

SKRIPSI – TK141581 SINTESA MEMBRAN CELLULOSE ACETATE / POLYETHYLENE GLYCOL (CA/PEG) DENGAN PENAMBAHAN TITANIUM DIOXIDE (TiO₂) UNTUK PROSES DESALINASI

Oleh:

Irham Hikmawan Ramadhan NRP. 022 11440000 121

Yusril Eka Fahrizal NRP. 022 11440000 147

Dosen Pembimbing 1: Siti Nurkhamidah, S.T., M.S., Ph.D. NIP. 1984 05 08 2009 12 2004

Dosen Pembimbing 2: Dr. Yeni Rahmawati, S.T., M.T. NIP. 1976 10 20 2005 01 2001

DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER SURABAYA 2018



FINAL PROJECT – TK141581 SYNTHESIS OF CELLULOSE ACETATE / POLYETHYLENE GLYCOL (CA/PEG) MEMBRANE WITH TITANIUM DIOXIDE (TiO2) FOR DESALINATION

Proposed by : Irham Hikmawan Ramadhan NRP. 022 11440000 121

Yusril Eka Fahrizal NRP. 022 11440000 147

Advisor 1: Siti Nurkhamidah, S.T., M.S., Ph.D. NIP. 1984 05 08 2009 12 2004

Advisor 2:

Dr. Yeni Rahmawati, S.T., M.T. NIP. 1976 10 20 2005 01 2001

CHEMICAL ENGINEERING DEPARTMENT FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER SURABAYA 2018

LEMBAR PENGESAHAN

SINTESA MEMBRAN CELLULOSE ACETATE / POLYETHYLENE GLYCOL (CA/PEG) DENGAN PENAMBAHAN TITANIUM DIOXIDE (TiO₂) UNTUK PROSES DESALINASI

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar Sarjana Teknik pada Program Studi S-1 Departemen Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh:

Irham Hikmawan Ramadhan Yusril Eka Fahrizal

NRP: 022 11440000 121 NRP: 022 11440000 147

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir:

1. Siti Nurkhamidah, S.T.,M.S.,Ph.D. (Pembimbing 1)

2. Dr. Yeni Rahmawati, S.T., M.T. / (Pembimbing 2)

3. Prof. Dr. Ir. Ali Altway, M.Sc. (Penguji I)

4. Fadlilatul Taufany, S.T., Ph.D

5. Ir. Nuniek Handrianie, M.T.

Surabaya Juli, 2018

"SINTESA MEMBRAN CELLULOSE ACETATE / POLYETHYLENE GLYCOL (CA/PEG) DENGAN PENAMBAHAN TITANIUM DIOXIDE (TiO₂) UNTUK PROSES DESALINASI"

Nama : 1. Irham Hikmawan Ramadhan

2. Yusril Eka Fahrizal

NRP : 1. 022 11440000 121

2, 022 11440000 147

Pembimbing I : Siti Nurkhamidah, S.T., M.S., Ph.D. Pembimbing II : Dr. Yeni Rahmawati, S.T., M.T.

ABSTRAK

Kebutuhan air bersih terus meningkat, sehingga perlu dicari alternatif untuk mendapatkan air bersih. Salah satu caranya adalah proses desalinasi. Membran Cellulose acetate / Polyethylene glycol (CA/PEG) merupakan salah satu jenis membran yang bisa digunakan untuk proses desalinasi. Beberapa penelitian tentang pembuatan membran CA/PEG telah dilakukan, tetapi kinerja membran yang dihasilkan masih belum maksimal. Pada penelitian ini akan dilakukan sintesa membran CA/PEG menggunakan metode Mixing Solvent dengan campuran pelarut Acetone – DMF/ Acetone – THF pada perbandingan 100-0, 90-10, 70-30, 50-50 (%volume). Hasil analisa menunjukkan bahwa membran Acetone-DMF (50:50) dan Acetone-THF (50:50) memiliki kinerja terbaik dengan water flux 305,73 L/m².h dan 246.9 L/m².h. Komposisi membran CA/PEG dengan kinerja terbaik pada metode Mixing Solvent kemudian ditambahkan TiO2 sebesar 0,5; 0,75; 1; 1,25; 1,5 (gram/L pelarut). Penambahan TiO₂ pada membran dengan pelarut Acetone-DMF (50:50) menurunkan nilai water flux . Sedangkan pada membran dengan Acetone-THF (50:50) penambahan TiO₂ meningkatkan water flux hingga pada penambahan 1,5 gram menghasilkan water flux sebesar 272,5 L/m².h

Kata kunci: CA, PEG, TiO₂

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

SYNTHESIS OF CELLULOSE ACETATE / POLYETHYLENE GLYCOL (CA/PEG) MEMBRANE WITH TITANIUM DIOXIDE (TiO2) FOR DESALINATION

Name : 1. Irham Hikmawan Ramadhan

2. Yusril Eka Fahrizal

NRP : 1. 022 11440000 121

2. 022 11440000 147

Advisor I : Siti Nurkhamidah, S.T., M.S., Ph.D. Advisor II : Dr. Yeni Rahmawati, S.T., M.T.

ABSTRACT

The need for clean water continues to increase. Therefore, it is necessary to find an alternative for the get of clean water. One way is desalination process using membrane. Cellulose Acetate / Polyethylene Glycol (CA / PEG) membrane is one type of membrane that can be used for desalination process. Several studies on the manufacture of CA / PEG membranes have been performed, but have not yet produced a good performance membrane. Therefore in this research will synthesize CA/PEG membrane with mixing solvent method using Acetone - THF/ Acetone – DMF as the solvents at ratio 100-0, 90-10, 70-30, 50-50 (% volume) each. The results showed that membrane using mixing solvent that has the best performances are composition of Acetone-DMF (50:50) and Acetone-THF (50:50) with water flux 305,73 L/m².h and 246,9 L/m².h.. Composition of CA/PEG membrane which has the best performances by mixing solvent method then will be added with TiO₂ of 0,5; 0,75; 1; 1,25; 1,5 (gram/L solvents). The addition of TiO₂ into membrane using *Acetone*-DMF (50:50) solvent decrease the water flux. While on membrane using Acetone-THF (50:50) solvent will increase the water flux, with the best result at 272,5 L/m².h by adding 1,5 grams TiO₂

Keywords : CA, PEG, TiO₂

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

KATA PENGANTAR

Puji syukur kami sampaikan kepada kehadirat Allah SWT karena dengan rahmat dan berkah-Nya kami dapat menyelesaikan laporan skripsi yang berjudul:

"SINTESA MEMBRAN CELLULOSE ACETATE / POLYETHYLENE GLYCOL (CA/PEG) DENGAN PENAMBAHAN TITANIUM DIOXIDE (TiO₂) UNTUK PROSES DESALINASI"

Laporan Tugas Skripsi ini merupakan salah satu syarat kelulusan Program Studi S-1 di Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Pada kesempatan kali ini, kami menyampaikan terima kasih kepada :

- 1. Orang tua dan keluarga kami atas segala bentuk dukungan baik materiil maupun moril.
- 2. Bapak Juwari, S.T., M.Eng., Ph.D. selaku Kepala Departemen Teknik Kimia FTI-ITS.
- 3. Bapak Prof. Dr. Ir. Ali Altway, M.S selaku Kepala Laboratorium Proses Perpindahan Panas dan Massa yang telah banyak memberikan masukan kepada kami.
- 4. Ibu Siti Nurkhamidah, S.T., M.S., Ph.D. dan Ibu Dr. Yeni Rahmawati, S.T., M.T. sebagai dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan, saran dan masukan bagi kami.
- 5. Bapak Fadlilatul Taufany, S.T., Ph.D, Bapak Dr. Ir. Susianto, DEA selaku dosen dalam Laboratorium Proses Perpindahan Panas dan Massa atas bimbingan dan saran yang diberikan
- 6. Bapak dan Ibu dosen pengajar serta seluruh karyawan Departemen Teknik Kimia FTI-ITS
- Teman teman Laboratorium Proses Perpindahan Panas dan Massa dan keluarga K-54 atas dukungan dan kebersamaannya, sehingga kami dapat menyelesaikan laporan tugas skripsi ini.

Kami menyadari bahwa penyusunan laporan skripsi ini masih terdapat kekurangan dan memerlukan penyempurnaan, oleh karena itu kami terbuka terhadap segala saran dan kritik yang membangun. Semoga laporan tugas akhir ini dapat memberikan manfaat bagi bangsa dan negara, Terima Kasih

Surabaya, Juli 2018

Penulis

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN	
ABSTRAK	
KATA PENGANTAR	
DAFTAR ISI	j
DAFTAR GAMBAR	ii
DAFTAR TABEL	v
BAB I PENDAHULUAN	
I.1 Latar belakang	1
I.2 Perumusan masalah	3
I.3 Batasan masalah	
I.4 Tujuan	3
I.5 Manfaat penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
II.1 Membran	5
II.2 Teknik pembuatan membran	7
II.3 Metode inversi fasa dengan mixing solvent	
II.4 Fenomena inversi fasa (Phase inversion)	9
II.5 Cellulose Acetate (CA)	
II.6 Polyethylene Glycol (PEG)	
II.7 Membran CA/PEG	
II.8 Titanium oksida (TiO ₂)	
II.9 Acetone	
II.10 Tetrahydrofuran	
II.11 N, N-Dimethylformamide (DMF)	
II.12 Analisa Karakterisasi Membran	
II.13 Penelitian Sebelumnya	17
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
III.1 Garis besar penelitian	21
III.2 Bahan yang digunakan	21
III.3 Alat yang digunakan	
III.4 Variabel penelitian	
III.5 Prosedur penelitian	24
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	

IV.1 Sintesa Membran CA/PEG dengan Meto	de <i>Mixing</i>
Solvent	34
IV.2 Sintesa Membran CA/PEG dengan Meto	de <i>Mixing</i>
Solvent dan penambahan TiO ₂	52
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
V.1 Kesimpulan	73
V.2 Saran	
DAFTAR PUSTAKA	vii
DAFTAR NOTASI	xi
APPENDIKS A	A-1
APPENDIKS B	B-1
APPENDIKS C	C-1

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Perbandingan ukuran relatif zat terlarut yang akan
dipisahkan berdasarkan jenis membran6
Gambar 3.1 Flowchart Sintesa Membran CA/PEG/TiO ₂ /Acetone
DMF26
Gambar 3.2 Flowchart Sintesa Membran CA/PEG/TiO ₂ /Acetone-
THF28
Gambar 3.3 Skema Metode <i>Phase Inversion</i> 29
Gambar 3.4 Skema alat uji desalinasi31
Gambar 4.1 Grafik FTIR membran CA/PEG/ Acetone : DMF
35
Gambar 4.2 Grafik FTIR membran CA/PEG/ Acetone : THF
43
Gambar 4.3 Reaksi Auto Oksidasi THF di Udara44
Gambar 4.4 Reaksi Molekul Cellulose45
Gambar 4.5 Mekanisme Pelarutan TiO ₂
Gambar 4.6 Grafik FTIR Membran CA/PEG/TiO ₂ /Acetone :
DMF (50:50)53
Gambar 4.7 XRD <i>Pattern</i> Membran CA/PEG/TiO2/ <i>Acetone</i> :
DMF (50:50)59
Gambar 4.8 XRD Pattern reference untuk TiO ₂ (JCPDS)60
Gambar 4.9 Grafik FTIR Membran CA/PEG/TiO ₂ /Acetone:
THF (50:50)63
Gambar 4.10 XRD Pattern Membran CA/PEG/TiO2/ Acetone:
THF (50:50)69
Gambar 4.11 XRD Pattern reference untuk TiO ₂ (JCPDS)70

(halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Sifat Acetone, DMF, dan NMP14
Tabel 2.2 Daftar penelitian terdahulu
Tabel 3.1 Penamaan Membran CA/PEG dengan <i>Mixing Solvent</i>
23
Tabel 3.2 Penamaan Membran CA/PEG dengan Mixing Solvent
dan Penambahan TiO ₂ 23
Tabel 4.1 Luas Area <i>Peak</i> –OH Grafik FTIR membran
CA/PEG/Acetone: DMF36
Tabel 4.2 Hasil Analisa <i>Water Content</i> Membran CA/PEG/
Acetone: DMF37
Tabel 4.3 Hasil Analisa SEM Membran CA/PEG/Acetone:
DMF38
Tabel 4.4 Perhitungan Ukuran Pori Membran CA/PEG/Acetone:
DMF39
Tabel 4.5 Hasil Perhitungan R _{HSP} (S-P) dan R _{HSP} (S-W)
campuran Acetone – DMF40
Tabel 4.6 Hasil Analisa Water Flux CPAD41
Tabel 4.7 Hasil Analisa Permeabilitas Membran CPAD42
Tabel 4.8 Luas Area Peak -OH Grafik FTIR membran CA/PEG/
Acetone: THF43
Tabel 4.9 Hasil Analisa Water Content Membran CA/PEG/
Acetone: THF46
Tabel 4.10 Hasil Analisa SEM Membran CA/PEG/Acetone :
THF47
Tabel 4.11 Perhitungan Ukuran Pori Membran CA/PEG/Acetone
: THF48
Tabel 4.12 Hasil Perhitungan R _{HSP} (S-P) dan R _{HSP} (S-W)
CA/PEG/Acetone: THF48
Tabel 4.13 Hasil Analisa Water Flux CPAT49
Tabel 4.14 Hasil Analisa Permeabilitas Membran CPAT50
Tabel 4.15 Seleksi Rasio % Volume Mixing Solvent Terbaik51
Tabel 4.16 Luas <i>Peak</i> –OH membran CA/PEG/ TiO ₂ / <i>Acetone</i> :
DMF (50:50)54

Tabel 4.17 Perhitungan Water Content Membran	
CA/PEG/TiO ₂ /Acetone : DMF (50 :50)	.55
Tabel 4.18 Hasil Analisa SEM Membran CA/PEG/TiO ₂ /	
Acetone : DMF (50:50)	.56
Tabel 4.19 Perhitungan Ukuran Pori Membran CA/PEG/TiO2/	/
Acetone : DMF (50:50)	.58
Tabel 4.20 Luas Area Peak Gugus Anatase	
Tabel 4.21 Hasil Analisa Water Flux CPAT	.61
Tabel 4.22 Hasil Analisa Permeabilitas Membran CPTAD	.62
Tabel 4.23 Luas Peak -OH membran CA/PEG/TiO2/Acetone	?:
THF (50:50)	.64
Tabel 4.24 Perhitungan Water Content Membran CPTAT	.65
Tabel 4.25 Hasil Analisa SEM Membran CA/PEG/TiO ₂ /	
Acetone - THF (50:50)	.65
Tabel 4.26 Perhitungan Ukuran Pori Membran CPTAT	.67
Tabel 4.27 Luas Area Peak Gugus Anatase	.70
Tabel 4.28 Hasil Analisa Water Flux CPTAT	.71
Tabel 4.28 Hasil Analisa Permeabilitas Membran CPTAT	.72

BAB 1 PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang

Permukaan bumi terdiri dari 2/3 air laut dan 1/3 daratan. Dari semua sumber air hanya 3 % dari sumber air yang layak minum dan 97 % air laut. Dari 3 % yang tersedia 2 % dalam bentuk glasier dan 1 % digunakan untuk kebutuhan air minum. Menurut UNESCO (2015) dalam *world water development report*, air di dunia digunakan untuk kebutuhan rumah tangga, industri dan pertanian. Hal ini menunjukan kebutuhan air bagi kehidupan manusia sangat krusial. Menurut (Conor dkk, 2011) kebutuhan air pada tahun 2050 akan meningkat hingga 55 %, hal ini mendorong manusia untuk menemukan dan terus mengembangkan teknologi pemurnian air laut untuk memenuhi kebutuhan air dunia yang terus dikembangkan adalah teknologi membran untuk memisahkan zat pengotor.

Salah satu faktor yang menyebabkan air tak layak minum adalah kandungan dari garam – garam yang melebihi ambang batas. Salah satu metode yang dikembangkan untuk menjadi solusi atas permasalahan krisis air saat ini adalah pemisahan zat cair dengan pengotor (zat garam) dengan metode penyaringan membran. Membran mampu memisahkan campuran air dengan garam untuk menghasilkan air dengan kandungan garam rendah disebut metode desalinasi.

Metode membran menggunakan konsep perpindahan massa zat terlarut dari konsentrasi tinggi ke rendah, konsep ini disebut *forward osmosis*. Peristiwa perpindahan ini juga bisa dari konsentrasi rendah ke tinggi hal ini disebut juga *reverse osmosis*. Syarat dari membran yang baik digunakan adalah ukuran pori yang kecil dan persebaran pori yang merata, semakin kecil pori maka zat pengotor (garam) yang tertinggal akan semakin banyak. Analisa karakterisasi membran dilakukan untuk dapat mengetahui

karakteristik dari membran, yang ditinjau dari morfologi dan hidrofilisitasnya.

Metode pembuatan membran ada berbagai macam, untuk membran desalinasi umum nya digunakan *phase inversion*, yaitu suatu metode dimana menisriskan campuran pelarut dan polimer diatas lempeng kaca dan merendam nya ke dalam zat non organic yang umum nya air. Bahan yang digunakan untuk sintesa membran adalah campuran zat polimer, hal ini dipilih karena polimer mudah dibentuk dan kuat, tetapi tak semua campuran polimer dapat di gunakan untuk menghasilkan air minum hal ini disebabkan karena terdapat beberapa dari solven polimer yang beracun seperti dimethil monofosfat. Bahan membran yang digunakan untuk membuat air minum adalah *Cellulose Acetate* karena polimer ini tidak beracun (Kim, 2016).

Terdapat banyak jenis solven yang bisa digunakan untuk membuat membran, pada proses pembuatan membran umum nya menggunakan satu jenis solvent. Namun sebagai upaya untuk meningkatkan kinerja membran desalinasi dilakukan modifikasi mixing solvent. Metode *mixing* metode menggunakan beberapa jenis pelarut, metode ini pernah digunakan pernelitian sebelumnya (Gebru dkk, 2017) yang membandingkan antara membran yang dibuat dengan pelarut N-Dimethyl formamide murni, dan N-Dimethyl acetamide – Acetone dengan perbandingan (30 : 70), pada hasil penelitian tersebut pure water flux dari campuran pelarut N-Dimethyl acetamide – Acetone lebih tinggi dari solven N-Dimethyl formamide yaitu sebesar 346 L/m².hr disbanding 76 L/m².hr dan reieksi BSA 1 % wt adalah 95 %.

Untuk meningkatkan kinerja membran, banyak penelitian yang mempelajari tentang pengaruh penambahan nanopartikel, salah satu nanopartikel yang mampu memperbaiki kinerja membran adalah *Titanium dioxide* (TiO₂). *Titanium dioxide* merupakan garam anorganik dengan kelarutan dalam air dan polimer yang bagus. Pada suatu penelitian menunjukan bahwa pada penambahan garam anorganik dapat meningkatkan interaksi

solven dan polimer dengan mengubah interaksi ikatan antar molekul dan menambahkan viskositas elektron dari polimer dan pelarut (Jia Xu, 2017), lalu penambahan TiO₂ dapat meningkatkan hidrofilitas dan rejeksi garam membran. (Nurkhamidah, 2015) penelitian TiO₂ juga dilakukan oleh (Yang, 2007) dengan hasil penelitian penambahan TiO₂ seberat 2 % wt dari *cast solution* dapat meningkatkan sifat hidrofolisitas membran, namun pada injeksi TiO₂ 3 % wt akan mengurangi permeabilitas,menambah rejeksi garam dan mengurangi fluks permeat.

Belum pernah dilakukan penelitian untuk mengetahui pengaruh penerapan metode *Mixing Solvent* dan penambahan TiO₂ terhadap karakterisasi membran berbahan dasar CA/PEG. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk menentukan komposisi terbaik dari kombinasi pelarut dan penambahan TiO₂ terhadap karakterisasi membran desalinasi yang meliputi hidrofilisitas dan morfologi membran.

I.2 Perumusan Masalah

Perumusan masalah untuk penelitian ini yaitu pengaruh metode *mixing solvent* serta penambahan nanopartikel *Titanium dioxide* (TiO₂) terhadap properti membran polimer *Cellulose acetate / Polyethylene glycol* (CA/PEG) dalam proses desalinasi.

I.3 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah:

- 1. Berat molekul PEG yang digunakan yaitu 200 Da dan berat molekul CA yang digunakan yaitu 30000 Da.
- 2. Komposisi CA/PEG 80/20 gram.
- 3. Ukuran partikel TiO₂ yang digunakan 25 nm

I.4 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mempelajari pengaruh metode m*ixing solvent* serta penambahan *Titanium dioxide* (TiO₂) pada membran CA/PEG terhadap karakteristik membran.

I.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah:

- 1. Memberikan kontribusi untuk pembuatan membran CA/PEG pada proses desalinasi
- 2. Memberikan pengetahuan baru tentang pengaruh metode *mixing solvent* serta penambahan *Titanium dioxide* (TiO₂) terhadap karakterisasi membran CA/PEG pada proses desalinasi

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

II.1 Membran

Membran berasal dari bahasa latin "membrana" yang arti nya kulit kertas, pada jaman sekarang membran diperluas arti nya sebagai lempeng tipis yang fleksibel. Berperan sebagai pemisah selektif antar 2 fase karena bersifat *semipermeable*.

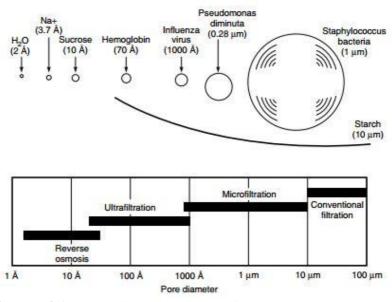
Pemindahan membran merupakan perpindahan komponen secara selektif karena ada nya perbedaan *driving force* yang berupa perbedaan tekanan,suhu atau konsentrasi,pemisahan menggunakan membran umum nya digunakan untuk memisahkan fasa cair-cair dengan menggunakan *driving force* perbedaan konsentrasi dan tekanan (Mulder, 1996)

Proses pemisahan membran merupakan pemindahan materi secara selektif karena daya dorong (*driving force*) yang dapat berupa perbedaan temperatur, perbedaan tekanan perbedaan konsentrasi dan perbedaan energi yang bisa berupa tegangan listrik.

Berdasarkan geometri pori membran dibedakan menjadi membran asimetrik dan simetrik :

- 1. Membran simetrik; membran ini mengandung pori ketebalan 10 mikron 200 mikron. Membran ini memiliki struktur pori homogen, karena persebaran struktur pori membran yang seragam, jenis ini memiliki kelemahan yaitu lebih mudah tersumbat yang akan memnyebabkan mempercepat *fouling*.
- 2. Membran asimetrik; membran ini terdiri dari 2 lapisan yaitu lapisan pendukung pori dengan ketebalan 50 mikron hingga 150 mikron dan lapisan tipis di permukaan membran yang padat memiliki ketebalan 0,1 mikron hingga 0,5 mikron, lapisan ini sering disebut lapisan aktif. Membran jenis ini memiliki kecepatan permeasi yang tinggi karena ketebalan lapisan aktif membran yang tipis, performa membran asimetris lebih tinggi dari membran simetris, hal ini disebabkan karena

zat yang masuk melalui membran simetrik akan menutup pori dan akan memicu terjadi nya *fouling*.



Gambar 2.1 Perbandingan ukuran relatif zat terlarut yang akan dipisahkan berdasarkan jenis membran. (Baker, 2004)

Seperti pada **Gambar 2.1**, berdasar ukuran pori membran membran dibedakan menjadi:

1. Mikrofiltration membrane

Membran ini diaplikasikan untuk uji kimia analisis dapat berkerja efektif pada pemisahan ukuran partikel berukuran 0,05 mikron -10 mikron.ukuran pori dari membran ini pada kisaran kurang dari 2 bar sebagai daya pendorong ($driving\ force$)

2. Ultrafiltration membrane

Membran ultrafiltrasi umum nya diaplikasikan pada pemisahan limbah susu untuk penyaringan protein yang berukuran partikel antara 1 nm - 100 nm, dapat berkerja efektif pada tekanan 1 bar hingga 10 bar sebagai *driving force*.

3. Hyperultrafiltration membrane

Membran berjenis *Hyperultrafiltration* umum nya dipakai dalam proses desalinasi air laut untuk memisahkan ukuran partikel kurang dari 2 nm, dan dapat berkerja efektif pada tekanan 15 bar hingga 80 bar.

II.2 Teknik pembuatan membran

Teknik yang digunakan untuk membuat membran antara lain:

1. Sintering

Teknik ini merupakan teknik yang sederhana, bisa dilakukan pada zat organik dan non organik. Bubuk dengan ukuran tertentu di kompresi dan melalui proses *sintering* pada temperatur tinggi, selama *sintering* kontak permukaan antara partikel hilang dan membentuk pori. Teknik ini dapat menghasilkan membran berpori 0.1 mikron hingga 10 mikron (Mulder, 1996).

2. Streching

Teknik ini dilakukan pada bahan membran semi kristalin yang dieksrusi atau foil yang terbuat dari bahan polimer ditarik searah proses ekstrusi kristal, sehingga molekul kristal nya akan terletak paralel. Jika *stress* mekanik diaplikasikan maka akan terjadi pemutusan dan terbentuk struktur pori berukuran 0,1 mikron hingga 0,3 mikron (Mulder, 1996)

3. Track-eching

Teknik ini merupakan metode dimana sinar berenergi tinggi ditembakan tegak lurus dengan permukaan membran dan membentuk suatu lintasan,ketika membran ditaruh pada wadah asam maka polimer akan membentuk suatu goresan yang akan membentuk pori silinder yang sama dan distribusi pori yang sempit (Mulder, 1996).

4. Template – leaching

Metode ini merupakan metode pembuatan membran berpori dengan cara melepaskan salah satu komponen (*leaching*). Aplikasi dari metode ini adalah pembuatan membran gelas (Mulder, 1996)

5. Papan dengan penguapan terkendali

Metode ini memanfaatkan perbedaan volatilitas dari pelarut dan polimer perbedaan ini akan menggeser kesetimbangan ke arah polimer selama penguapan membran yang terbentuk pada fasa ini adalah membran berkulit (Singh, 2014).

6. Thermally Induced Phase-Separation (TIPS)

Proses ini disebabkan oleh perubahan temperatur. Umumnya metode ini dibagi dalam 5 langkah dasar : (1) polimer dengan titik didih tinggi dicampur dengan pelarut yang memiliki masa relatif kecil lalu suhu dinaikan untuk mendapatkan larutan homogen;(2) larutan polimer panas dicetak pada permukaan yang dingin; (3) larutan yang telah dicetak didinginkan untuk proses *induced phase separation* dan solidifikasi; (4) pelarut yang masih terperangkap dalam matriks polimer selama solidifikasi dipisahkan dengan ekstraksi pelarut untuk membentuk struktur mikrophorous; (5) proses lanjutan seperti streching dapat dilakukan dapat dilakukan hingga mencapai sifat membran yang diinginkan (Li dkk,2006).

7. Metode imersi

Metode ini adalah metode yang saat ini dipakai dalam penelitian, pada metode ini larutan *casting* di rendam pada wadah yang berisi non pelarut (*coagulation bath*), pada wadah ini terjadi pemisahan antara polimer dan pelarut.

8. Metode inversi fasa dengan mixing solvent

Metode ini adalah metode pengubahan polimer dari fase cair ke fase padat, dengan temperatur proses yang terkendali, proses perubahan fasa diawali dengan transisi dari fasa cair ke fasa 2 cairan (*liquid-liquid demixing*), cairan polimer dengan konsentrasi tinggi akan memadat dan membentuk matrik lalu polimer dengan konsentrasi rendah akan terikut dalam solven.

II.3 Metode inversi fasa dengan mixing solvent

Metode ini merupakan modifikasi dari metode inversi fasa, dimana inversi fasa rata – rata hanya memakai satu jenis solven sedangkan metode dengan *mixing solvent* menggunakan beberapa jenis solven.

Metode *mixing solvent* pernah digunakan dalam pernelitian sebelumnya (Gebru dkk, 2017) yang membandingkan antara membran yang dibuat dengan pelarut *N-Dimethyl formamide* (DMF) murni, dan *N-Dimethyl acetamide-Acetone* dengan perbandingan (30:70), pada hasil penelitian tersebut difusifitas air bersih dari campuran pelarut *N-Dimethyl acetamide* (DMAc) - *Acetone* lebih tinggi dari solven *N-Dimethyl formamide* yaitu sebesar 346 L/m².hr, dan rejeksi 95 % hal ini menunjukan bahwa membran yang dibuat dengan solven DMAc/Ac memiliki performa lebih unggul dari solven DMF.

Untuk penerapan pembuatan membran lain selain CA telah dilaksanakan penelitian sebelumnya (E.Bagheripour, 2014) dengan polimer *Polyvinyl chloride* dengan kandungan 12 % wt, dalam penelitian nya bertujuan untuk mengetahui komposisi yang dapat menghasilkan membran dengan performa yang optimal dengan pelarut *tetrahydrofuran* (THF) dan *dimethyl acetamide* (DMAc). Pada penelitian ini menghasilkan rasio solven DMAC: THF sebesar 85: 15 %wt, pada variabel ini menghasilkan 48% rejeksi Na₂SO₄ dengan konsentrasi 1gr/L, permeabilitas sebesar 19 L/m².hr.

Pada aplikasi pembuatan membran hollow fiber juga dapat dibuat dengan metode *mixing solvent* yang pernah dilakukan oleh (Albertcht, 2001), dengan menggunakan solven *N-Dimethyl formamide* (DMF) dan *N-methyl-2-pyrrolidinone* (NMP), yang menyatakan bahwa perbandingan DMF: NMP hingga 80: 20, dapat menekan pembentukan makrovoid dalam membran *polyether imide* (PEI) yang dibuktikan dengan uji *scanning electron microscopy* (*SEM*).

II.4 Fenomena inversi fasa (Phase inversion)

Pembuatan membran umum nya menggunakan inversi fasa dimana suatu campuran polimer dan solven nya berubah dari fase *liquid* ke fase padat, fenomena ini diawali dengan transisi dari

fase 1 cairan menjadi 2 fase cair (*liquid – liquid demixing*) ketika *casting solution* dimasukan pada wadah koagulasi, pada wadah ini akan menghasilkan 2 zat yaitu polimer konsentrasi tinggi dan solven yang berisi polimer berkonsentrasi rendah. Polimer yang berkonsentrasi tinggi akan membentuk suatu padatan matriks (Mulder, 1996). Metode inversi fasa mencangkup berbagai macam pengendapan yaitu:

1. Pengendapan dengan penguapan pelarut

Merupakan metode sederhana, dimana larutan polimer yang telah dicetak dibiarkan menguap pada suasana inert untuk mengeluarkan uap air, sehingga di dapat membran homogen yang tebal.

2. Pengendapan fase uap

Pada metode ini membran dibuat dengan meletakan cetakan film terdiri dari cetakan polimer dan pelarut, pada suasana uap dimana uap dalam fase jenuh non pelarut dan pelarut yang sama dengan yang ada pada cetakan film, konsentrasi pelarut yang tinggi di fase uap mencegah pelarut tak menguap, dari cetakan film. Karena, pada fase uap terdapat polimer dengan konsentrasi tinggi, uap itu akan berdifusi ke permukaan kaca dan membentuk membran berpori tanpa lapisan dalam.

Metode pembuatan membran *Cellulose acetate* dalam penelitian ini adalah metode inversi fasa dan *mixing solvent*. Syarat yang yang harus dipenuhi dalam proses ini adalah polimer yang digunakan dapat larut pada solven yang akan digunakan, agar dapat terjadi *liquid-liquid demixing*. Proses ini merupakan proses awal dari pemadatan untuk membuat membran, dan akan terjadi pertukaran pelarut dan non pelarut pada membran tersebut. Pertukaran pelarut ini memicu membran untuk membentuk matriks padatan. Proses *demixing* dibedakan menjadi 2 mekanisme (Westen, 2000):

 Instaneous demixing; pada proses ini terjadi pada saat campuran direndam pada wadah koagulasi yang berisi non pelarut. Mekanisme ini terjadi ketika kesetimbangan polimer – pelarut dan non pelarut pada kurva kesetimbangan 3 fasa

- memotong *binodal*. *Binodal* adalah garis kesetimbangan 2 fasa. Mekanisme ini umum nya terjadi pada pembentukan membran berpori
- 2. Delayed demixing; delayed demixing berarti demixing yang terjadi setelah beberapa saat polimer direndam. Pada kesetimbangan 3 fasa titik dimana terjadinya Delayed demixing tidak memotong binodal. Membran yang terbentuk adalah membran tidak berpori (Mulder, 1996)

II.5 Cellulose acetate (CA)

Cellulose acetate merupakan polimer rantai panjang tak beracun, mempunyai berat molekul 500.000 – 1.500.000 dengan satuan per unit adalah 3000 – 9000. Setiap molekul Cellulose mengandung tiga gugus hidroksil yang sangat tidak reaktif, selulosa tak mudah larut dalam air dan mempunyai sifat kristalin walaupun polimer ini bersifat hidrofilik. Hal ini karena terdapat ikatan hidrogen intermolekul dan sifat kristalinitas dari antara gugus hidroksil (Mulder, 1996). Zat ini berbentuk serbuk mempunyai titik lebur 515,3 K, zat ini larut pada aseton, asetonitril, dimethil phosfat dan N-metil phosfat dan dapat larut dengan stabil. Mempunyai rumus molekul (C₆H₇O₂(CH₃COO)₃)x (Fengel dan Wegener, 1995)

Zat ini berwarna putih dan menyengat, pemilihan bahan ini sebagai zat pembuatan membran karena membran berbahan dasar zat ini memiliki selektifitas tinggi, memiliki kemampuan tarik yang tinggi, dan tidak beracun. *Cellulose acetate* diproduksi dengan kandungan asetil 38% - 40,5% (Johnston dkk, 1968)

Membran yang terbuat dari *Cellulose acetate* mempunyai kekurangan antara lain: sangat reaktif terhadap reaksi kimia, reaksi biologi, dan perubahan pH pada pH tinggi maupun pH rendah. Pencegahan kerusakan penggunaan membran dapat diusahakan berlangsung pada suhu kamar berupa pelumasan dengan *anti fouling agent* (Kresting, 1971).

Selulosa asetat memiliki beberapa keuntungan yaitu tak beracun karena tak mengandung florin dan kuat, karena sifat nya yang tak beracun membran ini sering dipakai untuk memproduksi air untuk kebutuhan sehari- hari khusus nya pada wilayah timur tengah (Mulder, 1996).

II.6 Polyethylene glycol (PEG)

Polyethylene glycol merupakan zat yang mudah larut dalam air dan pelarut organik, zat ini juga mempunyai racun dengan kadar rendah, PEG merupakan senyawa polyether yang banyak diaplikasikan pada pembuatan dan formulasi membran terutama membran reverse osmosys (RO). Zat ini mempunyai berat molekul kurang dari 20.000 gram/mol. PEG memiliki rumus molekul H(OCH₂CH₂)nOH, rumus penulisan PEG menunjukan berat molekul rata rata. Misalkan dengan n = 9, memiliki berat molekul rata – rata sekitar 400 dalton, dan akan diberi nama PEG 400. PEG ini tak larut pada hexanae dan dimethyl ether.bahan cosolvent ini juga dapat diganti dengan etilen glikol dan polipropilen glikol.

PEG dalam pembuatan membran bersifat hidrofobik dan bertindak sebagai pembentuk pori (Arthanareeswaran, 2010), penambahan PEG pada jumlah maksimum meningkatkan fluks namun disaat yang sama rijeksi garam menurun hingga batas paling bawah. Ini dikarenakan PEG menciptakan struktur makrovoid pada membran mendorong perpindahan air bersama molekul garam melalui membran. Sifat hidrofilis PEG dapat meningkatkan laju difusi air (Arthanareeswaran, 2010),

Pada penelitian (Ali, 2011), menunjukan penambahan PEG pada membran campuran selulosa asetat dan zinc oksida dapat menghasilkan faktor separasi yang besar untuk menyaring air dengan campuran ion-ion logam. PEG 600 juga menunjukan hasil yang bagus untuk meningkatkan permeabilitas seiring dengan peningkatan berat PEG 600 akan menyebabkan penurunkan ukuran pori, dan menambah kandungan gugus hidroksil.

Kemampuan PEG dalam menambah performa membran juga dibuktikan pada penelitian (Cakrabarty, 2008), sebagai aditif dalam membran *polysulfone*, dengan membandingkan pemakian

PEG 400, PEG 6000 dan PEG 20.0000. Pada hasil rijeksi BSA 1 gr/l PEG 400 dan 6000 terdapat kenaikan rejeksi yang signifikan hingga 56,4 %, tetapi pada PEG 20000 hasil rejeksi turun. Hal ini membuktikan bahwa performa rejeksi membran bertambah seiring bertambah nya berat molekul.

II.7 Membran CA/PEG

Membran *Cellulose acetate* (CA)/*Polyethylene glycol* (PEG) biasa digunakan dalam proses desalinasi, sifat *Cellulose acetate* yang mengandung gugus hidroksil dan tak beracun karena tidak memiliki gugus *floride*, membuat membran jenis ini banyak dikembangkan, selain itu kestabilan termal dan kimia membran jenis ini tergolong bagus (Mulder, 1996).

Uji fluks permeat membran dengan komposisi perbandingan CA/PEG berbeda pernah diujikan pada penelitian (Saljoughi, 2009), pada penelitian ini uji fluk satu – satunya uji performa membran yang dilakukan. Hasil dari penelitian tersebut membran dengan perbandingan CA/PEG mendekati 80 : 20 memiliki fluk permeat tertinggi. Dari 1 uji performa membran tersebut membran CA/PEG dengan perbandingan mendekati (4:1) memiliki performa yang lebih unggul dilihat dari 1 uji.

II.8 Titanium Dioxide (TiO2)

Titanium dioxide merupakan garam anorganik dengan kelarutan dalam air dan polimer yang bagus, hal ini merupakan kandidat yang bagus untuk zat aditif dari pembuatan membran selain ZnCl₂. Pada suatu penelitian menunjukan bahwa pada penambahan garam anorganik dapat meningkatkan interaksi solven dan polimer dengan mengubah interaksi ikatan antar molekul dan menambahkan viskositas elektron dari polimer dan pelarut (Jia Xu, 2017), peningkatan interaksi itu akan menghambat terbentuk nya makrovoid sehingga menghasilkan rijeksi membran yang besar.

TiO₂ seberat 2 % wt dari *cast solution* dapat meningkatkan sifat hidrofolisitas membran yang ditunjukan pada penelitian

(Yang, 2007) menggunakan membran *polysulfone* menggunakan uji sudut kontak dan rejeksi protein bovin serum albumin dengan retensi 99,8 %. Sudut tetes air yang terukur pada sudut kontak ini adalah 41,4°. Peningkaatan sudut kontak akan meningkatkan hidrofilisitas membran sehingga berpengaruh pada peningkatan fluks *permeate* membran.

II.9 Acetone

Penggunaan pelarut pada polimer membran, terhadap struktur morfologi membran yang terbentuk sangat dipengaruhi oleh sifat pelarut itu sendiri. (Abdulreza dkk, 2001) telah meneliti dan membandingkan pelarut aseton, *N-Dimethyl formamide* (DMF), dan *N-methyl-2-pyrrolidinone* (NMP) terhadap performa membran selulosa asetat.

Perbandingan sifat sifat dalam ketiga pelarut dirangkum pada **Tabel 2.1**. Dapat dari **Tabel 2.1** diatas *Acetone* memiliki titik didih lebih rendah dari DMF dan NMP. Namun dilihat dari performa, CA-DMF memiliki selektifitas lebih besar dari CA- *Acetone*, dilihat dari titik didih pelarut DMF merupakan pelarut dengan pemisahan tersulit, titik didih pelarut berpengaruh pada volatilitas pelarut. Semakin rendah nya volatilitas menyebabkan semakin stabil nya ikatan polimer pada membran, yang akhir nya bisa menghasilkan membran yang lebih rapat, dan menghasilkan selektifitas yang tinggi.

Tabel 2.1 Sifat *Acetone*. DMF. dan NMP (Fulreza, dkk 2001)

Sifat	Aseton	DMF	NMP
Rumus kimia	(CH ₃) ₂ CO	HCON(CH ₃) ₂	CH ₄ -N- CH ₈
Berat molekul (gr/mol)	58,08	73,1	85,15
Titik didih (°C)	56	153	80-81
Titik beku (°C)	-94	-61	-61
Densitas(T=20°C)	0,791	0,944	0,819

II.10 Tetrahydrofuran (THF)

 $\it Tetrahydrofuran$ merupakan pelarut organik dengan rumus kimia C_4H_8 dan masa relatif 72,1 gr/mol, mempunyai titik didih 66°C dan dapat terlarut dalam air. Uap THF bersifat mudah terbakar dan tak berwarna (Pennaken, 2009).

Tetrahydrofuran pernah digunakan pada penelitian (E.Bagheripour, 2014), sebagai kombinasi dengan solven DMAc untuk membuat membran PVC hasil yang diberikan pada komposisi DMAc/THF (85:15) memberikan hasil rejeksi bovin serum albumin (BSA) 1% dengan Masa relatif 60 kDa yang bagus yaitu sebesar 52% jika dibandingkan dengan membran dengan DMAc murni yang menghasilkan rejeksi BSA 1% sebesar 25%. Hal ini menunjukan bahwa campuran biner solven DMAc dan THF dapat meningkatkan performa rejeksi membran.

II.11 N, N-Dimethylformamide (DMF)

DMF merupakan pelarut yang dapat melarutkan polimer dan garam anorganik, karena kemampuan ini DMF sering digunakan dalam pembuatan bermacam macam membran seperti PVC dan *Cellulose acetate*, khusus membran *Cellulose acetate* biasa nya diaplikasikan pada 10 – 20 % wt (Mulder, 1996).

II.12 Analisa Karakterisasi Membran

II.12.1 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

Fourier Transform Infrared Spectroscopy merupakan alat yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi material yang tidak diketahui, mengetahui kualitas sampel, dan mengetahui ikatan gugus fungsional yang dimiliki oleh suatu sampel. Melalui radiasi Infrared yang ditembakkan ke permukaan sampel, maka radiasi infrared akan terserap dan sebagian lainnya akan diteruskan. Hasil pengujian akan menampilkan grafik yang memiliki peak, menyatakan jumlah dari ikatan tertentu yang ada pada sampel. Metode spektroskopi memiliki peran penting dalam karkaterisasi polimer. Penggunaan spektroskopi seperti inframerah sangat penting untuk mengetahui struktur molekul dari suatu membran.

II.12.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Analisa SEM digunakan untuk mengetahui struktur morfologi suatu membran. Pengukuran permukaan sampel dilakukan dengan menembakkan sinar electron dalam ruang hampa. Electron sekunder akan terlepas dari permukaan dan terdeteksi. Kondisi ini memerlukan persiapan sampel, pengeringan dan pelapisan permukaan dengan lapisan konduktif. Dari Analisa SEM yang dilakukan, ukuran pori dan porositas dapat diperkirakan (Mulder, 1996).

II.12.3 X-Ray Diffraction (XRD)

Analisa XRD digunakan untuk mengetahui komposisi TiO₂ dalam membran. Selain itu metode analisa XRD dapat digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Selain untuk menunjukkan tingkat kristalitas suatu padatan, difraksi sinar x juga dapat digunakan untuk mengetahui diameter kristal. Ukuran kristal yang mungkin diukur adalah 3-50 nm. Ukuran kristal yang diperoleh merupakan diameter rata-rata volum berat (http://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/XRD.html).

II.12.4 Pengukuran Water Content

Analisa *water content* dilakukan untuk mengetahui hidrofilisitas suatu membran. Membran yang memiliki hidrofilisitas yang tinggi memiliki penyerapan yang lebih tinggi dibandingkan yang kurang hidrofilis. Analisa dilakukan dengan dengan perendaman membran dalam waktu tertentu. Kemudian untuk mendapatkan *water content*, dilakukan pengurangan antara berat basah dengan berat kering.

II.13 Penelitian Sebelumnya
Tabel 2.2 Daftar penelitian terdahulu

	Tabel 2.2 Dartar penentian terdahulu			
No	Peneliti	Judul	Keterangan	
1	Arthanarees	Synthesis,	Membran berbahan	
	waran, G.;	Characterization n	dasar CA dengan	
	Thanikaivela	and Thermal	penambahan PEG	
	n, P.;	Studies on	memiliki ukuran	
	Srinivasn,	Cellulose Acetate	pori dan fluks yang	
	K.;	Membranes with	besar namun rijeksi	
	Mohan, D.;	Additives	garam rendah	
	Rajendran,			
	M.			
	2004			
2	B.	Effect of	Terdapat	
	Chakrabarty,	molecular weight	peningkatan rejeksi	
	; A.K.	of PEG on	BSA 1gr/1 untuk	
	Ghoshal,;	membrane	penambahan PEG	
	M.K. Purkait	morphology and	400 dan PEG 6000	
	2007	transport	sementara pada PEG	
		properties	20.000 terdapat	
			penurunan rijeksi	
3	E.	Nanofiltration	Perbandingan	
	Bagheripour,	membrane with	DMAC : THF yang	
	A.R;	low concentration	dapat menghasilkan	
	Moghadassi;	of	membran dengan	
	S.M.	polyvinylchloride:	performa terbaik	
	Hosseini.	Investigation of	adalah 85 : 15	
	2014	solvents' mixing		
		ratio effect		
		(Dimethyl		
		acetamide /		
		Tetrahydrofura).		

Lanjutan Tabel 2.2 Daftar Penelitian Terdahulu

	Lanjutan Tabel 2.2 Dartar Penelitian Terdahulu				
4	Ehsan	Effect of preparation	Dari uji fluk permeat		
	Saljoughi,;	variables on	komposisi terbaik		
	Mohtada	morphology and	CA/PEG adalah		
	Sadrzadeh,;	pure water	Mendekati (4:1) dan		
	Toraj	permeation	memiliki persentase		
	Mohammadi	flux through	porositas besar.		
	2015	asymmetric cellulose			
		acetate membranes			
5	Kibrom	Effects of solubility	Performa membran		
	Alebel	parameter	selulosa asetat pelarut		
	Gebru;	differences among	aseton/ dimethyl		
	Chandan	PEG, PVP and CA	acetamide paling		
	Das.	on the preparation	optimal jika		
	2017	of ultrafiltration	dibandingkan dengan		
		membranes	pelarut DMF murni		
6	Muddassir	Influence of glycol	Penambahan 10 % PEG		
	Ali;	additives on the	600 menunjukan hasil		
	Muhammad	structure and	yang maksimal untuk		
	Zafar; Tahir	performance of	membran selulosa		
	Jamil,Muha	cellulose	asetat dan zinc okside		
	mmad Taqi	acetate/zinc oxide	diantara pemakaian <i>co-</i>		
	Zahid Butt	blend membranes	solvent etilen glikol dan		
	2011		propilen glikol		
7	Nurkhamida	Modifikasi membran	Pembuatan		
	h, S.;	cellulose	membran CA/PEG		
	Rahmawati,	acetate/polyetilene	dengan penambahan		
	Y.; Taufany,	glycol (CA/PEG)	TiO ₂ memiliki rijeksi		
	F.; Pitsyah	dengan nanopartikel	garam tertinggi hingga		
	Alifiyanti;	anorganik untuk	penambahan 1 gram/l		
	Krisna	proses desalinasi			
	Dimas				
	Priambodo.				
	2015				

Lanjutan Tabel 2.2 Daftar Penelitian Terdahulu

Lanjutan Tabel 2.2 Daftar Penelitian Terdahulu			
8	Nurkhamida	Effect of Silica	Pembuatan
	h, S.;	Particle Size in	membran CA/PEG
	Rahmawati,	Cellulose	dengan penambahan
	Y.;	Membrane for	Silika memiliki fluks
	Taufany, F.;	Desalination	yang tinggi namun
	Merta,I.M.P	Process	rijeksi garam yang
	.A.; Putra,		rendah sehingga perlu
	D.D.D.;		dilakukan penambahan
	Woo, E.M.		aditif
	2015		
9	Nurkhamida	Efektivitas	Penambahan TiO ₂ dapat
	h, S.;	Metode Surface	meningkatkan hidrofilisitas
	Rahmawati,	Coating dan	dan salt rejection membran
	Y.;	Blending untuk	CA/PEG. Membran dengan
	Taufany, F.;	Penambahan	kinerja optimum untuk
	Zaim,R.L.;	Titanium	metode <i>blending</i> dimiliki
	Muqni,	$Dioxide\ (TiO_2)$	oleh membran pada
	W.M.	pada Membran	penambahan TiO2 sebesar
	2017	Cellulose	0.5 g/L solvent dengan salt
		acetate	rejection 47%
		/Polyethyelene	
		glycol	
		(CA/PEG)	
10	Jia Xu;	Enhanced	Peningkatan membran
	Jinren Lu;	performance of	triselulose asetat dengan
	Baotian	cellulose	menambahkan asam asetat
	Shan;	triacetate	dikombinasikan dengan
	Congjie Gao	membranes	asam maleik
	2017	using binary	
		mixed additives	
		for forward	
		osmosis	
		desalination	

Lanjutan Tabel 2.2 Daftar Penelitian Terdahulu

Lanjutan Tabel 2.2 Dartai Fenentian Terdandid				
11	W. Albrecht;	Formation of	Kombinasi solven	
	Th. Weigel, M.	hollow fiber	NMP/DMF yang	
	Schossig-	membranes	paling baik dalam	
	Tiedemann;	from poly(ether	mengurangi	
	K. Kneifel; K	imide) at wet	makrovoid pada	
	V. Peinemann,	phase inversion	membran PEI tipe	
	D. Paul.	using binary	hollow fiber adalah	
	2001	mixtures of	80:20	
		solvents		
		for the		
		preparation of		
		the dope		
12	Yanan Yang;	The influence of	Efek penambahan	
	Huixuan Zhang;	nano-sized	aditif TiO ₂ pada	
	Peng Wang;	TiO2 fillers on	membran	
	Qingzhu	the	polysulfone dengan	
	Zheng,Jun Li	morphologies	pelarut N-Dimethyl	
	2007	and properties	formamide / N-	
		of PSF UF	methyl-2-	
		membrane	pyrrolidinone dapat	
			menambah	
			hidrofilisitas dan	
			fluks permeate	

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

III.1 Garis Besar Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mempelajari pengaruh metode Mixing Solvent serta penambahan Titanium dioxide (TiO₂) pada membran CA/PEG terhadap karakteristik dan kinerja membran. Pelarut yang digunakan pada penelitian ini adalah Acetone – THF dan Acetone – DMF. Penelitian dilakukan secara bertahap yakni dengan sintesa membran CA/PEG dengan metode Mixing Solvent untuk mengetahui komposisi campuran pelarut Acetone – THF dan Acetone - DMF yang menghasilkan membran dengan kinerja terbaik. Kemudian menyintesa membrane CA/PEG dengan komposisi pelarut terbaik dari tahap sebelumnya dengan penambahan Titanium dioxide (TiO₂). Sintesa membran CA/PEG dengan Mixing Solvent dan penambahan TiO2 dilakukan dengan metode phase inversion, sedangkan dalam karakterisasi membran dilakukan beberapa analisa yaitu Scanning Electron Microscopy (SEM) untuk mengetahui bentuk pori dan struktur permukaan membran, Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) untuk mengetahui gugus yang terkandung dalam membran, analisa water content untuk mengetahui hidrofilisitas dari membran, uji fluks dan salt rejection untuk mengetahui performa membran dari fluks dan rijeksi garamnya.

III.2 Bahan yang digunakan

1. Cellulose Acetate (CA), Sigma Aldrich,

Acetyl Content : 39,8 %
Berat Molekul : 30.000 Da

2. Polyethylene Glycol (PEG), Sigma Aldrich,

Berat Molekul : 200 Da

3. Titanium Dioxide (TiO₂), Aldrich

Ukuran Partikel : 25 nm

Surface Area : $45 - 55 \text{ m}^2/\text{g}$

- 4. Aseton teknis (99,5%)
- 5. Tetrahydrofuran (THF)
- 6. Dimethylformamide (DMF)
- 7. Garam NaCl, Merck

8. Aquades

III.3 Alat yang digunakan

- 1. Botol sampel 50 ml
- 2. Pipet ukur 25 ml
- 3. Gelas arloji
- $4. \quad Hotplate + Stirer$
- 5. Magnetic Stirbar 2.5 cm
- 6. Timbangan
- 7. Mold
- 8. Alat uji Desalinasi
- 9. Coagulation Bath
- 10. Scotlite
- 11. Kertas saring

III.4 Variabel Penelitian

Variabel Tetap

•	Massa Cellulose Acetate	= 2 gram
•	Massa Polyethylene Glycol	= 0.5 gram
•	Volume total pelarut	= 17 mL
•	Suhu Pencampuran	$= 130^{\circ} \text{C}$
•	Suhu Perendaman	$=25^{\circ}\mathrm{C}$
•	Ketebalan Membran	$= 200 \mu m$

o Variabel Bebas

- Massa TiO_2 = 0,5; 0,75; 1; 1,25; 1,5 (g/L pelarut)
- Volume *Acetone* THF = 100-0, 90-10, 70-30, 50-50 (% volume)
- Volume *Acetone* DMF = 100-0, 90-10, 70-30, 50-50 (% volume)

o Variabel Respon

- Morfologi Membran
- Gugus -OH
- Water Content
- Kristal TiO₂

- Fluks Permeat
- Rijeksi Garam
 - Permeabilitas

Tabel 3.1 Penamaan Membran CA/PEG dengan Mixing Solvent

Jenis Pelarut	Rasio %Volume	Nama
Acetone	100%	CPA
Acetone - DMF	90 - 10	CPAD 1
Acetone - DMF	70 - 30	CPAD 2
Acetone - DMF	50 - 50	CPAD 3
Acetone - THF	90 - 10	CPAT 1
Acetone - THF	70 - 30	CPAT 2
Acetone - THF	50 - 50	CPAT 3

Tabel 3.2 Penamaan Membran CA/PEG dengan *Mixing Solvent* dan Penambahan TiO₂

Jenis Pelarut	$TiO_{2}\left(g\right)$	Nama
Acetone - DMF (50 - 50)	0,25	CPTAD 1
Acetone - DMF (50 - 50)	0,5	CPTAD 2
Acetone - DMF (50 - 50)	0,75	CPTAD 3
Acetone - DMF (50 - 50)	1	CPTAD 4
Acetone - DMF (50 - 50)	1,25	CPTAD 5
Acetone - DMF (50 - 50)	1,5	CPTAD 6
Acetone - THF (50 - 50)	0,25	CPTAT 1
Acetone - THF (50 - 50)	0,5	CPTAT 2
Acetone - THF (50 - 50)	0,75	СРТАТ 3
Acetone - THF (50 - 50)	1	CPTAT 4
Acetone - THF (50 - 50)	1,25	CPTAT 5
Acetone - THF (50 - 50)	1,5	CPTAT 6

III.5 Prosedur Penelitian

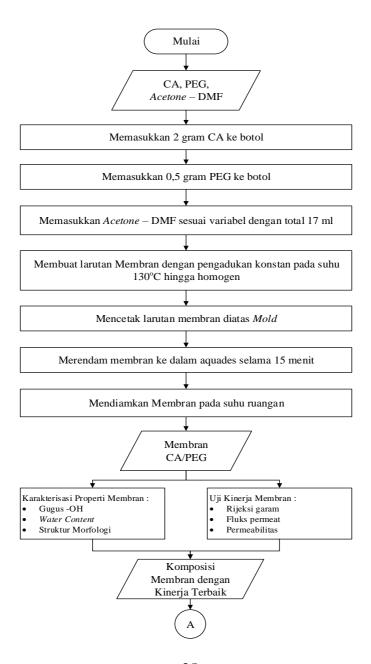
III.5.1. Prosedur Pembuatan Membran

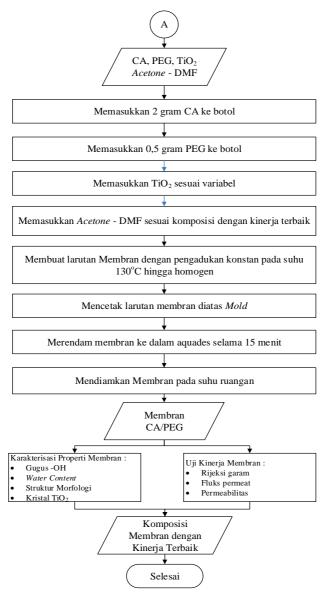
Tahap A:

- 1) Menimbang CA dan PEG masing-masing sebanyak 2 gram dan 0,5 gram
- 2) Mengambil larutan *Acetone* THF / *Acetone* DMF sesuai variabel dengan total pelarut 17 mL
- 3) Mencampur CA, PEG, dan *Acetone*-THF / *Acetone* DMF dengan pengadukan konstan pada suhu 130°C hingga homogen
- 4) Mencetak membran menggunakan mold
- 5) Merendam membran dalam aquades selama 15 menit pada suhu 25° C
- 6) Mengeluarkan dan mendiamkan membran pada suhu 25° C
- 7) Melakukan uji kinerja dan karakterisasi membran

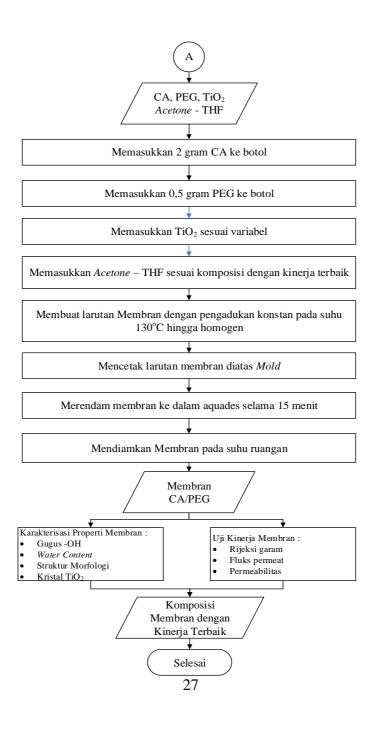
Tahap B:

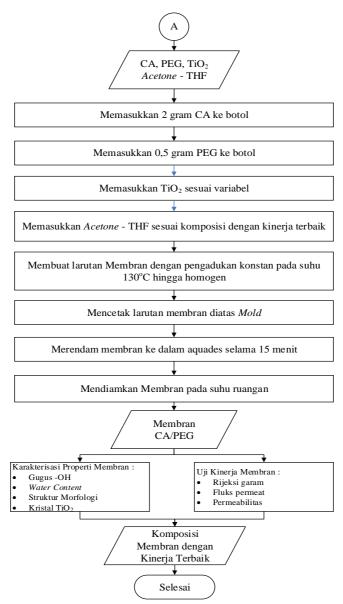
- 1) Menimbang CA dan PEG masing-masing sebanyak 2 gram dan 0,5 gram
- 2) Mengambil larutan *Acetone* THF / *Acetone* DMF sesuai komposisi dengan hasil terbaik di tahap A
- 3) Menambahkan TiO₂ sesuai variabel
- 4) Mencampur CA, PEG, *Acetone*-THF / *Acetone* DMF dan TiO₂ dengan pengadukan konstan pada suhu 130°C hingga homogen
- 5) Mengulang prosedur no. 4 7 pada pada tahap A



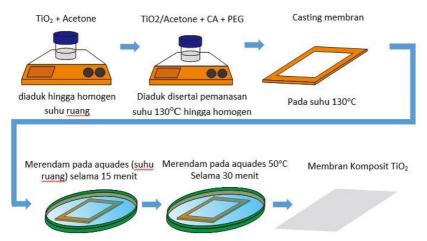


Gambar 3.1 Flowchart Sintesa Membran CA/PEG/TiO₂/*Acetone*-DMF





Gambar 3.2 Flowchart Sintesa Membran CA/PEG/TiO₂/*Acetone*-THF



Gambar 3.3 Skema Metode Phase Inversion

III.5.2 Prosedur Analisa

1. Analisa struktur morfologi

Pengujian Scanning Electron Microscopy (SEM) digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan bahan. Karakterisasi bahan menggunakan SEM dimanfaatkan untuk melihat struktur topografi permukaan, ukuran butiran, cacat struktural, dan komposisi pencemaran suatu bahan. Hasil yang diperoleh dari karakterisasi ini dapat dilihat secara langsung pada hasil SEM berupa Scanning Electron Micrograph yang menyajikan bentuk tiga dimensi berupa gambar atau foto. Hasil SEM yang berupa gambar morfologi menyajikan bentuk permukaan bahan dengan berbagai lekukan dan tonjolan (Smallman, 1999).

Langkah analisa struktur morfologi adalah :

- Membran dicelupkan ke dalam nitrogen cair selama beberapa detik kemudian dipatahkan
- Membran di*coating* terlebih dahulu dengan AuPd
- Sampel kemudian dianalisa dengan mesin SEM

2. Analisa gugus -OH

Teknik pengujian yang dapat digunakan untuk menganalisa komposisi kimia dari senyawa-senyawa organik, polimer, hingga senyawa - senyawa anorganik adalah Fourier Transform-Infra Red

Spectroscopy (FTIR). Uji ini mampu menganalisa suatu material baik secara keseluruhan, lapisan tipis, cairan, padatan, pasta, serbuk, serat, dan bentuk yang lainnya dari suatu material. Spektroskopi FTIR tidak hanya mempunyai kemampuan untuk analisa kualitatif namun juga untuk analisa kuantitatif (Ahmad, A., 2014).

Langkah analisa gugus -OH adalah:

- Membran dimasukkan ke dalam alat FTIR dan dianalisa
- Membaca grafik yang terbentuk untuk mengamati gugus -OH
- 3. Analisa water content

Analisa water content berfungsi untuk megetahui kemampuan membran dalam menyerap air (hidrofilisitas).

Langkah analisa water content adalah:

- Membran di rendam selama 24 jam di aquades
- Air pada permukaan membrane dihilangkan dengan kertas saring
- Menimbang membran basah dengan neraca (Zhu, 2017) Rumus perhitungan *water content*:

$$X\% = \frac{W_s - W_d}{W_d} \times 100 \%$$

Keterangan:

 $\begin{array}{lll} X\% & = \textit{Water content (\%)} \\ W_S & = \textit{Membran basah} \\ W_d & = \textit{Membran kering} \\ dkk, 2017) \end{array}$

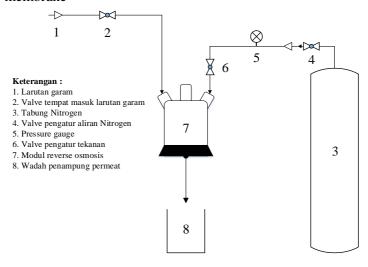
4. Analisa kristal TiO₂

Proses analisis menggunakan X-ray diffraction (XRD) merupakan metode yang efektif untuk menganalisa komposisi fasa atau senyawa pada material dan juga karakterisasi kristal (Zhan, 2017).

Langkah analisa struktur morfologi adalah:

- Memasukkan membrane kedalam alat XRD
- Membaca grafik yang terbentuk

 Analisa fluks permeat, rijeksi garam dan permeabilitas membrane



Gambar 3.4 Skema alat uji desalinasi

- Menyiapkan alat uji desalinasi seperti Gambar 3.4
- Memasukkan air garam 5000 ppm ke dalam modul RO
- Kemudian mengalirkan Nitrogen ke tabung penampung air garam hingga mencapai tekanan 3 bar, dijaga selama 5 jam
- Air garam yang dapat melewati modul RO ditampung di dalam gelas ukur, kemudian diukur kadar garamnya dengan alat konduktometer
- Menghitung fluks permeat, permeabilitas dan rijeksi garam

III.5.3 Perhitungan Fluks Permeat

Didapatkan data analisa uji desalinasi adalah luas membran (A) [cm²] dan data dari analisa kadar garam adalah jumlah volume (volume permeat) [liter] dan waktu [jam]. Kemudian data tersebut untuk mendapat data fluks permeat dari rumus :

$$J = \frac{Q}{(A \times t)}$$

 $J = fluks permeat (1/cm^2.jam)$

Q = jumlah permeat (1)

A = luas membran (cm²)

t = waktu (jam)

Hasil yang didapatkan adalah fluk permeat (L/m².jam) fluk permeat adalah kemampuan air untuk melewati membran, semakin tinggi fluk permeat semakin tinggi jumlah ini (Shafiq dkk, 2017).

III.5.4 Perhitungan Permeabilitas

Permeabilitas Permeabilitas membran (Pm) menunjukkan toleransi membran terhadap tekanan hidrofilik. Pm dapat diperoleh dengan mengukur fluks pada tekanan tras membran yang berbeda, dimana permeabilitas membran dapat digambarkan pada persamaan:

$$P_m = \frac{J}{\Delta P}$$

Keterangan:

= permeabilitas membran (L/m².jam/kPa) P_{m}

= fluks permeat (L/m^2 .jam) ΛР = Perbedaan tekanan (kPa)

(Ahmad, A., 2014).

III.5.5 Perhitungan Rijeksi Garam

Didapatkan hasil permeat dari uji desalinasi yang kemudian diujikan konduktivitasnya menggunakan alat konduktometer dan grafik kalibrasi air garam sintesa. Kemudian data diolah untuk mendapat data rijeksi garam dengan rumus: $\% Rijeksi garam = \frac{garam_{in} - garam_{out}}{garam_{in}} \times 100\%$

% Rijeksi garam =
$$\frac{garam_{in}-garam_{out}}{garam_{in}}$$
 x 100 %

Dimana $garam_{in} = kadar garam masuk (ppm)$

 $garam_{out} = kadar garam keluar (ppm)$

Hasil yang didapat adalah rijeksi garam (%), rijeksi garam menandakan kemampuan membran melakukan filtrasi semakin tinggi reijeksi garam maka performa membran semakin baik (Saljoughi, 2008).

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh metode mixing solvent serta penambahan Titanium membran CA/PEG (TiO₂)pada karakteristik membran. Komposisi CA/PEG yang digunakan adalah 80/20 dengan masing-masing sebanyak 2 gram CA dan 0,5 gram PEG. Mixing solvent yang digunakan adalah campuran Acetone - Dimethylformamide (DMF) dan Acetone – Tetrahydrofuran (THF), komposisi rasio % volume mixing solvent yang digunakan adalah (90:10), (30:70) dan (50:50). Alasan melakukan kombinasi pelarut Acetone-DMF adalah karena pelarut DMF pada pembuatan membran dengan phase inversion memiliki waktu demixing yang singkat, namun memiliki titik didih tinggi yaitu sekitar 160 °C. Penggunaan pelarut Acetone-DMF diharapkan dapat menurunkan titik didih DMF sehingga proses pengeringan membran dapat berjalan pada suhu rendah dan penguapan terjadi lebih cepat. Sedangkan pelarut THF jika digunakan sebagai pelarut tunggal akan menghasilkan membran berpori sponge- like tanpa finger-like. Sehingga penggunaan pelarut Acetone-THF diharapkan dapat memperbesar pori finger-like sehingga fluks permeat membran dapat meningkat. Penelitian dilakukan secara bertahap yakni dengan sintesa membran CA/PEG dengan metode mixing solvent untuk mengetahui komposisi campuran pelarut Acetone – THF dan Acetone – DMF yang menghasilkan membran dengan karakteristik dan kinerja terbaik. Kemudian mensintesa membran CA/PEG dengan komposisi pelarut terbaik dari tahap sebelumnya dengan penambahan *Titanium dioxide* (TiO₂), variabel penambahan TiO₂ yang digunakan adalah 0,25; 0,5; 0,75; 1; 1,25; 1,5 gram. Pada membran CA/PEG dengan penambahan TiO₂ dilakukan proses sonifikasi untuk mengoptimalkan blending

larutan membran. Penambahan TiO₂ dilakukan karena TiO₂ bersifat hidrofilis sehingga dapat meningkatkan fluks pemeat membran. Sintesa membran CA/PEG dengan *mixing solvent* dan penambahan TiO₂ dilakukan dengan metode *phase inversion*. Untuk mengetahui karakterisasi membran dilakukan beberapa analisa yaitu *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui bentuk dan ukuran pori serta struktur permukaan membran, *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) untuk mengetahui gugus yang terkandung dalam membran, analisa *water content* untuk mengetahui hidrofilisitas dari membran, serta Analisa *X-ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur kristal TiO₂. Serta analisa *water flux* dan analisa permeabilitas membran untuk mengetahui kinerja dari membran.

IV.1 Sintesa Membran CA/PEG dengan Metode *Mixing Solvent*.

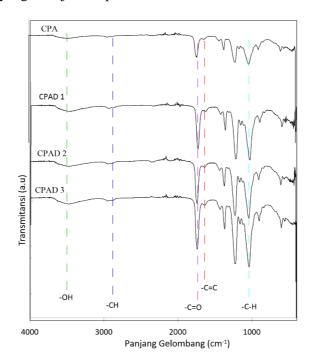
Pada tahap awal adalah melakukan sintesa membran CA/PEG dengan metode *mixing solvent* antara pelarut *Acetone* – DMF dan *Acetone* – THF untuk kemudian mendapatkan rasio %volume pelarut dengan karakteristik membran terbaik dan melakukan sintesa membran CA/PEG dengan rasio volume pelarut terbaik serta penambahan TiO₂.

IV.1.1 Membran CA/PEG/Acetone-DMF IV.1.1.1 Analisa Fourier Transformed Infrared Spectroscopy (FTIR)

Salah satu metode karakterisasi yang dilakukan adalah Analisa *Fourier Transformed Infrared Spectroscopy* (FTIR). FTIR adalah metode analisa senyawa kimia menggunakan sinar infra merah. Gugus –OH ditunjukkan dengan adanya *peak* dengan panjang gelombang 3300–3700 cm⁻¹, gugus –CH pada panjang gelombang 2800 – 3000 cm⁻¹, gugus C-O pada panjang gelombang 1300 cm⁻¹, gugus C=C pada panjang gelombang 1680 cm⁻¹, serta gugus C=O

pada panjang gelombang 1700 cm⁻¹ (Kim, 2007). Hidrofilisitas membran dapat dilihat dari analisa FTIR yang ditunjukkan dengan adanya gugus fungsi hidroksil (Wepasnick, 2011). Nilai hidrofilisitas dapat dihitung dengan cara menghitung luas area *peak* gugus -OH pada grafik FTIR dengan menggunakan aplikasi *ImageJ*.

Gambar 4.1 menunjukkan spektra FTIR dari membran CA/PEG dengan menggunakan pelarut *Acetone* – DMF pada berbagai rasio volume. Dari gambar tersebut dapat diamati adanya gugus -OH, -CH, -C=O, -C=C dan -C-H. Besarnya hidrofilisitas dari membran dapat dihitung dari luas gugus -OH yang ditunjukkan pada **Tabel 4.1.**



Gambar 4.1 Grafik FTIR membran CA/PEG/ *Acetone* : DMF

Dari **Tabel 4.1** diketahui bahwa pada variabel CPAD 1 terdapat peningkatan luas gugus hidroksil 20,498 % jika dibandingkan dengan variabel membran CPA. Sementara itu terdapat penurunan luas peak gugus hidroksil pada variabel CPAD sebanyak 2,31% dibandingkan variabel membran CPA. Luas *peak* terbesar dimiliki oleh variabel membran CPAD 3 dengan luas peak gugus hidroksil 1,669 cm² dan peningkatan 20,9 % dibandingkan dengan variabel membran CPA.

Tabel 4.1 Luas Area *Peak* –OH Grafik FTIR membran CA/PEG/*Acetone*: DMF

Sampel Luasan area (cm ²)		Peningkatan terhadap CPA(%)
CPA	1,320	
CPAD 1	1,660	20,498
CPAD 2	1,290	-2,310
CPAD 3	1,669	20,950

Berdasarkan luas area Peak dari grafik Analisa FTIR, diketahui bahwa penggunaan metode mixing solvent antara Acetone - DMF dapat meningkatkan hidrofilisitas membran. Hal ini dikarenakan DMF mengandung gugus amida, unsur Nitrogen pada gugus tersebut cukup positif untuk membuat ikatan hidrogen antar molekul DMF, membuat kemungkinan tumbukan molekul DMF dan molekul *Cellulose acetate* berkurang, sehingga peran Acetone menjadi lebih dominan untuk melarutkan Cellulose acetate, selain itu gugus keton pada Acetone tidak mempunyai interaksi ikatan hidrogen antar gugus Acetone sehingga kemungkinan tumbukan molekul Acetone dan molekul Cellulose acetate lebih besar. Pada variabel CPAD 3 terjadi peningkatan luas area gugus hidroksil 20,95% karena walaupun interaksi ikatan hidrogen antara pelarut jumlah molekul DMF bertambah ada, sehingga

kemungkinan interaksi antara molekul DMF dan molekul *Cellulose acetate* bertambah. (Lewis, 1911)

IV.1.1.2 Analisa Water Content

Analisa *water content* dilakukan untuk mengetahui kemampuan membran dalam menyerap air (hidrofilisitas). Analisa *water content* ini dilakukan dengan menghitung selisih massa basah dengan massa kering. Massa basah adalah massa membran setelah mengalami perendaman selama 24 jam, sedangkan massa kering adalah massa membran yang telah dikeringkan dengan oven selama 48 jam.

Tabel 4.2 Hasil Analisa *Water Content* Membran CA/PEG/

Sampel	Water Content	Peningkatan terhadap CPA (%)
CPA	113,18%	
CPAD 1	142,86%	26,223
CPAD 2	269,47%	138,089
CPAD 3	375,86%	232,097

Berdasarkan nilai *Water Content* pada **Tabel 4.2**, diketahui bahwa penambahan rasio DMF dari 10 % hingga 50 % mengakibatkan peningkatan *water content*, nilai *water content* tertinggi dimiliki oleh sampel membran CPAD 3 yaitu 375,86 % dengan peningkatan *water content* sebesar 232,097 %. Nilai *water content* dari suatu membran sangat dipengaruhi oleh pori dan ruang kosong yang ada pada membran, yang dapat dilihat melalui analisa SEM.

IV.1.1.3 Analisa Scanning Electron Microscopy (SEM)

Metode analisa yang sering digunakan untuk mengetahui struktur morfologi membran yaitu analisa *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Dari uji SEM dapat diketahui hasil analisa berupa gambar struktur morfologi

membran dengan berbagai lekukan dan tonjolan dari bagian patahan (*fracture surface*). Dan perbesaran untuk melihat pori – pori di patahan membran.

Tabel 4.3 Hasil Analisa SEM Membran CA/PEG/*Acetone*: DMF

	CHI LO/MEETON	0.21,11
Nama Sampel	Fracture Surface	Zoom in
СРА	DO WARM REPORTED TO STATE OF THE PARTY NAMED IN THE	THE COMMENT OF THE PROPERTY OF
CPAD 1	ORIGINATE SERVICE	DEFINANCE Special State 127
CPAD 2	SET SAME SEPARATED FOR NOW 1-CF VI	Division Special Relation of the
CPAD 3	Side of the state	AT Division Special State of the

Berdasarkan hasil analisa SEM yang ditunjukkan pada **Tabel 4.3**, terlihat bahwa pada sampel membran CPAD 1 dan CPAD 3 memiliki lapisan *sponge-like* dan lapisan *finger-like*, sedangkan untuk sampel CPAD 2 hanya memiliki lapisan *sponge-like*.

Tabel 4.4 Perhitungan Ukuran Pori Membran CA/PEG/*Acetone*: DMF

	Pori Top		Pori		Pori	
	Layer		Fingerlike		Spongelike	
Nama	(Mircron)		(Mircron)		(Mircron)	
Sampel	Min	Max	Min	Max	Min	Max
CPA	0,55	1,04	4,2	13,33	0,4	1,1
CPAD 1	1,8	5,004	6,4	22,4	0,34	1,181
CPAD 2	1,44	2,34	-	-	0,5	2,58
CPAD 3	1	_	20,47	40,29	0,87	2,551

Tabel 4.4 menunjukkan hasil pengukuran lebar pori finger-like dan diameter pori sponge-like membran yang dilakukan secara acak, pada hasil SEM sintesa membran menggunakan metode mixing dengan Acetone/DMF, peningkatan rasio DMF dari 10 % ke 50 % dapat menambah interval lebar pori finger-like dan diameter pori sponge-like. Hal ini konsisten dengan pengukuran water content dimana nilai water content akan bertambah seiring dengan bertambah nya rasio DMF, karena jika interval pori pada *sponge-like* bertambah akan menambah volume ruang kosong dalam membran. Penambahan DMF dari rasio 10 % menjadi 50 % juga meningkatkan diameter pori finger-like, pengukuran diameter pori finger-like tidak bisa dilakukan pada membrane CPAD 2 karena bentuk membran simetris. Penambahan DMF dapat meningkatkan panjang finger-like dari membran dan menambah tebal struktur sponge-like. Bentuk-bentuk ini bisa dijelaskan dengan melihat kekuatan pelarut yang dihitung dengan hansen solubility parameter (R_{HSP}) untuk interaksi polimer pelarut atau yang bisa disebut R_{HSP} (s-p). Persamaan untuk menghitung R_{HSP}, berikut persamaan untuk menghitung R_{HSP}:

$$R_{HSP} = [4(\delta_{ds} - \delta_{dc})^2 + (\delta_{ps} - \delta_{pc})^2 + (\delta_{hs} - \delta_{hc})^2]^{1/2}$$
.....(1)
(Garcia, 2014)

Dimana delta adalah R_{HSP} , nilai ini bisa memberi gambaran interaksi antara pelarut – polimer dan pelarut – air , semakin rendah nilai R_{HSP} maka interaksi antara kedua zat akan semakin besar sehingga pelarut tersebut memiliki kemampuan untuk melarutkan polimer yang semakin baik. Perhitungan R_{HSP} untuk campuran pelarut ditunjukkan oleh **Tabel 4.5**

Tabel 4.5 Hasil Perhitungan R_{HSP} (S-P) dan R_{HSP} (S-W) campuran *Acetone* - DMF

Rasio % Volume Acetone – DMF	R _{HSP} (S-P)	R _{HSP} (S-W)
90:10	16,67	32,71
70:30	17,77	31,87
50:50	18,90	31,06

Dari **Tabel 4.5** peningkatan rasio DMF akan meningkatkan nilai R_{HSP} (S-P) dan menurunkan R_{HSP} (S-W), hal ini mengindikasikan interaksi campuran pelarut dengan polimer yang semakin buruk dan interaksi pelarut dengan air yang semakin baik seiring penambahan rasio DMF, sehingga pada saat membran mengalami inversi fasa pelarut ini akan cepat meninggalkan larutan polimer dan akan lebih cepat berdifusi ke air mengakibatkan waktu demixing akan semakin cepat seiring pertambahan campuran rasio DMF. penelitian yang dilakukan (Bagheripour, 2014) menyatakan bahwa semakin capat demixing terjadi akan memicu perumbuhan finger-like pada sub membran dan menipis kan lapisan layer atas yang padat untuk membentuk membran asimetris. Pada pembuatan membran CPAD 2 hal ini tidak berlaku karena pada rasio ini yang terbentuk adalah membran simetris.

IV.1.1.4 Analisa Water Flux

Analisa *water flux* bertujuan untuk menunjukkan banyaknya larutan yang melewati membran dalam waktu tertentu.

Tabel 4.6 Hasil Analisa Water Flux CPAD

Sampel	Fluks Permeat (L/m².h)
СРА	12,04400695
CPAD 1	52,80833816
CPAD 2	0,42462845
CPAD 3	305,7324841

Pada **Tabel 4.6** menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi pelarut DMF pada membran dapat meningkatkan hasil fluks kecuali CPAD 2 yang mengalami penurunan, hal ini sesuai berdasarkan hasil Analisa SEM pada CPAD 2 yang memiliki struktur *sponge-like* simetris, yang membuat porositas membran berkurang. Variabel terbaik adalah CPAD 3 dengan fluks 305,3 L/m².h. CPAD 3 memiliki fluks terbesar karena memiliki pori finger-like yang besar dibandingkan CPAD lain. Penambahan DMF dari 10% ke 50% akan menambah porositas membran yang dibuktikan dengan penambahan panjang pori *finger-like* dan berakibat pada fluks yang besar.

IV.1.1.6 Analisa Permeabilitas Membran

Analisa permeabilitas membran bertujuan untuk mengetahui tingkat kemampuan membran dalam melewatkan molekul air. Analisa ini menggunakan ΔP sebesar 3,14 bar. Hasil dari analisa permeabilitas dapat dilihat pada **Tabel 4.7**

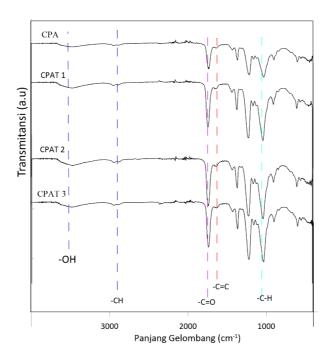
Tabel 4.7 Hasil Analisa Permeabilitas Membran CPAD

No	Sampel	Permeabilitas (L/m².h.bar)
1	CPA	3,836
2	CPAD 1	16,818
3	CPAD 2	0,135
4	CPAD 3	97,367

Berdasarkan hasil analisa pada **Tabel 4.7**, dapat dilihat bahwa nilai permeabilitas tertinggi dimiliki oleh membran CPAD 3 dengan nilai 97,367 L/m².h.bar, dan membran CPAD 2 memiliki nilai permeabilitas terendah. Nilai permeabilitas suatu membran sangat dipengaruhi oleh porositas membran yang dapat dilihat melalui analisa SEM, hal ini dapat menjelaskan penyebab membran CPAD 2 memiliki permeabilitas yang rendah. Serta nilai dari hasil analisa permeabilitas, menunjukkan bahwa nilai permeabilitas berbanding lurus dengan nilai *water flux* dari membran CPAD.

IV.1.2 Membran CA/PEG/Acetone-THF IV.1.2.1 Analisa Fourier Transformed Infrared Spectroscopy (FTIR)

Gambar 4.2 menunjukkan spectra FTIR dari membran CA/PEG dengan menggunakan pelarut *Acetone* – THF pada berbagai rasio volume. Dari gambar tersebut dapat diamati adanya gugus -OH, -CH, -C=O, -C=C dan -C-H. Besarnya hidrofilisitas dari membran dapat dihitung dari luas gugus -OH yang ditunjukkan pada **Tabel 4.2.**



Gambar 4.2 Grafik FTIR membran CA/PEG/ *Acetone :* THF

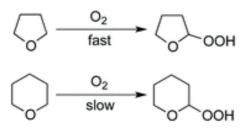
Tabel 4.8 Luas Area *Peak* –OH Grafik FTIR membran CA/PEG/ *Acetone* : THF

Sampel	Luas area (cm ²)	Peningkatan terhadap CPA (%)	
CPA	1,320		
CPAT 1	1,322	0,151	
CPAT 2	2,028	53,66	
CPAT 3	1,328	0,618	

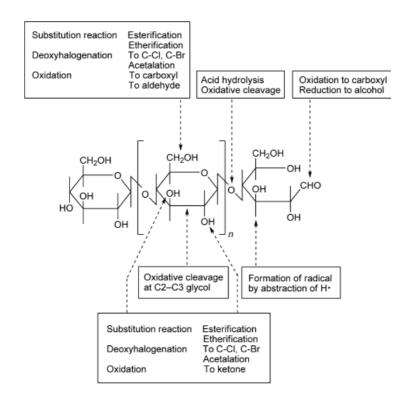
Dapat dilihat pada **Tabel 4.8** pada variabel membran CPAD 1 menunjukkan peningkatan luas gugus hidroksil 0,151 % dari variabel membran CPA. Sementara

pada variabel membran CPAT 2 terdapat peningkatan yang cukup signifikan sebesar 53,66 %, sementara untuk variabel membran CPAT 3 mempunyai peningkatan sebesar 0,618 %. Dari data tersebut, diketahui bahwa penggunaan metode *mixing solvent Acetone* – THF dapat menambah gugus hidroksil terlihat dari persentase peningkatan luas gugus hidroksil jika dibandingkan dengan membran yang dibuat hanya menggunakan pelarut *Acetone*.

Variabel membran CPAT 2 memiliki luas gugus hidroksil tertinggi, hal ini dikarenakan larutan campuran polimer, PEG dan campuran pelarut Acetone dan THF, pada 2 jam pertama pemanasan terdapat beberapa mol THF yang menguap membentuk suatu sistem vapor/liquid, uap THF berinteraksi dengan udara dalam botol sehingga menghasilkan senyawa peroksida dengan proses auto oksidasi (BASF,1998). Dan pada saat pendinginan terjadi maka senyawa peroksida akan berubah fase kedalam fase liquid dan memperkaya oksigen dalam larutan. Senyawa peroksida cenderung tidak stabil dan akan membentuk suatu radikal bebas oksigen dan bereaksi dengan hidrogen tunggal pada rantai Cellulose membentuk gugus hidroksil. Reaksi auto oksidasi dari THF ditunjukkan oleh Gambar 4.3



Gambar 4.3 Reaksi Auto Oksidasi THF di Udara (Hiroshi, 2015)



Gambar 4.4 Reaksi Molekul *Cellulose* (atalla, 2010)

Pada analisa FTIR terdapat peak yang menunjukan adanya gugus C-H yang semakin meningkat dibandingkan *acetone* murni. Dikarenakan interaksi pelarut dan CA yang semmakin baik dan penambahan PEG yang juga berfungsi memutuskan rantai siklik pemutusan ini akan menambah elektron valensi dari karbon yang mengakibatkan kemungkinan atom karbon yang terputus bereaksi dengan gugus dari pelarut *acetone* dan THF.

IV.1.2.2 Analisa Water Content

Tabel 4.9 Hasil Analisa *Water Content* Membran CA/PEG/ Acetone : THE

CHILES Heelone: IIII				
Sampel	Water Content	Peningkatan terhadap CPA (%)		
CPA	113,18%			
CPAT 1	75,34%	-33,43028711		
CPAT 2	90,30%	-20,21570231		
CPAT 3	177,10%	56,47809265		

Dapat dilihat dari Tabel 4.9, bahwa hasil membran CPAT 1 dan CPAT 2 mengakibatkan penurunan water content jika dibandingkan dengan membran CPA, nilai water content tertinggi dimiliki oleh sampel membran CPAT 3 vaitu 177.10 % dengan peningkatan water Content 56,478 % dibandingkan dengan membran CPA. Hal ini disebab kan oleh porositas membran dan gugus hidroksil pada membran, pada variabel CPAT 2 memiliki porositas terkecil dilihat dari struktur membran yang tak memiliki finger-like namun memiliki gugus hidroksi yang tertinggi dibandingkan semua variabel CPAT. CPAT 3 memiliki water content terbesar karena memiliki struktur finger-like dan sponge-like dan memiliki gugus hidroksi yang lebih besar dari CPAT 1. Penambahan komposisi THF dapat meningkatkan nilai water content pada komposisi 50 % volume jika dibandingkan dengan acetone murni, karena memiliki porositas yang lebih besar dari CPAT 2 dan gugus hidroksil yang lebih banyak dari CPAT 1

IV.1.2.3 Analisa Scanning Electron Microscopy (SEM)
Tabel 4.10 Hasil Analisa SEM Membran
CA/PEG/Acetone: THF

CA/I LO/Aceione . IIII			
Nama Sampel	Fracture Surface	Zoom in	
СРА	ET - SONY Bond a-151; Interes 1 - 1.00 ET - SONY Bond a-151; Interes 1 - 1.00 ET - SONY Bond a-151; Interes 1 - 1.00 ET - SONY Bond a-151; Interes 1 - 1.00	Fire of the state	
CPAT 1	The second signature of the second state of th	STORY STORY SERVICE STORY STORY SERVICE STOR	
CPAT 2	ET COLLEGE SPORT SPORT SERVICE STATE SPORT SERVICE SER	### Est * 100 W Spend * 61 Fe Bure * 6 1147 00 10 10 W Spend * 52 Fe Bure * 6 1147	
CPAT 3	AT SOLD BOTH SENT AND CONTRACT TO THE	ST. STANK BANKS STANK SAME TO STANK	

Tabel 4.10 menunjukkan penyebab *water content* pada membran CPAT 1 dan CPAT 2 lebih kecil dibanding membran CPA. Hal tersebut dapat dijelaskan dari hasil Analisa SEM dimana pada variabel membran CPAT 1 meskipun memiliki struktur pori *finger-like* tetapi memiliki lapisan *sponge-like* tipis yang lebih rapat dari membran

CPAT 3. Sementara untuk variabel membran CPAT 2 memiliki struktur simetris dan struktur pori nya hanya terdiri dari *sponge-like* sedangkan untuk membrane CPA memiliki struktur asimetris terdiri dari *sponge-like* dan *finger-like*.

Tabel 4.11 Perhitungan Ukuran Pori Membran CA/PEG/Acetone: THF

Nama	Pori Top Layer (Mircron)		ma Layer (Mircron) (Mircron)		Pori Spongelike (Mircron)	
Sampel	Min	Max	Min	Max	Min	Max
CPA	0,55	1,04	4,2	13,333	0,4	1,1
CPAT 1	-	-	7,17	9,08	0,497	1,98
CPAT 2	1,009	2,04	-	-	0,4	0,875
CPAT 3	0,817	2,04	3,815	7,81	0,304	0,836

Dilihat dari **Tabel 4.11** penambahan THF mengurangi panjang dari *sponge-like*, terdapat kesamaan bentuk membran yaitu asimetris untuk rasio pelarut *Acetone*: DMF (70:30) dan *Acetone*:THF (70:30). Kemudian nilai R_{HSP} (S-P) dan R_{HSP} (S-W) dihitung untuk mengetahui pengaruh *mixing solvent Acetone* – THF menggunakan Persamaan (1) yang ditunjukkan oleh **Tabel 4.12**

Tabel 4.12 Hasil Perhitungan R_{HSP} (S-P) dan R_{HSP} (S-W) CA/PEG/Acetone: THF

Rasio % Volume Acetone - THF	R _{HSP} (S-P)	R _{HSP} (S-W)	
90:10	14,16	33,61	
70:30	10,32	34,87	
50:50	6,81	36,56	

Untuk membran dari campuran Acetone/THF dilihat dari **Tabel 4.12** nilai R_{HSP} (S-P) mengalami penurunan penurunan ini mengindikasikan hubungan interaksi antara solvent dan polimer meningkat seiring dengan peningkatan rasio THF, sebalik nya nilai RHSP (S-W) semakin bertambah, hal ini menunjukan interaksi air dengan solven semakin rendah, hal ini akan memicu delayed demixing (Garcia,2014). Semakin lama waktu delayed demixing akan menambah tebal dense top layer dan mengurangi terjadinya *finger-like* (bagheriphour, 2014).

IV.1.2.4 Analisa Water Flux

Tabel 4.13 Hasil Analisa Water Flux CPAT

Sampel	Fluks Permeat (L/m².h)	
CPA	12,04400695	
CPAT 1	62,71435571	
CPAT 2	5,435244161	
CPAT 3	264,9681529	

Pada **Tabel 4.13** semakin tinggi konsentrasi pelarut THF dalam campuran akan meningkatkan hasil *water flux* kecuali CPAT 2 yang mengalami penurunan, karena pada CPAD 2 memiliki struktur *sponge-like* simetris yang dapat dilihat dari uji SEM. Variabel terbaik dari CPAT adalah CPAT 3 dengan *hasil* uji fluks 264,9681 L/m².h, fluks yang tinggi pada variabel ini karena persebaran diameter *top surface* merata jika dilihat dari uji SEM. Penambahan THF akan lebih memperkecil persebaran ukuran pori dan berakibat pada memperbesar fluks membran.

IV.1.2.5 Analisa Permeabilitas Membran

Tabel 4.14 Hasil Analisa Permeabilitas Membran CPAT

No	Sampel	Permeabilitas (L/m².h.bar)
1	CPA	3,836
2	CPAT 1	19,973
3	CPAT 2	1,731
4	CPAT 3	84,385

Berdasarkan hasil analisa pada **Tabel 4.14**, dapat dilihat bahwa nilai permeabilitas tertinggi dimiliki oleh membran CPAT 3 dengan nilai 84,385 L/m².h.bar, dan membran CPAD 2 memiliki nilai permeabilitas terendah. Nilai permeabilitas suatu membran sangat dipengaruhi oleh porositas membran yang dapat dilihat melalui analisa SEM, hal ini dapat menjelaskan penyebab membran CPAT 2 memiliki permeabilitas yang rendah. Serta nilai dari hasil analisa permeabilitas, menunjukkan bahwa nilai permeabilitas berbanding lurus dengan nilai *water flux* dari membran CPAT.

IV.1.3 Pemilihan Rasio %Volume *Mixing Solvent* Terbaik

Membran CA/PEG/Acetone – DMF dan CA/PEG/Acetone – THF yang telah di sintesa kemudian dibandingkan untuk mengetahui komposisi rasio %volume dari pelarut mana yang menghasilkan membran dengan performa terbaik. Pemilihan rasio %volume dilakukan melalui Analisa karakterisasi membran yaitu Analisa FTIR, Uji Water Content dan Analisa SEM.

Tabel 4.15 Seleksi Rasio %Volume *Mixing Solvent*Terbaik

Tamia Amaliaa	Variabel dengan Hasil Terbaik		
Jenis Analisa	Acetone - DMF	Acetone – THF	
FTIR	CPAD 3	CPAT 2	
Water Content	CPAD 3	CPAT 3	
SEM	CPAD 3	CPAT 3	
Water Flux	CPAD 3	CPAT 3	
Permeabilitas	CPAD 3	CPAT 3	

Rasio %volume *mixing solvent* yang terbaik dari masing – masing jenis Analisa karakterisasi dapat dilihat pada **Tabel 4.15.** Terdapat perbedaan hasil pada Analisa FTIR dimana variabel membran CPAT 2 menjadi variabel terbaik, berbanding terbalik dengan dua analisa lain yang menunjukkan membran CPAT 3 sebagai variabel terbaik. Namun membran yang cocok untuk desalinasi adalah membran asimetris, dengan struktur sponge-like yang rapat dan finger-like yang besar, sedangkan berdasarkan hasil analisa SEM, membran CPAT 2 tidak memiliki pori finger-like. Hasil analisa karakterisasi ini diperkuat oleh hasil analisa kinerja membran yang menunjukkan bahwa CPAD 3 dan CPAT 3 memiliki kinerja terbaik,

Oleh karena itu, berdasarkan pertimbangan diatas, diketahui bahwa :

- Rasio %Volume pada membran CA/PEG dengan campuran pelarut Acetone – DMF yang terbaik adalah 50:50
- Rasio %Volume pada membran CA/PEG dengan campuran pelarut Acetone – THF yang terbaik adalah 50
 : 50

IV.2 Sintesa Membran CA/PEG dengan metode Mixing Solvent dan Penambahan TiO2

Penambahan TiO₂ dilakukan pada variabel terbaik vaitu mixing solvent dengan rasio volume Acetone : DMF (50:50), penambahan TiO₂ dilakukan dengan cara blending dengan campuran membran CA/PEG/Acetone: DMF (50: 50), pada proses blending juga dilakukan sonifikasi untuk homogenisasi TiO_2 . mengoptimalkan Sedangkan penambahan TiO₂ ini berujuan untuk menambah hidrofilisitas membran, kehadiran fasa inorganik dapat membatasi pergerakan pergerakan molekul antar rantai polimer dan menambah jarak antara molekul polimer, hasil yang didapatkan dari fenomena ini adalah menambah porositas, stabilitas dan kemampuan membran (Albedini,2011). TiO₂ dapat larut didalam larutan karena TiO₂ mengion menghasilkan Ti⁴⁺ dan 2 O²⁻, ion titanium Ikatan yang terbentuk dari ion ion ini ada 2 jenis. Mekanisme fenomena ini ditunjukkan oleh Gambar 4.5

Gambar 4.5 Mekanisme Pelarutan TiO₂ (Sookwan,2014) Keterangan :

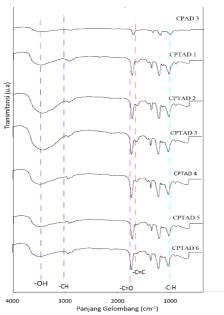
- a. Ikatan koordinasi bidentate yang dibentuk Tⁱ⁴⁺ dengan gugus karboksilat *Cellulose*
- b. Ikatan hidrogen antara gugus karboksilat dan gugus hidroksil TiO₂. Gugus ini ada pada *Titanium* karena *Cellulose* mempunyai kemampuan menghasilkan radikal bebas hidrogen yang reaktif, dan bereaksi dengan *Titanium dioxide* menghasilkan gugus hidroksil.

 ${
m TiO_2}$ dipilih karena tidak memerlukan pretreatment awal dan memiliki stabilitas yang tinggi. Penambahan ${
m TiO_2}$ pada membran juga dapat menghasilkan radikal bebas yang dapat menoaktifkan mikroba dan virus berikut jalan nya reaksi pembentukan radikal bebas

$$Ti(IV) + e^- \rightarrow Ti(III)$$
 (1)

$$Ti(III) + O_2 \rightarrow Ti(IV) + O_2^{\bullet -}$$
(2)
(leong, 2014)

IV.2.1 Membran CA/PEG/TiO₂/Acetone-DMF IV.2.1.1 Analisa Fourier Transformed Infrared Spectroscopy (FTIR)



Gambar 4.6 Grafik FTIR Membran CA/PEG/TiO₂/Acetone : DMF (50:50)

Gambar 4.5 menunjukkan spectra FTIR dari membran CA/PEG dengan menggunakan pelarut Acetone – DMF (50:50) dan penambahan TiO₂ pada berbagai variabel. Dari gambar tersebut dapat diamati adanya gugus -OH, -CH, -C=O, -C=C dan -C-H. Besarnya hidrofilisitas dari membran dapat dihitung dari luas gugus -OH yang ditunjukkan pada **Tabel 4.16.**

Tabel 4.16 Luas *Peak* –OH membran CA/PEG/TiO₂/*Acetone*: DMF (50:50)

Sampel	Luas Area (cm²)	Peningkatan terhadap CPA(%)
CPAD 3	4,355	
CPTAD 1	3,839	-11,850
CPTAD 2	4,665	6,956
CPTAD 3	6,581	50,895
CPTAD 4	7,045	61,618
CPTAD 5	3,277	-24,757
CPTAD 6	4,877	11,876

Berdasarkan hasil pengukuran *imageJ* pada **Gambar 4.6** yang disajikan pada **Tabel 4.16** terjadi peningkatan luas gugus hidroksil pada variabel CPTAD 2 hingga CPTAD 4 dan CPTAD 6, sementara pada CPTAD 1 dan CPTAD 5 terjadi penurunan. Penurunan pada variabel CPTAD 1 dan CPTAD 5 bisa dikarenakan pengadukan yang kurang homogen dan persebaran dari partikel TiO₂ yang kurang merata. Variabel dengan luas gugus -OH tertinggi dimiliki oleh CPTAD 4 dengan peningkatan sebesar 61,618 %.

Penambahan TiO_2 akan menambah gugus hidroksil jika persebaran partikel TiO_2 merata sekitar 62 mikron (abedini,2011)

IV.2.1.2 Analisa Water Content

Tabel 4.17 Perhitungan *Water Content* Membran CA/PEG/TiO₂/*Acetone*: DMF (50:50)

Nama Sampel	Water Content	Peningkatan terhadap CPAD 3(%)
CPAD 3	375,86%	
CPTAD 1	430,37%	14,50
CPTAD 2	355,56%	-5,40
CPTAD 3	354,86%	-5,59
CPTAD 4	267,98%	-28,70
CPTAD 5	287,55%	-23,49
CPTAD 6	236,52%	-37,07

Dapat dilihat pada **Tabel 4.17** bahwa jika dibandingkan dengan membran CPAD 3, membran CPTAD 1 mengalami peningkatan nilai *water content*. Sedangkan pada membran CPTAD 2 hingga CPTAD 6 mengalami penurunan nilai *water content*. Pada pengukuran water content terdapat penurunan di setiap penamban TiO₂ hal ini bisa disebabkan oleh polimer membungkus kristal TiO₂ sehingga TiO₂ tak berfungsi dengan baik mekanisme ini disebut *shielding* (Damodar, 2009). Penambahan TiO₂ masih dapat menurunkan *water content* karena masih terdapat partikel partikel TiO₂ yang besar yang akan berakibat *shielding*

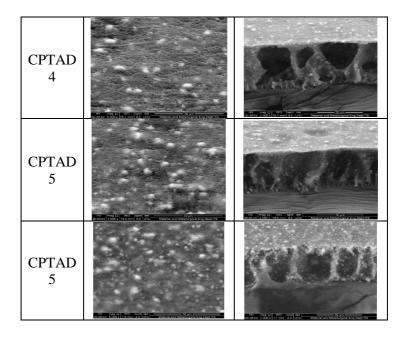
IV.2.1.3 Analisa Scanning Electron Microscopy (SEM)

Pada **Tabel 4.18**, hasil analisa SEM menunjukkan bahwa untuk variabel membran dengan pelarut *Acetone* – DMF dan penambahan TiO₂, semakin bertambah massa TiO₂ akan mengurangi jumlah finger-like, hal ini bisa dikarenakan persebaran ukuran TiO₂ yang kurang sempurna sehingga mengurangi kemungkinan terjadi nya *finger- like*

dan memicu terbentuk nya *macrovoid* (Leong,2014). Hal ini akan berpengaruh pada porositas membran semakin besar.

Tabel 4.18 Hasil Analisa SEM Membran CA/PEG/TiO₂/*Acetone* : DMF (50:50)

Nama Sampel	Top surface	Fracture Surface
CPAD 3		
CPTAD 1	The state of the s	
CPTAD 2		
CPTAD 3		



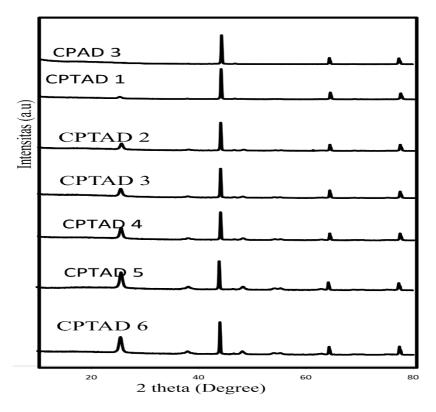
Tabel 4.19 menunjukkan bahwa pada variabel pelarut *Acetone* – DMF, semakin bertambahnya massa TiO₂ akan mengurangi jumlah *finger-like* jika dilihat dari analisa SEM, hal ini bisa dikarenakan persebaran ukuran TiO₂ yang kurang sempurna akan mengurangi kemungkinan terjadi nya *finger-like* (Leong,2014).

Tabel 4.19 Perhitungan Ukuran Pori Membran CA/PEG/TiO₂/*Acetone*: DMF (50:50)

Sampel	Panjang finger- like (micron)		Diameter sponge-like (micron)		Diameter top surface (micron)	
	Min	Max	Min	Max	Min	Max
CPAD	20,472	40,298	0,874	2,551	0,874	2,551
CPTAD 1	25,53	47,32	0,41	1,123	0,823	0,326
CPTAD 2	8,9	20,51	0,72	0,92	0,46	1,04
CPTAD 3	11,277	50,78	0,533	1,26	0,99	1,186
CPTAD 4	2	6,8	2,6	7,3	0,23	0,78
CPTAD 5	24,5	29,8	0,83	1,6	0,403	0,93
CPTAD 6	15,6	33,21	0,45	1		

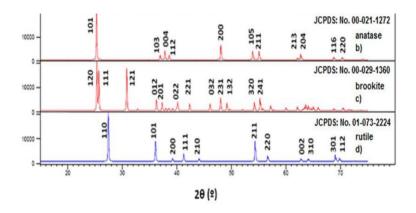
IV.2.1.4 Analisa X-ray Diffraction (XRD)

Proses analisis menggunakan X-ray diffraction (XRD) merupakan metode yang efektif untuk menganalisa komposisi *faced* atau senyawa pada material dan juga karakterisasi kristal. Untuk karakterisasi kristal TiO₂, untuk persebaran kristal TiO₂ berjenis *Anatase*, *Rutile* dan *Brookite* dengan database . Ketiga kristal tersebut menunjukkan hidrofilisitas dari suatu membran namun *anatase* memiliki tingkat stabilitas dan hidrofilisitas yang paling baik (Kheamrutai thamaphat dkk.2008).



Gambar 4.7 XRD *Pattern* Membran CA/PEG/TiO2/ *Acetone*: DMF (50:50)

Gambar 4.7 menunjukkan kurva analisa XRD, penambahan masa TiO₂ meningkatkan intensitas pada grafik XRD hingga penambahan 1,5 gram kecuali pada penambahan 1,25 gram mengalami penurunan intensitas, hal ini bisa dikarenakan pengadukan kurang homogen pada variabel penambahan 1,25 gram, Penurunan pada variabel penambahan 1,25 gram sejalan dengan penurunan luas gugus hidroksil pada hasil FTIR. Bentuk kristal anatase dan rutile adalah tetragonal. Kristal TiO₂ pada 25,4° dan 48°



Gambar 4.8 XRD *Pattern reference* untuk TiO₂ (JCPDS)

Pada **Gambar 4.8** tertera identifikasi *peak* untuk kristal TiO₂ urutan identifikasi dari derajat 0 hingga 80 adalah pada CPTAD 1 hingga CPTAD 4 memiliki persebaran *peak* sama yaitu *anatase* (101), *brookite* (221), *rutile* (002) sementara pada CPTAD 5 dan CPTAD 6 mengalami penambahan *peak* baru anatase pada plane 004, 200 dan 204. Pada Anatase (101) semua variabel mengalami *shift* ke kiri karena persebaran TiO₂ pada membran semakin besar pergeseran maka semakin besar persebaran kristal (abedini,2011). dari hasil ini di dapatkan bahwa semakin bertambah nya TiO₂ lebih menambah kristal *anatase* walaupun dengan orientasi berbeda dilihat dari bertambah nya jenis *plane*

Tabel 4.20 Luas Area Peak Gugus Anatase

Sampel	Luas Peak Gugus Anatase (mm²)
CPTAD 1	4,670
CPTAD 2	29,272
CPTAD 3	36,242
CPTAD 4	57,708
CPTAD 5	102,383
CPTAD 6	95,902

Tabel 4.20 Menunjukkan perhitungan luas area peak gugus *Anatase* dari analisa XRD. Peningkatan luas area *peak* menunjukkan terjadinya peningkatan hidrofilisitas membran tersebut. Dapat dilihat bahwa CPTAD 5 memiliki luas peak gugus *Anatase* terbesar jika di banding dengan sampel lain.

IV.2.1.5 Analisa Water Flux

Tabel 4.21 Hasil Analisa Water Flux CPAT

Sampel	Fluks Permeat (L/m2.h)
CPTAD 1	2,03821656
CPTAD 2	0,8492569
CPTAD 3	12,9087049
CPTAD 4	2,7543467
CPTAD 5	3,73673036
CPTAD 6	5,77494692

Dapat dilihat pada **Tabel 4.21** yang menunjukkan terjadinya penurunan fluks yang drastis karena TiO₂ belum terdispersi dalam membran secara sempurna mengakibatkan terdapat partikel besar pada top surface membran sehingga menghalangi terbentuk nya pori. Fenomena banyak nya partikel yang menepati top surface membran karena pada saat peristiwa *phase inversion*, peristiwa difusi antara pelarut dan air sangat cepat, membuat partikel TiO₂ besar terdorong keatas dan menyatu pada *top surface*, penambahan TiO₂ tidak dapat meningkatkan hidrofilisitas pada membran jika ukuran partikel terlalu besar dan persebarannya tidak merata.

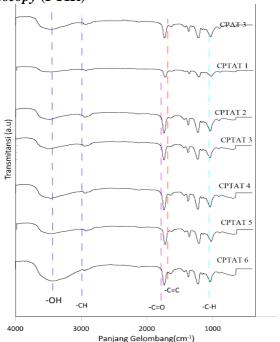
IV.2.1.6 Analisa Permeabilitas Membran

Berdasarkan hasil analisa yanag ditunjukkan pada **Tabel 4.22**, diketahui bahwa nilai permeabilitas membran CPTAD mengalami penurunan, sebanding dengan penurunan nilai *water flux*, terjadinya fenomena ini dapat dijelaskan oleh kurang meratanya persebaran partikel pada membran TiO₂

Tabel 4.22 Hasil Analisa Permeabilitas Membran CPTAD

No	Sampel	Permeabilitas (L/m2.h.bar)
1	CPTAD 1	0,649
2	CPTAD 2	0,270
3	CPTAD 3	4,111
4	CPTAD 4	0,877
5	CPTAD 5	1,190
6	CPTAD 6	1,839

IV.2.2 Membran CA/PEG/TiO₂/Acetone-THF IV.2.2.1 Analisa Fourier Transformed Infrared Spectroscopy (FTIR)



Gambar 4.9 Grafik FTIR Membran CA/PEG/TiO₂/*Acetone*: THF (50:50)

Gambar 4.9 menunjukkan spectra FTIR dari membran CA/PEG dengan menggunakan pelarut *Acetone* – THF (50: 50) dan penambahan TiO₂ pada berbagai variabel. Dari gambar tersebut dapat diamati adanya gugus -OH, -CH, -C=O, -C=C dan -C-H. Besarnya hidrofilisitas dari membran dapat dihitung dari luas gugus -OH yang ditunjukkan pada **Tabel 4.23**.

Tabel 4.23 Luas *Peak* –OH membran CA/PEG/TiO₂/*Acetone*: THF (50:50)

Sampel	Luas area (cm ²)	Peningkatan terhadap CPA(%)
CPAT 3	2,606	
CPTAT 1	2,671	2,481
CPTAT 2	2,890	10,887
CPTAT 3	3,587	37,390
CPTAT 4	3,761	44,133
CPTAT 5	4,103	57,355
CPTAT 6	8,065	209,690

Berdasarkan hasil pengukuran luas gugus hidroksil menggunakan aplikasi *ImageJ* pada **Gambar 4.9**, menunjukan bahwa dengan variabel CPTAT 1 hingga CPTAT 6 mengalami peningkatan luas area *peak* pada gugus hidroksil. Luas area *peak* hidroksil untuk tiap membran disajikan pada **Tabel 4.23**. Terlihat bahwa luas area *peak* terbesar dimiliki oleh membran CPTAT 6 dengan luas area 1,25 cm² dengan peningkatan 209.69% jika dibandingkan dengan membran CPAT 3. Dari hasil ini dapat disimpulkan Penambahan TiO₂ hingga 1,5 gram dapat menambah hidrofilisitas membran.

IV.2.2.2 Analisa Water Content

Dilihat pada **Tabel 4.24** pengukuran *water content* menghasilkan nilai yang menunjukkan bahwa terjadi penurunan nilai *water content* pada variabel membran CPTAT 1 hingga CPTAT 6 jika dibandingkan dengan CPAT 3, hal ini dapat membuktikan bahwa penambahan TiO₂ dapat menurunkan nilai *water content*. Pada pengukuran water content terdapat penurunan di setiap penambahan TiO₂, seperti pada membran dengan pelarut *Acetone* – DMF, hal

ini bisa disebabkan oleh polimer membungkus kristal TiO₂ sehingga TiO₂ tak berfungsi dengan baik. (Damodar, 2009) Penambahan TiO₂ akan memperbesar water content jika persebaran partikel nya merata sehingga tidak ada fenomena *shielding* terjadi

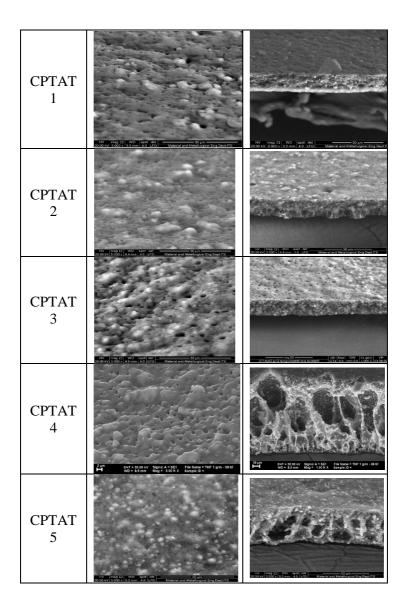
Tabel 4.24 Perhitungan Water Content Membran CPTAT

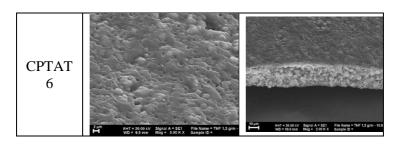
Sampel	Water Content (%)	Peningkatan terhadap CPAT 3 (%)
CPAT 3	177,10	
CPTAT 1	53,604	-69,34%
CPTAT 2	102,232	-43,28%
CPTAT 3	79,741	-53,64%
CPTAT 4	62,058	-65,25%
CPTAT 5	75,285	-57,11%
CPTAT 6	69,549	-60,73%

IV.2.2.3 Analisa Scanning Electron Microscopy (SEM)

Tabel 4.25 Hasil Analisa SEM Membran CA/PEG/TiO₂/*Acetone* THF (50:50)

Nama Sampel	Top Surface	Fracture surface
CPAT 3	EST = 10.00 N/ Super A - 201 File house = 8 - 17.01	H SCHOOL SQUARE, SAMELING





Pada **Tabel 4.25**, hasil analisa SEM menunjukkan bahwa untuk variabel dengan pelarut Acetone – THF dan penambahan TiO₂ menghasilkan 2 jenis membran yaitu asimetris dan simetris, hampir semua variabel penambahan TiO₂ menghasilkan struktur membran bertipe simetris yang memiliki ciri tidak memiliki pori *finger-like*. Sedangkan membran CPTAT 5 menghasilkan membran bertipe asimetris ditunjukkan dengan ukuran *finger-like* yang besar.

Tabel 4.26 Perhitungan Ukuran Pori Membran CPTAT

	Panjang		Diameter		Diameter top	
Commol	finger-like		sponge-like		surface	
Sampel	(micron)		(micron)		(micron)	
	Min	Max	Min	Max	Min	Max
CPAT 3	0,817	2,04	3,815	7,81	0,304	0,836
CPTAT 1	-	-	0,7	0,95	0,84	2,1
CPTAT 2	2,65	5	0,9	1,25	0,38	1
CPTAT 3	-	ı	0,925	1,3	1,38	1,98
CPTAT 4	-	ı	1`	1,63	1,81	1,99
CPTAT 5	11,2	20	0,8	3,2	0,19	1,3
CPTAT 6	-	-	0,73	1,2	1,36	1,93

Tabel 4.26 menunjukkan hasil perhitungan untuk variabel pelarut *Acetone* – DMF dengan penambahan TiO₂ terdiri 2 jenis membran yaitu asimetris dan simetris, dilihat

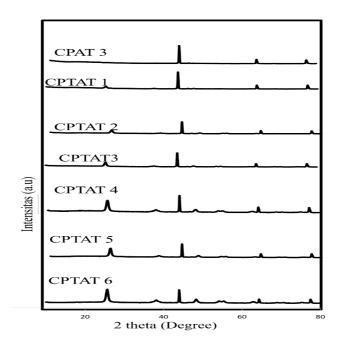
dari penambahan TiO₂ memngakibatkan efek yang berbeda tur berbeda, struktur membran bertipe terhadap 2 struk simetris memperbesar sponge-like sementara bertipe asimetris dapat menambah ukuran finger-like. Bentuk pori pada CPTAT berbagai variabel didominasi oleh bentuk asimetris hal ini bisa dikarenakan selain dengan nilai R_{HSP} yang kecil pada variabel THF, setiap penambahan massa TiO2 akan menambah viskositas dari campuran membran, viskositas yang besar dari campuran akan menambah rintangan pada proses pertukaran solvent air yang mengakibatkan delayed demixing time semakin besar (Gebru, 2014). Jika delayed demixing time terlalu besar perkembangan akan memicu struktur spongelike.(H.Strathmann, 1977).

Dilihat dari hasil SEM untuk semua variabel CPTAD dan CPTAT penambahan mulai dari 1 gram persebaran ukuran kristal tidak merata dan kristal mulai tidak terdispersi sempurna ke dalam membran, dibuktikan dengan ukuran pori yang tidak merata pada hasil SEM kusus nya pada penambahan 1 gram keatas.

Berdasarkan hasil analisa FTIR nilai hidrofilisitas pada variabel membran dengan penambahan TiO_2 memiliki kecenderungan menurun saat dibandingkan dengan membran tanpa TiO_2 , hal ini disebabkan polimer membungkus partikel TiO_2 pada bagian top surface sehingga TiO_2 tak bekerja secara efektif (damodar,2009)

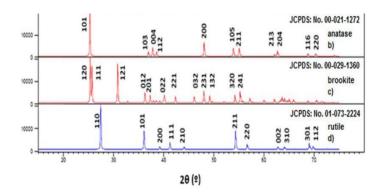
IV.2.2.4 Analisa X-ray Difraction (XRD)

Berdasarkan **Gambar 4.10** meskipun penambahan massa TiO_2 tidak meningkatkan intensitas dari ketiga jenis kristal TiO_2 secara konstan tetapi jika di total dari 3 intensitas kristal TiO_2 menunjukan peningkatan intensitas TiO_2 setiap penambahan jumlah massa TiO_2 , peningkatan hasil intensitas ini sebanding dengan peningkatan pengukuran luas FTIR gugus hidroksil.



Gambar 4.10 XRD *Pattern* Membran CA/PEG/TiO2/ *Acetone*: THF (50:50)

Pada **Gambar 4.11** tertera identifikasi *peak* untuk kristal TiO₂ urutan identifikasi dari derajat 0 hingga 80 adalah pada CPTAD 1 hingga CPTAD 3 memiliki persebaran *peak* sama yaitu Anatatase (101), brookite (221), rutile (002). Sementara untuk identifikasi CPTAT 3 hingga CPTAT 4 terdapat *Anatase* (112), *Anatase* (105), *Anatase* (200) dan *brookite* (241). Pada Variabel pelarut *acetone* dan THF ini juga mengalami *shift* yang menandakan interaksi polimer dan TiO₂. *Plane* adalah jenis orientasi kristal, dari hasil ini di dapatkan bahwa semakin bertambah nya TiO₂ lebih menambah kristal *anatase* walaupun dengan orientasi berbeda dilihat dari bertambah nya jenis *plane*



Gambar 4.11 XRD Pattern reference untuk TiO₂(JCPDS)

Tabel 4.27 Luas Area Peak Gugus Anatase

Sampel	Luas Peak Gugus Anatase (mm)
CPTAT 1	5,854
CPTAT 2	12,266
CPTAT 3	18,679
CPTAT 4	68,860
CPTAT 5	38,681
CPTAT 6	78,060

Dari **Tabel 4.27** Luas Area Peak Gugus *Anatase* dapat dilihat bahwa pada semua variabel CPTAT jumlah gugus *Anatase* dari ke 3 jenis kristal naik seiring dengan penambahan TiO₂, kecuali CPTAT 5. Hasil ini sejalan dengan luas gugus hidroksil (-OH) yang naik seiring dengan kenaikan massa TiO₂ dalam larutan.

IV.2.2.5 Analisa Water Flux

Tabel 4.28 Hasil Analisa Water Flux CPTAT

Sampel	Fluks Permeat (L/m².h)
CPTAT 1	54,9631432
CPTAT 2	28,8426872
CPTAT 3	30,1958009
CPTAT 4	118,895966
CPTAT 5	114,906169
CPTAT 6	272,500692

Berdasarkan hasil analisa pada Tabel 4.28 dapat dilihat terjadi penurunan pada CPAT 2 karena diameter top surface lebih kecil dari CPTAT 1. Kemudian Terjadi peningkatan fluks dari CPTAT 2 hingga CPTAT 4 karena terjadi peningkatan diameter top surface, peran diameter top surface berperan penting untuk proses awal feed masuk, peningkatan fluks antara CPTAT 2 dan CPTAT 3 sedikit karena walaupun terjadi peningkatan diameter top surface memiliki perbedaan struktur fracture surface yaitu CPTAT 2 memiliki struktur asymetric dan CPTAT 3 memiliki struktur symetric dengan pori sponge-like. Membran variabel tertinggi adalah CPTAT 6 karena meskipun memiliki pori sponge-like symetric, membran ini memiliki luas gugus hidroksil yan besar berdasar uji FTiR. Penambahan TiO₂ akan menambah hidrofilisitas membran namun tak mempengaruhi fluks membran karena fluks juga dipengaruhi struktur membran.

IV.2.2.5 Analisa Permeabilitas Membran

Tabel 4.28 Hasil Analisa Permeabilitas Membran CPTAT

No	Sampel	Permeabilitas (L/m2.h.bar)
1	CPTAT 1	17,504
2	CPTAT 2	9,186
3	CPTAT 3	9,616
4	CPTAT 4	37,865
5	CPTAT 5	36,594
6	CPTAT 6	86,784

Berdasarkan hasil analisa pada **Tabel 4.28**, diketahui bahwa penambahan TiO₂ hingga 1,5 gram dapat meningkatkan permeabilitas membran yang ditunjukkan oleh membran CPTAT 6 yang memiliki permeabilitas tertinggi yaitu 86,784 L/m2.h.bar. Nilai menunjukkan bahwa nilai permeabilitas membran yang sebanding dengan nilai *water flux*.

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

V.1 Kesimpulan

Berdasarkan percobaan yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

- Metode Mixing Solvent dapat meningkatkan hidrofilisitas membran CA/PEG/Acetone – DMF (50:50) dengan water content hingga 375,86% dan CA/PEG/Acetone – THF (50:50) dengan water content hingga 177,10%
- 2. Penambahan TiO₂ dapat meningkatkan hidrofilisitas membran CA/PEG dengan hasil terbaik dengan penambahan TiO₂ sebesar 0,25 gram pada memban CA/PEG/*Acetone* DMF (50:50) dengan *water content* 430,37%, sedangkan penambahan TiO₂ pada memban CA/PEG/*Acetone* THF (50:50) akan menurunkan nilai *water content* hingga 69,34%
- 3. Variabel terbaik untuk mixing solvent *Acetone*/DMF dengan *blending* TiO₂ adalah CPTAT 2 karena pada varabel ini memiliki *water content* tertinggi dan dari struktur berjenis asimetris dan memiliki interval diameter pori *top surface* dan diameter pori *sponge-like* terkecil.
- 4. Variabel terbaik jika ditinjau dari kinerja berupa hasil water flux adalah CPAD 3 dengan hasil fluks 305,7 L/m².h dan untuk penambahan TiO₂ variabel terbaik adalah CPTAT 6 dengan fluks 272,5 L/m².h

V.2 Saran

Berdasarkan percobaan yang telah dilakukan maka saran yang dapat diberikan sebagai berikut:

- 1. Perlu adanya penelitian lebih lanjut tentang metode *mixing solvent* untuk peningkatan karakterisasi membran
- 2. Perlu adanya penelitian lebih lanjut tentang pembuatan membran termodifikasi nanopartikel untuk memperbaiki

- ukuran pori hingga diperoleh membran ukuran Reverse Osmosis.
- 3. Perlu adanya penelitian lebih lanjut tentang penggunaan polimer dan nanopartikel untuk peningkatan karakterisasi membran.

.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahmad, Zaki Fuad. 2014. Pengaruh Penambahan Lateks pada Inti Bendungan terhadap Besarnya Debit Rembesan. Bandung: Universitas Pendidikan Indonesia
- Arthanareeswaran, G.; Thanikaivelan, P.; Srinivasn, K.; Mohan, D.; Rajendran, M. 2004. Synthesis, Characterization and Thermal Studies on Cellulose Acetate Membranes with Additive. European Polymer Journal. 40:2153-2159
- E. Bagheripour; A.R. Moghadassi; S.M. Hosseini. 2014. Novel nanofiltration membrane with low concentration of polyvinylchloride: Investigation of solvents mixing ratio effect (Dimethyl acetamide/Tetrahydrofuran). Arabian jurnal of chemistry.
- http://m.frontroll.com/news-23403-pbb-prediksi-2050-dunia-akan-alami-krisis-air-bersih.html (diakses pada tanggal 12 oktober 2017 16:11 WIB)
- H. Krik Joshton.; S. Sourirajan.1968. Viscosity temperature relationship for cellulose acetate aceton solutions, jurnal of applied polymer. 17: 3717 3726
- Jia Xu.; Jinren Lu.; Baotian Shan.; Congjie Gao. 2017. Enhanced performance of cellulose triacetate membranes using binary mixed additives for forward osmosis desalination. desalination. 520: 68-75
- Kibrom Alebel Gebru; Chandan Das. 2016. Effects of solubility parameter differences among PEG, PVP and CA on the preparation of ultrafiltration membranes: Impacts of solvents and additives on morphology, permeability and fouling performances. jurnal of membran science, acepted manuscript.
- Kim.; Kew Ho Lee.; Mu Shik Jhon Kew Ho Lee b.; Mu Shik Jhon a. 2016. the effect of co-solvent on fabrication of cellulose acetat membranes from solution in 1-ethyl-3-mthyl diazolium acetate.jurnal of membran science 520: 541-548

- Mulder, M.1996. Basic Principles of Membran Technology second edition.dotchreckt:Cuwer Academic Publisher
- Nurkhamidah, S.; Rahmawati, Y.; Taufany, F.; Pityah Alifiyanti; Krisna Dimas Priambodo. 2015. Synthesis of Polymeric Membrane for Desalination Process AIP Conference Proceeding.
- Nurkhamidah, S.; Rahmawati, Y.; Taufany, F.; Merta, I.M.P.A.; Putra, D.D.D. 2015. Synthesis of Polymeric Membrane for Desalination Process. Proceeding ISST Seminar
- Nurkhamidah, S.; Rahmawati,Y.; Taufany, F.; Merta,I.M.P.A.; Putra, D.D.D.; Woo, E.M. 2015. Effect of Silica Particle Size in Cellulose Membrane for Desalination Process. Conference Proceeding, 1699
- Saljoughi, Ehsan; Sadrza, Mohtada; Mohammadin, Toraj. 2008. Effect of Preparation Variables on Morphology and pure water permeation flux through asymmetric cellulose acetate membranes. Journal of Membrane Science. 326, 627 – 634
- Shafiq, M; Islam, A; Khan, M; Hussain, S.N.; Butt, Z; Jamil, T. 2016. Development and performance characteristics of silane crosslinked 2 poly(vinyl alcohol)/chitosan membranes for reverse osmosis. Journal of Industrial and Engineering Chemistry. JIEC 3231 1–9
- Singh Rajindar, 2014. Membrane Technology and Engineering for Water Purification: Application, Systems Design and Operation second edition.england:Butterworth-Heinemann.
- W. Albrecht; Th. Weigel, M. Schossig-Tiedemann; K. Kneifel; K.-V. Peinemann, D. Paul. 2001. Formation of hollow fiber membranes from poly(ether imide) at wet phase inversion using binary mixtures of solvents for the preparation of the dope, jurnal of membrane science 192: 217-231
- Yanan Yang.; Huixuan Zhang; Peng Wang.; Qingzhu Zheng.; Jun Li. 2007. The influence of nano-sized TiO2 fillers on the

- morphologies and properties of PSF UF membrane.desalination.jurnal of membrane science 288: 231-238
- Zhan, Ke; Yihao Wua; Jiongli Li; Bin Zhaoa; Ya Yana; Lechun Xied; Lianbo Wange; V. Ji f. 2017. *Investigation on surface layer characteristics of shot peened graphene reinforced Al composite by X-ray diffraction method.*Applied Surface Science 435 (2018) 1257–1264
- Zhu, Zhenya; Lei Wang; Yawei Xu; Qingqing Li; Jialiang Jiang; Xudong Wang. 2017. Preparation and characteristics of graphene oxide-blending PVDF nanohybrid membranes and their applications for hazardous dye adsorption and rejection. Journal of Colloid and Interface Science 504 (2017) 429–439

(halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR NOTASI

n = Mol (mol) m = Massa (gram) V = Volume (L) M = Molaritas

BM = Berat molekul (gram/mol)
J = Fluks permeat (L/m².h)
Q = Jumlah permeat (L)
A = Luas membran (m²)

t = Waktu (jam)

R = Rijeksi Garam (%)

Cp = Kadar garam pada permeat (ppm) Cf = Kadar garam pada *feed* (ppm)

Pm = Permeabilitas membran (L/m^2 .h.bar)

(Halaman Ini Sengaja Dikosongkan)

APPENDIKS A METODE ANALISA

A.1 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

- FTIR bertujuan untuk menentukan gugus fungsional pada membran. Gugus fungsional tersebut menyatakan hidrofilisitas dari suatu membran
- Metode Analisa:
 - 1. Menyiapkan membran dengan berbagai komposisi untuk diujikan pada alat FTIR
 - 2. Membuat grafik menggunakan *grapher 8* berdasarkan data yang diperoleh dari analisa FTIR. Sumbu X merupakan *wavenumbers* dan sumbu Y merupakan *%Transmitance*.
 - 3. Menentukan jenis gugus fungsional yang terdapat pada membran berdasarkan *wavenumbers* pada kisaran 500 hingga 4000 cm⁻¹. Lengkungan-lengkungan yang terbentuk menunjukkan karakteristik gugus fungsional seperti –OH dll.

A.2 X-Ray Difraction (XRD)

- XRD merupakan analisa yang digunakan untuk menentukan jenis kristal TiO2 yang terdapat pada membrane
- Metode analisa
 - 1. Menyiapkan membran dengan berbagai komposisi untuk diujikan pada alat XRD
 - 2. Membuat grafik menggunakan *grapher 8* berdasarkan data yang diperoleh dari analisa XRD. Sumbu X merupakan 2 theta dan sumbu Y merupakan intensitas
 - 3. Menentukan jenis Kristal yang terdapat pada membran dari *peak* yang terbentuk.

A.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

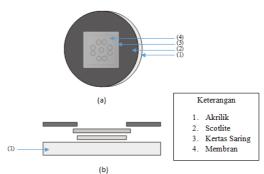
- SEM bertujuan untuk mengamati struktur morfologi dari permukaan dan patahan membran.
- Hasil yang diperoleh dari analisa SEM adalah gambar membran dengan beberapa perbesaran yang selanjutnya diamati ukuran dan jumlah pori. Ukuran pori membran yang diharapkan lebih kecil dibanding ukuran partikel garam sehingga membran dapat menahan partikel garam yang dilewatkan.
- Ukuran pori membran diukur dari gambar hasil analisa SEM menggunakan aplikasi *ImageJ*

A.3 Water Content

- Water Content bertujuan untuk menentukan hidrofilisitas membran.
- Metode Analisa:
 - 1. Menyiapkan membran dengan berbagai komposisi yang akan di analisa.
 - 2. Merendam membran di dalam aquadest selama 24 jam.
 - 3. Menghilangkan air yang ada di permukaan membran dengan menggunakan kertas saring
 - 4. Menimbang membran yang telah direndam *aquades* maka diperoleh berat membran basah.
 - 5. Mengeringkan membran dalam *oven* dengan kondisi operasi (T= 75°C) 48 jam.
 - 6. Menimbang membran yang telah di *oven* maka diperoleh berat membran kering.
 - 7. Selisih berat antara membran basah dan kering merupakan hasil dari analisa *water content*.

A.4 Analisa Desalinasi (Salt Rejection, Flux Permeate)

- Uji desalinasi bertujuan untuk menentukan *flux permeat* dan rijeksi garam.
- Garam yang digunakan merupakan garam sintesis dengan konsentrasi 5000 ppm
- Reaktor dioperasikan pada suhu ruang (T= 30°C) dan tekanan diatas tekanan osmotik garam yaitu 5 bar.
- Metode Analisa:
 - 1. Menyiapkan akrilik untuk uji fluks dan rijeksi dengan ketentuan diameter akrilik 1,5 cm dan tebal akrilik 1 cm.
 - 2. Memastikan agar semua peralatan yang akan digunakan seperti reactor dll telah bersih dari partikel garam.
 - 3. Menyiapkan membran dengan berbagai komposisi pada akrilik.
 - a) Memotong membran dan kertas saring sesuai ukuran penampang lubang pada membran (3x3 cm)
 - b) Merekatkan membran dan kertas saring pada akrilik dengan *scotlite*.



Gambar A.5.1 (a) Penampang akrilik vertikal,

(b)Penampang akrilik horizontal

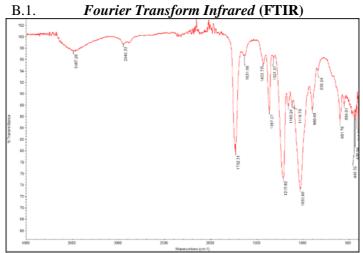
Gambar A.5.1 (a) Penampang akrilik vertikal, (b)Penampang akrilik horizonta

- 1. Memasukkan akrilik kedalam alat uji desalinasi.
- 2. Memastikan tidak ada kebocoran (dari tabung nitrogen menuju reactor)
 - a. Menutup *valve* pengukur tekanan
 - b. Membuka *valve* pengatur nitrogen
 - c. Membuka *valve* pengukur tekanan hingga 3.3 bar
 - d. Memastikan tidak ada udara keluar (dari pipa tabung nitrogen menuju reactor)
- 3. Merapatkan sambungan tangki penampang air garam.
- 4. Mengeluarkan gas nitrogen dengan membuka *valve* pengatur tekanan, *valve* input air garam dan *valve* tempat keluarnya udara.
- 5. Memasukkan air garam sintesis sebanyak 200 ml melalui *valve* input air garam.
- 6. Menutup *valve* pengatur tekanan dan membuka *valve* pengatur nitrogen.
- 7. Membuka *valve* pengatur tekanan hingga 3.3 bar dengan kondisi *valve* lainnya tertutup.
- 8. Menunggu permeat menetes
- 9. Menampung hasil permeat untuk dihitung *fluks* dan rijeksi garam.
- 10. Mencatat waktu dan mengukur fluks permeat serta rijeksi garam membran.
- 11. Hasil yang diperoleh adalah luas membran yang digunakan (A) cm² dan waktu (t) jam yang akan diolah untuk perhitungan fluks pemeat.

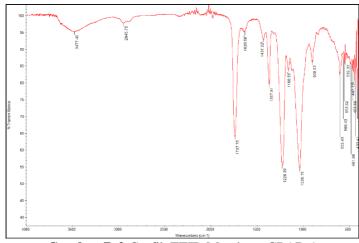
A.5 Analisa Permeabilitas Membran

- Analisa permeabilitas membran dilakukan untuk mengetahui tingkat pasif difusi molekul melalui membran, atau tingkat kemampuan membran dalam meloloskan air.
- Permeabilitas membran dihitung menggunakan data volume permeat, beda tekanan operasi dan tekanan osmotik (ΔP), serta luas membran.

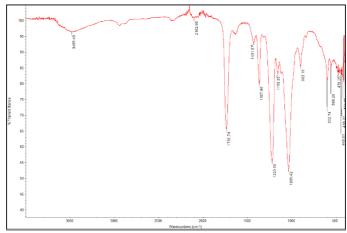
APPENDIKS B HASIL PERCOBAAN



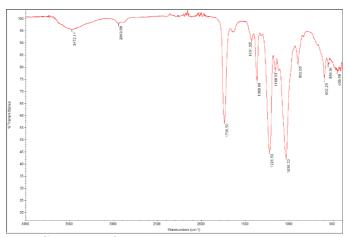
Gambar B.1 Grafik FTIR Membran CPA



Gambar B.2 Grafik FTIR Membran CPAD 1

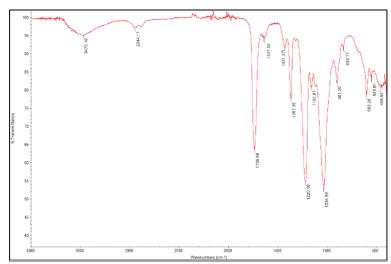


Gambar B.3 Grafik FTIR Membran CPAD 2

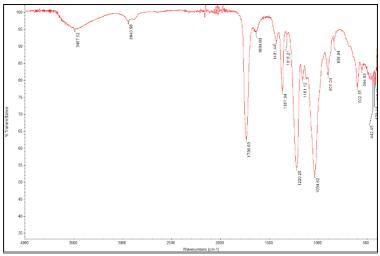


Gambar B.4 Grafik FTIR Membran CPAD 3

B-2

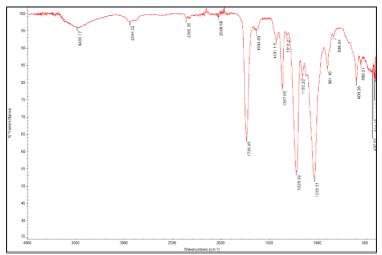


Gambar B.5 Grafik FTIR Membran CPAT 1

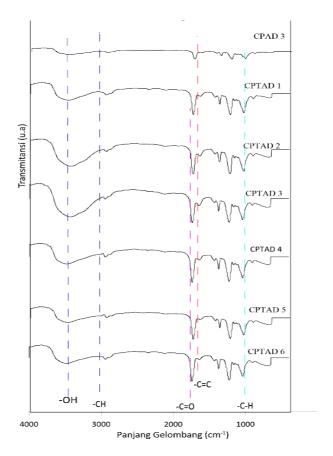


Gambar B.6 Grafik FTIR CPAT 2

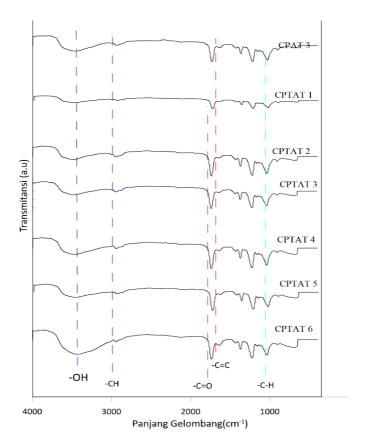
B-3



Gambar B.7 Grafik FTIR Membran CPAT 3



Gambar B.8 Grafik FTIR Membran CA/PEG/TiO₂/Acetone : DMF (50:50)



Gambar B.9 Grafik FTIR Membran CA/PEG/TiO₂/Acetone : THF (50:50)

B.2. Water Content

Tabel B.1 Hasil Analisa *Water Content* Membran CA/PEG/ *Acetone*: DMF

Commol	Berat Basah	Berat Kering	Water Content
Sampel	(gr)	(gr)	(%)
CPA	0,0275	0,0129	113,18%
CPAD 1	0,0323	0,0133	142,86%
CPAD 2	0,0484	0,0131	269,47%
CPAD 3	0,0552	0,0116	375,86%

Tabel B.2 Hasil Analisa *Water Content* Membran CA/PEG/ *Acetone*: THF

Commal	Berat Basah	Berat Kering	Water Content
Sampel	(gr)	(gr)	(%)
CPA	0,0275	0,0129	113,18%
CPAT 1	0,0128	0,0073	75,34%
CPAT 2	0,0255	0,0134	90,30%
CPAT 2	0,0363	0,0131	177,10%

Tabel B.3 Hasil Analisa *Water Content* Membran CA/PEG/TiO₂/*Acetone* : DMF (50 :50)

Sampel	Berat Basah	Berat Kering	Water Content
Samper	(gr)	(gr)	(%)
CPAD 3	0,0552	0,0116	375,860
CPTAD 1	0,0716	0,0135	430,370
CPTAD 2	0,0779	0,0171	355,556
CPTAD 3	0,0796	0,0175	354,857
CPTAD 4	0,0655	0,0178	267,978
CPTAD 5	0,0903	0,0233	287,554
CPTAD 6	0,0774	0,023	236,522

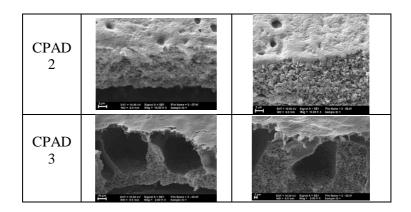
Tabel B.4 Hasil Analisa *Water Content* Membran CA/PEG/TiO₂/*Acetone* : THF (50 :50)

Sampel	Berat Basah	Berat Kering	Water Content
1	(gr)	(gr)	(%)
CPAT 3	0,0363	0,0131	177,10
CPTAT 1	0,0341	0,0222	53,604
CPTAT 2	0,0453	0,0224	102,232
CPTAT 3	0,0417	0,0232	79,741
CPTAT 4	0,0504	0,0311	62,068
CPTAT 5	0,0461	0,0263	75,295
CPTAT 6	0,0451	0,0266	69,559

B.3. Scanning Electron Microscopy (SEM)

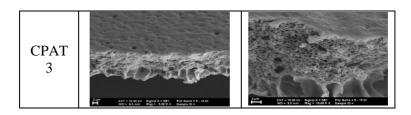
Tabel B.5 Hasil Analisa SEM Membran CA/PEG/Acetone : DMF

Nama Sampel	Fracture Surface	Zoom in
СРА	SASTONO DE LA CONTRACTION DE L	100 1 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2
CPAD 1		Official Day Significant Company Significant C



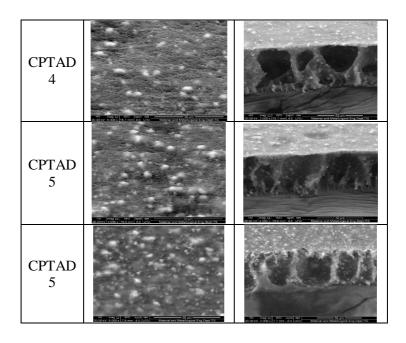
Tabel B.6 Hasil Analisa SEM Membran CA/PEG/Acetone: THF

Nama Sampel	Fracture Surface	Zoom in
СРА	DESCRIPTION STATES THE	21. ONLY 1000 MOUNTAIN SHAPEST 1 200
CPAT 1	Fill with a state of	ELT - VIDE AND DOUGH A THE STANDARD TO SHARE TO SHARE THE SHARE TO SHARE THE
CPAT 2	til to the state of the state o	AND SECTIONS SHOW ALSO, FRANCES - 110



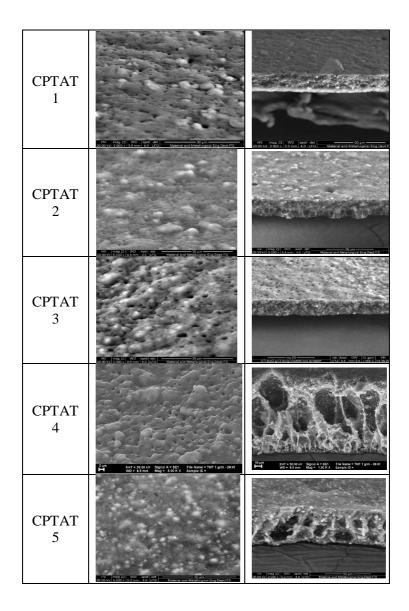
Tabel B.7 Hasil Analisa SEM Membran CA/PEG/TiO₂/Acetone : DMF (50:50)

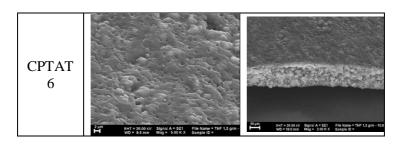
Nama Sampel	Top surface	Fracture Surface
CPAD 3		
CPTAD 1		
CPTAD 2		
CPTAD 3		



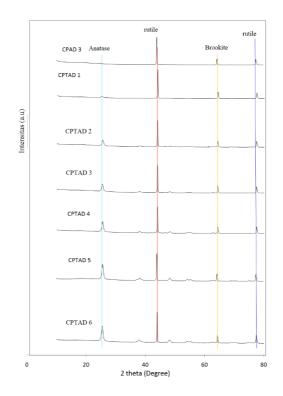
Tabel B.8 Hasil Analisa SEM Membran $CA/PEG/TiO_2/Acetone$ THF (50:50)

Nama Sampel	Top Surface	Fracture surface
CPAT 3	ETT = 100 V Sapar A = 50) Fee harms = 1-170 Sapar A = 50	And the street of the street o

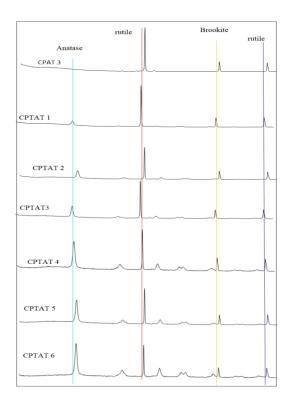




B.4. *X-Ray Diffraction* (XRD)



Gambar B.10 Kurva Analisa XRD Membran CA/PEG/TiO2/ *Acetone*: DMF (50:50)



Gambar B.11 Kurva Analisa XRD Membran CA/PEG/TiO2/ *Acetone :* THF (50:50)

B.5 Analisa Water Flux

Tabel B.9 Hasil Analisa Water Flux Membran CPAD

No	Sampel	Volume Permeat (L)	Waktu (h)	Fluks Permeat (L/m2.h)
1	CPA	0,039	0,275	12,044
2	CPAD 1	0,057	0,092	52,808
3	CPAD 2	0,005	1,000	0,425
4	CPAD 3	0,030	0,008	305,732

Tabel B.10 Hasil Analisa Water Flux Membran CPAT

No	Sampel	Volume Permeat (L)	Waktu (h)	Fluks Permeat (L/m2.h)
1	CPA	0,039	0,275	12,044
2	CPAT 1	0,040	0,054	62,714
3	CPAT 2	0,032	0,500	5,435
4	CPAT 3	0,026	0,008	264,968

Tabel B.11 Hasil Analisa Water Flux Membran CPTAD

No	Sampel	Volume Permeat (L)	Waktu (h)	Fluks Permeat (L/m2.h)
1	CPAD 3	0,030	0,008	305,732
2	CPTAD 1	0,012	0,500	2,038
3	CPTAD 2	0,005	0,500	0,849
4	CPTAD 3	0,038	0,250	12,909
5	CPTAD 4	0,020	0,617	2,754
6	CPTAD 5	0,022	0,500	3,737
7	CPTAD 6	0,034	0,500	5,775

Tabel B.12 Hasil Analisa Water Flux Membran CPTAT

No	Sampel	Volume Permeat (L)	Waktu (h)	Fluks Permeat (L/m2.h)
1	CPAT 3	0,026	0,008	264,968
2	CPTAT 1	0,080	0,124	54,963
3	CPTAT 2	0,040	0,118	28,843
4	CPTAT 3	0,040	0,113	30,196
5	CPTAT 4	0,070	0,050	118,896
6	CPTAT 5	0,112	0,083	114,906
7	CPTAT 6	0,082	0,026	272,501

B.6 Analisa Permeabilitas Membran

Tabel B.13 Hasil Analisa Permeabilitas Membran CPAD

No	Sampel	Flowrate (L/h)	Permeabilitas (L/m2.h.bar)
1	CPA	0,142	3,836
2	CPAD 1	0,622	16,818
3	CPAD 2	0,005	0,135
4	CPAD 3	3,600	97,367

Tabel B.14 Hasil Analisa Permeabilitas Membran CPAT

No	Sampel	Flowrate (L/h)	Permeabilitas (L/m2.h.bar)
1	CPA	0,142	3,836
2	CPAT 1	0,738	19,973
3	CPAT 2	0,064	1,731
4	CPAT 3	3,120	84,385

Tabel B.15 Hasil Analisa Permeabilitas Membran CPTAD

No	Sampel	Flowrate (L/h)	Permeabilitas (L/m2.h.bar)
1	CPAD 3	3,600	97,367
2	CPTAD 1	0,024	1,096
3	CPTAD 2	0,010	0,457
4	CPTAD 3	0,152	6,940
5	CPTAD 4	0,032	1,481
6	CPTAD 5	0,044	2,009
7	CPTAD 6	0,068	3,105

Tabel B.16 Hasil Analisa Permeabilitas Membran CPTAT

No	Sampel	Flowrate (L/h)	Permeabilitas (L/m2.h.bar)
1	CPAT 3	3,120	84,385
2	CPTAT 1	0,647	29,550
3	CPTAT 2	0,340	15,507
4	CPTAT 3	0,356	16,234
5	CPTAT 4	1,400	63,923
6	CPTAT 5	1,353	61,778
7	CPTAT 6	3,209	146,506

APPENDIKS C CARA PERHITUNGAN

C.1 Water Content

- Berikut didapatkan data untuk menghitung water content
 - Berat Kering = Y gram
 - Berat Basah = Z gram
- Berikut perhitungan water content

$$WC = \frac{Bb - Bk}{Bk} \times 100\%$$

$$WC = \frac{Z \ gram - Y \ gram}{Y \ gram} \ x \ 100\%$$

$$Wc = X \%$$

Contoh Perhitungan:

Membran CPAT 1

- Waktu Perendaman = 1 hari
- Berat Kering (Bk) = 0.0282 gram
 - Berat Basah (Bb) = 0.0828 gram

Penvelesaian:

- Water Content

$$WC = \left(0.0828 \ gram - 0.0282 \ \frac{gram}{0.0282}\right) x \ 100$$

$$WC = 193.61 \ \%$$

C.2 Perhitungan Fluks

- Dari analisa uji desalinasi membran CPAT1 diperoleh data diameter membran [cm] dan data dari analisa kadar garam adalah jumlah (volume) permeat [liter] dan waktu [jam]. Kemudian data diolah dengan cara berikut:

 - 1. Jumlah permeat (Q) = Q1 liter 2. Diameter area kontak = A1 cm = $A1 \times 10^{-2}$ m
 - 3. Waktu = t1 hour (h)

$$J = \frac{Q}{A \times t}$$

$$J = \frac{Q}{\binom{1}{4} \times \pi \times d^2} \times t}$$

$$J = \frac{Q1 [liter]}{\binom{1}{4} \times 3,14 \times A1 \times 10^{-2})[m^2] \times t1 [h]}$$

$$J = X \left[\frac{Liter}{m^2 \cdot h} \right]$$

Contoh perhitungan:

Membran CPAT 1

- Diameter area kontak (d) = 0.015 m
- Jumlah permeat (Q) = 40 ml
- Waktu (t) = 195 s = 0,054 hr

Penyelesaian:

- Fluks permeat (*J*)

$$J = \frac{Q}{A \times t}$$

$$J = \frac{40 \, ml \, x^{\ 1} \, l/_{1000 \, ml}}{\left(\frac{1}{4} \times \pi \times 0.015 \, m^{\ 2}\right) \times 0.054 \, h}$$

$$J = 62,7 \frac{liter}{m^2h}$$

C.3 Permeabilitas Membran

- Berikut didapatkan data untuk menghitung permeabilitas membran
 - Volume permeat (Q) = a L/h
 - \bullet P = b Bar
 - Luas Membran (A) = $c \text{ m}^2$
- Berikut perhitungan permeabilitas membran

$$J = Pm \ x \ (Pop - Pos)$$

$$Pm = \frac{J}{\Delta P}$$

$$Pm = \frac{Q}{A \ x \ \Delta P}$$

$$Pm = \frac{a \ L/h}{c \ m^2 x \ b \ Bar}$$

$$Pm = d \ L/m^2 h \ bar$$

Contoh Perhitungan:

Membran CPAT 1

- Flow permeat (Q) = $0.738 \text{ L/m}^2.\text{h}$
- ΔP = 3,14 Bar
- Luas Membran (A) = 0.011775 m^2

Penyelesaian:

- Permeablitas Membran

$$Pm = \frac{Q}{A \times \Delta P}$$

$$Pm = \frac{0.738 \ ^{L}/_{h}}{0.011775 \ m^{2} \ x \ 3.14 \ Bar}$$

$$Pm = 19,973 \ ^{L}/_{m^{2}.h.bar}$$

RIWAYAT PENULIS



Irham Hikmawan Ramadhan, lahir pada tanggal 21 Januari 1996 di Surabaya. Memulai Pendidikan formal di SDN Sidoklumpuk tahun 2002-2008, kemudian melaniutkan Pendidikan tingkat menengah di SMP Negeri 3 Sidoario tahun 2008-2011 dan melanjutkan Pendidikan di **SMA** Negeri 1 Sidoarjo tahun 2011-2014. Setelah lulus dari Pendidikan SMA pada tahun 2014, Penulis melanjutkan Pendidikan ke tingkat sarjana di Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya Fakultas Teknologi Industri

dan terdaftar dengan NRP. 022 11440000 121. Di Departemen Teknik Kimia Penulis mengambil tema riset di bidang proses pemisahan khususnya teknologi membran. Selama menempuh Pendidikan di Teknik Kimia ITS, Penulis juga aktif di berbagai organisasi kemahasiswaan seperti Himatekk ITS, LMJ, dan LDJ KINI Teknik Kimia selama 2 tahun. Selain itu selama kuliah ITS penulis pernah mendapatkan pengalaman kerja selama kerja praktek di PT Pertamina *Refinery Unit* III, Plaju, Palembang pada tahun 2017. Ucapan terimakasih dari Penulis atas terselesaikannya tugas Skripsi ini kepada dosen pembimbing, keluarga, serta kawan seperjuangan anggota Laboratorium Perpindahan Panas dan Massa dan seluruh pihak yang telah ikut mendukung Penulis yang tidak dapat disebutkan satu-persatu.

Hormat Saya Irham Hikmawan Ramadhan Ramadhan.irham21@gmail.com

RIWAYAT PENULIS



Yusril Eka Fahrizal, lahir pada tanggal 24 Agustus 1996 di Malang. Penulis merupakan mahasiswa S1 Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya. Penulis mempunyai antusiasme tinggi untuk mengembangkan diri dalam bidang proses pemisahan serta perpindahan panas dan massa. Penulis juga menimba pengalaman melalui kerja praktek di PT. Pupuk

Kaltim. Penuis yang menaruh minat lebih pada pengajaran dan penelitian ini memilih Laboratorium Perpindahan Panas dan Massa untuk melakukan penilitian tugas akhir dengan judul "SINTESA MEMBRAN CELLULOSE ACETATE / POLYETHYLENE GLYCOL (CA/PEG) DENGAN PENAMBAHAN TITANIUM DIOXIDE (TiO₂) UNTUK PROSES DESALINASI". Yang dapat dilaksanakan dengan baik berkat bimbingan dosen-dosen Laboratorium Perpindahan Panas dan Masa Teknik Kimia ITS. Untuk kepentingan korespondensi penulis dapat dihubungi pada alamat email ekayusril264@yahoo.co.id

,,