

Betty

PROCEEDING

Seminar Nasional Kimia III
Sabtu, 19 Agustus 2006
Auditorium Fakultas Teknologi Industri

**“Eksplorasi Sumber Daya Alam
untuk mendukung pengembangan potensi daerah
yang berwawasan lingkungan”**

EDITOR :

Prof. Dr. Narsito (Universitas Gadjah Mada)

Prof. Dr. Hardjono Sastrohamidjojo (Universitas Islam Indonesia)

Dr.rer.nat. Agus Taftazani, APU (Badan Tenaga Nuklir Nasional)

Rudy Syahputra, M.Si. (Universitas Islam Indonesia)

PENCIRIAN MEMBRAN SELULOSA ASETAT BERBAHAN DASAR SELULOSA BAKTERI DARI LIMBAH NANAS

Sri Mulijani*, Betty Marita Soebrata, Febri Rufian Pasla

Departemen Kimia Institut Pertanian Bogor
srimulijani@yahoo.com

Membrane filtration for food industries and waste recovery is a challenging application. The commercial membrane are relatively high cost. Therefore, there is a need to seek simple methods to provide low cost membranes. An alternative method to produce cellulose acetate (CA) membrane based by bacterial cellulose from pineapple waste was studied. Bacterial cellulose (BC) from pineapple waste formed by *Acetobacter xylinum* were mercerized in NaOH 1% (w/v). The dried BC powder were acetylated with acetic acid anhydride (1:5) (cellulose:anhydride) for 2 hours. CA membrane was made from dissolving 14% (w/v) CA in dichloromethane. The membrane was formed by casting a thin film dichloromethane-based solution of CA polymer. The CA membrane was characterized using a cross flow filtration testing unit. A cross-flow filtration testing unit was used for water flux and filtration of bovine serum albumin (BSA). This study produced CA with an acetyl content 42.99% (similar to substitution degree of 2.8 to 2.9), 34.06% moisture content, and 148.33% yield. The CA membrane has an optimum water flux at 7.5 psi, with average flux obtained at 123.97 L/m²hour. The CA membrane had average permeate flux of BSA at 114.22 L/m²hour and average BSA rejection of 44.98%. This membrane showed microfiltration function according to its characteristics.

Keywords : Cellulose acetate membrane, pineapple waste, bacterial cellulose,
Acetobacter xylinum

PENDAHULUAN

Limbah nanas yang dikenal sebagai nanas banyak dibuang setelah daging buah tersebut dikonsumsi. Satu buah nanas hanya dapat dikonsumsi sebanyak 53% saja, sedangkan sisanya dibuang sebagai limbah, sehingga limbah nanas makin lama makin menumpuk dan umumnya hanya dibuang ke tempat pembuangan sampah (Rulianah 2002). Berdasarkan hal tersebut maka terdapat peluang memanfaatkan limbah kulit nanas untuk diubah menjadi produk yang lebih bermanfaat. Salah satu caranya ialah membentuk selulosa dengan memanfaatkan limbah nanas menggunakan bantuan bakteri *Acetobacter xylinum*, seperti telah dilaporkan dalam beberapa penelitian (Susanto *et al.* 2000, Rulianah 2002). Salah satu hasil modifikasi selulosa secara kimia ialah asetilasi, yaitu substitusi atom hidrogen pada gugus-gugus hidroksil oleh asetil (Fengel & Wegener 1995). Pembentukan selulosa asetat dari selulosa bakteri telah banyak dilaporkan (Arifin 2004, Yulianawati 2002,

Safriani 2000). Penelitian penelitian di atas menggunakan media yang berbeda-beda untuk membentuk selulosa bakteri. Salah satu aplikasi selulosa asetat ialah sebagai bahan dasar untuk membuat membran, membran telah digunakan secara luas untuk industri pertanian, makanan, dan pengolahan limbah dengan proses penyaringan bakteri (Aprilia *et al.* 2003, Darwo 2003, Wanichapichart *et al.* 2002). Filtrasi menggunakan membran untuk industri makanan dan pengolahan limbah adalah suatu tantangan dalam aplikasinya. Walaupun biaya membran komersial pada saat ini jauh lebih murah dibandingkan 10 tahun yang lalu, tetap saja biaya ini relatif tinggi (Wanichapichart *et al.* 2002). Alasan ini menimbulkan sebuah tantangan untuk menerapkan teknologi membran yang dapat digunakan dalam industri. Membran yang dibuat untuk tujuan penelitian memiliki biaya yang masih tinggi, karena bahan-bahan yang diperlukan masih diimpor seperti bahan polimer. Oleh sebab itu, perlu dicari metode yang mudah dan berbiaya rendah untuk dapat membuat membran yang murah. Daya guna membran tersebut harus cukup diandalkan untuk skala lab terlebih dahulu.

Penelitian ini diharapkan dapat menentukan ciri membran selulosa asetat berbahan dasar selulosa bakteri dari limbah nanas menggunakan parameter fluks air dan indeks rejeksi, sehingga dapat menjadi acuan untuk penelitian-penelitian selanjutnya.

METODOLOGI

Bahan dan Alat

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini ialah limbah buah nanas dari pedagang rujak di depan kampus IPB Baranangsiang, cuka pekat teknis ($\pm 98\%$ [v/v]), kertas saring, bibit *nata* (Balai Besar Industri Agro), gula pasir, anhidrida asam asetat, asam asetat glasial (100%), aseton teknis ($\pm 95\%$), diklorometana, dimetilsulfoksida (DMSO), kristal NaOH, H₂SO₄ teknis (95-97%), (NH₄)₂SO₄, K₂Cr₂O₇ teknis, *bovine serum albumin* (BSA), dan air suling. Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini ialah penghancur National Mega & Philips, panci, pisau pemotong, neraca analitik, pengaduk listrik kecepatan tinggi versamix (Fisher), wadah fermentasi berukuran 30 x 20 x 4.5 cm³ merk Komet Star Plastics jenis Tripoly nomor 3, kelas koran, karet pengikat, pompa vakum, termometer, Pemanas listrik, oven, sentrifus Hermle Z300 (Labnet), botol bertutup ganda, alat-alat kaca, serta alat saring *cross-flow*.

Pembuatan Selulosa Bakteri dari Limbah Nanas (*Nata de Pina*)

Pembuatan *nata de pina* dilakukan dengan modifikasi prosedur Susanto *et al.* 2000. Limbah buah nanas dihancurkan menggunakan penghancur hingga didapatkan bubur limbah nanas, lalu bubur diperas menggunakan kain kasa sehingga didapatkan sarinya. Sari limbah nanas tersebut masih banyak mengandung endapan atau pengotor, sehingga untuk mendapatkan sari buah yang baik perlu disaring menggunakan kertas saring dengan bantuan pompa vakum menggunakan corong-Büchner.

Tahap selanjutnya sari nanas diencerkan menggunakan air dengan perbandingan sari nanas:air (1:4) dengan jumlah total larutan 600 ml, lalu larutan tersebut dididihkan. Setelah mendidih, ditambahkan gula pasir sebagai sumber karbon sebanyak 7.5 % (b/v) dan ditambahkan $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 0.5% (b/v). Larutan diaduk sampai terbentuk larutan yang homogen.

Larutan yang terbentuk diatur pHnya menjadi 4.5 dengan penambahan cuka pekat teknis, diukur dengan menggunakan kertas pH indikator. Larutan yang telah disesuaikan pHnya dimasukkan ke dalam tiap-tiap wadah fermentasi plastik kemudian ditutup dengan kertas koran yang telah dipanaskan menggunakan pemanas listrik dan diikat dengan karet pengikat. Keesokan harinya ditambahkan bibit *nata* sebanyak 10% (v/v) dan diinkubasikan selama 4-7 hari pada suhu kamar. Pada hari ke-7, jika tidak terkontaminasi, *nata de pina* siap dipanen dengan ketebalan 0.6-1 cm.

Penyiapan Contoh Kering Selulosa Bakteri

Penyiapan contoh kering ini dilakukan berdasarkan modifikasi prosedur Safriani (2000). Lembaran *nata de pina* selanjutnya dicuci dengan air, kemudian dipotong-potong dengan pisau, sehingga berbentuk lembaran kecil dengan ukuran 4×5 cm (p×l). Lembaran tersebut direbus mendidih selama 20 menit untuk menghilangkan bakteri yang tersisa atau menempel pada lembaran *nata*. Selanjutnya, direndam dalam larutan NaOH 1% pada suhu kamar selama 24 jam, kemudian dinetralkan dengan perendaman ke dalam cuka pekat teknis 1% selama 24 jam. Jumlah NaOH dan asam asetat yang digunakan sesuai dengan jumlah *nata de pina* yang akan dimumikan. Selama belum digunakan, lembaran *nata* kecil ini dapat disimpan dalam kantong plastik di lemari pendingin. Tahap selanjutnya lembaran *nata* dimasukkan ke dalam corong-Büchner untuk disaring-vakum guna menghilangkan air di dalam *nata*. Setelah disaring-vakum terbentuk lembaran tipis *nata*. Lembaran tipis ini dikeringkan dalam suhu kamar. *Nata de pina* kering selanjutnya dihancurkan dengan

menggunakan penghancur sampai berbentuk serbuk. Serbuk nata de pina kering yang dihasilkan diuji kadar air dan kadar selulosanya.

Sintesis Selulosa Asetat

Asetilasi contoh uji selulosa kering dilakukan dengan modifikasi prosedur Arifin (2004). Sebanyak 1.8 g contoh uji ditimbang teliti di dalam botol plastik bertutup-ganda. Ke dalam botol, ditambahkan 100 ml cuka pekat teknis, dan botol dikocok kuat selama 1 menit lalu ditaruh di dalam *shaker* selama 20 menit. Setelah 20 menit, contoh disaring- vakum dengan corong-Büchner, diperas sekuat-kuatnya, lalu perendaman dan penyaringan yang sama diulangi sekali lagi. Tahap selanjutnya contoh uji direndam dalam 50 ml asam asetat glasial pada botol yang sama. Setelah 3 jam, contoh kembali disaring-vakum dan diperas sekuat-kuatnya. Perendaman dalam asam bertujuan menarik air, karena tidak diharapkan adanya air pada contoh, yang akan mengganggu proses asetilasi. Contoh uji bebas air dikembalikan ke botol, lalu dimasukkan pereaksi-pereaksi asetilasi. Volume yang digunakan disesuaikan dengan bobot α -selulosa dalam contoh. Contoh uji α -selulosa yang digunakan sebanyak 1.8 g. Mula-mula dipipet 20.2 ml larutan asam asetat glasial-H₂SO₄ 95-97% (v/v) (100:1). Botol digoyang kuat selama 1 menit agar katalis H₂SO₄ terserap oleh contoh. Setelah itu, ditambahkan anhidrida asam asetat dengan pipet tetes sedikit demi sedikit sambil di aduk dengan batang pengaduk, hal ini dimaksudkan agar menjaga suhu reaksi tidak terlalu tinggi karena reaksi asetilasi yang terjadi bersifat eksoterm. Digunakan nisbah selulosa:anhidrida asam asetat (1:5), yang setara dengan volume anhidrida asam asetat sebanyak 9 ml. Selanjutnya, suspensi diaduk dengan batang pengaduk kaca sampai mengental, lalu dibiarkan selama 2 jam, terhitung dari dimulainya penambahan anhidrida asam asetat. Suspensi yang terbentuk berwarna merah muda kecoklatan dan kental, serta sulit terpisahkan. Asetilasi dihentikan dengan menambahkan 2.4 ml larutan asam asetat glasial-air suling (2:1). Suspensi dibiarkan selama 30 menit, dengan pengadukan pada beberapa menit pertama, lalu dipindahkan ke dalam tabung sentrifus plastik 50 ml. Waktu 30 menit dihitung dari saat menambahkan pereaksi untuk hidrolisis, sampai saat sentrifugasi dimulai. Sentrifugasi dilakukan pada kecepatan 4000 rpm selama 15 menit. Supernatan lalu didispersikan ke dalam 500 ml air suling (CA yang terbentuk seperti pita kertas putih) diaduk sekuat mungkin dengan pengaduk magnetik dalam gelas piala 1 L.

Serpihan CA yang diperoleh (berwarna putih) disaring-vakum dengan corong-Büchner, dicuci dengan NaHCO₃ 1N teknis sampai tidak terbentuk gelembung gas CO₂ lagi, lalu dicuci dengan air suling. Serpihan netral (pH 6.5-8.5) ini diperas, lalu dimasukkan ke dalam gelas piala 100 ml yang sebelumnya telah diketahui bobotnya lalu dikeringkan dalam oven dengan suhu (50±3)°C selama 24 jam, bila belum kering didiamkan kembali selama 24

jam sampai contoh CA yang didapat benar-benar kering. Produk CA yang dihasilkan selanjutnya dianalisis kadar air dan kadar asetilnya (Lampiran 3). Selanjutnya, Contoh CA yang didapat ditimbang teliti bobotnya, guna penentuan rendemen. Perhitungan besar rendemen sebagai berikut (ASTM 1991):

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{(1 - M_2)(W_3 - W_2)}{C(1 - M_1)W_1} \times 100 \% \quad (1)$$

dengan: W_1 = bobot contoh uji (gram)
 M_1 = kadar air contoh uji (%)
 C = kadar α -selulosa (%)
 W_2 = bobot gelas piala (gram)
 W_3 = bobot gelas piala + selulosa Asetat kering (gram), dan
 M_2 = kadar air selulosa asetat (%).

Pembentukan Membran Selulosa

Pembuatan membran melalui fasa inversi dengan cara pencelupan. Tahap pertama CA dilarutkan ke dalam pelarut organik diklorometana dengan Jumlah CA yang digunakan sebanyak 14% (b/v). Larutan polimer dituangkan ke atas penampang kaca (20×15 cm) lalu dicetak sebagai lapisan tipis dengan cara menekan lalu menarik larutan polimer tersebut, sampai diperoleh lapisan tipis. Lapisan tipis ini menempel pada kaca dan dibiarkan selama 15 menit. Kemudian, penampang kaca direndam di dalam air sampai lapisan tipis yang menempel terlepas dari penampang kaca. Selanjutnya, lapisan tipis tersebut dikeringkan lalu dibentuk dalam bentuk lingkaran berdiameter 5 cm.

Pencirian Membran

Sampel membran berbentuk lingkaran ditempatkan dalam modul alat saring *crossflow*. Modul tersebut dihubungkan dengan selang pengalir umpan, rentetat, permeal, serta selang pengatur tekanan. Kemudian umpan dialirkan lalu tekanannya diatur untuk mendapatkan hasil yang diinginkan. Variasi tekanan yang digunakan sebesar 2.5, 5.0, 7.5, dan 10.0 psi. Fluks masing-masing diukur dengan fungsi waktu sampai tercapai kondisi tunak. Fluks dinyatakan dengan persamaan sebagai berikut :

$$J = \frac{V}{A \cdot t} \quad (2)$$

dengan :

J : Fluks (L/m² jam)

V : Volume permeat (L)

A : Luas membran yang dilalui (m²)

T : Waktu (jam)

Rejeksi membran

Perolehan rejeksi pada membran dilakukan dengan menggunakan alat yang sama pada penentuan fluks membran, hanya untuk memperoleh nilai rejeksi membran parameter yang perlu diperhatikan dan dicatat ialah jumlah konsentrasi permeat dan umpan. Larutan BSA 200 ppm disiapkan untuk menjadi larutan umpan. Analisis untuk BSA dalam volume permeat menggunakan spektrofotometer (*spectronic 20*) pada panjang gelombang 520 nm yang sebelumnya telah dibuat kurva standar BSA. Persen rejeksi BSA dihitung dari perbandingan antara konsentrasi permeat (C_p) dan umpan (C_f), sebagai berikut (Baker 2004).

$$1 - \left(\frac{C_p}{C_f} \right) \times 100 \% \quad (3)$$

Diagram alir keseluruhan penelitian ini disajikan pada Lampiran 4.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Kadar α -selulosa dan Kadar Air

Nata de Pina kering Selulosa bakteri yang didapatkan dalam penelitian ini dimurnikan dengan cara melarutkan selulosa yang diperoleh dengan larutan NaOH 1% [larutan NaOH 1% telah di optimasi oleh Arifin (2004)] dan didapatkan kadar α -selulosa sebesar 88.72%. Hal ini menunjukkan bahwa selulosa yang diperoleh dalam penelitian ini cukup murni. Perendaman dalam NaOH 1% dapat menyebabkan pembengkakan pada struktur selulosa. Pembengkakan yang terjadi akan membuka serat-serat selulosa. Jika alkali ini dinetralkan dengan asam, maka akan mengurangi kristalinitas selulosa dan strukturnya membengkak. Proses ini dinamakan merserisasi (Munk 1989).

Struktur selulosa yang membengkak dapat meningkatkan aksesibilitas gugus -OH pada selulosa, sehingga proses penetrasi pereaksi ke bagian dalam selulosa menjadi lebih

mudah. Kadar air selulosa untuk memproduksi CA berkisar antara 4-7%, menurut Ullmann's Encyclopedia (1999). Kadar air mempengaruhi reaktivitas selulosa pada saat asetilasi. Serbuk kering selulosa *nata de pina* yang dihasilkan sebesar 7.65% (Lampiran 5a). Hal ini menunjukkan bahwa serbuk *nata de pina* cukup memenuhi syarat sebagai bahan baku pembuatan CA. Gugus -OH dalam air bersifat lebih reaktif jika dibandingkan dengan gugus -OH pada selulosa, sehingga kadar air yang tinggi pada selulosa akan mempercepat berlangsungnya proses hidrolisis daripada substitusi (Metshisuka & Isogai 1996). Kadar air yang didapatkan pada penelitian ini relatif lebih tinggi bila dibandingkan dengan penelitian yang serupa, seperti Yulianawati (2002) yang kadar air serbuk *nata de coco* yang diperoleh sebesar 4.89%.

Kadar air yang relatif tinggi ini disebabkan metode pengeringan yang digunakan berbeda. Pada penelitian tersebut proses pengeringan dilakukan menggunakan pemanasan sedangkan penelitian ini tidak menggunakan suhu atau pemanasan. Metode pengeringan tanpa pemanasan bertujuan untuk meningkatkan reaktivitas selulosa. Asetilasi mensyaratkan kondisi bebas-air untuk mencegah reversibilitas reaksi esterifikasi, untuk itu diperlukan pengeringan tanpa suhu tinggi. Deaktivasi akibat pengeringan disebut hornifikasi, dan menjadi penyebab rendahnya aksesibilitas selulosa yang dikeringkan di bawah sinar matahari dan di dalam oven (Arifin 2004).

Kadar Asetil, Kadar Air dan Rendemen Selulosa Asetat

Kadar asetil CA yang diperoleh dalam penelitian ini sebesar 42.99%, Kadar asetil CA komersial juga ditetapkan sebagai perbandingan yang kadar asetilnya sebesar 39.87%. Kadar asetil merupakan ukuran jumlah asam asetat yang diesterifikasi pada rantai selulosa yang akan menentukan nilai derajat substitusi. Faktor-faktor yang dapat mempengaruhi besarnya kadar asetil ialah metode pengeringan selulosa, konsentrasi NaOH pada tahap merserisasi, dan nisbah antara bobot selulosa dengan volume anhidrida asam asetat, faktor-faktor di atas telah di optimasi pada penelitian sebelumnya seperti oleh Arifin (2004) dan Yulianawati (2002). Faktor-faktor di atas yang digunakan pada penelitian ini merupakan hasil modifikasi penelitian-penelitian sebelumnya guna menghasilkan aksesibilitas gugus -OH yang tinggi. Nisbah antara bobot selulosa dengan volume anhidrida asam asetat yang digunakan pada penelitian ini sebesar 1:5, dengan volume anhidrida asam asetat sebanyak 4.5 ml. Volume pereaksi sebaiknya tidak digunakan terlalu banyak karena proses akan menjadi tidak ekonomis.

Selulosa contoh diusahakan mengandung kadar air yang rendah, karena kadar air dapat mempengaruhi jalannya reaksi esterifikasi. Gugus -OH pada air lebih mudah bereaksi dengan pereaksi anhidrida asam asetat dibandingkan dengan gugus -OH pada selulosa.

Aksesibilitas gugus -OH selulosa yang tinggi akan mempermudah pereaksi asetilasi masuk ke dalam serat-serat selulosa. Aksesibilitas yang tinggi dapat dilihat dari kadar asetil yang tinggi. Kadar asetil CA sebesar 42.99% setara dengan derajat substitusi 2.8 sampai 2.9. Derajat substitusi adalah jumlah rerata atom H pada gugus hidroksil, yang diubah menjadi gugus asetil, dalam setiap residu anhidroglukosa (Arifin 2004). Kadar air CA yang dihasilkan pada penelitian ini sebesar 34.06% sebagai perbandingan, ditetapkan juga kadar air pada CA komersial sebesar 11.51 %. Perbedaan kadar air kedua CA ini cukup signifikan, hal tersebut diduga disebabkan metode pengeringan CA yang dihasilkan belum sempurna. Lamanya proses pengeringan dan suhu yang digunakan diduga sebagai faktor utama. Suhu yang digunakan dan lamanya pengeringan pada penelitian ini masing-masing 50°C dan 24 jam. Selain kedua faktor tersebut, cara penyimpanan CA contoh juga diduga mempengaruhi besarnya kadar air.

Walaupun CA diketahui tidak bersifat higroskopis. Rendemen CA adalah perbandingan antara bobot selulosa asetat yang diperoleh dengan bobot selulosa sampel yang digunakan pada proses asetilasi. Besarnya rendemen CA yang diperoleh sebesar 148.33%. Rendemen yang besar ini disebabkan oleh lebih besarnya bobot CA yang diperoleh jika dibandingkan dengan bobot selulosa yang digunakan. Besarnya bobot CA yang diperoleh sebesar 3.32 gram sedangkan selulosa yang digunakan hanya 1.81 gram.

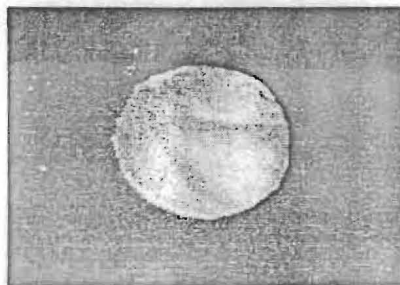
Kelarutan Selulosa Asetat

CA dapat larut dalam pelarut-pelarut organik. Faktor yang mempengaruhi kelarutan CA ialah derajat substitusinya, yang dapat dilihat dari besarnya kadar asetil. CA dengan kadar asetil sebesar 42.99% yang setara dengan derajat substitusi (DS) 2.8 sampai 2.9; larut dalam pelarut diklorometana. CA yang dihasilkan juga larut baik dalam pelarut dimetilsulfoksida (DMSO). Kelarutan yang baik ini dapat dilihat dari terbentuknya larutan yang homogen dalam kedua pelarut tersebut. Hasil ini juga menyimpulkan bahwa CA yang dihasilkan belum memenuhi syarat SNI, yaitu dapat larut dalam pelarut aseton. CA yang larut dalam diklorometana dapat diaplikasikan pada industri tekstil.

Konsentrasi CA yang digunakan pada saat pelarutan sebesar 14% (b/v). Angka ini diambil dari hasil optimasi yang telah ditakukan Yulianawati (2002). Kelarutan CA yang baik akan mempengaruhi proses pembuatan membran. Jika CA yang dilarutkan tidak homogen, proses pencetakan akan mengalami kesulitan. Larutan yang tidak homogen akan menyebabkan terperangkapnya gelembung-gelembung udara pada larutan cetak yang juga akan menyebabkan permukaan membran menjadi tidak rata (Darwati *et al.* 2002).

Membran Selulosa Asetat

Membran CA yang dihasilkan dibuat dengan menggunakan metode pembalikan fasa (*phase inversion*). Pada saat tahap pencetakan, larutan polimer dicetak dengan cara menarik larutan tersebut menggunakan gelas pengaduk. Metode ini diduga dapat menyebabkan ketebalan membran yang tidak rata pada tiap sisinya. Proses penguapan pelarut diklorometana dilakukan pada suhu ruang. Larutan CA yang telah dicetak, dibiarkan kering sampai terbentuk lembaran. Lembaran yang telah kering direndam di dalam air sampai membran terlepas dari kaca. Membran yang dihasilkan berwarna putih transparan seperti plastik terlihat pada Gambar 2.



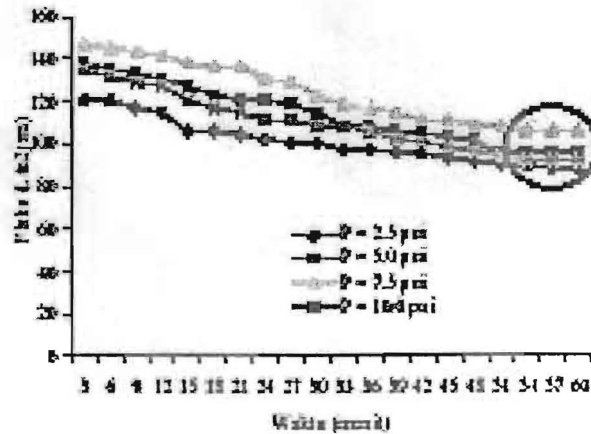
Gambar 2 Membran selulosa asetat contoh.

Nilai Fluks Air

Nilai fluks membran berbanding terbalik terhadap fungsi waktu. Semakin bertambahnya waktu, nilai fluks suatu membran cenderung turun. Penurunan berlangsung terus menerus hingga tercapai kondisi *steady state*. Fenomena tersebut dapat terjadi akibat adanya polarisasi konsentrasi pada larutan umpan yang dilewatkan pada membran atau terjadinya *fouling* pada permukaan membran. Pada fluks air murni dalam proses ultrafiltrasi atau mikrofiltrasi, penurunan nilai fluks biasanya kurang dari 5% (Mulder 1996).

Pengukuran fluks air akuades terhadap membran CA contoh pada variasi tekanan 2.5; 5.0; 7.5; dan 10.0 psi (Lampiran 8 dan Lampiran 9) dilakukan dengan melewati air akuades melalui alat saring *cross-flow*. Penyaringan ini menunjukkan fenomena yang sama, yaitu semakin lama waktu, nilai fluks semakin turun hingga tercapai nilai yang stabil atau tunak. Fenomena ini ditunjukkan pada Gambar 3. Menurut Mulder (1996) jika gaya dorong yang dikenakan terhadap membran konstan maka nilai fluks membran akan konstan setelah tercapai keadaan tetap. Nilai fluks akuades membran CA tersebut semakin turun dengan bertambahnya waktu sampai tercapai kondisi tunak (tanda lingkaran). Nilai rerata fluks pada tekanan 2.5; 5.0; 7.5; dan 10.0 psi masing-masing sebesar 101.02; 113.80; 123.97; dan 111.04 L/m²jam.

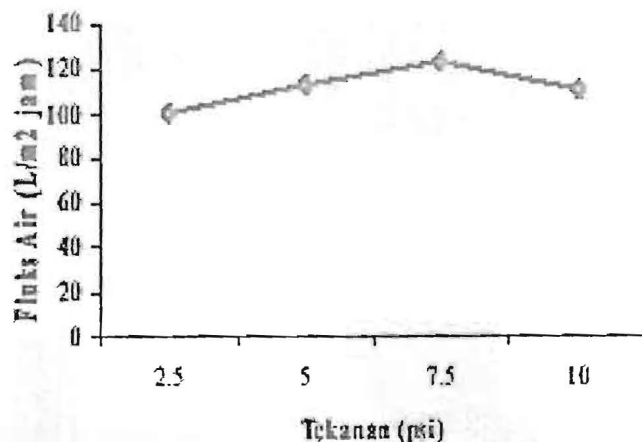
Dilihat dari nilai tersebut dapat dikatakan bahwa membran CA yang dihasilkan termasuk ke dalam kelompok mikrofiltrasi, hal ini sesuai dengan pernyataan Mulder 1996, bahwa membran mikrofiltrasi memiliki kisaran nilai fluks lebih dari 50 L/m² jam.



Gambar 3. Perbandingan antara fluks akuades membran selulosa asetat contoh dengan waktu pada berbagai tekanan.

Nilai fluks berbanding lurus dengan variasi tekanan, semakin tinggi tekanan nilai fluksnya bertambah, terlihat pada Gambar 4. Hal tersebut tidak terjadi pada nilai fluks di tekanan 10.0 psi. Hal ini diduga pada tekanan 10.0 psi telah terjadinya peristiwa kompaksi.

Kompaksi membran merupakan suatu perubahan mekanik pada struktur membran polimer yang terjadi dalam proses membran dengan gaya dorong .P, akibatnya semakin tinggi tekanan yang dikenakan maka kompaksi membran akan berlangsung lebih cepat (Mulder 1996). Hal ini berhubungan dengan jenis membran selulosa yang bersifat hidrofilik. Kemampuan membran CA dalam menyerap air (umpan) dapat mengubah struktur CA itu sendiri. Struktur CA menjadi lebih kompak dan selama proses berlangsung pori-pori membran merapat sehingga menghasilkan penurunan nilai fluks, bahkan setelah relaksasi (dengan cara menurunkan tekanan pada proses) nilai fluks tidak dapat kembali sebagaimana nilai awalnya karena gejala ini bersifat tidak balik.



Gambar 4. Hubungan antara fluks selulosa asetat contoh dengan perubahan variasi tekanan

Nilai Fluks dan Rejeksi BSA

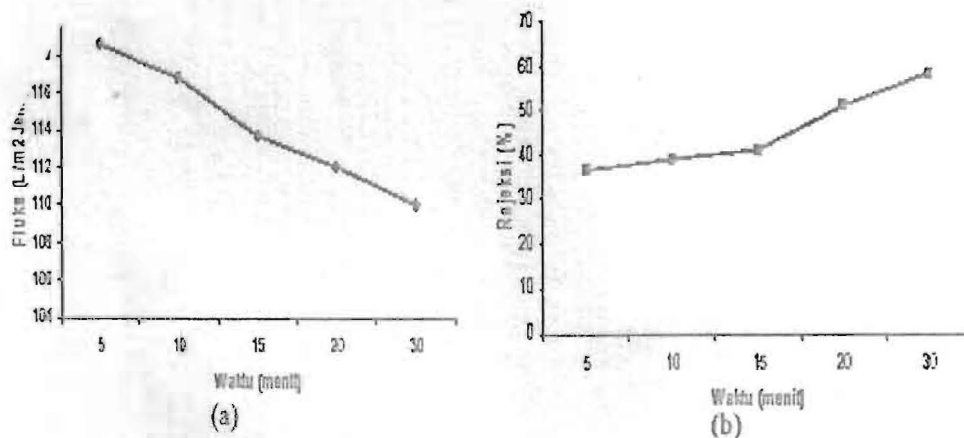
Salah satu indikator pencirian membrane adalah nilai rejeksi. Larutan umpan BSA disaring melalui alat saring *cross-flow*. Larutan umpan BSA memiliki konsentrasi sebesar 200 ppm. Pada tiap 5 menit, permeat BSA diukur nilai fluks dan nilai rejeksinya (%) dengan bantuan kurva standar BSA menggunakan *spectronic 20* pada panjang gelombang 520 nm (Lampiran 10). Nilai fluks dan rejeksi ditentukan pada tekanan 7.5 psi; hal ini dilakukan atas dasar optimasi nilai fluks air yang memiliki nilai fluks terbesar pada tekanan tersebut. Terlihat pada Tabel 5 perbedaan nilai fluks dan rejeksi tiap 5 menit. Nilai fluks semakin turun seiring bertambahnya waktu (Gambar 5a), sedangkan nilai rejeksi bertambah seiring bertambahnya waktu (Gambar 5b).

Perubahan nilai fluks dan rejeksi ini dapat disebabkan terjadinya proses *fouling* pada pori membran yang dapat menahan partikel terlarut di dalam umpan. Semakin lama waktu, semakin banyak partikel yang tertahan pada membran yang dapat menyebabkan penyumbatan pada pori membran. Nilai rerata fluks BSA dan rejeksi membran CA contoh dalam waktu 30 menit masing-masing sebesar 114.22 L/m²jam dan 44.98 %.

Tabel 5 Nilai fluks permeat BSA dan rejeksi (%) membran selulosa asetat contoh pada 7.5 psi

tem
ba'

aktu	Fluks (L/m ² .jam)	Rejeksi (%)
5	118.60	36.25
10	116.84	38.75
15	113.71	41.00
20	111.97	50.88
30	109.98	58.00



Gambar 5. Hubungan antara nilai fluks (a), nilai rejeksi (b) seiring bertambahnya waktu pada tekanan tetap 7.5 psi selama 30 menit.

Dari nilai rerata rejeksi membran dapat diambil kesimpulan membran ini belum cukup baik untuk memisahkan protein dalam kurun waktu yang ditentukan. Upaya untuk dapat menghasilkan membran yang baik, dapat dilakukan dengan menambahkan konsentrasi CA yang terlarut atau dengan mencampurkan bahan polimer yang diketahui dapat memperkecil pori membran. Hal ini sesuai dengan pernyataan Mulder (1996) yang menyatakan bahwa konsentrasi polimer pembentuk membran sangat mempengaruhi ciri membran yang terbentuk, semakin tinggi konsentrasi polimer pembentuknya maka membran yang dihasilkan akan semakin padat sehingga fluks membran akan semakin kecil (Mulder 1996). Selain konsentrasi CA, konsentrasi sampel yang digunakan juga dapat mempengaruhi nilai fluks dan rejeksi (Aprilia *et al.* 2003).

KESIMPULAN

CA yang diperoleh mempunyai kadar air sebesar 34.06% dan kadar asetil sebesar 42.99% serta rendemen sebesar 148.33%. Membran CA yang terbentuk memiliki fluks air yang optimal pada tekanan 7.5 psi sebesar 123.97 L/m² jam. Nilai rerata fluks dan rejeksi BSA selama 30 menit pada tekanan 7.5 psi masing-masing sebesar 114.22 L/m²jam dan 44.98 %. Dilihat dari nilai rerata fluks air, membran yang dihasilkan dapat dikategorikan sebagai membran mikrofiltrasi.

Produk CA yang diperoleh lebih besar dari kadar asetil 39-40%, dan kelarutannya tidak larut baik dalam aseton sebagaimana dipersyaratkan SNI (1991). Tetapi kadar asetil yang diperoleh sebesar 42.99% dapat diterapkan dalam industri tekstil.

Saran

Kadar air selulosa kering diharapkan memiliki nilai yang rendah untuk menghasilkan aksesibilitas -OH selulosa yang tinggi. Oleh karena itu, dibutuhkan metode pengeringan yang lebih baik tanpa pemanasan.

Proses pencetakan membran sebaiknya dilakukan ditempat yang bersih dan suhunya stabil, sehingga diperoleh membran yang tanpa pengotor dan dapat dilihat pengaruh suhu terhadap proses penguapan pelarut.

Konsentrasi CA dalam pembuatan membran sebaiknya dibuat variasi agar ditemukan konsentrasi yang optimal. Selain itu, penambahan zat polimer lain perlu dilakukan untuk mendapatkan membran yang mempunyai kemampuan memisahkan lebih baik.

Dalam pencirian membran menggunakan alat saring *cross-flow* sebaiknya sebelum dilakukan penyaringan membran dicuci terlebih dahulu, dengan cara mengalirkan air aquades selama 5-10 menit. Hal ini dilakukan untuk mengurangi pengotor yang dapat menyumbat pori membran.

Pencirian lain untuk menguji kemampuan membran selain fluks dan rejeksi sebaiknya dilakukan, seperti uji tarik dan ketahanan kimia. Pengukuran rejeksi sebaiknya dilanjutkan sampai membran dapat menahan zat tertentu minimal sebesar 90% (*molecular weight cut off*). Pencirian lain ini akan lebih menguatkan fakta bahwa membran yang diperoleh baik atau tidak.