

Jurnal Teknologi Industri Pertanian



ISSN 0216 - 3160

AKREDITASI : SK. DIRJEN DIKTI Nomor III/DIKTI/KEP/1998

Volume 13, Nomor 1. Hal. 1 - 43

Juli 2003

PRODUKSI DAN KARAKTERISASI MEMBRAN DARI SELULOSA ASETAT MIKROBIAL

Muhammad Romli, Suprihatin, dan Maya Sofia Rusfien 1

RANCANG BANGUN SISTEM INFORMASI BISNIS TANAMAN OBAT BERBASIS WEB

Rosidin, Marimin, dan Arif Imam Suroso 7

KAJIAN PENGARUH PELARUT PADA PEMBUATAN MEMBRAN MIKROFILTRASI (POROUS MEMBRANE) DARI KHITOSAN

Andes Ismayana, Suprihatin, dan Angga Yuhistira 19

STUDI PENGEMBANGAN AGROINDUSTRI MINYAK PALA (NUTMEG OIL) DI KABUPATEN BOGOR

Irawadi Jamaran, Yandra Arkeman, dan Agus Nugraha 25

KAJIAN PENGARUH SUHU DAN KECEPATAN PENGADUKAN PADA PROSES PRODUKSI SURFAKTAN DARI METIL ESTER MINYAK INTI SAWIT (PKO) DENGAN METODE SULFONASI

Erliza Hambali, Khaswar Syamsu, Ani Suryani, dan Mira Hapsari 35

PRODUKSI DAN KARAKTERISASI MEMBRAN DARI SELULOSA ASETAT MIKROBIAL

Muhammad Romli, Suprihatin, dan Maya Sofia Rusfien

Departemen Teknologi Industri Pertanian, Fakultas Teknologi Pertanian, IPB

ABSTRACT

Membrane filtration is a simple separation process with high efficiency. The most important limitation of the membrane process application is the high cost of the membrane, because the material is not yet manufactured in Indonesia. To benefit from the membrane process, experiments are needed to find out the best formula for membrane preparation. In these experiments, a natural polymer (microbial cellulose acetate) was used as raw material in the membrane preparation. The objective of this experiment was to produce and characterize membrane filtration from microbial cellulose at various operating conditions (solvent concentration, and ratio of polymer to solvent). Results have shown that a water flux of $35 \pm 2 \text{ L/m}^2 \text{ h}$ could be achieved with the membrane produced from 100% dichloromethane with a polymer-solvent ratio of 0.10. The water flux decreased with increasing the polymer-solvent ratio. Rejection level of the produced membrane for glucose, albumin, and starch were 10 ± 2 ; 32 ± 7 ; and 23 ± 1 percent, respectively. The achieved flux and the observed rejection levels are still low compared to commercial membranes, and therefore need for improvement.

Key words: microbial cellulose, microbial cellulose acetate, and membrane filtration

PENDAHULUAN

Latar Belakang

Proses dalam industri menghasilkan beragam komponen yang memerlukan pemisahan, pemurnian, atau peningkatan konsentrasi. Filtrasi membran belakangan ini dianggap sebagai suatu cara pemisahan yang efektif dan dapat menggantikan proses pemisahan konvensional, seperti distilasi, adsorpsi, ekstraksi, sedimentasi, dan sentrifugasi.

Menurut Scott dan Hughes (1996), membran adalah fasa **permisabel** atau semi permisabel yang biasanya berupa padatan polimer tipis yang dapat menahan pergerakan bahan tertentu. Kelebihan filtrasi membran adalah efisiensi separasi karena memiliki kecepatan separasi yang lebih baik dan sederhana dalam pengoperasiannya.

Penggunaan filtrasi membran belakangan ini mengalami perkembangan yang sangat pesat terutama dalam industri, industri kimia, bioteknologi, dan industri pengolahan air bersih dan air limbah. Dua bidang yang disebutkan terakhir ini merupakan pasar yang sedang berkembang pesat bagi filtrasi membran (Suprihatin, 1998).

Membran dapat dibuat dari berbagai macam bahan, baik bahan organik maupun anorganik. Salah satu bahan untuk membuat membran adalah selulosa asetat. Selulosa asetat merupakan ester organik selulosa yang selama ini dimanfaatkan untuk pembuatan serat, plastik, dan penyalut (coating). Kelebihan selulosa asetat sebagai bahan membran adalah tingkat ketahanan yang cukup baik, terutama terhadap umpan yang mengandung protein.

Sumber selulosa selama ini berasal dari kayu dan kapas, yang selama ini digunakan untuk industri tekstil. Selain dari kedua sumber tersebut, belakangan ini sedang dikembangkan selulosa dari mikroba terutama bakteri. Menurut Engelhardt (1995), selulosa mikroba merupakan selulosa hasil pertumbuhan ekstraseluler berbagai jenis bakteri, seperti *Acetobacter xylinum*, *A. pasteurians*, dan *Sarcina ventriculi* sehingga selulosa tersebut memiliki tingkat kemurnian tinggi.

Selama beberapa tahun terakhir ini telah dilakukan penelitian di skala laboratorium atau skala **pilot plant** untuk memproduksi selulosa mikroba, serta pemanfaatannya untuk produksi diafragma pengeras suara, bahan penyaring, produk perawatan luka, serat tekstil, bahan kertas, dan bahan makanan tradisional (White dan Brown, 1983).

Dalam aplikasinya, karakteristik membran yang dikehendaki adalah membran yang memiliki selektivitas dan permeabilitas (fluks) tinggi, stabil terhadap pengaruh fisik, kimia, dan biologis, dan biaya produksinya rendah. Karakteristik tersebut ditentukan oleh jenis bahan membran (polimer), formula dan kondisi proses pembuatan, sedangkan kinerja proses membran sangat ditentukan oleh interaksi antara membran dan medium yang dipisahkan (Weiss et al, 1993).

Tujuan

Tujuan penelitian ini adalah untuk memproduksi dan membran filtrasi dari selulosa asetat mikroba dan menentukan karakteristik membran filtrasi yang dihasilkan pada berbagai kondisi (konsentrasi pelarut, dan perbandingan selulosa

asetat mikrobial dan pelarut organik yang digunakan diklorometan).

METODOLOGI PENELITIAN

Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah nata de coco dari AP-4 Fateta IPB sebagai sumber selulosa mikrobial dan bahan kimia yang digunakan untuk pemurnian selulosa mikrobial, esterifikasi selulosa menjadi selulosa asetat, bahan kimia untuk memproduksi dan karakterisasi membran yang dihasilkan, dan bahan kimia untuk analisis kimia.

Alat yang digunakan untuk penelitian ini adalah alat-alat untuk proses pemurnian selulosa, proses pembuatan selulosa asetat, proses pembuatan dan karakterisasi membran, seperti kempa hidrolik, blender kering, neraca analitik, spektrofotometer, dan peralatan gelas untuk analisis kimia.

Metode Penelitian

Secara garis besar, penelitian ini terdiri dari tiga tahapan proses, yaitu (i) tahapan pemurnian selulosa mikrobial, (ii) pembuatan selulosa asetat, dan (iii) pembuatan dan karakterisasi membran dari selulosa asetat mikrobial.

Pemurnian Selulosa

Pada tahap ini nata de coco yang diperoleh dari AP-4 Fateta IPB ditumbang, dicuci dan direndam dalam larutan basa (NaOH 1%) selama 24 jam. Setelah itu, nata de coco kemudian dinetralkan dengan cara perendaman dalam asam asetat 1% selama 24 jam. Perendaman tersebut bertujuan untuk mendegradasi atau menghilangkan bahan non selulosa, sehingga nata de coco berwarna putih putih dan permukaannya licin (Safriani, 2000). Setelah itu, nata de coco dipress dengan kempa hidrolik dan dikeringkan. Pengeringan dilakukan dengan cara penjemuran. Nata de coco kering kemudian dihancurkan, kemudian dilakukan analisis untuk mengetahui kadar air, rendemen, dan kadar selulosa.

Pembuatan Selulosa Asetat

Pembuatan selulosa asetat dilakukan melalui 4 tahapan proses, yaitu praperlakuan, asetilasi, hidrolisis, dan pengendapan serta pemurnian. Praperlakuan dilakukan menggunakan asam asetat glasial, asetilasi dengan asam asetat anhidrid dengan pelarut asam asetat glasial berkatalis asam sulfat. Perbandingan bobot selulosa dengan asetat anhidrid adalah 1 : 4 (Safriani, 2001). Hidrolisis dilakukan

dengan menghentikan proses asetilasi dan dilanjutkan dengan pengendapan dan pemurnian selulosa.

Pembuatan Membran

Metode pembuatan membran dilakukan sejauh dengan modifikasi metode Minhas et al. (1986). Selulosa asetat dilarutkan ke dalam pelarut organik (diklorometan 95 atau 100%) yang komposisi sesuai dengan rancangan percobaan. Ke dalam larutan tersebut kemudian ditambahkan bahan aditif berupa magnesium perklorat.

Larutan kemudian dituang pada lempengan kaca, didiamkan sampai terlihat agak kering, selanjutnya direndam dalam air pada suhu 25°C selama 4 menit, dan dilanjutkan perendaman dalam air dengan suhu 50-60°C. Setelah itu, membran didiamkan pada suhu kamar. Membran yang dihasilkan dikarakterisasi dengan menganalisis fluks, resistensi dengan menganalisis fluks, resistensi dan tingkat rejeksinya.

Rancangan Percobaan

Rancangan percobaan yang digunakan adalah RAL (rancangan acak lengkap) dengan dua kali ulangan, sesuai model rancangan sebagai berikut (Sudjana, 1994):

$$Y_{ij} = \mu + D_i + S_j + DS_{ij} + \epsilon_{k(ij)}$$

Dengan :

Y_{ij} = Variabel respon yang dianalisis, pengamatan ke-k, pengaruh faktor D taraf ke-i, dan faktor S taraf ke-j

μ = Nilai rata-rata sebenarnya

D_i = Efek perlakuan konseptasi pelarut taraf ke-i ($i = 1, 2$)

S_j = Efek perlakuan nisbah bahan dan pelarut taraf ke-j ($j = 1, 2, 3$)

DS_{ij} = Efek interaksi faktor D taraf ke-i dan faktor S taraf ke-j

$\epsilon_{k(ij)}$ = Kekeliruan berupa efek acak yang berasal dari unit eksperimen ke-j karena dikenai perlakuan ke-i.

Pada penelitian ini dilakukan variasi pada konsentrasi pelarut organik (diklorometan/D), yaitu 95 dan 100 %. Perbandingan selulosa asetat mikrobial terhadap pelarut yang diteliti adalah 0,10; 0,12 dan 0,14.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Selulosa dan Selulosa Asetat Mikrobial

Warna nata de coco hasil perendaman dengan asam asetat tidak berubah dibandingkan dengan perendaman dengan NaOH yang dilakukan sebelum-

nya, namun nata de coco menjadi berbau asam. Bau asam tersebut dapat dihilangkan dengan perendaman dalam air.

Pengeringan nata de coco dilakukan di bawah sinar matahari. Warna hasil pengeringan adalah putih kekuningan. Pencoklatan (*browning*) terjadi bila pengeringan dilakukan pada oven atau *cabinet dryer* disebabkan protein dan gula yang masih terdapat pada nata de coco karena senyawa non-selulosa tersebut belum terdegrasi. Untuk mencegah terjadinya pencoklatan dapat dilakukan pencucian dengan air secara berulang-ulang. Hal ini juga dapat untuk menghilangkan sisa NaOH pada nata de coco. Hasil analisa nata de coco dan selulosa kering menunjukkan bahwa kadar air nata de coco basah adalah $97,8 \pm 0,1$ persen, setelah dikeringkan menjadi berkadar air $3,9 \pm 0,3$ persen, diperoleh selulosa kering hanya $0,59 \pm 0,01$ persen.

Hasil analisa kadar selulosa nata de coco menunjukkan bahwa kadar selulosa mencapai 82 % persen, lebih tinggi dibandingkan dengan kadar selulosa nata de soya hasil penelitian Safriani (2000), yaitu sebesar 75%. Kadar selulosa menunjukkan tingkat konversi bahan non-selulosa, semakin tinggi kadar selulosa semakin tinggi bahan-bahan non-selulosa yang dikonversi menjadi selulosa.

Kadar asetil selulosa asetat mikrobial yang dihasilkan mencapai rata-rata 53,3 %, sedikit lebih tinggi dibandingkan dengan kadar asetil selulosa asetat hasil penelitian Safriani (2001), yaitu 40,8 %. Dengan kadar asetil lebih besar dari 44,8%, maka selulosa asetat tersebut akan larut dalam pelarut diklorometan (Kirk dan Othmer. 1993).

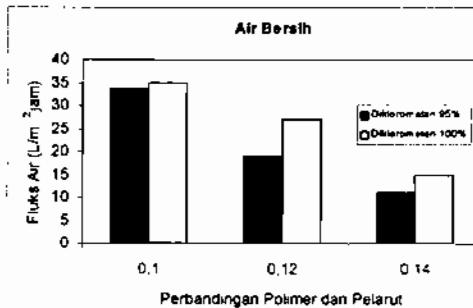
Dari penelitian ini diperoleh rendemen selulosa asetat sebesar $60 \pm 10\%$. Variasi yang besar ini terjadi akibat skala pembuatan selulosa asetat yang diterapkan pada penelitian ini sangat kecil. Safriani (2001) dalam penelitiannya dengan nata de soya memperoleh rendemen lebih besar, yaitu 79,7%. Perbedaan ini berkaitan dengan dengan tingkat asetilasi atau tingkat kemurnian selulosa asetat yang diperoleh.

Karakteristik Membran

Fluks

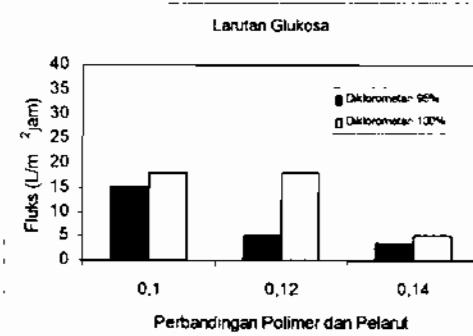
Fluks merupakan adalah debit permeat per satuan luas membran, dan dinyatakan dalam $\text{L/m}^2\text{jam}$. Parameter ini merupakan ukuran terpenting untuk menentukan ukuran kelayakan aplikasi membran filtrasi. Gambar 1 menunjukkan nilai rata-rata fluks air untuk membran yang dibuat dengan konsentrasi diklorometan 100 dan 95% pada berbagai perbandingan bahan terhadap pelarut. Pengujian membran dengan menggunakan medium air bersih (bebas partikel) bertujuan untuk mengukur unjuk kerja membran, jika pada membran tidak ada

lapisan penutup (*layer*) atau untuk menentukan efektivitas pencucian membran. Dari gambar tersebut terlihat bahwa fluks air tertinggi diperoleh dari membran dengan perbandingan bahan (polimer) terendah, baik dengan pelarut 100% maupun 95%. Fluks air sebesar $35 \pm 2 \text{ L/m}^2\text{jam}$ diperoleh dari membran yang dibuat dengan pelarut 100% dan perbandingan bahan terhadap pelarut 0.100.



Gambar 1. Fluks air untuk membran yang dibuat dengan konsentrasi diklorometan 100 dan 95% pada berbagai perbandingan bahan terhadap pelarut

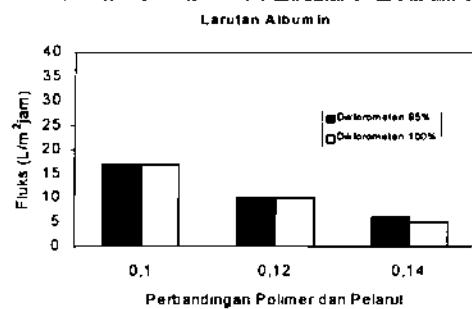
Selain air, juga dilakukan pengujian unjuk kerja membran dengan menggunakan umpan berupa larutan-larutan glukosa, albumin, dan pati, dengan konsentrasi masing-masing 200 ppm, 300 ppm, dan 2000 ppm. Ketiga bahan tersebut di atas memiliki bobot molekul yang berbeda, yaitu berturut-turut 198, 69.000, dan 17.920 g/mol. Nilai fluks untuk ketiga media uji tersebut disajikan pada Gambar 2, 3, dan 4.



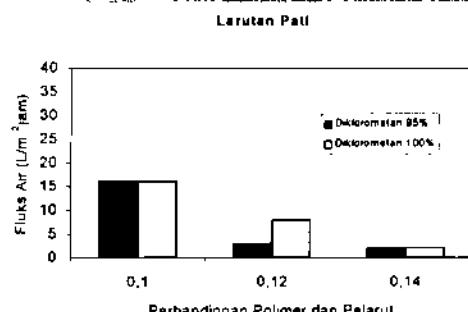
Gambar 2. Fluks berbagai jenis membran untuk penyaringan larutan glukosa

Secara umum, nilai fluks menurun dengan meningkatnya perbandingan bahan (polimer) terhadap pelarut. Nilai fluks tertinggi diperoleh pada pengujian dengan menggunakan larutan glukosa, karena bobot molekul glukosa lebih rendah

dibanding dengan bobot molekul albumin, maupun pati. Bobot molekul yang tinggi cenderung mendorong terbentuknya polarisasi konsentrasi pada permukaan membran, yang menurunkan nilai fluks permeat. Walaupun albumin memiliki bobot molekul terbesar, namun ternyata nilai fluks yang diperoleh ternyata lebih besar dibanding dengan nilai fluks pada pengujian dengan suspensi pati. Hal ini kemungkinan disebabkan oleh karena pati lebih cenderung membentuk adsorpsi atau *fouling* pada permukaan membran. *Fouling* merupakan gejala pengendapan irreversibel bahan pada permukaan atau kedalam pori-pori membran yang mengakibatkan menurunnya fluks. Penyumbatan pori-pori membran oleh molekul atau partikel dari umpan dapat menyebabkan perbedaan nilai fluks yang diamati, meskipun membran yang digunakan dibuat dari formula yang sama (Mulder, 1996).



Gambar 3. Fluks berbagai jenis membran untuk penyaringan larutan albumin



Gambar 4. Fluks berbagai jenis membran untuk penyaringan suspensi pati

Resistensi Membran

Resistensi membran merupakan suatu konsstanta yang nilainya, tidak tergantung pada komposisi umpan maupun kondisi operasi, tetapi hanya tergantung pada karakteristik membran. Semakin tinggi nilai resistensi membran terhadap permeat, semakin rendah nilai fluks yang diperoleh. Hubungan antara

fluks dan resistensi membran adalah (Scott dan Hughes, 1996):

$$J = \frac{\Delta p}{\eta R_m}$$

dimana :

J = fluks (m/s)

R_m = resistensi membran (m^{-1})

p = tekanan transmembran (Pa)

η = viskositas permeat (Pa.s)

Pada saat digunakan untuk menyaring larutan atau suspensi, akan terbentuk resistensi yang diakibatkan oleh lapisan (*layer/deposit*) bahan terlarut/tersuspensi dalam medium pada permukaan membran, sehingga resistensi filtrasi terdiri atas dua komponen, yaitu resistensi deposit (R_D) dan resistensi membran itu sendiri, sehingga persamaan tersebut di atas menjadi:

$$J = \frac{\Delta p}{\eta(R_m + R_D)}$$

Nilai resistensi membran (R_m) ditentukan melalui percobaan dengan menggunakan air bersih (bebas partikel), dan nilai resistensi filtrasi ($R_m + R_D$) ditentukan melalui percobaan dengan menggunakan medium uji berupa larutan atau suspensi. Dari kedua nilai tersebut kemudian dapat dihitung nilai resistensi deposit (R_D), yaitu perbedaan nilai resistensi filtrasi dan nilai resistensi membran. Nilai resistensi membran yang dibuat dari berbagai komposisi bahan disajikan pada Tabel 1. Nilai resistensi deposit, dan dengan demikian nilai resistensi filtrasi, meningkat dengan meningkatnya perbandingan bahan (polimer) terhadap pelarut (Tabel 1). Nilai resistensi tertinggi ($2 \times 10^{10} m^{-1}$) dimiliki oleh membran yang dibuat dengan pelarut 95% dan perbandingan bahan terhadap pelarut 0,14.

Tabel 1. Nilai resistensi membran (umpan air bersih) dan resistensi deposit untuk umpan larutan glukosa, albumin, dan pati ($10^{+10} m^{-1}$)

Umpan	Nisbah Bahan/pelarut	Konsentrasi Pelarut	
		95%	100%
Air Bersih	0,10	0,98	0,95
	0,12	1,7	1,2
	0,14	2,9	2
	0,10	1,2	0,9
Lart. Glukosa	0,12	5	0,6
	0,14	6,4	5
	0,10	2,1	1,05
Lart. Albumin	0,12	2,9	3
	0,14	10,3	12
	0,10	1,1	1,1
Lart. Pati	0,12	9	2
	0,14	14	12

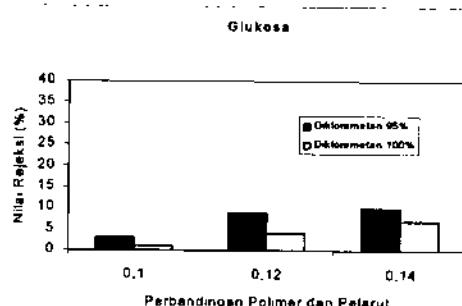
Rejeksi

Rejeksi adalah kemampuan membran untuk menahan komponen tertentu untuk tidak melewati pori-pori membran. Semakin kecil ukuran pori membran, semakin besar nilai rejeksi membran tersebut. Nilai rejeksi (R) umumnya dinyatakan dalam persen :

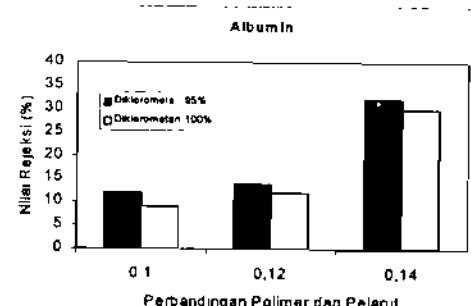
$$R = \frac{C_F - C_P}{C_F} \cdot 100\%$$

dengan C_F dan C_P masing-masing konsentrasi bahan terlarut dalam umpan dan dalam permeat.

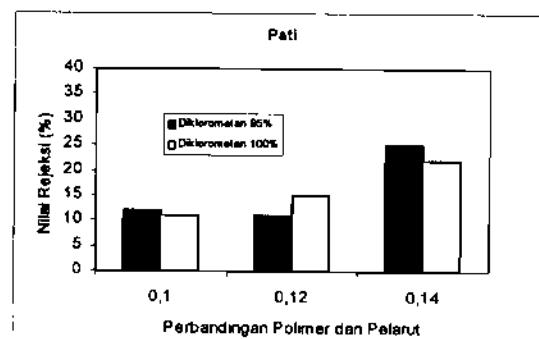
Hasil penelitian menunjukkan bahwa nilai rejeksi berbanding terbalik dengan nilai fluks. Semakin tinggi nilai fluks, semakin rendah nilai rejeksi-nya (Gambar 5, 6 dan 7). Nilai rejeksi tertinggi diperoleh dengan membran dari campuran bahan dan pelarut dengan perbandingan 0,14. Membran yang dihasilkan pada penelitian ini memiliki nilai rejeksi yang relatif rendah (sekitar 7 – 10 % untuk glukosa, 30 – 32 % untuk albumin, dan 22 – 25 % untuk pati). Nilai rejeksi ini masih terlalu kecil, dan memerlukan lebih lanjut untuk meningkatkan rejeksi membran terhadap komponen terlarut/tersuspensi, sekaligus meningkat-kan nilai fluks.



Gambar 5. Nilai rejeksi membran terhadap glukosa



Gambar 6. Nilai rejeksi membran terhadap albumin



Gambar 7. Nilai rejeksi membran terhadap pati

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Selulosa asetat dapat diturunkan dari selulosa mikrobial dengan rendemen sebesar 60 ± 10 persen. Pada penelitian ini diperoleh selulosa asetat dengan kadar asetil sebesar $53,3 \pm 0,3$ %, sehingga untuk pelarutannya dalam rangka pembuatan membran digunakan pelarut organik berupa diklorometan.

Nilai fluks air tertinggi sebesar 35 ± 2 $\text{l/m}^2\text{jam}$ diperoleh dengan membran yang dibuat dengan pelarut 100 % dengan nisbah bahan dan pelarut 0,10. Nilai fluks air munurun dengan meningkatnya nisbah polimer dan pelarut.

Nilai resistensi yang tinggi menyebabkan meningkatnya tingkat rejeksi membran terhadap komponen terlarut. Nilai resistensi tertinggi, dan nilai rejeksi tertinggi diperoleh dengan membran yang dibuat dengan pelarut diklorometan 95% dengan nisbah polimer terhadap pelarut sebesar 0,14. Semakin meningkat nisbah bahan dan pelarut maka semakin meningkat pula nilai rejeksinya. Nilai rejeksi rata-rata tertinggi untuk umpan glukosa, albumin dan pati berturut-turut adalah 10 ± 2 ; 32 ± 7 ; dan 25 ± 1 persen. Nilai ini masih kecil dibanding dengan membran komersial dan oleh karena itu memerlukan penelitian lebih lanjut untuk meningkatkannya.

Saran

Perlu dilakukan optimasi perlakuan konsentrasi pelarut diklorometan dengan nisbah bahan pelarut. Selain itu, perlu dicoba produksi membran dengan menggunakan polimer lain, seperti polisulfon, selulosa nitrat dan pelarutan lain, seperti aseton ataupun kombinasi pelarut, untuk mendapatkan membran yang lebih stabil dengan nilai fluks dan rejeksi yang tinggi.

DAFTAR PUSTAKA

- Engeldhart, J. 1995 Sauroe, Industrial Derivatives and Commercial Application of Cellulose. *Journal Carbohydrate in Europe*. 12:5-13.
- Figini, M. 1982. Cellulose and other Natural Polymer System. Plenum, New York.
- Minhas, B. S., T. Mitsura, dan S. Sourijan. 1986. canadian Patents and Development Ltd. Ottawa, Canada
- Kirk, R. E. dan D. F. Othmer. 1993. Encyclopedia of Chemical Techonology. Vol 3. Interscience Encyclopedia, New York
- Mulder, M. 1996. Basic Principles of Membrane technology. Kluver Academic Publisher. Dordrecht, the Netherlands.
- Scott, K. dan R. Hughes. 1996. Industrial Membrane Separation Technology. Blackie Academic and Professionals, London
- Safriani. 2000. Produksi Polimer Selulosa Asetat dari Nata de Soya. Thesis. PS Teknologi Industri Pertanian IPB
- Sudjana. 1996. Desain eksperimen. Penerbit Trasito, Bandung
- Suprihatin, Scories, G., Geissen, S dan Vogelpohl, A. 1998. A low energy membrane process for biomass separation – a new possibility for waste water treatment. *Recycling and reuse. Conference Proceedings* Vol. 1, 2nd International Conference, Fiera Milan, 14 – 16 September 1998, p. 479-484
- White, d. G. dan R. M. Brown. 1983. Prospectsfor the Concentration of the Biosynthesis of Microbial Cellulose. *Wood, Chemistry. Utrastucture Reaction*, Munich
- Weiss, S., Militzer, K.-E. dan Gramlich, K. 1993. *Thermische Verfahrenstechnik*. Deutsche Verlag fuer Grundstoffindustrie, Stuttgart