

**STUDI PENGARUH KONSENTRASI LARUTAN PENGENDAP
DAN TEMPERATUR *ANNEALING* PADA KARAKTERISTIK
MEMBRAN KITOSAN BERPENDUKUNG SELULOSA
TERHADAP FLUKS AIR DAN REJEKSI ION NO₃⁻**

SKRIPSI

oleh :

**MACHRIZA BAGASWANDA
0410920031-92**



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2011**

**STUDI PENGARUH KONSENTRASI LARUTAN PENGENDAP
DAN TEMPERATUR *ANNEALING* PADA KARAKTERISTIK
MEMBRAN KITOSAN BERPENDUKUNG SELULOSA
TERHADAP FLUKS AIR DAN REJEKSI ION NO₃⁻**

SKRIPSI

**Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang kimia**

oleh :

**MACHRIZA BAGASWANDA
0410920031-92**



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2011**

LEMBAR PENGESAHAN

**STUDI PENGARUH KONSENTRASI LARUTAN PENGENDAP
DAN TEMPERATUR *ANNEALING* PADA KARAKTERISTIK
MEMBRAN KITOSAN BERPENDUKUNG SELULOSA
TERHADAP FLUKS AIR DAN REJEKSI ION NO₃⁻**

**Oleh :
MACHRIZA BAGASWANDA
0410920031-92**

**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. 19600126 198603 1 001**

**Dr. Diah Mardiana, MS
NIP. 19630529 199103 2 002**

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

**Dr. Sasangka Prasetyawan, MS
NIP. 19630404 198071 1 001**

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Machriza Bagaswanda
NIM : 0410920031-92
Jurusan : Kimia
Penulisan skripsi berjudul :

‘Studi Pengaruh Konsentrasi Larutan Pengendap dan Temperatur *Annealing* pada Karakteristik Membran Kitosan Berpendukung Selulosa terhadap Fluks Air dan Rejeksi Ion NO_3^- ’

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Isi dari skripsi 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 skripsi ini.
2. Apabila kemudian hari ternyata skripsi 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, Maret 2011
Yang menyatakan

Machriza Bagaswanda
NIM. 0410920031-92

**STUDI PENGARUH KONSENTRASI LARUTAN
PENGENDAP DAN TEMPERATUR *ANNEALING* PADA
KARAKTERISTIK MEMBRAN KITOSAN BERPENDUKUNG
SELULOSA TERHADAP FLUKS AIR DAN REJEKSI ION
NO₃⁻**

ABSTRAK

Kitosan merupakan biopolimer alami yang dapat dipakai sebagai bahan membran. Pada penelitian ini, membran kitosan dengan bahan pendukung selulosa dibuat secara pembalikan fasa dengan mempelajari pengaruh konsentrasi larutan pengendap dan temperatur *annealing*. Konsentrasi larutan pengendap, NaOH adalah 3, 4 dan 5% b/v untuk masing-masing temperatur *annealing* 30, 35, 40, 45, dan 50 °C. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh konsentrasi larutan pengendap dan temperatur *annealing* pada karakteristik membran kitosan berpendukung selulosa meliputi fluks air dan rejeksi ion NO₃⁻. Hasil penelitian yang didukung uji statistik menggunakan Analisis Ragam $\alpha=0,05$ menunjukkan bahwa konsentrasi larutan pengendap dan temperatur *annealing* berpengaruh pada karakteristik membran kitosan. Peningkatan konsentrasi larutan pengendap menyebabkan fluks air menurun sedangkan koefisien rejeksi meningkat hingga temperatur *annealing* 45 °C kemudian menurun pada temperatur *annealing* 50 °C. Peningkatan temperatur *annealing* menyebabkan fluks air menurun dan koefisien rejeksi meningkat hingga temperatur *annealing* 45 °C kemudian menurun pada temperatur *annealing* 50 °C. Koefisien rejeksi tertinggi 27,31% diperoleh pada konsentrasi larutan pengendap 5% dengan temperatur *annealing* 45 °C.

Kata kunci : kitosan, *annealing*, fasa balik.

THE INFLUENCE STUDY OF COAGULATION SOLUTION CONCENTRATION AND ANNEALING TEMPERATURE ON THE CHARACTERISTICS OF CHITOSAN MEMBRANE SUPPORTED BY CELLULOSE TOWARDS WATER FLUX AND REJECTION OF NITRATE ION

ABSTRACT

Chitosan, a natural biopolymer, could be used as membrane material. In this research, chitosan membrane supported by cellulose was made by phase inversion method. The influenced of coagulation concentration and annealing temperature has been studied. Coagulation solution concentration, NaOH was 3, 4, 5 % w/v for each annealing temperature 30, 35, 40, 45 and 50 °C were done. The objectives of this study were to investigate the effect of coagulation solution concentration and annealing temperature on the characteristics chitosan membrane supported by cellulose include water flux and rejection of nitrate ions. The results supported by statistical test using Variance Analysis at $\alpha = 0,05$ shows that both of coagulation solution concentration and annealing temperature have influence on the characteristics of chitosan membrane. As the concentration of coagulation solution increased, water flux tends to decrease while rejection coefficient increased until its annealing temperature 45 °C then decreased at 50 °C. Increasing of the annealing temperature cause water flux tend to decrease and rejection coefficient increased until its annealing temperature 45 °C then decreased at 50 °C. The highest rejection coefficient 27.31% was obtained at coagulation solution concentration 5% with annealing temperature of 45 °C.

Keywords : chitosan, annealing, phase inversion.

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr.Wb

Alhamdulillahirabbilalamiin, puji syukur ke hadirat Allah SWT. Rasa syukur yang terdalam atas segenap kasih sayang-Nya yang tercurahkan melalui hamba-hambaNya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Skripsi berjudul **“Studi Pengaruh Konsentrasi Larutan Penguap dan Temperatur Annealing pada Karakteristik Membran Kitosan Berpendukung Selulosa terhadap Fluks air dan Rejeksi Ion NO_3^- ”**. Penulisan Skripsi ditujukan sebagai salah satu syarat pencapaian gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang. Tersusunnya skripsi ini merupakan hasil dukungan dan bimbingan berbagai pihak, maka penulis hendak menyampaikan terimakasih kepada:

1. Ir. Bambang Poerwadi, MS., selaku pembimbing I dan Dr. Diah Mardiana, MS., selaku pembimbing II atas bimbingan, perhatian dan kesabarannya dalam penyelesaian Tugas Akhir.
2. Dr. Sasangka Prasetyawan, MS., selaku Ketua Jurusan Kimia beserta staf dosen dan karyawan Jurusan Kimia Universitas Brawijaya.
3. Qonitah Fardiyah, S.Si., M.Si., selaku Dosen Penasihat Akademik yang telah meluangkan waktu, memberikan semangat serta masukan kepada penulis selama masa studi.
4. Ibunda & Ayahanda serta kakakku dan adikku, atas doa, ketulusan kasih sayang serta perhatian kepada penulis.
5. Rekan-rekan penelitian di Laboratorium Kimia Fisika Jurusan Kimia Universitas Brawijaya.
6. Seluruh civitas akademika Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya dan semua pihak yang telah membantu penulis selama penelitian hingga penyelesaian skripsi ini.

Penulis menyadari adanya sejumlah keterbatasan dalam penyusunan skripsi ini, sehingga saran dan kritik merupakan kehormatan bagi saya dalam memperbaiki keterbatasan tersebut. Semoga skripsi ini dapat memberikan sumbangan yang bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan.

Malang, Maret 2011

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
DAFTAR ISTILAH	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
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
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1. Membran.....	4
2.1.1. Morfologi Membran	4
2.1.2. Pembuatan Membran	5
2.1.3. Karakterisasi Membran	6
2.2. Kitosan	7
2.3. Selulosa.....	8
2.4. <i>Annealing</i>	8
2.5. Ion NO ₃ ⁻	9
2.6. Spektrofotometri Ultraviolet	9
2.7. Hipotesis	10
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	11
3.1. Tempat dan Waktu Penelitian	11
3.2. Bahan Penelitian.....	11

3.3. Alat Penelitian.....	11
3.4. Tahapan Penelitian	11
3.5. Cara Kerja Penelitian.....	12
3.5.1. Preparasi <i>dope</i> kitosan	12
3.5.2. Pembuatan membran kitosan berpendukung selulosa	12
3.5.3. Karakterisasi membran kitosan berpendukung selulosa	12
3.5.3.1. Pengukuran fluks air.....	12
3.5.3.2. Pengukuran rejeksi membran terhadap larutan ion NO_3^-	13
3.5.4. Penentuan konsentrasi ion NO_3^- secara Spektroskopi Ultraviolet.....	13
3.5.4.1. Pembuatan kurva baku NO_3^-	13
3.5.4.2. Penentuan kadar ion NO_3^- dalam permeat.....	13
3.5.4.3. Penentuan kadar ion NO_3^- dalam konsentrat ...	14
3.5.4.4. Penentuan persamaan regresi linier dan koefisien korelasi untuk kurva baku ion NO_3^-	14
3.5.5. Analisis Data.....	15
3.5.5.1. Uji statistik pengaruh konsentrasi larutan pengendap dan temperatur <i>annealing</i> terhadap fluks air dan rejeksi ion NO_3^-	15
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	16
4.1. Pembuatan Membran.....	16
4.2. Karakterisasi Membran.....	17
4.2.1. Pengaruh konsentrasi larutan pengendap dan temperatur <i>annealing</i> terhadap fluks air	17
4.2.2. Pengaruh konsentrasi larutan pengendap dan temperatur <i>annealing</i> terhadap rejeksi ion NO_3^-	22
BAB V KESIMPULAN	25
5.1. Kesimpulan.....	25
5.2. Saran	25
DAFTAR PUSTAKA	26
LAMPIRAN	29

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Struktur kitosan	7
Gambar 2.2 Struktur selulosa	8
Gambar 2.3 Kurva Kalibrasi	10
Gambar 4.1 Grafik pengaruh temperatur <i>annealing</i> pada setiap level konsentrasi larutan pengendap terhadap fluks air membran	19
Gambar 4.2 Grafik pengaruh temperatur <i>annealing</i> pada tiap level konsentrasi larutan pengendap terhadap rejeksi ion NO_3^-	24
Gambar L.3.1 Kurva Baku Ion NO_3^-	38
Gambar L.8.1 Skema Membran	58
Gambar L.9.1 Pembentukan Ikatan Silang Kitosan dengan Gluratardehid	58
Gambar L.10.1 Sel ultrafiltrasi	59
Gambar L.10.2 <i>Screen</i> T48	60
Gambar L.10.3 Rakel	60

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 4.1 Fluks rata-rata pada masing-masing variasi konsentrasi pengendap dan temperatur <i>annealing</i>	18
Tabel 4.2 Koefisien rejeksi pada masing-masing variasi konsentrasi pengendap dan temperatur <i>annealing</i>	22
Tabel L.4.1 Data kurva baku NO_3^-	38
Tabel L.5.1 Data tebal membran	39
Tabel L.5.2.1 Data volume air yang menembus membran selama 5 menit	41
Tabel L.5.2.2 Fluks air membran.....	42
Tabel L.5.3.1 Data absorbansi ion NO_3^- dalam konsentrat dan permeat	44
Tabel L.5.3.2 Data konsentrasi ion NO_3^- dalam konsentrat dan permeat	45
Tabel L.5.3.3 Data koefisien rejeksi membran terhadap ion NO_3^- .	46
Tabel L.6.1 Pengaruh konsentrasi larutan pengendap dan temperatur <i>annealing</i> terhadap fluks air	47
Tabel L.6.2 Tabel dua arah pengaruh konsentrasi larutan pengendap dan temperatur <i>annealing</i> terhadap fluks air	48
Tabel L.6.3 Analisis ragam data pengujian pengaruh konsentrasi larutan pengendap terhadap fluks air.....	51
Tabel L.6.4 Uji BNT pengaruh konsentrasi larutan pengendap dan temperatur <i>annealing</i> terhadap fluks air.....	52
Tabel L.7.1 Pengaruh konsentrasi larutan pengendap dan temperatur <i>annealing</i> terhadap koefisien rejeksi.....	53
Tabel L.7.2 Tabel dua arah pengaruh konsentrasi larutan pengendap dan temperatur <i>annealing</i> terhadap koefisien rejeksi.	53
Tabel L.7.3 Analisis ragam data pengujian pengaruh konsentrasi larutan pengendap terhadap koefisien rejeksi	56
Tabel L.7.4 Uji BNT pengaruh konsentrasi larutan pengendap dan temperatur <i>annealing</i> terhadap koefisien rejeksi	57

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 Diagram Alir Penelitian.....	29
Lampiran 2 Diagram Alir Cara Kerja	30
Lampiran 3 Perhitungan dan Preparasi Larutan	35
Lampiran 4 Pembuatan Kurva Baku.....	38
Lampiran 5 Data Hasil Penelitian.....	39
Lampiran 6 Uji Statistik Pengaruh Konsentrasi Larutan Pengendap dan Temperatur <i>Annealing</i> terhadap Fluks Air	47
Lampiran 7 Uji Statistik Pengaruh Konsentrasi Larutan Pengendap dan Temperatur <i>Annealing</i> terhadap Koefisien Rejeksi	53
Lampiran 8 Gambar Skema Membran.....	58
Lampiran 9 Pembentukan Ikatan Silang Kitosan dengan Glutaraldehid	58
Lampiran 10 Gambar Alat yang Digunakan	59

DAFTAR ISTILAH

Singkatan/Istilah	Keterangan
<i>Annealing</i>	proses untuk melepaskan <i>stress</i> dalam polimer, logam, atau gelas dengan memanaskan ke temperatur yang telah ditentukan, mempertahankan temperatur ini selama periode waktu tertentu, dan diikuti pendinginan perlahan-lahan pada temperatur ruang.
<i>Biocompatible</i>	sesuai dengan jaringan hidup. Material yang mempunyai sifat ini bila diaplikasikan pada jaringan hidup tidak akan ditolak oleh jaringan itu ataupun menimbulkan infeksi.
<i>Biodegradable</i>	memiliki kemampuan untuk diuraikan oleh mikroorganisme.
b/v	berat per volume.
<i>Dope</i>	larutan polimer.
<i>Fouling</i>	proses menumpuknya partikel di permukaan membran atau masuk ke dalam pori membran yang menyebabkan penurunan performa membran.
Hidrogel	sebuah jaringan tiga dimensi dari polimer hidrofilik yang berikatan silang secara ionik atau kovalen.
Non Pelarut	benda cair atau gas yang tidak dapat melarutkan benda padat, cair atau gas yang menghasilkan sebuah larutan.
Polielektrolit	adanya gugus ionik pada rantai polimer sehingga memungkinkan terjadinya interaksi elektrostatik.
ppm	<i>part per million</i> ; bagian per juta.
<i>Semi-permeable</i>	memiliki kemampuan untuk melewatkan molekul tertentu tetapi tidak untuk molekul yang lain; sifat ini biasanya dimiliki oleh membran.
<i>Skin</i>	lapisan yang relatif padat dan teratur pada matriks polimer atau membran.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kitosan, biopolimer alami hasil deasetilasi kitin merupakan polimer yang paling melimpah setelah selulosa. Kitosan dapat diaplikasikan dalam berbagai bidang, karena kitosan sebagai polimer alami bersifat *biocompatible* yaitu aman, tidak beracun, mudah diuraikan oleh mikroorganisme (*biodegradable*) sehingga aman bagi manusia dan lingkungan (Lin, 2007).

Kitosan mempunyai gugus-gugus amino, gugus tersebut menyebabkan kitosan bersifat polielektrolit kation. Kitosan dapat larut dalam larutan asam asetat karena protonasi dari gugus amino yang berikatan membentuk larutan kental homogen sehingga dapat dibentuk sebagai membran. Membran yang dipakai untuk filtrasi mempunyai struktur membran berpori dan asimetrik (Bhumkar and Pokharkar, 2006). Modifikasi permukaan membran kitosan dapat dilakukan dengan cara menambahkan senyawa ikat silang seperti glutaraldehid untuk mengontrol ukuran pori membran.

Kemampuan kitosan sebagai membran dapat diaplikasikan dalam proses pemisahan, yaitu sebagai pelapis pupuk yang bertujuan untuk mengendalikan pelepasan zat-zat tersebut ke lingkungan (Krajewska, 2001). Pengendalian penyerapan unsur N sebagai NO_3^- oleh tanaman merupakan tujuan dari aplikasi pelapis pupuk, namun efisiensi pupuk NO_3^- umumnya masih di bawah 50% walaupun dengan pengelolaan yang baik. Hal ini diakibatkan adanya pencucian, penguapan dan denitrifikasi. Untuk mengendalikan pelepasan unsur hara ini perlu dilakukan modifikasi pada pupuk menggunakan membran sebagai pelapis. Membran yang digunakan bersifat *biodegradable* dan tidak beracun seperti membran kitosan.

Membran berfungsi sebagai penghalang tipis yang sangat selektif di antara dua fasa, hanya dapat melewatkan komponen tertentu dan menahan komponen lain dari suatu aliran fluida yang dilewatkan melalui membran (Mulder, 1991). Metode yang paling banyak digunakan untuk pembuatan membran semipermeabel adalah metoda pembalikan fasa, yaitu polimer dilarutkan dalam campuran pelarut tertentu membentuk fasa cair, kemudian diendapkan sehingga membentuk fasa padat. Tahap pengendapan ini 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 konsentrasi larutan pengendap.

Routenbach dan Albrect (1989) menyebutkan bahwa ada satu tahap lagi yang perlu dilakukan dalam metode pembuatan fasa balik yaitu *annealing*. *Annealing* berfungsi untuk mengurangi tegangan permukaan pada membran dan memperbaiki sifat fisik pada membran. Proses *annealing* dilakukan pada temperatur dan waktu tertentu, kemudian didinginkan pada temperatur kamar. Temperatur yang paling tepat digunakan adalah di bawah temperatur transisi gelasnyanya. Kitosan mempunyai temperatur transisi gelas 90–115 °C.

Membran dengan struktur kimia dan kekuatan mekanik yang lebih baik dapat dibentuk dengan membuat membran berpendukung misalnya membran kitosan berpendukung selulosa. Sifat membran berpendukung selulosa dapat diatur dengan menggabungkan masing-masing kelebihan dari kitosan dan selulosa (Yang, *et al.*, 2001). Penelitian yang dilakukan oleh Yang dan Chen (2002) menghasilkan membran kitosan/kertas saring kasar yang memiliki laju alir besar dalam melewati membran dan sifat mekanik yang baik. Membran ini memiliki fluks air sebesar 8,9 mL/(menit.cm²) pada tekanan 5 psi.

Parameter utama dalam proses pemisahan menggunakan membran yaitu permeabilitas dan selektivitas. Permeabilitas sering dinyatakan sebagai fluks atau koefisien permeabilitas, sedangkan selektivitas dinyatakan sebagai koefisien rejeksi. Peningkatan efisiensi pemisahan tersebut dapat dicapai dengan kombinasi optimal antara struktur molekul bahan polimer dengan morfologi membran yang dihasilkan (Mulder, 1991). Struktur pori membran disesuaikan dengan penggunaan membran. Membran yang digunakan untuk pemisahan harus memiliki pori dengan ukuran yang kecil dengan distribusi pori yang rapat, sehingga menghasilkan koefisien rejeksi yang tinggi. Penelitian ini mencoba menguji permeabilitas dan selektivitas membran kitosan berpendukung selulosa yang dinyatakan sebagai fluks air dan koefisien rejeksi terhadap ion NO₃⁻.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang dapat dirumuskan suatu permasalahan:

1. Bagaimana pengaruh konsentrasi larutan pengendap dan temperatur *annealing* pada karakter membran kitosan berpendukung selulosa terhadap fluks air.
2. Bagaimana pengaruh konsentrasi larutan pengendap dan temperatur *annealing* pada karakter membran kitosan berpendukung selulosa terhadap koefisien rejeksi ion NO_3^- .

1.3 Batasan Masalah

1. Kitosan yang digunakan adalah kitosan yang diproduksi oleh Laboratorium Polimer BATAN, Pasar Jum'at, Jakarta.
2. Tekanan udara yang digunakan dalam karakterisasi membran adalah tekanan udara normal sebesar 1 atmosfer.
3. Pendukung yang digunakan adalah kertas saring Whatman no. 0

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh konsentrasi larutan pengendap dan temperatur *annealing* pada karakter membran kitosan berpendukung selulosa yang meliputi fluks air dan koefisien rejeksi terhadap ion NO_3^- .

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat sebagai studi dasar untuk mengetahui kemampuan dan efisiensi membran kitosan berpendukung selulosa dalam mengendalikan laju pelepasan ion NO_3^- ke lingkungan dalam aplikasinya sebagai pelapis pada pupuk.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Membran

2.1.1 Morfologi Membran

Membran merupakan lapisan tipis semipermeabel yang dapat digunakan untuk memisahkan dua komponen dengan mekanisme penghambatan dan pengaliran komponen tertentu melalui pori-pori (Indrasti *dkk.*, 2008). Proses transpor membran melibatkan umpan (cair dan gas) dan gaya dorong akibat perbedaan tekanan, perbedaan konsentrasi, dan perbedaan energi (Mulder, 1991).

Berdasarkan morfologi atau strukturnya, membran dapat diklasifikasikan menjadi dua jenis, yaitu (Mulder, 1991):

1. Membran simetris.

Yaitu membran yang mempunyai ketebalan antara 10 hingga 200 μm (untuk membran berpori atau tidak berpori). Transfer massa ditentukan oleh ketebalan membran total. Dengan berkurangnya ketebalan membran maka laju permeasi bertambah.

2. Membran asimetris

Membran ini terdiri dari lapisan atas yang sangat rapat dengan ketebalan 0,1-0,5 μm dan lapisan pendukung berpori dengan ketebalan 50-150 μm . Membran ini mengkombinasikan selektivitas tinggi dari membran yang rapat dengan laju permeasi tinggi dari membran yang sangat tipis.

Membran asimetris terdiri dari dua lapisan. Jika materi polimer pada lapisan atas berbeda dengan polimer pada lapisan pendukung berpori, maka membran yang terbentuk disebut sebagai membran komposit. Membran asimetris sebagian besar mempunyai sifat semikristalin. Membran ini terdiri dari 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 linear. Kristalinitas memiliki pengaruh yang besar terhadap sifat mekanik dan kinerja transport membran yaitu permeabilitas dan selektivitas membran (Mulder, 1991).

Proses membran ultrafiltrasi merupakan upaya pemisahan dengan membran yang menggunakan gaya dorong akibat beda tekanan yang sangat dipengaruhi oleh ukuran dan distribusi pori

membran (Mallevalle, 1996). Proses pemisahan terjadi pada partikel-partikel dalam rentang koloid. Membran ini beroperasi pada tekanan antara 1-5 bar dan batasan permeabilitasnya adalah 10-50 L/m².jam.bar (Notodarmojo dan Deniva, 2004).

2.1.2 Pembuatan Membran

Proses pembuatan membran mempengaruhi ukuran pori, struktur dan ketebalan membran yang terbentuk. Metode yang umum digunakan adalah metode pembalikan fasa karena metode ini dapat menghasilkan semua jenis morfologi yang diinginkan. Metode pembalikan fasa merupakan metode yang mana sebuah polimer diubah wujudnya dari cair ke padat dengan kondisi yang terkendali. Konsep dari fasa balik meliputi beberapa teknik berbeda seperti pengendapan dengan penguapan pelarut, pengendapan dengan penguapan terkendali, pengendapan secara termal, pengendapan dari fasa uap, dan pengendapan dengan pencelupan. Teknik yang paling banyak digunakan adalah pengendapan dengan perendaman. Larutan polimer dituang ke pendukung yang sesuai dan dicelupkan dalam rendaman berisi non pelarut (Mulder, 1991).

Tahap awal metode ini yaitu polimer dilarutkan dalam pelarut yang sesuai atau campuran pelarut dengan aditif yang ditambahkan sehingga terbentuk larutan *dope*. Waktu yang dibutuhkan untuk pelarutan polimer dapat mempengaruhi sifat membran. Larutan polimer dibentuk menjadi lapisan tipis, dengan ketebalan bervariasi antara 50-500 μm . Kemudian lapisan tersebut dicelupkan ke dalam wadah yang berisi non pelarut sehingga terjadi pertukaran antara pelarut dengan non pelarut dan proses pengendapan segera berlangsung. Pelarut dan non pelarut tidak hanya berada pada permukaan polimer tetapi juga berdifusi ke dalamnya. Struktur membran diperoleh dari kombinasi perpindahan masa dan pemisahan fasa (Mulder, 1991).

Routenbach dan Albrect (1989) menyebutkan bahwa ada satu tahap lagi yang perlu dilakukan dalam metode pembuatan fasa balik yaitu *annealing*. *Annealing* berfungsi untuk mengurangi cacat pada membran dan memperbaiki sifat fisik pada membran (Kroschwitz, 1990). Proses *annealing* dilakukan pada temperatur dan waktu tertentu, kemudian didinginkan pada temperatur kamar. Temperatur yang paling tepat digunakan adalah di bawah temperatur transisi gelasny. Kitosan mempunyai temperatur transisi gelas 90–115 °C.

Modifikasi permukaan membran kitosan dapat digunakan senyawa ikat silang seperti glutaraldehid untuk mengontrol ukuran pori membran (Bhumkar and Pokharkar, 2006). Modifikasi sifat membran dapat dilakukan dengan menggunakan membran berpendukung. Membran berpendukung terdiri dari lapisan semipermeabel yang sangat tipis dan disangga oleh suatu material berpori dengan resistansi minimum untuk transpor masa. Sifat kedua jenis material dikombinasikan sehingga menghasilkan membran yang diinginkan. Material yang digunakan harus mempunyai kekuatan, ketahanan, dan kemampuan yang diinginkan (Kroschwitz, 1990)

2.1.3 Karakterisasi Membran

Kinerja atau efisiensi membran dapat ditentukan oleh dua parameter yaitu permeabilitas dan selektivitas membran.

1. Permeabilitas

Permeabilitas suatu membran merupakan ukuran kecepatan suatu dari suatu spesi yang menembus membran. Secara kuantitas, permeabilitas membran sering dinyatakan sebagai fluks atau koefisien permeabilitas. Definisi dari fluks adalah jumlah volume permeat yang melewati satuan luas membran dalam waktu tertentu dengan adanya gaya dorong dalam hal ini berupa tekanan. Secara matematis fluks dirumuskan dalam persamaan 2.1 (Mulder, 1991) :

$$J = \frac{V}{A.t} \quad (2.1)$$

dimana, J = fluks ($L \text{ m}^{-2} \text{ jam}^{-1}$)

V = volume larutan yang menembus membran (L)

A = luas permukaan bagian dalam membran (m^2)

t = interval waktu (jam)

Laju fluks akan menurun sejalan dengan waktu akibat adanya polarisasi konsentrasi, fouling dan scaling. Fouling yang terjadi dapat diatasi dengan cara dicuci air, ataupun dengan zat kimia seperti natrium hidroksida, natrium asetat atau asam sitrat (Notodarmojo dan Deniva, 2004).

2. Selektivitas

Selektivitas suatu membran merupakan ukuran kemampuan suatu membran untuk menahan suatu spesi tertentu. Parameter yang digunakan untuk menggambarkan selektivitas membran adalah koefisien rejeksi (R). Koefisien rejeksi adalah fraksi konsentrasi zat terlarut yang tidak menembus membran, dan dirumuskan dalam persamaan 2.2 (Mulder, 1991):

$$R = \left(1 - \frac{C_p}{C_k}\right) \times 100\% \quad (2.2)$$

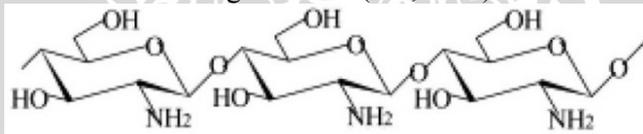
dimana, R = koefisien rejeksi membran (%)

C_k = Konsentrasi zat terlarut dalam konsentrat (ppm)

C_p = Konsentrasi zat terlarut dalam permeat (ppm)

2.2 Kitosan

Kitosan [$\beta(1-4)$ -2-amino-2-deoksi- β -D-glukosa] merupakan polimer rantai panjang turunan dari kitin melalui proses deasetilasi. Struktur kitosan adalah sebagai berikut (Lin, 2007):



Gambar 2.1 Struktur Kitosan

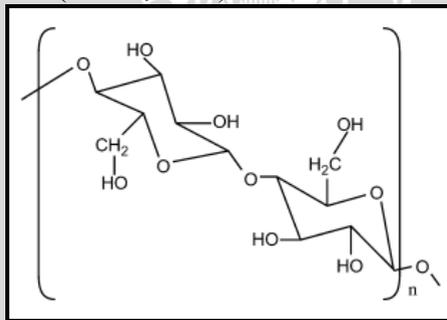
Kitosan tidak dapat larut dalam air sehingga diperlukan protonasi gugus $-NH_2$ oleh suatu asam. Asam yang biasa digunakan adalah asam mineral atau asam organik, contohnya asam hidroklorida atau asam asetat (Maghsoodi *et al.*, 2009). Pelarut yang paling banyak digunakan adalah asam asetat 2%. Lama pelarutan dalam kondisi laboratorium berkisar 4–16 jam tergantung berat molekul dan derajat deasetilasinya. Namun, kitosan melarut sempurna bila pelarutan dilakukan selama 24 jam (Lipatova dan Makarova, 2008).

Kitosan tidak beracun, mudah mengalami biodegradasi dan bersifat polielektrolit. Kitosan merupakan polisakarida yang mengandung gugus amino. Adanya gugus amino menyebabkan kitosan merupakan polielektrolit kationik (pK_a 6,5) sehingga mudah larut dalam larutan asam encer membentuk larutan kental yang dapat dibentuk menjadi membran (Krajewska, 2001). Membran kitosan merupakan membran hidrofил dan membentuk membran hidrogel dalam lingkungan berair (Wang, *et al.*, 2001). Membran

hidrogel mempunyai kekuatan mekanik yang rendah. Pembentukan ikatan silang pada strukturnya dapat meningkatkan kekuatan mekaniknya. Agen pembentuk ikatan silang yang paling banyak digunakan adalah glutaraldehid. Kombinasi kitosan dengan polimer yang lain dan pembentukan ikatan silang merupakan metode yang efektif untuk meningkatkan sifat fisik dan sifat mekanik kitosan (Rohindra, *et al.*, 2003).

2.3 Selulosa

Selulosa adalah polimer dari β -D-glukosa yang terkandung di dalam tanaman. Berat molekul bervariasi antara 500.000 hingga 1.500.000, sehingga jumlah segmen berkisar antara 3000 dan 9000 (Mulder, 1991). Serat selulosa mempunyai kekuatan tarik lebih dari 1 GN/m² (10.000 MPa) (Yang, *et al.*, 2002). Struktur selulosa dapat dilihat pada Gambar 2.2 (Gooch, 2007):



Gambar 2.2 Struktur selulosa

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

2.4 Annealing

Annealing merupakan perlakuan yang dilakukan setelah proses pengendapan polimer dalam non pelarut sehingga mempengaruhi struktur dan sifat membran (Routenbach and Albrect, 1989). *Annealing* dilakukan dengan memanaskan polimer pada temperatur tertentu dibawah temperatur transisi gelasnya selama waktu tertentu

kemudian didinginkan pada temperatur ruang. Pergerakan rantai polimer akan meningkat selama *annealing* sehingga terjadi relaksasi pada rantai (Jastrzebski, 1987). *Annealing* dilakukan untuk mengurangi atau menghilangkan tegangan dan memperbaiki sifat fisik membran. Perlakuan *annealing* lebih efisien menggunakan media cair dibandingkan bila menggunakan media udara. Hal ini karena transfer panas pada media cair lebih cepat sehingga waktu yang dibutuhkan pada perlakuan *annealing* lebih singkat (Kroschwitz, 1990).

2.5 Ion NO_3^-

Unsur hara nitrogen (N) diserap perakaran tanaman dalam bentuk ion NO_3^- , kation ammonium (NH_4^+) dan lebih kompleks, seperti asam amino larut air dan asam nukleat. Setiap jenis tanaman mempunyai kecenderungan khusus untuk menggunakan bentuk ion nitrogen yang dibutuhkannya dan kecenderungan ini dapat berubah oleh faktor lingkungan. Namun umumnya tanaman mampu menyerap dan menggunakan NO_3^- dan amonium (Mas'ud, 1993).

Nitrogen adalah unsur paling penting dalam semua proses kehidupan tanaman. Kekurangan unsur N dapat menghambat pertumbuhan tanaman baik secara alami maupun pertanian. Pemupukan dengan unsur N biasanya diberikan secara langsung sehingga mempercepat pertumbuhan tanaman (Laegreid, *et al.*, 1999). Strategi pengelolaan pupuk N yang optimal ditujukan kepada pemupukan N yang sesuai dengan kebutuhan tanaman, sehingga dapat mengurangi kehilangan N dan dapat meningkatkan serapan N oleh tanaman (Hippi, *dkk.*, 2001).

Tanaman panen menyerap N sebanyak 15 hingga 200 kg N ha⁻¹ atau sekitar 66 hingga 885 kg NO_3^- ha⁻¹ dan pada areal tanah pertanian terjadi proses leaching NO_3^- pada kedalaman 25 cm (Laegreid, *et al.*, 1999).

2.6 Spektrofotometri Ultraviolet

Metode spektrofotometri didasarkan pada interaksi antara energi elektromagnetik dengan molekul. Interaksi tersebut menimbulkan penyerapan energi radiasi elektromagnetik dengan serapan bersifat karakter untuk setiap molekul tersebut (Pescok, *et al.*, 1976). Analisis 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 dalam persamaan 2.3 (Ewing, 1985):

$$\log \frac{I_0}{I} = abc \text{ atau } A = abc \quad (2.3)$$

Dimana : A = serapan

I_0 = intensitas radiasi masuk

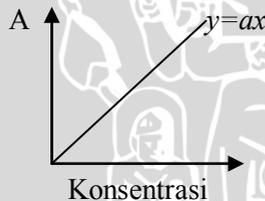
I = intensitas radiasi keluar

a = absorpsivitas

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 2.3 Kurva Kalibrasi

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

2.7 Hipotesis

Konsentrasi larutan pengendap dan temperatur *annealing* berpengaruh terhadap karakter membran kitosan berpendukung selulosa yang meliputi fluks air dan rejeksi terhadap ion NO_3^- .

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Fisika Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang mulai Desember 2008 sampai dengan Oktober 2009.

3.2 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah asam asetat (p.a), glutaraldehyd 25% (p.a), natrium hidroksida (p.a), KNO_3^- (p.a), kitosan dengan derajat deasetilasi 68,30%, KNO_3^- teknis, kertas saring Whatman no.0, akuades dan air PDAM.

3.3 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam percobaan ini: *screen* sablon ukuran T48 (25 x 35) cm, rakel dengan panjang 22 cm, bejana koagulasi, botol semprot, pelat kaca (24 x 19 x 0,3) cm, bak aluminium ukuran (24 x 6,5) cm, sel ultrafiltrasi, pipet tetes, gelas kimia ukuran 250 mL, gelas kimia ukuran 100 mL, labu ukur 250 mL, labu ukur 100 mL, gelas ukur 100 mL; 50 mL; 25 mL dan 10 mL, mikrometer sekrup, neraca analitik (Mettler AE 50), pengaduk magnetik (Heidolph) dan batang pengaduk, penangas air (Polystat Cole Parmer), stopwatch (QQ Japan CBM Corp.), Spektrofotometer UV-VIS Shimadzu tipe UV-1601, gunting, penggaris ukuran 30 cm, *cutter*.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut :

1. Preparasi *dope* kitosan
2. Pembuatan membran kitosan berpendukung selulosa
3. Karakterisasi membran kitosan berpendukung selulosa
 - a. Pengukuran fluks air
 - b. Pengukuran rejeksi membran terhadap larutan ion NO_3^-
4. Penentuan konsentrasi ion NO_3^- secara Spektroskopi Ultraviolet
5. Analisis data

3.5 Cara Kerja Penelitian

3.5.1 Preparasi *dope* kitosan

Kitosan dengan berat 0,25 g dilarutkan dalam 15 mL larutan asam asetat 2% (v/v), diaduk selama 1 jam pada temperatur kamar kemudian ditambahkan 0,5 mL glutaraldehid 1% (v/v) dan asam asetat 2% (v/v) 9,5 mL. Kemudian campuran diaduk dengan pengaduk magnetik selama 24 jam (Purdianto, 2007).

3.5.2 Pembuatan membran kitosan berpendukung selulosa

Kertas saring ditempatkan di atas pelat kaca kemudian *screen* sablon dipasang di atasnya. *Dope* yang telah disiapkan dituangkan secukupnya ke atas *screen* sablon. *Dope* diratakan dengan rakel sehingga lapisan kertas saring tertutupi semuanya oleh *dope*.

Lapisan tipis komposit kitosan-selulosa yang terbentuk secepatnya dikoagulasikan dalam bejana berisi larutan NaOH pada temperatur kamar selama 1 jam. Konsentrasi larutan NaOH yang digunakan divariasi sebesar 3%, 4%, 5% (b/v). Membran kitosan berpendukung selulosa kemudian dicuci dengan air PDAM yang dialirkan hingga pH air bilasan netral dan dibilas dengan akuades. Membran kemudian dikeringkan pada temperatur kamar. Membran dipotong berbentuk lingkaran dengan diameter 8 cm dimasukkan ke dalam bak aluminium yang telah diisi dengan akuades. Bak aluminium yang telah berisi membran dimasukkan ke dalam penangas air yang telah diatur temperaturnya sesuai dengan variasi temperatur sebesar 30 °C, 35 °C, 40 °C, 45 °C, dan 50 °C selama 120 menit. Kemudian membran dikeringkan pada temperatur kamar. Selanjutnya membran diukur ketebalannya menggunakan mikrometer sekrup dan disimpan dalam keadaan kering.

3.5.3 Karakterisasi membran kitosan berpendukung selulosa

3.5.3.1 Pengukuran fluks air

Fluks air diukur dengan menentukan volume air yang melewati membran tiap satuan luas permukaan membran per satuan waktu setelah dilakukan kompaksi terhadap membran yang akan diuji. Kompaksi dilakukan dengan mengalirkan air melewati membran hingga diperoleh fluks air yang konstan. Fluks air ditentukan dengan persamaan 2.1.

3.5.3.2 Pengukuran rejeksi membran terhadap larutan ion NO_3^-

Pengukuran rejeksi membran dilakukan dengan menentukan jumlah ion NO_3^- yang dapat tertahan oleh membran. Pengukuran ini dilakukan dengan cara menempatkan larutan ion NO_3^- sebanyak 200 mL ke dalam sel ultrafiltrasi. Volume larutan ion NO_3^- yang menembus membran kemudian ditampung selama 5 menit. Kemudian ditentukan konsentrasi ion NO_3^- yang menembus dan ditahan oleh membran. Penentuan rejeksi membran dilakukan dengan menghitung prosentase ion NO_3^- yang tertahan oleh membran. Besarnya koefisien rejeksi membran ditentukan dengan persamaan 2.2.

3.5.4 Penentuan konsentrasi ion NO_3^- secara Spektrofotometri Ultraviolet

3.5.4.1 Pembuatan kurva baku NO_3^-

Larutan stok NO_3^- 100 ppm diambil 50 mL kemudian diencerkan dengan akuades sampai 500 mL menggunakan labu ukur sampai tanda batas. Sejumlah 5 mL; 10 mL; 15 mL; 20 mL; 25 mL; 30 mL; dan 35 mL dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan akuades sampai tanda batas. Setiap larutan NO_3^- ditambahkan 1 mL larutan HCl 1 N kemudian dikocok hingga homogen dan diukur absorbansinya menggunakan Spektrofotometri Ultraviolet pada panjang gelombang 220 nm. Data yang diperoleh selanjutnya dibuat kurva baku ion NO_3^- .

3.5.4.2 Penentuan kadar ion NO_3^- dalam Permeat

Larutan ion NO_3^- 960 ppm yang melewati membran kitosan selama 5 menit ditampung dalam wadah kemudian diambil sebanyak 0,5 mL, dipindahkan ke dalam labu ukur 50 mL, diencerkan dengan akuades hingga tanda batas dan dikocok. Selanjutnya larutan ini ditambahkan 1 mL larutan HCl 1 N kemudian dikocok hingga homogen. Setelah dikocok, larutan sampel diambil 10 mL kedalam kuvet dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Nilai absorbansi diekstrapolasi ke dalam kurva baku untuk memperoleh konsentrasi ion NO_3^- dalam permeat (C_p).

3.5.4.3 Penentuan kadar ion NO_3^- dalam Konsentrat

Larutan ion NO_3^- 960 ppm yang tidak melewati membran kitosan ditampung dalam wadah kemudian diambil sebanyak 0,5 mL, dipindahkan ke dalam labu ukur 50 mL, diencerkan dengan akuades hingga tanda batas dan dikocok. Selanjutnya larutan ini ditambahkan 1 mL larutan HCL 1 N kemudian dikocok hingga homogen. Setelah dikocok, larutan sampel diambil 10 mL ke dalam kuvet dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Nilai absorbansi diekstrapolasi ke dalam kurva baku untuk memperoleh ion NO_3^- dalam kosentrat (Ck).

3.5.4.4 Penentuan persamaan regresi linier dan koefisien korelasi untuk kurva baku NO_3^-

Persamaan regresi linier digunakan untuk membuat kurva baku. Persamaan regresi linier secara umum dinyatakan sebagai $y = ax$, dengan y adalah absorbansi larutan NO_3^- , a adalah kemiringan grafik, x adalah kosentrasi larutan NO_3^- terukur dan b adalah intersep. Nilai koefisien a dihitung dengan persamaan :

$$a = \frac{n \sum_{i=1}^n x_i y_i - \left(\sum_{i=1}^n x_i \right) \left(\sum_{i=1}^n y_i \right)}{n \sum_{i=1}^n x_i^2 - \left(\sum_{i=1}^n x_i \right)^2} \quad (3.1)$$

dan koefisien korelasi ditentukan dengan persamaan:

$$r = \frac{n \sum_{i=1}^n x_i y_i - \left(\sum_{i=1}^n x_i \right) \left(\sum_{i=1}^n y_i \right)}{\sqrt{\left[n \sum_{i=1}^n x_i^2 - \left(\sum_{i=1}^n x_i \right)^2 \right] \left[n \sum_{i=1}^n y_i^2 - \left(\sum_{i=1}^n y_i \right)^2 \right]}} \quad (3.2)$$

3.5.5 Analisis Data

3.5.5.1 Uji statistik pengaruh konsentrasi larutan pengendap dan temperatur *annealing* terhadap fluks air dan rejeksi ion NO_3^-

Data-data yang diperoleh dianalisa secara statistika dengan menggunakan metode Rancangan Acak Lengkap Faktorial (RAL Faktorial). Apabila terdapat perbedaan di antara perlakuan akan diuji lebih lanjut dengan uji Beda Nyata Terkecil (BNT) dengan taraf nyata 5%.



BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini dilakukan untuk mengkaji pengaruh konsentrasi larutan pengendap dan temperatur *annealing* pada pembuatan membran kitosan berpendukung selulosa terhadap karakter membran. Karakter membran yang dipelajari meliputi fluks air dan rejeksi terhadap ion NO_3^- .

4.1 Pembuatan Membran

Metode yang digunakan untuk pembuatan membran adalah metode pembalikan fasa. Kitosan dilarutkan dalam asam asetat dan ditambahkan glutaraldehid sebagai pereaksi ikatan silang sehingga terbentuk *dope*. Menurut Goncalves, *et al.* (2005), penambahan pereaksi ikatan silang dapat membantu mengatur struktur pori membran yang terbentuk dan mengurangi jumlah gugus amino bebas, karena gugus karbonil dari glutaraldehid berikatan dengan gugus amino dari kitosan, sehingga pori yang terbentuk menjadi lebih rapat.

Dope yang terbentuk dilapiskan pada membran selulosa yang berperan sebagai lapisan pendukung membran kitosan. Membran yang terbentuk dari kombinasi kitosan dan lapisan selulosa akan menghasilkan struktur kimia dan kekuatan mekanik yang lebih baik. 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 (Rosenau, *et al.*, 2001).

Lapisan tipis selulosa-*dope* kitosan dimasukkan ke dalam bak pengendap yang berisi larutan pengendap, NaOH dengan berbagai konsentrasi. Setelah beberapa saat terjadi pemadatan sehingga terbentuk membran, kemudian dilakukan pencucian dan dilanjutkan dengan *annealing*. Membran yang terbentuk merupakan membran asimetrik. Selanjutnya membran yang digunakan lebih lanjut, dipilih berdasarkan ketebalan yang hampir sama. Pada penelitian ini ketebalan membran adalah $(0,112 \pm 0,003)$ mm. Data ketebalan membran secara lengkap pada Lampiran 5, Tabel L.5.1.

4.2 Karakterisasi Membran

Dalam penelitian ini, karakter membran kitosan berpendukung selulosa dinyatakan sebagai fluks air dan koefisien rejeksi membran terhadap ion NO_3^- . Sebelum menghitung fluks air dan koefisien rejeksi membran terhadap ion NO_3^- , Karakter membran dapat dipengaruhi oleh ukuran dan jumlah pori serta mekanisme transport membran. Dalam penelitian ini, besarnya aliran yang melalui membran dinyatakan sebagai fluks air ($\text{Lm}^{-2}\text{jam}^{-1}$). 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 nitrat yang dinyatakan sebagai koefisien rejeksi (%).

4.2.1 Pengaruh Konsentrasi Larutan Pengendap dan Temperatur *Annealing* terhadap Fluks Air

Fluks air membran kitosan berpendukung selulosa ditentukan setelah volume air yang melewati membran per satuan waktu relatif konstan. Tahap ini merupakan tahap kompaksi. Data dalam Tabel 4.1 menunjukkan hubungan antara variasi konsentrasi larutan pengendap dan temperatur *annealing* terhadap fluks air rata-rata membran.

Data pada Tabel 4.1 secara umum menunjukkan bahwa semakin besar temperatur *annealing* dan semakin tinggi konsentrasi larutan pengendap, harga fluks air membran cenderung turun, meskipun pada konsentrasi 5% diperoleh hasil berbeda. Pada konsentrasi ini fluks air turun pada rentang temperatur *annealing* 30-45 °C dan meningkat pada rentang 45-50 °C. Hasil ini didukung dengan uji statistik, bahwa F hitung konsentrasi larutan pengendap, temperatur *annealing* dan interaksi konsentrasi larutan pengendap-temperatur *annealing* mempunyai nilai yang lebih besar daripada F tabel. Hal ini menunjukkan bahwa masing-masing faktor tersebut memiliki pengaruh yang nyata pada fluks air membran.

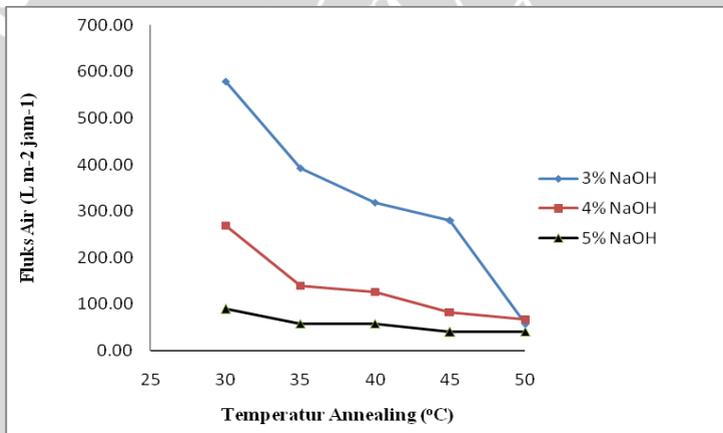
Tabel 4.1 Fluks rata-rata pada masing-masing variasi konsentrasi pengendap dan temperatur *annealing*

Kondisi Perlakuan		Fluks air rata-rata ± SD (L m ⁻² jam ⁻¹)
Konsentrasi Larutan Pengendap/ NaOH (%) (b/v)	Temperatur <i>Annealing</i> (°C)	
3	30	579,20 ± 1,66
	35	392,77 ± 0,96
	40	318,56 ± 0,63
	45	280,31 ± 1,82
	50	56,95 ± 1,27
4	30	268,85 ± 0,91
	35	140,21 ± 1,27
	40	126,10 ± 0,91
	45	83,14 ± 3,08
	50	67,33 ± 0,72
5	30	89,41 ± 2,26
	35	58,16 ± 2,18
	40	58,04 ± 0,55
	45	39,70 ± 1,16
	50	40,66 ± 1,51

Berdasarkan Gambar 4.1 tampak bahwa untuk konsentrasi larutan pengendap yang sama, fluks semakin rendah dengan bertambahnya temperatur *annealing*. Demikian juga halnya dengan temperatur yang sama, fluks menurun dengan kenaikan konsentrasi larutan pengendap. Hasil uji BNT 5% menunjukkan bahwa membran dengan variasi konsentrasi larutan pengendap 3% dan temperatur *annealing* 30 °C memberikan nilai fluks yang tertinggi dan sangat berbeda nyata dengan variasi temperatur *annealing* dan konsentrasi larutan pengendap yang lain. Membran dengan variasi konsentrasi larutan pengendap 5% dan temperatur *annealing* 45 °C memberikan fluks air yang terendah walaupun tidak berbeda nyata dengan membran

dengan variasi konsentrasi larutan pengendap 5% dan temperatur *annealing* 50 °C.

Hasil perbandingan 2 nilai tengah fluks air pada variasi konsentrasi larutan pengendap 3% dan 4%, serta temperatur *annealing* 30 °C menunjukkan adanya beda nyata pada tiap variasi. Hasil ini kemungkinan disebabkan 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 konsentrasi larutan pengendap menghasilkan membran dengan diameter pori yang lebih kecil kemudian dengan kenaikan temperatur *annealing* diduga berpengaruh pada bagian amorf membran.



Gambar 4.1 Grafik pengaruh temperatur *annealing* pada setiap level konsentrasi larutan pengendap terhadap fluks air membran

Menurut Bain (1998), peningkatan temperatur akan menaikkan kristalinitas membran. Hal ini disebabkan energi panas dari media air ditransfer ke membran dan energi tersebut digunakan oleh tiap-tiap segmen polimer untuk dapat bergerak bebas sehingga terbentuk struktur yang lebih teratur (kristalin). Peningkatan temperatur *annealing* menyebabkan kristalinitas membran semakin meningkat, sehingga strukturnya semakin teratur. Dengan demikian bagian kristalin dari membran akan lebih sulit untuk dilewati air karena strukturnya yang lebih teratur dan rapat.

Bagian kristalin membran terbentuk pada proses pengendapan. Pada saat plat kaca dicelupkan ke dalam larutan NaOH, maka akan terjadi pertukaran antara pelarut dan non pelarut di bagian atas membran secara difusi. Laju difusi yang cepat akan membentuk lapisan kulit membran (skin) tipis dengan ukuran pori kecil, sedangkan laju difusi lambat akan membentuk ukuran pori yang besar (Kirk-Othmer, 1981). Ukuran pori juga dapat dipengaruhi oleh pereaksi ikatan silang yang digunakan, yaitu glutaraldehid. Glutaraldehid menghubungkan antarrantai polimer kitosan (intermolekuler), sehingga terbentuk ruang kosong di antara ikatan silang. Ruang kosong inilah yang akan membentuk pori pada membran (Goncalves, *et al.*, 2005).

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 (Routenbatch and Albrect, 1989). 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 pepadatan matriks membran lebih cepat dibanding dengan lapisan *dope* yang diendapkan pada larutan pengendap dengan konsentrasi lebih rendah.

Fluks air selain dipengaruhi 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.

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 (Routenbatch and Albrect, 1989).

Gambar 4.1 menunjukkan pada temperatur *annealing* 30, 35, 40 dan 45 °C kenaikan konsentrasi larutan pengendap menghasilkan fluks air yang semakin kecil. Hal ini menunjukkan bahwa dengan 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 membran. Membran dengan temperatur *annealing* 50 °C pada konsentrasi larutan pengendap 3% memiliki fluks air yang lebih tinggi dibandingkan dengan konsentrasi larutan pengendap 4%. Pada titik ini pengaruh temperatur *annealing* memiliki pengaruh yang lebih besar dibanding pengaruh konsentrasi larutan pengendap terhadap kerapatan pori yang terbentuk. Sedangkan pada konsentrasi larutan pengendap 4% ke 5% dihasilkan penurunan fluks air seperti pada temperatur *annealing* 30-45 °C, yang menunjukkan bahwa terbentuk pori dengan ukuran semakin kecil pada lapisan skin membran dan struktur dengan kerapatan pori yang kecil pada bagian amorf membran.

Perubahan harga fluks air dari masing-masing konsentrasi larutan pengendap, tampak bahwa untuk konsentrasi larutan pengendap 3% pengaruh atau penurunannya lebih signifikan. Pada konsentrasi larutan pengendap kecil, ukuran pori pada lapisan skin lebih besar sehingga air sebagai media transfer panas pada *annealing* lebih mudah berdifusi menuju lapisan pendukung membran. Kemungkinan hal ini berpengaruh pada struktur pori pada lapisan pendukung membran.

4.2.2 Pengaruh Konsentrasi Larutan Pengendap dan Temperatur *Annealing* terhadap Rejeksi Ion NO_3^-

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

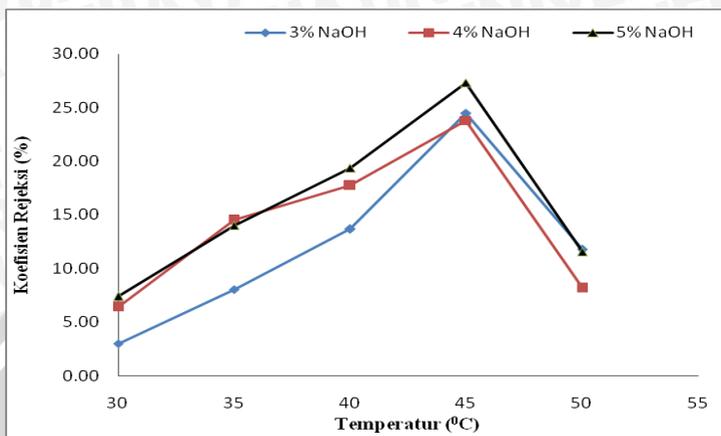
Tabel 4.2 Koefisien rejeksi pada masing-masing variasi konsentrasi pengendap dan temperatur *annealing*

Kondisi Perlakuan		Rejeksi rata-rata \pm SD (%)
Konsentrasi Larutan Pengendap/ NaOH (%) (b/v)	Temperatur <i>Annealing</i> ($^{\circ}\text{C}$)	
3	30	3,01 \pm 1,75
	35	8,04 \pm 1,53
	40	13,66 \pm 0,08
	45	24,49 \pm 0,10
	50	11,75 \pm 0,13
4	30	6,39 \pm 0,97
	35	14,50 \pm 0,30
	40	17,71 \pm 0,09
	45	23,81 \pm 0,02
	50	8,15 \pm 0,33
5	30	7,39 \pm 1,77
	35	14,01 \pm 0,03
	40	19,38 \pm 0,26
	45	27,31 \pm 0,48
	50	11,56 \pm 2,07

Data pada Tabel 4.2 menunjukkan bahwa dengan kenaikan temperatur *annealing* yang semakin besar menyebabkan koefisien rejeksi semakin meningkat pada rentang temperatur *annealing* 30-45 $^{\circ}\text{C}$ dan terjadi penurunan pada rentang temperatur *annealing* 45-50 $^{\circ}\text{C}$.

Hasil perhitungan statistik menunjukkan bahwa F hitung konsentrasi larutan pengendap, temperatur *annealing* dan interaksi konsentrasi larutan pengendap-temperatur *annealing* mempunyai nilai yang lebih besar dibanding F tabel. Hal ini menunjukkan bahwa masing-masing faktor tersebut memiliki pengaruh yang nyata pada rejeksi membran terhadap ion nitrat. Gambar 4.2 menunjukkan adanya hubungan antara konsentrasi larutan pengendap dengan temperatur *annealing*. Rejeksi membran meningkat seiring dengan temperatur *annealing* hingga titik tertentu (temperatur *annealing* 45 °C) kemudian menurun. Selanjutnya peningkatan konsentrasi larutan pengendap menghasilkan kenaikan koefisien rejeksi kecuali pada temperatur *annealing* 50 °C. Hasil uji BNT 5% menunjukan bahwa membran variasi konsentrasi larutan pengendap 5% dan temperatur *annealing* 45 °C, memberikan nilai koefisien rejeksi yang tertinggi dan berbeda nyata dengan variasi temperatur *annealing* dan konsentrasi larutan pengendap yang lain. Membran dengan variasi konsentrasi larutan pengendap 3% dan temperatur *annealing* 30 °C memberikan nilai koefisien rejeksi yang terendah dan berbeda nyata dengan variasi temperatur *annealing* dan konsentrasi larutan pengendap yang lain.

Sifat penolakan membran terhadap zat pelarut 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 atas (skin) membran, sedangkan bagian amorf membran sangat menentukan jumlah air bebas yang dapat terjebak dalam membran yang akan membawa zat terlarut melewati membran (Baker, 2004). Pengaruh variasi konsentrasi larutan pengendap dan temperatur *annealing* terhadap koefisien rejeksi membran dapat dihubungkan dengan distribusi kerapatan pori pada lapisan aktif (skin) membran dan bagian amorf dari membran. Adanya peningkatan koefisien rejeksi membran menunjukan bahwa ion nitrat semakin banyak yang tertahan oleh membran karena ukuran pori skin membran yang semakin kecil dengan distribusi pori yang semakin rapat, sehingga konsentrasi ion nitrat dalam fasa konsentrat semakin tinggi.



Gambar 4.2 Grafik pengaruh temperatur *annealing* pada setiap level suhu larutan pengendap terhadap rejeksi ion NO_3^-

Gambar 4.2 menunjukkan bahwa pada konsentrasi larutan pengendap 3, 4, dan 5%, kenaikan temperatur *annealing* menghasilkan kenaikan koefisien rejeksi membran hingga temperatur *annealing* 45 °C. Hal ini disebabkan kristalinitas membran mengalami peningkatan seiring dengan peningkatan temperatur, sehingga strukturnya semakin teratur dan rapat. Dengan demikian bagian kristalin dari membran akan lebih sulit untuk dilewati air karena strukturnya yang lebih teratur dan rapat. Sedangkan pada suhu 50° C, koefisien rejeksi membran terhadap ion nitrat mengalami penurunan. Peristiwa tersebut terjadi karena adanya tekanan osmotik yang terjadi pada sistem membran. Membran kitosan merupakan membran hidrogel yang menjebak air. Dalam mekanisme transport membran kitosan, air merupakan media bagi ion nitrat sehingga proses perpindahan massa juga dipengaruhi oleh tekanan osmotik (Baker, 2004). Banyaknya air yang terjebak pada membran akan menyebabkan perbedaan potensial kimia air di dalam dan di luar membran sehingga mengakibatkan terjadi perbedaan tekanan osmotik dalam membran dengan sistem larutan. Untuk mengurangi perbedaan tekanan tersebut, maka membran akan menjebak lebih banyak air, tetapi karena ukuran pori yang terbentuk pada suhu 50 °C lebih kecil dibandingkan dengan pori yang terbentuk pada suhu 45 °C dengan distribusi ukuran yang tidak merata, karenanya beberapa pori tidak kuat untuk menahan tekanan osmotik sehingga mengalami deformasi dan pori menjadi lebih besar.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Hasil penelitian yang diperoleh menunjukkan bahwa konsentrasi larutan pengendap dan temperatur *annealing* mempunyai pengaruh pada karakter membran kitosan. Peningkatan konsentrasi larutan pengendap menyebabkan fluks air menurun sedangkan koefisien rejeksi meningkat hingga temperatur *annealing* 45 °C kemudian menurun pada temperatur *annealing* 50 °C. Peningkatan temperatur *annealing* menyebabkan fluks air menurun dan koefisien rejeksi meningkat hingga temperatur *annealing* 45 °C kemudian menurun pada temperatur *annealing* 50 °C. Nilai fluks air paling besar dimiliki membran dengan variasi konsentrasi larutan pengendap 3% (b/v) dan temperatur *annealing* 30 °C yaitu 579,20 Lm⁻²·jam⁻¹ dan koefisien rejeksi tertinggi diperoleh pada konsentrasi larutan pengendap 5% dengan temperatur *annealing* 45 °C dengan nilai 27,31%.

5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lanjutan mengenai pengaruh pereaksi pengikat silang terhadap karakter membran dan aplikasi langsung penggunaan membran kitosan berpendukung selulosa sebagai bahan pelapis pupuk.

DAFTAR PUSTAKA

- Bain, R. 1998. Microencapsulation of Prawn Feed Using Chitin. Undergraduate Thesis, Department of Chemical Engineering, University of Queensland. Queensland. hal. 9.
- Baker, R.W. 2004. Membrane Technology and Application. John Wiley and Sons. Chichester.
- Bhumkar, D.R., and Varsha B. Pokharkar, 2006, Studies on Effect of pH on Cross-linking of Chitosan With Sodium Tripolyphosphate: A Technical Note, Department of Pharmaceutics, Poona College of Pharmacy, Bharati Vidyapeeth Deemed University, Erandwane, Pune.
- Ewing, G. W. 1985. Instrumental Methods Of Chemical Analysis. 5th ed. Mc-Graw Hill Book Company. New York.
- Gooch, Jan W. 2007. Encyclopedic Dictionary of Polymers. Springer. New York. hal. 170.
- Hippi, A., B. Tri Ratna Erawati, M. Lutfhi, dan Sudarto, 2001, Pengelolaan Pupuk Nitrogen Pada Tanaman Jagung Dengan Alat Pandu Bagan Warna Daun, Balai Pengkajian Teknologi Pertanian Nusa Tenggara Barat, Mataram.
- Indrasti, N. S., Suprihatin, dan F. Silvia. 2008. Karakterisasi Membran Filtrasi dari Kitosan dengan Berbagai Jenis Pelarut. http://bima.ipb.ac.id/tml_atsp/riset_FenySilvia.htm. tanggal akses: 24 Agustus 2008.
- Jastrzebki, Z. D. 1987. The Nature and Properties of Engineering Materials. Jhon Wiley and Sons, Inc. Canada. hal. 418.
- Kennedy, J.H., 1990, Analytical Chemistry: Principles, Second edition, Saunders College Publishing, New York.
- Kirk-Othmer. 1981. Encyclopedia of Chemical Technology. Vol. 15. John Wiley and Sons. New York. hal. 141-142.
- Krajewska, B. 2001. Diffusional Properties of Chitosan Hydrogel Membrans. Journal Chemical Technology Biotechnology. 76:636-642.
- Kroschwitz, J. I. 1990. Concise Encyclopedia of Polymer Science and Engineering. John Wiley and Sons. New York. hal. 55, 598.
- Laegreid, M., Bockman, O. C., and Kaarstad, O. 1999. Agriculture, Fertilizers, And The Environment. CABI Publishing. New York.

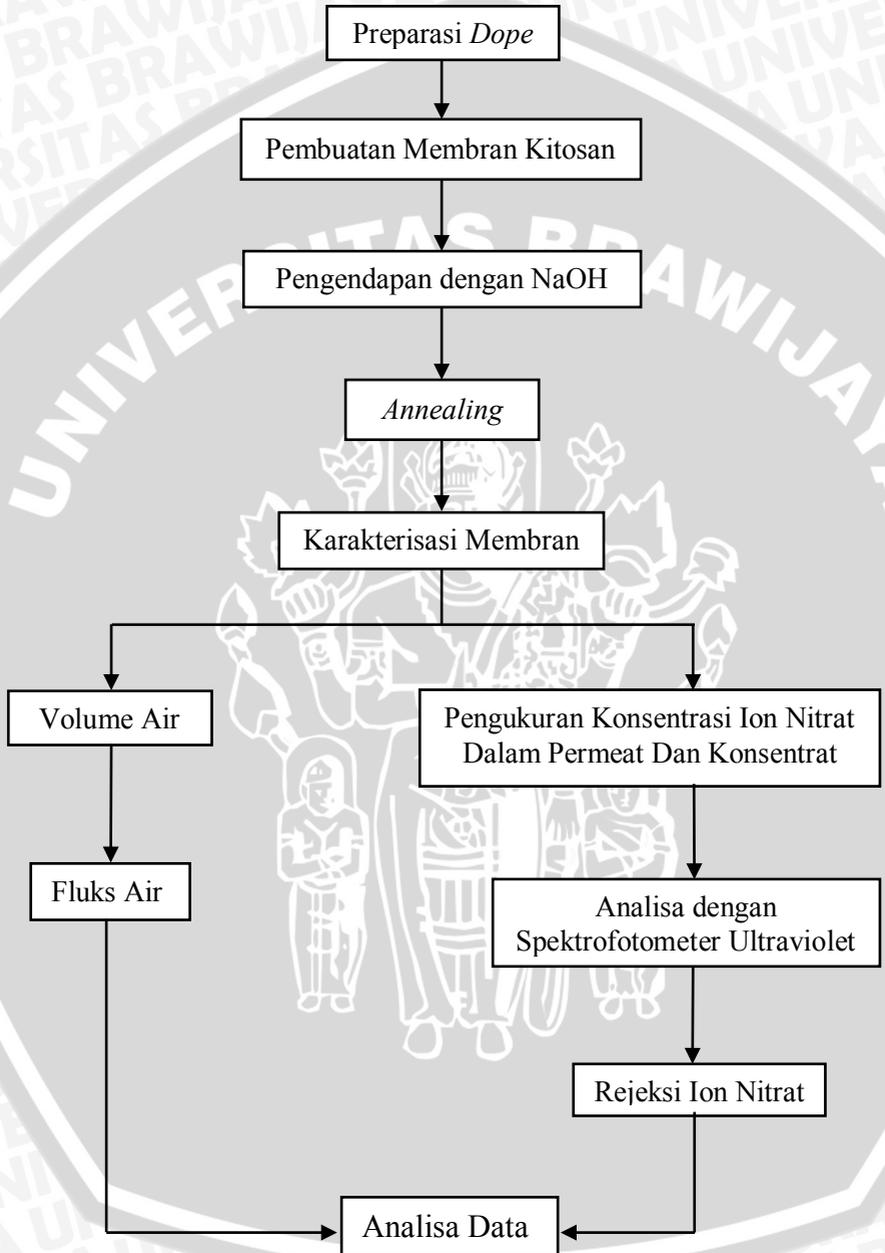
- Lin, E.Y., 2007, A Study of the Mobility of Silver Ions in Chitosan Membrans, A thesis presented to University of Waterloo, Ontario.
- Lipatova, I. M. and L. I. Makarova. 2008. Effect of Hydroacoustic Treatment on Chitosan Dissolution in Aqueous Acetic Acid Solutions. *Russian Journal Of Applied Chemistry*. 81: 2112-2117.
- Maghsoodi, V., J. Razavi, S. Yaghmaei. 2009. Production of Chitosan by Submerged Fermentation from *Aspergillus niger*. *Scientia Iranica*. 16: 145-148.
- Mallevalle, J., 1996, Water Treatment Membran Processes, AWWA, Water Research Commision of South Africa, Mc Graw Hill, New York.
- Mas'ud, P. 1993. Telaah Kesuburan Tanah. Angkasa. Bandung.
- Mulder, M. 1991. Basic Principles of Membran Technology. Kluwer Academic Publishers. Dordrecht. hal. 6, 7, 10, 11, 44, 58, 59, 86.
- Notodarmojo, S. Dan A. Deniva, 2004, Penurunan Zat Organik dan Kekeruhan Menggunakan Teknologi Membran Ultrafiltrasi dengan Sistem *Dead-End*, Proc. ITB Sains and Tek. Vol. 36 A, No. 1: 63-82
- Pescok, R.L., Shield, L.D., Cairns, T. and Mc William, I.G., 1976, Modern Methods of Chemical Analysis, 2nd edition, John Willey and Sons Inc, New York.
- Purdianto, W.P, 2007, Studi Pengaruh Konsentrasi dan Suhu Larutan Pengendap pada Karakter Membran Kitosan Berpendukung Selulosa terhadap Rejeksi Ion Fosfat, Skripsi, Universitas Brawijaya, Malang
- Rohindra, D.R., A. V. Nand, and J. R. Khurma. 2003. Swelling Properties of Chitosan Hydrogels. The University of South Pacific. Fiji. hal. 32-35.
- Rosenau, T., Potthast, A., Sixta, H., & Kosma, P. 2001. The chemistry of side reactions and byproduct formation in the system NMMO/cellulose. *Progress in Polymer Science*, 26, 1763-1837.
- Routenbach, R. and Albrect. 1989. Membran Process. John Wiley and Sons. Chichester.
- Wang, H., Yue-E Fang, and Y. Yan. 2001. Surface Modification of Chitosan Membrans by Alkane Vapor Plasma. *Journal of Materials Chemistry*. 11: 1374-1377.

Yang, L. and P. Chen. 2002. Chitosan/Coarse Filter Paper Composite Membran for Fast Purification of IgG from Human Serum. *Journal of Membran Science*. 205: 141-153.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

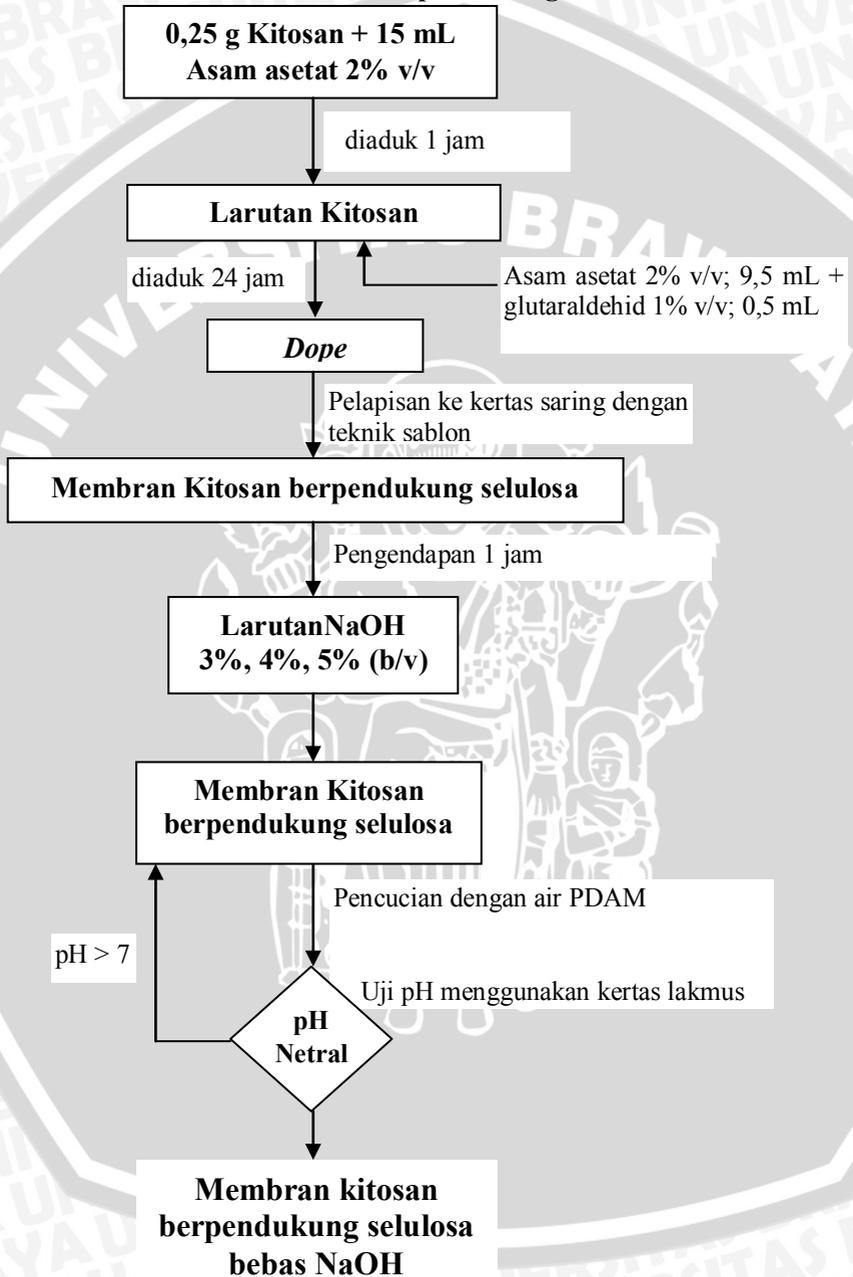


LAMPIRAN 1. Diagram Alir Penelitian



LAMPIRAN 2. Diagram Alir Cara Kerja

2.1 Pembuatan Membran Kitosan Berpendukung Selulosa



**Membran kitosan
berpendukung selulosa
bebas NaOH**

Pencucian dengan akuades
Keringkan, T_{kamar}
Dipotong, diameter 8 cm

**Membran kitosan berpendukung
selulosa, diameter 8 cm**

Annealing

Akuades

$T = 30^{\circ}\text{C}, 35^{\circ}\text{C}, 40^{\circ}\text{C}, 45^{\circ}\text{C}, 50^{\circ}\text{C}$

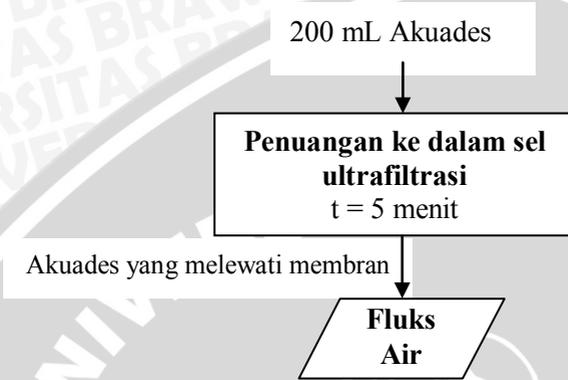
$t = 150$ menit

Pengeringan, T_{kamar}
Pengukuran ketebalan dengan mikrometer
sekrup

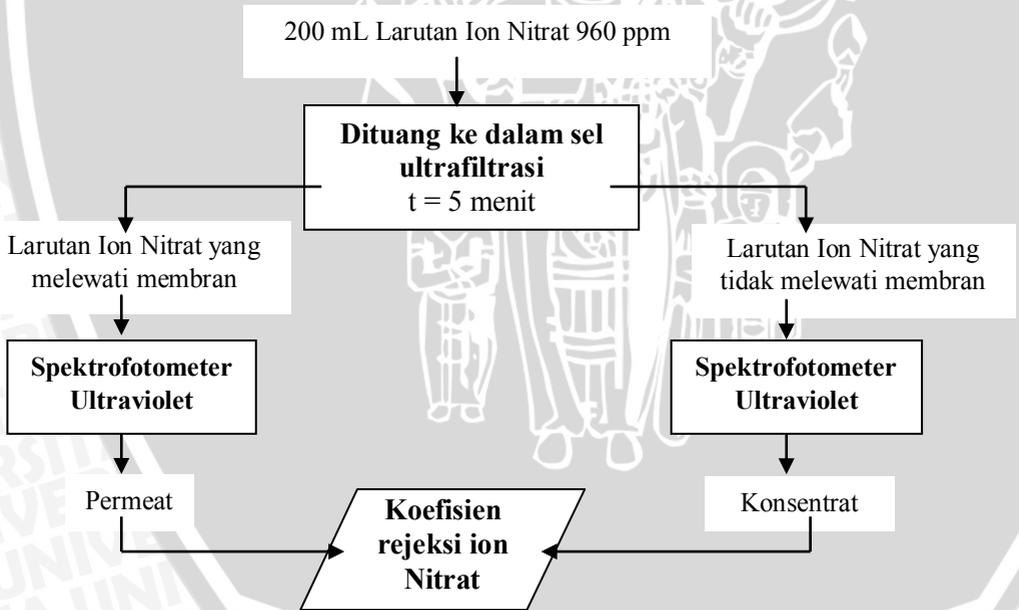
**Membran kitosan berpendukung
selulosa**

2.2 Karakterisasi Membran Kitosan Berpendukung Selulosa

2.2.1 Pengukuran Fluks Air

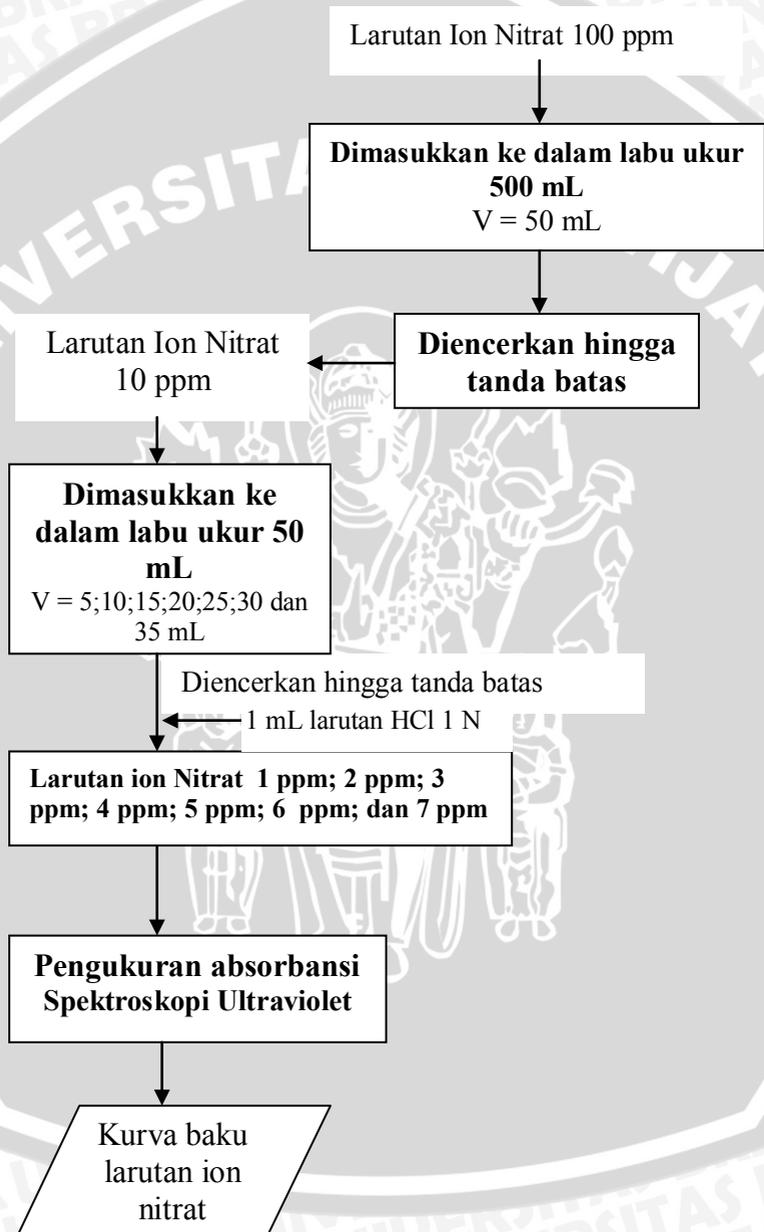


2.2.2 Pengukuran Rejeksi Membran terhadap Larutan Ion NO_3^-

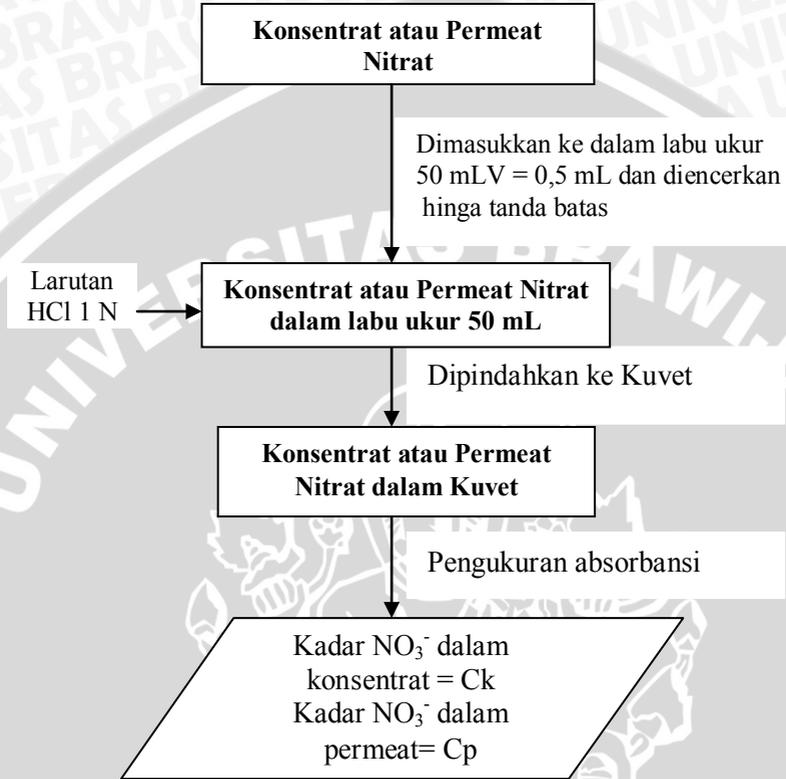


2.3 Penentuan Konsentrasi NO_3^- dalam Konsentrat dan Permeat secara Spektroskopi Ultraviolet

2.3.1 Pembuatan Kurva Baku NO_3^-



2.3.2 Penentuan Kadar NO_3^- dalam Konsentrat dan Permeat



LAMPIRAN 3. Perhitungan dan Preparasi Larutan

3.1 Larutan asam asetat 2%

Sebanyak 1 mL asam asetat glasial dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas.

3.2 Larutan Natrium Hidroksida 3%, 4%, dan 5% (b/v)

$$\text{Larutan NaOH 3\%} = \frac{7,5 \text{ g}}{250 \text{ mL larutan}}$$

Jadi untuk membuat larutan NaOH 3%, 4%, dan 5% ditimbang NaOH berturut-turut sebanyak 7,5 g; 10 g; dan 12,5 g. Kemudian dilarutkan dalam gelas kimia 100 mL dengan 50 mL akuades, selanjutnya dipindahkan ke dalam labu ukur 250 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas.

3.3 Larutan Glutaraldehid 1% (v/v)

Sebanyak 4 mL larutan glutaraldehid 25% dipipet ke dalam labu ukur 100 mL kemudian ditambahkan akuades hingga tanda batas.

3.4 Larutan Ion NO_3^-

Laegreid, *et al.* (1999) menyebutkan bahwa tanaman panen menyerap N sebanyak 15 hingga 200 kg N ha⁻¹ atau sekitar 66 hingga 885 kg NO₃⁻ ha⁻¹ dan pada area pertanian, terjadi proses *leaching* NO₃⁻ pada kedalaman 25 cm. Bila diambil jumlah terbesar jumlah N yang diserap tanaman yaitu 885 NO₃⁻ ha⁻¹, maka perhitungan larutan NO₃⁻ adalah sebagai berikut:

$$\begin{aligned} \text{Kadar NO}_3^- &= \frac{\text{Jumlah nitrat yang dibutuhkan}}{\text{Luas area} \times \text{kedalaman tanah}} \\ &= \frac{885 \text{ kg}}{10000 \text{ m}^2 \times 25 \text{ cm}} \\ &= \frac{8,85 \times 10^2 \text{ mg}}{2,5 \times 10^3 \text{ m}^3} \\ &= \frac{8,85 \times 10^2 \text{ mg}}{2,5 \times 10^6 \text{ dm}^3} \\ &= 354 \text{ mg/dm}^3 \\ &= 354 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Kadar } \text{KNO}_3 \text{ yang diperlukan} &= \frac{Mr \text{ KNO}_3}{Mr \text{ NO}_3^-} \times \text{kadar } \text{NO}_3^- \\
 &= \frac{101,1 \text{ mg / mmol}}{62 \text{ mg / mmol}} \times 354 \text{ mg / L} \\
 &= 577 \text{ mg/L}
 \end{aligned}$$

KNO_3 yang digunakan adalah KNO_3 teknis dengan kadar NO_3^- 60,06 %, sehingga berat KNO_3 teknis yang harus ditimbang adalah sebagai berikut:

$$\begin{aligned}
 &= \frac{100}{60,06} \times [\text{NO}_3^-] \times V_{\text{larutan}} \times \frac{1}{1000 \text{ mL}} \times 1 \text{ L} \\
 &= \frac{100}{60,06} \times 577 \text{ mg / L} \times 1000 \text{ mL} \times \frac{1}{1000 \text{ mL}} \times 1 \text{ L} \\
 &= 960,71 \text{ mg} \approx 0,9607 \text{ g}
 \end{aligned}$$

3.5 Larutan Stok Ion NO_3^- 100 ppm

Perhitungan berat KNO_3 yang ditimbang:

$$\begin{aligned}
 \text{Berat } \text{KNO}_3 &= \frac{Mr \text{ KNO}_3}{Ar \text{ NO}_3^-} \times [\text{NO}_3^-] \times V_{\text{larutan}} \times \frac{1}{1000 \text{ mL}} \times 1 \text{ L} \\
 &= \frac{101,1 \text{ mg / mmol}}{62 \text{ mg / mmol}} \times 100 \text{ mg / L} \times 1000 \text{ mL} \times \frac{1}{1000 \text{ mL}} \times 1 \text{ L} \\
 &= 163,06 \text{ mg} \approx 0,1631 \text{ g}
 \end{aligned}$$

Jadi untuk membuat 1000 mL larutan stok ion kalium 100 ppm diperlukan KNO_3 sebanyak 0,1631 g.

3.6 Larutan Baku Ion NO_3^- 10 ppm

jumlah larutan baku NO_3^- 10 ppm:

$$\begin{aligned}
 &= \frac{10 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \times 500 \text{ mL} \times \frac{1}{62 \text{ mg / mmol}} \\
 &= 8,065 \times 10^{-2} \text{ mmol}
 \end{aligned}$$

Volume larutan NO_3^- 100 ppm yang dipipet:

$$= \frac{1000 \text{ mL}}{100 \text{ mg}} \times 62 \frac{\text{mg}}{\text{mmol}} \times 8,065 \times 10^{-2} \text{ mmol}$$

$$= 50 \text{ mL}$$

Jadi untuk membuat 500 mL larutan NO_3^- 10 ppm dipipet sebanyak 50 mL larutan NO_3^- 100 ppm.

3.7 Larutan Baku Ion NO_3^- 1 ppm; 2 ppm; 3 ppm; 4 ppm; 5 ppm; 6 ppm; dan 7 ppm

jumlah larutan baku NO_3^- 1 ppm:

$$= \frac{1 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \times 50 \text{ mL} \times \frac{1}{62 \text{ mg / mmol}}$$

$$= 8,065 \times 10^{-4} \text{ mmol}$$

Volume larutan NO_3^- 100 ppm yang dipipet:

$$= \frac{1000 \text{ mL}}{100 \text{ mg}} \times 62 \frac{\text{mg}}{\text{mmol}} \times 8,065 \times 10^{-4} \text{ mmol}$$

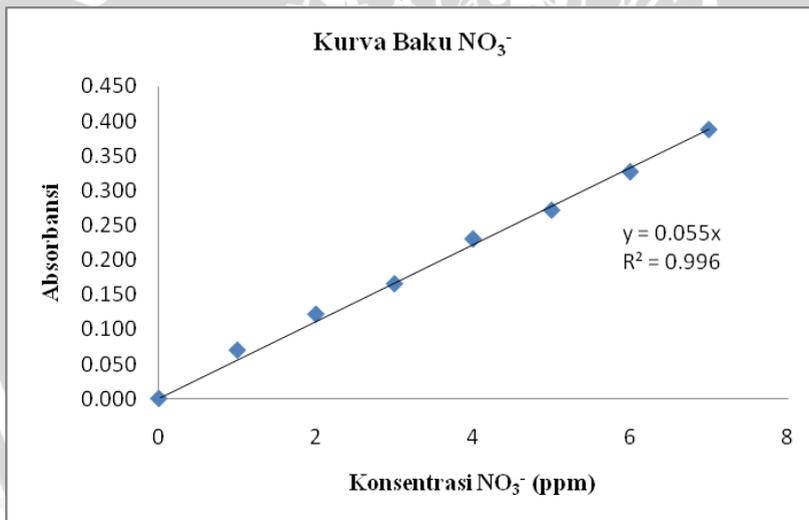
$$= 5 \text{ mL}$$

Jadi untuk membuat 50 mL larutan NO_3^- 1 ppm dipipet sebanyak 5 mL larutan NO_3^- 10 ppm. Dengan cara yang sama dibuat larutan baku NO_3^- 2, 3, 4, 5, 6 dan 7 ppm.

LAMPIRAN 4. Pembuatan Kurva Baku

Tabel L.4.1 Data Kurva Baku Ion NO_3^-

[NO_3^-] (ppm) (x)	Absorbansi (y)			
	Ulangan			Rata-rata
	1	2	3	
0	0,000	0,000	0,000	0,000
1	0,069	0,082	0,059	0,070
2	0,115	0,120	0,131	0,122
3	0,171	0,163	0,161	0,165
4	0,231	0,219	0,240	0,230
5	0,278	0,281	0,254	0,271
6	0,332	0,325	0,324	0,327
7	0,376	0,389	0,399	0,388



Gambar L.3.1 Kurva Baku NO_3^-

LAMPIRAN 5. Data Hasil Penelitian

5.1 Data Tebal Membran

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

Tabel L.5.1 Data Tebal Membran

Kondisi Perlakuan		Tebal membran (mm)			
Konsentrasi Larutan Pengendap/ NaOH (%) (b/v)	Temperatur <i>Annealing</i> (°C)	1	2	3	Rata-rata ± SD
3	30	0,107	0,106	0,105	0,106 ± 0,001
	35	0,111	0,111	0,109	0,110 ± 0,001
	40	0,115	0,113	0,112	0,113 ± 0,002
	45	0,114	0,113	0,115	0,114 ± 0,001
	50	0,116	0,115	0,115	0,115 ± 0,001
4	30	0,109	0,109	0,110	0,109 ± 0,001
	35	0,113	0,109	0,110	0,111 ± 0,002
	40	0,115	0,113	0,112	0,113 ± 0,002
	45	0,115	0,113	0,114	0,114 ± 0,001
	50	0,113	0,116	0,113	0,114 ± 0,002
5	30	0,109	0,107	0,107	0,108 ± 0,001
	35	0,114	0,114	0,111	0,113 ± 0,002
	40	0,114	0,114	0,115	0,114 ± 0,001
	45	0,115	0,116	0,115	0,115 ± 0,001
	50	0,116	0,116	0,115	0,116 ± 0,001

5.2 Penentuan Fluks Air

Harga fluks air (J) dapat dihitung dengan menggunakan persamaan 2.1, yaitu:

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

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

V = volume larutan yang menembus membran (L)

A = luas permukaan membran (m^2)

$$= \pi \cdot r^2$$

$$= \pi \cdot (3,25 \text{ cm})^2$$

$$= \pi \cdot (3,25 \text{ cm} \times \frac{1 \text{ m}}{100 \text{ cm}})^2$$

$$= 1,05625 \times 10^{-3} \pi \text{ m}^2$$

t = interval waktu (jam)

$$= \frac{5 \text{ menit}}{60 \text{ menit}} \times 1 \text{ jam}$$

$$= \frac{5}{60} \text{ jam}$$



Tabel L.5.2.1 Data volume air yang menembus membran selama 5 menit (setelah volume konstan)

Kondisi Perlakuan		Volume air (mL)			Rata-rata (mL)
Konsentrasi Larutan Pengendap/ NaOH (%) (b/v)	Temperatur <i>Annealing</i> (°C)	1	2	3	
3	30	160,5	159,9	159,6	160,00
	35	108,2	108,7	108,6	108,50
	40	87,9	87,9	88,2	88,00
	45	76,9	77,5	77,9	77,43
	50	16,1	15,7	15,4	15,73
4	30	74,0	74,5	74,3	74,27
	35	39,1	38,4	38,7	38,73
	40	35,1	34,6	34,8	34,83
	45	22,1	23,8	23	22,97
	50	18,6	18,4	18,8	18,60
5	30	24,9	25,2	24	24,70
	35	16,7	15,5	16	16,07
	40	16,2	15,9	16	16,03
	45	11,1	10,6	11,2	10,97
	50	11,1	11,7	10,9	11,23

Tabel L.5.2.2 Fluks air membran

Kondisi Perlakuan		Fluks Air (L m ⁻² jam ⁻¹)			Rata-rata ± SD
Konsentrasi Larutan Pengendap/ NaOH (%) (b/v)	Temperatur <i>Annealing</i> (°C)	1	2	3	
3	30	581,01	578,84	577,75	579,20 ± 1,66
	35	391,68	393,49	393,13	392,77 ± 0,96
	40	318,20	318,20	319,28	318,56 ± 0,63
	45	278,38	280,55	282,00	280,31 ± 1,82
	50	58,28	56,83	55,75	56,95 ± 1,27
4	30	267,88	269,69	268,97	268,85 ± 0,91
	35	141,54	139,01	140,09	140,21 ± 1,27
	40	127,06	125,25	125,98	126,10 ± 0,91
	45	80,00	86,16	83,26	83,14 ± 3,08
	50	67,33	66,61	68,06	67,33 ± 0,72
5	30	90,14	91,22	86,88	89,41 ± 2,26
	35	60,45	56,11	57,92	58,16 ± 2,18
	40	58,64	57,56	57,92	58,04 ± 0,55
	45	40,18	38,37	40,54	39,70 ± 1,16
	50	40,18	42,35	39,46	40,66 ± 1,51

5.3 Penentuan koefisien rejeksi

Koefisien rejeksi dapat dihitung dengan persamaan:

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

R = koefisien rejeksi membran (%)

C_k = konsentrasi zat terlarut dalam konsentrat (ppm)

C_p = konsentrasi zat terlarut dalam permeat (ppm)

Contoh perhitungan:

Pengukuran % rejeksi membran dengan konsentrasi larutan pengendap 3% dan temperatur *annealing* 30°C dengan data sebagai berikut:

$$\text{Absorbansi permeat} = 0,324$$

$$\text{Absorbansi konsentrat} = 0,334$$

$$\text{Faktor pengenceran (fp)} = 100$$

Karena $y = 0,055x$, maka:

$$\text{Konsentrasi permeat: } 0,324 = 0,055x$$

$$x = \frac{0,324}{0,055}$$

$$x = 5,8836$$

$$\begin{aligned} \text{sehingga konsentrasi permeat} &= x \times \text{fp} \\ &= 5,9808 \times 100 = 588,36 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\text{Konsentrasi konsentrat: } 0,334 = 0,055x$$

$$x = \frac{0,334}{0,055}$$

$$x = 6,0673$$

$$\begin{aligned} \text{sehingga konsentrasi konsentrat} &= x \times \text{fp} \\ &= 6,1731 \times 100 = 606,73 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\%R = 1 - \frac{588,36}{606,73} \times 100\% = 3,027\%$$

Dengan cara yang sama akan diperoleh % rejeksi larutan ion NO_3^- secara keseluruhan.

Tabel L.5.3.1 Data absorbansi ion NO₃⁻ dalam konsentrat dan permeat.

Kondisi Perlakuan		Absorbansi Permeat			Absorbansi Konsentrat		
Konsentrasi Larutan Pengendap/ NaOH (%) (b/v)	Temperatur <i>Annealing</i> (°C)	1	2	3	1	2	3
3	30	0,324	0,324	0,319	0,334	0,328	0,335
	35	0,318	0,325	0,316	0,346	0,347	0,349
	40	0,326	0,325	0,325	0,377	0,377	0,377
	45	0,309	0,309	0,309	0,409	0,409	0,409
	50	0,322	0,322	0,324	0,365	0,365	0,366
4	30	0,327	0,330	0,331	0,354	0,352	0,351
	35	0,320	0,322	0,322	0,375	0,375	0,377
	40	0,328	0,328	0,328	0,399	0,398	0,399
	45	0,315	0,315	0,315	0,413	0,413	0,413
	50	0,321	0,320	0,320	0,348	0,349	0,350
5	30	0,323	0,323	0,313	0,342	0,349	0,344
	35	0,328	0,327	0,327	0,382	0,380	0,381
	40	0,321	0,320	0,320	0,396	0,397	0,398
	45	0,325	0,325	0,325	0,446	0,445	0,450
	50	0,335	0,335	0,336	0,379	0,370	0,389

Tabel L.5.3.2 Data konsentrasi ion NO_3^- dalam konsentrat dan permeat.

Kondisi Perlakuan		Konsentrasi Konsentrat			Konsentrasi Permeat		
Konsentrasi Larutan Pengendap/ NaOH (%b/v)	Temperatur <i>Annealing</i> (°C)	1	2	3	1	2	3
		3	30	588,36	588,91	579,64	606,73
35	578,18		590,00	574,18	629,45	630,73	634,55
40	592,18		590,91	591,27	685,45	685,09	684,55
45	562,00		561,09	561,64	743,27	744,00	744,00
50	585,09		585,45	588,36	663,09	664,36	665,64
4	30	595,27	599,45	602,18	643,09	639,27	637,27
	35	582,36	585,45	584,55	681,82	682,00	685,64
	40	596,55	596,18	596,73	725,82	724,18	724,55
	45	572,00	572,55	572,73	750,91	751,27	751,64
	50	583,45	582,36	581,64	633,09	633,82	635,64
5	30	587,09	587,45	568,91	622,00	634,55	626,18
	35	596,55	594,36	595,27	694,00	691,09	692,00
	40	583,09	582,00	580,91	720,73	722,18	722,73
	45	590,36	591,09	590,18	810,55	808,91	818,00
	50	609,27	609,64	611,64	689,82	673,09	707,64

Tabel L.5.3.3 Data koefisien rejeksi membran terhadap ion NO₃⁻

Kondisi Perlakuan		Koefisien Rejeksi (%)			
Konsentrasi Larutan Pengendap (NaOH) (%b/v)	Temperatur Annealing (°C)	1	2	3	Rata-rata ± SD
3	30	3,03	1,25	4,75	3,01 ± 1,821
	35	8,15	6,46	9,51	8,04 ± 1,589
	40	13,61	13,75	13,63	13,66 ± 0,079
	45	24,39	24,58	24,51	24,49 ± 0,102
	50	11,76	11,88	11,61	11,75 ± 0,140
4	30	7,44	6,23	5,51	6,39 ± 1,011
	35	14,59	14,16	14,74	14,50 ± 0,314
	40	17,81	17,68	17,64	17,71 ± 0,092
	45	23,83	23,79	23,80	23,81 ± 0,019
	50	7,84	8,12	8,15	8,47 ± 0,341
5	30	5,61	7,42	7,39	7,68 ± 1,836
	35	14,04	14,00	13,98	14,01 ± 0,034
	40	19,10	19,41	19,62	19,38 ± 0,273
	45	27,16	26,93	27,85	27,31 ± 0,489
	50	11,68	9,43	13,57	11,56 ± 2,135

Lampiran 6. Uji Statistik Pengaruh Konsentrasi Larutan Pengendap dan Temperatur *Annealing* terhadap Fluks Air

Tabel L.6.1 Pengaruh konsentrasi larutan pengendap dan temperatur *annealing* terhadap fluks air

Kondisi Perlakuan		Fluks Air (L m ⁻² jam ⁻¹)			
Konsentrasi Larutan Pengendap/ NaOH (%b/v)	Temperatur <i>Annealing</i> (°C)	1	2	3	Total Fluks Air (L m ⁻² jam ⁻¹)
3	30	581,01	578,84	577,75	1737,60
	35	391,68	393,49	393,13	1178,31
	40	318,20	318,20	319,28	955,68
	45	278,38	280,55	282,00	840,93
	50	58,28	56,83	55,75	170,86
4	30	267,88	269,69	268,97	806,54
	35	141,54	139,01	140,09	420,64
	40	127,06	125,25	125,98	378,29
	45	80,00	86,16	83,26	249,42
	50	67,33	66,61	68,06	202,00
5	30	90,14	91,22	86,88	268,24
	35	60,45	56,11	57,92	174,48
	40	58,64	57,56	57,92	174,12
	45	40,18	38,37	40,54	119,10
	50	40,18	42,35	39,46	121,99

Tabel L.6.2 Tabel dua arah pengaruh konsentrasi larutan pengendap dan temperatur *annealing* terhadap fluks air

Konsentrasi Pengendap (%b/v)	Temperatur <i>Annealing</i>					Total
	30	35	40	45	50	
3	1737,60	1178,31	955,68	840,93	170,86	4883,38
4	806,54	420,64	378,29	249,42	202,00	2056,88
5	268,24	174,48	174,12	119,10	121,99	857,94
Total	2812,38	1773,44	1508,09	1209,44	494,85	7798,20

Untuk mengetahui pengaruh konsentrasi larutan pengendap dan pengaruh temperatur *annealing* terhadap fluks air membran dilakukan uji F dengan tahapan sebagai berikut:

1. Menghitung faktor koreksi

$$\begin{aligned}
 FK &= Y^2 / nab \\
 &= 7798,20^2 / (3 \times 3 \times 5) \\
 &= 1351377,46
 \end{aligned}$$

2. Menghitung jumlah kuadrat total (JKT)

$$\begin{aligned}
 JKT &= \sum_i \sum_j \sum_k Y_{ijk}^2 - FK \\
 &= (581,01^2 + 578,84^2 + \dots + 39,46^2) - 1351377,46 \\
 &= 2430966,84 - 1351377,46 \\
 &= 1079589,38
 \end{aligned}$$

3. Menghitung jumlah kuadrat perlakuan (JKP)

a. JK_{konsentrasi pengendap}

$$\begin{aligned}
 &= \frac{\sum_i \left(\sum_j \sum_k Y_{ijk} \right)^2}{nb} - FK \\
 &= \frac{4883,38^2 + 2056,88^2 + 857,94^2}{15} - 1351377,46 \\
 &= 569571,41
 \end{aligned}$$

b. JK_{temperatur *annealing*}

$$\begin{aligned}
 &= \frac{\sum_j \left(\sum_i \sum_k Y_{ijk} \right)^2}{na} - FK \\
 &= \frac{2812,38^2 + 1773,44^2 + \dots + 494,85^2}{9} - 1351377,46 \\
 &= 319347,46
 \end{aligned}$$

c. JK konsentrasi pengendap-temperatur *annealing*

$$\begin{aligned}
 &= \frac{\sum_i \sum_j \left(\sum_k Y_{ijk} \right)^2}{n} - FK_{\text{konsentrasi pengendap}} - JK_{\text{temperatur annealing}} \\
 &= \frac{1737,60^2 + 1178,31^2 + \dots + 121,99^2}{3} - 1351377,46 - 569571,41 - 319347,46 \\
 &= 190598,35
 \end{aligned}$$

4. Menghitung jumlah kuadrat percobaan (JKG)

$$\begin{aligned}
 JKG &= JKT - JKP \\
 &= JKT - JK_{\text{konsentrasi pengendap}} - JK_{\text{temperatur annealing}} - JK_{\text{konsentrasi pengendap-temperatur annealing}} \\
 &= 1079589,38 - 569571,41 - 319347,46 - 190598,35 \\
 &= 72,16
 \end{aligned}$$

5. Menghitung kuadrat tengah (KT)

$$\text{a. } KT_{\text{konsentrasi pengendap}} = \frac{JK_{\text{konsentrasi pengendap}}}{db_{\text{konsentrasi pengendap}}} = \frac{569571,41}{2} = 284785,71$$

$$\text{b. } KT_{\text{temperatur annealing}} = \frac{JK_{\text{temperatur annealing}}}{db_{\text{temperatur annealing}}} = \frac{319347,46}{4} = 79836,86$$

$$\text{c. } KT_{\text{konsentrasi pengendap-temperatur annealing}} = \frac{JK_{\text{konsentrasi pengendap-temperatur annealing}}}{db_{\text{konsentrasi pengendap-temperatur annealing}}} = \frac{190598,35}{8} = 23824,79$$

$$\text{d. } KT_{\text{galat percobaan}} = \frac{JKG}{db_{\text{percobaan}}} = \frac{72,16}{30} = 2,41$$

6. Menghitung nilai Fhitung

a. Fhitung_{konsentrasi pengendap} =

$$\frac{KT_{\text{konsentrasi pengendap}}}{KTG} = \frac{284785,71}{2,41} = 118397,6$$

b. Fhitung_{temperatur annealing} =

$$\frac{KT_{\text{temperatur annealing}}}{KTG} = \frac{79836,86}{2,41} = 33191,60$$

c. Fhitung_{konsentrasi pengendap-temperatur annealing}
=

$$\frac{KT_{\text{konsentrasi pengendap-temperatur annealing}}}{KTG} = \frac{23824,79}{2,41} = 9904,99$$

7. Ftabel 5%_{konsentrasi pengendap} = F (0,05;2;30) = 3,32

Ftabel 5%_{temperatur annealing} = F (0,05;4;30) = 2,69

Ftabel 5%_{konsentrasi pengendap-temperatur annealing} = F (0,05;8;30) = 2,27



Tabel L.6.3 Analisis ragam data pengujian pengaruh konsentrasi larutan pengendap terhadap fluks air

SK	db	JK	KT	Fhitung
Perlakuan	14	1079516,22		
- Konsentrasi pengendap	2	569571,41	284785,71	118397,6
- Temperatur <i>annealing</i>	4	319347,46	79836,86	33191,60
- Konsentrasi pengendap dan temperatur <i>annealing</i>	8	190598,35	23824,79	9904,99
Galat percobaan	30	72,16	2,41	
Total	44	1079589,38		

Untuk menghitung beda nyata tiap perlakuan, maka dibuat hipotesis nol statistik (H₀) dan hipotesis alternatif (H₁) sebagai berikut:

H₀ = tidak ada perlakuan terhadap fluks membran

H₁ = minimal 1 pasang pengaruh perlakuan menunjukkan perbedaan

Berdasarkan Tabel L.6.3 diketahui bahwa

- Fhitung untuk konsentrasi pengendap lebih besar dari Ftabel untuk $\alpha = 0,05$ sehingga H₀ ditolak. Hal ini berarti terdapat perbedaan yang nyata pada pengaruh konsentrasi pengendap terhadap fluks air membran ($p < 0,01$),
- Fhitung untuk temperatur *annealing* lebih besar dari Ftabel untuk $\alpha = 0,05$ sehingga H₀ ditolak. Hal ini berarti terdapat perbedaan yang nyata pada pengaruh temperatur *annealing* terhadap fluks air membran ($p < 0,01$),
- Fhitung untuk konsentrasi pengendap dan temperatur *annealing* lebih besar dari Ftabel untuk $\alpha = 0,05$ sehingga H₀ ditolak. Hal ini berarti terdapat perbedaan yang nyata pada interaksi antara konsentrasi pengendap dan temperatur *annealing* terhadap fluks air membran ($p < 0,01$).

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

$$\begin{aligned}
 \text{BNT (5\%)} &= t_{(\alpha/2; db)} \times (2KTG/n)^{0,5} \\
 &= t(0,025; 30) \times (2 \times 2,41/3)^{0,5} \\
 &= 2,045 \times 1,268 \\
 &= 2,59
 \end{aligned}$$

Tabel L.6.4 Uji BNT pengaruh konsentrasi larutan pengendap dan temperatur *annealing* terhadap fluks air

Konsentrasi Pengendap; Temperatur <i>Annealing</i>	Fluks rata-rata	Notasi
5;45	39,70	A
5;50	40,66	A
3;50	56,95	B
5;40	58,04	B
5;35	58,16	B
4;50	67,33	C
4;45	83,14	D
5;30	89,41	E
4;40	126,10	F
4;35	140,21	G
4;30	268,85	H
3;45	280,31	I
3;40	318,56	J
3;35	392,77	K
3;30	579,20	L

Lampiran 7. Uji Statistik Pengaruh Konsentrasi Larutan Pengendap dan Temperatur *Annealing* terhadap Koefisien Rejeksi

Tabel L.7.1 Pengaruh konsentrasi larutan pengendap dan temperatur *annealing* terhadap koefisien rejeksi

Kondisi Perlakuan		Koefisien rejeksi (%)			
Konsentrasi Larutan Pengendap/NaOH (%b/v)	Temperatur <i>Annealing</i> (°C)	I	II	III	Total Persen rejeksi (%)
3	30	3,15	1,30	4,94	9,39
	35	8,46	6,71	9,88	25,05
	40	14,09	14,24	14,11	42,44
	45	25,19	25,39	25,32	75,90
	50	12,20	12,32	12,04	36,55
4	30	7,72	6,47	5,72	19,91
	35	15,11	14,66	15,27	45,05
	40	18,41	18,27	18,24	54,92
	45	24,60	24,56	24,58	73,74
	50	8,14	8,43	8,82	25,40
5	30	5,83	7,71	9,51	23,05
	35	14,54	14,49	14,47	43,50
	40	19,74	20,07	20,29	60,10
	45	27,98	27,74	28,68	84,40
	50	12,09	9,77	14,04	35,90

Tabel L.7.2 Tabel dua arah pengaruh konsentrasi larutan pengendap dan temperatur *annealing* terhadap koefisien rejeksi

Konsentrasi Pengendap (%b/v)	Temperatur <i>Annealing</i>					Total
	30	35	40	45	50	
3	9,39	25,05	42,44	75,90	36,55	189,33
4	19,91	45,05	54,92	73,74	25,40	219,02
5	23,05	43,50	60,10	84,40	35,90	246,95
Total	52,35	113,60	157,46	234,04	97,85	655,30

Untuk mengetahui pengaruh konsentrasi larutan pengendap dan pengaruh temperatur *annealing* terhadap rejeksi membran dilakukan uji F dengan tahapan sebagai berikut:

1. Menghitung faktor koreksi

$$\begin{aligned} FK &= Y^2 / nab \\ &= 655,30^2 / (3 \times 3 \times 5) \\ &= 9542,62 \end{aligned}$$

2. Menghitung jumlah kuadrat total (JKT)

$$\begin{aligned} JKT &= \sum_i \sum_j \sum_k Y_{ijk}^2 - FK \\ &= (3,15^2 + 1,30^2 + \dots + 14,04^2) - 9542,62 \\ &= 11892,15 - 9542,62 \\ &= 2349,53 \end{aligned}$$

3. Menghitung jumlah kuadrat perlakuan (JKP)

a. $JK_{\text{konsentrasi pengendap}}$

$$\begin{aligned} &= \frac{\left(\sum_i \left(\sum_j \sum_k Y_{ijk} \right)^2 \right)}{nb} - FK \\ &= \frac{189,33^2 + 219,02^2 + 246,95^2}{15} - 9542,62 \\ &= 110,71 \end{aligned}$$

b. $JK_{\text{temperatur annealing}}$

$$\begin{aligned} &= \frac{\left(\sum_j \left(\sum_i \sum_k Y_{ijk} \right)^2 \right)}{na} - FK \\ &= \frac{52,35^2 + 113,60^2 + \dots + 97,85^2}{9} - 9542,62 \\ &= 2100,54 \end{aligned}$$

c. $JK_{\text{konsentrasi pengendap} - \text{temperatur annealing}}$

$$\begin{aligned} &= \frac{\sum_i \sum_j \left(\sum_k Y_{ijk} \right)^2}{n} - FK - JK_{\text{konsentrasi pengendap}} - JK_{\text{temperatur annealing}} \\ &= \frac{9,39^2 + 25,05^2 + \dots + 35,90^2}{3} - 9542,62 - 110,71 - 2100,54 \\ &= 108,18 \end{aligned}$$

4. Menghitung jumlah kuadrat percobaan (JKG)

$$\begin{aligned}JKG &= JKT - JKP \\ &= JKT - JK_{\text{konsentrasi pengendap}} - JK_{\text{temperatur annealing}} - JK_{\text{konsentrasi}} \\ &\quad \text{pengendap-temperatur annealing} \\ &= 2349,53 - 110,71 - 2100,54 - 108,18 \\ &= 30,10\end{aligned}$$

5. Menghitung kuadrat tengah (KT)

$$\text{a. } KT_{\text{konsentrasi pengendap}} = \frac{JK_{\text{konsentrasi pengendap}}}{db_{\text{konsentrasi pengendap}}} = \frac{110,71}{2} = 55,35$$

$$\text{b. } KT_{\text{temperatur annealing}} = \frac{JK_{\text{temperatur annealing}}}{db_{\text{temperatur annealing}}} = \frac{2100,54}{4} = 525,14$$

$$\begin{aligned}\text{c. } &KT_{\text{konsentrasi pengendap-temperatur annealing}} \\ &= \frac{JK_{\text{konsentrasi pengendap-temperatur annealing}}}{db_{\text{konsentrasi pengendap-temperatur annealing}}} = \frac{108,18}{8} = 13,52\end{aligned}$$

$$\text{d. } KT_{\text{galat percobaan}} = \frac{JKG}{db_{\text{percobaan}}} = \frac{30,10}{30} = 1,003$$

6. Menghitung nilai Fhitung

$$\text{a. } F_{\text{hitung}}_{\text{konsentrasi pengendap}} = \frac{KT_{\text{konsentrasi pengendap}}}{KTG} = \frac{55,35}{1,003} = 55,17$$

$$\text{b. } F_{\text{hitung}}_{\text{temperatur annealing}} = \frac{KT_{\text{temperatur annealing}}}{KTG} = \frac{525,14}{1,003} = 523,36$$

$$\begin{aligned}\text{c. } &F_{\text{hitung}}_{\text{konsentrasi pengendap-temperatur annealing}} \\ &= \frac{KT_{\text{konsentrasi pengendap-temperatur annealing}}}{KTG} = \frac{13,52}{1,003} = 13,48\end{aligned}$$

$$\text{7. } F_{\text{tabel } 5\%}_{\text{konsentrasi pengendap}} = F(0,05;2;30) = 3,32$$

$$F_{\text{tabel } 5\%}_{\text{temperatur annealing}} = F(0,05;4;30) = 2,69$$

$$F_{\text{tabel } 5\%}_{\text{konsentrasi pengendap-temperatur annealing}} = F(0,05;8;30) = 2,27$$

Tabel L.7.3 Analisis ragam data pengujian pengaruh konsentrasi larutan pengendap terhadap koefisien rejeksi

SK	db	JK	KT	Fhitung
Perlakuan	14	2319,43		
- Konsentrasi pengendap	2	110,71	55,35	55,17
- Temperatur <i>annealing</i>	4	2100,54	525,14	523,36
- Konsentrasi pengendap dan temperatur <i>annealing</i>	8	108,18	13,52	13,48
Galat percobaan	30	30,10	1,003	
Total	44	2349,53		

Untuk menghitung beda nyata tiap perlakuan, maka dibuat hipotesis nol statistik (H0) dan hipotesis alternatif (H1) sebagai berikut:

H0 = tidak ada perlakuan terhadap rejeksi membran

H1 = minimal 1 pasang pengaruh perlakuan menunjukkan perbedaan

Berdasarkan Tabel L.7.3 diketahui bahwa

- Fhitung untuk konsentrasi pengendap lebih besar dari Ftabel untuk $\alpha = 0,05$ sehingga H0 ditolak. Hal ini berarti terdapat perbedaan yang nyata pada pengaruh konsentrasi pengendap terhadap rejeksi membran ($p < 0,01$),
- Fhitung untuk temperatur *annealing* lebih besar dari Ftabel untuk $\alpha = 0,05$ sehingga H0 ditolak. Hal ini berarti terdapat perbedaan yang nyata pada pengaruh temperatur *annealing* terhadap rejeksi membran ($p < 0,01$),
- Fhitung untuk konsentrasi pengendap dan temperatur *annealing* lebih besar dari Ftabel untuk $\alpha = 0,05$ sehingga H0 ditolak. Hal ini berarti terdapat perbedaan yang nyata pada interaksi antara konsentrasi pengendap dan temperatur *annealing* terhadap rejeksi membran ($p < 0,01$).

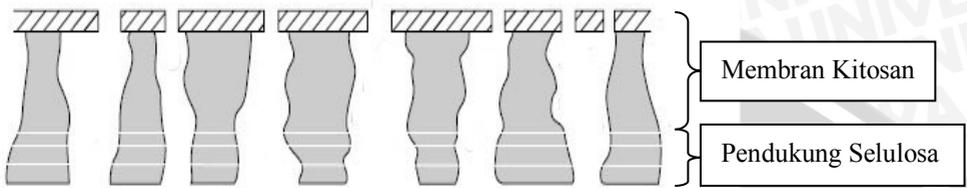
Untuk mengetahui perlakuan interaksi konsentrasi pengendap dan temperatur *annealing* mana yang memberikan pengaruh berbeda satu terhadap yang lain maka dilakukan uji Beda Nyata Terkecil (BNT) dengan taraf nyata 5% dengan rumus sebagai berikut:

$$\begin{aligned}
 \text{BNT (5\%)} &= t_{(\alpha/2; db)} \times (2KTG/n)^{0,5} \\
 &= t(0,025; 30) \times (2 \times 1,003/3)^{0,5} \\
 &= 2,045 \times 0,8178 \\
 &= 1,67
 \end{aligned}$$

Tabel L.7.4 Uji BNT pengaruh konsentrasi larutan pengendap dan temperatur *annealing* terhadap koefisien rejeksi

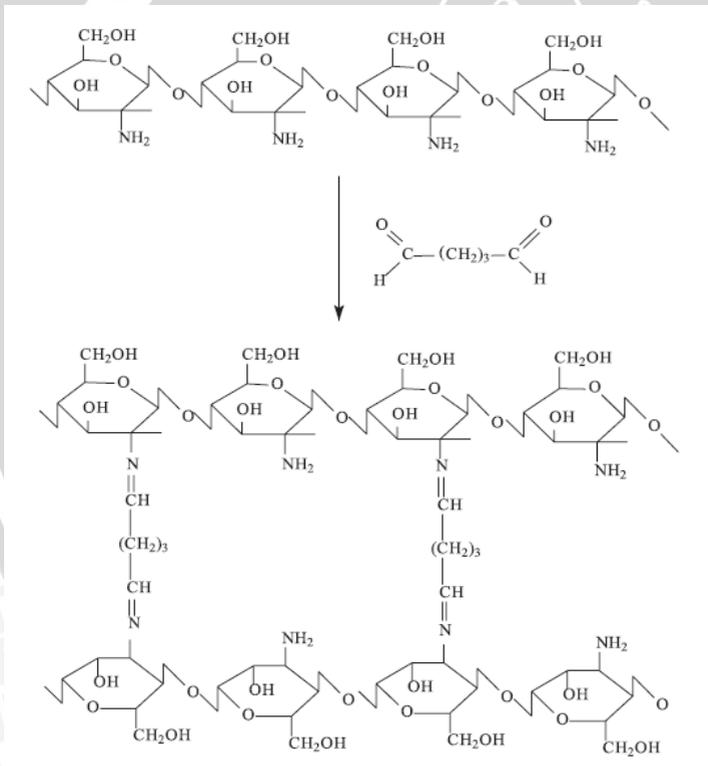
Konsentrasi Pengendap; Temperatur <i>Annealing</i>	Rejeksi rata-rata	Notasi
3;30	3,13	A
4;30	6,64	B
5;30	7,68	BC
3;35	8,35	C
4;50	8,47	C
5;50	11,97	D
3;50	12,18	D
3;40	14,15	E
5;35	14,50	E
4;35	15,02	E
4;40	18,31	F
5;40	20,03	G
4;45	24,58	H
4;45	25,30	H
5;45	28,13	I

Lampiran 8. Gambar Skema Membran



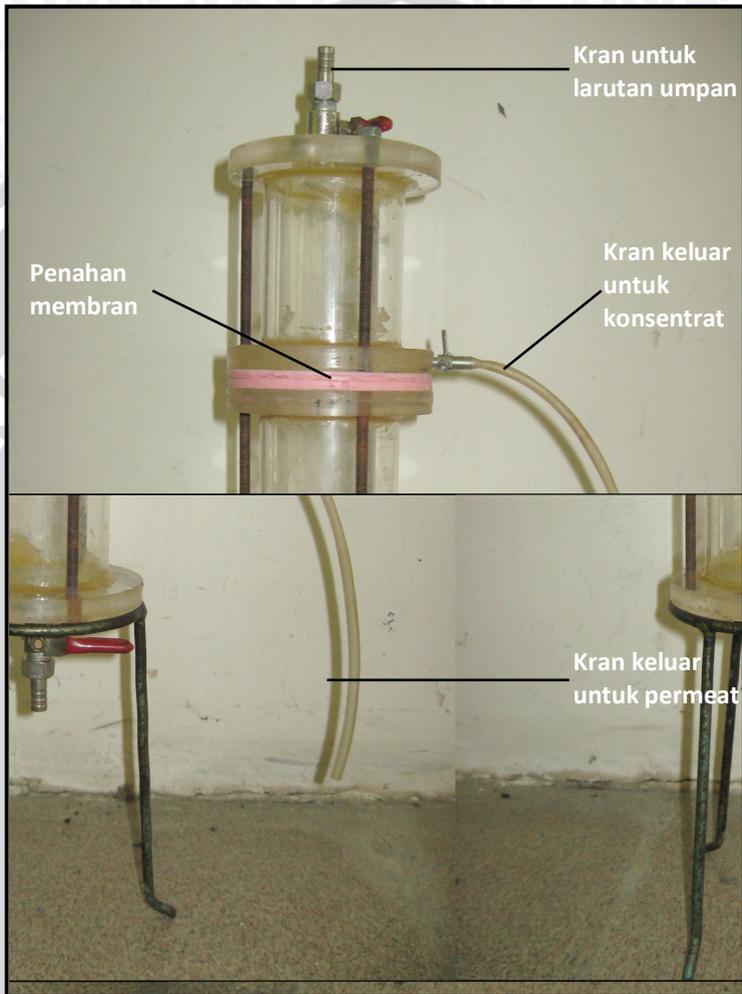
Gambar L. 8.1 Skema Membran

Lampiran 9. Pembentukan Ikatan Silang Kitosan dengan Glutaraldehid

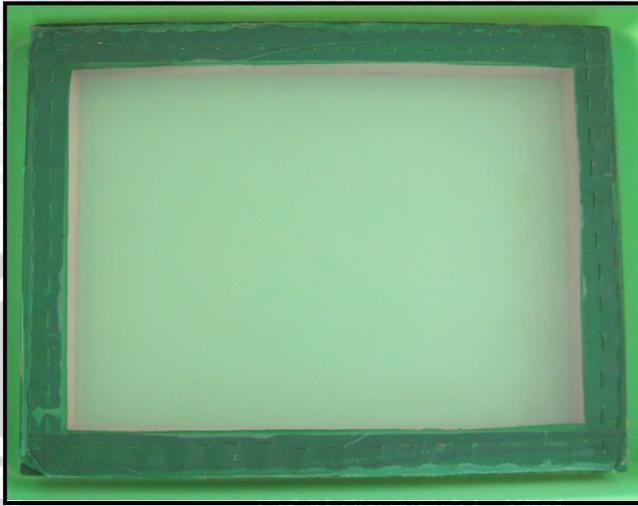


Gambar L.9.1 Pembentukan Ikatan Silang Kitosan dengan Glutaraldehid

Lampiran 10. Gambar Alat yang Digunakan



Gambar L.10.1 Sel Ultrafiltrasi



Gambar L.10.2 Screen T48



Gambar L.10.3 Raket

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

