

PENGARUH KOMPOSISI *BLENDING* DAN NON PELARUT TERHADAP KINERJA MEMBRAN *Polyvinylidene fluoride*(PVDF) - KITOSAN DALAM PEMISAHAN PEWARNA RHODAMIN-B

INFLUENCE OF *BLENDING* AND NON-SOLVENT H₂O/C₂H₅OH COMPOSITION TO *Polyvinylidene fluoride*(PVDF)–CHITOSAN MEMBRANE PERFORMANCE IN THE SEPARATION OF RHODAMIN-B

Trias Galih Indah Aurora* dan Nita Kusumawati

*Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences
State University of Surabaya*

Jl. Ketintang Surabaya (60231), Telp. 031-8298761

*Corresponding author, email: trias_aurora@yahoo.co.id

Abstrak. Telah dilakukan penelitian tentang pembuatan membran *Polyvinylidene fluoride* (PVDF) blending kitosan serta pemanfaatannya pada pemisahan limbah pewarna rhodamin B. Pada penelitian ini dilakukan variasi komposisi blending kitosan dan komposisi non pelarut yang bertujuan untuk mengetahui pengaruh komposisi blending kitosan dan non pelarut terhadap kekuatan mekanik, fluks, dan rejeksi serta uji morfologi permukaan pada membran terbaik. Pembuatan membran pada penelitian ini menggunakan metode preparasi inversi fasa dengan teknik perendapan-pengendapan. Membran PVDF-kitosan padat kemudian diuji kekuatan mekanik pada membran menggunakan alat autograph. Fluks menggunakan alat dead end dan rejeksi menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis. Hasil yang diperoleh pada penelitian ini yaitu membran pada komposisi 16/0/84/0 (PVDF/kitosan/NMP/NH₄Cl) dengan non pelarut 50% air/50% etanol memiliki nilai modulus young terbesar sebesar 2248 N/m². Membran pada komposisi 16/0/84/0 PVDF/kitosan/NMP/NH₄Cl) dengan non pelarut 75% air/25% etanol memiliki nilai fluks terbesar sebesar 2112 Lm⁻²jam⁻¹ dan nilai koefisien rejeksi terbesar sebesar 96,24 %. Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa komposisi blending dan non pelarut berpengaruh terhadap karakteristik mekanik dan kinerja membran. Semakin banyak komposisi PVDF dalam larutan cetak dan semakin banyak presentase non pelarut etanol maka semakin besar nilai modulus young, semakin kecil nilai fluks dan semakin besar nilai rejeksi yang dihasilkan. Berdasarkan nilai modulus young dan fluks membran, diperoleh membran PVDF-kitosan dengan komposisi terbaik yaitu pada komposisi 13/1,5/84/1,5 (PVDF/kitosan/NMP/NH₄Cl) dengan non pelarut 75% air/25% etanol. Hasil dari uji morfologi membran yang terbaik melalui SEM dengan perbesaran 5000x, membran memiliki struktur pori yang rapat serta memiliki pori dengan ukuran pori 0,001695 µm.

Kata kunci: membran PVDF-Kitosan, kinerja, karakteristik mekanik, pewarna rhodamin B, pengolahan limbah

Abstract. A research had been done on the preparation of polyvinylidene fluoride (PVDF) membrane blending chitosan and its utilization in waste separation of rhodamine B as a dye. This research is done by varying chitosan blending composition and non-solvent composition which aimed to determine the effect of chitosan blending composition and non-solvent to mechanical strength, flux, and rejection as well as the morphology test of the best membrane. The preparation of membranes was using the phase inversion method with immersion-precipitation technique. Solid PVDF-chitosan membranes was determined its mechanical strength by using autograph. Flux of the membranes was determined by using a dead-end and its rejection by using spektrophotometer UV-Vis. The results of this research showed that the membrane of composition 16/0/84/0 (PVDF/chitosan/NMP/NH₄Cl) with non solvent 50% of water/50% of ethanol has maximum modulus young value 2248 N/m². Based on the results obtained, it can be concluded that the composition of the blending and non-solvent effect on the mechanical characteristics and the performance of the membrane. The more the composition of PVDF in solution the print and the more percentage the non solvent ethanol, then the greater the value of modulus young, the smaller value of the flux and the greater the resulting rejection value. Membrane of composition 16/0/84/0 (PVDF/chitosan/NMP/NH₄Cl) with non solvent 75% of water/25% of ethanol has maximum flux value 2112 Lm⁻²hour⁻¹ and maximum rejection coefficient on 96,24%. Based on modulus young and flux value of membrane, showed that the best PVDF-chitosan membrane was on composition 13/1,5/84/1,5 (PVDF/chitosan/NMP/NH₄Cl)) with non solvent 75% of water/25% of ethanol. The results of the test the best membrane morphology through SEM with a magnification of 5000x membrane porous structure, dense and has a pore with a pore size 0,001695 µm.

Keywords: membranes, PVDF-Chitosan, waste handling

PENDAHULUAN

Saat ini industri di Indonesia sedang berkembang, salah satunya adalah industri tekstil. Pembangunan sektor industri tekstil menjadi sangat penting karena kontribusinya terhadap pembentukan PDB sangat besar. Perkembangan industri dapat dilihat dari nilai ekspor tekstil dan produk tekstil (TPT) yang terus meningkat. Menurut Kementerian Perindustrian (Kemenperin) nilai ekspor TPT pada tahun 2011 sebesar US\$ 13,2 miliar, pada tahun 2012 sebesar US\$ 12,38 miliar dan pada tahun 2013 mengalami peningkatan 5 %, yaitu sebesar 13,5 miliar. Dengan demikian, industri ini merupakan salah satu sumber devisa negara yang berpengaruh besar dalam pertumbuhan ekonomi di Indonesia. Salah satu industri tekstil yang berkontribusi dalam perekonomian Indonesia adalah industri batik. Dengan berkembangnya industri batik tersebut, pemerintah dihadapkan dengan permasalahan baru untuk mengolah limbah yang dihasilkannya. Industri tekstil merupakan industri yang konsumtif air sehingga jumlah limbah cair yang dihasilkan pun sangat melimpah. Senyawa organik yang sering ditemukan dalam air limbah, diantaranya adalah zat warna sintetis, yang hingga saat ini masih menjadi permasalahan lingkungan yang belum terselesaikan. Hingga saat ini, sebagian besar industri batik menggunakan zat warna yang bersifat sintetis. Hal ini dikarenakan zat warna sintetis memiliki ketahanan luntur yang tinggi, mudah diperoleh. Namun tentunya terdapat dampak negatifnya, yaitu limbah yang dihasilkan dari proses pewarnaan masih berwarna dan sulit terdegradasi. Sekitar 15-20 % zat warna yang digunakan akan tersisa pada air buangan yang pada akhirnya akan masuk ke dalam lingkungan sekitarnya [1]. Oleh karena itu, apabila air buangan batik ini dialirkan langsung ke lingkungan tanpa adanya pengolahan terlebih dahulu, maka akan dapat menurunkan kualitas lingkungan dan merusak kehidupan yang ada di lingkungan tersebut.

Salah satu pewarna sintetis yang banyak digunakan dalam produksi batik adalah rhodamin-B [2]. Oleh karena itu, dalam penelitian ini akan digunakan pewarna tekstil rhodamin-B sebagai model limbah. Rhodamin-B merupakan salah satu

pewarna non azo yang banyak digunakan dalam industri tekstil. Mengingat bahaya yang dapat ditimbulkan oleh rhodamin-B terhadap kesehatan manusia, maka pengolahan limbah pewarna ini merupakan hal yang tidak dapat ditunda lagi. Untuk mengatasi dan menyelesaikan permasalahan tersebut, diperlukan upaya yang tepat untuk pengolahan limbah pewarna tekstil. Salah satu metode yang dapat digunakan untuk mengurangi warna pada limbah tekstil, diantaranya adalah dengan menggunakan teknologi membran.

Pada umumnya membran yang digunakan untuk pemisahan pewarna adalah membran berbasis kitosan. Membran kitosan merupakan biopolimer yang bersifat hidrofilik. Namun membran tersebut memiliki kelemahan seperti memiliki sifat mekanik yang tidak terlalu baik, diantaranya adalah ketahanannya yang lemah terhadap tarikan dan regangan, mudah retak, dan pori-pori yang berbentuk spons. Oleh karena itu, sebagai alternatifnya digunakan teknologi membran *polyvinylidene fluoride* (PVDF). *Polyvinylidene fluoride* (PVDF) menjadi material membran yang banyak digunakan dalam beberapa tahun belakangan ini karena kelebihanannya yang memiliki sifat mekanik yang baik serta kemampuannya untuk membentuk membran simetri [3].

Namun demikian, membran tersebut memiliki kelemahan yaitu permukaan membran PVDF cenderung bersifat hidrofobik sehingga kinerjanya dalam proses pemisahan yang melibatkan cairan hidrofilik menjadi lebih rendah dari yang seharusnya. Oleh karena itu, untuk dapat menghasilkan membran yang memiliki kinerja terbaik dalam proses pengolahan limbah yang komponen terbesarnya adalah air, juga akan dilakukan upaya modifikasi permukaan dan pori internal membran menggunakan teknik *blending* dengan kitosan. Selain itu keunggulan dari kitosan adalah memiliki sifat *biodegradable* atau mudah terdegradasi oleh mikroorganisme yang ada di lingkungan [4]. Untuk memperoleh kondisi optimum yang diperlukan dalam preparasi membran PVDF termodifikasi, dilakukan pengkajian terhadap pengaruh komposisi *blending* dan kombinasi non pelarut.

Pada penelitian ini akan dilakukan pembuatan membran PVDF-kitosan sebagai bagian dari teknologi pengolahan limbah pewarna industri tekstil dengan menggunakan teknik *blending*. Membran PVDF-kitosan yang terbentuk, selanjutnya akan diuji kinerjanya dalam pemisahan pewarna rhodamin-B dengan konsentrasi 50 ppm. Hasil penelitian akan diperoleh melalui analisis menggunakan beberapa instrumen, seperti *Surface Area Analyzer* untuk mengetahui ukuran pori membran, autograph untuk mengukur kekuatan mekanik membran, dan reaktor membran “*Dead-end*” untuk mengukur permeabilitas membran dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk melihat morfologi permukaan membran,

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Pada penelitian ini digunakan beberapa alat-alat gelas, antara lain gelas kimia 100 mL, labu kur 1000 mL dan 100 mL, gelas ukur 100 mL, corong gelas, cawan petri, stirer magnetik, termostat dan termocouple untuk alat penstabil suhu, besi penggilas dan plat kaca. Instrumen yang digunakan untuk analisis pada penelitian ini, meliputi Autograph di Laboratorium Fakultas Farmasi di UNAIR kampus B Surabaya, reaktor membran “*dead-end*” di Laboratorium Kimia Fisika Jurusan Kimia UNAIR kampus C Surabaya, *Scanning Electron Microscope* (SEM) di Laboratorium Energi ITS Surabaya, dan spektrofotometri UV-Vis dan *Surface Area Analyzer* (SAA) di Laboratorium Kimia Jurusan Kimia UNESA.

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah larutan kitosan 2 %, serbuk *Polyvinylidene fluoride* (PVDF), *N-Metil-2-Pirolidone* (NMP), NH_4Cl , aquades, etanol teknis, dan larutan rhodamin B 50 ppm.

PROSEDUR PENELITIAN

Preparasi Membran PVDF-Kitosan

Pembuatan membran diawali dengan mempersiapkan larutan *blending* kitosan 2%. Dengan melarutkan 2 gram serbuk kitosan ke dalam larutan 100 mL asam asetat 2 %. Setelah itu diaduk dengan menggunakan magnetik stirrer selama 2 jam hingga homogen.

PVDF dilarutkan dalam *N-Methyl-2-pyrrolidone* (NMP), kemudian ke dalamnya ditambahkan aditif NH_4Cl dan *diblending* dengan kitosan dengan perbandingan (12/2/84/2) % (b/b/b/b). Campuran bahan membran tersebut selanjutnya diaduk dengan magnetik stirrer pada temperatur 40 °C hingga homogen selama 15 menit. Larutan tersebut lalu dicetak dengan menggunakan cawan petri dan kemudian direndam dalam bak koagulasi yang berisi campuran aquades dan etanol dengan perbandingan 75/25; 50/50; dan 25/75 % (v/v). Membran PVDF-kitosan padat yang terbentuk, dicuci dengan cara direndam aquades selama 15 menit. Hal ini bertujuan untuk menghilangkan kelebihan pelarut dan setelah itu digilas serta dikeringkan di plat kaca. Perlakuan yang sama juga diterapkan untuk pembuatan membran dengan komposisi PVDF : kitosan : NMP : NH_4Cl adalah (12/2/84/2 ; 13/1,5/84/1,5 ; 14/1/84/1 ; 15/0,5/84/0,5 ; 16/0/84/0)) % (b/b/b/b).

Penentuan fluks pemisahan dengan menggunakan alat dead end

Preparasi membran yang akan diuji dipotong berbentuk lingkaran dengan diameter 6 cm. Membran diletakkan di bagian bawah alat penguji yang sebelumnya telah dilapisi kertas saring. Seratus mililiter larutan feed rhodamin B 50 ppm dimasukkan ke dalam alat *dead-end*, ditutup rapat dan kemudian kedalamnya dialirkan tekanan 1 kg/cm^3 . Waktu yang dibutuhkan hingga seluruh permeat melewati membran dicatat. Selanjutnya dapat dihitung nilai fluksnya sesuai persamaan berikut ini.

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

Dimana :

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

t = waktu (jam)

V = volume permeat (L)

A = luas permukaan membran (m^2)

Penentuan nilai rejeksi pemisahan

Untuk mengetahui kinerja membran PVDF-kitosan terhadap larutan umpan rhodamin B dilakukan uji selektivitas (rejeksi) dengan cara mengukur selisih konsentrasi pewarna rhodamin B sampel (mula-mula) dengan konsentrasi pewarna

rhodamin B setelah dilewatkan membran PVDF-kitosan. Kemudian untuk mengetahui nilai absorbansi dari konsentrasi pewarna rhodamin B diukur dengan menggunakan instrumen spektrofotometri UV-Vis. Nilai absorbansi yang diperoleh dimasukkan ke dalam persamaan regresi dari kurva kalibrasi, untuk selanjutnya dapat dihitung koefisien rejeksinya sesuai persamaan berikut ini :

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

Dimana :

R= Koefisien rejeksi (%)

C_p = Konsentrasi zat terlarut dalam permeat

C_r = Konsentrasi zat terlarut dalam umpan

Karakterisasi Membran

Karakterisasi membran PVDF-kitosan meliputi uji kekuatan mekanik meliputi uji tarik menggunakan alat autograph, fluks dengan alat *dead end* serta rejeksi dengan alat spektrofotometer UV-Vis dan uji morfologi permukaan membran dengan Scanning Electron Microscope (SEM). Untuk mengetahui nilai kekuatan mekanik membran dilakukan uji tarik menggunakan alat autograph. Membran dipotong berbentuk persegi panjang dengan ukuran 6x1 cm kemudian dijepitkan ke autograph dan dicatat nilai yang muncul pada alat. Nilai yang didapat dimasukkan pada persamaan berikut ini :

$$\sigma = \frac{F}{A}$$

Dimana :

σ = tegangan

F= gaya (F)

A= luas penampang

Teknik Analisa Data

Dari data modulus young dan fluks yang diperoleh akan dilakukan analisis data dengan menggunakan statistik. Untuk mengetahui seberapa jauh pengaruh komposisi *blending*, non pelarut terhadap kekuatan mekanik dan kinerja membran dalam pemisahan pewarna rhodamin B menggunakan uji ANOVA dua arah.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Preparasi Membran PVDF

Pembuatan membran dalam penelitian ini dipreparasi menggunakan metode inversi fasa dengan teknik imersi-presipitasi. Penggunaan metode pada preparasi membran PVDF-kitosan sederhana [4].

Proses preparasi pembuatan membran PVDF-kitosan diawali dengan pembuatan larutan kitosan 2 % yang akan digunakan sebagai bahan *blending* dengan cara dilarutkan terlebih dahulu serbuk kitosan sebanyak 2 gram dalam 100 mL asam asetat 2 %, asam asetat 2 % merupakan pelarut yang baik untuk melarutkan kitosan. Kemudian diaduk selama 2 jam dengan pengaduk magnetic hingga terbentuk larutan kental dengan warna kuning jernih. Setelah itu, proses pembuatan membran PVDF-kitosan dengan cara melarutkan 1 gram PVDF dalam 7 gram NMP, kemudian ke dalamnya ditambahkan NH_4Cl . Tujuan ditambahkan NH_4Cl yaitu untuk meningkatkan porositas membran PVDF-kitosan yang dihasilkan. Setelah itu di *blending* dengan larutan kitosan 2% yang telah dibuat. Campuran bahan membrane tersebut, selanjutnya diaduk dengan *magnetic stirrer* pada temperatur 40 °C hingga homogen dan akan terbentuk larutan cetak. Untuk mendapatkan membran PVDF-kitosan padat, dilakukan proses perendaman larutan cetak dalam bak koagulasi yang berisi campuran non pelarut air dan etanol dengan perbandingan 75 % air / 25% etanol, 50% air /50% etanol, dan 75% etanol/ 25 % air. Membran PVDF padat yang dihasilkan dari proses perendaman tersebut, kemudian dicuci menggunakan aquades. Hal tersebut bertujuan untuk menghilangkan sisa-sisa pelarut NMP dan NH_4Cl . Kemudian membran PVDF-kitosan padat yang telah dicuci dikeringkan dengan digiles terlebih dahulu dan disimpan diatas plat kaca.

Berdasarkan hasil penelitian, proses pemisahan fasa dari berbagai komposisi membran PVDF-Kitosan yang dipreparasi pada penelitian ini membutuhkan waktu yang bervariasi, dimana semakin besar komposisi $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ dalam kombinasi non pelarut ($\text{H}_2\text{O}/\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), akan semakin lama waktu yang dibutuhkan untuk terjadinya inversi fasa hingga diperoleh membran PVDF-kitosan padat. Hal ini disebabkan, karena

perbedaan parameter kelarutan antara NMP dan etanol dekat sehingga, untuk terjadinya proses inversi fasa membutuhkan waktu yang lama.

Pada membran PVDF-kitosan padat dihasilkan berupa lembaran tipis dan memiliki permukaan yang rata Berdasarkan hasil penelitian, pada membran dengan perbandingan non pelarut 25% H₂O:75% C₂H₅OH(v/v) dihasilkan membran yang sangat tipis dan berlubang cukup besar yang menyebar ke seluruh permukaannya. Bentuk fisik membran PVDF-kitosan tersebut tidak dapat digunakan dalam proses filtrasi, sehingga pada penelitian ini membran PVDF-Kitosan dengan perbandingan 25% H₂O:75% C₂H₅OH(v/v) tidak digunakan dalam analisa selanjutnya.

Sifat Mekanik Membran PVDF-kitosan

Pengukuran sifat mekanik dilakukan untuk mengetahui kekuatan membran. Sifat mekanik dapat digambarkan melalui pengukuran uji tarik. Uji tarik bertujuan mengukur gaya yang dibutuhkan untuk membuat membran *polyvinylidene fluoride* (PVDF)-kitosan terputus. Uji tarik dilakukan pada suhu kamar dengan menggunakan alat Autograph yang nantinya akan dihasilkan nilai kuat tegang membran pada saat putus dan kekuatan regangan pada saat putus yang dimiliki oleh membran. Kekuatan mekanik membran dinyatakan dalam *modulus young*, yaitu perbandingan tegangan terhadap regangan [5].

Berdasarkan tabel 1, semakin banyak komposisi PVDF semakin besar nilai *modulus young*, sehingga semakin banyak komposisi PVDF, semakin banyak pula jumlah partikel PVDF yang tersebar secara merata dan lebih rapat, sehingga membran PVDF-kitosan yang terbentuk memiliki pori yang rapat. Hal ini mengakibatkan membran PVDF-kitosan akan memiliki kekuatan tarik yang besar. Sebaliknya komposisi PVDF yang sedikit dan semakin banyak kitosan yang *diblending* dalam larutan cetak mengakibatkan susunan partikel yang tersebar dalam larutan cetak menjadi tidak merata sehingga saat dilakukan uji tarik membran mudah rapuh sehingga memiliki nilai *modulus young* kecil. Hal ini dapat dilihat pada membran dengan komposisi 12/2/84/2 (PVDF/kitosan/NMP/NH₄Cl) dengan non pelarut 75% air : 25 % etanol memiliki nilai *Modulus*

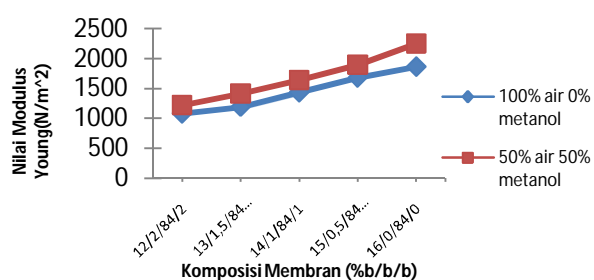
Young terkecil, yakni 1084 N/m² sedangkan membran pada komposisi 16/0/84/0 (PVDF/Kitosan/NMP/NH₄Cl) dengan non pelarut 50% air : 50% etanol memiliki nilai *Modulus Young* terbesar sebesar 2248 N/m².

Tabel 1. Data *modulus young* membran PVDF-kitosan dari berbagai komposisi *blending*

Komposisi Larutan Cetak (PVDF/kitosan/NMP/NH ₄ Cl) (%b/b)	Komposisi Non Pelarut (H ₂ O/C ₂ H ₅ O H) (%v/v)	<i>Modulus Young</i> (N/m ²)
12/2/84/2		1084
13/1,5/84/1,5	75 % air, 25 % etanol	1192
14/1/84/1		1435
15/0,5/84/0,5		1681
16/0/84/0		1862
12/2/84/2	50 % air, 50 % etanol	1222
13/1,5/84/1,5		1417
14/1/84/1		1639
15/0,5/84/0,5		1891
16/0/84/0		2248

Selain komposisi *blending*, komposisi non pelarut juga berpengaruh dalam menentukan kekuatan mekanik membran PVDF-Kitosan. Penggunaan H₂O sebagai non pelarut, menghasilkan proses inversi fasa yang lebih cepat dibanding dengan menggunakan C₂H₅OH, sedangkan proses inversi fasa yang menggunakan non pelarut C₂H₅OH berlangsung lebih lambat, karena perbedaan parameter kelarutan antara NMP dan C₂H₅OH yang tidak terlalu besar, sehingga semakin banyak komposisi C₂H₅OH maka kemampuan membran untuk membentuk pori semakin rapat.

Ukuran pori membran yang besar telah menyebabkan membran PVDF-kitosan yang terbentuk memiliki kekuatan mekanik yang tidak sebaik membran yang mempunyai ukuran pori yang lebih kecil, meskipun permeabilitas membran PVDF-kitosan tersebut lebih baik. Selain itu, ukuran pori yang besar menyebabkan kemampuan membran yang bersangkutan dalam mempertahankan ukuran porinya ketika diaplikasikan dengan uji alir menjadi kecil.



Gambar 1. Grafik modulus young membran PVDF-kitosan

Untuk mengetahui pengaruh komposisi blending dan komposisi non pelarut terhadap kekuatan mekanik pada membran PVDF-kitosan, maka dilakukan analisis secara statistik menggunakan SPSS terhadap data kekuatan mekanik melalui metode *Analysis of Variance* (ANOVA) dua arah dimana data harus berdistribusi normal dan memiliki varians homogen. Berdasarkan hasil dari analisis SPSS pada uji normalitas dan homogenitas diperoleh nilai signifikansi lebih dari 0,05 yang menunjukkan data kekuatan mekanik pada membran PVDF-kitosan berdistribusi normal dan memiliki varians yang sama, sedangkan untuk uji Anova dua arah diperoleh signifikansi sebesar 0,000 yang berarti kurang dari 0,05 yang artinya komposisi larutan cetak dan non pelarut mempengaruhi kekuatan mekanik membran PVDF-kitosan.

Uji Permeabilitas Membran PVDF-kitosan

Kinerja membran PVDF-Kitosan dalam pemisahan pewarna rhodamin B dapat dilihat dari nilai fluks yang dihasilkan melalui proses uji alir menggunakan reaktor membran "dead end". Pengukuran nilai fluks bertujuan untuk melihat porositas membran. Semakin besar porositas membran, maka semakin besar pula nilai fluks dan semakin cepat laju alir melewati membran.

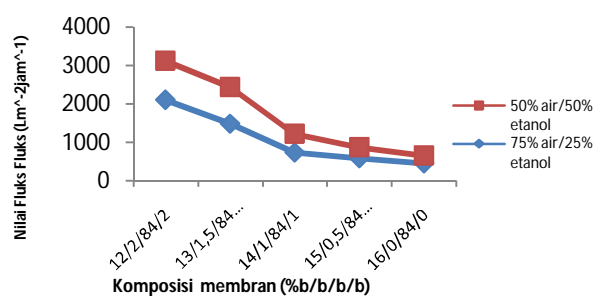
Pada tahap uji alir ini, larutan umpan yang digunakan adalah larutan pewarna rhodamin B 50 ppm. Prosedur uji alir digunakan tekanan alir sebesar 1 atm dengan volume larutan umpan sebanyak 100 mL. Pada bagian dasar alat uji membran "dead-end" dilapisi kertas saring yang dipotong seukuran membran 6 cm. Membran juga dipotong dengan ukuran yang sama dan diletakkan

di atas kertas saring. Fungsi kertas saring tersebut adalah untuk meminimalisir sentuhan langsung tekanan dari kompresor yang dialirkan masuk ke dalam alat terhadap membran PVDF-Kitosan. Setelah membran diletakkan pada tempatnya, alat uji membran "dead-end" dirangkai dan kedalamnya dimasukkan 100 mL larutan umpan. Pada saat yang bersamaan, tekanan 1 atm dari kompresor dialirkan masuk ke dalam alat "dead-end". Waktu yang dibutuhkan hingga seluruh permeat melewati membran, kemudian dicatat.

Tabel 2. Data nilai fluks membran PVDF-kitosan

Komposisi Larutan Cetak (PVDF/kitosan/NMP/NH ₄ Cl) (%b/b)	Komposisi Non Pelarut (H ₂ O/C ₂ H ₅ O H) (% v/v)	Fluks (Lm ⁻² .jam ⁻¹)
12/2/84/2		2112
13/1,5/84/1,5	75 % air, 25 % etanol	1465
14/1/84/1		741
15/0,5/84/0,5		587
16/0/84/0		466
12/2/84/2	50 % air, 50 % etanol	1025
13/1,5/84/1,5		949
14/1/84/1		481
15/0,5/84/0,5		284
16/0/84/0		206

Berdasarkan tabel 2, diketahui bahwa membran pada komposisi 12/2/84/2 (PVDF/Kitosan/NMP/NH₄Cl) dengan non pelarut 75% H₂O/25% C₂H₅OH memiliki nilai fluks paling besar yaitu 2112 Lm⁻²jam⁻¹ sedangkan membran pada komposisi 16/0/84/0 (PVDF/Kitosan/NMP/NH₄Cl) dengan non pelarut 50% H₂O/50% C₂H₅OH paling rendah yaitu 206 Lm⁻²jam⁻¹.



Grafik 2. Grafik nilai fluks membran PVDF-kitosan

Semakin banyak komposisi kitosan yang seiring dengan peningkatan kadar NH_4Cl , akan mengakibatkan penurunan fluks larutan pewarna rhodamin B. Hal ini disebabkan semakin meningkatkan jumlah partikel kitosan dan NH_4Cl dalam larutan cetak yang mengakibatkan terbentuknya konfigurasi polimer yang terdistribusi lebih renggang dibandingkan dengan konfigurasi partikel PVDF dalam larutan cetak tanpa penambahan kitosan. Kondisi ini akan membuat gaya dorong yang diperlukan untuk mampu melewati partikel tertentu menembus membran menjadi lebih kecil dan kecepatan larutan umpam melewati membran semakin tinggi. NH_4Cl berpengaruh terhadap porositas membran karena NH_4Cl berfungsi sebagai pembentuk porositas dalam membran. Semakin banyak porositas pada membran, maka semakin banyak pori yang terbentuk sehingga membran memiliki ukuran pori yang kecil. Jadi, semakin banyak komposisi NH_4Cl maka semakin besar kemampuan membran untuk membentuk porositas sehingga membran memiliki permukaan membran yang berpori kecil.

Untuk mengetahui pengaruh komposisi blending dan komposisi non pelarut terhadap kekuatan mekanik pada membran PVDF-kitosan, maka dilakukan analisis secara statistik menggunakan SPSS terhadap data kekuatan mekanik melalui metode *Analysis of Variance* (ANOVA) dua arah dimana data harus berdistribusi normal dan memiliki varians homogen. Berdasarkan hasil dari analisis SPSS pada uji normalitas dan homogenitas diperoleh nilai signifikansi lebih dari 0,05 yang menunjukkan data kekuatan mekanik pada membran PVDF-kitosan berdistribusi normal dan memiliki varians yang sama, sedangkan untuk uji Anova dua arah diperoleh signifikansi sebesar 0,000 yang berarti kurang dari 0,05 yang artinya komposisi larutan cetak dan non pelarut mempengaruhi kinerja membran PVDF-kitosan.

Uji Selektivitas Membran PVDF-kitosan

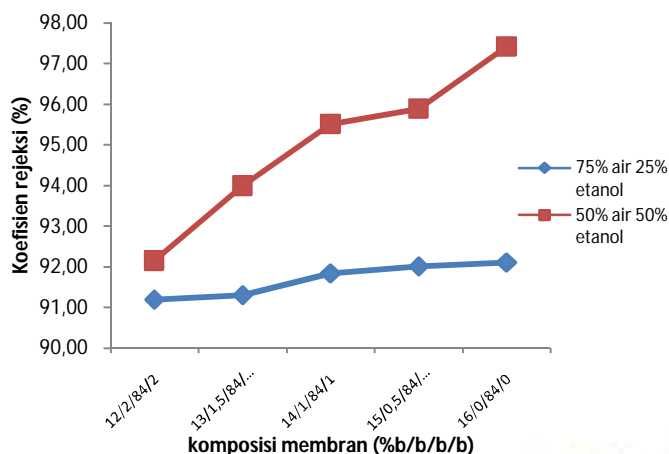
Selektivitas merupakan suatu kemampuan membran untuk menahan dan melewatkan spesi tertentu, yang sangat dipengaruhi oleh ukuran pori

membran [6]. Pada pengukuran koefisien rejeksi membran PVDF-kitosan, yang diukur adalah konsentrasi pewarna rhodamin B sebelum dan setelah dilewatkan membran. PVDF-kitosan Koefisien rejeksi yang mampu mencapai 100% menunjukkan bahwa semua zat terlarut tertahan dengan sempurna oleh permukaan membran PVDF-kitosan. Konsentrasi pewarna rhodamin B yang melewati membran diukur menggunakan spektrofotometer UV Vis pada panjang gelombang maksimum sebesar 553,8 nm. Pengukuran konsentrasi permeat dari pewarna rhodamin B menggunakan kurva standar rhodamin B yang telah diperoleh. Berdasarkan kurva standar tersebut, konsentrasi pewarna rhodamin B dalam permeat (x) dapat diketahui dengan cara memasukkan nilai absorbansi (y) untuk tiap-tiap sampel permeat ke dalam persamaan regresi. Setelah diketahui konsentrasi pewarna rhodamin B sebelum dan sesudah dilewatkan membran, maka nilai koefisien rejeksi untuk berbagai komposisi membran PVDF-kitosan dapat diketahui.

Tabel 3. Koefisien rejeksi membran PVDF-kitosan

Komposisi Larutan Cetak (PVDF/kitosan/NMP/ NH_4Cl) (% b/b)	Komposisi Non Pelarut ($\text{H}_2\text{O}/\text{C}_2\text{H}_5\text{O H}$) (% v/v)	Rejeksi (%)
12/2/84/2		91.19
13/1,5/84/1,5		91.27
14/1/84/1	75 % air, 25 % etanol	91.88
15/0,5/84/0,5		91.96
16/0/84/0		92.08
12/2/84/2		92.17
13/1,5/84/1,5		94.02
14/1/84/1	50 % air, 50 % etanol	95.53
15/0,5/84/0,5		95.78
16/0/84/0		96.24

Berdasarkan tabel 3, diketahui bahwa membran pada komposisi 12/2/84/2 (PVDF/Kitosan/NMP/ NH_4Cl) dengan non pelarut 75% $\text{H}_2\text{O}/25\%$ $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ memiliki nilai rejeksi terkecil 91,20 %, sedangkan membran pada komposisi 16/0/84/0 dengan non pelarut 50% $\text{H}_2\text{O}/50\%$ $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ memiliki nilai rejeksi terbesar sebesar 96,24 %.



Gambar 3. Grafik koefisien rejeksi membran PVDF-kitosan

Semakin sedikit komposisi PVDF dalam larutan cetak, semakin rendah nilai rejeksi membran PVDF-kitosan terhadap larutan pewarna rhodamin B. Hal ini disebabkan komposisi PVDF yang rendah dalam larutan cetak menyebabkan kerapatan yang rendah antar partikel. Kondisi ini akan membuat ukuran pori membran PVDF-kitosan yang terbentuk memiliki ukuran pori yang lebih besar dibandingkan dengan membran PVDF-kitosan yang memiliki kadar PVDF yang lebih besar.

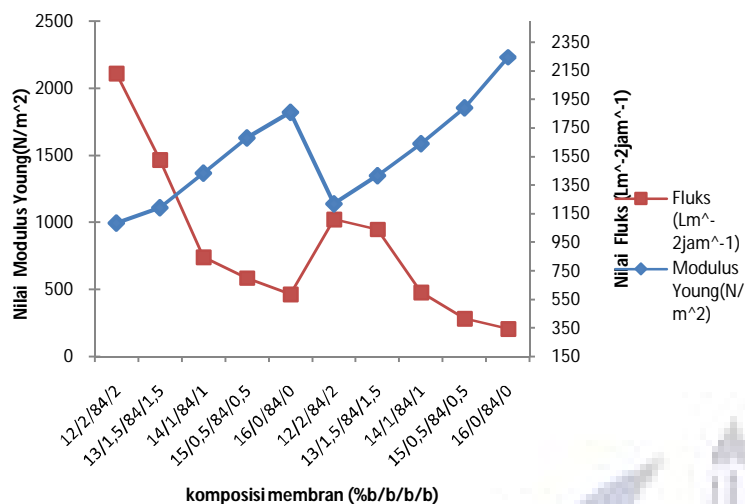
Dalam hal ini, peran NH_4Cl sebagai pembentuk porositas pada membran. Semakin banyak NH_4Cl maka semakin besar kemampuan membran untuk membentuk porositas. Semakin banyak kemampuan porositas dalam membran maka, semakin banyak pori yang terbentuk sehingga, membran memiliki ukuran pori dengan ukuran pori yang kecil yang mengakibatkan nilai rejeksi tinggi karena dengan pori-pori yang kecil, membran memiliki tingkat selektivitas yang baik akibat zat warna tertahan pada membran. Berdasarkan hasil dari nilai koefisien rejeksi dapat disimpulkan, bahwa modifikasi membran PVDF *blending* kitosan dapat dijadikan salah satu alternatif dalam pengolahan limbah pewarna dan

membran PVDF yang cenderung bersifat hidrofobik dapat dimodifikasi dengan agen *blending* kitosan yang lebih bersifat hidrofilik sehingga membran PVDF-kitosan mampu meningkatkan kinerja membran yang bersangkutan dalam pengolahan limbah cair industri.

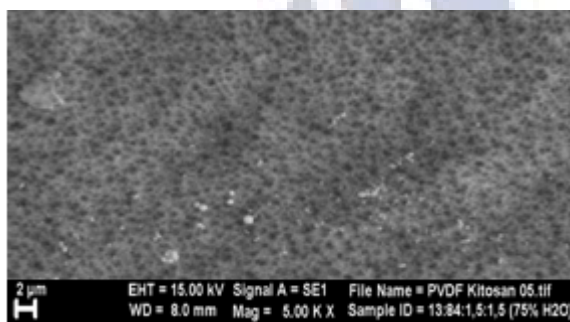
Untuk mengetahui pengaruh komposisi *blending* dan komposisi non pelarut terhadap kekuatan mekanik pada membran PVDF-kitosan, maka dilakukan analisis secara statistik menggunakan SPSS terhadap data kekuatan mekanik melalui metode *Analysis of Variance* (ANOVA) dua arah dimana data harus berdistribusi normal dan memiliki varians homogen. Berdasarkan hasil dari analisis SPSS pada uji normalitas dan homogenitas diperoleh nilai signifikansi lebih dari 0,05 yang menunjukkan data kekuatan mekanik pada membran PVDF-kitosan berdistribusi normal dan memiliki varians yang sama, sedangkan untuk uji Avova dua arah diperoleh signifikansi sebesar 0,000 yang berarti kurang dari 0,05 yang artinya komposisi larutan cetak dan non pelarut mempengaruhi kinerja membran PVDF-kitosan.

Analisa Morfologi Permukaan Membran PVDF-kitosan

Scanning Electron Microscopy (SEM) merupakan alat yang dapat digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan membran dengan cara mengetahui struktur permukaan suatu membran [7]. SEM digunakan pada membran PVDF-kitosan terbaik dengan komposisi 13/1,5/84/1,5 (PVDF/kitosan/NMP/ NH_4Cl) dengan non pelarut 75% H_2O : 25% $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ berdasarkan nilai fluks dan modulus young.



Gambar 4. Perpotongan titik penentuan membran PVDF-kitosan terbaik



Gambar 5 Morfologi Membran PVDF-kitosan Pada Komposisi *Blending* 13/84/1,5/1,5 (PVDF/NMP/NH₄Cl/kitosan) Dengan Non Pelarut 75% H₂O 25% C₂H₅OH (Perbesaran 5000x)

Dari hasil uji SEM (gambar 5) perbesaran 5000x dapat dilihat bahwa membran PVDF-kitosan memiliki struktur pori yang rapat dan tampak seragam. Pori-pori yang terbentuk pada membran dipengaruhi oleh konsentrasi polimer penyusun membran tersebut. Selain itu, untuk mengetahui porositas membran, melalui uji SEM didapatkan pula gambar dengan penampang melintang sehingga dapat diketahui jenis membran asimetri dan simetri, namun dalam penelitian ini tidak dilakukan analisa penampang melintang pada membran. Pada tahapan ini juga dilakukan analisa ukuran pori membran dengan menggunakan instrument *Surface Area analyzer* (SAA). Dan berdasarkan hasil analisis ukuran pori pada membran terbaik didapat nilai ukuran pori sebesar 0,001695 μm dan membran tersebut termasuk dalam jenis membran ultrafiltrasi.

Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, didapatkan kesimpulan sebagai berikut:

1. Komposisi *blending* dan non pelarut etanol berpengaruh terhadap karakteristik mekanik membran PVDF-kitosan. Semakin banyak komposisi PVDF dalam larutan cetak dan semakin banyak persentase non pelarut etanol, maka semakin besar nilai *Modulus Young* yang dihasilkan.
2. Komposisi *blending* dan non pelarut etanol berpengaruh terhadap kinerja membran PVDF-kitosan. Semakin banyak komposisi PVDF dalam larutan cetak dan semakin banyak persentase non pelarut etanol, maka semakin kecil nilai fluks yang dihasilkan.
3. Komposisi *blending* dan non pelarut etanol berpengaruh terhadap kinerja membran PVDF-kitosan. Semakin banyak komposisi PVDF dalam larutan cetak dan semakin banyak persentase non pelarut etanol, maka semakin besar nilai rejeksi yang dihasilkan.
4. Karakterisasi morfologi permukaan dan ukuran pada membran terbaik didapatkan pada komposisi 13/1,5/84/1,5 dengan non pelarut 50% H₂O 50% C₂H₅OH. Hasil dari uji morfologi membran melalui SEM dengan perbesaran 5000x, membran memiliki struktur pori yang rapat serta memiliki pori dengan ukuran pori 0,001695 μm .

Saran

Kinerja pembuatan membran pada penelitian ini hanya dilakukan berdasarkan variasi komposisi *blending* dan komposisi non pelarut, sehingga pada penelitian lebih lanjut diperlukan inovasi kinerja membran dengan variasi lain, seperti konsentrasi umpan dan temperatur pengadukan yang juga turut mempengaruhi kinerja membran.

DAFTAR PUSTAKA

1. Isminingsih, L. dkk., 1982. *Pengantar Kimia Zat Warna*, Institut Teknologi Tekstil, Bandung.
2. Hastomo, Azis Eko. 2008. Analisis Rhodamin B dan Metanil Yellow dalam Jelly di Pasar Kecamatan Jebres Kotamadya Surakarta dengan Metode Kromatografi Lapis Tipis.

- Skripsi SI*. Fakultas Farmasi. Universitas Muhammadiyah Surakarta. Surakarta.
3. Wienk, I.M., Boom, R.M., Beerlage, M.A.M., Bulte, A.M.W., Smolders, C.A., Strathmann, H. 1996. Recent advances in the formation of phase inversion membranes made from amorphous or semi-crystalline polymers. *Journal of Membrane Science*. Vol. 113, hal. 361–371.
 4. Aryanto, A.Y, 2002, Pemanfaatan Khitosan dari Limbah Kulit Udang (*Crustacea*) Sebagai Bahan untuk Pembuatan Membran, *Skripsi.*, Fateta IPB Bogor.
 5. Zemansky, Sears. 1994. *Fisika untuk Universitas I: Mekanika, Panas, Bunyi*. Bandung: Binacipta.
 6. UNEP Publication. 1994. *SIDS Initial Assessment Report*. Paris, France. Wienk, I.M., Boom, R.M., Beerlage, M.A.M., Bulte, A.M.W., Smolders, C.A., Strathmann, H., Recent advances in the formation of phase inversion membranes made from amorphous or semi-crystalline polymers, *Journal of Membrane Science* Vol. 113 (2) : 361–371.
 7. Egerton, R.F. 2005. *Physical principles of electron microscopy: an introduction to TEM, SEM, and AEM.*. Germany: Heidelberg.

