



**KARAKTERISASI MEMBRAN BERBASIS POLISULFON DENGAN
BERBAGAI KEASAMAN NON-PELARUT**

SKRIPSI

Oleh

DENIK DWI JAYANTI

NIM 101810301043

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS JEMBER

2015



**KARAKTERISASI MEMBRAN BERBASIS POLISULFON DENGAN
BERBAGAI KEASAMAN NON-PELARUT**

SKRIPSI

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

Oleh :
DENIK DWI JAYANTI
NIM 101810301043

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER

2015

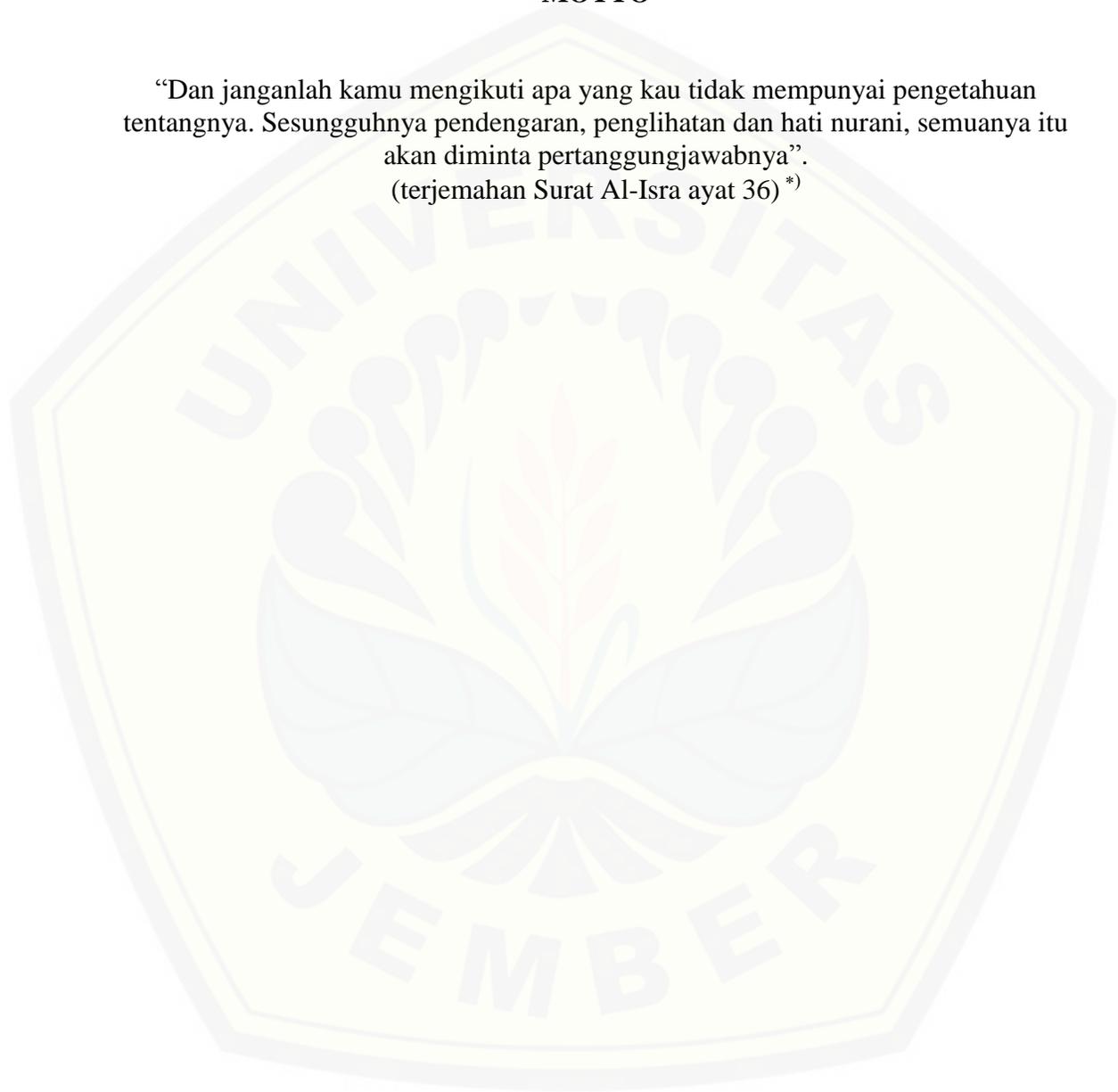
PERSEMBAHAN

Rasa terima kasih yang begitu indah untuk diucapkan, maka skripsi ini saya persembahkan untuk :

1. Tuhanku Allah SWT dan Nabiku Muhammad SAW;
2. orang tuaku tercinta, Ibu Rupiati dan Bapak Sumirin;
3. kakak-kakakku tersayang Sumiana dan Ika Ervina;
4. seseorang yang selalu aku sebut namanya dalam setiap doaku, yang ku jadikan motivasiku dalam menuntut ilmu, yang selalu mendukung dan membantu dalam penyelesaian studi ku, terima kasih untuk semua;
5. sahabat-sahabatku: Wardatul Baedho', Reksi Bayu M., Siti Rofiqoh, Yuliani, Siti Fatimah, Lena Sumawati, Moh. Yoris A., Putri Zakiyah, Dian Fatmawati, Tia Lestari, Dewi Rara, Hexa Desi A., Azhar dan teman-temanku kimia 2010 dan semua angkatan jurusan kimia;
6. bapak-ibu guru TK ABA 04 Muhammadiyah; MI Muhammadiyah 03 Cakru; SMP Muhammadiyah 08 Cakru; SMAN 3 Lumajang; bapak-ibu Dosen Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember.

MOTTO

“Dan janganlah kamu mengikuti apa yang kau tidak mempunyai pengetahuan tentangnya. Sesungguhnya pendengaran, penglihatan dan hati nurani, semuanya itu akan diminta pertanggungjawabnya”.
(terjemahan Surat Al-Isra ayat 36)^{*)}



^{*)} Departemen Agama Republik Indonesia. 2008. *Al Qur'an dan terjemahannya*. Bandung: Penerbit Diponegoro.

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Denik Dwi Jayanti

NIM : 101810301043

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “*Karakterisasi Membran Berbasis Polisulfon dengan Berbagai Keasaman Non-Pelarut*” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali kutipan yang sudah saya sebutkan sumbernya, belum pernah diajukan pada instansi 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, 11 November 2015

Yang menyatakan,

Denik Dwi Jayanti

NIM 101810301043

SKRIPSI

**KARAKTERISASI MEMBRAN BERBASIS POLISULFON DENGAN
BERBAGAI KEASAMAN NON-PELARUT**

Oleh

Denik Dwi Jayanti
NIM 101810301043

Pembimbing:

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

PENGESAHAN

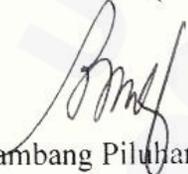
Skripsi berjudul *Karakterisasi Membran Berbasis Polisulfon dengan Berbagai Keasaman Non-pelarut* telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember pada:

Hari, tanggal : **RABU 02 DEC 2015**

Tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Tim Penguji

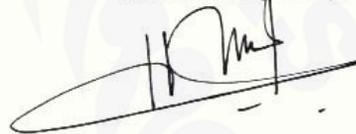
Ketua (DPU),



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

NIP. 197107031997021001

Sekretaris (DPA),



Asnawati, S.Si., M.Si.

NIP. 196808141999032001

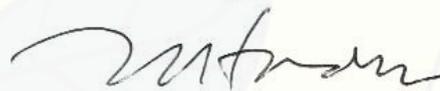
Penguji I,



Dwi Indarti, S.Si., M.Si.

NIP. 197409012000032004

Penguji II,



Drs. Mukh Mintadi

NIP. 196410261991031001

Mengesahkan,

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Jember



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

NIP. 196101081986021001

RINGKASAN

Karakterisasi Membran Berbasis Polisulfon dengan Berbagai Keasaman Non-Pelarut; Denik Dwi Jayanti, 101810301043; 2015; 39 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Teknologi membran merupakan salah satu teknologi alternatif yang dapat memberikan solusi dalam kebutuhan sehari-hari. Teknologi ini memiliki banyak kelebihan yang tidak dimiliki oleh proses pemisahan konvensional lainnya, kelebihan teknologi membran tersebut yaitu pemisahan membran dapat dilakukan secara kontinu, konsumsi energi relatif rendah dan material membran bervariasi sehingga mudah diadaptasikan pemakaiannya. Komponen penting dalam teknologi membran adalah material membran. Polisulfon merupakan salah satu material membran sebagai dasar pembuatan membran yang memiliki kelebihan diantaranya ketahanan terhadap hidrolisis dan oksidasi, kestabilan mekanik dan termal yang tinggi serta ketahanan terhadap pH ekstrim.

Metode inversi fasa digunakan sebagai metode pembuatan membran polisulfon, metode inversi fasa prosesnya mudah dilakukan, parameter yang mempengaruhi yaitu suhu, komposisi larutan *casting*, waktu penguapan pelarut dan jenis koagulan atau non pelarut. Tujuan penelitian ini adalah mengkaji karakterisasi membran berbasis polisulfon dengan berbagai keasaman non pelarut terhadap kinerja membran (permeabilitas, fluks dan rejeksi membran) dan morfologi membran polisulfon. Pelarut yang digunakan pada penelitian ini adalah Dimetilacetamida (DMAc) dan zat aditif yang digunakan adalah Polietilen glikol (PEG).

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Fisik dan Laboratorium Kimia Analitik, pembuatan membran polisulfon dengan berbagai keasaman non pelarut, karakterisasi kinerja membran (permeabilitas, fluks dan rejeksi membran) dan uji morfologi membran menggunakan *Scanning electron microscope* (SEM). Pengujian permeabilitas membran meliputi penentuan waktu kompaksi dan uji fluks

versus variasi tekanan (1; 1,5; 2; 2,5; 3) dan uji fluks membran meliputi penentuan waktu kompaksi dan uji fluks air. Waktu kompaksi dilakukan untuk didapatkan nilai fluks yang konstant menggunakan air sebagai larutan umpan yang difiltrasi pada membran polisulfon dengan tekanan 2 bar. Rejeksi membran dilakukan menggunakan dekstran dengan BM 100-200 kDa sebagai larutan umpan dengan konsentrasi 1000 ppm. Penentuan konsentrasi permeat dan retentat dengan spektrofotometer UV-Vis dengan tekanan 2 bar.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa nilai koefisien permeabilitas membran kondisi pH asam, netral dan basa adalah 0,0099; 0,0516; 0,0342. Nilai fluks membran adalah 0,012; 0,087; 0,085. Koefisien permeabilitas membran berbanding lurus dengan nilai fluks air yang didapat dari gradien kemiringan antara fluks air dan tekanan. Koefisien permeabilitas yang tinggi akan berpengaruh sama terhadap besarnya nilai fluks juga. Membran kondisi pH netral menghasilkan nilai permeabilitas dan fluks yang paling tinggi. Hal ini dimungkinkan adanya interaksi polimer yang menyebabkan lapisan membran terbentuk lebih tipis, distribusi pori merata dan sama besarnya sifat kepolaran yang terjadi antara pelarut DMAc dan air yang digunakan sebagai non pelarut. Rejeksi membran pada kondisi pH asam, netral dan basa menghasilkan rejeksi sebesar data tidak tersedia, 74% dan 76%. Rejeksi membran pada kondisi pH asam tidak dihasilkan data, tidak dihasilkan permeat sesuai yang dibutuhkan untuk perlakuan uji rejeksi membran karena membran yang terbentuk memiliki ketebalan yang besar dan dimungkinkan ukuran pori yang terbentuk *dense* untuk dilewati larutan dekstran. Hasil morfologi membran yang diperoleh tidak tampak jelas sehingga dari hasil analisis morfologi hanya diperoleh membran yang asimetris karena untuk mendapatkan ketebalan membran pada *top layer* sangat sulit didapatkan.

PRAKATA

Puji syukur ke hadirat Allah SWT atas segala rahmat serta hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “ Karakterisasi Membran Berbasis Polisulfon dengan Berbagai Keasaman Non-Pelarut”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat untuk 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 MIPA Universitas Jember;
2. Bapak Dr. Bambang Piluharto, S.Si, M.Si. selaku ketua jurusan Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember;
3. Bapak Dr. Bambang Piluharto, S.Si, M.Si. dan ibu Asnawati S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing Utama dan Dosen Pembimbing Anggota yang telah meluangkan waktu dan pikiran guna memberikan bimbingan dan pengarahan demi terselesainya penulisan skripsi ini;
4. Ibu Dwi Indarti, S.Si., M.Si. dan Bapak Drs. Mukh Mintadi selaku Penguji I dan Penguji II yang telah memberikan saran dan kritik guna perbaikan karya tulis ini;
5. Kepala Laboratorium Kimia Fisik, Ibu Dwi Indarti, S.Si., M.Si. dan Kepala Laboratorium Kimia Analitik, Ibu Yeni M.M., S.Si., M.Si. yang telah memberikan izin penelitian;

Penulis menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Penulis berharap semoga skripsi ini dapat memberikan kontribusi terhadap kemajuan ilmu pengetahuan.

Jember, 11 November 2015

Denik Dwi Jayanti

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PEMBIMBING	v
HALAMAN PENGESAHAN	vi
RINGKASAN	vii
PRAKATA	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian	2
1.4 Batasan Masalah	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Teknologi Membran	4
2.2 Klasifikasi Membran	4
2.2.1 Berdasarkan Asalnya	4
2.2.2 Berdasarkan Morfologi	5
2.2.3 Berdasarkan Struktur	5

2.3 Material Membran	7
2.3.1 Polisulfon	7
2.3.2 N,N Dimetilasetamida (DMAc)	8
2.3.3 Polietilen Glikol (PEG)	9
2.3.4 Asam Klorida	9
2.3.5 Natrium Hidroksida	10
2.3.6 Dekstran	10
2.4 Teknik Pembuatan Membran	11
2.5 Proses Pemisahan Membran	14
2.6 Parameter Mempengaruhi Struktur Membran	16
2.7 Karakterisasi Membran	17
2.7.1 Koefisien Permeabilitas Membran	17
2.7.2 Fluks Membran	18
2.7.3 Koefisien Rejeksi Membran	18
2.7.4 <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	19
BAB 3. METODE PENELITIAN	21
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	21
3.2 Alat dan Bahan	21
3.2.1 Alat	21
3.2.2 Bahan	21
3.3 Diagram Alir Penelitian	23
3.4 Prosedur Kerja Penelitian	23
3.4.1 Pembuatan Larutan <i>Casting</i>	23
3.4.2 Pembuatan Membran Polisulfon	23
3.4.3 Karakterisasi Kinerja Membran	24
3.4.4 Karakterisasi Morfologi Membran	27
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	28
4.1 Membran Polisulfon	28

4.2 Karakterisasi Kinerja Membran Polisulfon dengan Berbagai Keasaman Non-Pelarut	30
4.2.1 Waktu Kompaksi pada Membran Polisulfon dengan Berbagai Keasaman non-pelarut	30
4.2.2 Koefisien Permeabilitas pada Membran Polisulfon dengan Berbagai Keasaman non-pelarut	32
4.2.3 Fluks Air pada Membran Polisulfon dengan Berbagai Keasaman non-pelarut	34
4.2.4 Rejeksi Membran Polisulfon dengan Berbagai Keasaman non-pelarut	35
4.3 Karakterisasi Morfologi Membran Polisulfon dengan Berbagai Keasaman Non-Pelarut	36
BAB 5. PENUTUP	39
5.1 Kesimpulan	39
5.2 Saran	39
DAFTAR PUSTAKA	40
LAMPIRAN	42

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Proses Pemisahan pada Membran	4
2.2 Klasifikasi membran berdasarkan morfologi	5
2.3 Klasifikasi membran berdasarkan struktur	6
2.4 Ukuran pori membran mikrofiltrasi, ultrafiltrasi dan osmosa balik	7
2.5 Struktur Polisulfon	8
2.6 Struktur N,N-dimetilacetamida	8
2.7 Struktur Polietilen Glikol	9
2.8 Struktur Dekstran	11
2.9 Pembuatan membran dengan metode inversi fasa	13
2.10 Sistem membran filtrasi <i>dead-end</i>	15
2.11 Sistem membran filtrasi <i>cross-flow</i>	16
2.12 Proses <i>Scanning Electrone Microscope</i>	19
3.1 Diagram alir penelitian	22
3.2 Proses pembuatan Membran	23
3.3 Set alat ultrafiltrasi	24
4.1 Larutan <i>Casting</i>	28
4.2 Pencetakan membran dengan berbagai keasaman non pelarut	28
4.3 Waktu kompaksi membran kondisi pH asam pada tekanan 2 bar	31
4.4 Waktu kompaksi membran kondisi pH netral pada tekanan 2 bar	31
4.5 Waktu kompaksi membran kondisi pH basa pada tekanan 2 bar.....	31
4.6 Fluks dengan variasi tekanan dengan berbagai keasaman non pelarut.....	32
4.7 Koefisien permeabilitas dengan berbagai keasaman non pelarut.....	33
4.8 Nilai fluks membran dengan berbagai keasaman non pelarut.....	34
4.9 <i>Scanning</i> panjang gelombang optimum terhadap dekstran 100-200 kDa..	35

4.10	Rejeksi membran terhadap dekstran 100-200 kDa.....	36
4.11	Morfologi membran polisulfon dengan berbagai keasaman non pelarut...	37



DAFTAR TABEL

	Halaman
2.1 Keasaman Non Pelarut dalam Bak Koagulasi	16
4.1 Sifat fisik membran polisulfon dengan berbagai keasaman non pelarut	33
4.2 Ketebalan membran polisulfon dengan berbagai keasaman non pelarut dalam larutan bak koagulasi	41

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
A Pembuatan Larutan	
A1. Pembuatan Larutan pH 1 (Asam), HCl 0,1M.....	42
A2. Pembuatan Larutan Etanol 10%v/v	42
A3. Pembuatan Larutan Dekstran 100-200 kDa 1000 ppm	42
A4. Pembuatan Larutan Fenol 5% w/v	43
A5. Pembuatan Larutan pH 12 (Basa), NaOH 0,01 M.....	43
B Waktu Kompaksi Membran Polisulfon.....	44
B1. Tekanan 1 bar	44
B2. Tekanan 1,5 bar	46
B3. Tekanan 2 bar	48
B4. Tekanan 2,5 bar	50
B5. Tekanan 3 bar	52
C Fluks Membran	54
C1. Fluks Membran Polisulfon	54
C2. Contoh Perhitungan Fluks Membran Polisulfon.....	54
D Koefisien Permeabilitas Membran	55
D1. Fluks Air terhadap Perubahan Tekanan	55
D2. Grafik Nilai Koefisien Permeabilitas Membran	55
E Scanning Larutan Dekstran 100-200 kDa	57
E1. Larutan Dekstran 100-200 kDa.....	57
E2. Grafik Scanning Larutan Dekstran 100-200 kDa	58
F Kurva Kalibrasi Dekstran 100-200 kDa	59
F1. Kalibrasi Dekstran 100-200 kDa	59
F2. Kurva Kalibrasi Dekstran 100-200 kDa	59
G Rejeksi Membran Polisulfon terhadap Dekstran 100-200 kDa	60

G1. Tabel Rejeksi Membran Polisulfon terhadap Dekstran 45kDa...	60
G1. Contoh Perhitungan Nilai Rejeksi Membran Kondisi pH 12 (Basa)	61



BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Teknologi membran berkembang sangat pesat seiring dengan perkembangan aplikasi teknologi yang semakin beragam dan menjadi salah satu teknologi alternatif yang dapat memberikan solusi dalam kebutuhan sehari-hari (Irma, 2003). Teknologi membran memiliki banyak kelebihan yang tidak dimiliki oleh proses pemisahan konvensional seperti destilasi dan ekstraksi. Kelebihan teknologi membran tersebut yaitu pemisahan membran dapat dilakukan secara kontinu, konsumsi energi relatif lebih rendah, peningkatan kapasitas (*scale up*) membran mudah dilakukan dan material membran bervariasi sehingga mudah diadaptasi pemakaiannya (Mulder, 1996).

Komponen penting dalam teknologi membran adalah material membran. Polisulfon merupakan salah satu material membran yang digunakan sebagai bahan dasar pembuatan membran. Pemilihan polisulfon sebagai membran didasarkan pada sifat polimer yang memiliki ketahanan terhadap hidrolisis dan oksidasi, kestabilan mekanik dan termal yang tinggi (Baker, 2004).

Aplikasi membran ultrafiltrasi secara umum dilakukan pembuatan membran dengan teknik inversi fasa. Inversi fasa merupakan metode yang merubah larutan polimer dari fase cair menjadi fase padat yang dilakukan secara terkendali. Beberapa faktor yang mempengaruhi pembuatan membran secara inversi fasa, yaitu suhu, jenis koagulan, waktu penguapan pelarut dan komposisi larutan *casting* (Kesting, 1979).

Koagulan atau larutan non pelarut adalah salah satu faktor yang mempengaruhi pembentukan membran secara inversi fasa. Beberapa non pelarut telah digunakan dalam pembuatan membran secara inversi fasa antara lain : etanol (Radiman dkk, 2002); HCl dan NaOH (Zhao Song *et al.*, 2014). Keasaman non pelarut juga mempengaruhi pembuatan dan karakterisasi membran. Pengaruh

keasaman non pelarut pada porositas dan peningkatan pori-pori membran seperti yang dilakukan Zhao Song *et al.*, (2014) menunjukkan bahwa pembuatan membran ultrafiltrasi polisulfon/polianilin dengan meningkatnya nilai pH 1,0 sampai 12,0 menghasilkan nilai fluks air semakin besar, namun nilai rejeksi mengalami penurunan seiring meningkatnya nilai pH dalam non pelarut.

Berdasarkan uraian diatas, pada penelitian ini akan mengkaji karakterisasi kinerja membran (permeabilitas, fluks dan rejeksi) dan morfologi membran dengan berbagai keasaman non pelarut.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang, maka rumusan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Bagaimana karakterisasi membran berbasis polisulfon dengan berbagai keasaman non pelarut terhadap kinerja membran (permeabilitas, fluks dan rejeksi membran)?
2. Bagaimana morfologi membran polisulfon dengan berbagai keasaman non pelarut terhadap kinerja membran?

1.3 Tujuan

Tujuan yang ingin dicapai dari rumusan masalah di atas adalah :

1. Mengkaji karakterisasi membran berbasis polisulfon dengan berbagai keasaman non pelarut terhadap kinerja membran (permeabilitas, fluks dan rejeksi membran).
2. Mengkaji morfologi membran polisulfon dengan berbagai keasaman non pelarut terhadap kinerja membran.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Polisulfon yang digunakan dengan berat molekul 35 kDa.
2. Dekstran yang digunakan untuk rejeksi membran memiliki BM 100–200 kDa.
3. Non pelarut yang digunakan pada pH 1 (HCl 0,1M), pH 6,8 (akuades) dan pH 12 (NaOH 0,01M).
4. Komposisi larutan *casting* Polisulfon : Dimetilacetamida : Polietilen Glikol yang akan digunakan adalah 18% : 64% : 18%.

1.5 Manfaat Penelitian

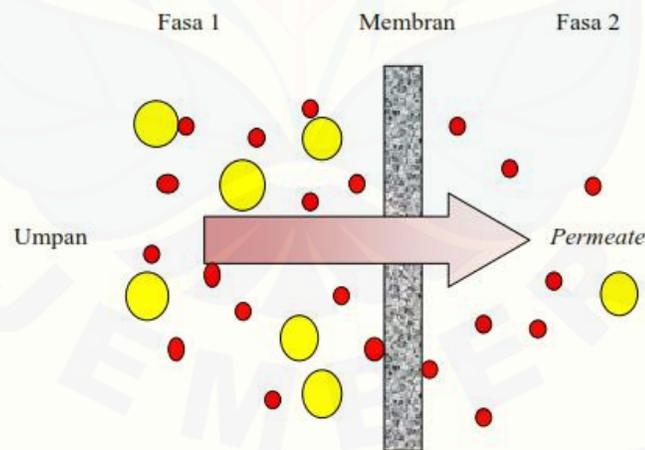
Penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat untuk pengembangan pembuatan membran pada umumnya, dan membran polisulfon dengan berbagai keasaman non pelarut pada khususnya.

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Teknologi Membran

Membran merupakan lapisan tipis yang bersifat semi permeabel yang dapat melewatkan spesi tertentu dan menahan spesi yang lain berdasarkan ukuran spesi yang akan dipisahkan. Kemampuan untuk mengontrol laju permeasi suatu spesi kimia yang berbeda-beda merupakan sifat utama membran yang menjadi kunci pemanfaatan membran secara luas (Baker, 2004).

Struktur membran dapat homogen atau heterogen dan dapat berukuran tebal atau tipis. Ketebalan dan struktur membran tersebut yang menyebabkan membran memiliki fungsi yang berbeda-beda dan dapat disesuaikan dengan kebutuhan proses pemisahan (Mulder, 1996). Proses pemisahan pada membran ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Proses pemisahan pada membran (Mulder, 1996)

2.2 Klasifikasi Membran

Menurut Mulder (1996) dan Kesting (1979), membran dapat diklasifikasikan berdasarkan asal, morfologi, struktur dan prinsip pemisahan.

2.2.1 Berdasarkan Asalnya

Membran berdasarkan asalnya dapat digolongkan menjadi dua yaitu :

- a. Membran alamiah, yaitu membran yang terdapat di dalam sel makhluk hidup.
- b. Membran sintesis, yaitu membran buatan berdasarkan sifat-sifat membran alamiah sehingga memiliki sifat proses pemisahan yang mirip dengan membran alamiah.

2.2.2 Berdasarkan Morfologi

Membran berdasarkan morfologinya dapat digolongkan menjadi dua yaitu :

- a. Membran simetri, yaitu membran yang memiliki struktur pori homogen di seluruh bagian membran dan memiliki ukuran pori yang relatif sama pada kedua sisi membran. Ketebalan membran berkisar 10-200 μm (Wenten, 2000).
- b. Membran asimetri, yaitu membran yang memiliki struktur pori yang lebih rapat pada permukaan membran dan pori yang lebih besar pada pendukungnya. Terdiri dari dua lapis bagian permukaan ketebalan 0,1–0,2 μm dan bagian pendukung ketebalan 50–200 μm (Wenten, 2000).

Morfologi membran simetri dan asimetri ditunjukkan pada Gambar 2.2



Gambar 2.2 Klasifikasi membran berdasarkan morfologi (a) simetri; (b) asimetri (Wenten, 2000)

2.2.3 Berdasarkan Struktur

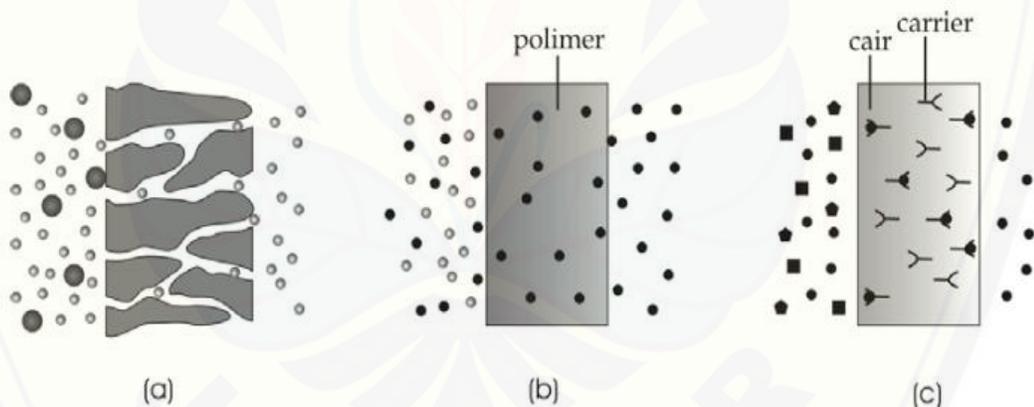
Berdasarkan struktur dan prinsip pemisahannya, membran dapat dibagi menjadi tiga yaitu :

- a. Membran berpori, yaitu membran yang didasarkan pada ukuran partikel dengan ukuran pori membran. Efisiensi pemisahan yang ditentukan oleh ukuran pori

dan ukuran partikel yang akan dipisahkan. Membran ini dibedakan menjadi dua, yaitu membran mesopori (0,001–0,1 μm) dan mikropori (0,1–10 μm) (Mulder, 1996).

- b. Membran tidak berpori, yaitu membran yang didasarkan pada perbedaan kelarutan atau kemampuan berdifusi partikel yang dipisahkan. Membran dapat digunakan dalam proses pervaporasi, pemisahan gas dan dialisis (Mulder, 1996).
- c. Membran cair, yaitu membran yang tidak ditentukan oleh sifat membran yang digunakan, melainkan oleh sifat molekul pembawa (*carrier*) yang spesifik. Medium pembawa berupa cairan yang ada di dalam pori membran. Selektivitas membran terhadap suatu komponen bergantung pada kespesifikan molekul pembawa (Mulder, 1996).

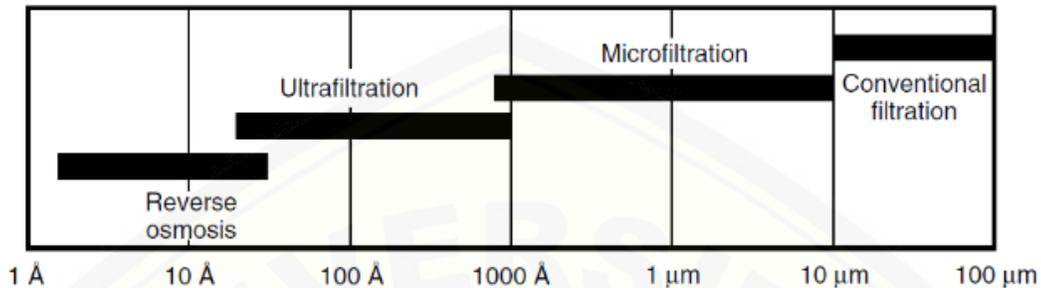
Struktur membran berpori, tidak berpori dan cair ditunjukkan pada Gambar 2.3



Gambar 2.3 Klasifikasi membran berdasarkan struktur (a) membran berpori; (b) membran tidak berpori; (c) membran cair (Mulder, 1996)

Membran mikrofiltrasi, ultrafiltrasi, nanofiltrasi dan osmosa balik merupakan membran yang dibedakan berdasarkan proses pemisahan partikel dengan gaya dorong berupa tekanan (Baker, 2004). Pemisahan koloid dalam larutan dan makromolekul dapat menggunakan pemisahan dengan membran ultrafiltrasi. Ukuran molekul pada membran ultrafiltrasi yang dapat lolos melewati membran ultrafiltrasi berkisar antara

10^4 - 10^8 Dalton (Mulder, 1996). Ukuran pori-pori pada membran mikrofiltrasi, ultrafiltrasi dan osmosa balik ditunjukkan pada Gambar 2.4



Gambar 2.4 Ukuran pori membran mikrofiltrasi, ultrafiltrasi dan osmosa balik (Baker, 2004).

Membran ultrafiltrasi berupa membran asimetri dengan ukuran pori-pori berkisar antara $0,05 \mu\text{m}$ - 1 nm dengan berat molekul yang dapat ditahan sebesar 10^4 - 10^8 Dalton dengan tekanan yang dapat diberikan sebesar 1-10 bar serta dapat memisahkan makromolekul dan koloid (Wenten, 2000).

2.3 Material Membran

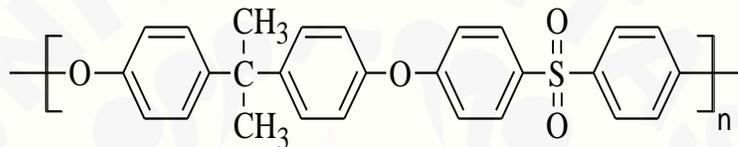
Proses pembuatan membran sintetik dapat dilakukan dengan menggunakan bahan material organik maupun anorganik. Material organik berupa polimer selulosa asetat, polikarbonat dan polisulfon sedangkan material anorganik berupa keramik, kaca dan logam (Scott, 1995). Pelarut yang digunakan pada sintesis membran tergantung polimer yang digunakan, membran polisulfon yang di sintesis pada penelitian ini menggunakan pelarut N,N-dimetilacetamida (DMAc) dengan penambahan zat aditif polietilen glikol (PEG) serta berbagai keasaman pada non pelarut (HCl, akuades dan NaOH).

2.3.1 Polisulfon

Radiman dkk., (2002) menyatakan bahwa polisulfon merupakan polimer yang banyak digunakan dalam teknologi membran karena memiliki kestabilan kimia dan termal yang cukup baik. Polisulfon bersifat hidrofobik karena mempunyai gugus aromatik pada struktur kimianya dan memiliki kelarutan yang rendah dalam larutan

alifatik tetapi masih bisa larut dalam pelarut polar. Sifat hidrofobik tersebut yang menyebabkan permeabilitasnya untuk sistem larutan air tidak terlalu baik.

Keuntungan menggunakan polisulfon, yaitu tahan terhadap panas dan kaku. Stabil antara pH 1,5– 13. Batasan temperatur kisaran 75°C–125°C, resistansi yang tinggi (asam mineral, alkali dan garam). Polisulfon memiliki densitas 1,24 g/cm³, transisi glas 190–230°C, parameter kelarutan 10,5 (Cal/cm³)^{0,5} dan kelarutan dalam air 20°C sebesar 0,8 g/100 mL (Voicu *et al.*, 2004). Struktur polisulfon ditunjukkan pada Gambar 2.5

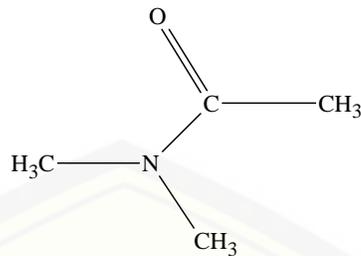


Gambar 2.5 Struktur Polisulfon (Voicu *et al.*, 2004)

2.3.2 N,N-dimetilacetamida (DMAc)

Pelarut yang mempunyai sifat pelarut yang tinggi dan sering digunakan untuk melarutkan polimer polisulfon dalam pembuatan membran adalah N,N-dimetilacetamida (DMAc). DMAc memiliki rumus molekul C₄H₉NO, merupakan senyawa yang dibuat dari tris (N,N-dimetilamina) fosfat dan asam asetat anhidrida yang dapat melarutkan polisulfon dengan baik sampai terbentuk larutan homogen (Stecher *et al.*, 1960).

DMAc bersifat higroskopis yang harus disimpan dalam ruang inert, tidak mudah menguap dan cenderung stabil karena memiliki rentang ketahanan suhu yang relatif luas dengan titik didih di atas 164,5–166°C, berat jenis 0,937kg/L dan titik leleh –20°C. DMAc memiliki parameter kelarutan 10,8 (Cal/cm³)^{0,5}, larut dalam air dan indeks kepolaran 6,8 (Bandrup *et al.*, 1999). Struktur N,N-dimetilacetamida ditunjukkan pada Gambar 2.6

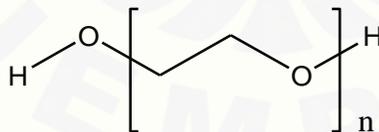


Gambar 2.6 Struktur N,N-dimetilacetamida (Bandrup *et al.*, 1999)

2.3.3 Polietilen Glikol (PEG)

Polietilen glikol merupakan zat aditif yang sering ditambahkan pada pembuatan membran yang berfungsi untuk meningkatkan pori-pori pada membran sehingga struktur pori lebih rapat dan membran yang dihasilkan semakin bagus (Kim dan Ho Lee, 1997). Polietilen glikol merupakan senyawa hasil kondensasi dari oksietilen dan air. Keistimewaan dari PEG, yaitu senyawa tersebut bersifat larut dalam air (Voicu *et al.*, 2004).

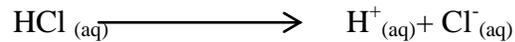
PEG juga larut dalam berbagai pelarut organik dari golongan hidrokarbon aromatik seperti metanol, benzena, diklorometana namun tidak larut dalam dietil eter dan heksan. PEG memiliki berat jenis kisaran 1,1–1,2 g/cm³. Rumus molekul PEG adalah C₁₈H₃₈O₁₀, berat molekul yang digunakan adalah 400 Da dan kerapatan 1,128 g/mL (Kim dan Ho Lee, 1997). Struktur polietilen glikol ditunjukkan pada Gambar 2.7



Gambar 2.7 Struktur Polietilen Glikol (Kim dan Ho Lee, 1997)

2.3.4 Asam Klorida

Asam klorida merupakan suatu asam kuat yang molekulnya mempunyai satu hidrogen yang mampu memisahkan diri menjadi ion hidrogen (H⁺) (Manahan, 1991). Reaksi sebagai berikut:



Sifat-sifat asam klorida yaitu elektrolit kuat, terionisasi sempurna dalam air, menghantarkan arus listrik, jika dilarutkan akan melepaskan ion hidrogen (H^+) dan mengubah lakmus biru menjadi merah (Chang, 2005). Karakteristik dari asam klorida dengan berat molekul 36,46 g/mol, titik leleh sebesar $-27,32^\circ\text{C}$, titik didih sebesar $110,58^\circ\text{C}$ dan kelarutan dalam air tercampur penuh (Bodek *et al.*, 1988). Penelitian yang dilakukan oleh Zhao Song *et al.*, (2014) pada pH 1 menghasilkan nilai fluks air rendah karena pori-pori yang terbentuk pada membran polisulfon/polianilin sangat rapat.

2.3.5 Natrium Hidroksida

Natrium hidroksida adalah alkali soda anorganik, merupakan suatu basa kuat yang melepaskan ion hidroksida (OH^-) dalam larutan. Reaksi sebagai berikut:



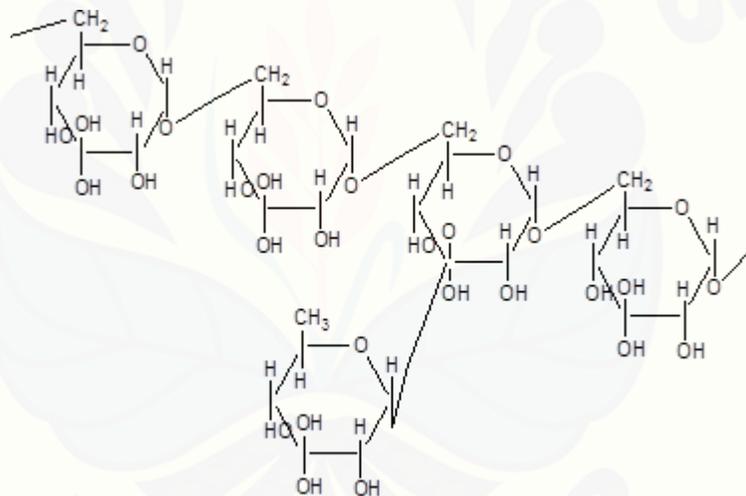
Sifat-sifat natrium hidroksida yaitu elektrolit kuat, terasa licin jika terkena kulit, menghantarkan arus listrik, jika dilarutkan dalam air akan melepaskan ion hidroksida (OH^-), mengubah lakmus merah menjadi lakmus biru dan terionisasi sempurna dalam air (Chang, 2005).

Natrium hidroksida bersifat higroskopis dan mudah menyerap karbondioksida dari udara sehingga harus disimpan dalam wadah kedap udara. Natrium hidroksida mengandung ion, yaitu Na^+ dan OH^- , Natrium hidroksida merupakan basa yang kuat yang digunakan dalam industri kimia, yang bereaksi dengan asam yang membentuk air dan garam yang sesuai. Karakteristik dari Natrium hidroksida dengan berat molekul 39,997 g/mol, titik leleh sebesar 318°C , titik didih sebesar 1390°C dan kelarutan dalam air sebesar 111 g/100 mL (Bodek *et al.*, 1988). Penelitian yang dilakukan oleh Zhao Song *et al.*, (2014) pada pH 12 menghasilkan nilai fluks air besar karena pori-pori yang terbentuk pada membran polisulfon/polianilin lebih banyak.

2.3.6 Dekstran

Dekstran adalah suatu glukosa yang memiliki ikatan α -D-1,6-glukosa dengan rantai samping 1,3 dan terikat pada rantai C bipolimer. Dekstran dapat dianalisis secara kuantitatif menggunakan metode analisis fenol-sulfat karena merupakan karbohidrat. Dekstran dapat larut dalam beberapa pelarut air, metil sulfida, formamida, heksa metil fosforamida, 4-metilmorfolin-4-oksida, etilena glikol dan gliserol. Dekstran tidak dapat larut dalam larutan monohidrik alkohol seperti metanol, etanol, isopropanol dan kebanyakan senyawa keton (Belder, 2003).

Larutan dekstran mudah difiltrasi, namun semakin besar berat molekul dekstran yang digunakan maka tekanan yang dibutuhkan dalam filtrasi juga semakin besar pula (Pharmacosmos, 2006). Struktur dekstran ditunjukkan pada Gambar 2.8



Gambar 2.8 Struktur dekstran (Belder, 2003)

2.4 Teknik Pembuatan Membran

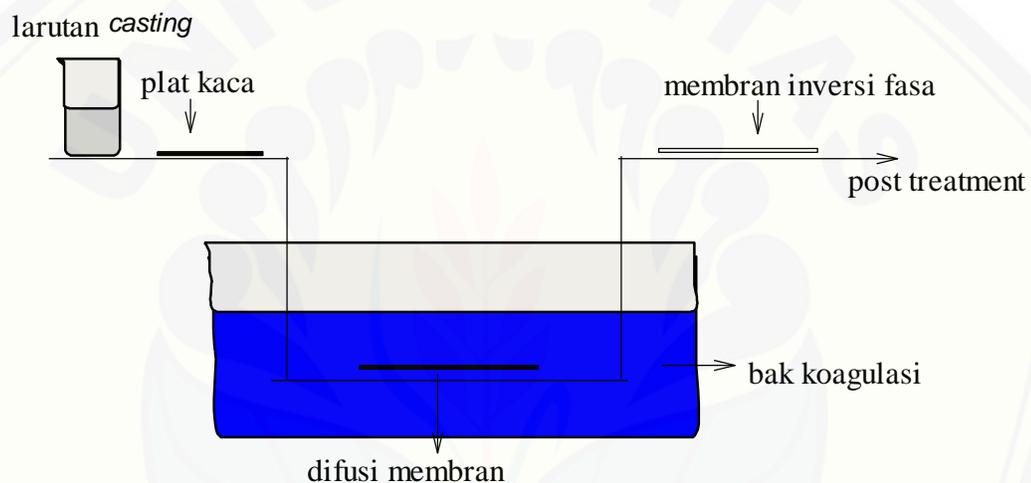
Beberapa teknik yang dapat digunakan untuk membuat membran sintesis, yaitu *sintering*, *stretching*, *track-etching*, *template-leaching*, *coating* dan inversi fasa.

- a. Teknik *Sintering*, yaitu teknik yang menghasilkan membran berpori (mikrofiltrasi) dengan ukuran pori sekitar 0,1–10 μm yang akan menghasilkan membran organik dan anorganik yang berpori. Partikel berupa serbuk dengan

ukuran tertentu diberi tekanan dan di-*sinter* pada suhu tertentu sehingga antarmuka partikel yang berdekatan akan menghilang dan muncul pori-pori baru (Wenten, 2000).

- b. Teknik *Stretching*, yaitu teknik yang menghasilkan ukuran pori sekitar 0,1–3 μm . Film yang terbuat dari polimer semi kristal ditarik terhadap arah ekstruksi sehingga bagian kristal polimer akan terorientasi sejajar dengan arah ekstruksi (Wenten, 2000).
- c. Teknik *Track-etching*, yaitu teknik yang menghasilkan ukuran pori sekitar 0,02–10 μm . Film polimer ditembak dengan partikel radiasi berenergi tinggi yang tegak lurus terhadap arah film sehingga membentuk lintasan pada matriks polimer dan kemudian film dimasukkan ke dalam bak berisi larutan non pelarut. Pori yang dihasilkan dari teknik ini berbentuk silinder dengan ukuran yang sama dan mempunyai distribusi pori yang sempit (Wenten, 2000).
- d. Teknik *Template-leaching*, yaitu cara melepaskan salah satu komponen (*leaching*) untuk membuat membran berpori. Cara tersebut dapat digunakan untuk membuat membran gelas berpori (Wenten, 2000).
- e. *Coating* merupakan metode pembuatan membran komposit yang sangat sederhana untuk memperoleh lapisan atas padat yang sangat tipis. Metode yang digunakan dalam pembuatan membran ini, yaitu *reverse osmosi*, *gas separation* dan *pervaporasi*. Prinsip pembuatannya dengan mencelupkan membran asimetri ke dalam larutan pelapis yang mengandung polimer, pre-polimer atau monomer dengan konsentrasi padatan dalam larutan rendah (kurang dari 1%). Membran asimetri dipisahkan dari bak yang mengandung material pelapis dan pelarut yang akan diperoleh lapisan tipis dari larutan yang menempel pada bak. Lapisan tipis tersebut dimasukkan dalam oven sehingga solven akan menguap dan terjadi *crosslinking* (Mulder, 1996).
- f. Teknik Inversi Fasa, yaitu suatu proses pengubahan bentuk polimer dari fase cair menjadi padatan dengan kondisi yang terkendali. Proses pemadatan polimer diawali dengan transisi dari fase cair satu ke fase cair dua (*liquid-liquid*

demixing). Tahap tertentu selama proses *demixing*, salah satu fase cair (fase polimer konsentrasi tinggi) akan memadat sehingga terbentuk matriks padat, seperti pada Gambar 2.9 Pembuatan membran dengan metode inversi fasa. Teknik inversi fasa meliputi metode presipitasi dengan penguapan terkendali, presipitasi dengan penguapan pelarut, presipitasi termal, presipitasi fase uap dan presipitasi *immersi* (Mulder, 1996). Metode inversi fasa pada pembuatan membran ditunjukkan pada Gambar 2.9



Gambar 2.9 Pembuatan membran dengan metode inversi fasa (Mulder, 1996)

1. Presipitasi dengan penguapan pelarut

Presipitasi dengan penguapan pelarut merupakan metode yang paling sederhana, yaitu dengan melarutkan polimer pada pelarut tertentu kemudian di cetak pada penyangga yang sesuai sehingga diperoleh membran yang homogen (Mulder, 1996).

2. Presipitasi dengan penguapan terkendali

Presipitasi dengan penguapan terkendali, yaitu melarutkan polimer pada campuran pelarut dan non pelarut. Pelarut yang dibutuhkan yaitu pelarut yang lebih mudah menguap daripada non pelarut, supaya perubahan komposisi selama

penguapan akan bergerak ke arah peningkatan kandungan non pelarut sehingga konsentrasi polimer menjadi lebih pekat (Mulder, 1996).

3. Presipitasi termal

Presipitasi termal dengan mempercepat terjadinya fase pemisahan maka digunakan pelarut tunggal atau pelarut campuran. Teknik ini biasanya digunakan untuk pembuatan membran mikrofiltrasi (Mulder, 1996).

4. Presipitasi fase uap

Uap terdiri dari non pelarut jenuh dan pelarut yang sama, di mana suasana uap tersebut ditempatkan sebagai penempatan film yang telah dicetak. Presipitasi fase uap digunakan konsentrasi pelarut yang lebih pekat supaya pelarutnya tidak mudah menguap sehingga terjadi penetrasi non pelarut ke dalam film (Mulder, 1996).

5. Presipitasi *immersi*

Presipitasi *immersi*, yaitu larutan polimer dicetak pada suatu penyangga kemudian direndam dalam bak koagulasi yang mengandung non pelarut. Struktur membran yang terbentuk sangat ditentukan oleh kombinasi perpindahan massa dan perpindahan fasa (Mulder, 1996). Persyaratan untuk membuat membran dengan metode inversi fasa adalah polimer yang digunakan harus larut pada pelarutnya atau campurannya. Syarat ini dimaksudkan agar dapat terjadi *liquid-liquid demixing*. *Demixing* akan terjadi pertukaran pelarut dengan non pelarut pada membran tersebut. Penarikan pelarut ini menyebabkan polimer tersebut membentuk matriks padatan dan menjadi membran. Proses *demixing* dibedakan menjadi dua mekanisme:

a. *Instantaneous demixing*

Instantaneous demixing merupakan *demixing* terjadi segera setelah polimer dicelupkan ke dalam bak koagulasi yang berisi non pelarut. Mekanisme *instantaneous demixing* yang terjadi membentuk membran yang berpori (Wenten, 2000).

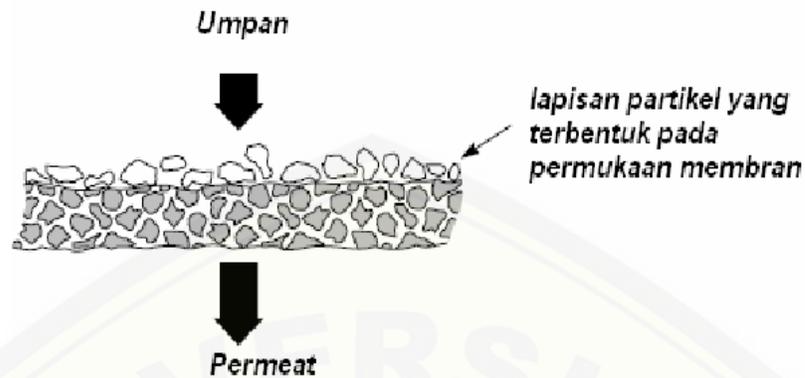
b. Delayed demixing

Delayed demixing merupakan *demixing* terjadi saat penundaan pada matrik polimer sebelum dicelupkan ke dalam bak koagulasi. Membran yang terbentuk adalah membran *nonporous* (Wenten,2000).

2.5 Proses Pemisahan Membran

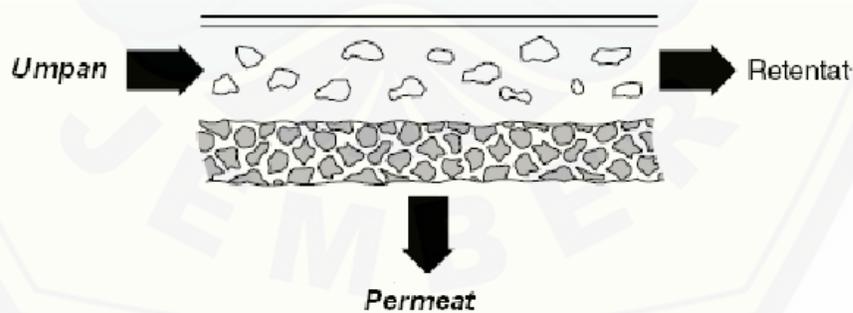
Membran sebagai media semi permeabel harus mempunyai kinerja yang baik. Faktor-faktor yang mempengaruhi terhadap kinerja membran adalah selektivitas dan permeabilitas yang cukup tinggi, kestabilan sifat mekanik, kestabilan terhadap suhu dan tahan terhadap zat-zat kimia. Proses pemisahan membran menghasilkan dua aliran yaitu permeat dan retentat. Permeat merupakan hasil pemisahan yang dapat melewati membran sedangkan retentat merupakan hasil sisa yang tertahan oleh membran (Pabby *et al.*, 2009).

Permeat dan retentat merupakan aliran umpan yang proses pemisahannya menggunakan sistem filtrasi *dead-end* atau *cross-flow* (Baker, 2004; Mulder, 1996). Sistem *dead-end*, larutan umpan diberi gaya dorong tekanan untuk melewati membran dengan arah aliran tegak lurus terhadap membran. Namun, kelemahan proses ini adalah dapat meningkatkan komponen retentat dalam larutan umpan dengan menyebabkan kualitas permeat semakin menurun. Hal ini disebabkan terjadinya *fouling* yang sangat tinggi karena terbentuk lapisan partikel di permukaan membran. Ketebalan tersebut akan terus meningkat sehingga nilai fluks menurun. Proses pemisahan membran *dead-end* ditunjukkan pada Gambar 2.10



Gambar 2.10 Sistem membran filtrasi *dead-end* (Baker, 2004)

Sistem *cross-flow* merupakan sistem membran filtrasi yang kompleks yang banyak diaplikasikan di industri karena memiliki kecenderungan *fouling* yang relatif rendah. Larutan umpan pada sistem *cross-flow* dialirkan paralel terhadap permukaan membran. Aliran umpan terbentuk menjadi dua, yaitu aliran permeat dan retentat sehingga pembentukan lapisan partikel di permukaan membran akan terjadi sangat lambat karena tersapu oleh gaya geser aliran *cross-flow* umpan. Penurunan fluks dapat dikontrol dan disesuaikan dengan pengaturan kecepatan aliran *cross-flow*. Proses pemisahan membran *cross-flow* ditunjukkan pada Gambar 2.11



Gambar 2.11 Sistem membran filtrasi *cross-flow* (Baker, 2004)

2.6 Parameter yang Mempengaruhi Struktur Membran

Mekanisme pembentukan membran dibedakan menjadi dua tipe, yaitu membran berpori (mikrofiltrasi dan ultrafiltrasi) dan membran tidak berpori (*dense*)

yang pembuatannya menggunakan metode inversi fasa. Beberapa parameter yang berpengaruh pada morfologi membran: a. pemilihan pelarut dan non pelarut; b. pemilihan polimer; c. konsentrasi polimer; d. komposisi bak koagulasi (Mulder, 1996).

a. Pemilihan Pelarut dan Non Pelarut

Pemilihan pelarut dan non pelarut merupakan salah satu variabel utama pada proses presipitasi immersi, pelarut dan non pelarut harus saling melarutkan. Umumnya air yang dipilih sebagai non pelarut walaupun non pelarut lain dapat digunakan, sebagai contoh pada penelitian Zhao Song *et al.*, (2014) yang menggunakan larutan asam-basa yaitu HCl dan NaOH sebagai non pelarut dalam bak koagulasi. Pembuatan membran polisulfon (PSf) yang menggunakan N,N-dimetilacetamida (DMAc) sebagai pelarut dan polietilen glikol sebagai zat aditif, dengan berbagai keasaman non pelarut dalam larutan bak koagulasi.

b. Pemilihan Polimer

Pemilihan polimer sangat berpengaruh karena penggunaan pelarut atau non pelarut pada fase inversi sangat terbatas. Pemilihan polimer akan berdampak terhadap *fouling* dan stabilitas suhu serta kimia dari membran yang dihasilkan. PAN, PSF dan PES merupakan jenis polimer yang dapat digunakan untuk membuat membran ultrafiltrasi dengan DMAc sebagai pelarut, non pelarutnya HCl, NaOH dan air.

c. Konsentrasi Polimer

Kenaikan konsentrasi pada larutan *casting* akan menyebabkan kenaikan konsentrasi polimer pada *interface*, mengakibatkan membran yang dihasilkan akan memiliki ukuran pori yang semakin kecil dan fluks yang rendah.

d. Komposisi Bak Koagulasi

Struktur membran yang terbentuk akan berpengaruh pada penambahan pelarut pada bak koagulasi. Semakin besar konsentrasi pelarut di dalam bak koagulasi berdampak pada penurunan konsentrasi polimer pada *interface*, sehingga dihasilkan membran dengan ukuran pori semakin besar (Mulder, 1996).

2.7 Karakterisasi Membran

Beberapa metode yang digunakan untuk mengkarakterisasi membran polisulfon, yaitu permeabilitas membran, fluks air, rejeksi membran dan *scanning electron microscope* (SEM) (Baker, 2004; Mulder, 1996).

2.7.1 Koefisien Permeabilitas Membran

Pengukuran nilai fluks dapat dilakukan pada berbagai tekanan, kemudian dibuat grafik dengan perubahan tekanan sebagai sumbu X dan nilai fluks sebagai sumbu Y. Slope dari persamaan garis yang diperoleh merupakan nilai koefisien permeabilitas (L_p). Koefisien permeabilitas dapat dinyatakan dengan persamaan sebagai berikut:

$$J_v = L_p \cdot \Delta P \quad (2.1)$$

Keterangan :

J_v = fluks volume ($L/m^2 \cdot \text{jam}$)

L_p = koefisien permeabilitas ($L/m^2 \cdot \text{jam} \cdot \text{atm}$)

ΔP = perubahan tekanan(atm)

(Mulder, 1996).

2.7.2 Fluks Membran

Fluks Membran adalah jumlah permeat yang dihasilkan pada operasi membran dalam satuan waktu dan satuan luas permukaan membran yang digunakan. Hasil preparasi membran dari kinerjanya ditentukan oleh fluks atau laju permeasi. Satuan yang menyatakan besaran fluks adalah $L/m^2 \cdot \text{jam}$ atau $Kg/m^2 \cdot \text{jam}$ (Mulder, 1996). Persamaan penentuan besarnya nilai fluks sebagai berikut :

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

keterangan :

J_v = fluks volume ($L/m^2 \cdot \text{jam}$)

t = waktu pemerolehan permeat dengan volume tertentu (jam)

A = luas permukaan membran (m^2)

V = volume permeat (L)

(Baker, 2004).

2.7.3 Koefisien Rejeksi Membran

Koefisien rejeksi membran adalah kemampuan ukuran suatu membran untuk menahan atau melewatkan suatu molekul yang akan dipisahkan. Koefisien rejeksi membran bergantung pada ukuran molekul, ukuran pori membran dan interaksi antar permukaan dengan molekul (Mulder, 1996). Koefisien rejeksi dengan nilai 0%-100%. Nilai 0% menunjukkan semua partikel lolos dari membran, sedangkan nilai 100% menunjukkan pemisahan yang sempurna oleh membran. Nilai rejeksi zat padat terlarut sebagai berikut :

$$R (\%) = \left(1 - \frac{C_{\text{permeat}}}{C_{\text{retentat}}} \right) \times 100\% \quad (2.3)$$

Keterangan :

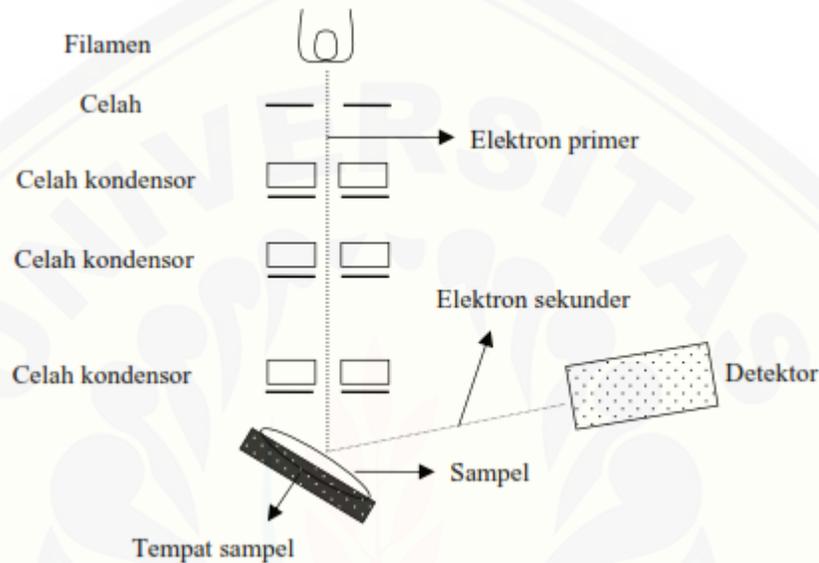
% R	= persentase tahanan
C_{permeat}	= konsentrasi partikel dalam permeat
C_{retentat}	= konsentrasi partikel dalam retentat

Kurva kalibrasi yang digunakan mengacu pada persamaan Lambert Beer yang menyatakan absorbansi berbanding lurus dengan besarnya konsentrasi larutan (Kenkel, 2003). Spektrofotometer UV-Vis akan digunakan untuk menentukan konsentrasi permeat dan konsentrasi retentat. Konsentrasi dari masing-masing larutan baik permeat ataupun retentat akan ditentukan oleh nilai absorbansi yang diperoleh. Penentuan konsentrasi didasarkan pada kurva kalibrasi larutan standar.

2.7.4 Scanning Electron Microscope (SEM)

Karakterisasi morfologi membran menggunakan SEM untuk mengetahui struktur permukaan penampang lintang dan struktur pori membran. Analisis *scanning*

electron microscope menghasilkan gambar sampel dengan resolusi yang tinggi. Batas resolusi SEM adalah 0,01-10 μm sedangkan SEM yang lebih kompleks memiliki batas resolusi hingga 0,05 μm (Mulder, 1996). Prinsip kerja SEM ditunjukkan pada Gambar 2.12



Gambar 2.12 Proses *Scanning Electron Microscope*

Prinsip kerja *Scanning Electron Microscope* adalah suatu berkas sinar elektron dengan energi kinetik 1-25 kV menabrak sampel membran dan elektronnya disebut elektron primer yang berenergi tinggi. Elektron yang dipantulkan dinamakan elektron sekunder yang memiliki energi rendah. Elektron sekunder ini bukan merupakan hasil pantulan elektron primer tetapi merupakan hasil pembebasan dari atom di permukaan dan menentukan gambaran yang terekam dalam mikrograf atau layar monitor. Sampel membran yang ditempatkan dalam berkas elektron memerlukan teknik persiapan yang baik supaya sampel tidak terbakar atau rusak. Pencegahan dilakukan dengan melapisi sampel dengan lapisan konduktor, seperti lapisan tipis emas (Mulder, 1996).

BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada bulan Januari sampai Juni 2015 di Laboratorium Kimia Fisik dan Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya :

Stirer magnetik, selotip, *stopwatch*, kompresor, mikrometer, erlemeyer 25 mL dan 50 mL, labu ukur 25 mL, 50 mL, 250 mL, 500 mL dan 1000 mL, pipet mikro 1 mL, pipet volume 1 mL dan 5 mL, pipet mohr 1 mL, 5 mL dan 10 mL, gelas ukur 10 mL dan 50 mL, gelas beaker 50 mL dan 100 mL, bak koagulasi, neraca analitik, botol semprot, gunting, anak stirer, satu set alat ultrafiltrasi modul flat sistem *dead end*, spektrofotometer UV-Vis 756 CRT, kuvet, plat kaca, pH meter dan neon dan kaca arloji.

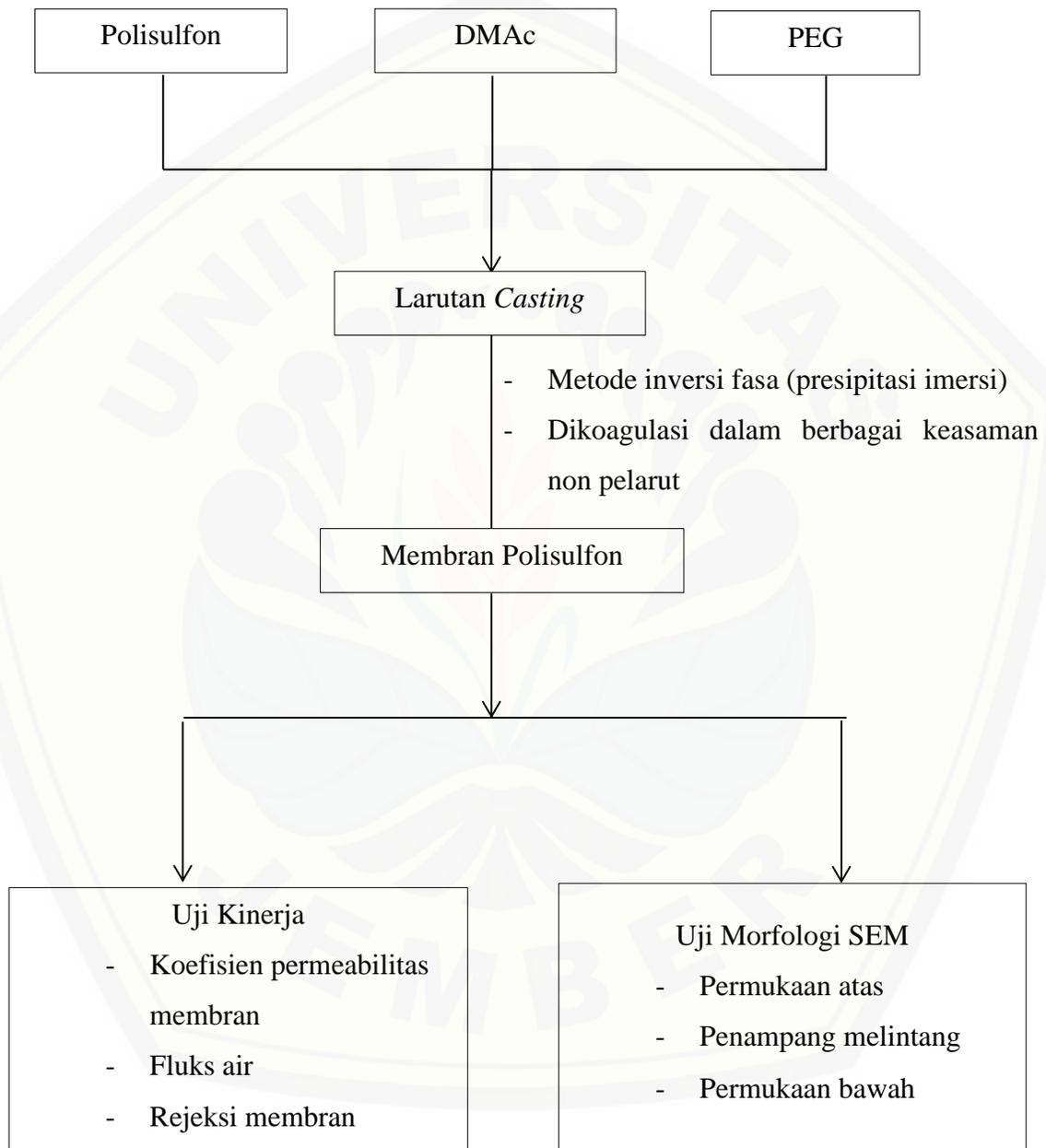
3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya :

Polisulfon *udel* p.a 35 kDa, dimetilacetamida p.a *merck* ($\rho = 0,98$ g/mL), PEG *bataco chemika* 400 Da ($\rho = 1,128$ g/mL), akuades, NaOH p.a (*merck*), HCl 37% p.a *merck*, dekstran *sigma aldrich* 100–200 kDa, fenol p.a (*merck*), asam sulfat p.a *merck*, etanol 99% dan aluminium foil.

3.3 Diagram Alir Penelitian

Diagram alir penelitian ditunjukkan pada skema Gambar 3.1



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

3.4 Prosedur Kerja Penelitian

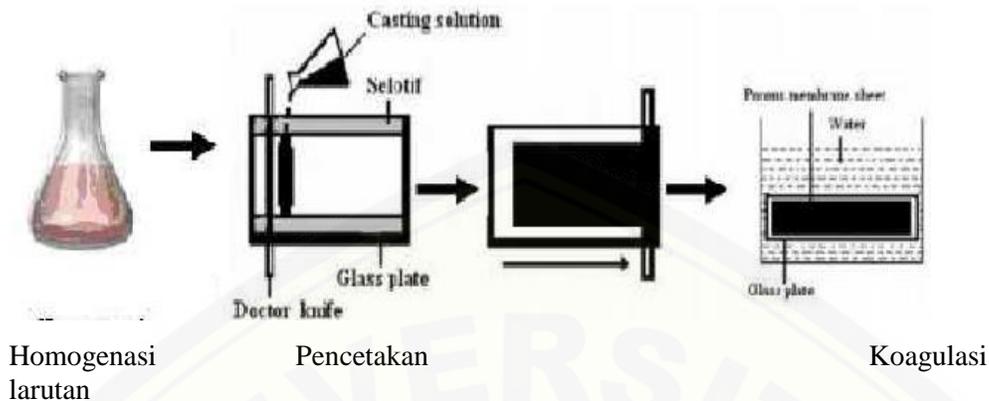
Perlakuan bertahap yaitu : pembuatan larutan *casting*, pembuatan membran polisulfon dan dilakukan uji kinerja dan karakterisasi morfologi.

3.4.1 Pembuatan Larutan *Casting*

Awal pembuatan larutan *casting* yaitu dengan menyiapkan polimer polisulfon 35 kDa sebanyak 18% w/w, dilarutkan dalam 64% w/w pelarut N,N-dimetilacetamida (DMAc) kemudian ditambahkan zat aditif PEG 400 sebanyak 18% w/w (Radiman dkk., 2002). Campuran diaduk dengan *magnetic stirrer* selama ± 13 jam hingga dihasilkan larutan *casting* yang homogen.

3.4.2 Pembuatan Membran Polisulfon

Pendiaman larutan *casting* yang dihasilkan sampai tidak terdapat gelembung udara. Larutan *casting* dituangkan di atas plat kaca yang telah di beri pembatas selotip di bagian pinggir kaca, sehingga ketebalan membran yang dihasilkan mengikuti ketebalan selotip. Larutan *casting* yang dituangkan pada plat kaca kemudian ditekan secara merata satu arah ke seluruh bagian permukaan kaca menggunakan neon. Plat kaca selanjutnya dimasukkan dengan segera ke dalam bak koagulasi dengan berbagai keasaman non pelarut. Membran akan terlepas dari plat kaca dengan sendirinya setelah proses solidifikasi membran kemudian membran di cuci menggunakan akuades untuk menghilangkan sisa pelarut. Hasilnya berupa membran polisulfon kemudian dikeringkan di udara terbuka. Proses pembuatan membran ditunjukkan pada Gambar 3.2



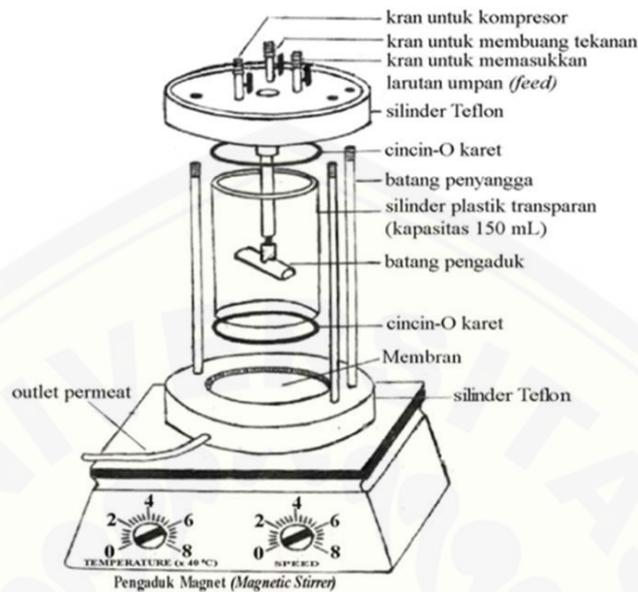
Gambar 3.2 Proses pembuatan membran (Javiya, 2008).

Tabel 3.1 Keasaman Non Pelarut dalam Bak Koagulasi

Larutan non pelarut	Nilai pH
HCl 0,1M	1
Akuades	6,8
NaOH 0,01M	12

3.4.3 Karakterisasi Kinerja Membran

Kinerja membran polisulfon meliputi koefisien permeabilitas membran, fluks membran dan rejeksi membran. Sebelum dilakukan pengukuran kinerja membran yaitu koefisien permeabilitas membran, fluks membran dan koefisien rejeksi membran, dilakukan uji kompaksi membran terlebih dahulu. Membran polisulfon yang dihasilkan dengan berbagai keasaman non pelarut dalam larutan bak koagulasi dipotong berbentuk lingkaran dengan diameter menyesuaikan dengan set alat ultrafiltrasi. Selanjutnya dilakukan pengukuran ketebalan membran polisulfon dengan alat mikrometer dan membran dimasukkan ke dalam set alat ultrafiltrasi yang ditunjukkan pada Gambar 3.3



Gambar 3.3 Set alat ultrafiltrasi (Irfan, 2008)

a. Kompaksi membran

Membran yang sudah dipotong sesuai diameter set alat ultrafiltrasi direndam dalam etanol 10% selama 10 menit, kemudian dimasukkan dalam set alat ultrafiltrasi. Akuades sebagai larutan umpan disiapkan sebanyak 100 mL dengan menggunakan tekanan sebesar 2 bar dengan kecepatan pengadukan tertentu. Akuades yang melewati membran diukur setiap satuan mL sampai didapatkan nilai fluks yang konstan. Waktu yang akan digunakan sebagai waktu kompaksi dalam karakterisasi kinerja yang lain adalah waktu ketika nilai fluks konstan.

b. Koefisien Permeabilitas Membran

Permeabilitas membran dilakukan dengan memasang membran pada set alat ultrafiltrasi setelah membran terkompaksi dan digunakan untuk pengukuran fluks air pada variasi tekanan yaitu 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; dan 3 bar dengan kecepatan pengadukan tertentu selama 24 jam. Setiap hasil pengukuran dibuat grafik nilai fluks air (sumbu

y) dan perubahan tekanan (sumbu x). Nilai koefisien permeabilitas (L_p) diperoleh dari *slope* grafik yang merupakan grafik penentuan nilai koefisien permeabilitas.

c. Fluks Membran

Akuades sebagai larutan umpan dimasukkan sebanyak 100 mL dalam set alat ultrafiltrasi yang telah diberi membran. Membran sebelumnya telah direndam pada etanol 10% selama 10 menit dan diuji kompaksi terlebih dahulu sebelum pengukuran fluks. Pengadukan dengan stirrer magnetik dijaga konstan. Pengujian fluks dilakukan dengan tekanan 2 bar, kemudian diukur volume akuades yang lolos melewati membran selama 24 jam. Dilakukan pengulangan pengukuran sebanyak 3 kali.

d. Koefisien Rejeksi Membran

Pengukuran koefisien rejeksi membran dilakukan dengan larutan dekstran 100-200 kDa dengan konsentrasi 1000 ppm yang dilewatkan melalui membran. Konsentrasi permeat dan retentat diukur menggunakan Spektrofotometer UV-Vis 756CRT. Tahapan dalam pengukuran rejeksi membran adalah melakukan *scanning* panjang gelombang optimum, kurva kalibrasi dan pengukuran konsentrasi permeat dan retentat.

1. Penentuan Panjang Gelombang Optimum

Penentuan panjang gelombang optimum (*scanning*) dilakukan dengan menyiapkan larutan standar dekstran dengan konsentrasi 40 ppm sebanyak 1 mL ditambahkan asam sulfat pekat dan fenol 5% dengan perbandingan volume larutan 1:5:1 selanjutnya diencerkan dengan akuades dalam labu ukur 25 mL. Larutan blanko dibuat dengan fenol 5%, asam sulfat pekat dan air dengan perbandingan 1:5:1 dilakukan perlakuan yang sama. *Scanning* dilakukan pada panjang gelombang 400–550 nm menggunakan Spektrofotometer UV-Vis 756 CRT.

2. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Pembuatan kurva kalibrasi digunakan larutan standar dekstran 100–200 kDa dengan konsentrasi 1000 ppm. Larutan standar tersebut diperoleh melalui

pengenceran larutan dekstran 100–200 kDa. Larutan standar diambil 0,15; 0,25 mL; 0,5 mL; 0,75; 1,0 mL; 1,25; 1,5 mL; 1,75 mL dan 2,0 mL kemudian ditambah asam sulfat pekat dan fenol 5% dengan perhitungan perbandingan volume 1:5:1. Pengenceran dengan aquades dalam labu ukur 25 mL sehingga diperoleh dekstran dengan konsentrasi 6, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70 dan 80 ppm kemudian absorbansinya diukur pada panjang gelombang optimum yang telah didapatkan melalui *scanning*. Data absorbansi yang diperoleh kemudian dibuat grafik konsentrasi (sumbu x) *versus* absorbansi (sumbu y) sehingga didapatkan persamaan garisnya.

3. Pengukuran Konsentrasi Permeat dan Retentat

Pengukuran konsentrasi permeat dan retentat dengan larutan dekstran BM 100-200 kDa dengan konsentrasi 1000 ppm diambil sebanyak 50 mL dan dimasukkan ke dalam set alat ultrafiltrasi sebagai larutan umpan. Tekanan yang digunakan adalah 2 bar selama 24 jam. Koefisien rejeksi dapat diketahui dari konsentrasi retentat dan permeat melalui metode spektrofotometri. Larutan dekstran bagian permeat maupun retentat diambil 1 mL, masing-masing diencerkan dengan penambahan asam sulfat pekat dan fenol 5% dengan perbandingan volume larutan 1:5:1 dan diencerkan dengan akuades dalam labu ukur 50 mL untuk pengenceran retentat dan 25 mL untuk pengenceran permeat. Absorbansi permeat dan retentat kemudian diukur pada serapan panjang gelombang optimum dengan Spektrofotometer UV-Vis 756CRT. Persamaan garis yang didapat dari kurva kalibrasi digunakan untuk menghitung nilai absorbansi permeat dan retentat.

3.4.4 Karakterisasi Morfologi Membran

Uji morfologi membran dilakukan dengan menggunakan alat *Scanning Electromagnetic Microscope* (SEM). Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh perendaman variasi komposisi non pelarut terhadap pori membran polisulfon. Morfologi yang diamati yaitu penampang melintang dan permukaan membran. Namun pengujian tidak dilakukan sendiri tetapi sampel dikirim di