagai pereaksi ikatan silang yang dapat membantu mengatur struktur pori membran yang terbentuk. Penambahan pereaksi ikatan silang akan mengurangi

jumlah gugus amino bebas, karena gugus karbonil dari glutaraldehid berikatan dengan gugus amino dari kitosan, sehingga pori yang terbentuk menjadi lebih rapat. Ikatan silang yang terbentuk dipengaruhi oleh derajat deasetilasi kitosan yang menunjukkan jumlah gugus amino bebas dari kitosan. Semakin tinggi derajat deasetilasi, ikatan silang yang terbentuk juga akan semakin banyak jumlahnya. Meningkatnya jumlah ikatan silang akan meningkatkan kerapatan struktur pori membran dan meningkatkan kekuatan mekanik dari membran kitosan. Ikatan silang yang terbentuk ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Pembentukan ikatan silang kitosan dengan menggunakan glutaraldehid

*Dope* yang terbentuk dilapiskan pada membran selulosa yang berperan sebagai lapisan pendukung membran kitosan. Selulosa digunakan sebagai lapisan pendukung karena memiliki nilai fluks air yang besar,  $2483,5 \text{ Lm}^{-2}\text{jam}^{-1}$ , dan nilai koefisien rejeksi yang kecil, 0,59%, sehingga tidak mempengaruhi fluks air dan koefisien rejeksi dari membran kitosan. Kombinasi lapisan selulosa dan lapisan

kitosan akan memberikan kekuatan mekanik yang lebih baik pada membran yang terbentuk. Pada proses pelapisan, dope kitosan akan mengisi pori-pori permukaan lapisan selulosa dan selanjutnya membentuk lapisan membran kitosan di atas lapisan selulosa. Antara lapisan kitosan dengan selulosa terjadi interaksi yang berupa ikatan hidrogen intermolekuler antara gugus aktif kitosan dengan gugus aktif selulosa. Proses pembalikan fasa dilakukan dengan memasukkan lapisan tipis selulosa-*dope* kitosan ke dalam bak pengendap yang berisi larutan pengendap, NaOH. Pada tahap ini terjadi pertukaran antara pelarut dengan larutan NaOH sebagai non-pelarut (larutan pengendap) dan segera terjadi pengendapan yang disebabkan oleh perubahan kelarutan polimer. Pelarut berdifusi ke bak pengendap dan larutan pengendap berdifusi ke lapisan *dope* sampai pada beberapa waktu hingga terjadi pemisahan fasa yang diikuti dengan pemadatan. Laju difusi yang cepat akan membentuk lapisan aktif (*skin*) membran yang tipis dengan ukuran pori kecil (Kirk-Othmer, 1981). Pada lapisan *skin* terbentuk struktur pori yang teratur (kristalin) dan rapat. Proses pemadatan selalu diawali oleh adanya kesetimbangan fasa yaitu dari satu fasa cair menjadi dua fasa cair (pemisahan fasa cair-cair). Salah satu fasa cair hasil pemisahan yang memiliki kandungan polimer lebih besar (fasa kaya polimer) akan memadat sehingga terbentuk matriks membran dan fasa cair yang memiliki kandungan polimer sedikit (fasa kurang polimer) akan membentuk pori yang akan mempengaruhi morfologi membran. Difusi larutan pengendap ke dalam lapisan *dope* tidak hanya terjadi pada lapisan atas, namun juga terjadi pada lapisan di bawah *skin*. Laju difusi pada bagian bawah lebih lambat karena difusi terhalang oleh lapisan *skin* membran yang rapat. Lapisan di bawah *skin* memiliki struktur yang tidak teratur (*amorf*) dan mempunyai ukuran pori yang relatif lebih besar daripada pori pada *skin* membran, sehingga terbentuk membran asimetris.

Membran hasil pembuatan dengan variasi konsentrasi dan suhu larutan pengendap yang digunakan untuk pengujian lebih lanjut memiliki tebal rata-rata 0,12 mm. Data tebal membran yang diperoleh terdapat pada Lampiran 8.1.

#### **4.3 Karakterisasi Membran**

Kinerja dan efisiensi membran ditentukan oleh dua parameter yaitu aliran yang melalui membran dan rejeksi. Untuk

menentukan kedua parameter ini dilakukan karakterisasi membran dengan menggunakan sel ultrafiltrasi dengan tekanan konstan. Dalam penelitian ini, besarnya aliran yang melalui membran dinyatakan sebagai fluks air ( $Lm^{-2}jam^{-1}$ ). Fluks air adalah jumlah air yang dapat melewati membran setiap satuan luas dan waktu tertentu (Mulder, 1991). Sedangkan sifat penolakan membran ditentukan melalui pengukuran rejeksi untuk mengetahui penolakan membran terhadap ion fosfat yang dinyatakan sebagai koefisien rejeksi (%).

#### 4.3.1 Pengaruh Konsentrasi dan Suhu Larutan Pengendap terhadap Fluks Air.

Penentuan harga fluks air pada penelitian ini dilakukan setelah volume air yang melewati membran per satuan waktu relatif konstan. Data dalam Tabel 4.1 menunjukkan hubungan antara variasi konsentrasi dan suhu larutan pengendap terhadap fluks air rata-rata membran.

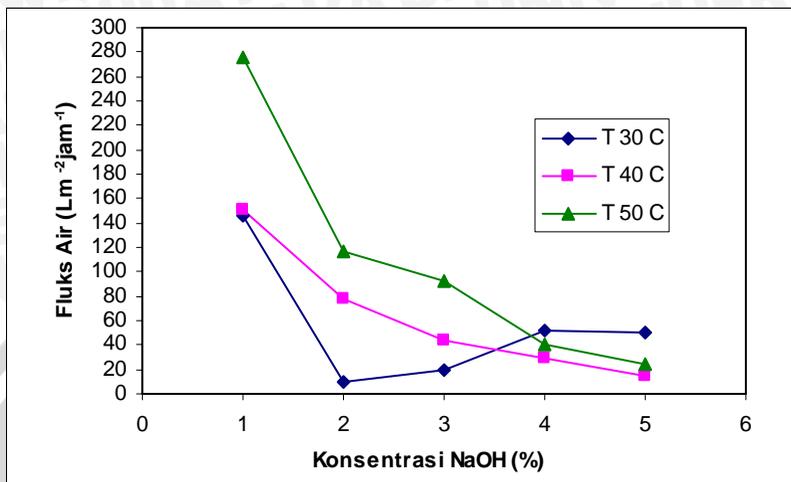
Tabel 4.1 Fluks air rata-rata pada masing-masing variasi konsentrasi dan suhu larutan pengendap

Kondisi larutan pengendap		Fluks air rata-rata ± SD ( $L m^{-2} jam^{-1}$ )
Suhu ( $^{\circ}C$ )	[NaOH] (%) (b/v)	
30	1	145,4 ± 5,5
	2	10,4 ± 0,6
	3	18,7 ± 0,9
	4	51,1 ± 1,3
	5	50,5 ± 1,9
40	1	150,5 ± 5,3
	2	77,6 ± 2,2
	3	44,0 ± 1,6
	4	29,5 ± 1,5
	5	14,3 ± 0,9
50	1	275,9 ± 8,2
	2	116,5 ± 5,5
	3	93,1 ± 3,4
	4	41,3 ± 2,7
	5	24,2 ± 1,5

Data pada Tabel 4.1 secara umum menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi larutan pengendap, harga fluks air membran relatif semakin kecil dan semakin tinggi suhu larutan pengendap, harga fluks air membran relatif meningkat. Namun tidak demikian dengan harga fluks air membran pada variasi konsentrasi larutan pengendap pada suhu 30°C. Pada suhu tersebut terdapat penurunan fluks air di rentang konsentrasi 1-2%, sedangkan pada rentang konsentrasi 2-4% terjadi kenaikan fluks air membran

Hasil perhitungan statistik menunjukkan bahwa Fhitung suhu, konsentrasi larutan pengendap dan interaksi suhu-konsentrasi larutan pengendap mempunyai nilai yang lebih besar daripada Ftabel. Hal ini menunjukkan bahwa masing-masing faktor tersebut memiliki pengaruh yang nyata pada fluks air membran. Gambar 4.2 menunjukkan adanya hubungan antara konsentrasi larutan pengendap dengan suhu larutan pengendap satu dengan yang lain. Fluks relatif semakin rendah dengan bertambahnya konsentrasi larutan pengendap dan relatif meningkat dengan kenaikan suhu larutan pengendap. Hasil uji BNT 5% menunjukkan bahwa membran dengan variasi suhu 50°C dan konsentrasi larutan pengendap 1% memberikan nilai fluks yang tertinggi dan sangat berbeda nyata dengan variasi suhu dan konsentrasi larutan pengendap yang lain. Membran dengan variasi suhu 30°C dan konsentrasi larutan pengendap 2% memberikan nilai fluks air yang terendah walaupun tidak berbeda nyata dengan membran dengan variasi suhu 40°C dan konsentrasi larutan pengendap 5%.

Berdasarkan hasil perbandingan 2 nilai tengah fluks air pada variasi suhu 40°C dan 50°C serta konsentrasi larutan pengendap 1% menunjukkan adanya beda nyata pada tiap variasi, dapat diduga bahwa masing-masing membran memiliki perbedaan struktur pori. Membran dengan nilai tengah fluks air yang lebih tinggi akan mempunyai struktur pori yang berbeda dibanding membran yang mempunyai nilai tengah fluks air yang lebih rendah. Kenaikan suhu larutan pengendap akan menghasilkan membran dengan diameter pori yang kecil dan rapat kemudian dengan kenaikan konsentrasi larutan pengendap menghasilkan membran dengan diameter pori yang lebih kecil.



Gambar 4.2 Grafik pengaruh konsentrasi larutan pengendap pada setiap level suhu larutan pengendap terhadap fluks air membran

Konsentrasi larutan pengendap mempunyai pengaruh yang sangat besar terhadap struktur dan jumlah pori membran yang terbentuk. Konsentrasi larutan pengendap yang semakin tinggi menyebabkan perbedaan potensial kimia antara pelarut dan non pelarut semakin besar sehingga laju difusi non pelarut ke dalam lapisan *dope* semakin besar. Pada konsentrasi larutan pengendap yang lebih rendah, pelarut akan tergantikan oleh non pelarut dan membentuk skin dengan pori berukuran kecil dan rapat. Pada konsentrasi larutan pengendap yang lebih tinggi, laju difusi non pelarut semakin tinggi maka pergantian pelarut oleh non pelarut akan semakin cepat dan menghasilkan skin dengan pori yang berukuran lebih kecil dibandingkan dengan ukuran pori yang terbentuk pada konsentrasi larutan lebih rendah. Hal ini dapat dilihat dari fenomena yang terjadi pada saat pengendapan. Pada proses ini, lapisan *dope* yang diendapkan pada larutan pengendap dengan konsentrasi lebih tinggi mengalami pematatan matriks membran yang lebih cepat dibanding dengan lapisan *dope* yang diendapkan pada larutan pengendap dengan konsentrasi lebih rendah.

Kecepatan pembentukan lapisan skin dan ukuran pori yang ada pada lapisan skin sangat menentukan pembentukan pori pada bagian amorf membran yang berada di bagian bawah lapisan skin. Semakin rapat dan kecil ukuran pori dari skin, maka semakin lambat

pembentukan pori pada bagian amorf dari membran. Pembentukan yang lambat menghasilkan pori yang lebih besar dibandingkan dengan pembentukan yang lebih cepat. Laju pembentukan pori yang lebih cepat menghasilkan pori dengan ukuran kecil dengan kerapatan tinggi.

Fluks air selain dipengaruhi oleh ukuran pori pada skin membran, juga sangat ditentukan oleh struktur pori pada bagian amorf dari membran. Semakin tinggi kerapatan pori pada bagian amorf maka fluks air akan semakin besar. Data yang diperoleh dalam penelitian ini menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi larutan pengendap, fluks air membran relatif semakin rendah. Dengan demikian dapat diduga bahwa dengan meningkatnya konsentrasi larutan pengendap dihasilkan membran dengan pori yang berukuran lebih kecil pada lapisan skin dan pori dengan kerapatan yang rendah pada bagian amorf dari membran.

Suhu larutan pengendap sangat menentukan struktur pori membran yang terbentuk. Suhu mempengaruhi laju difusi non pelarut yang diikuti dengan meningkatnya laju pergantian pelarut oleh non pelarut. Semakin cepat laju pergantian, maka pori yang terbentuk pada skin membran akan memiliki ukuran yang lebih kecil dan lebih rapat. Semakin tinggi kerapatan pori maka jumlah pori yang terbentuk relatif lebih banyak per satuan luas membran, yang berarti semakin banyak aliran yang melewati membran.

Suhu larutan pengendap lebih berpengaruh pada pembentukan pori di bagian amorf dari membran. Peningkatan suhu akan meningkatkan laju difusi non pelarut yang mempengaruhi laju pembentukan pori pada bagian amorf dari membran. Dengan laju pembentukan yang cepat maka struktur pori yang terbentuk akan memiliki ukuran yang relatif lebih kecil dengan kerapatan yang lebih tinggi dibandingkan dengan pembentukan dengan laju yang lebih lambat. Data hasil penelitian menunjukkan semakin tinggi suhu larutan pengendap, fluks air membran juga meningkat, sehingga dapat diduga bahwa dengan naiknya suhu larutan pengendap, maka struktur pori pada bagian amorf dari membran memiliki distribusi pori dengan kerapatan yang lebih tinggi.

Konsentrasi dan suhu larutan pengendap memiliki pengaruh yang sangat besar pada pembentukan struktur pori membran dan saling mempengaruhi satu sama lain, baik pada lapisan aktif (skin) maupun bagian amorf dari membran. Berdasarkan data hasil

penelitian yang diperoleh dapat diduga bahwa konsentrasi larutan pengendap lebih berperan dalam pembentukan struktur pori pada lapisan aktif (skin) membran dan suhu larutan pengendap lebih berperan pada pembentukan struktur pori pada bagian amorf membran yang terbentuk.

Pada suhu  $30^{\circ}\text{C}$ , kenaikan konsentrasi larutan pengendap setelah 2% menyebabkan kenaikan fluks air. Kenaikan fluks air menunjukkan bahwa pori yang terbentuk memiliki ukuran yang lebih besar. Pembentukan lapisan skin yang terjadi pada awal proses pengendapan sangat dipengaruhi laju difusi larutan pengendap menggantikan pelarut. Interaksi antara konsentrasi dan suhu larutan pengendap sangat berpengaruh pada laju difusi dan pada titik ini pengaruh konsentrasi larutan pengendap lebih dominan dibanding pengaruh suhu larutan pengendap. Peningkatan konsentrasi larutan pengendap menyebabkan laju difusi larutan pengendap semakin tinggi dan menyebabkan terbentuknya pori dengan ukuran yang semakin kecil pada lapisan skin membran dengan distribusi pori yang semakin rapat dan pori dengan kerapatan tinggi pada bagian amorf membran, sehingga dihasilkan fluks air yang meningkat.

Peningkatan konsentrasi larutan pengendap, menghasilkan fluks air yang semakin kecil pada suhu larutan pengendap  $40^{\circ}\text{C}$  dan  $50^{\circ}\text{C}$ . Pada suhu ini, kenaikan konsentrasi larutan pengendap akan meningkatkan laju difusi larutan pengendap menggantikan pelarut sehingga terbentuk pori dengan ukuran yang semakin kecil pada lapisan skin membran dan pori dengan kerapatan yang semakin kecil pada bagian amorf membran, sehingga dihasilkan penurunan fluks air.

Gambar 4.2 menunjukkan pada konsentrasi larutan pengendap 1%, 2%, dan 3%, kenaikan suhu menghasilkan fluks air yang semakin meningkat. Hal ini menunjukkan bahwa dengan kenaikan suhu akan menyebabkan terbentuknya pori dengan ukuran yang lebih besar atau pori dengan distribusi yang rapat. Pembentukan skin pada bagian amorf membran sangat dipengaruhi oleh suhu larutan pengendap. Peningkatan suhu menyebabkan kenaikan laju pergantian pelarut oleh larutan pengendap dan menghasilkan striktur dengan kerapatan pori yang tinggi dan semakin besar aliran yang dapat melewati membran. Membran dengan konsentrasi larutan pengendap 4% dan 5% pada suhu  $30^{\circ}\text{C}$  memiliki fluks air yang lebih tinggi dibandingkan dengan pada suhu  $40^{\circ}\text{C}$  dan

50°C. Pada titik ini pengaruh konsentrasi larutan pengendap memiliki pengaruh yang lebih besar dibanding pengaruh suhu terhadap pembentukan pori membran dengan kerapatan pori yang lebih tinggi. Sedangkan pada suhu 40°C ke 50°C dihasilkan kenaikan fluks air seperti pada konsentrasi larutan pengendap 1%-3%, yang menunjukkan bahwa terbentuk pori dengan ukuran semakin kecil pada lapisan skin membran dan struktur dengan kerapatan pori yang kecil pada bagian amorf membran.

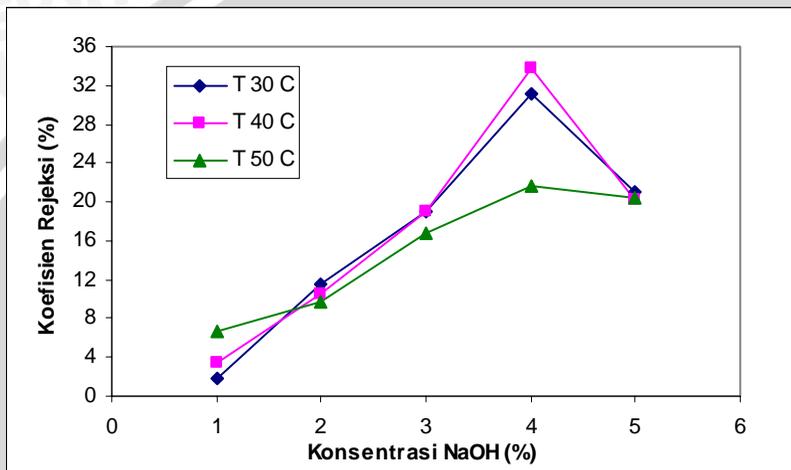
#### 4.3.2 Pengaruh Konsentrasi dan Suhu Larutan Pengendap terhadap Koefisien Rejeksi Ion $\text{PO}_4^{3-}$

Penentuan koefisien rejeksi ion fosfat dilakukan dengan mengukur konsentrasi ion fosfat yang ada dalam fasa permeal dan fasa konsentrat. Data dalam Tabel 4.2 menunjukkan hubungan antara variasi konsentrasi dan konsentrasi larutan pengendap terhadap koefisien rejeksi membran.

Tabel 4.2 Koefisien rejeksi membran pada masing-masing variasi konsentrasi dan suhu larutan pengendap

Kondisi larutan pengendap:		Rejeksi rata-rata $\pm$ SD (%)
Suhu ( $^{\circ}\text{C}$ )	[NaOH] (%) (b/v)	
30	1	1,73 $\pm$ 0,02
	2	11,54 $\pm$ 0,11
	3	19,04 $\pm$ 1,47
	4	31,18 $\pm$ 1,26
	5	20,94 $\pm$ 0,82
40	1	3,49 $\pm$ 0,06
	2	10,44 $\pm$ 0,90
	3	18,94 $\pm$ 1,43
	4	33,83 $\pm$ 0,50
	5	20,32 $\pm$ 0,85
50	1	6,67 $\pm$ 0,11
	2	9,78 $\pm$ 1,64
	3	16,83 $\pm$ 0,61
	4	21,65 $\pm$ 0,19
	5	20,42 $\pm$ 0,19

Data pada Tabel 4.2 menunjukkan bahwa dengan kenaikan konsentrasi larutan pengendap yang semakin besar menyebabkan koefisien rejeksi semakin meningkat pada rentang konsentrasi 1-4% dan terjadi penurunan pada rentang konsentrasi 4-5%, kecuali pada variasi suhu 50°C. Pada suhu tersebut koefisien rejeksi relatif konstan pada rentang konsentrasi 4-5%.



Gambar 4.3 Grafik pengaruh konsentrasi larutan pengendap pada setiap level suhu larutan pengendap terhadap rejeksi membran

Hasil perhitungan statistik menunjukkan bahwa Fhitung suhu, konsentrasi larutan pengendap dan interaksi suhu-konsentrasi larutan pengendap mempunyai nilai yang lebih besar daripada Ftabel. Hal ini menunjukkan bahwa masing-masing faktor tersebut memiliki pengaruh yang nyata pada rejeksi membran terhadap ion fosfat. Gambar 4.3 menunjukkan adanya hubungan antara konsentrasi larutan pengendap dengan suhu larutan pengendap satu dengan yang lain. Rejeksi membran meningkat seiring dengan kenaikan konsentrasi larutan pengendap hingga titik tertentu (konsentrasi larutan pengendap 4%) kemudian menurun. Selanjutnya peningkatan suhu larutan menghasilkan penurunan koefisien rejeksi kecuali pada konsentrasi larutan pengendap 1%. Hasil uji BNT 5% menunjukkan bahwa membran variasi suhu 40°C dan konsentrasi larutan pengendap 4% ,memberikan nilai koefisien rejeksi yang tertinggi dan tidak berbeda nyata dengan variasi suhu 30°C dan konsentrasi larutan pengendap 4%. Membran dengan variasi suhu

30<sup>0</sup>C dan konsentrasi larutan pengendap 1% memberikan nilai koefisien rejeksi yang terendah walaupun tidak berbeda nyata dengan membran dengan variasi suhu 40<sup>0</sup>C dan konsentrasi larutan pengendap 1%.

Sifat penolakan membran terhadap zat terlarut sangat berhubungan dengan mekanisme transport pada membran. Mekanisme transport pada membran hidrogel selain melibatkan ukuran pori membran, juga dipengaruhi oleh kelarutan zat terlarut dalam air bebas yang terjebak dalam membran. Pori yang sangat mempengaruhi sifat penolakan membran terhadap zat terlarut adalah pori yang berada pada lapisan aktif (skin) membran, sedangkan bagian amorf membran sangat menentukan jumlah air bebas yang dapat terjebak dalam membran yang akan membawa zat terlarut melewati membran. Pengaruh variasi konsentrasi dan suhu larutan pengendap terhadap koefisien rejeksi membran dapat dihubungkan dengan ukuran pori pada lapisan aktif (skin) membran dan bagian amorf dari membran. Adanya peningkatan koefisien rejeksi membran menunjukkan bahwa ion fosfat semakin banyak yang tertahan oleh membran karena ukuran pori skin membran yang semakin kecil, sehingga konsentrasi ion fosfat dalam fasa konsentrat semakin tinggi.

Pembentukan pori terjadi pada saat proses pengendapan. Pada proses ini terdapat difusi dua arah yaitu pelarut dari lapisan *dope* ke dalam larutan pengendap dan larutan pengendap berdifusi ke dalam lapisan *dope*. Proses pemisahan fasa cair-cair yang merupakan proses pembentukan inti sebagai awal pembentukan padatan. Semakin banyak jumlah inti yang terbentuk maka akan meningkatkan kristalinitas membran. Dengan meningkatnya kristalinitas membran maka diameter pori membran yang terbentuk akan semakin kecil.

Konsentrasi larutan pengendap mempengaruhi ukuran pori membran yang terbentuk. Semakin tinggi konsentrasi larutan pengendap maka perbedaan potensial kimia antara pelarut dan larutan pengendap akan semakin besar dan akan meningkatkan laju difusi larutan pengendap ke dalam lapisan *dope*, yang berarti larutan pengendap semakin banyak berada dalam lapisan *dope*. Kecepatan pergantian pelarut oleh larutan pengendap ditentukan oleh laju difusi pelarut ke dalam larutan pengendap dan laju difusi larutan pengendap ke dalam lapisan *dope*. Semakin tinggi laju difusi larutan pengendap ke dalam lapisan *dope*, pori yang terbentuk akan memiliki

pori dengan diameter yang lebih kecil dan rapat. Dengan demikian tampak bahwa konsentrasi larutan pengendap sangat berpengaruh pada struktur pori lapisan aktif (skin) membran dan suhu larutan pengendap sangat berpengaruh pada lapisan amorf dari membran dan antara konsentrasi dan suhu larutan pengendap saling mempengaruhi satu sama lain.

Berdasarkan data hasil percobaan terlihat bahwa pada konsentrasi larutan pengendap 2%, 3%, dan 5% suhu larutan pengendap tidak terlalu memberikan pengaruh yang nyata. Pada konsentrasi 2% kenaikan suhu dari 30°C ke 40°C menyebabkan sedikit penurunan koefisien rejeksi dan kenaikan suhu dari 40°C ke 50°C tidak memberikan pengaruh pada koefisien rejeksi. Sedangkan pada konsentrasi 3%, kenaikan suhu dari 30°C ke 40°C tidak memberikan pengaruh pada koefisien rejeksi dan kenaikan suhu dari 40°C ke 50°C menyebabkan sedikit penurunan koefisien rejeksi membran. Kenaikan suhu pada konsentrasi 5% tidak memberikan pengaruh pada koefisien rejeksi membran. Hal ini menunjukkan bahwa pada konsentrasi tersebut pembentukan pori sangat dipengaruhi oleh konsentrasi larutan pengendap yang menentukan struktur pori pada skin membran. Secara umum dari data terlihat bahwa semakin tinggi konsentrasi larutan pengendap maka rejeksi juga meningkat hingga pada titik tertentu. Pada konsentrasi larutan pengendap 1%, kenaikan suhu larutan pengendap mengakibatkan rejeksi meningkat. Dengan ukuran pori skin membran yang lebih besar dibanding dengan konsentrasi larutan pengendap yang lain, kenaikan suhu akan mempengaruhi kerapatan pori pada bagian amorf membran. Semakin tinggi suhu maka semakin kecil ukuran pori yang terbentuk, dapat dilihat dari rejeksi membran yang semakin meningkat. Kenaikan suhu larutan pengendap pada konsentrasi larutan pengendap 4% menghasilkan kenaikan koefisien rejeksi pada suhu 30°C – 40°C dan penurunan koefisien rejeksi pada suhu 40°C – 50°C. Pada titik ini pengaruh interaksi konsentrasi dan suhu larutan pengendap sangat besar dalam pembentukan pori membran. Kenaikan suhu sampai 40°C menghasilkan pori dengan ukuran lebih kecil pada lapisan skin membran dan jumlah pori yang banyak pada bagian amorf membran. Kenaikan suhu hingga 50°C menghasilkan jumlah pori yang lebih banyak dengan kerapatan tinggi pada bagian amorf membran, sehingga dihasilkan penurunan koefisien rejeksi membran.

Gambar 4.3 menunjukkan bahwa pada suhu 30<sup>o</sup>C, 40<sup>o</sup>C, dan 50<sup>o</sup>C, kenaikan konsentrasi larutan pengendap menghasilkan kenaikan koefisien rejeksi membran hingga konsentrasi larutan pengendap 4%. Koefisien rejeksi membran mengalami penurunan pada konsentrasi larutan pengendap 4-5%. Pada titik ini konsentrasi dan suhu larutan pengendap sangat berpengaruh. Dengan meningkatnya konsentrasi larutan pengendap maka laju difusi meningkat dan diikuti dengan terbentuknya pori yang semakin kecil dan rapat pada skin membran. Pori yang semakin kecil dan rapat yang terbentuk pada skin membran menyebabkan non pelarut akan semakin sulit memasuki bagian bawah skin membran, sehingga pembentukan pori pada bagian amorf membran juga semakin lambat. Seiring dengan kenaikan suhu dan lambatnya non pelarut berdifusi pada bagian amorf membran maka akan terbentuk pori dengan ukuran relatif lebih kecil dan kerapatan yang tinggi. Dengan kerapatan yang tinggi maka kesempatan terjebaknya air bebas yang membawa zat terlarut akan semakin tinggi yang diikuti dengan menurunnya rejeksi. Data percobaan menunjukkan bahwa rejeksi semakin turun dengan naiknya konsentrasi larutan pengendap. Dari data tersebut dapat diduga bahwa pori skin membran yang terbentuk pada konsentrasi larutan pengendap 5% lebih rapat daripada membran pada konsentrasi 4%, namun struktur pori pada bagian amorfnya memiliki kerapatan yang lebih tinggi dengan jumlah pori yang lebih banyak, sehingga dihasilkan koefisien rejeksi yang semakin menurun.



## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **4.1. Kesimpulan**

Hasil penelitian yang diperoleh menunjukkan bahwa :

1. Peningkatan konsentrasi larutan pengendap sampai 2% pada suhu 30<sup>0</sup>C menyebabkan penurunan fluks air, sedangkan peningkatan konsentrasi setelah 2% menyebabkan kenaikan fluks air. Pada suhu 40<sup>0</sup> C dan 50<sup>0</sup>C, peningkatan konsentrasi larutan pengendap menyebabkan penurunan fluks air membran.
2. Peningkatan konsentrasi larutan pengendap sampai 4% menyebabkan kenaikan koefisien rejeksi membran, sedangkan pada 5% terjadi penurunan koefisien rejeksi.
3. Peningkatan suhu larutan pengendap pada konsentrasi 1%, 2% dan 3% menyebabkan kenaikan fluks air. Pada konsentrasi 4% dan 5%, peningkatan suhu larutan sampai 40<sup>0</sup>C menyebabkan penurunan fluks air, sedangkan peningkatan suhu larutan pengendap setelah 40<sup>0</sup>C menyebabkan kenaikan fluks air membran.
4. Peningkatan suhu larutan pengendap pada konsentrasi larutan pengendap 1% menyebabkan kenaikan koefisien rejeksi membran, sedangkan pada konsentrasi 2%,3%, dan 4% menyebabkan penurunan koefisien rejeksi. Peningkatan suhu larutan pengendap pada konsentrasi 5% tidak memberikan pengaruh pada koefisien rejeksi membran.

#### **4.2. Saran**

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai pengaruh penggunaan pereaksi ikatan silang terhadap karakteristik membran dan penggunaan membran kitosan berpendukung selulosa dengan aplikasi langsung sebagai bahan pelapis pada pupuk.

## DAFTAR PUSTAKA

- Anonymous<sup>a</sup>, 2001, **Slow Release Fertilizer**, <http://www.mastergardenproducts.com>. Diakses tanggal 3 Februari 2006
- Anonymous<sup>b</sup>, 2004, **Macroporous or Microporous Filtration Membrane, Method of Preparation and Use**, <http://www.freepatentsonline.com/5993661.html>. Diakses tanggal 24 Maret 2006
- Anonymous<sup>c</sup>, 2006, **Chitin, Chitosan and Chitosan Oligomer**, <http://www.dalwoo.com>. Diakses tanggal 12 Februari 2006
- Astuti, E. D., 2005. **Studi Pengaruh pH dan Laju Alir terhadap Pelepasan Unsur Fosfor dari Pupuk NPK Berlapis Kaolin**. Skripsi Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang
- Chandrasekaran, R., 1992, **Frontiers In Carbohydrate Research-2**, Elsevier Applied Science, London
- Clesceri, L. S., A. E. Greenberg and R. R. Trusell, 1989, **Standard Methods For Examination of Water and Wastewater**, Seventh edition, American Public Health Association, Washington
- Ewing, G. W., 1985, **Instrumental Methods of Chemical Analysis**, 5<sup>th</sup> edition, McGraw-Hill Book Company, New York
- Gilliam, J. W., Terry J. Logan, and F. E. Broadbent, 1997, **Teknologi dan Penggunaan Pupuk**, Edisi ketiga, Penerjemah Dr, Ir, Didiek Goenardi, Gadjah Mada University Press, Yogyakarta
- Kennedy, J. H., 1990, **Analytical Chemistry: Principles**, Second edition, Saunders College Publisher, New York
- Khopkar, S. M, 1990, **Analytical Chemistry: Principles**, 2<sup>nd</sup> Edition, Saunders College Publishing, New York
- Kirk-Othmer, 1981, **Encyclopedia of Chemical Technology**, Vol 15, John Willey and Sons, New York.

- Krajewska, B., 2001, **Diffusional Properties of Chitosan Hydrogel Membranes**, J. Chem. Technol. Biotechnol., 76:636-642
- Kroschwitz, J. I., 1990, **Concise Encyclopedia of Polymer Science and Engineering**, John Wiley and Sons, Canada
- Leiwakabessy, F. M., 1982, **Kesuburan Tanah**, Departemen Ilmu-Ilmu Tanah Fakultas Pertanian IPB, Bogor
- Mulder, M., 1991, **Basic Principles of Membrane Technology**, Kluwer Academic Publishers, London
- Pecsok, R. L., Shield, L. D., Cairns, T., and Mc William, I. G., 1976, **Modern Methods of Chemical Analysis**, 2<sup>nd</sup> edition, John Wiley & Sons Inc, New York
- Purwowidodo, 1991, **Genesis tanah**, IPB, Bogor
- Radiman, C. L., dan V. Suendo, 2002, **Kertas Pleno Perkembangan Sains dan Teknologi Membran**, Departemen Kimia Institut Teknologi Bandung, [http://pkukmweb.ukm.my/~kimia/ukmitb2002/abstrakitb/radiman\\_abs.htm](http://pkukmweb.ukm.my/~kimia/ukmitb2002/abstrakitb/radiman_abs.htm), Diakses tanggal 9 Februari 2006
- Rohindra, D. R. Nand, A. V and Khurma, J. R., 2003. **Swelling Properties of Chitosan Hydrogel**. Department of Chemistry, The University of the South Pacific, Suva, Fiji
- Routenbach, R., and Albrecht, 1989, **Membrane Process**, John Wiley and Sons, Chichester
- Sastrohamidjojo, H, 1992, **Spektrofotometri Inframerah**, Liberty, Yogyakarta
- Suharman, G. 2001, **Pembentukan Senyawa Kitosan oleh Ion Logam**, [http://www.library.usu.ac.id/digital\\_library/kitosan](http://www.library.usu.ac.id/digital_library/kitosan). tanggal akses : 9 Februari 2006
- Wang, T., Turhan, M and Gunasekaran, S., 2004, **Selected Properties of pH-Sensitive, Biodegradable Chitosan-Poly(Vinyl Alcohol) Hydrogel**, Polymer International 53:911-918

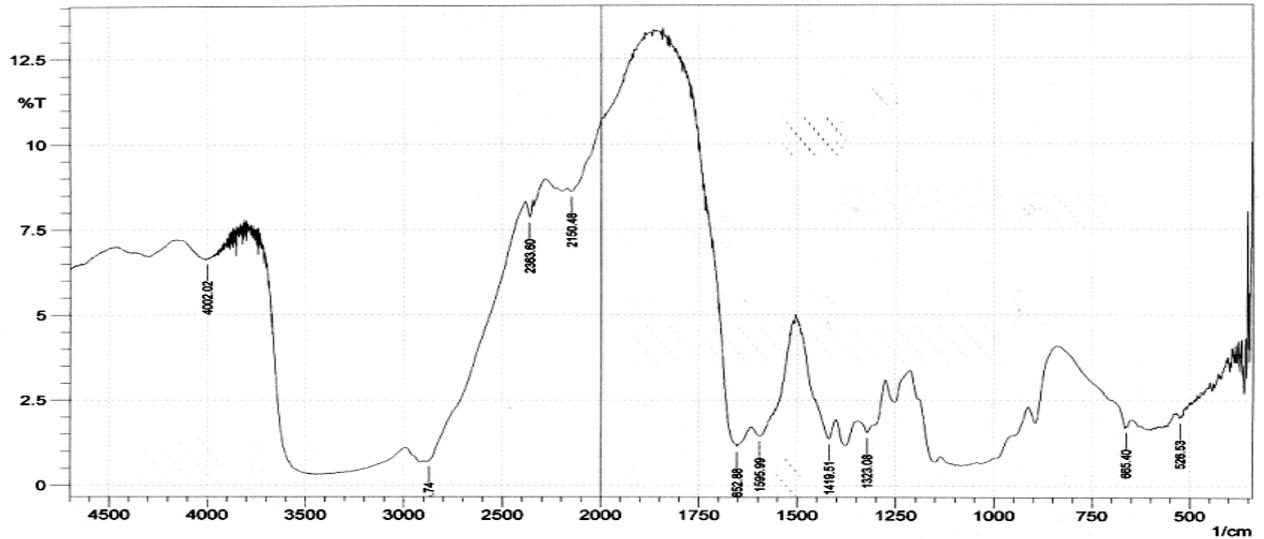
Wood, J. M. and Kellogg, S. T., 1998, **Methods in Enzymology, Biomass Part Lignin, Pectin and Chitin**, Academic Press Inc, New York

Yang L., W. W. Hsiao and P. Chen, 2001, **Chitosan-Cellulose Composite Membrane for Affinity Purification of Biopolymers and Immunoadsorption**, J. Mem. Sci. 5084, 1-13

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



# LAMPIRAN 1. Spektrum Infra Merah Kitosan



Comment;

Date/Time; 9/28/2006 1:30:52 PM

No. of Scans; 45

Resolution; 2 [1/cm]

Apodization; Happ-Genzel

**Tabel L.1 Data spektrum Infra Merah Kitosan**

	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	526,53	1,980	0,027	527,49	523,64	6,550	0,014
2	665,40	1,709	0,068	667,32	650,93	28,550	0,105
3	1323,08	1,548	0,261	1338,51	1308,61	52,955	0,870
4	1419,51	1,361	0,757	1456,16	1403,12	92,383	4,599
5	1595,99	1,440	0,367	1615,27	1570,91	79,749	2,546
6	1652,88	1,135	0,162	1699,17	1651,92	79,527	4,155
7	2150,48	8,600	0,005	2161,09	2149,52	12,322	0,005
8	2363,60	1,837	0,034	2385,78	2362,64	25,266	-0,025
9	2873,74	0,708	0,030	2875,67	2385,78	718,96	0,025
10	4002,02	6,631	0,008	4002,98	3997,20	6,816	0,002

## LAMPIRAN 2. Perhitungan Derajat Deasetilasi Kitosan

Diketahui:

$$\begin{aligned}\text{Absorbansi pada } 1595,99 &= -\log T \\ &= -\log 0,0144 \\ &= 1,842\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Absorbansi pada } 2873,74 &= -\log T \\ &= -\log 0,00708 \\ &= 2,149\end{aligned}$$

Penyelesaian:

$$\begin{aligned}DD &= 98,03 - \left[ 34,68 \times \left( \frac{\text{absorbansi pada vibrasi N - H dari amida}}{\text{absorbansi pada vibrasi C - H dari metilen}} \right) \right] \\ &= 98,03 - \left[ 34,68 \times \left( \frac{\text{absorbansi pada } 1595,99}{\text{absorbansi pada } 2873,74} \right) \right] \\ &= 98,03 - \left[ 34,68 \times \left( \frac{1,842}{2,149} \right) \right] \\ &= 68,30\end{aligned}$$

## LAMPIRAN 3. Preparasi Larutan

### 3.1 Pereaksi vanadomolibdat

Amonium molibdat,  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , ditimbang sebanyak 25 gram kemudian dilarutkan dalam 300 mL akuades. Larutan ini sebagai larutan A.

Amonium metavanadat,  $\text{NH}_4\text{VO}_3$ , ditimbang sebanyak 1,25 gram kemudian ditambah 300 mL akuades dan dipanaskan. Larutan ini didinginkan pada suhu ruang lalu ditambah dengan 330 mL HCl pekat secara perlahan-lahan. Larutan didinginkan pada suhu ruang. Larutan ini sebagai larutan B.

Larutan A dicampurkan ke dalam larutan B kemudian dikocok selama beberapa saat dan ditambahkan akuades hingga 1 L.

### 3.2 Larutan asam asetat 2% (v/v)

Satu mL larutan asam asetat 100% dipipet, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL dan ditandabatkan dengan akuades.

### 3.3 Larutan Natrium Hidroksida

$$\text{Larutan NaOH } 1\% = \frac{10 \text{ g NaOH}}{1000 \text{ mL larutan}}$$

Jadi untuk membuat larutan NaOH 1% (b/v) ditimbang 10 g NaOH, kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia dan diencerkan dengan aquades sampai 1000 mL. Dengan cara yang sama ditimbang NaOH sebanyak 20; 30; 40 dan 50 g untuk membuat larutan NaOH 2%; 3%; 4% dan 5% (b/v).

### 3.4 Larutan Glutaraldehid 1% (v/v)

Empat mL larutan glutaraldehid 25% dipipet, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas.

## LAMPIRAN 4. Perhitungan Preparasi Larutan

### 4.1 Perhitungan kadar asam fosfat yang digunakan

Penentuan kadar fosfat awal dilakukan dengan mengukur absorbansi larutan fosfat yang digunakan dalam percobaan. Larutan fosfat teknis dipipet sebanyak 0,1 mL kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 200 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Larutan tersebut lalu dipipet sebanyak 1 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas.

Data absorbansi fosfat awal:

$$A_1 = 0,28$$

$$A_2 = 0,29$$

$$A_3 = 0,28$$

$$A_{\text{rata-rata}} = 0,28$$

$$fp \text{ (faktor pengenceran)} = 100000$$

Karena  $y = 0,0299x$ , maka:

$$\rightarrow y = 0,0299 x$$

$$\rightarrow \text{konsentrasi asam fosfat} : 0,28 = 0,0299 x$$

$$x = 9,36455$$

$$= 9,36455 \times fp$$

$$= 9,36455 \times 100.000$$

$$= 936455 \text{ ppm}$$

$$\rightarrow \text{berat asam fosfat dalam larutan} = 936,455 \text{ gram}$$

$\rightarrow$  volume asam fosfat dalam larutan:

$$v = \frac{m}{\rho} = \frac{936455 \text{ g}}{1,6850 \text{ g/mL}} = 555,76 \text{ mL}$$

$\rightarrow$  kadar asam fosfat :

$$\% = \frac{555,76 \text{ mL}}{1000 \text{ mL}} \times 100\% = 55,58\%$$

### 4.2 Larutan asam fosfat

Kadar fosfor yang diberikan pada tanah yang sangat kekurangan unsur P sebesar 100 kg/Ha. Jadi, dalam setiap 100 m<sup>2</sup> tanah diperlukan 1 kg fosfor dalam bentuk P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Bila diasumsikan ketebalan air adalah sebesar 0,00715 m, maka:

$$\begin{aligned} \text{Kadar P}_2\text{O}_5 &= \frac{1 \text{ kg}}{100 \text{ m}^2 \times 0,00715 \text{ m}} = \frac{1000000 \text{ mg}}{0,715 \text{ m}^3} = \frac{1000000 \text{ mg}}{715 \text{ dm}^3} \\ &= \frac{1000000 \text{ mg}}{715 \text{ L}} = 1398,60 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar P} &= \frac{2 \text{ Ar P}}{\text{Mr P}_2\text{O}_5} \times 1398,60 \text{ ppm} \\ &= \frac{62}{142} \times 1398,60 \text{ ppm} \\ &= 610,66 \text{ ppm} \\ &= 610,66 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Berat H}_3\text{PO}_4 &= \frac{\text{Mr H}_3\text{PO}_4}{\text{Ar P}} \times 610,66 \text{ mg} \\ &= \frac{98}{31} \times 610,66 \text{ mg} \\ &= 1930,47 \text{ mg} \end{aligned}$$

Jadi, konsentrasi  $\text{H}_3\text{PO}_4$  yang digunakan adalah 1930,47 mg dalam 1 L larutan atau 1930,47 ppm.

Konsentrasi larutan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  yang digunakan 55,58 %, maka:

$$\begin{aligned} \text{Berat H}_3\text{PO}_4 \text{ 80 \%} &= \frac{100}{55,58} \times 1930,47 \text{ ppm} \\ &= 3473,31 \text{ ppm} \\ &= 3473,31 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Bila \% (v/v): } \rho &= \text{m/v} \\ v &= \text{m}/\rho \\ &= \frac{3473,31 \times 10^{-3} \text{ g}}{1,6850 \text{ g/mL}} \\ &= 2,06 \text{ mL} \end{aligned}$$

Jadi untuk membuat larutan fosfat diambil sebanyak 2,06 mL larutan asam fosfat 55,58 % kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas.

### 4.3 Larutan stok ion $\text{PO}_4^{3-}$ 100 ppm

Mencari berat  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  yang ditimbang:

Berat  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ :

$$\begin{aligned} &= \frac{\text{BM KH}_2\text{PO}_4}{\text{BM PO}_4^{3-}} \times [\text{PO}_4^{3-}] \times V_{\text{lart}} \times \frac{1}{1000 \text{ mL}} \times 1 \text{ L} \\ &= \frac{136,0838 \text{ g/mol}}{94,97 \text{ g/mol}} \times 100 \text{ ppm} \times 250 \text{ mL} \times \frac{1}{1000 \text{ mL}} \times 1 \text{ L} \\ &= 1,435 \times 100 \text{ mg} \times 10^{-4} \\ &= 35,789 \text{ mg} = 0,0358 \text{ g} \end{aligned}$$

Jadi untuk membuat 250 mL larutan stok  $\text{PO}_4^{3-}$  100 ppm ditimbang  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  sebanyak 0,0358 gram.

### 4.4 Larutan baku ion $\text{PO}_4^{3-}$ 5 ppm

mmol larutan baku  $\text{PO}_4^{3-}$  5 ppm:

$$= \frac{5 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \times 50 \text{ mL} \times \frac{1}{95 \text{ mg/mmol}}$$

$$= 2,632 \times 10^{-3} \text{ mmol}$$

volume larutan  $\text{PO}_4^{3-}$  100 ppm yang dipipet:

$$= \frac{1000 \text{ mL}}{100 \text{ mg}} \times 95 \frac{\text{mg}}{\text{mmol}} \times 2,632 \times 10^{-3} \text{ mmol}$$

$$= 2,5 \text{ mL}$$

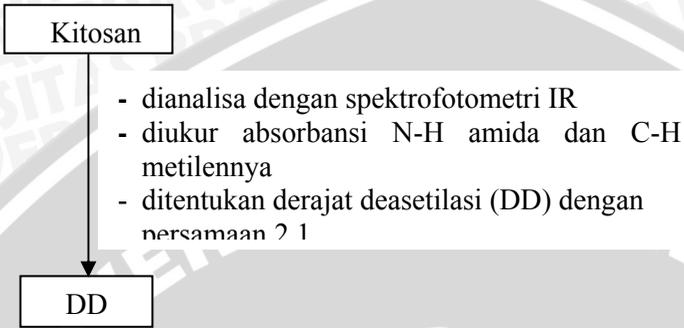
Jadi, untuk membuat 50 mL larutan  $\text{PO}_4^{3-}$  5 ppm dipipet sebanyak 2,5 mL larutan  $\text{PO}_4^{3-}$  100 ppm. Dengan cara yang sama dibuat larutan baku  $\text{PO}_4^{3-}$  10, 15, 20, 25 dan 30 ppm.

## LAMPIRAN 5. Diagram Alir Penelitian

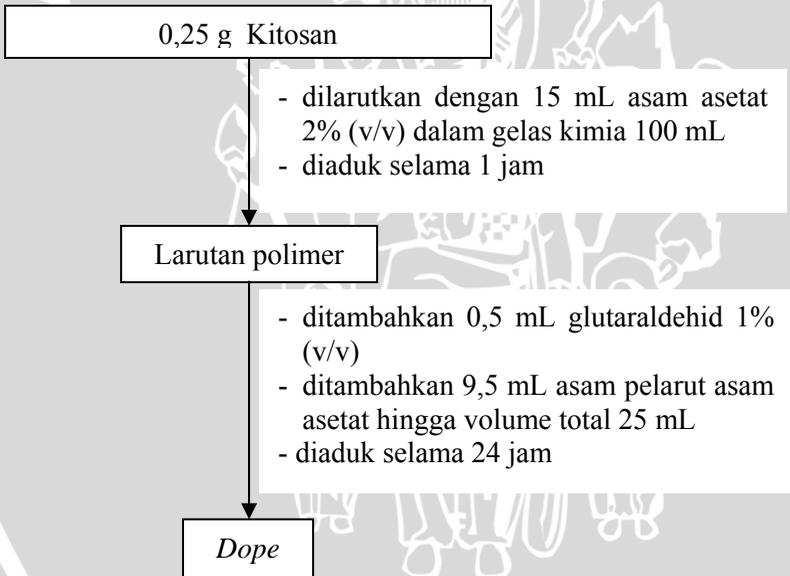


## LAMPIRAN 6. Diagram Alir Cara Kerja

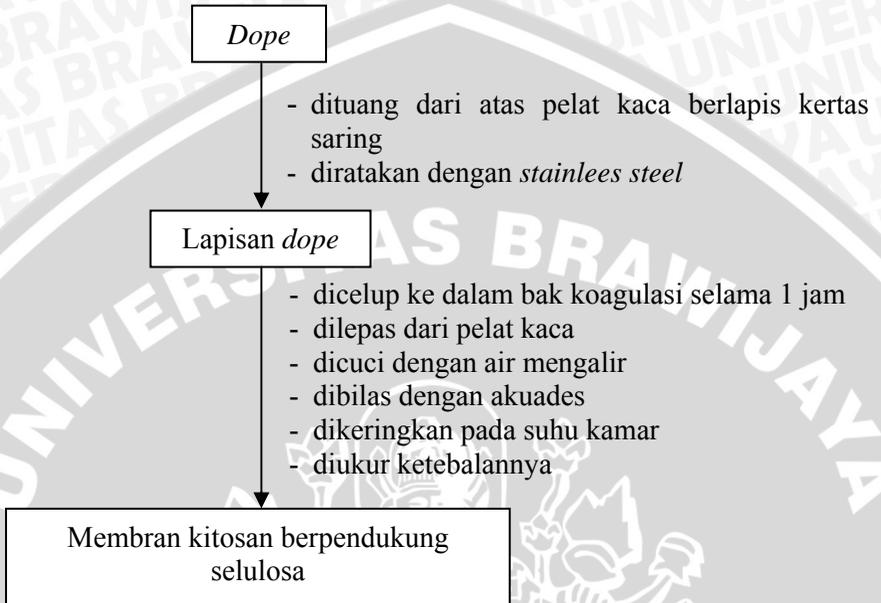
### 6.1 Karakterisasi Kitosan



### 6.2 Preparasi *Dope* Kitosan

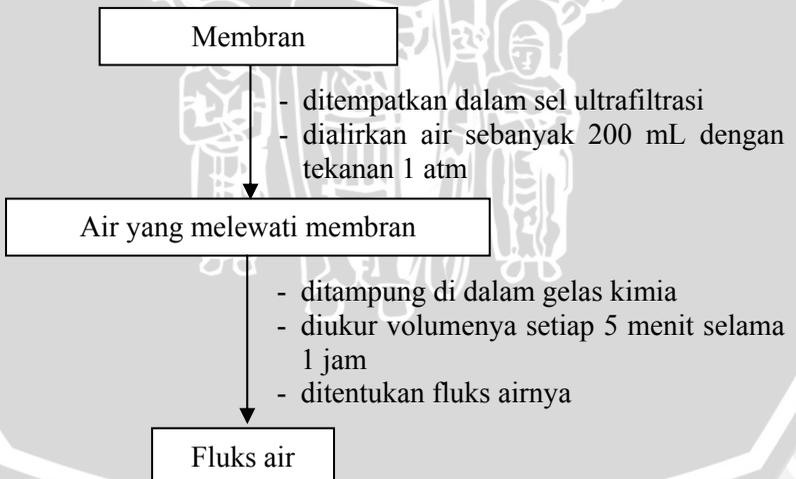


### 6.3 Pembuatan Membran Komposit Kitosan-Selulosa

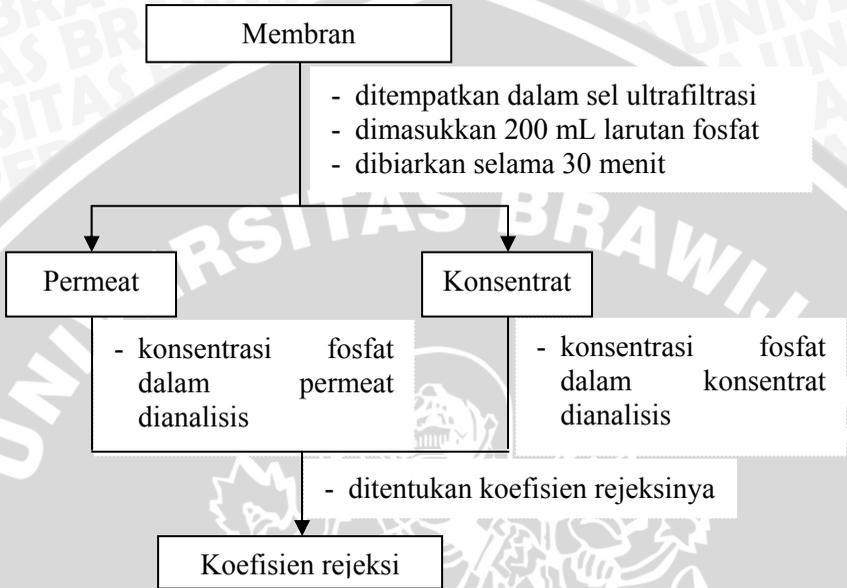


### 6.4 Karakterisasi Membran

#### 6.4.1 Pengukuran Fluks Air

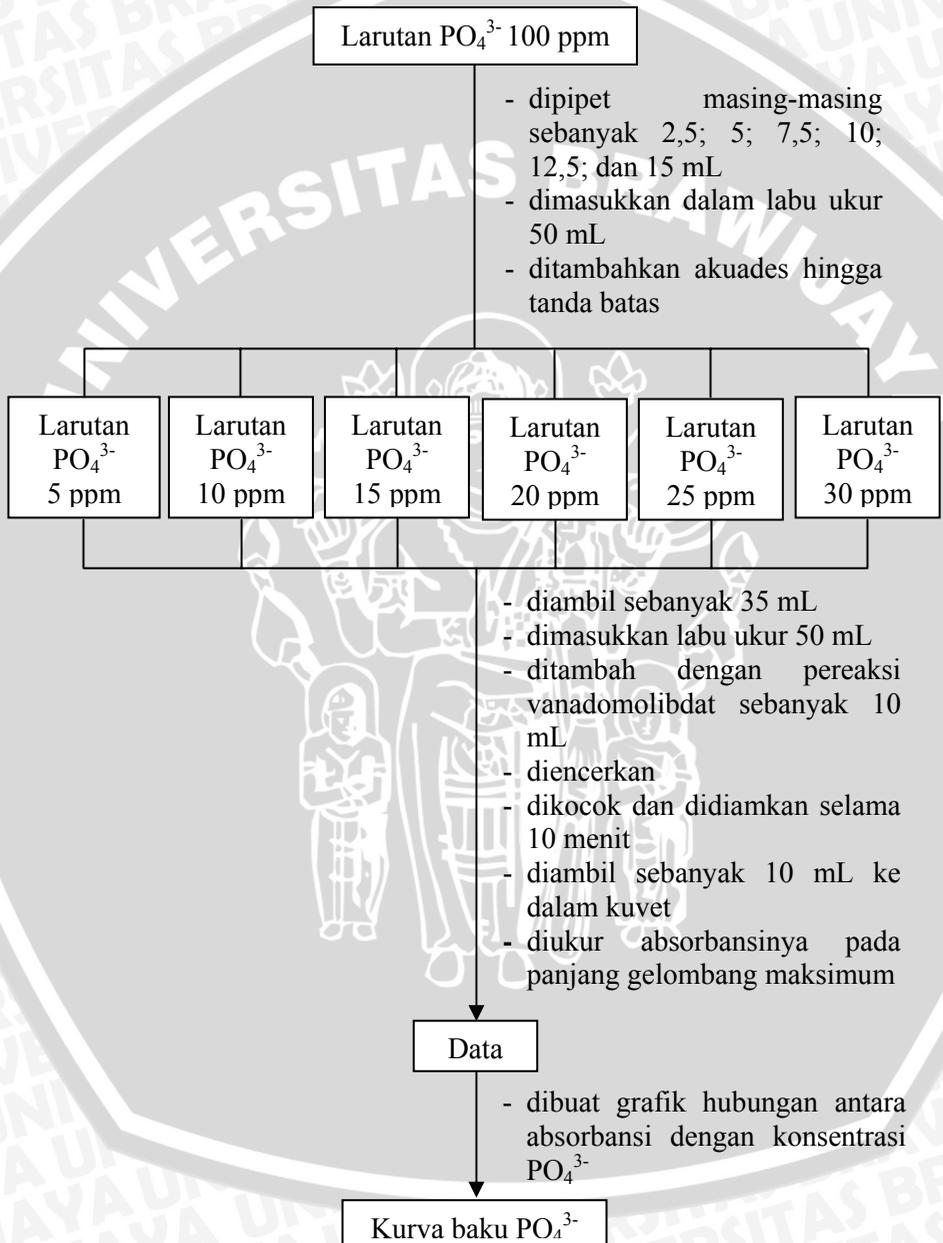


### 6.4.2 Pengukuran Rejeksi Membran terhadap Larutan Fosfat



## 6.5 Penentuan Konsentrasi Permeat dan Konsentrat Secara Spektrofotometri Sinar Tampak

### 6.5.1 Pembuatan Kurva Baku $\text{PO}_4^{3-}$



## 6.5.2 Penentuan Kadar Fosfat sebagai Permeat

### Permeat fosfat

- diambil sebanyak 0,5 mL
- dimasukkan dalam labu ukur 50 mL
- ditandabatkan dengan akuades
- dipipet sebanyak 35 mL
- dimasukkan dalam labu ukur 50 mL
- ditambah 10 mL pereaksi vanadomolibdat
- diencerkan
- dikocok dan didiamkan selama 10 menit
- diambil 10 mL ke dalam kuvet
- diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum

### Data absorbansi fosfat

- diekstrapolasi pada kurva baku  $\text{PO}_4^{3-}$

### Data konsentrasi fosfat sebagai permeat ( $C_p$ )

### 6.5.3 Penentuan Kadar Fosfat sebagai Konsentrat

#### Konsentrat fosfat

- diambil sebanyak 0,5 mL
- dimasukkan dalam labu ukur 50 mL
- ditandabatkan dengan akuades
- dipipet sebanyak 35 mL
- dimasukkan dalam labu ukur 50 mL
- ditambah 10 mL pereaksi vanadomolibdat
- diencerkan
- dikocok dan didiamkan selama 10 menit
- diambil 10 mL ke dalam kuvet
- diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum

#### Data absorbansi fosfat

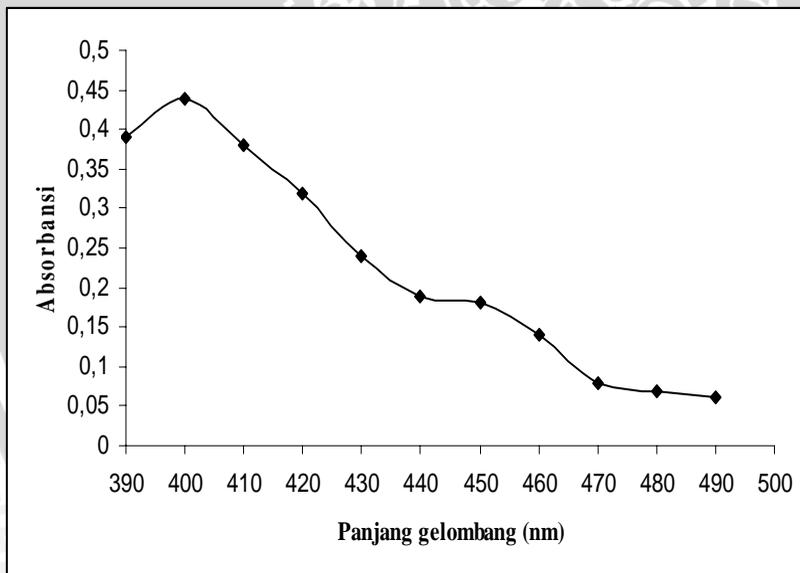
- diekstrapolasi pada kurva baku  $\text{PO}_4^{3-}$

#### Data konsentrasi fosfat sebagai konsentrat (Ck)

## LAMPIRAN 7. Pembuatan Kurva Baku Ion $\text{PO}_4^{3-}$

Tabel L.7.1 Penentuan panjang gelombang maksimum ion  $\text{PO}_4^{3-}$

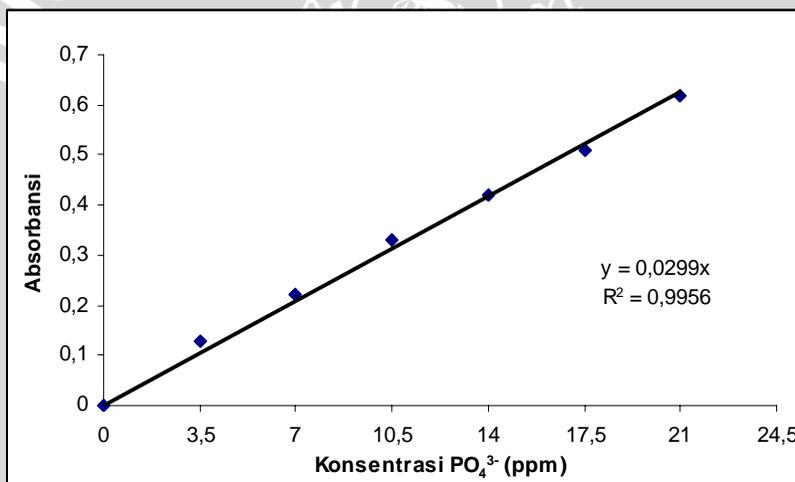
$\lambda$ (nm)	Absorbansi			A rata-rata
	I	II	III	
390	0,39	0,40	0,39	0,39
<b>400</b>	<b>0,43</b>	<b>0,42</b>	<b>0,43</b>	<b>0,43</b>
410	0,37	0,37	0,39	0,38
420	0,33	0,29	0,34	0,32
430	0,24	0,24	0,24	0,24
440	0,18	0,19	0,19	0,19
450	0,17	0,18	0,18	0,18
460	0,13	0,14	0,15	0,14
470	0,09	0,08	0,07	0,08
480	0,07	0,09	0,06	0,07
490	0,06	0,06	0,06	0,06



Gambar L. 7. 1. Kurva serapan ion  $\text{PO}_4^{3-}$  pada berbagai panjang gelombang

**Tabel L. 7. 2 Data serapan ion  $\text{PO}_4^{3-}$  pada panjang gelombang 400 nm**

[ $\text{PO}_4^{3-}$ ] (ppm) (x)	Absorbansi (y)			
	Ulangan			Rata-rata
	1	2	3	
0	0	0	0	<b>0</b>
3.5	0,13	0,14	0,13	<b>0,13</b>
7	0,21	0,23	0,22	<b>0,22</b>
10.5	0,33	0,33	0,34	<b>0,33</b>
14	0,41	0,41	0,43	<b>0,42</b>
17,5	0,52	0,53	0,49	<b>0,51</b>
21	0,62	0,61	0,62	<b>0,62</b>



**Gambar L. 7. 2 Kurva baku ion  $\text{PO}_4^{3-}$**

## LAMPIRAN 8. Data Hasil Penelitian

### 8.1 Data Tebal Membran

Pengukuran tebal membran dilakukan dengan menggunakan alat mikrometer sekrup, dilakukan di empat titik pada luasan membran yang akan diuji karakteristiknya kemudian dirata-rata.

$$t = \frac{t_1 + t_2 + t_3 + t_4}{4}$$

Hasil pengukuran rata-ratanya ditunjukkan dalam tabel berikut:

**Tabel L. 8. 1 Data tebal membran**

Kondisi larutan pengendap		Tebal membran (mm) dengan ulangan:			Rata-rata (mm)
Suhu (°C)	NaOH (%) (b/v)	1	2	3	
30	1	0,124	0,119	0,121	0,121 ± 0,003
	2	0,127	0,129	0,124	0,127 ± 0,002
	3	0,127	0,125	0,124	0,125 ± 0,001
	4	0,123	0,120	0,126	0,123 ± 0,003
	5	0,121	0,119	0,122	0,120 ± 0,001
40	1	0,125	0,123	0,126	0,124 ± 0,002
	2	0,122	0,120	0,119	0,120 ± 0,002
	3	0,127	0,118	0,123	0,123 ± 0,004
	4	0,120	0,122	0,119	0,120 ± 0,001
	5	0,124	0,124	0,123	0,123 ± 0,000
50	1	0,126	0,121	0,123	0,123 ± 0,002
	2	0,124	0,126	0,122	0,124 ± 0,002
	3	0,126	0,124	0,121	0,124 ± 0,003
	4	0,121	0,122	0,118	0,120 ± 0,002
	5	0,120	0,122	0,120	0,120 ± 0,001

## 8.2 Penentuan Fluks Air

Harga fluks (J) dapat dihitung dengan menggunakan persamaan 1, kemudian dikalikan dengan faktor konversi (f).

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

Dimana harga f:

$$\begin{aligned} f &= \frac{1 \text{ L}}{10^3 \text{ mL}} \times \frac{60 \text{ menit}}{1 \text{ jam}} \times \frac{1 \text{ cm}^2}{10^{-4} \text{ m}^2} \\ &= 600 \text{ L menit cm}^2 (\text{mL jam m}^2)^{-1} \end{aligned}$$

A = luas permukaan membran efektif

$$A = \pi r^2$$

$$= \frac{22}{7} \times (2,5)^2 \text{ cm}^2$$

$$= 19,6 \text{ cm}^2$$

$$f/A = 30,6 \text{ L menit (mL jam m}^2)^{-1}$$

Contoh perhitungan:

Misalnya diperoleh volume permeat 23,8 mL dalam waktu 5 menit setelah volumenya konstan, maka harga fluksnya adalah:

$$J = \frac{23,8}{5} \times 30,6$$

$$= 145,4 \text{ L m}^{-2} \text{ jam}^{-1}$$

(pada tabel L.8.2.2 membran dengan variasi suhu 30°C, konsentrasi NaOH 1%, ulangan 2)

**Tabel L. 8. 2. Data volume air yang menembus membran selama 5 menit (setelah volume konstan)**

Kondisi larutan pengendap		Volume air (mL)			Rata-rata (mL)
Suhu (°C)	NaOH (%) (b/v)	1	2	3	
30	1	22,9	23,8	24,7	23,8
	2	1,8	1,6	1,7	1,7
	3	3,1	3,2	2,9	3,1
	4	8,3	8,2	8,6	8,4
	5	8,6	8,2	8	8,3
40	1	25,5	24,9	23,8	24,7
	2	13,1	12,6	12,4	12,7
	3	7,0	7,5	7,1	7,2
	4	4,6	5,1	4,8	4,8
	5	2,3	2,5	2,2	2,3
50	1	45,2	46,5	43,8	45,2
	2	20,1	18,7	18,4	19,1
	3	14,7	15,8	15,2	15,2
	4	7,3	6,5	6,6	6,8
	5	4,0	4,2	3,7	4,0

**Tabel L. 8. 2. 2 Fluks air membran**

Kondisi larutan pengendap		Fluks air (L m <sup>-2</sup> jam <sup>-1</sup> )			Rata-rata ± SD (L m <sup>-2</sup> jam <sup>-1</sup> )	KV (%)
Suhu (°C)	NaOH (%)	1	2	3		
30	1	139,9	145,4	150,9	145,4 ± 5,5	3,8
	2	11,0	9,8	10,4	10,4 ± 0,6	5,9
	3	18,9	19,5	17,7	18,7 ± 0,9	5,0
	4	50,7	50,1	52,5	51,1 ± 1,3	2,5
	5	52,5	50,1	48,9	50,5 ± 1,9	3,7
40	1	155,8	152,1	145,4	150,5 ± 5,3	3,5
	2	80,0	77,0	75,8	77,6 ± 2,2	2,8
	3	42,8	45,8	43,4	44,0 ± 1,6	3,7
	4	28,1	31,2	29,3	29,5 ± 1,5	5,2
	5	14,1	15,3	13,4	14,3 ± 0,9	6,5
50	1	276,1	284,1	267,6	275,9 ± 8,2	3,0
	2	122,8	114,2	112,4	116,5 ± 5,5	4,8
	3	89,8	96,5	92,9	93,1 ± 3,4	3,6
	4	44,6	39,7	40,3	41,3 ± 2,7	6,4
	5	24,4	25,7	22,6	24,2 ± 1,5	6,3

**8.3 Penentuan Koefisien Rejeksi Membran terhadap Ion Fosfat**

Koefisien rejeksi dapat dihitung dengan persamaan:

$$\% R = 1 - \frac{C_p}{C_f} \times 100 \%$$

Dimana: R = Koefisien rejeksi (%)

C<sub>p</sub> = Konsentrasi larutan fosfat dalam permeat (ppm)

C<sub>f</sub> = Konsentrasi larutan fosfat dalam konsentrat (ppm)

Contoh perhitungan:

Pengukuran % rejeksi membran dengan suhu larutan pengendap 30°C dan konsentrasi NaOH 1% dengan data sebagai berikut:

Absorbansi permeat = 0,57

Absorbansi konsentrat = 0,58

f<sub>p</sub> (faktor pengenceran) = 100

Karena y = 0,0299x, maka:

Konsentrasi permeat : 0,57 = 0,0299x

$$\begin{aligned}
 x &= 19,0635 \\
 &= 19,0635 \times fp \\
 &= 19,0635 \times 100 \\
 &= 1906,35 \text{ ppm} \\
 \text{Konsentrasi konzentrat} : 0,58 &= 0,0299x \\
 x &= 19,3979 \\
 &= 19,3979 \times fp \\
 &= 19,3979 \times 100 \\
 &= 1939,79 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \% R &= 1 - \frac{1906,35}{1939,79} \times 100\% \\
 &= 1,72 \%
 \end{aligned}$$

Dengan cara yang sama akan diperoleh koefisien rejeksi larutan fosfat secara keseluruhan.

**Tabel L. 8. 3. 1 Data volume larutan fosfat yang menembus membran**

Kondisi larutan pengendap		Volume permeat (mL)			Rata-rata (mL)
Suhu (°C)	NaOH (%) (b/v)	1	2	3	
30	1	112,4	107,8	110,9	110,4
	2	45,3	47,2	40,7	44,4
	3	85,2	83,7	88,6	85,8
	4	86,8	87,1	85,4	86,4
	5	87,2	92,1	88,6	89,3
40	1	109,1	111,8	109,5	110,1
	2	81,2	80,3	84,1	81,9
	3	73,7	78,1	79,0	76,9
	4	72,2	70,6	72,3	71,7
	5	64,8	62,7	62,3	63,3
50	1	161,8	169,0	165,2	165,3
	2	82,1	81,7	89,8	84,5
	3	77,5	80,3	81,9	79,9
	4	72,5	69,3	66,2	69,3
	5	75,8	69,7	72,6	72,7

**Tabel L. 8. 3. 2 Data serapan fosfat dalam permeal dan konsentrat**

Kondisi larutan pengendap		Absorbansi permeal			Absorbansi konsentrat		
Suhu (°C)	NaOH (%) (b/v)	1	2	3	1	2	3
30	1	0,57	0,57	0,56	0,58	0,58	0,57
	2	0,53	0,54	0,54	0,60	0,61	0,61
	3	0,50	0,51	0,52	0,63	0,62	0,64
	4	0,47	0,46	0,46	0,67	0,67	0,68
	5	0,50	0,50	0,51	0,64	0,63	0,64
40	1	0,57	0,56	0,55	0,59	0,58	0,57
	2	0,54	0,54	0,55	0,61	0,60	0,61
	3	0,51	0,52	0,51	0,63	0,63	0,64
	4	0,45	0,44	0,44	0,68	0,66	0,67
	5	0,50	0,50	0,49	0,62	0,63	0,62
50	1	0,55	0,56	0,57	0,59	0,60	0,61
	2	0,54	0,56	0,56	0,61	0,61	0,62
	3	0,53	0,52	0,53	0,64	0,62	0,64
	4	0,51	0,50	0,51	0,65	0,64	0,65
	5	0,50	0,51	0,51	0,63	0,64	0,64

**Tabel L. 8. 3. 3 Data konsentrasi fosfat dalam permeal dan konsentrat**

Kondisi larutan pengendap		Konsentrasi dalam permeal (ppm)			Konsentrasi dalam konsentrat (ppm)		
Suhu (°C)	NaOH (%) (b/v)	1	2	3	1	2	3
30	1	1906,35	1906,35	1872,91	1939,80	1939,80	1906,35
	2	1772,58	1806,02	1806,02	2006,69	2040,13	2040,13
	3	1672,24	1705,69	1739,13	2107,02	2073,58	2140,47
	4	1571,91	1538,46	1538,46	2240,80	2240,80	2274,25
	5	1672,24	1672,24	1705,69	2140,47	2107,02	2140,47
40	1	1906,35	1872,91	1839,46	1973,24	1939,80	1906,35
	2	1806,02	1806,02	1839,46	2040,13	2006,69	2040,13
	3	1705,69	1739,13	1705,69	2107,02	2107,02	2140,47
	4	1505,02	1471,57	1471,57	2274,25	2207,36	2240,80
	5	1672,24	1672,24	1638,80	2073,58	2107,02	2073,58
50	1	1839,46	1872,91	1906,35	1973,24	2006,69	2040,13
	2	1806,02	1872,91	1872,91	2040,13	2040,13	2073,58
	3	1772,58	1739,13	1772,58	2140,47	2073,58	2140,47
	4	1705,69	1672,24	1705,69	2173,91	2140,47	2173,91
	5	1672,24	1705,69	1705,69	2107,02	2140,47	2140,47



**Tabel L. 8. 3. 4 Data koefisien rejeksi membran terhadap ion fosfat**

Kondisi larutan pengendap		Koefisien rejeksi (%)			Rata-rata (%) ± SD	KV (%)
Suhu (°C)	NaOH (%) (b/v)	1	2	3		
30	1	1,72	1,72	1,75	1,73 ± 0,02	1,01
	2	11,67	11,48	11,48	11,54 ± 0,11	0,96
	3	20,63	17,74	18,75	19,04 ± 1,47	7,71
	4	29,85	31,34	32,35	31,18 ± 1,26	4,04
	5	21,88	20,63	20,31	20,94 ± 0,82	3,94
40	1	3,39	3,45	3,51	3,45 ± 0,06	1,72
	2	11,48	10,00	9,84	10,44 ± 0,90	8,65
	3	19,05	17,46	20,31	18,94 ± 1,43	7,55
	4	33,82	33,33	34,33	33,83 ± 0,50	1,47
	5	19,35	20,63	20,97	20,32 ± 0,85	4,19
50	1	6,78	6,67	6,56	6,67 ± 0,11	1,67
	2	11,48	8,20	9,68	9,78 ± 1,64	16,78
	3	17,19	16,13	17,19	16,83 ± 0,61	3,63
	4	21,54	21,88	21,54	21,65 ± 0,19	0,90
	5	20,63	20,31	20,31	20,42 ± 0,19	0,91

**Tabel L. 8. 4 Data Fluks Air Selulosa**

Volume air	Fluks Air (Lm <sup>-2</sup> jam <sup>-1</sup> )			
	1	2	3	Rata-rata
200 mL	2443,9	2715,5	2291,2	2483,5

**Tabel L. 8. 5 Data Koefisien Rejeksi Selulosa**

A permeat	A konsentrat	Konsentrasi Permeat	Konsentrasi konsentrat	Koefisien Rejeksi (%)
0,55	0,55	1839,46	1839,46	0,00
0,55	0,56	1839,46	1872,91	1,78
0,56	0,56	1872,91	1872,91	0,00
Koefisien rejeksi rata-rata				0,59

**LAMPIRAN 9. Uji Statistik Pengaruh Konsentrasi dan Suhu Larutan Pengendap terhadap Fluks Air Membran**

**Tabel L. 9.1 Pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap terhadap fluks air membran**

Kondisi larutan pengendap		Ulangan			Total
Suhu (°C)	NaOH (%) (b/v)	1	2	3	
30	1	139,9	145,4	150,9	436,2
	2	11,0	9,8	10,4	31,2
	3	18,9	19,5	17,7	56,2
	4	50,7	50,1	52,5	153,3
	5	52,5	50,1	48,9	151,5
40	1	155,8	152,1	145,4	453,3
	2	80,0	77,0	75,8	232,8
	3	42,8	45,8	43,4	132,0
	4	28,1	31,2	29,3	88,6
	5	14,1	15,3	13,4	42,8
50	1	276,1	284,1	267,6	827,8
	2	122,8	114,2	112,4	349,4
	3	89,8	96,5	92,9	279,2
	4	44,6	39,7	40,3	124,6
	5	24,4	25,7	22,6	72,7

**Tabel L. 9.2 Tabel dua arah pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap terhadap fluks air membran**

Suhu (°C)	Konsentrasi NaOH (%) (b/v)					Total
	1	2	3	4	5	
30	436,2	31,2	56,2	153,3	151,5	828,4
40	453,3	232,8	132	88,6	42,8	949,5
50	827,8	349,4	279,2	124,6	72,7	1653,7
Total	1717,3	613,4	467,4	366,5	267,0	3431,6

Untuk mengetahui pengaruh suhu dan konsentrasi larutan pengendap terhadap fluks membran dilakukan uji F dengan tahapan sebagai berikut:

1. Menghitung faktor koreksi

$$\begin{aligned} FK &= Y^2 / nab \\ &= 3431,6^2 / (3 \times 3 \times 5) \\ &= 261686,2 \end{aligned}$$

2. Menghitung jumlah kuadrat total (JKT)

$$\begin{aligned} JKT &= \sum_i \sum_j \sum_k Y_{ijk}^2 - FK \\ &= (139,9^2 + 145,4^2 + \dots + 22,6^2) - 261686,2 \\ &= 478285,3 - 261686,2 \\ &= 216599,1 \end{aligned}$$

3. Menghitung jumlah kuadrat perlakuan (JKP)

$$\begin{aligned} \text{a. } JK_{\text{suhu}} &= \frac{\sum_i \left( \sum_j \sum_k Y_{ijk} \right)^2}{nb} - FK \\ &= \frac{828,4^2 + 949,5^2 + 1653,7^2}{15} - 261686,2 \\ &= 26481,8 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{b. } JK_{\text{NaOH}} &= \frac{\sum_j \left( \sum_i \sum_k Y_{ijk} \right)^2}{na} - FK \\ &= \frac{1717,3^2 + 613,4^2 + \dots + 267,0^2}{9} - 261686,2 \\ &= 154919,7 \end{aligned}$$

- c.  $JK_{\text{suhu-NaOH}}$

$$\begin{aligned} &= \frac{\sum_i \sum_j \left( \sum_k Y_{ijk} \right)^2}{n} - FK - JK_{\text{suhu}} - JK_{\text{NaOH}} \\ &= \frac{436,2^2 + 31,2^2 + \dots + 72,7^2}{3} - 261686,2 - 26481,8 - 154919,7 \\ &= 34823,7 \end{aligned}$$

4. Menghitung jumlah kuadrat galat percobaan (JKG)

$$\begin{aligned} \text{JKG} &= \text{JKT} - \text{JKP} \\ &= \text{JKT} - \text{JK}_{\text{suhu}} - \text{JK}_{\text{NaOH}} - \text{JK}_{\text{suhu-NaOH}} \\ &= 216599,1 - 26481,8 - 154919,7 - 34823,7 \\ &= 373,9 \end{aligned}$$

5. Menghitung kuadrat tengah (KT)

a.  $\text{KT}_{\text{suhu}} = \frac{\text{JK}_{\text{suhu}}}{\text{db}_{\text{suhu}}} = \frac{26481,8}{2} = 13240,9$

b.  $\text{KT}_{\text{NaOH}} = \frac{\text{JK}_{\text{NaOH}}}{\text{db}_{\text{NaOH}}} = \frac{154919,7}{4} = 38729,9$

c.  $\text{KT}_{\text{suhu-NaOH}} = \frac{\text{JK}_{\text{suhu-NaOH}}}{\text{db}_{\text{suhu-NaOH}}} = \frac{34823,7}{8} = 4352,7$

d.  $\text{KT}_{\text{galat percobaan}} = \frac{\text{JKG}}{\text{db percobaan}} = \frac{373,9}{30} = 12,5$

6. Menghitung nilai Fhitung

a.  $\text{Fhitung}_{\text{suhu}} = \frac{\text{KT}_{\text{suhu}}}{\text{KTG}} = \frac{13240,9}{12,5} = 1073,7$

b.  $\text{Fhitung}_{\text{NaOH}} = \frac{\text{KT}_{\text{NaOH}}}{\text{KTG}} = \frac{38729,9}{12,5} = 3098,4$

c.  $\text{Fhitung}_{\text{suhu-NaOH}} = \frac{\text{KT}_{\text{suhu-NaOH}}}{\text{KTG}} = \frac{4352,7}{12,5} = 348,2$

7.  $\text{Ftabel } 5\%_{\text{suhu}} = F(0,05; 2; 30) = 3,32$

$\text{Ftabel } 5\%_{\text{NaOH}} = F(0,05; 4; 30) = 2,69$

$\text{Ftabel } 5\%_{\text{suhu-NaOH}} = F(0,05; 8; 30) = 2,27$

**Tabel L. 9. 3      Analisa ragam data pengujian pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap terhadap fluks membran**

SK	db	JK	KT	$F_{hit}$
Perlakuan	14	216225,7		
- Suhu	2	26481,8	13240,9	1073,7
- NaOH	4	154919,7	38729,9	3098,4
- Suhu & NaOH	8	34823,7	4352,7	348,2
Galat Percobaan	30	373,9	12,5	
Total	44	216599,1		

Untuk menghitung beda nyata tiap perlakuan, maka dibuat hipotesis nol statistik ( $H_0$ ) dan hipotesis alternatif ( $H_1$ ) sebagai berikut:

$H_0$  = tidak ada pengaruh perlakuan terhadap fluks membran

$H_1$  = minimal 1 pasang pengaruh perlakuan menunjukkan perbedaan

Berdasarkan Tabel L. 9. 3 diketahui bahwa:

- $F_{hit}$  untuk suhu larutan pengendap lebih besar dari  $F_{tabel}$  untuk  $\alpha = 0,05$  sehingga  $H_0$  ditolak hal ini berarti terdapat perbedaan yang nyata pada pengaruh suhu larutan pengendap terhadap fluks air membran.
- $F_{hit}$  untuk konsentrasi NaOH lebih besar dari  $F_{tabel}$  untuk  $\alpha = 0,05$  sehingga  $H_0$  ditolak hal ini berarti terdapat perbedaan yang nyata pada pengaruh konsentrasi NaOH terhadap fluks air membran.
- $F_{hit}$  untuk suhu larutan pengendap dan konsentrasi NaOH lebih besar dari  $F_{tabel}$  untuk  $\alpha = 0,05$  sehingga  $H_0$  ditolak, Hal ini berarti terdapat perbedaan yang nyata pada interaksi antara suhu larutan pengendap dan konsentrasi NaOH terhadap fluks air membran.

Untuk mengetahui perlakuan interaksi suhu dan konsentrasi larutan pengendap mana yang memberikan pengaruh berbeda satu terhadap yang lain maka dilakukan uji Beda Nyata Terkecil (BNT) dengan taraf nyata 5% dengan rumus sebagai berikut:

$$\begin{aligned}
 \text{BNT (5\%)} &= t_{(a/2, dB)} \times (2KTG/n)^{0,5} \\
 &= t_{(0,025; 30)} \times (2 \times 12,5/3)^{0,5} \\
 &= 2,045 \times 2,89 \\
 &= 5,9
 \end{aligned}$$

**Tabel L. 9. 4 Uji BNT 5% pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap terhadap fluks air membran**

Suhu NaOH (°C); Konsentrasi NaOH (%)	Fluks Air rata-rata (Lm <sup>2</sup> ·jam <sup>-1</sup> )	Notasi
30; 2	10,4	A
40; 5	14,3	AB
30; 3	18,7	B
50; 5	24,2	BC
40; 4	29,5	C
50; 4	41,5	D
40; 3	44,0	D
30; 5	50,5	E
30;4	51,1	E
40; 2	77,6	F
50;3	93,1	G
50; 2	116,5	H
30; 1	145,4	I
40; 1	151,1	I
50; 1	275,9	J

**LAMPIRAN 10. Uji Statistik Pengaruh Konsentrasi dan Suhu Larutan Pengendap terhadap Koefisien Rejeksi Membran**

**Tabel L. 10.1 Pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap terhadap koefisien rejeksi membran**

Kondisi larutan pengendap		Ulangan			Total
Suhu (°C)	NaOH (%) (b/v)	1	2	3	
30	1	1,72	1,72	1,75	5,20
	2	11,67	11,48	11,48	34,62
	3	20,63	17,74	18,75	57,13
	4	29,85	31,34	32,35	93,55
	5	21,88	20,63	20,31	62,82
40	1	3,39	3,45	3,51	10,35
	2	11,48	10,00	9,84	31,31
	3	19,05	17,46	20,31	56,82
	4	33,82	33,33	34,33	101,49
	5	19,35	20,63	20,97	60,96
50	1	6,78	6,67	6,56	20,00
	2	11,48	8,20	9,68	29,35
	3	17,19	16,13	17,19	50,50
	4	21,54	21,88	21,54	64,95
	5	20,63	20,31	20,31	61,26

**Tabel L. 10.2 Tabel dua arah pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap terhadap koefisien rejeksi membran**

Suhu (°C)	Konsentrasi NaOH (%) (b/v)					Total
	1	2	3	4	5	
30	5,20	34,62	57,13	93,55	62,82	253,32
40	10,35	31,31	56,82	101,49	60,96	260,93
50	20,00	29,35	50,50	64,95	61,26	226,06
Total	35,55	95,28	164,45	259,99	185,04	740,31

Untuk mengetahui pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap terhadap koefisien rejeksi membran dilakukan uji F dengan tahapan sebagai berikut:

1. Menghitung faktor koreksi

$$\begin{aligned} FK &= Y^2 / nab \\ &= 740,31^2 / (3 \times 3 \times 5) \\ &= 12179,09 \end{aligned}$$

2. Menghitung jumlah kuadrat total (JKT)

$$\begin{aligned} JKT &= \sum_i \sum_j \sum_k Y_{ijk}^2 - FK \\ &= (1,72^2 + 1,72^2 + \dots + 20,31^2) - 12179,09 \\ &= 15789,99 - 12179,09 \\ &= 3610,90 \end{aligned}$$

3. Menghitung jumlah kuadrat perlakuan (JKP)

$$\begin{aligned} \text{a, } JK_{\text{suhu}} &= \frac{\sum_i \left( \sum_j \sum_k Y_{ijk} \right)^2}{nb} - FK \\ &= \frac{253,32^2 + 260,93^2 + 226,06^2}{15} - 12179,09 \\ &= 44,82 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{b. } JK_{\text{NaOH}} &= \frac{\sum_j \left( \sum_i \sum_k Y_{ijk} \right)^2}{na} - FK \\ &= \frac{33,55^2 + 95,28^2 + \dots + 185,04^2}{9} - 12179,09 \\ &= 3289,85 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{c. } JK_{\text{suhu-NaOH}} &= \frac{\sum_i \sum_j \left( \sum_k Y_{ijk} \right)^2}{n} - FK - JK_{\text{suhu}} - JK_{\text{NaOH}} \\ &= \frac{5,20^2 + 34,62^2 + \dots + 61,26^2}{3} - 12179,09 - 44,82 - 3289,85 \\ &= 253,78 \end{aligned}$$

4, Menghitung jumlah kuadrat galat percobaan (JKG)

$$\begin{aligned} \text{JKG} &= \text{JKT} - \text{JKP} \\ &= \text{JKT} - \text{JK}_{\text{asuhu}} - \text{JK}_{\text{NaOH}} - \text{JK}_{\text{suhu-NaOH}} \\ &= 3610,90 - 44,82 - 3289,85 - 253,78 \\ &= 22,45 \end{aligned}$$

5. Menghitung kuadrat tengah (KT)

$$\text{a, } \text{KT}_{\text{suhu}} = \frac{\text{JK}_{\text{suhu}}}{\text{db}_{\text{suhu}}} = \frac{44,82}{2} = 22,41$$

$$\text{b, } \text{KT}_{\text{NaOH}} = \frac{\text{JK}_{\text{NaOH}}}{\text{db}_{\text{NaOH}}} = \frac{3289,85}{4} = 822,46$$

$$\text{c, } \text{KT}_{\text{suhu-NaOH}} = \frac{\text{JK}_{\text{suhu-NaOH}}}{\text{db}_{\text{suhu-NaOH}}} = \frac{253,78}{8} = 31,72$$

$$\text{d. } \text{KT}_{\text{galat percobaan}} = \frac{\text{JKG}}{\text{db percobaan}} = \frac{22,45}{30} = 0,75$$

6. Menghitung nilai Fhitung

$$\text{a. } \text{Fhitung}_{\text{suhu}} = \frac{\text{KT}_{\text{suhu}}}{\text{KTG}} = \frac{22,41}{0,75} = 29,88$$

$$\text{b. } \text{Fhitung}_{\text{NaOH}} = \frac{\text{KT}_{\text{NaOH}}}{\text{KTG}} = \frac{822,46}{0,75} = 1096,61$$

$$\text{c. } \text{Fhitung}_{\text{suhu-NaOH}} = \frac{\text{KT}_{\text{suhu-NaOH}}}{\text{KTG}} = \frac{31,72}{0,75} = 42,29$$

$$\text{Ftabel } 5\%_{\text{suhu}} = \text{F}(0,05; 2; 30) = 3,32$$

$$\text{Ftabel } 5\%_{\text{NaOH}} = \text{F}(0,05; 4; 30) = 2,69$$

$$\text{Ftabel } 5\%_{\text{suhu-NaOH}} = \text{F}(0,05; 8; 30) = 2,27$$

**Tabel L. 10. 3 Analisa ragam data pengujian pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap terhadap koefisien rejeksi membran**

SK	db	JK	KT	F <sub>hit</sub>
Perlakuan	14	3588,45		
- Suhu	2	44,82	22,41	29,88
- NaOH	4	3289,85	822,46	1096,61
- Suhu & NaOH	8	253,78	31,72	42,29
Galat Percobaan	30	22,45	0,75	
Total	44	3610,90		

Untuk menghitung beda nyata tiap perlakuan, maka dibuat hipotesis nol statistik ( $H_0$ ) dan hipotesis alternatif ( $H_1$ ) sebagai berikut:

$H_0$  = tidak ada pengaruh perlakuan terhadap rejeksi membran

$H_1$  = minimal 1 pasang pengaruh perlakuan menunjukkan perbedaan

Berdasarkan Tabel L. 10. 3 diketahui bahwa:

- $F_{hit}$  untuk suhu larutan pengendap lebih besar dari  $F_{tabel}$  untuk  $\alpha = 0,05$  sehingga  $H_0$  ditolak hal ini berarti terdapat perbedaan yang nyata pada pengaruh suhu larutan pengendap terhadap rejeksi membran.
- $F_{hit}$  untuk konsentrasi NaOH lebih besar dari  $F_{tabel}$  untuk  $\alpha = 0,05$  sehingga  $H_0$  ditolak hal ini berarti terdapat perbedaan yang nyata pada pengaruh konsentrasi NaOH terhadap rejeksi membran.
- $F_{hit}$  untuk suhu dan konsentrasi larutan pengendap lebih besar dari  $F_{tabel}$  untuk  $\alpha = 0,05$  sehingga  $H_0$  ditolak, Hal ini berarti terdapat perbedaan yang nyata pada interaksi antara suhu dan konsentrasi larutan pengendap terhadap rejeksi membran.

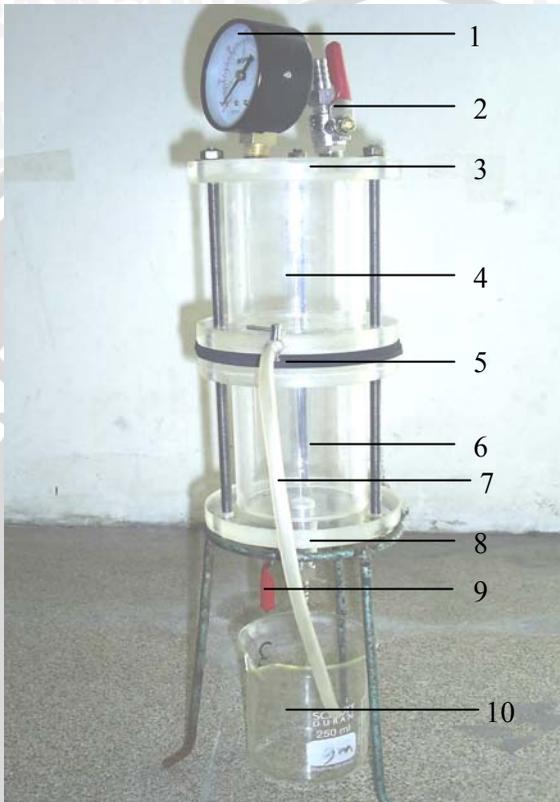
Untuk mengetahui perlakuan interaksi suhu dan konsentrasi larutan pengendap mana yang memberikan pengaruh berbeda satu terhadap yang lain maka dilakukan uji Beda Nyata Terkecil (BNT) dengan taraf nyata 5% dengan rumus sebagai berikut:

$$\begin{aligned}
 \text{BNT (5\%)} &= t_{(a/2;dB)} \times (2KTG/n)^{0,5} \\
 &= t(0,025;30) \times (2 \times 0,75/3)^{0,5} \\
 &= 2,045 \times 0,71 \\
 &= 1,45
 \end{aligned}$$

**Tabel L 10.4 Uji BNT 5% pengaruh konsentrasi dan suhu larutan pengendap terhadap rejeksi membran**

Suhu NaOH (°C); Konsentrasi NaOH (b/v)	Koefisien Rejeksi rata-rata (%)	Notasi
30; 1	1,73	A
40; 1	3,45	B
50; 1	6,67	C
50; 2	9,78	D
40; 2	10,44	DE
30; 2	11,54	E
50; 3	16,83	F
40; 3	18,94	G
30; 3	19,04	GH
40; 5	20,32	GH
50; 5	20,42	H
30; 5	20,94	H
50; 4	21,65	H
30; 4	31,18	I
40; 4	33,83	J

## LAMPIRAN 11, Skema Alat Uji Membran



Gambar L.11.1. Alat uji membran

Keterangan:

1. Barometer
2. Kran inlet
3. Tutup atas
4. Tempat penampungan umpan
5. Membran
6. Tempat penampungan permeat
7. Jalan keluar konsentrat
8. Tutup bawah
9. Kran outlet
10. Beaker glass