



**PENGARUH PENAMBAHAN ADITIF POLIETILEN GLIKOL (PEG) 400
TERHADAP KINERJA MEMBRAN POLISULFON
SEBAGAI *CONTROLLED RELEASE* FOSFAT**

SKRIPSI

PUTRI ZAKIAH BELLANINDA

NIM 101810301035

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS JEMBER

2015



**PENGARUH PENAMBAHAN ADITIF POLIETILEN GLIKOL (PEG) 400
TERHADAP KINERJA MEMBRAN POLISULFON
SEBAGAI *CONTROLLED RELEASE* FOSFAT**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat
untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1)
dan mencapai gelar Sarjana Sains

PUTRI ZAKIAH BELLANINDA

NIM 101810301035

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS JEMBER

2015

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Ayahanda (Alm) Mispandi Sugiarto tercinta, terima kasih untuk doa, motivasi, kasih sayang serta 22 tahun kebersamaan yang telah papi berikan;
2. Ibunda Suyantini tercinta, terima kasih untuk doa, motivasi, kesabaran serta cinta kasih yang tiada henti tcurahkan;
3. guru-guru di TK Kartika V Jember, SDN kebonsari VIII Jember, SDN Prajekan Kidul 2, SMPN 1 Prajekan, dan SMAN 1 Prajekan serta dosen-dosen di Jurusan Kimia FMIPA UNEJ yang telah memberikan ilmu, mendidik, dan membimbing dengan penuh kesabaran;
4. Almamater tercinta Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

MOTO

“ Sesungguhnya bersama kesulitan itu ada kemudahan, maka apabila kamu selesai (dari suatu urusan), kerjakanlah dengan sungguh-sungguh (urusan) yang lain”

(Terjemahan surat Al-Insyiroh ayat 6-7)*

*Departemen agama Proyek Pengadaan Kitab Suci Al'Qur'an.1975. Al'Qur'an dan terjemahannya.Jakarta : PT. Bumi Restu.

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

nama : Putri Zakiah Bellaninda

NIM : 101810301035

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Pengaruh Penambahan Aditif Polietilen Glikol (PEG) 400 terhadap Kinerja Membran Polisulfon sebagai *Controlled Release Fosfat*” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali kutipan yang sudah saya sebutkan sumbernya, belum pernah diajukan pada institusi mana pun, dan bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa ada tekanan dan paksaan dari pihak mana pun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 15 April 2015

Yang menyatakan,

Putri Zakiah Bellaninda

NIM 101810301035

SKRIPSI

**PENGARUH PENAMBAHAN ADITIF POLIETILEN GLIKOL (PEG) 400
TERHADAP KINERJA MEMBRAN POLISULFON SEBAGAI
CONTROLLED RELEASE FOSFAT**

Oleh

Putri Zakiah Bellaninda

NIM 101810301035

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si

Dosen Pembimbing Anggota: Dwi Indarti, S.Si., M.Si

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Pengaruh penambahan aditif Polietilen Glikol (PEG) 400 terhadap kinerja membran polisulfon sebagai *Controlled Release* Fosfat” telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember pada:

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Tim Penguji;

Ketua (DPU),

Sekretaris (DPA),

Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si
NIP. 197107031997021001

Dwi Indarti, S.Si., M.Si
NIP. 197409012000032004

Penguji I,

Penguji II,

Drs. Achmad Sjaifullah, M.Sc., Ph.D
NIP. 195910091986021001

Tri Mulyono, S.Si., M.Si
NIP. 196810201998021002

Mengesahkan
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember

Prof. Drs. Kusno, DEA., Ph.D
NIP. 196101081986021001

RINGKASAN

Pengaruh penambahan aditif Polietilen Glikol (PEG) 400 Terhadap Kinerja Membran Polisulfon sebagai *Controlled Release* Fosfat; Putri Zakiah Bellaninda, 101810301035; 2015: 37 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Pengelolaan pupuk yang tidak efisien berdampak buruk terhadap lingkungan dan biaya operasional. CRF adalah salah satu solusi untuk mengatasi ketidak efisienan pupuk. CRF terdiri dari matrik berupa padatan dan bahan aktif berupa pupuk. Material padatan menentukan sifat *release* dari bahan aktif. Material padatan sangat dipengaruhi oleh komposisi bahan – bahan penyusunnya, teknik pembuatan, dan kondisi lingkungannya. Penelitian ini bertujuan untuk membuat CRF untuk pelepasan fosfat. Dalam penelitian ini, PSF digunakan sebagai polimer dan PEG 400 sebagai aditif. Penambahan aditif divariasikan komposisinya yaitu 2, 4, 5, 8, dan 10% w/w. *Coating* membran dibuat secara fase inversi. CRF yang diperoleh selanjutnya dkarakterisasi sifat fisiknya antara lain: ketebalan membran *coating*, porositas, morfologi serta pengaruhnya terhadap pelepasan fosfat.

Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa porositas dan pelepasan fosfat semakin meningkat seiring dengan meningkatnya kandungan PEG. Sedangkan ketebalan membran yang dihasilkan menunjukkan nilai yang fluktuatif. Hasil analisis morfologi menunjukkan bahwa penampang lintang membran dengan kandungan PEG 10% memiliki ukuran pori lebih besar dibanding dengan membran tanpa kandungan PEG. Namun demikian hasil penelitian ini masih ada kekurangan, ketebalan dari membran *coating* yang dihasilkan tidak merata, sehingga perlu penyempurnaan pembuatan membran menggunakan alat yang lebih presisi. Selain itu perlu dilakukan pemililhan ukuran pupuk agar diperoleh pupuk yang seragam.

PRAKATA

Puji syukur ke hadirat Allah SWT. Atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Pengaruh penambahan aditif Polietilen Glikol (PEG) 400 terhadap kinerja membran polisulfon sebagai *Controlled Release Fosfat*”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Prof. Drs. Kusno, DEA., Ph.D, selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si, selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
3. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si, selaku Dosen Pembimbing Utama yang telah meluangkan waktu, tenaga, pikiran dan perhatian dalam penulisan skripsi ini;
4. Dwi Indarti, S.Si.,M.Si selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah meluangkan waktu, tenaga, pikiran, kasih sayang serta doa dan membimbing dengan penuh kesabaran dalam penulisan skripsi ini
5. Drs. Achmad Sjaifullah, M.Sc., Ph.D selaku Dosen Penguji I dan Tri Mulyono, S.Si., M.Si., selaku Dosen Penguji II yang telah meluangkan waktunya guna menguji, serta memberikan kritik dan saran demi kesempurnaan skripsi ini;
6. I Nyoman Adiwinata, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah membimbing penulis selama menjadi mahasiswa;

7. bapak dan ibu dosen-dosen FMIPA UNEJ, dan dosen-dosen Jurusan Kimia khususnya yang telah banyak memberikan ilmu dan pengetahuan;
8. Ayahanda (Alm) Mispandi Sugiarto tercinta untuk doa, nasihat, kasih sayang dan cinta kasih yang tiada henti tcurahkan dalam 22 tahun kebersamaan yang telah papi berikan;
9. Ibunda Suyantini tercinta untuk doa, kerja keras, kasih sayang dan cinta kasih yang tiada henti tcurahkan serta segala hal yang tidak dapat diuraikan satu persatu;
10. Kakak tercinta Ika Dina, Dewi Masitha dan adikku tersayang Fina dan keluarga besar yang senantiasa memberikan cinta kasih, dorongan semangat, motivasi, dan doa;
11. Ani Harfilia, Eka Yuni, Eva Majidah teman berbagi dikala suka dan duka;
12. Hasan Ajron yang tidak segan untuk berbagi ilmu, bantuan dan semangat;
13. teman-teman angkatan 2010, terima kasih atas semangat, bantuan, saran, perhatian, dan kenangan yang telah diberikan;
14. Maya, Cinde, Siti, Yeni dan Agita, Aisyah serta keluarga besar Kos 117 , yang tak bisa disebutkan satu per satu terima kasih atas semangat, perhatian dan kenangan yang tak kan terlupakan;
15. teman-teman seperjuangan “Kimfis Team” Izza N, Ida M, Rofiqoh, Yuliani, dan Denik terima kasih atas saran, kerjasama dan kekompaknya;
16. Mbak NH dan Mbak Frida serta seluruh Staff laboratorium CDAST
17. semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Penulis juga menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Akhirnya penulis berharap, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi ilmu pengetahuan.

Jember, 15 April 2015

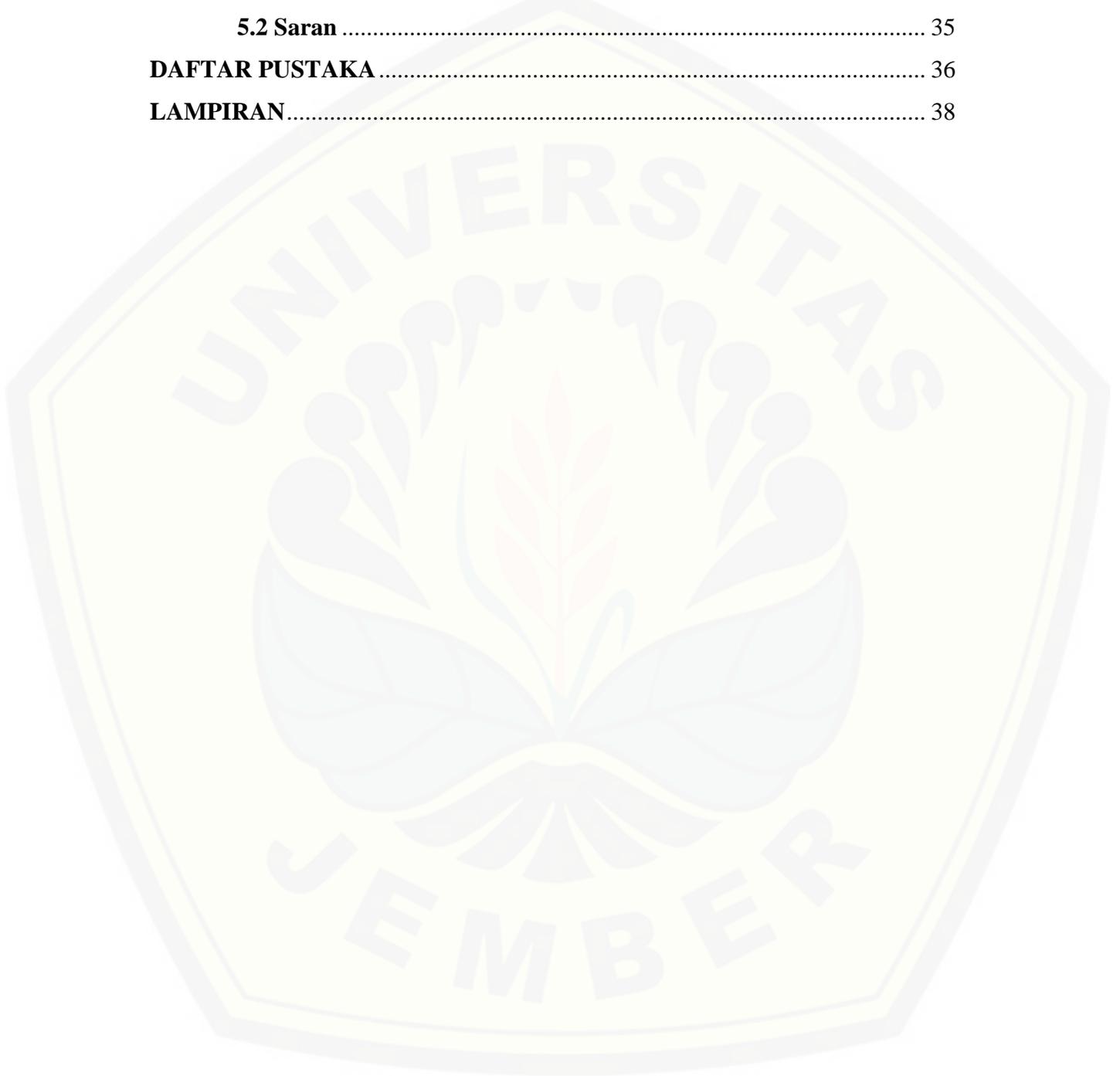
Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN SAMBUTAN	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PEMBIMBING	v
HALAMAN PENGESAHAN	vi
RINGKASAN	vii
PRAKATA	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan	3
1.5 Manfaat	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Fosfat	5
2.2 <i>Controlled Release</i>	6
2.3 Material Membran	8
2.3.1 Polisulfon.....	8
2.3.2 N,N Dimetilasetamida	8

2.3.3 Polietilen Glikol.....	9
2.4 Proses Pembentukan Membran.....	9
2.5 Spektrometri.....	12
2.6 Karakterisasi Membran.....	13
2.6.1 SEM (Scanning Electron Microscopy).....	13
BAB 3. METODE PENELITIAN.....	15
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	15
3.2 Alat dan Bahan.....	15
3.2.1 Alat.....	15
3.2.2 Bahan.....	15
3.3 Rancangan Penelitian.....	15
3.3.1 Diagram Alir Penelitian.....	16
3.4 Prosedur Penelitian.....	17
3.4.1 Pembuatan Larutan Dope.....	17
3.4.2 Pembuatan <i>Coating</i> pupuk SP-36.....	17
3.4.3 Karakterisasi Sifat Fisik Membran.....	17
3.4.4 Karakterisasi Pelepasan Fosfat.....	20
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	23
4.1 Pembuatan Larutan Dope.....	23
4.2 Pembuatan <i>Coating</i> Pupuk SP-36.....	24
4.3 Pengaruh Penambahan Aditif PEG terhadap ketebalan Membran <i>Coating</i>.....	26
4.4 Pengaruh Variasi PEG terhadap Porositas Membran.....	27
4.5 Pengaruh Variasi Penambahan PEG terhadap Pelepasan Fosfat.....	28
4.6 Pengaruh Kandungan PEG terhadap Morfologi Membran <i>Coating</i>.....	32

BAB 5. PENUTUP	35
5.1 Kesimpulan	35
5.2 Saran	35
DAFTAR PUSTAKA	36
LAMPIRAN	38



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Mekanisme Pelepasan Nutrient aktif dalam CRF	7
2.2 Unit ulang Polisulfon	8
2.3 N,N-dimetilasetamida	8
2.4 Struktur PEG	9
2.5 Instrumentasi SEM.....	14
3.1 Diagram alir penelitian.....	16
4.1 Larutan dope dari campuran PSF-DMAc dan PEG 2%	23
4.2 Mekanisme pelarutan polimer	24
4.3 Proses <i>Coating</i> pupuk	25
4.4 Pengaruh Variasi Konsentrasi PEG terhadap ketebalan membran	26
4.5 Pengaruh Variasi Konsentrasi PEG terhadap porositas membran	27
4.6 <i>Scanning</i> panjang gelombang untuk penentuan fosfat.....	28
4.7 Presentase fosfat yang dilepaskan setiap hari	29
4.8 Presentase fosfat tanpa pelapisan	30
4.9 Mekanisme Pelepasan Nutrient aktif dalam CRF	31
4.10 Morfologi penampang lintang pupuk yang dilapisi membran <i>coating</i>	32
4.11 Perbandingan Morfologi penampang melintang membran <i>coating</i> tanpa penambahan PEG dan membran <i>coating</i> dengan penambahan PEG 10 % ..	33

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
A. Data Densitas Air pada Suhu Ruang.....	38
B. Data Ketebalan Membran <i>Coating</i> dengan Variasi Kandungan PEG	39
C. Data Densitas Membran.....	43
D. Data Porositas Membran.....	45
E. <i>Scanning</i> Panjang Gelombang Maksimum Larutan Standar Fosfat	47
F. Kalibrasi Larutan Standar Fosfat	48
G. Pengukuran Pelepasan Fosfat per hari (7 Hari).....	50

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pengelolaan yang tidak benar dan penggunaan pupuk secara berlebihan dapat berdampak buruk terhadap lingkungan. Sebagai contoh terjadinya peristiwa eutrofikasi yang disebabkan oleh adanya penumpukan fosfat di dalam tanah, yang disebabkan oleh penggunaan pupuk fosfat secara berlebih. Hal tersebut mengakibatkan potensi dari keberadaan fosfat terlarut semakin meningkat sehingga fosfat terlarut tersebut akan dapat terbawa menuju danau ataupun sungai. Apabila konsentrasi fosfat di dalam air tersebut berlebih akan dapat menyebabkan terjadinya peristiwa eutrofikasi. Dampak dari proses eutrofikasi itu sendiri adalah terjadinya peningkatan pertumbuhan alga, serta gulma air lainnya. Hal tersebut menyebabkan kebutuhan akan oksigen semakin meningkat dan menyebabkan ketersediaan oksigen semakin menipis yang dapat mengakibatkan matinya sebagian besar spesies yang lebih diinginkan (Shaviv, 2000).

Guna menjamin penggunaan pupuk secara tepat serta dapat memberikan manfaat tidak hanya bagi tanaman tetapi juga lingkungan, maka banyak dilakukan penelitian sebagai salah satu upaya untuk peningkatan efisiensi dari material aktif tersebut dan meminimalisir dampaknya terhadap lingkungan (Chien, 2009). *Controlled-release* merupakan suatu metode yang digunakan untuk menekan pelepasan material aktif, sehingga pelepasan dari material aktif tersebut dapat dikurangi. Aplikasi dari *controlled release* telah digunakan secara luas salah satunya adalah CRF (*controlled release fertilizer*). CRF merupakan suatu pupuk yang di dalamnya terdapat satu atau lebih nutrient yang telah dibatasi tingkat kelarutannya di dalam tanah, sehingga nutrient tersebut akan tersedia dalam jangka waktu yang dibutuhkan untuk pertumbuhan tanaman. Idealnya dalam CRF laju pelepasan dari nutrient jumlahnya akan sama dengan jumlah nutrient yang dibutuhkan oleh tanaman.

Penggunaan CRF juga dapat menghambat nutrient yang hilang, emisi gas berbahaya, pencemaran lingkungan serta dapat memperbaiki kualitas tanah (Azeem et al, 2014). Material yang umum digunakan sebagai pelapis dalam *controlled release* adalah polivinil chloride (PVC), poliacrilamida (PA), karet alam (Ganawa, 1999) dan polisulfon (Tomaszewska, 2002).

Polisulfon merupakan salah satu polimer organik yang banyak digunakan di dalam teknologi membran. Hal tersebut dikarenakan polisulfon memiliki tingkat kestabilan kimia serta kestabilan termal yang cukup baik (Mulder, 1996). Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan Tomaszewska (2002) diperoleh bahwa penggunaan polisulfon 18 % sebagai pelapis untuk butiran NPK secara signifikan dapat mengurangi pelepasan dari material aktif tersebut. Salah satu faktor yang berpengaruh terhadap laju pelepasan dari material aktif tersebut adalah porositas dari *coating*. Semakin besar porositas dari membran yang digunakan maka pelepasannya juga semakin besar (Tomaszewska, 2002).

Penggunaan aditif dalam pembuatan membran dapat meningkatkan konektivitas dari pori serta meningkatkan porositas dari membran yang dihasilkan. Salah satu polimer aditif yang dapat digunakan untuk membran polisulfon adalah PEG (Polietilen glikol). PEG dipilih karena netral dan tidak beracun. Menurut Chakrabarty et al (2008) penggunaan aditif PEG 400 sebanyak 5% wt selama proses pembentukan membran menghasilkan porositas serta densitas pori yang paling rendah dibanding PEG 6.000 dan 20.000 Da yakni masing-masing sebesar 0,38 dan $47,6 \mu\text{m}^2$

Berdasarkan latar belakang di atas, maka penelitian ini akan membuat *controlled release fertilizer* dengan teknik *coating* menggunakan polisulfon yang ditambahkan dengan aditif PEG 400. Penelitian ini akan mengkaji pengaruh penambahan polimer aditif PEG 400 dengan berbagai variasi komposisi terhadap porositas dari membran dan pengaruhnya terhadap pelepasan dari material aktif (fosfat) yang telah mengalami proses *coating*.

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah dalam penelitian ini adalah :

1. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi aditif PEG (polietilen glikol) terhadap karakteristik membran *coating* dan pelepasan fosfat?
2. Bagaimana perbandingan morfologi dari membran polisulfon tanpa penambahan PEG (polietilen glikol) dan membran dengan penambahan PEG (polietilen glikol) ?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah

1. Polisulfon yang digunakan adalah polisulfon dengan berat molekul 35.000 dalton.
2. Polietilen glikol yang digunakan sebagai zat aditif dengan berat molekul 400 dalton.
3. Pelarut yang digunakan adalah N,N-Dimethylacetamide (DMAc).
4. Pengukuran kinerja membran polisulfon terhadap laju pelepasan fosfat dilakukan pada media air.
5. Pupuk fosfat yang digunakan berupa pupuk komersil yakni pupuk SP-36.

1.4 Tujuan

Adapun tujuan yang ingin dicapai dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh variasi aditif PEG terhadap karakteristik membran *coating* dan pelepasan fosfat.
2. Mengetahui perbandingan morfologi dari membran polisulfon tanpa penambahan PEG dan membran polisulfon dengan penambahan PEG.

1.5 Manfaat

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi terhadap pengembangan polisulfon sebagai material dasar untuk aplikasi CR (*Controlled release*)



BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Fosfat

Fosfor merupakan salah satu unsur penting yang banyak dibutuhkan oleh tumbuhan ataupun hewan guna menyokong kehidupan dari hewan ataupun tumbuhan tersebut. Fosfor juga merupakan salah satu unsur esensial bagi semua bentuk kehidupan. Fosfor di dalam tanah terdapat di dalam dua bentuk, yakni dalam bentuk organik dan anorganik.

1. Fosfor organik

Sekitar 50 hingga 80 % fosfor di dalam tanah merupakan fosfor organik. Fosfor tersebut berasal dari hasil penguraian tumbuhan yang telah mati. Fosfor ditemukan di dalam membran sel dan DNA pada makhluk hidup.

2. Fosfor Anorganik

Fosfor anorganik pada tanah berupa H_2PO_4^- dan HPO_4^{2-} . Bentuk ini digunakan untuk tanaman, akan tetapi ion tersebut juga dapat terabsorb ke permukaan atau terabsorb oleh material padat dalam tanah. Fosfor tersebut tidak tersedia di dalam tanaman.

Menurut Oxtoby *et al* (2003) Fosfor di alam umumnya ditemukan dalam bentuk ion fosfat $(\text{PO}_4)_3^-$. Ion fosfat tersebut dapat bereaksi dengan ion positif seperti ion hidronium (H^+), ion kalium (K^+) ion kalsium (Ca^{2+}), ion ammonium (NH_4^+) serta ion positif yang lain, yang memiliki muatan 2 ataupun 3 (Thomason, 2002).

Secara alami sebenarnya fosfor telah tersedia di dalam tanah, akan tetapi ketersediaan fosfor dalam tanah tidak cukup untuk memenuhi kebutuhan pertumbuhan tanaman. Fosfor juga dapat terabsorb kedalam partikel tanah atau bahkan terbawa oleh air hujan, sehingga untuk alasan tersebut digunakanlah pupuk fosfat. Penggunaan pupuk fosfat ini bertujuan untuk mencukupi kebutuhan tanaman

akan salah satu nutrient penting tersebut. Bentuk fosfat dari pupuk umumnya berupa ion H_2PO_4^- atau HPO_4^{2-} (Cornforth, 2000).

Salah satu pupuk yang sering digunakan dewasa ini adalah pupuk SP-36. Pupuk SP-36 adalah nutrient yang digunakan untuk memperbaiki hara tanah untuk pertanian. Rumus kimia dari pupuk SP-36 adalah $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$. Pupuk SP-36 merupakan hasil reaksi antara batuan fosfat dengan asam sulfat. Pupuk SP-36 bersifat tidak higroskopis dan larut dalam air. Unsur hara fosfor yang terdapat dalam pupuk SP-36 hampir seluruhnya dapat larut dalam air.

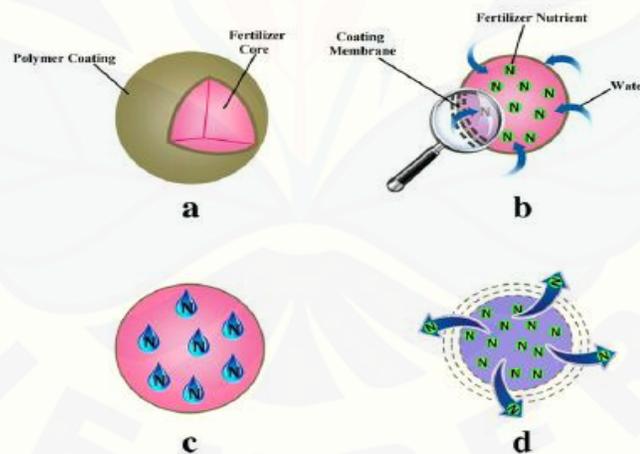
2.2 *Controlled Release*

Controlled Release atau sistem pelepasan terkendali merupakan suatu metode yang digunakan untuk menekan laju pelepasan dari suatu material aktif, sehingga laju pelepasan dari material aktif tersebut dapat dikurangi (Azzem *et al*, 2014). Metode *controlled release* ini dirancang sebagai media penghantar berbagai material aktif seperti obat-obatan, pestisida, minyak wangi dan lain-lain. Adapun kelebihan dari metode *controlled release* ini jika dibandingkan dengan metode konvensional adalah pelepasan material aktifnya lebih optimal dan efektif karena laju pelepasan yang spesifik pada selang waktu tertentu dan pada tempat yang dikehendaki, maka dari itu metode *controlled release* ini banyak digunakan di berbagai bidang seperti pada bidang farmasi, medis, industri dan pertanian (Wenten, 1999).

Metode *controlled release* ini telah diaplikasikan di bidang salah satunya di bidang pertanian. Aplikasi dari metode *controlled release* di bidang pertanian adalah untuk menekan pelepasan dari pupuk atau nutrient yang dikenal dengan istilah CRF (*controlled release fertilizer*). Adapun faktor yang berpengaruh dalam CRF ini diantaranya adalah kelembaban tanah, kebasahan tanah, kekeringan tanah, aktifitas biologi serta cairan yang terdapat didalam tanah (Shaviv, 2000)

Terdapat dua mekanisme yang sering digunakan untuk menjelaskan proses pelepasan material aktif dari *Controlled Release Fertilizer*. Mekanisme yang pertama disebut dengan *Failure Mechanism* dimana pada mekanisme tersebut air irigasi akan

merembes masuk ke dalam melewati membran dan menyebabkan material aktif (nutrient) yang terdapat di dalamnya larut. Setelah itu akan terbentuk tekanan osmotik di bagian dalamnya, hal tersebut menyebabkan granula mengalami *swelling* (pembengkakan). Apabila tekanan osmotik yang terjadi di dalam membran melebihi ambang batas resistansi dari membran, dapat menyebabkan membran membuka (mengalami kerusakan) dan secara otomatis material aktif yang terdapat di dalamnya akan dilepaskan (Azeem, et al, 2014). Mekanisme yang kedua disebut dengan mekanisme difusi, air irigasi yang masuk ke dalam membran akan menyebabkan nutrient yang terdapat di dalamnya larut dan memicu terbentuknya tekanan osmotik di bagian dalam dan mengakibatkan granula mengalami *swelling*. Apabila membran yang digunakan tahan terhadap tekanan yang ditimbulkan, maka nutrient yang terdapat di dalamnya akan dilepaskan secara perlahan melalui proses difusi yang diakibatkan oleh adanya pembentukan gradient konsentrasi atau tekanan (Azemm et al, 2014). Adapun mekanisme dari pelepasan material aktif dalam CRF akan dijelaskan pada gambar 2.1



Gambar 2.1 Mekanisme Pelepasan Nutrient aktif dalam CRF

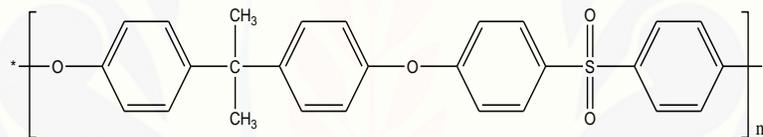
Adapun kelebihan dari penggunaan pupuk CRF ini adalah dapat lebih efisien dalam pelepasan nutrient untuk pertumbuhan tanaman. Penggunaan CRF juga dapat menghambat hilangnya nutrient akibat dari adanya peristiwa penguapan atau larut

terbawa oleh air tanah. Penggunaan CRF juga dapat mencegah terjadinya emisi gas berbahaya, kebakaran daun, iritasi dermal, serta masalah pernafasan yang muncul akibat dari penggunaan pupuk konvensional (Azeem *et al*, 2014).

2.3 Material membran

2.3.1 Polisulfon

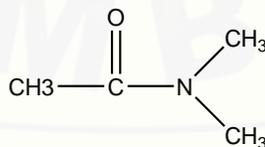
Menurut Mulder (1996) polisulfon merupakan salah satu polimer yang sering digunakan sebagai material dasar dari pembuatan membran. Hal tersebut dikarenakan polisulfon memiliki stabilitas kimia serta termal yang sangat baik. Keuntungan menggunakan polisulfon, yaitu tahan terhadap panas, hal tersebut diindikasikan dari nilai transisi glas pada temperatur 190°- 230 °C. Parameter kelarutan polisulfon sebesar 10,5 (Cal/cm³)^{0,5}. Struktur kimia polisulfon dapat dilihat pada gambar 2.2



Gambar 2.2 Unit ulang polisulfon

2.3.2 N,N-dimetilasetamida

Pelarut yang sering digunakan untuk melarutkan polimer dalam pembuatan membran adalah N,N-dimetilasetamida (DMAc). DMAc memiliki rumus molekul C₄H₉NO, merupakan senyawa yang dapat melarutkan polisulfon dengan baik hingga terbentuk larutan homogen. Struktur N,N-dimetilasetamida (DMAc) ditunjukkan pada gambar 2.3

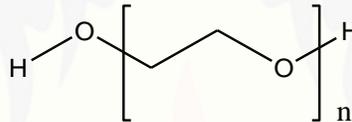


Gambar 2.3. struktur DMAc

Sifat dari DMAc yang lain adalah mudah terbakar, mudah terserap kulit dan bersifat higroskopis. DMAc memiliki berat jenis 0,937 kg/L dengan berat molekul sebesar 87,12 g/mol. Parameter kelarutan dari N,N-dimetilasetamida (DMAc) sebesar $10,8 (\text{Cal}/\text{cm}^3)^{0,5}$. Titik didih dari DMAc sebesar $164,5^\circ\text{C}$ dan titik lelehnya sebesar -20°C Bandrup *et al.* (1999)

2.3.3 Polietilen Glikol

Polietilen Glikol (PEG) merupakan senyawa hasil kondensasi polimer monomer etilen glikol. Adapun struktur kimia dari PEG tertera pada gambar 2.4



Gambar 2.4. Struktur PEG

Kelebihan dari PEG adalah dapat meningkatkan konektivitas dari membran, serta penambahan PEG dengan berat molekul yang berbeda ke dalam polisulfon dapat memberikan pengaruh terhadap porositas dari membran polisulfon (Jayiva,2008).

2.4 Proses Pembentukan Membran

Menurut Mulder (1996) semua material sintetik yang berbeda dapat digunakan untuk pembuatan membran, seperti keramik, gelas, logam atau material organik seperti polimer. Terdapat beberapa teknik yang umum digunakan dalam proses pembuatan membran diantaranya adalah dengan *teknik sintering, stretching, template leaching, track etching, coating*, inversi fasa. Teknik yang sering digunakan dalam proses pembuatan membran adalah teknik inversi fasa.

Metode inversi fasa ini merupakan suatu metode preparasi membran yang sering digunakan untuk menghasilkan membran asimetrik, metode ini umumnya mengubah polimer dari fase cair menjadi padat. Menurut Mulder (1996) Metode

inversi fasa ini banyak dipilih karena lebih mudah untuk dilakukan, selain itu berbagai morfologi membran bisa didapatkan.

Inversi fasa merupakan suatu proses pembentukan membran dimana polimer mengalami perubahan dari keadaan cair menjadi padat. Proses solidifikasi (pemadatan) selalu diawali dari satu keadaan cair menjadi dua keadaan cair (liquid-liquid demixing). Selama proses demixing, satu dari fase liquid (fase dengan konsentrasi polimer yang tinggi) akan mengalami pemadatan sehingga akan terbentuk suatu matriks padatan. Dengan mengontrol keadaan awal dari transisi fase maka morfologi membran dapat terkontrol, sehingga dapat diperoleh membran yang diinginkan (Mulder, 1996) .

Konsep dari inversi fasa meliputi beberapa teknik pemadatan yang berbeda seperti seperti, presipitasi fase uap, penguapan pelarut, presipitasi termal, presipitasi dengan penguapan terkendali, serta presipitasi imersi (Mulder, 1996) .

1. Presipitasi fase uap

Presipitasi fase uap merupakan suatu metode dengan cara meletakkan cetakan film yang terdiri atas polimer dan pelarut dalam suasana uap, fase uap mengandung uap jenuh pelarut dan non pelarut yang sama. pembentukan membran dapat terjadi karena adanya difusi dari non pelarut ke dalam cetakan film, sehingga terbentuklah suatu membran berpori tanpa lapisan atas.

2. Presipitasi penguapan pelarut

Presipitasi dengan penguapan pelarut merupakan salah satu metode pembuatan membran, yang dilakukan dengan cara menguapkan pelarut pada suasana inert (nitrogen) untuk mengeluarkan uap air serta akan terbentuk suatu membran yang homogen.

3. Presipitasi termal

Presipitasi termal merupakan suatu metode pembentukan membran, dimana larutan polimer didinginkan sehingga terjadi pemisahan fase dan penguapan pelarut. Penguapan ini menyebabkan pembentukan membran untuk mikrofiltrasi.

4. Presipitasi dengan penguapan terkendali

Presipitasi dengan metode penguapan terkendali adalah suatu metode yang digunakan untuk pembuatan membran, dimana dalam proses pembentukannya memanfaatkan perbedaan volatilitas antara pelarut dan non pelarut. Apabila pelarut yang digunakan lebih mudah menguap maka perubahan komposisi selama penguapan akan bergerak ke arah kandungan non pelarut yang lebih tinggi dan konsentrasi polimer yang lebih tinggi, sehingga nantinya akan dihasilkan suatu membran berkulit.

5. Presipitasi immersi

Presipitasi immersi merupakan suatu metode pembentukan membran, metode ini memanfaatkan adanya interaksi antara non pelarut dan pelarut. Persiapan awal yang dilakukan untuk metode ini adalah dengan melarutkan polimer ke dalam suatu pelarut yang sesuai. Membran kemudian dimasukkan dalam bak koagulasi yang berisi non pelarut (Mulder, 1996).

Pembentukan pori membran pada teknik inversi fasa ini terdapat dua jenis yaitu *instaneous demixing* dan *delayed demixing*. Teknik *instantaneous demixing* larutan *casting* akan langsung dicelupkan ke dalam bak berisi cairan non pelarut dan mengalami solidifikasi, sehingga terbentuklah membran padat. *Delayed demixing* sebelum dicelupkan ke dalam bak pelarut diperlukan waktu untuk mengalami penguapan terlebih dahulu guna membentuk membran kemudian dimasukkan ke dalam bak berisi cairan non pelarut.

Menurut Mulder (1996) terdapat beberapa parameter yang mempengaruhi pembentukan struktur serta morfologi dari membran, diantaranya :

1. Pemilihan pelarut dan non pelarut

Agar terbentuk suatu membran dari polimer dengan menggunakan tehnik inversi fasa, maka polimer yang digunakan harus terlarut dengan sempurna, sehingga harus memilih pelarut yang dapat melarutkan polimer dengan baik. Sementara itu untuk pemilihan non pelarut yang bertindak sebagai koagulan haruslah dapat berinteraksi dengan baik dengan pelarut.

2. Komposisi larutan *casting*

Secara umum komposisi dari larutan casting terdiri atas polimer, pelarut, serta penambahan zat aditif. Adanya perubahan perbandingan komposisi dari larutan casting akan dapat merubah porositas serta kinerja dari membran yang dihasilkan. Semakin besar konsentrasi polimer yang digunakan maka porositas yang dihasilkan semakin kecil (Tomasweska, 2002).

3. Penambahan zat aditif

Zat aditif adalah senyawa tambahan yang diberikan dalam komposisi yang relatif kecil akan tetapi memberikan fungsi yang spesifik diantaranya perlindungan terhadap pengaruh stabilitas kimia dan termal, serta dapat memperbaiki struktur mekanik dari membran (Mulder, 1996). Menurut Jayiva (2008) penggunaan zat aditif PEG akan dapat meningkatkan porositas dari membran polisulfon.

2.5 Spektrometri

Spektrometri adalah salah satu metode analisis yang didasarkan kepada identifikasi serta kuantifikasi analit berdasarkan sifat optis yang dimilikinya. Adapun proses yang terjadi antara analit dengan radiasi elektromagnetik adalah melalui proses fluoresensi, emisi serta absorpsi. Radiasi elektromagnetik tersebut merupakan suatu bentuk energi diskrit yang disebut dengan foton. Foton memiliki energi tertentu yang dapat menyebabkan adanya transisi tingkat energi dari suatu atom atau molekul (Day dan Underwood, 2001).

Alat yang digunakan untuk mengukur transmittan atau absorbansi dari suatu sampel sebagai fungsi dari panjang gelombang adalah spektrofotometer. Menurut Khopkar (1990) Spektrofotometer tersebut didasarkan atas hukum Berr-lambert. Konsentrasi analit dalam sampel ditentukan dengan menggunakan kurva kalibrasi yang didasarkan atas persamaan berikut

$$A = \log (P_0/P) = abc$$

A merupakan absorbansi atau besarnya cahaya yang diserap, P_0 adalah intensitas cahaya yang diberikan insiden pada panjang tertentu dan P merupakan

intensitas yang ditransmisikan a adalah absorptivitas, b adalah tebal kuvet, dan c merupakan konsentrasi dari spesies yang menyerap (Day dan Underwood, 2001).

Fosfat yang terdapat di dalam sampel dapat diukur dengan menggunakan metode spektrometri karena fosfat dapat membentuk kompleks berwarna. Fosfat dapat mudah bereaksi dengan amonium molibdat membentuk suatu kompleks dengan menggunakan katalis kalium antimonit tartar kompleks tersebut direduksi oleh asam askorbat dan menghasilkan kompleks berwarna biru (Muhy Riley dalam Enemchukwu (2012)).

2.6 Karakterisasi Membran

Perubahan kecil dari parameter yang berpengaruh terhadap pembentukan membran akan dapat menghasilkan perubahan besar dalam kinerjanya, sehingga dalam hal ini perlu dilakukan karakterisasi dari membran yang dihasilkan. Menurut Mulder (1996) karakterisasi membran merupakan suatu metode untuk mengetahui sifat struktur serta morfologi dari membran yang diperoleh.

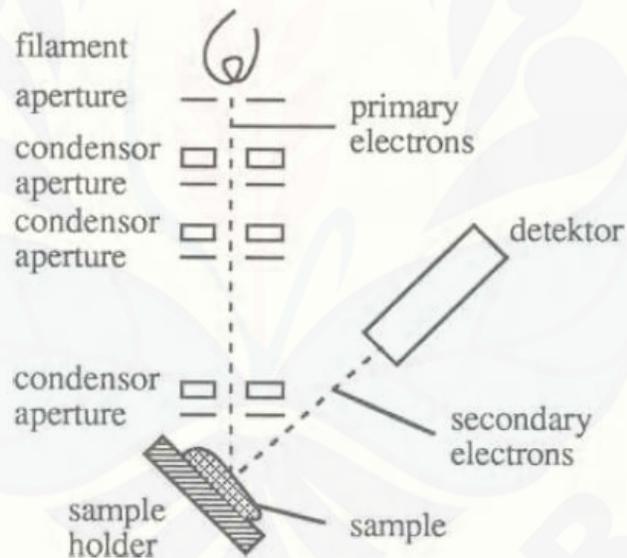
2.6.1 SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Salah satu metode yang dapat digunakan untuk karakterisasi struktur pori dari membran adalah SEM. Sebuah cahaya tertentu dengan energi kinetik pada daerah 1 hingga 25 kV akan ditembakkan pada sampel yakni membran. Sebuah sampel membran diletakkan kedalam sinar elektron, ketika sampel tersebut diletakkan didalam sinar elektron sampel tersebut dapat mengalami kerusakan dan dapat terbakar, hal tersebut tergantung pada tipe polimer serta besarnya voltase yang digunakan. Instrumentasi dari SEM dapat dilihat pada gambar 2.5. Guna mencegah kerusakan tersebut sampel dilapisi dengan sebuah lapisan tipis emas sehingga perubahan dari permukaan dapat dicegah (Mulder,1996).

Adapun elektron yang menabrak (mengenai) sampel disebut sebagai elektron primer atau elektron dengan energi tinggi, sedangkan elektron yang direfleksikan disebut sebagai elektron sekunder atau elektron dengan energi rendah. Gambar yang

dihasilkan pada SEM dibuat berdasarkan deteksi terhadap elektron sekunder atau elektron yang dipantulkan yang muncul dari permukaan sampel ketika sampel tersebut dipindai dengan sinar elektron.

Elektron sekunder tersebut kemudian diperkuat sinyalnya, dan besar amplitudo ditampilkan dalam gradasi gelap-terang pada layar monitor *cathode ray tube* (CRT). Layar CRT tersebutlah yang dapat menghasilkan gambar struktur dari obyek yang telah diperbesar. Proses SEM ini digunakan untuk melihat obyek dari sudut pandang tiga dimensi. Hasil SEM disebut dengan mikrograph dapat menghasilkan data berupa ukuran pori, porositas permukaan, geometri dari pori, serta distribusi dari pori membran secara jelas (Mulder, 1996).



Gambar 2.5 Instrumentasi SEM (Mulder, 1996)

BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Juli – Januari 2015, bertempat di Laboratorium CDAST (*Center of Development Advances of Science and Technology*) Universitas Jember dan Laboratorium Kimia Fisik Jurusan Kimia Fakultas dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

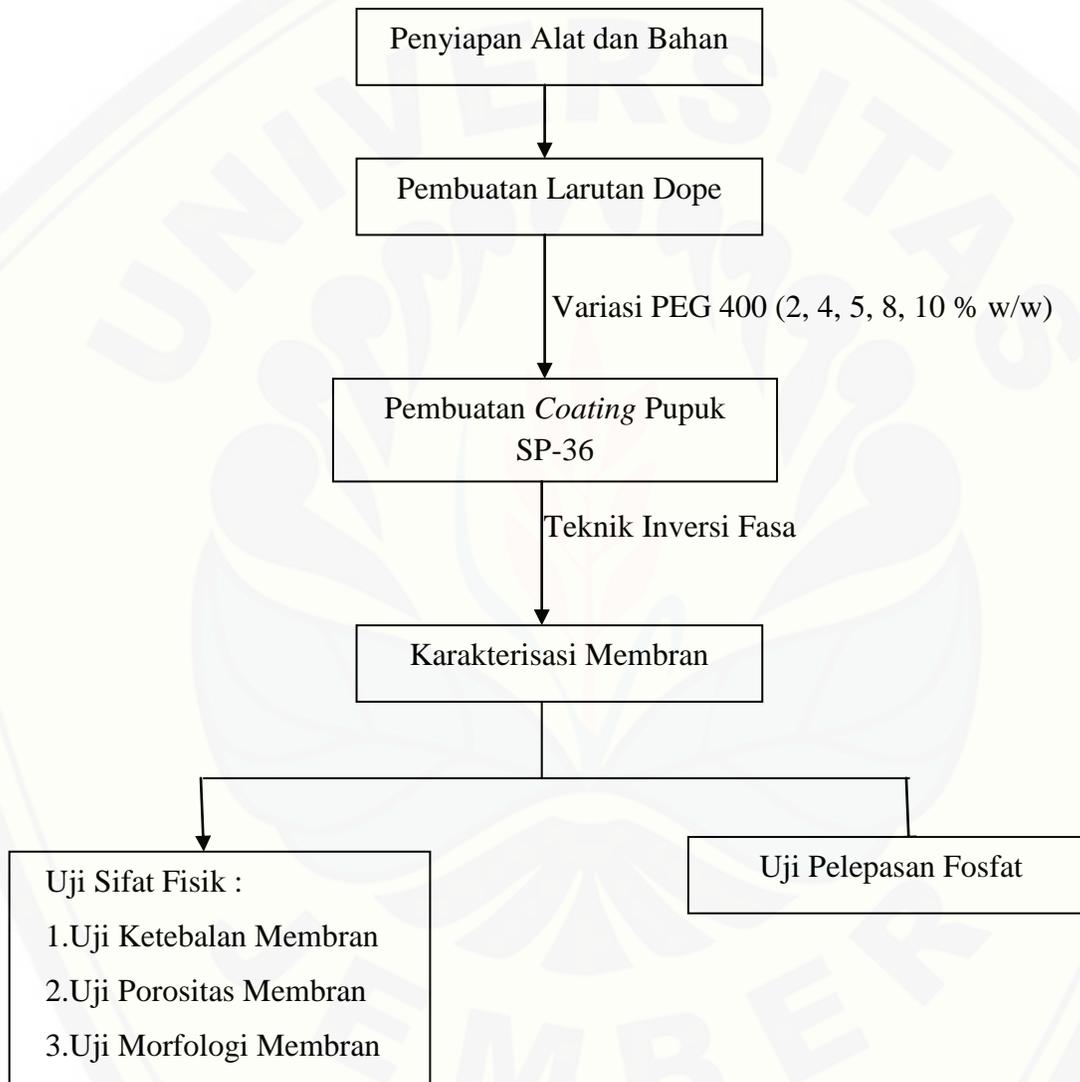
Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain : beaker glass 50 dan 100 mL, labu erlenmeyer 50 mL dan 100 mL, labu ukur 50 mL dan 100 mL, pipet volume 25 mL, pipet mohr 1mL, 5 mL, dan 10 mL, pipet tetes, ball pipet, gelas ukur 100 mL, labu ukur 10 mL dan 100 mL, bak koagulasi, termometer, neraca analitik, botol semprot, stirer magnetik, *water bath*, pemanas (*hot plate*), pengaduk, spatula, penggaris, gunting, corong, spektrofotometer, kuvet, oven, cawan petri, Scanning electron Microscope (*SEM*), mikrometer screw, desikator, piknometer.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah, polisulfon p.a 35 kDa, Polietilen glikol (PEG) *brataco chemika* 400 Da ($\rho = 1,128$ g/ml), alumunium foil, dimetilasetamida p.a (Merck, $\rho = 0,98$ g/ml), Pupuk SP-36, NaH_2PO_4 (Merck, Mr: 119, 98 g/mol), $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ (Merck, Mr = 1235,86 g/mol), Akuademin, H_2SO_4 (Merck, Mr =98,08 g/mol), antimoni kalium tartrat ($\text{KSbOC}_4\text{H}_4\text{O}_6$).

3.3 Diagram Alir Penelitian

Sesuai dengan permasalahan yang dikemukakan dan tujuan yang ingin dicapai dalam penelitian ini, maka pelaksanaan penelitian dilakukan seperti yang ditunjukkan pada gambar 3.1 :



Gambar 3.1. Diagram alir penelitian

3.4 Prosedur Kerja

Tahapan – tahapan yang akan dilakukan dalam penelitian ini meliputi pembuatan larutan dope dengan variasi PEG , *coating* pupuk SP-36 menggunakan teknik inversi fasa. Pupuk SP-36 yang telah mengalami *coating* kemudian dikarakterisasi sifat fisik dari membran pelapisnya serta dilakukan pengujian terhadap fosfat yang dilepaskan.

3.4.1. Pembuatan Larutan Dope

Pembuatan membran dilakukan dengan menggunakan teknik inversi fasa. Persiapan awal yang dilakukan untuk metode ini adalah dengan melarutkan polimer ke dalam suatu pelarut yang sesuai hingga diperoleh larutan dope. Larutan dope dibuat dengan memasukkan polisulfon 18% ke dalam pelarut DMAc 82%, larutan diaduk dengan pengaduk magnetik. Setelah larutan homogen ditambahkan PEG dan diaduk kembali hingga semua komponen homogen. Adapun berat PEG yang ditambahkan adalah sebesar 2%, 4%, 5%, 8%, dan 10% dari berat total larutan dope.

3.4.2 Pembuatan *Coating* pupuk SP-36

Larutan dope yang sudah homogen didiamkan hingga tidak terdapat gelembung udara di dalamnya. Setelah gelembung udara di dalam larutan dope hilang, dimasukkan butiran pupuk SP-36 ke dalam larutan dope tersebut. Setelah itu pupuk SP-36 yang telah tercampur dalam larutan dope, kemudian diambil dengan menggunakan spatula setiap butirnya untuk kemudian dimasukkan ke dalam bak koagulasi, setiap granula yang mengalami *coating* hanya terdapat 1 butir SP-36 di dalamnya. Proses koagulasi selesai ketika larutan dope yang melapisi pupuk SP-36 berubah menjadi padatan. Setelah proses koagulasi selesai pupuk SP-36 yang telah mengalami *coating* diangkat dan dikeringkan (Tomasweska, 2002).

3.4.3. Karakterisasi Sifat Fisik Membran

Karakterisasi sifat fisik dari membran meliputi uji ketebalan membran, uji porositas membran serta karakterisasi morfologi membran menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM), yang secara detail akan diterangkan pada prosedur berikut ini.

a. Pengukuran ketebalan membran

Ketebalan membran (*coating*) diukur dengan cara terlebih dahulu melakukan pengukuran terhadap pupuk SP-36 sebelum dilapisi oleh membran polisulfon (T_1) dengan menggunakan mikrometer *screw*, kemudian diukur ketebalan pupuk SP-36 setelah dilapisi dengan membran polisulfon (T_2). Ketebalan membran polisulfon dapat dihitung dengan menggunakan persamaan $T_2 - T_1$ (Tomasweska, 2002).

b. Uji Porositas Membran

Uji porositas membran dilakukan dengan menggunakan metode gravimetri. Granule tanpa pupuk dibasahi terlebih dahulu sebelum dilakukan pengukuran porositas. Adapun porositas dari *coating* ditentukan dengan persamaan berikut :

$$\epsilon = \frac{W_w - W_d}{\frac{W_w - W_d}{\rho_w} + \frac{W_d}{\rho_p}} \times 100\%$$

Keterangan: (W_w) *coating* basah, (W_d) *coating* kering, ρ_w dan ρ_p adalah densitas dari air dan polimer (Tomaszweska, 2002).

Pengukuran massa jenis dilakukan menggunakan piknometer. Pengukuran massa jenis air dilakukan dengan cara menimbang piknometer kosong yang bersih dan kering beserta tutupnya. Hasil penimbangan berat piknometer kosong adalah A gram. Piknometer tersebut dikondisikan pada suhu ruang yang kemudian diisi dengan air hingga tanda batas dan ditutup. Piknometer kemudian ditimbang menggunakan neraca analitik. Hasil penimbangan tersebut adalah B gram. Aquademin dikeluarkan dari piknometer kemudian dibilas hingga bersih. Pengukuran massa jenis sampel dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali atau triplo. Setelah data diperoleh, massa jenis cairan dapat diperoleh dengan menggunakan persamaan 3.1.

$$\text{Massa jenis } (\rho) = \frac{B-A}{V} \quad (3.1)$$

Keterangan : A = berat piknometer kosong (gram)

B = berat piknometer berisi cairan (gram)

V = volume piknometer (mL)

2. Pengukuran Massa Jenis Polimer

Pengukuran Massa Jenis Polimer dilakukan dengan membuat 0,1 gram granula tanpa pupuk dari larutan dope yang tersedia untuk kemudian dimasukkan ke dalam piknometer kosong dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Piknometer yang telah diisi dengan polimer dan akuades ditimbang dan dicatat massanya untuk kemudian dibagi dengan densitas air. V_w atau volume air menggunakan volume dari piknometer, sehingga dari ini dapat diketahui volume polimer dengan cara menghitung selisih dari V_w dan V_{fp} . Setelah diketahui volume polimer, maka untuk densitas polimer dapat diketahui dengan persamaan berikut:

$$V_{fp} = \frac{(\text{massa pikno+air+polimer}) - (\text{massa pikno kosong}) - \text{massa polimer}}{\rho_w}$$

$$V_p = V_w - V_{fp}$$

$$\rho_{\text{polimer}} = \frac{\text{massa polimer (gram)}}{\text{volume polimer}}$$

Keterangan: (V_{fp}) Volume flask polimer, (V_p) Volume polimer, (V_w) Volume air, (ρ_{polimer}) densitas polimer.

d. Karakterisasi Morfologi SEM

Karakterisasi morfologi membran dilakukan guna mengetahui pengaruh variasi PEG terhadap struktur pori top layer dan sub layer membran. Karakterisasi morfologi membran dilakukan dengan mengeluarkan material aktif (fosfat) dari *coating* kemudian dilakukan karakterisasi morfologi *coating* menggunakan Scanning Electrone Microscope (SEM) pada membran tanpa penambahan PEG, Membran dengan penambahan PEG yang laju pelepasan fosfatnya paling tinggi dan paling rendah (Tomasweska, 2002).

3.4.4 Karakterisasi Pelepasan fosfat

Fosfat yang terdapat di dalam sampel dapat diukur dengan menggunakan metode spektrometri karena fosfat dapat membentuk kompleks berwarna. Fosfat dapat mudah bereaksi dengan amonium molibdat membentuk suatu kompleks dengan menggunakan katalis kalium antimoni tartat kompleks tersebut direduksi oleh asam askorbat dan menghasilkan kompleks berwarna biru. Adapun tahapan-tahapan analisa dalam penentuan fosfat dimulai dengan pembuatan berbagai larutan yang dilanjutkan dengan pembuatan kurva kalibrasi dilakukan penentuan konsentrasi fosfat dalam sampel.

a. Pembuatan Pereaksi Fosfat Pekat

Pembuatan larutan pereaksi fosfat pekat dengan cara menimbang 1,20 gram ammonium molibdat diencerkan dengan 10 mL akuademin dalam labu ukur 100 mL, selanjutnya ditambahkan 0,028 gram antimoni kalium tartrat ($\text{KSbOC}_4\text{H}_4\text{O}_6$) yang telah dilarutkan kedalam 20 mL akuademin dan asam sulfat pekat ditambahkan secara perlahan sebanyak 14 mL. Larutan diencerkan dengan akuademin hingga 100 mL. Larutan ini sebaiknya disimpan pada tempat yang sejuk.

b. Pembuatan Pereaksi Pewarna Fosfat

Pembuatan pereaksi pewarna fosfat ini dilakukan dengan cara melarutkan 0,53 gram asam askorbat ke dalam 50 mL pereaksi pekat fosfat (pada point b). Selanjutnya ditambahkan 12,5 mL asam sulfat 2 M. Larutan tersebut diencerkan sampai tanda batas (500 mL). Larutan ini sebaiknya dibuat setiap hari (Agus, 2005).

c. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Pembuatan kurva kalibrasi diawali dengan membuat larutan standar fosfat dengan cara menimbang 0,126 gram natrium hidrogen fosfat (NaH_2PO_4). Padatan dilarutkan dalam 20 mL akuademin, dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL dan ditambahkan akuademin hingga tanda batas, diperoleh larutan standar fosfat dengan konsentrasi 100 ppm. Larutan standar fosfat dengan konsentrasi 100 ppm diambil sebanyak 0 mL, 1 mL, 2mL, 4mL, 6mL, 8 mL, dan 10 mL untuk kemudian dimasukkan dalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan dengan akuades hingga tanda

batas. Larutan standar tersebut masing- masing memiliki konsentrasi 0 ppm, 10 ppm, 20 ppm, 40ppm, 60 ppm, 80 ppm, 100 ppm.

Pembuatan kurva kalibrasi dilakukan dengan mengambil larutan standar dengan konsentrasi 0 ppm, 10 ppm, 20 ppm, 40ppm, 60 ppm, 80 ppm, 100 ppm. Masing-masing dari larutan standar tersebut diambil sebanyak 1 mL, dimasukkan dalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan dengan reagen sebanyak 5 mL, kemudian ditambahkan dengan akuades hingga tanda batas. Diperoleh larutan standar dengan konsentrasi 0, 1, 2, 4, 6, 8, dan 10 ppm. Larutan dikocok dan didiamkan hingga 30 menit. Larutan dengan konsentrasi 6 ppm dimasukkan ke dalam kuvet dan diukur dengan spektrometer pada panjang gelombang 400-780 nm. Larutan blanko yang digunakan adalah larutan standar 0 ppm dengan penambahan perlakuan yang sama.

Larutan standar dengan konsentrasi 0, 1, 2, 4, 6, 8, dan 10 ppm dimasukkan ke dalam kuvet dan diukur dengan spektrofotometer visible pada panjang gelombang maksimum dan dibaca absorbansi yang diperoleh. Masing – masing pengukuran dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan.

d. Pengukuran Konsentrasi Fosfat dalam Sampel

Besarnya fosfat yang dilepaskan terhadap fungsi waktu dari masing – masing produk dilakukan dengan cara medistribusikan 0,55 gram SP-36 yang telah mengalami *coating* ke dalam 7 beaker glass masing – masing berisi 50 mL air. Beaker tersebut didiamkan pada temperatur ruang, dan pengukuran dilakukan selama 7 hari. Selanjutnya setiap 24 jam sampel dipipet 1 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditambahkan dengan reagen sebanyak 5 mL, kemudian ditambahkan dengan akuades hingga tanda batas. Larutan dikocok dan didiamkan hingga 30 menit. Larutan dimasukkan ke dalam kuvet dan diukur dengan spektrometer pada panjang gelombang maksimum. Beaker yang larutannya telah diambil sebagai sampel tidak digunakan lagi untuk pengukuran selanjutnya, sehingga untuk 24 jam pertama diambil larutan dari beaker pertama, kemudian 24 jam kedua diambil larutan dari beaker kedua, dan seterusnya hingga beaker ketujuh pada hari ke tujuh. Pengukuran untuk setiap larutan beaker dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan.

e. Pengukuran konsentrasi Fosfat pada pupuk *Non-Coating*

Besarnya fosfat yang dilepaskan terhadap fungsi waktu dari pupuk *Non-Coating* dilakukan dengan cara medistribusikan 0,55 gram SP-36 yang tidak mengalami *coating* ke dalam beaker glass yang berbeda, masing – masing berisi 50 mL air. Beaker tersebut didiamkan pada temperatur ruang, dan pengukuran dilakukan selama beberapa hari. Selanjutnya sampel dipipet 1 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditambahkan dengan reagen sebanyak 5 mL, kemudian ditambahkan dengan akuades hingga tanda batas. Larutan dikocok dan didiamkan hingga 30 menit. Larutan dimasukkan ke dalam kuvet dan diukur dengan spektrometer pada panjang gelombang maksimum. Beaker yang larutannya telah diambil sebagai sampel tidak digunakan lagi untuk pengukuran selanjutnya, sehingga untuk 24 jam pertama diambil larutan dari beaker pertama, kemudian 24 jam kedua diambil larutan dari beaker kedua, dan seterusnya Pengukuran untuk setiap larutan beaker dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan.

BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pembuatan Larutan *Dope*

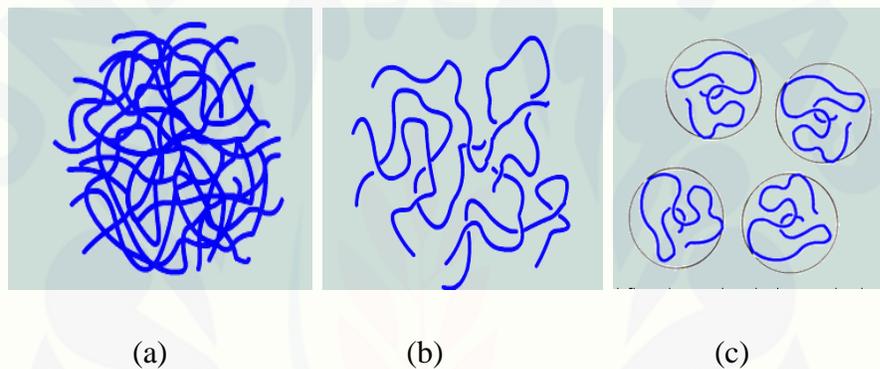
Controlled Release atau sistem pelepasan terkendali merupakan suatu metode yang digunakan untuk menekan pelepasan zat aktif, sehingga pelepasan zat aktif tersebut dapat terkontrol (Azzem *et al*, 2014). Penelitian ini mencoba untuk memanfaatkan sistem pelepasan terkendali tersebut untuk menekan pelepasan dari zat aktif berupa pupuk. Adapun pupuk yang digunakan pada penelitian ini adalah pupuk fosfat atau yang umum dikenal dengan pupuk SP-36. Teknik pembuatan CRF (*Controlled release fertilizer*) ini dimulai dengan terlebih dahulu membuat larutan *dope* yang berfungsi sebagai pelapis atau *coating* dari pupuk SP-36.

Proses pembuatan *coating* berupa larutan *dope* yang terdiri dari padatan Polisulfon sebagai polimer, DMAc sebagai pelarut, dan PEG 400 sebagai aditif. Gambar 4.1 menunjukkan tampilan fisik dari salah satu contoh larutan *dope* yang terdiri atas Polisulfon, DMAc dan penambahan PEG 2%. Secara fisik larutan *dope* dengan berbagai kandungan PEG tidak dapat dibedakan, semuanya membentuk larutan homogen yang berwarna kuning jernih kental.



Gambar 4.1 Larutan *dope* dari campuran PSF-DMAc dan PEG 2%

Bentuk larutan kental sendiri merupakan salah satu sifat larutan polimer. Hal ini dikarenakan polimer merupakan makromolekul. Proses pelarutan polimer berbeda dengan pelarutan pada molekul kecil. Gambar 4.2 a menunjukkan molekul polimer dalam keadaan padat sesaat setelah ditambahkan pelarut. Setelah itu dilanjutkan dengan tahap difusi pelarut pada polimer, sehingga polimer mengalami swelling atau mengembang seperti yang ditunjukkan pada gambar 4.2 b. Tahap berikutnya polimer tersolvasi oleh pelarut sehingga semua polimer akan larut seperti yang ditunjukkan pada gambar 4.2 c.

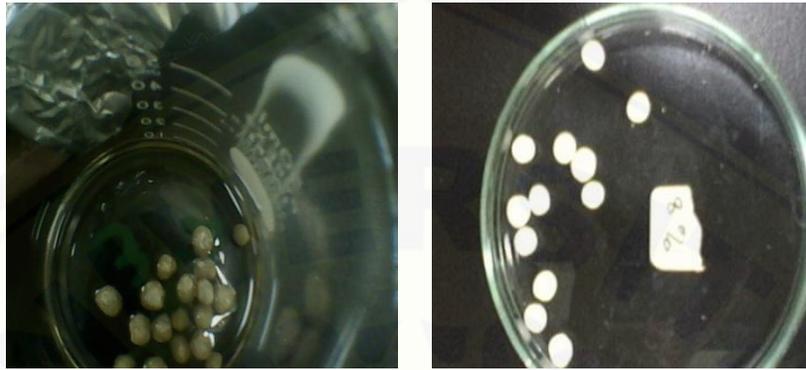


Gambar 4.2 a. Mekanisme pelarutan polimer a.molekul polimer dalam keadaan padat sesaat setelah ditambahkan pelarut; b. Tahap pelarutan polimer yang pertama polimer mengalami swelling atau mengembang, c.Polimer tersolvasi membentuk larutan polimer (Billmeyer,1975).

4.2. Pembuatan *Coating* pupuk SP-36

Membran *coating* pada pupuk mengikuti bentuk dari pupuk SP-36 yang berupa *bead*. Membran *coating* dibuat dengan cara memasukkan pupuk ke dalam larutan polimer, kemudian pupuk yang telah dimasukkan ke dalam larutan polimer tersebut dimasukkan dalam bak koagulasi yang berisi air. Setelah itu pada bak koagulasi terjadi perubahan pada pupuk SP-36 yang awalnya dilapisi larutan polimer kental berwarna kuning jernih menjadi padatan berwarna putih. Terbentuknya

padatan berwarna putih ini menunjukkan bahwa lapisan membran *coating* telah terbentuk.



(a)

(b)

Gambar 4.3 Proses *coating* pupuk, a. pupuk berada dalam larutan polimer, b. Pupuk setelah mengalami *coating*.

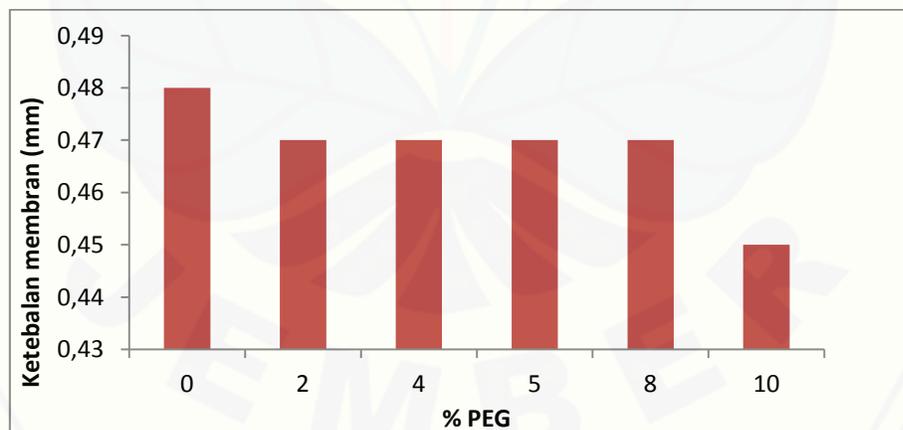
Perubahan yang terjadi pada pupuk sebelum dan setelah dimasukkan ke dalam bak koagulasi ditunjukkan pada Gambar 4.3. Gambar 4.3 (a) menunjukkan pupuk yang dimasukkan ke dalam larutan polimer. Hasil membran *coating* pada pupuk tampak berwarna putih seperti yang ditunjukkan pada gambar 4.3 (b). Pembuatan *coating* dilakukan melalui teknik fase inversi, pada teknik fase inversi ini terjadi perubahan pada polimer dari bentuk cair menjadi padat.

Pembentukan *coating* terjadi ketika larutan polimer dicetak menggunakan spatula kemudian dimasukkan ke dalam bak koagulasi yang berisi air (non pelarut), terjadi proses difusi pelarut ke dalam bak koagulasi. Perpindahan pelarut ke dalam bak koagulasi ini menyebabkan terjadinya pemisahan fasa di mana pada permukaan padatan akan lebih rapat dibandingkan dengan lapisan di bawahnya. Hal ini disebabkan perpindahan pelarut dalam bak koagulasi yang terjadi di bagian permukaan akan lebih cepat dibanding dengan perpindahan pelarut yang ada di bawahnya. Ketika terjadi proses pemisahan fasa bagian permukaan dikatakan fasa

kaya polimer sedangkan di bagian bawah dikatakan sebagai fasa cairan miskin polimer (Mulder, 1996).

4.3 Pengaruh kandungan PEG terhadap Ketebalan Membran *Coating*

Pengaruh kandungan PEG terhadap ketebalan membran *coating* ditunjukkan pada gambar 4.4. Berdasarkan kurva hubungan kandungan PEG dengan ketebalan membran *coating*, tampak bahwa peningkatan kandungan PEG menghasilkan ketebalan yang fluktuatif. Namun, yang menarik adalah membran *coating* tanpa penambahan PEG memiliki ketebalan yang lebih besar dibandingkan dengan membran *coating* dengan penambahan PEG (untuk semua komposisi). Hal ini dapat dijelaskan dari proses pembentukan membran. PEG merupakan molekul berantai panjang yang memiliki berat molekul yang lebih besar jika dibandingkan dengan molekul pelarut (DMAc). Berat molekul yang besar ini menyebabkan mobilitasnya juga lebih rendah dibandingkan DMAc. Ketika terjadi pemisahan fasa, PEG cenderung berada pada matriks polimer, dan ketika keluar dari matriks polimer menghasilkan pori pada membran. Adanya pori pada membran berakibat pada ketebalannya, ketebalan membran relatif menjadi lebih kecil.



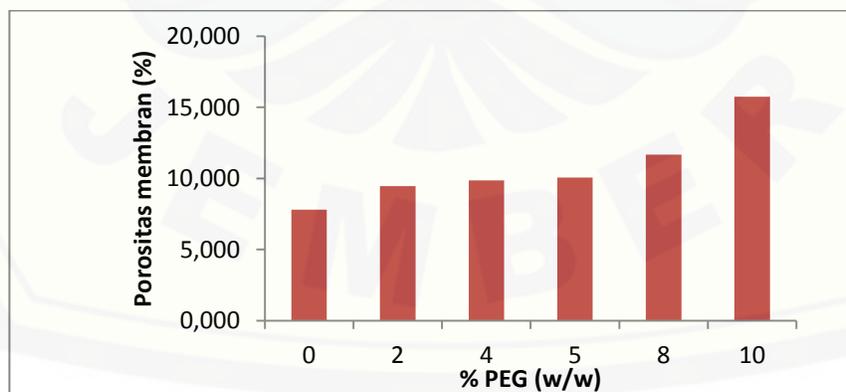
Gambar 4.4 ketebalan *coating* terhadap peningkatan PEG

Perbedaan ketebalan membran diindikasikan terjadi akibat komposisi PEG yang ditambahkan. Total dari perbandingan antara polimer dan pelarut dibuat sama

untuk setiap variasi PEG yang dilakukan yakni polisulfon 18% dan pelarut 82%. Semakin banyak PEG yang meninggalkan matriks membran, maka semakin banyak pula pori yang terbentuk pada matriks membran, sehingga membran dengan penambahan PEG relatif lebih tipis jika dibandingkan dengan membran tanpa penambahan PEG.

4.4 Pengaruh Kandungan PEG terhadap Porositas Membran

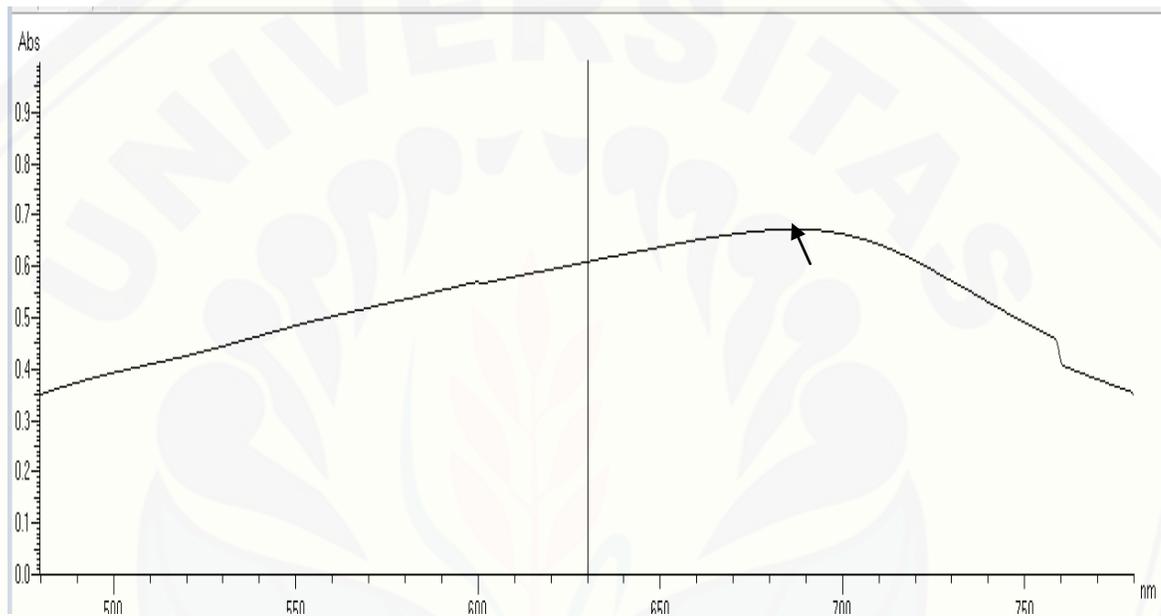
Nilai porositas membran sebagai fungsi dari kandungan PEG terhadap porositas membran ditunjukkan pada gambar 4.5. Tampak bahwa dengan meningkatnya penambahan PEG, porositas yang dihasilkan juga semakin meningkat. Peningkatan ini dapat dijelaskan bahwa dalam larutan polimer, PEG memiliki berat molekul yang lebih besar dibanding dengan berat molekul pelarutnya. Dengan demikian ketika pemisahan fasa terjadi, PEG yang memiliki berat molekul besar, mobilitasnya juga rendah, akibatnya pada saat pemisahan fasa PEG ada di matriks polimer dan pelan-pelan akan keluar dari matriks membran ketika berada pada bak koagulasi. Semakin banyak PEG yang ditambahkan, maka akan semakin banyak jumlah PEG yang terjebak di dalam matriks membran meninggalkan pori yang semakin besar. Sehingga semakin banyak PEG yang ditambahkan porositas (perbandingan antara volume pori dan volume total membran) akan semakin besar.



Gambar 4.5 porositas membran terhadap peningkatan PEG

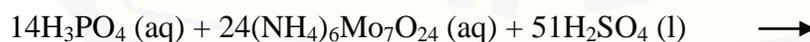
4.5 Pengaruh variasi penambahan PEG terhadap pelepasan fosfat

Pelepasan fosfat dalam media air ditentukan dengan menggunakan metode spektrofotometri. Tahapan pada metode ini diawali dengan penentuan panjang gelombang maksimum. Panjang gelombang maksimum merupakan panjang gelombang dimana sampel memiliki serapan maksimum. Panjang gelombang maksimum yang diperoleh dari larutan fosfat ditunjukkan pada gambar 4.6.



Gambar 4.6 Scanning panjang gelombang untuk penentuan fosfat

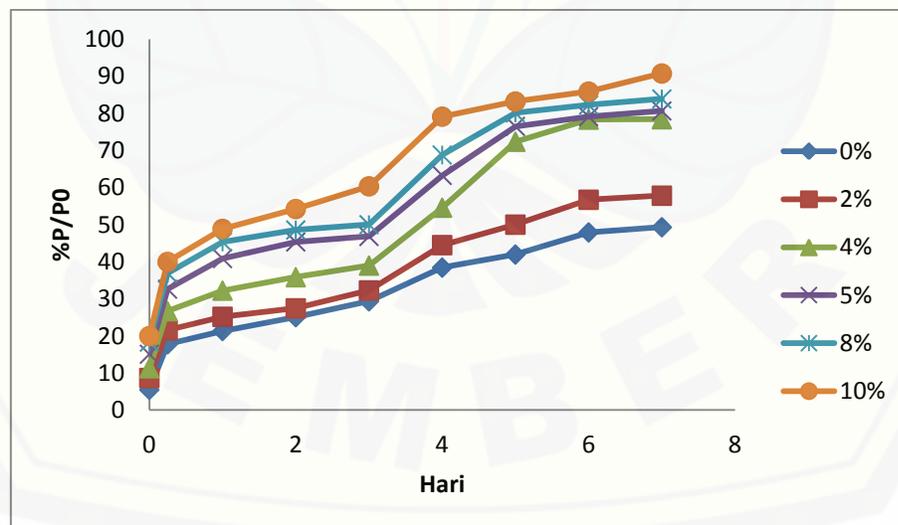
Tampak pada gambar 4.6 serapan maksimum yang diperoleh pada panjang gelombang 686,5 nm yang mewakili pembentukan kompleks ammonium molibdat dengan warna biru. Kompleks biru $[\text{PMo}_4\text{Mo}_8\text{O}_{40}]^{7-}$ terbentuk dari hasil reaksi antara fosfat dan reagen ammonium molibdat, yang diperoleh dari reaksi berikut (Murphy dan Riley dalam Enemchukwu (2012)).



Selanjutnya kompleks $14(\text{NH}_4)_3\text{PMo}_{12}\text{O}_{40}$ tersebut direduksi oleh adanya asam askorbat. Persamaan reaksinya adalah sebagai berikut:

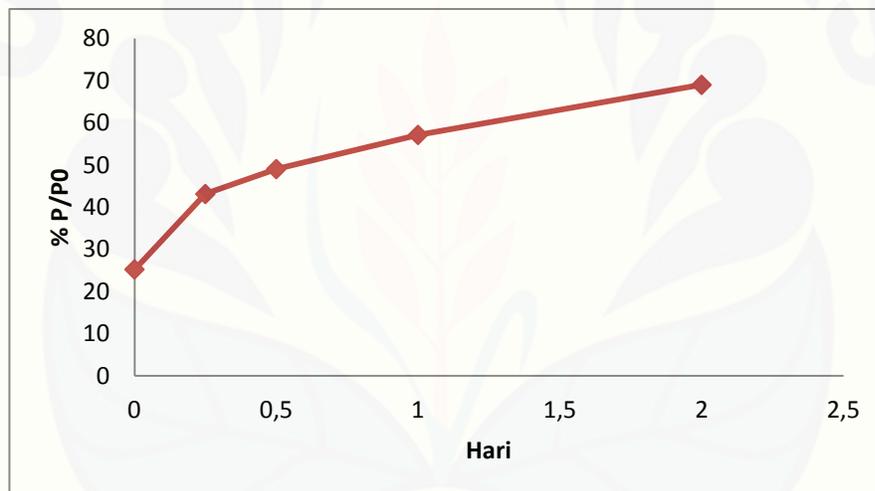


Hasil pengukuran panjang gelombang maksimum, digunakan untuk menentukan kandungan fosfat dalam sampel. Gambar 4.7 menunjukkan kurva perubahan kandungan fosfat terhadap waktu. Tampak pada gambar bahwa pupuk SP-36 yang dilapisi oleh membran polisulfon untuk berbagai kandungan PEG mengalami peningkatan konsentrasi dari fosfat yang dilepaskan setiap harinya. Pelepasan fosfat akan meningkat seiring dengan bertambahnya waktu perendaman pupuk SP-36 yang telah mengalami *coating*. Tampak pada hari ke-0 telah ada fosfat yang dilepaskan, dimana pada membran *coating* tanpa PEG pelepasannya adalah yang paling rendah yakni sebesar 5,48% dan pada PEG 10% pelepasannya sebesar 19,97%. Kecenderungan dari pelepasan fosfat seiring dengan bertambahnya waktu semakin meningkat untuk membran *coating* dengan kandungan PEG $0\% < 2\% < 4\% < 5\% < 8\% < 10\%$.



Gambar 4.7 Persentase fosfat yang dilepaskan setiap hari

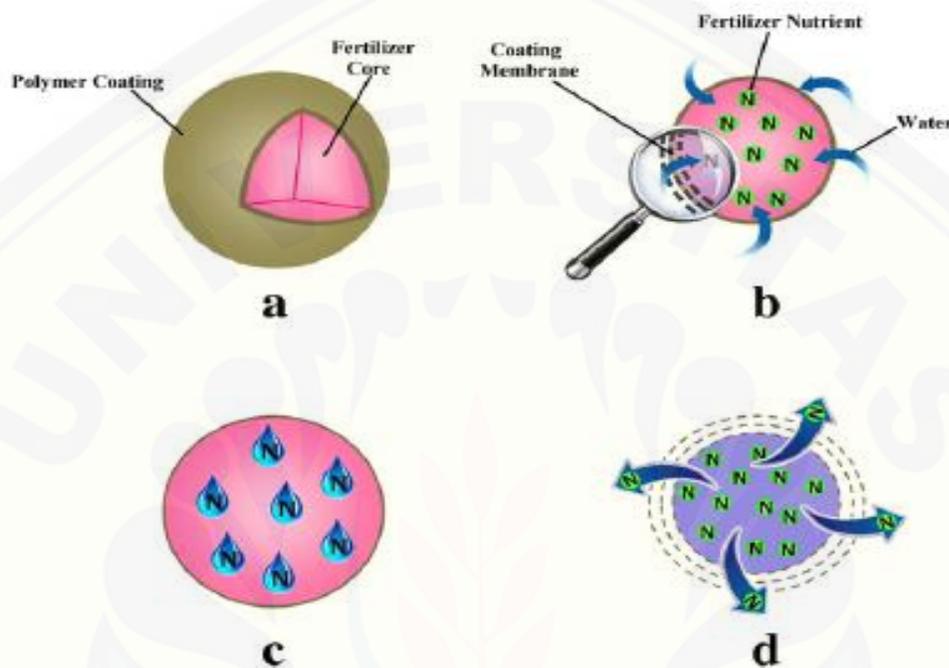
Konsentrasi fosfat yang dilepaskan dapat dijelaskan dengan memperhatikan nilai porositas dari membran yang dihasilkan. Semakin besar porositas dari membran yang dihasilkan maka presentase fosfat yang dilepaskan juga semakin besar. Gambar 4.8 mewakili pelepasan fosfat pada pupuk SP-36 tanpa *coating* (tanpa pelapisan oleh membran). Tampak pada gambar 4.8 pada jam ke-0 fosfat yang dilepaskan lebih dari 20%, kemudian pada perlakuan 6 jam berikutnya fosfat yang terukur semakin meningkat hingga hari kedua sebesar 68,9% , sementara itu untuk pupuk SP-36 yang telah mengalami *coating* pada gambar 4.7 baru mencapai 68,7% pada hari ke-4 untuk membran *coating* dengan kandungan PEG 8%, hal ini menunjukkan bahwa telah terjadi proses *slow release* dengan adanya membran *coating*.



Gambar 4.8 Presentase fosfat tanpa pelapisan

Konsentrasi fosfat yang terukur dari pupuk SP-36 tanpa pelapisan relatif lebih tinggi jika dibandingkan dengan pupuk SP-36 yang dilapisi oleh membran *coating*. Hal tersebut dikarenakan untuk pupuk SP-36 yang dilapisi oleh membran *coating* tidak mengalami kontak langsung dengan air, air masuk secara perlahan melalui pori-pori dari membran *coating* dan fosfat yang terlarut juga dilepaskan secara perlahan melalui pori-pori dari membran *coating*. Sedangkan untuk pupuk tanpa pelapisan akan lebih mudah larut karena mengalami kontak langsung dengan air.

Pelepasan fosfat dari pupuk ini dapat dijelaskan melalui mekanisme difusi, yaitu masuknya air ke dalam pupuk SP 36 yang telah dilapisi oleh membran *coating* dapat di jelaskan dengan mekanisme difusi, yang dijelaskan pada gambar 4.9.



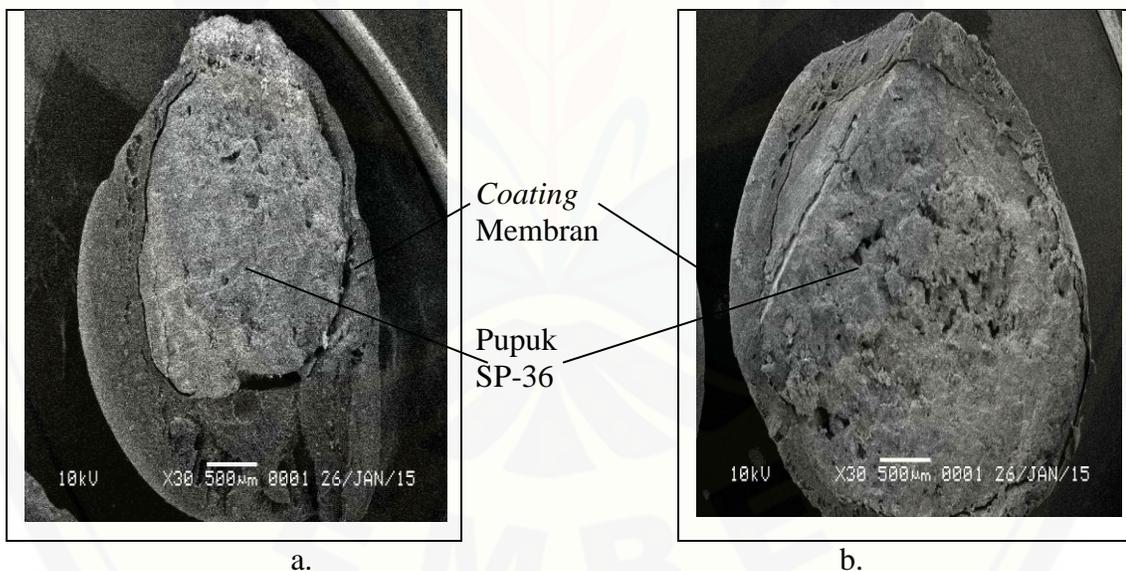
Gambar 4.9 Mekanisme Pelepasan Nutrient aktif dalam CRF (Azemm et al, 2014).

Gambar 4.9 a. mewakili pupuk yang telah dilapisi membran *coating*, dimana untuk lapisan tipis yang berada di permukaan dari pupuk merupakan membran *coating*. Sementara bagian dalam merupakan pupuk atau zat aktif. Membran *coating* tersebut berperan sebagai penghalang antara pupuk yang terdapat di bagian dalam lapisan membran dengan air yang terdapat di bagian luar dari membran. Air yang terdapat di bagian luar dari membran akan dapat masuk secara perlahan ke dalam pupuk yang telah terlapi oleh membran *coating* melalui pori-pori yang terdapat pada membran *coating* yang ditunjukkan pada gambar 4.9 b. Simbol N menunjukkan nutrien pada pupuk yang telah dilapisi oleh membran *coating*. Setelah air masuk melalui pori-pori dari membran, maka nutrien pada pupuk akan larut seperti yang ditunjukkan pada gambar 4.9 c. Larutnya nutrien pada pupuk tersebut menyebabkan

terbentuknya gradien konsentrasi pada bagian dalam dari membran *coating* dan bagian luar dari membran *coating*. Terbentuknya gradien konsentrasi di bagian dalam dari membran *coating* dan bagian luar dari membran *coating* menyebabkan nutrisi yang terdapat di bagian dalam membran *coating* akan dilepaskan secara perlahan melalui proses difusi guna mencapai keadaan setimbang seperti yang ditunjukkan pada gambar 4.9 d.

4.6 Morfologi membran *coating*

Membran *coating* merupakan suatu lapisan tipis yang melapisi pupuk, lapisan tipis ini berperan sebagai *barrier* antara bagian dalam pupuk dan bagian luar dari pupuk. Analisis morfologi untuk membran *coating* hanya dilakukan pada membran yang memiliki release atau yang melepaskan fosfatnya paling besar yakni membran *coating* dengan penambahan PEG 10% dan membran *coating* tanpa perlakuan PEG. Hasil morfologi pada bagian penampang lintangnya ditunjukkan pada gambar 4.10.



Gambar 4.10 Morfologi penampang lintang a.pupuk yang dilapisi membran *coating* tanpa penambahan PEG dan b. pupuk yang dilapisi membran *coating* dengan penambahan PEG 10%.

Gambar 4.10 a. mewakili penampang lintang dari pupuk SP-36 setelah dilapisi membran polisulfon tanpa penambahan PEG dan 4.10 b adalah visualisasi pupuk setelah dilapisi membran *coating* dengan penambahan PEG 10%. Secara visual atau kualitatif info yang dapat diperoleh dari gambar 4.10 bahwa ketebalan membran *coating* tanpa penambahan PEG relatif lebih tebal jika dibandingkan dengan pupuk yang dilapisi membran dengan penambahan PEG 10%. Hasil tampilan penampang melintang permukaan membran *coating* tanpa penambahan PEG dan membran *coating* dengan penambahan PEG 10% dapat dilihat pada gambar 4.11.



a.

b.

Gambar 4.11 Perbandingan morfologi penampang melintang a. membran *coating* tanpa penambahan PEG b. membran *coating* dengan penambahan PEG 10%.

Gambar 4.11 menunjukkan bahwa membran *coating* tanpa penambahan PEG memiliki struktur pori yang rapat dan ukuran pori yang lebih kecil jika dibandingkan dengan membran *coating* dengan penambahan PEG 10%. Hal tersebut dikarenakan penambahan PEG dapat menghambat terjadinya penarikan DMAc oleh nonpelarut, dikarenakan PEG sendiri merupakan suatu polimer sehingga jika dibandingkan dengan DMAc yang merupakan molekul kecil mobilitasnya lebih lambat. Mobilitas PEG yang lebih lambat dibandingkan dengan DMAc akan menyebabkan DMAc lebih

mudah bergerak meninggalkan matriks polimer dan mengalami pertukaran dengan non pelarut yang terdapat di dalam bak koagulasi. PEG yang pergerakannya lebih lambat dibandingkan dengan dengan DMAc akan tertahan lebih lama di dalam matriks polimer akibatnya keberadaan PEG tersebut akan dapat menyebabkan terbentuknya pori di dalam matriks membran sehingga akan dihasilkan membran dengan pori yang besar.



BAB 5. PENUTUP

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil analisis data yang diperoleh, dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Kandungan PEG dalam larutan polimer berpengaruh pada ketebalan, morfologi, porositas dan pelepasan fosfat dalam air. Peningkatan kandungan PEG meningkatkan porositas membran *coating* dan pelepasan fosfat dalam air.
2. Penampang lintang membran menunjukkan bahwa membran dengan kandungan PEG 10% memiliki ukuran pori lebih besar dibanding dengan membran tanpa PEG.

5.2 Saran

Berdasarkan morfologi penampang lintang membran, menunjukkan bahwa ketebalan yang dihasilkan tidak merata, sehingga perlu penyempurnaan pembuatan membran menggunakan alat yang lebih presisi. Selain itu perlu dilakukan pemilihan ukuran pupuk agar diperoleh pupuk dengan ukuran yang seragam.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim. 2012. *PEG 400* [Serial Online]. [http://en.wikipedia.org/wiki/PEG 400](http://en.wikipedia.org/wiki/PEG_400) [27 februari 2014].
- Anonim. 2005. *How a Polymer Gets Dissolved* [Serial Online] <http://www.pslc.ws/macrog/ps3.htm> [13 Januari 2015].
- Azeem, Basit, KuShaari, Man, & Thanh. 2014. "Review on materials & methods to produce controlled release coated urea fertilizer". *Journal of Controlled Release*. Vol 181(07) : 11–21.
- Bandrup, J., Immergut, E.H., dan Grulke, E.A. 1999. *Polymer Handbook Fourth Edition colume II*. Canada : John Willey 7 Sons, Inc., Hoboken, New Jerseypublish.
- Chakrabarty, B., Ghoshal, A.K., & Purkait, M. K. 2008. SEM analysis and gas permeability test to characterize polysulfone membrane prepared with polyethylene glycol as additive. *Journal of Colloid and Interface Science*. Vol 320(1) : 245–253.
- Chien, S., H., Prochnow, L.I., & Cantarellas, H. 2009. Recent Developments of Fertilizer Production and Use to Improve Nutrient Efficiency and Minimize Environmental Impacts. *Journal of Advances in Agronomy*, Vol 102(09): 13-14.
- Cornforth . 2000. *The Fate Of Phosphate Fertilizers In Soil*. Department of Soil Science,Lincoln University.
- Day, R. A. & Underwood, A. L. *Analisa Kimia Kuantitatif. Edisi Keenam*. Terjemahan oleh Iis Sopyan. 2001. Jakarta: Erlangga.
- Enemchukwu, E. M. 2012. Fabrication and Use of New Solid State Phosphate Ion Selective Electrodes for Monitoring Phosphorylation and Dephosphorylation Reactions. Thesis. Africa: University of South Africa.
- Javiya, Yogesh, .Gupta,.Singh, & Bhattacharya. 2008. Porometry Studies of the Polysulfone Membranes on Addition of Poly(ethylene Glycol) in Gelation

- Bath During Preparation. *Journal of Mexican Chemical Society* Vol 52(2):140-144.
- Kanegsberg, B. Dan Kanegsberg, Ed. 2011. *Handbook for Critical Cleaning : Cleaning agents and System*, Volume 2. Tanpa Kota : CRC Press.
- Mulder, M. 1996. *Basic Principles of Membrane Technology*. London : Kluwer Academic Publisher.
- Wenten, I.G. 1999. *Technology Membran Industrial*. Bandung:ITB Bandung.
- Oxtoby, D. W., Gillis, H. P., dan Nachtrieb, N. H. 1986. *Prinsip-Prinsip Kimia Modern*. Terjemahan oleh Suminar Setiati Achmadi. 2003. Jakarta: Erlangga.
- Shaviv, A. 2000. *Advances In Controlled Release Fertilizer*. Israel: IIT Haifa
- Sulaeman, Suparto dan Eviati. 2005. *Petunjuk Teknis Analisis Kimia Tanah, Tanaman, Air dan Pupuk*. Bogor: Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian.
- Thomason, W. 2002. *Understanding Phosphorus Behavior in Soil*. [www.noble](http://www.noble.org/ag/soils/phosphorusbehavior/) [Serial Online] <http://www.noble.org/ag/soils/phosphorusbehavior/>. [10 Januari 2014].
- Tomasweska, M. & Jarosiewicz, A. 2002. Use of Polysulfone in Controlled-Release NPK Fertilizer . *Journal Of Agricultural and Food Chemistry*. Vol.50(16) :4634-4639.

Lampiran**Tabel 1. Densitas air**

Massa Pikno Kosong (g)	Pikno + air (g)	Massa air (g)	V _{pikno} (ml)	d (g/ml)	d rerata (g/ml)	SD
31,091	40,965	9,874	10	0,9874	0,9866	0,0008
31,102	40,96	9,858	10	0,9858		
31,092	40,958	9,866	10	0,9866		

Cara menghitung densitas air

$$\rho_w = \frac{(Massa\ pikno+air) - (massa\ pikno\ kosong)}{V_p} = \frac{massa\ air}{10\ ml}$$

$$\rho_w = \frac{40,965\ gram - 31,091\ gram}{10\ ml} = 0,9874\ gram / ml$$

Tabel 2. Ketebalan membran *Coating* dengan variasi kandungan PEG

Variasi PEG	Ulangan	Diameter Luar (mm)	Diameter Dalam (mm)	Ketebalan membran (mm)	Ketebalan Rata-Rata (mm)	SD
0 %	1	4,42	3,99	0,43	0,48	0,050
	2	4,44	3,90	0,54		
	3	4,32	3,84	0,48		
	4	4,39	3,87	0,52		
	5	4,15	3,64	0,51		
	6	3,50	3,05	0,45		
	7	4,34	3,90	0,44		
	8	4,43	3,90	0,53		
	9	3,53	3,07	0,46		
	10	3,47	3,04	0,43		
	11	4,36	3,96	0,40		
	12	4,38	3,83	0,55		
	13	4,42	3,91	0,51		
	14	4,27	3,85	0,42		
	15	4,29	3,74	0,55		
	16	4,47	4,02	0,45		
2 %	1	4,47	3,91	0,56	0,47	0,048
	2	4,42	4,02	0,40		
	3	4,27	3,85	0,42		
	4	3,78	3,36	0,42		
	5	4,31	3,80	0,51		
	6	3,89	3,49	0,40		
	7	4,38	3,89	0,49		
	8	4,45	3,89	0,56		
	9	4,37	3,89	0,48		
	10	3,51	3,05	0,46		
	11	4,12	3,68	0,44		
	12	3,80	3,35	0,45		
	13	4,23	3,76	0,47		
	14	5,12	4,63	0,49		
	15	4,93	4,47	0,46		
	16	4,41	3,93	0,48		

Variasi PEG	Ulangan	Diameter Luar (mm)	Diameter Dalam (mm)	Ketebalan membran (mm)	Ketebalan Rata-Rata (mm)	SD
4 %	1	3,99	3,48	0,51	0,47	0,031
	2	4,31	3,87	0,44		
	3	4,34	3,88	0,46		
	4	3,63	3,21	0,42		
	5	4,73	4,24	0,49		
	6	4,23	3,77	0,46		
	7	4,17	3,67	0,50		
	8	4,14	3,68	0,46		
	9	4,38	3,96	0,42		
	10	3,84	3,43	0,41		
	11	3,77	3,30	0,47		
	12	3,85	3,38	0,47		
	13	4,39	3,91	0,48		
	14	4,09	3,60	0,49		
	15	5,02	4,51	0,51		
	16	4,76	4,28	0,48		
5 %	1	4,35	3,92	0,43	0,47	0,032
	2	4,37	3,88	0,49		
	3	4,32	3,86	0,46		
	4	4,13	3,66	0,47		
	5	4,39	3,93	0,46		
	6	3,84	3,42	0,42		
	7	3,67	3,26	0,41		
	8	4,04	3,57	0,47		
	9	3,54	3,08	0,46		
	10	3,99	3,55	0,44		
	11	5,03	4,52	0,51		
	12	4,29	3,81	0,48		
	13	4,28	3,78	0,50		
	14	4,08	3,56	0,52		
	15	4,17	3,68	0,49		
	16	4,19	3,70	0,49		

Variasi PEG	Ulangan	Diameter Luar (mm)	Diameter Dalam (mm)	Ketebalan membran (mm)	Ketebalan Rata-Rata (mm)	SD
8 %	1	4,33	3,88	0,45	0,47	0,023
	2	4,36	3,88	0,48		
	3	4,36	3,96	0,40		
	4	4,23	3,77	0,46		
	5	4,19	3,74	0,45		
	6	3,63	3,15	0,48		
	7	4,62	4,13	0,49		
	8	4,17	3,69	0,48		
	9	3,85	3,39	0,46		
	10	3,58	3,14	0,44		
	11	4,34	3,84	0,50		
	12	4,28	3,81	0,47		
	13	4,08	3,61	0,47		
	14	3,67	3,20	0,47		
	15	4,38	3,90	0,48		
	16	4,04	3,58	0,46		
10 %	1	4,37	3,90	0,47	0,45	0,019
	2	4,26	3,80	0,46		
	3	4,29	3,87	0,42		
	4	4,13	3,68	0,45		
	5	4,39	3,96	0,43		
	6	4,27	3,82	0,45		
	7	4,05	3,60	0,45		
	8	4,25	3,78	0,47		
	9	4,43	4,01	0,42		
	10	4,34	3,87	0,47		
	11	4,32	3,87	0,45		
	12	4,26	3,80	0,46		
	13	4,32	3,90	0,42		
	14	4,17	3,69	0,48		
	15	4,36	3,91	0,45		
	16	4,12	3,68	0,44		

Contoh perhitungan ketebalan *coating* :

Ketebalan coating = Diameter luar (mm) – diameter dalam (mm)

Jika Diameter luar (diameter pupuk + *coating*) = 4,42 mm

diameter dalam (diameter pupuk tanpa coating) = 3,99 mm, maka ketebalan dari coating :

Ketebalan coating = 4,42 mm – 3,99 mm
= 0,43 mm

Tabel 3. Data Densitas polimer dengan berbagai variasi PEG pada temperatur ruang

Variasi	ulangan	Volume	Massa Pikno kosong (g)	Massa pikno + air (g)	massa air (g)	Densitas air (g/ml)	Massa pikno + air + polimer (g)	massa polimer	Vfp (ml)	Vw (ml)	Vp (ml)	ρ polimer	ρ polimer rata- rata
		Pikno (ml)											
0	1	10	31,091	40,965	9,874	0,9866	40,875	0,102	9,814	10	0,186	0,547	0,6099
	2	10	31,092	40,960	9,868	0,9866	40,903	0,108	9,835	10	0,165	0,654	
	3	10	31,091	40,958	9,867	0,9866	40,899	0,102	9,838	10	0,162	0,629	
2	1	10	31,091	40,976	9,885	0,9866	40,829	0,106	9,763	10	0,237	0,447	0,4431
	2	10	31,091	40,950	9,859	0,9866	40,822	0,101	9,761	10	0,239	0,422	
	3	10	31,093	40,958	9,865	0,9866	40,840	0,104	9,774	10	0,226	0,460	
4	1	10	31,092	40,952	9,860	0,9866	40,615	0,103	9,548	10	0,452	0,228	0,2242
	2	10	31,092	40,951	9,859	0,9866	40,611	0,103	9,544	10	0,456	0,226	
	3	10	31,093	40,960	9,867	0,9866	40,605	0,101	9,539	10	0,461	0,219	
5	1	10	31,091	40,958	9,867	0,9866	40,579	0,102	9,513	10	0,487	0,221	0,2091
	2	10	31,092	40,962	9,870	0,9866	40,576	0,102	9,509	10	0,491	0,208	
	3	10	31,091	40,953	9,862	0,9866	40,560	0,100	9,496	10	0,504	0,199	
8	1	10	31,092	40,960	9,868	0,9866	40,543	0,101	9,477	10	0,523	0,193	0,2055
	2	10	31,092	40,958	9,866	0,9866	40,563	0,103	9,495	10	0,505	0,204	
	3	10	31,091	40,965	9,874	0,9866	40,600	0,102	9,535	10	0,465	0,219	
10	1	10	31,091	40,958	9,867	0,9866	40,553	0,102	9,487	10	0,513	0,199	0,1891
	2	10	31,091	40,962	9,871	0,9866	40,442	0,105	9,372	10	0,628	0,167	
	3	10	31,092	40,960	9,868	0,9866	40,552	0,104	9,483	10	0,517	0,201	

Contoh perhitungan densitas polimer :

$$V_{fp} = \frac{(massa\ pikno+air+polimer) - (massa\ pikno\ kosong) - massa\ polimer}{\rho_{air}}$$

$$V_p = V_w - V_{fp}$$

$$\rho_{polimer} = \frac{massa\ polimer\ (gram)}{volume\ polimer}$$

Jika diketahui massa pikno + air + polimer = 40,875 gram, massa pikno kosong = 31,091 gram, dan masa polimer = 0,102 gram

Dan $\rho_{air} = 9,877$ gram/ml

$$V_{Fp} = \frac{40,875\ gram - 31,091\ gram - 0,102\ gram}{9,877\frac{gram}{ml}} = 9,814\ ml$$

Dimana $V_w =$ Volume pikno = 10 ml, jadi volume polimer :

$$V_p = 10\ ml - 9,814\ ml = 0,186\ ml$$

$$\text{Sehingga } \rho_{polimer} = \frac{0,102\ gram}{0,186\ ml} = 0,547\ gram/ml$$

Tabel 4. Porositas Membran

Variasi PEG	Ulangan	W_w (gram)	W_d (gram)	ρ_w (g/ml)	ρ_{polimer}	porositas	porositas rata-rata
0	1	0,117	0,102	0,9866	0,547	7,585	7,808
	2	0,116	0,103	0,9866	0,643	7,714	
	3	0,116	0,102	0,9866	0,629	8,126	
2	1	0,127	0,106	0,9866	0,447	8,487	9,450
	2	0,128	0,101	0,9866	0,422	10,295	
	3	0,127	0,104	0,9866	0,460	9,567	
4	1	0,150	0,103	0,9866	0,228	9,558	9,869
	2	0,152	0,103	0,9866	0,226	9,953	
	3	0,152	0,101	0,9866	0,219	10,097	
5	1	0,159	0,109	0,9866	0,210	9,009	10,054
	2	0,158	0,102	0,9866	0,208	10,374	
	3	0,160	0,100	0,9866	0,199	10,780	
8	1	0,169	0,101	0,9866	0,193	11,562	11,673
	2	0,173	0,103	0,9866	0,204	12,301	
	3	0,160	0,102	0,9866	0,219	11,156	
10	1	0,199	0,102	0,9866	0,199	16,206	15,748
	2	0,222	0,105	0,9866	0,167	15,880	
	3	0,195	0,104	0,9866	0,201	15,158	

W_w = Berat basah

W_d = Berat kering

ρ_w = densitas polimer

Contoh perhitungan porositas :

Diketahui :

$$W_w = 0,117$$

$$W_d = 0,102$$

$$\rho_w = 0,9866 \text{ g/ml}$$

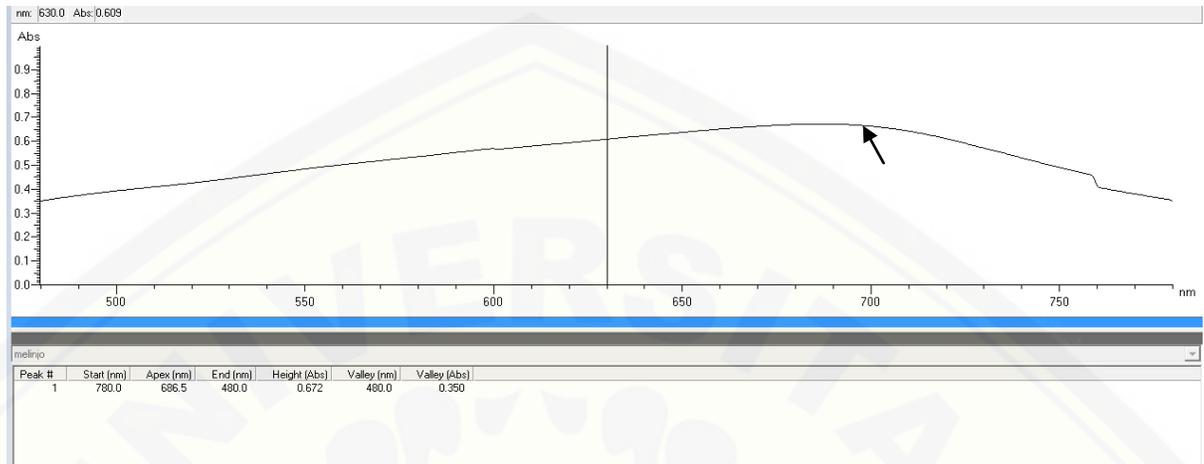
$$\rho_{\text{polimer}} = 0,547.$$

$$\epsilon = \frac{\frac{W_w - W_d}{\rho_w}}{\frac{W_w - W_d}{\rho_w} + \frac{W_d}{\rho_p}} \times 100\%$$

$$\epsilon = \frac{\frac{0,117 - 0,102 \text{ gram}}{0,9866 \frac{\text{gram}}{\text{ml}}}}{\left(\frac{0,117 \text{ gram} - 0,102}{0,9866} + \frac{0,102}{0,547}\right) \frac{\text{gram}}{\text{ml}}} \times 100\%$$

$$= 7,585\%$$

Grafik Scanning λ max larutan standar fosfat



Keterangan

Sample : larutan standar fosfat

Instrument model : U-2900 Spectrophotometer

Instrument parameters

Measurement type : Wavelength scan

Data Mode: Abs

Starting Wavelength: 780.0 nm

Ending Wavelength: 480.0 nm

Scan Speed: 200 nm/ min

Sampling interval: 0.5 nm

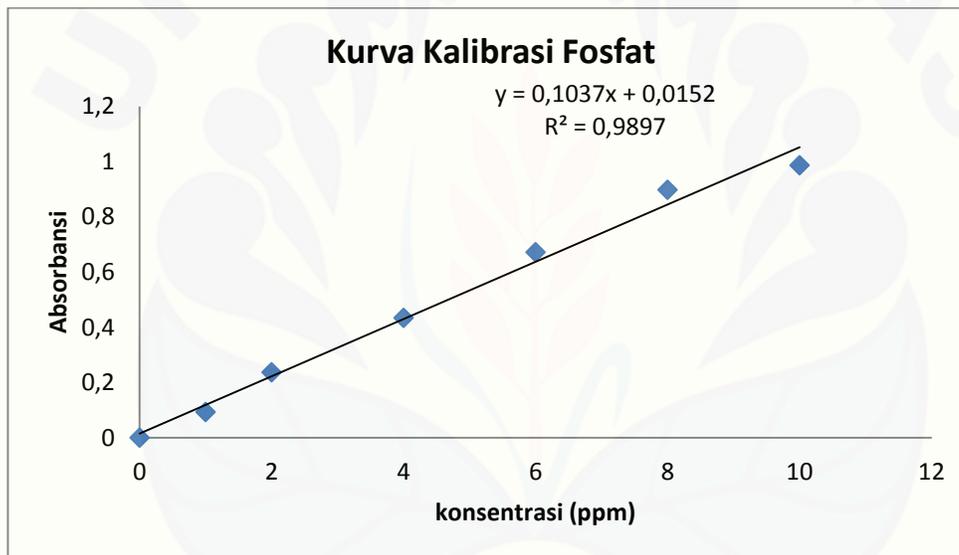
Abs: 0.672

Lamp Change Mode: Auto

Lamda maks: 686.5

Tabel 5. Kalibrasi larutan standard Fosfat

konsentrasi	Absorbansi			Absorbansi Rata -Rata
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3	
0	0	0	0	0
1	0,093	0,094	0,093	0,093
2	0,237	0,238	0,235	0,237
4	0,435	0,434	0,434	0,434
6	0,671	0,672	0,672	0,672
8	0,896	0,898	0,898	0,898
10	0,987	0,987	0,986	0,987



Contoh perhitungan konsentrasi fosfat yang dilepaskan .

F_p = Faktor pengenceran = 25

Jika nilai absorbansi = 0,158

Persamaan yang dihasilkan $y = 0,1037x + 0,0152$

Nilai regresi 0,9897

Jika $y = 0,158$; maka

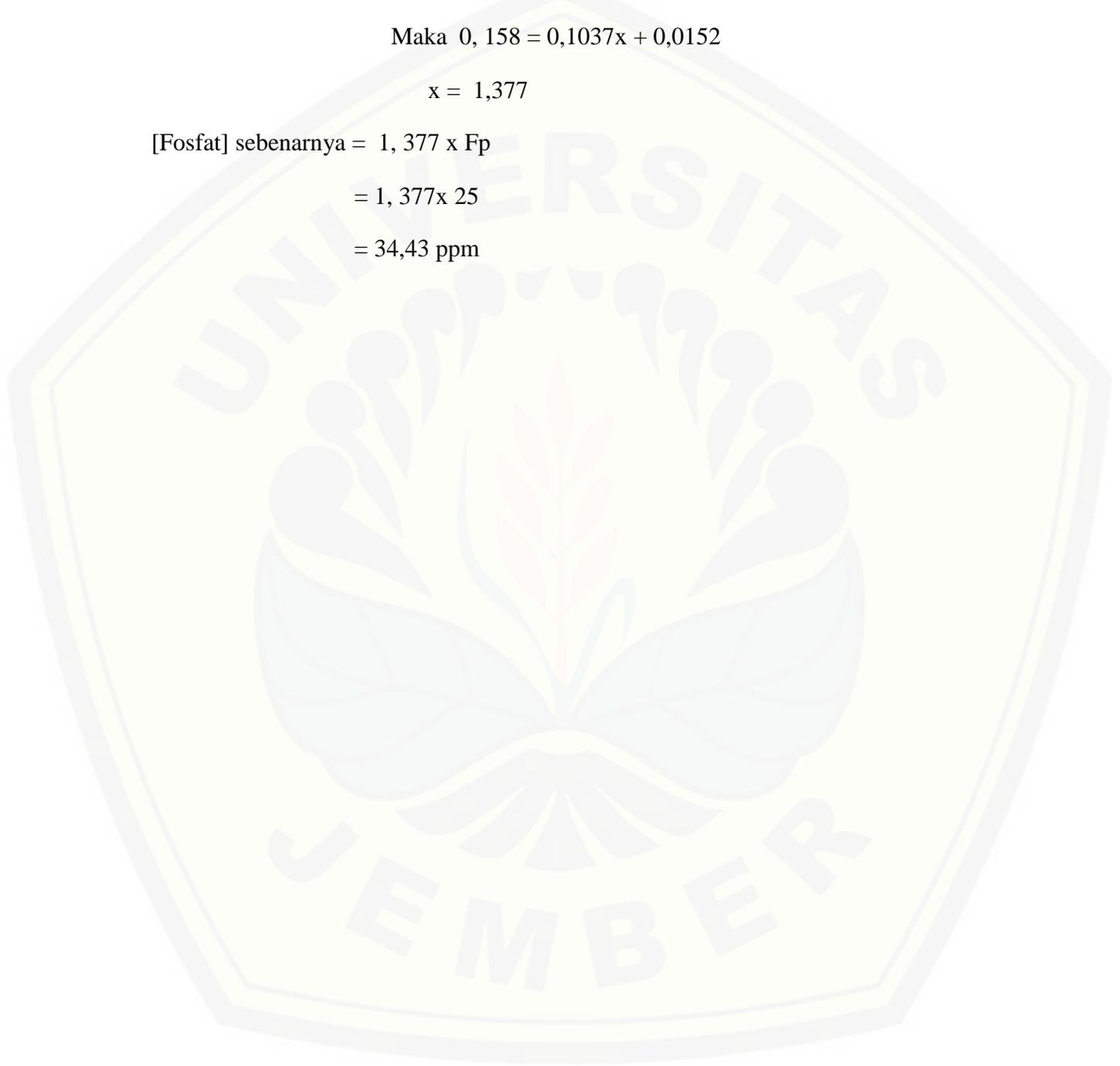
Maka $0,158 = 0,1037x + 0,0152$

$$x = 1,377$$

[Fosfat] sebenarnya = $1,377 \times Fp$

$$= 1,377 \times 25$$

$$= 34,43 \text{ ppm}$$



Pengukuran pelepasan fosfat per hari (7 Hari)

hari	konsentrasi PEG %	Absorbansi			Rerata Absorbansi	SD	[fosfat] ppm	FP	[fosfat] x FP	% P/P ₀
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III						
0	<i>Non Coating</i>	0,172	0,183	0,198	0,184	0,013	1,631	25	40,775	25,214
6		0,297	0,304	0,312	0,304	0,008	2,788	25	69,704	43,103
12		0,339	0,371	0,322	0,326	0,025	3,171	25	79,267	49,016
24		0,402	0,394	0,399	0,398	0,004	3,695	25	92,366	57,116
48		0,462	0,476	0,496	0,478	0,017	4,463	25	111,572	68,992
0	0	0,063	0,051	0,042	0,052	0,011	0,355	25	8,872	5,486
	2	0,052	0,093	0,075	0,073	0,021	0,561	25	14,015	8,666
	4	0,087	0,097	0,089	0,091	0,005	0,731	25	18,274	11,300
	5	0,117	0,121	0,111	0,116	0,005	0,975	25	24,381	15,077
	8	0,142	0,134	0,139	0,138	0,004	1,187	25	29,685	18,356
	10	0,145	0,153	0,150	0,149	0,004	1,294	25	32,337	19,976
0 (6)	0	0,129	0,134	0,140	0,134	0,006	1,149	25	28,721	17,760
	2	0,146	0,162	0,171	0,160	0,013	1,393	25	34,828	21,536
	4	0,194	0,199	0,189	0,194	0,005	1,724	25	43,105	26,655
	5	0,210	0,273	0,219	0,234	0,034	2,110	25	52,748	32,618
	8	0,263	0,252	0,274	0,263	0,011	2,390	25	59,740	36,941
	10	0,297	0,264	0,289	0,283	0,013	2,586	25	64,642	39,972
1	0	0,154	0,128	0,193	0,158	0,033	1,380	25	34,507	21,338
	2	0,193	0,170	0,189	0,184	0,012	1,628	25	40,694	25,164
	4	0,234	0,245	0,215	0,231	0,015	2,084	25	52,105	32,220
	5	0,271	0,289	0,308	0,289	0,019	2,644	25	66,088	40,867
	8	0,321	0,302	0,335	0,319	0,017	2,933	25	73,320	45,339
	10	0,349	0,354	0,326	0,343	0,015	3,161	25	79,026	48,867

Digital Repository Universitas Jember

2	0	0,181	0,194	0,175	0,183	0,010	1,621	25	40,534	25,065
	2	0,197	0,203	0,198	0,199	0,003	1,776	25	44,391	27,450
	4	0,204	0,284	0,279	0,256	0,045	2,319	25	57,972	35,848
	5	0,297	0,322	0,339	0,319	0,021	2,932	25	73,320	45,333
	8	0,348	0,345	0,330	0,341	0,010	3,142	25	78,544	48,569
	10	0,364	0,393	0,380	0,379	0,015	3,508	25	87,705	54,234
	3	0	0,170	0,237	0,229	0,212	0,037	1,898	25	47,445
2		0,218	0,245	0,232	0,232	0,014	2,087	25	52,186	32,270
4		0,273	0,282	0,275	0,277	0,005	2,521	25	63,034	38,978
5		0,301	0,325	0,362	0,329	0,031	3,029	25	75,731	46,830
8		0,313	0,393	0,346	0,351	0,040	3,235	25	80,874	50,010
10		0,407	0,438	0,415	0,420	0,016	3,904	25	97,589	60,346
4		0	0,276	0,245	0,298	0,273	0,027	2,486	25	62,150
	2	0,306	0,313	0,322	0,314	0,008	2,878	25	71,954	44,494
	4	0,364	0,393	0,387	0,381	0,015	3,530	25	88,267	54,582
	5	0,433	0,437	0,449	0,440	0,008	4,093	25	102,330	63,278
	8	0,506	0,419	0,502	0,477	0,050	4,450	25	111,250	68,793
	10	0,509	0,532	0,597	0,546	0,046	5,119	25	127,965	79,129
	5	0	0,313	0,272	0,305	0,297	0,022	2,714	25	67,856
2		0,356	0,360	0,336	0,351	0,013	3,235	25	80,874	50,010
4		0,509	0,512	0,481	0,501	0,017	4,681	25	117,036	72,371
5		0,529	0,517	0,539	0,528	0,011	4,948	25	123,706	76,496
8		0,537	0,549	0,572	0,553	0,018	5,183	25	129,572	80,123
10		0,556	0,602	0,562	0,573	0,025	5,382	25	134,555	83,204

6	1	0,294	0,340	0,376	0,337	0,041	3,100	25	77,499	47,923
	2	0,384	0,405	0,398	0,396	0,011	3,669	25	91,723	56,718
	4	0,516	0,530	0,576	0,541	0,031	5,067	25	126,680	78,334
	5	0,537	0,539	0,562	0,546	0,014	5,119	25	127,965	79,129
	8	0,583	0,605	0,513	0,567	0,048	5,321	25	133,028	82,260
	10	0,549	0,593	0,632	0,591	0,042	5,556	25	138,894	85,887
7	0	0,391	0,328	0,319	0,346	0,039	3,190	25	79,749	49,314
	2	0,417	0,362	0,430	0,403	0,036	3,740	25	93,491	57,812
	4	0,512	0,563	0,549	0,541	0,026	5,074	25	126,840	78,434
	5	0,521	0,592	0,556	0,556	0,036	5,218	25	130,456	80,670
	8	0,592	0,562	0,580	0,578	0,015	5,427	25	135,680	83,900
	10	0,579	0,632	0,661	0,624	0,042	5,871	25	146,770	90,757
	Po	0,673	0,697	0,688	0,686	0,012	6,469	25	161,716	100,00

Contoh perhitungan presentase fosfat yang dilepaskan:

konsentrasi mula-mula $[P^{\circ}] = 161,716$ ppm

konsentrasi fosfat yang dilepaskan sampel $[P] = 8,872$ ppm.

Presentase fosfat yang dilepaskan sebesar:

$$\frac{[P]}{[P^{\circ}]} \times 100\% = \frac{8,872 \text{ ppm.}}{161,716 \text{ ppm.}} \times 100\% = 5,486\%$$