



LAPORAN HIBAH PENELITIAN
PROYEK DUE-Like Batch III



U 7
12
1

UPAYA PEMANFAATAN LIMBAH KULIT RAJUNGAN
(*Portunus pelagicus*) SEBAGAI MEMBRAN KITOSAN
CROSSLINKED FORMALDEHID

Oleh
Drs. Tokok Adiarto, M.Si.
Drs. Handoko Darmokoesoemo, M.Sc.
Drs. A. Budi Prasetyo, MT.

007607191

PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS AIRLANGGA
SURABAYA
NOVEMBER, 2004

MILIK
PERPUSTAKAAN
UNIVERSITAS AIRLANGGA
SURABAYA

LEMBARAN IDENTITAS DAN PENGESAHAN
LAPORAN KEMAJUAN HASIL PENELITIAN PROYEK DUE-LIKE

A. Judul Upaya Pemanfaatan Limbah Kulit Rajungan (*Portunus pelagicus*)
 Sebagai Membran Kitosan *Crosslinked* Formaldehid.

B. Ketua Peneliti

a. Nama : Drs. Tokok Adiarto, M.Si
 Jenis kelamin : Laki-laki
 Pangkat/Golongan /NIP : Lektor /III D/131 878 368
 Bidang Keahlian : Teknologi Membran
 Fakultas/Jurusan : MIPA/Kimia
 Universitas : Airlangga

C. Tim Peneliti

a. Peneliti I

Nama : Drs. Handoko D.K. M.Sc
 Bidang Keahlian : Kimia Fisika
 Fakultas/Jurusan : MIPA/Kimia
 Tugas Dalam Tim : Isolasi Kitin Dan Pembuatan Kitosan

b. Peneliti II

Nama : Drs. A. Hudi Prasetyo, M.T
 Bidang Keahlian : Lingkungan
 Fakultas/Jurusan : MIPA/Kimia
 Tugas Dalam Tim : Isolasi Kitin Dan Pembuatan Kitosan

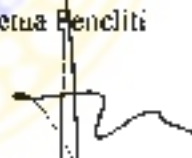
D. Pendalaman Dan Jangka Waktu Penelitian

a. Jangka waktu penelitian : 6 (enam) bulan
 b. Jumlah Anggaran : Rp. 30.000.000.-

Surabaya, 8 November 2004

Mengetahui,
 Kepala MIPA

 Prof. Burhan, M.Sc.
 NIP. 131 286 709

Ketua Peneliti

 Drs. Tokok Adiarto, M.Si.
 NIP. 131 482 688

Menyetujui,
 Direktur Eksekutif Due-Like

 Dra. Puji Lili Fahlandane, Ph.D.
 NIP. 131 801 627

**UPAYA PEMANFAATAN LIMBAH KULIT RAJUNGAN
(*Portunus pelagicus*)
SEBAGAI MEMBRAN KITOSAN *CROSSLINKED* FORMALDEHID**

(Tokok Adiarto, Handoko D.K., A. Budi Prasetyo)
Jurusan Kimia FMIPA Universitas Airlangga

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian dalam upaya pemanfaatan limbah kulit rajungan sebagai membran kitosan *crosslinked* formaldehid. Isolasi kitin dilakukan dengan proses deproteinasi, demineralisasi, depigmentasi. Transformasi kitin menjadi kitosan dilakukan dengan proses deasetilasi. Penentuan derajat deasetilasi dilakukan dengan FTIR. Dipelajari hubungan konsentrasi NaOH, temperatur dan lama proses terhadap derajat deasetilasi. Sintesis membran dilakukan dengan teknik inversi fasa *Crosslinked* dilakukan terhadap membran kitosan untuk mendapatkan ukuran pori yang lebih kecil.

Diperoleh hasil bahwa peningkatan derajat deasetilasi dapat meningkatkan sifat mekanik membran. Besarnya derajat deasetilasi sendiri dipengaruhi faktor-faktor yaitu: konsentrasi NaOH, suhu dan lama proses. Derajat deasetilasi tertinggi diperoleh 72,28% pada konsentrasi NaOH 40%, suhu 80°C dan waktu 5 jam. *Crosslinked* formaldehid meningkatkan *tensile strength* dari 27,06 MPa menjadi 69,6 MPa, juga ukuran pori menjadi lebih kecil seperti ditunjukkan dari hasil SEM. Rejeksi COD tertinggi 83,95% pada komposisi membran 3,5 gr kitosan, pelarut 80 ml, suhu pengeringan 80°C dan fluks 59,66 Lm⁻². Rejeksi terhadap kekeruhan 47,95%.

Berdasarkan data-data tersebut maka membran kitosan *crosslinked* formaldehid memenuhi syarat untuk digunakan sebagai membran mikrofiltrasi.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kami haturkan kehadiran Tuhan Allah, bahwa hanya dengan pimpinannya sajalah penelitian ini dapat diselesaikan dengan baik dan lancar.

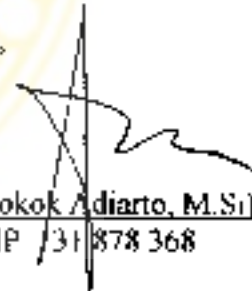
Ucapan terima kasih juga saya sampaikan kepada :

1. Ditjen Dikti yang telah mempercayakan penggunaan dana DUE-Like Batch III kepada jurusan Kimia FMIPA Unair, sehingga pengembangan jurusan yang sesuai dengan Restra Unair, mengalami akselerasi peningkatan kualitas dan kuantitas Tri Dharma Perguruan Tinggi.
2. Direktur Eksekutif Due-Like Unair dan sekaligus sebagai Ketua Jurusan Kimia FMIPA unair, yang telah mengalokasikan dana untuk riset ini.
3. Semua pihak yang telah mendukung kelancaran penelitian ini

Semoga karya ilmiah ini dapat menambah khasanah perbendaharaan ilmu pada umumnya dan pengembangan teknologi membran pada khususnya.

Surabaya, 8 November 2004

Peneliti,



(Drs. Tokok Adiarto, M.Si)
NIP 131878368

DAFTAR ISI

Lembar Identitas	ii
Abstrak.....	iii
Kata Pengantar.....	iv
Daftar Isi.....	v
Daftar Tabel.....	vi
Daftar Gambar.....	viii
BAB I PENDAHULUAN..	1
BAB II TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN	3
2.1 Tujuan Penelitian	3
2.2 Manfaat Penelitian	3
BAB III TINJAUAN PUSTAKA.....	4
3.1 Kitin Dan Sifat-Sifatnya.....	4
3.2 Sumber-Sumber Kitin.....	5
3.3 Kitosan.....	6
3.4 Rajungan (<i>Portunus pelagicus</i>).....	6
3.5 Membran kitosan.....	8
3.6 Membran <i>Crosslinked</i>	8
3.7 Pembuatan Membran Sintetik.....	9
BAB IV METODE PENELITIAN.....	12
4.1 Sampel.....	12
4.2 Tempat Penelitian	12
4.3 Bahan Dan Alat	12
4.4 Diagram Alir Penelitian.....	13
4.5 Prosedur Penelitian	15
BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN.....	18
5.1 Isolasi Kitin.....	19
5.2 Transformasi Kitin Menjadi Kitosan.....	17
5.3 Ketebalan Membran Kitosan.....	21
5.4 <i>Tensile Strength</i>	25
5.5 <i>Strain</i>	29
5.6 Modulus Young.....	33
5.7 Pengamatan Scanning Electron Microscope (SEM).....	37
5.8 Aplikasi Membran.....	41
5.8.1 Membran <i>non crosslinked</i> formaldehid.....	41
5.8.2 Membran <i>crosslinked</i> formaldehid.....	45
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN	48
6.1 Kesimpulan.....	48
6.2 Saran	48
DAFTAR PUSTAKA	
LAMPIRAN	

DAFTAR TABEL

Tabel 3.1.	Komposisi Kulit Rajungan	7
Tabel 5.1	Pengaruh Konsentrasi NaOH terhadap Derajat Deasetilasi.....	19
Tabel 5.2	Pengaruh Suhu terhadap Derajat Deasetilasi	20
Tabel 5.3	Pengaruh Waktu Pemanasan terhadap Derajat Deasetilasi	20
Tabel 5.4	Pengaruh Waktu Pemanasan dan Konsentrasi NaOH terhadap Ketebalan membran Kitosan <i>Non Crosslinked</i> ..	21
Tabel 5.5	Pengaruh Waktu Pemanasan dan Konsentrasi NaOH terhadap Ketebalan Membran Kitosan <i>Crosslinked</i>	22
Tabel 5.6	Pengaruh Suhu Dan Waktu Deasetilasi terhadap Ketebalan Membran Kitosan <i>Non Crosslinked</i>	24
Tabel 5.7	Pengaruh Suhu Dan Waktu Deasetilasi terhadap Ketebalan Membran Kitosan <i>Crosslinked</i>	24
Tabel 5.8	Pengaruh Konsentrasi NaOH dan Waktu Pemanasan terhadap <i>Tensile Strength</i> Membran Kitosan <i>Non Crosslinked</i>	25
Tabel 5.9	Pengaruh Konsentrasi NaOH dan Waktu Pemanasan terhadap <i>Tensile Strength</i> Membran Kitosan <i>Crosslinked</i>	26
Tabel 5.10	Pengaruh Suhu Dan Waktu Deasetilasi terhadap <i>Tensile Strength</i> Membran Kitosan <i>Non Crosslinked</i>	27
Tabel 5.11	Pengaruh Suhu Dan Waktu Deasetilasi terhadap <i>Tensile Strength</i> Membran Kitosan <i>Crosslinked</i>	29
Tabel 5.12	Pengaruh Konsentrasi NaOH dan Waktu Pemanasan terhadap <i>Strain</i> Membran Kitosan <i>Non Crosslinked</i>	30
Tabel 5.13	Pengaruh Konsentrasi NaOH dan Waktu Pemanasan terhadap <i>Strain</i> Membran Kitosan <i>Crosslinked</i>	31
Tabel 5.14	Pengaruh Suhu Dan Waktu Deasetilasi terhadap <i>Strain</i> Membran Kitosan <i>Non Crosslinked</i>	32
Tabel 5.15	Pengaruh Suhu Dan Waktu Deasetilasi terhadap <i>Strain</i> Membran Kitosan <i>Crosslinked</i>	32
Tabel 5.16	Pengaruh Konsentrasi NaOH dan Waktu Pemanasan terhadap Modulus Young Membran Kitosan <i>Non Crosslinked</i>	34
Tabel 5.17	Pengaruh Konsentrasi NaOH dan Waktu Pemanasan terhadap Modulus Young Membran Kitosan <i>Crosslinked</i>	35
Tabel 5.18	Pengaruh Suhu Dan Waktu Deasetilasi terhadap Modulus Young Membran Kitosan <i>Non Crosslinked</i>	36
Tabel 5.19	Pengaruh Suhu Dan Waktu Deasetilasi terhadap Modulus Young Membran Kitosan <i>Crosslinked</i>	36
Tabel 5.20	Nilai Fluks Tiap Komposisi Membran Dengan Variasi Suhu Pengeringan Membran.....	41
Tabel 5.21	Nilai Rejeksi COD Tiap Komposisi Membran Dengan Variasi Suhu Pengeringan Membran	42
Tabel 5.22	Nilai Rejeksi Kekeruhan Tiap Komposisi Membran Dengan Variasi Suhu Pengeringan Membran	43
Tabel 5.23	Nilai Fluks Tiap Komposisi Membran <i>Crosslinked</i> Dengan Variasi Suhu Pengeringan Membran..	45

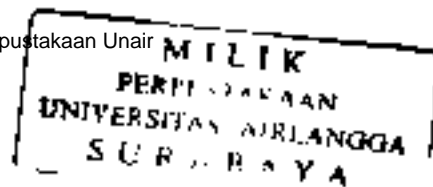
Tabel 5.24	Nilai Rejeksi COD Tiap Komposisi Membran <i>Crosslinked</i> Dengan Variasi Suhu Pengeringan Membran.	45
Tabel 5.25	Nilai Rejeksi Kekeruhan Tiap Komposisi Membran <i>Crosslinked</i> Dengan Variasi Suhu Pengeringan Membran	46



DAFTAR GAMBAR

Gambar 3.1.	Struktur Senyawa Kitin	4
Gambar 3.2	Struktur Kitosan	6
Gambar 3.3	Struktur kitosan <i>crosslinked</i> formaldehid	9
Gambar 4.1	Diagram Alir Penelitian.....	14
Gambar 5.1	Reaksi hidrolisis kitin dalam basa.....	19
Gambar 5.2	Grafik Pengaruh Konsentrasi NaOH Terhadap Derajat Deasetilasi	19
Gambar 5.3	Grafik Pengaruh Suhu terhadap Derajat Deasetilasi.....	20
Gambar 5.4	Grafik Pengaruh Waktu Pemanasan terhadap Derajat Deasetilasi	21
Gambar 5.5	Grafik Pengaruh Lama Pemanasan dan Konsentrasi NaOH terhadap Ketebalan membran Kitosan <i>Non Crosslinked</i>	22
Gambar 5.6	Grafik Pengaruh Lama Pemanasan dan Konsentrasi NaOH terhadap Ketebalan membran Kitosan <i>Crosslinked</i>	23
Gambar 5.7	Grafik Pengaruh Lama Pemanasan dan Konsentrasi NaOH terhadap Harga <i>Tensile Strength</i> Membran Kitosan <i>Non Crosslinked</i>	26
Gambar 5.8	Grafik Pengaruh Lama Pemanasan dan Konsentrasi NaOH terhadap Harga <i>Tensile Strength</i> membran Kitosan <i>Crosslinked</i>	27
Gambar 5.9	Grafik Pengaruh Suhu Dan Waktu Deasetilasi terhadap Harga <i>Tensile Strength</i> Membran Kitosan <i>Non Crosslinked</i>	28
Gambar 5.10	Grafik Pengaruh Suhu Dan Waktu Deasetilasi terhadap Harga <i>Tensile Strength</i> Membran Kitosan <i>Crosslinked</i>	29
Gambar 5.11	Grafik Pengaruh Lama Pemanasan dan Konsentrasi NaOH terhadap Harga <i>Strain</i> Membran Kitosan <i>Non Crosslinked</i>	30
Gambar 5.12	Grafik Pengaruh Lama Pemanasan dan Konsentrasi NaOH terhadap Harga <i>Strain</i> Membran Kitosan <i>Crosslinked</i>	31
Gambar 5.13	Grafik Pengaruh Suhu Dan Waktu Deasetilasi terhadap Harga <i>Strain</i> Membran Kitosan <i>Non Crosslinked</i>	32
Gambar 5.14	Grafik Pengaruh Suhu Dan Waktu Deasetilasi terhadap Harga <i>Strain</i> Membran Kitosan <i>Crosslinked</i>	33
Gambar 5.15	Grafik Pengaruh Lama Pemanasan dan Konsentrasi NaOH terhadap Harga Modulus Young Membran Kitosan <i>Non Crosslinked</i>	34
Gambar 5.16	Grafik Pengaruh Lama Pemanasan dan Konsentrasi NaOH terhadap Harga Modulus Young Membran Kitosan <i>Crosslinked</i>	35

Gambar 5.17	Grafik Pengaruh Suhu Dan Waktu Deasetulasi terhadap Harga Modulus Young Membran Kitosan <i>Non Crosslinked</i>	36
Gambar 5.18	Grafik Pengaruh Suhu Dan Waktu Deasetulasi terhadap Harga Modulus Young Membran Kitosan <i>Crosslinked</i>	37
Gambar 5.19	Penampang Atas Membran Kitosan <i>Crosslinked</i>	38
Gambar 5.20	Penampang Bawah Membran Kitosan <i>Crosslinked</i>	38
Gambar 5.21	Penampang Atas Membran Kitosan <i>Non Crosslinked</i>	39
Gambar 5.22	Penampang Bawah Membran Kitosan <i>Non Crosslinked</i>	39
Gambar 5.23	Penampang Lintang Membran Kitosan <i>Crosslinked</i>	40
Gambar 5.24	Penampang Lintang Membran Kitosan <i>Non Crosslinked</i>	40
Gambar 5.25	Grafik Nilai Fluks Tiap Komposisi Membran Dengan Variasi Suhu Pengeringan Membran	41
Gambar 5.26	Grafik Nilai Rejeksi COD Tiap Komposisi Membran Dengan Variasi Suhu Pengeringan Membran	43
Gambar 5.27	Grafik Nilai Rejeksi Kekeruhan Tiap Komposisi Membran Dengan Variasi Suhu Pengeringan Membran	44
Gambar 5.28	Grafik Nilai Fluks Tiap Komposisi Membran <i>Crosslinked</i> Dengan Variasi Suhu Pengeringan Membran	45
Gambar 5.29	Nilai Rejeksi COD Tiap Komposisi Membran <i>Crosslinked</i> Dengan Variasi Suhu Pengeringan Membran	46
Gambar 5.30	Grafik Nilai Rejeksi Kekeruhan Tiap Komposisi Membran <i>Crosslinked</i> Dengan Variasi Suhu Pengeringan Membran	47



BAB I PENDAHULUAN

Perkembangan industri di masa yang akan datang akan dicirikan oleh suatu pemanfaatan material yang lebih rasional, menggunakan proses-proses dengan konsumsi energi yang rendah dan dengan teknik-teknik pemisahan yang tidak destruktif yang memungkinkan pendaur ulang suatu material. Perkembangan yang pesat dalam bidang teknologi membran belakangan ini didasari oleh kesadaran akan besarnya potensi teknologi membran ini untuk memberikan solusi permasalahan di atas (Wonten, 1995).

Untuk itu kelompok membran berusaha untuk memberdayakan sumber daya alam yang banyak terdapat di Indonesia. Beberapa penelitian diarahkan pada pengolahan bahan-bahan lokal yang dapat dipertimbangkan sebagai alternatif untuk bahan dasar membran.

Pembuatan membran selulosa asetat dari bahan baku jerami padi untuk pengolahan limbah tekstil dihasilkan membran dengan sifat fisik yang cukup baik tetapi nilai rejeksi belum seperti yang diharapkan yaitu hanya sebesar 15,2% (Puspitasari, D., 2002). Selain itu konversi masih rendah dan rendeman isolasi selulosa yang kecil karena adanya hemiselulosa maupun lignin. Kontrol asetilasi yang sulit dilakukan, dihasilkan mono, di, tri asetilasi sehingga dihasilkan membran selulosa asetat yang kurang konsisten.

Penggunaan membran kitosan dari limbah kulit udang dihasilkan koefisien rejeksi cukup baik, sebesar 89,81% untuk larutan umpan deterjen (Redemtus, A.W., 2003) dan rejeksi 91,39% untuk pemisahan emulsi minyak-air (Pramudiyawati, A., 2003). Kelemahan dari membran kitosan ini adalah sifat fisiknya kurang kuat (mudah jebol) pada tekanan diatas 2 atm.

Peningkatan efisiensi pemisahan suatu membran dapat dicapai dengan kombinasi secara optimal antara struktur molekul bahan polimer dengan morfologi membran yang dihasilkan (Radiman, C.L dan Suendo, V., 2002). Untuk itu dalam penelitian ini dirupayakan memodifikasi struktur molekul kitosan dengan cara dilakukan reaksi ikatan silang (*Crosslinked*) antar rantai kitosan dengan

formaldehid sehingga diharapkan diperoleh sifat fisik polimer yang lebih baik. Morfologi membran dibuat asimetris dengan cara mengontrol laju penguapan pelarut. Struktur asimetri ini akan menjamin peningkatan kekuatan daya jebel membran, selain penurunan nilai fouling membran. Upaya lainnya juga dilakukan dengan meningkatkan derajat deasetilasi melalui optimasi dengan beberapa variabel yang berpengaruh, seperti temperatur, waktu, dan konsentrasi NaOH.

Karakterisasi dan uji dilakukan terhadap hasil isolasi kitin maupun hasil deasetilasi kitosan digunakan FT-IR. Uji membran dilakukan terhadap kekuatan fisik membran, kinerja membran, maupun struktur dan morfologi membran.

Aplikasi membran kitosan *crosslinked* formaldehid untuk penjernihan air sumur, dengan mengukur nilai fluks dan rejeksi terhadap COD (Chemical Oxygen Demand) dan kekeruhan.



BAB II

TUJUAN DAN MANFAATAN PENELITIAN

2.1 Tujuan Penelitian

Tujuan utama penelitian ini adalah menggunakan limbah kulit rajungan (*Portunus pelagicus*) sebagai bahan baku pembuatan membran kitosan yang *dicrosslinked* dengan formaldehid untuk mendapatkan kinerja membran yang optimum dan sifat fisik yang unggul.

Aplikasi membran yang diperoleh untuk penjernihan air sumur, dengan melihat nilai fluks dan rejeksinya terhadap COD dan kekeruhan.

2.2 Manfaat Penelitian

Pengembangan teknologi membran yang sangat pesat dibidang industri seiring dengan anjuran penggunaan teknologi bersih, dengan meminimalkan limbah, menggunakan bahan-bahan yang tidak berbahaya, baik pada proses produksi maupun pengolahan limbah. Membran merupakan salah satu alternatif yang sangat menjanjikan yang dapat dipakai pada proses pemurnian, pemisahan maupun pemekatan. Salah satu kendala pemakaian membran adalah harganya yang relatif mahal karena masih import dan belum ada industri yang memproduksi membran di Indonesia.

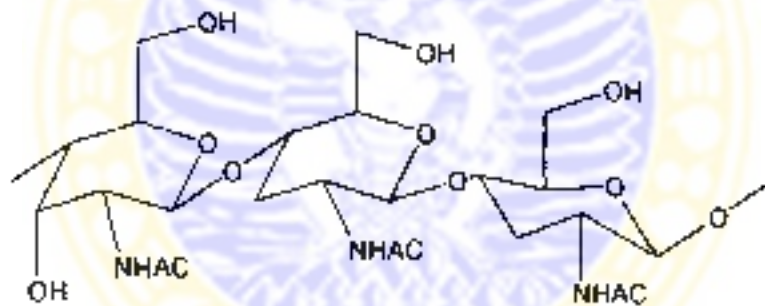
Dalam rangka untuk menurunkan biaya pemakaian membran, maka manfaat penelitian ini dapat diaplikasikan sebagai bahan pengolahan air sumur, dan untuk kebutuhan yang lain karena pori membran dapat dimodifikasikan sesuai dengan tujuan kegunaannya. Membran kitosan ini merupakan penelitian yang berkesinambungan untuk berbagai penggunaan dan berbagai bahan baku yang digunakan, termasuk pemanfaatan limbah kulit rajungan. Hal ini memberikan keuntungan ganda yaitu mengurangi limbah dan mendapatkan bahan baku yang murah

BAB III TENJAUAN PUSTAKA

3.1 Kitin Dan Sifat-Sifatnya

Kitin (Chitin) adalah suatu jenis polimer alam atau biopolimer seperti selulosa, yang secara kimiawi merupakan polimer dari N-asetil-D-glukosamin atau poli- (1,4)-2-asetamido-2-deoksi-beta-D-glukosa. Di alam polimer ini terutama terdapat sebagai penyusun kulit keras atau cangkang *Crustacea* (jenis udang-udangan) dan serangga, serta terdapat dalam dinding-dinding sel yeast dan jamur (Austin et.al, 1981). Kitin merupakan biopolymer terbanyak kedua di alam setelah selulosa.

Struktur Kitin :



Gambar 3.1 struktur senyawa kitin

Kitin membentuk kristal berwarna putih, tidak berasa, tidak berbau dan tidak dapat larut dalam pelarut organik umumnya dan dalam asam atau basa encer. Kitin memiliki kombinasi sifat-sifat khas seperti bioaktivitas, biodegradabilitas (dapat terurai secara biologis) dan sifat liat, sehingga merupakan jenis polimer yang menarik dan dapat dimanfaatkan di berbagai bidang industri, misalnya bidang biokimia, obat-obatan/farmakologi, pangan dan gizi, pertanian, mikrobiologi, penanganan air limbah, industri-industri kertas, tekstil, membran/film, kosmetika dan lain-lain (Brine, 1984).

Kitin secara alami sering tidak lengkap asetilasinya, sedangkan kitosan juga biasanya masih mengandung gugus asetil dengan berbagai tingkatan. Oleh

karena itu sebenarnya baik kitin maupun kitosan pada dasarnya merupakan kopolimer N-asetil-D-glukosamin dan D-glukosamin (Muzzarelli, 1985).

Kitin biasanya mempunyai derajat deasetilasi sampai 10%, sedangkan kitosan derajat deasetilasinya 70-100% (Muzzarelli, 1985). Untuk membedakan kitin dan kitosan berdasarkan kandungan nitrogennya, David dan Hayes (1988) menyatakan bahwa apabila kandungan total nitrogennya kurang dari 7% maka polimer disebut kitin dan apabila total nitrogennya lebih dari 7% maka disebut kitosan.

3.2 Sumber-Sumber Kitin

Meskipun sumber kitin di alam bermacam-macam, namun sampai saat ini sumber utama yang praktis dieksplorasi adalah cangkang binatang-binatang laut berkulit keras yang secara ekonomis potensial seperti udang, kepiting, rajungan, lobster dan sebagainya. Cangkang udang-udangan seperti ini bukan saja terkaya akan kandungan kitinnya, tetapi juga merupakan sumber utama yang saat ini tersedia secara kuantitas mencukupi kebutuhan kitin di negara-negara industri. Cangkang udang-udang ini mengandung kitin sekitar 20-30% dalam berat kerungnya.

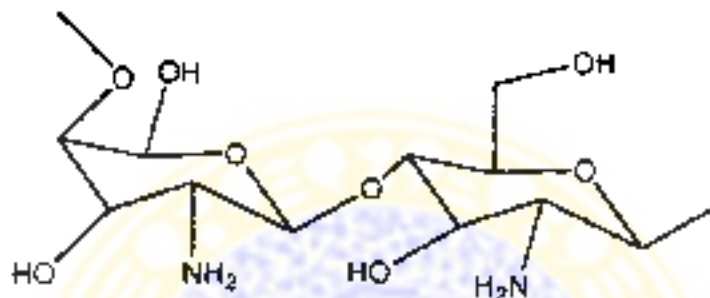
Kitin juga dapat diperoleh dari sumber-sumber selain limbah pengolahan hasil-hasil laut, yaitu dari jamur (fungi) yang digunakan untuk fermentasi asam-aam organik, antibiotik, enzim-enzim dan lain-lain. Salah satu potensi yang cukup besar saat ini adalah fermentasi asam sitrat yang menggunakan jamur *Aspergillus niger*, jamur ini diketahui mengandung kitin cukup tinggi (dapat mencapai 45% dari bahan organik) dan volume yang dihasilkan dari fermentasi tersebut cukup besar.

Adapun potensi kitin di Indonesia seperti telah dikemukakan terdahulu, dari sumber limbah udang diperkirakan sekitar 1.800 ton per tahun. Ini belum termasuk dari sumber-sumber lain misalnya hasil budidaya kepiting dan rajungan yang sekarang sudah mulai dikembangkan.

3.3 Kitosan

Kitosan digunakan untuk menunjuk polimer D-glukosamin yang kadang beberapa monosakarida dalam polimer tersebut mengandung gugus asetil. Secara umumnya, kitosan merupakan polimer dari 2-amino-2-deoksi-D-glukosa. Di alam kitosan ini mengandung gugus asetil pada beberapa monosakaridanya (Savitha, V., and Timothy, J.S., 1997).

Struktur kitosan



Gambar 3.2 Struktur kitosan

Kitosan merupakan dinding sel mucoroux yang jumlahnya paling besar (32,7% pada filament dan 27,9% pada yeast).

Kitosan merupakan derivat polimer polisakarida dari kitin. Kitosan ini diperoleh dari deasetilasi kitin dengan menambahkan sodium hidroksida pekat yaitu 50% dan 60%, sedangkan perbandingan antara pelarut dan kitin adalah 20:1. Kemudian dipanaskan pada suhu 120-140°C selama satu jam. Kitosan merupakan biopolimer yang resisten terhadap stress mekanik. Unsur-unsur yang menyusun kitosan hampir sama dengan unsur-unsur yang menyusun kitin yaitu: C,H,N,O dan unsur-unsur lainnya.

3.4 Rajungan (*Portunus pelagicus*)

Rajungan merupakan salah satu komoditi penting perikanan yang pada saat ini mengalami peningkatan produksi. Permintaan yang semakin meningkat dari komoditi ini, berarti meningkat pula volume limbah yang dihasilkan. Limbah tersebut berupa kulit/cangkang, yang dapat dimanfaatkan menjadi zat yang disebut kitin. Rajungan (*Portunus pelagicus*) yang merupakan satu famili dengan kepiting (*Scylla serrata*) sering disebut dengan nama kepiting, padahal rajungan berbeda

dengan kepiting. Rajungan (*Portunus pelagicus*) dicirikan dengan bentuk kerapas yang relatif lebih panjang dan lebih runcing dari duri akhir kepiting bakau.

Duri-duri sisi dibelakang kerapasnya berwarna dasar biru diaburi bintik-bintik putih yang beraneka ragam bentuknya. Sedangkan yang betina berwarna dasar hijau kotor dengan bintik-bintik seperti yang jantan (Soim.A,1996)

Rajungan (*Portunus pelagicus*) bila tidak berada pada lingkungan air laut hanya bertahan hidup beberapa jam saja.(Soim.A,1996)

Klasifikasi rajungan secara lengkap adalah sebagai berikut (Soim.A, 1996)

Phylum . Arthropoda
 Class . Crustacea
 Ordo . Decapoda
 Familia : Portunidae
 Species Portunus pelagicus

Tabel 3.1 Komposisi yang terdapat pada kulit rajungan (Hartati, 2002) :

Komposisi	Dalam persen(%)
Kadar air	5,50
Kadar abu	48,43
Kadar protein	40,53
Kitin	15,04
Kadar asetil	88,12

Limbah rajungan yang berupa kulit/cangkang mudah sekali busuk sehingga dapat menimbulkan pencemaran lingkungan. Selain itu limbah ini bersifat *bulky* atau meruah, sehingga memerlukan ruangan yang cukup luas dan tertutup untuk penampungannya (Rahmadiono, 2002)

Untuk itu pemanfaatan limbah cangkang rajungan ini perlu sekali dilakukan. Salah satunya adalah dengan memantfaatkannya sebagai membran kitosan seperti yang akan dilakukan pada penelitian ini.

3.5 Membran Kitosan

Membran kitosan dapat dibuat dari sumber kitosan yang berbeda (kulit udang, kepiting, rajungan), derajat deasetilasi yang berbeda, cara penyajian kitosan yang berbeda, berat molekul yang berbeda (Hartati, 2002).

Efek dari berat molekul yang berbeda, derajat deasetilasi yang berbeda, struktur kristal pada indeks *swelling*, *tensile strength*, *breaking pressure* dan resisten dalam pembuatan membran telah dipelajari. Hasil telah menunjukkan bahwa dengan meningkatkan derajat deasetilasi (DD), maka *tensile strength* dan *breaking pressure* akan meningkat sedangkan indeks *swelling* akan menurun. Hal ini disebabkan oleh peningkatan region kristal dalam membran dari DD yang lebih tinggi.

Berat molekul membran kitosan yang lebih tinggi akan memberikan *tensile strength* dan *breaking pressure* yang lebih tinggi dan indeks *swelling* yang lebih rendah.

3.6 Membran Crosslinked

Polimer yang digunakan sebagai membran dapat tersusun dalam berbagai kemungkinan bentuk rantai. Polimer linier adalah polimer yang rantainya berbentuk lurus. Selain itu juga dikenal polimer bercabang dan polimer dengan *crosslinked* (Mulder, 1991).

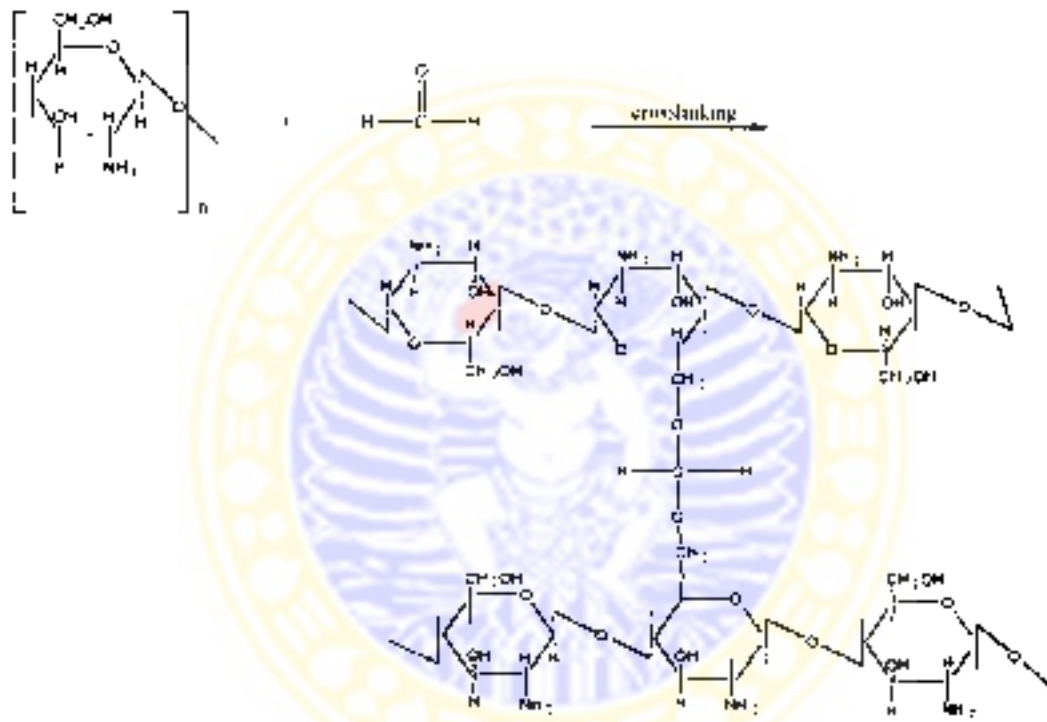
Polimer *crosslinked* terbentuk karena antar rantai dihubungkan dengan ikatan kovalen melalui reaksi kimia. Adanya *crosslinked* akan mempengaruhi sifat fisik, mekanik, dan termal polimer yang dihasilkan, misalnya polimer menjadi tidak larut. Seringkali hal ini dilakukan untuk memperbaiki sifat polimer yang akan digunakan untuk keperluan tertentu.

Polimer jaringan atau *crosslinked* dapat terbentuk dengan dua cara, pertama dengan cara mereaksikan monomer-monomer yang mengandung tiga atau lebih gugus fungsional, cara kedua dengan menggunakan zat pengikat silang (*crosslinking agent*), dan menghasilkan polimer yang tidak mudah larut dan meleleh, karena rantai-rantai polimer terikat dengan ikatan kovalen yang kuat.

Kitosan merupakan polimer alam yang dapat berikat silang bila ditambahkan *crosslinking agent*, misalnya glutaraldehid, formaldehida, glioksal, atau CuII.

Formaldehida (HCOH) merupakan senyawa alifatik aldehida yang dalam suhu ruangan berbentuk gas dan biasanya dipasarkan dalam bentuk larutan *aqueous* 36-50%. Formaldehid sangat reaktif dan akan segera terkombinasi secara kimia dengan berbagai tipe komponen organik (Kirk Othcr. 1986).

Struktur *crosslinked* kitosan dengan formaldehid:



Gambar 3.3 Struktur *crosslinked* kitosan formaldehid

3.7 Pembuatan Membran Sintetik

Berbagai jenis material dapat digunakan untuk membuat membran. Material-material tersebut berupa bahan organik atau bahan anorganik. Pembuatan membran dari material dengan teknik tertentu diharapkan menghasilkan membran yang spesifik terhadap suatu proses pemisahan. Material membran membatasi teknik pembuatan yang digunakan dan morfologi membran yang diperoleh. Pengukuran ketebalan membran sangat berguna baik bagi pemakai maupun pembuat membran, karena secara tidak langsung ketebalan membran sebagai

indikator keseragaman dan kontrol kualitas membran Untuk pengukuran ketebalan membran dapat digunakan alat mikrometer.

Teknik-teknik yang digunakan pada proses pembuatan membran sintetik antara lain *sintering*, *stretching*, *track-etching*, *template-leaching*, inversi fasa dan *casting*. Teknik inversi fasa adalah teknik yang paling umum digunakan terutama dalam pembuatan membran ultrafiltrasi.

Inversi fasa adalah suatu proses pengubahan bentuk polimer dari fasa cair menjadi padatan dengan kondisi terkendali Proses pemadatan (solidifikasi) ini diawali dengan transisi dari fasa cair satu ke fasa dua cairan (*liquid-liquid demixing*). Pada tahap tertentu selama proses *demixing*, salah satu fasa cair (fasa polimer konsentrasi tinggi) akan memadat sehingga terbentuk matriks padat. Pengendalian tahap awal transisi fasa akan menentukan morfologi membran yang dihasilkan. Teknik inversi fasa dapat dibagi lagi menjadi beberapa macam teknik, antara lain :

a. Penguapan pelarut

Pada metode ini polimer dilarutkan dalam pelarut kemudian dicetak pada suatu cetakan Pelarut dibiarkan menguap ke atmosfer untuk mengeluarkan uap air, sehingga akan didapatkan sebuah membran homogen yang tebal.

b. Presipitasi fasa uap

Sebuah film membran yang berisi polimer dan pelarut, ditempatkan di fasa uap yang berisi non-pelarut yang dijenuhkan dengan solven yang sama Konsentrasi pelarut yang tinggi di dalam fasa uap mencegah penguapan solven dan film membran. Membran terbentuk karena penetrasi (difusi) non-pelarut dalam film membran. Hal ini membentuk membran berpori tanpa lapisan atas

c. Presipitasi dengan penguapan terkendali

Polimer dilarutkan dalam campuran pelarut dan non-pelarut (campuran berfungsi sebagai pelarut bagi polimer). Jika pelarut lebih mudah menguap daripada non-pelarut maka selama penguapan komposisi akan bergeser ke arah konsentrasi pelarut dan polimer yang lebih tinggi. Hal ini akan selalu terbentuk membran yang berkulit

d. Presipitasi termal

Larutan polimer dalam pelarut tunggal atau campuran didinginkan sampai memungkinkan terjadi pemisahan fasa. Penguapan pelarut selalu membentuk membran berkulit. Metode ini sering digunakan untuk membuat membran mikrofiltrasi.

e. Presipitasi imersi

Teknik ini digunakan untuk membuat membran secara komersial. Suatu larutan polimer (polimer-pelarut) dicetak dan direndam dalam bak koagulasi yang berisi non-pelarut. Pengendapan terjadi karena pertukaran antar pelarut dan non-pelarut.



BAR IV

METODE PENELITIAN

4.1. Sampel

Sampel cangkang rajungan diperoleh dari pabrik pengalengan rajungan di Gresik, berupa limbah yang harus dibuang.

4.2. Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan di :

1. Laboratorium Kimia Fisika FMIPA Unair
2. Laboratorium Dasar Bersama Unair
3. Laboratorium PPGL Geologi Kuartener Bandung



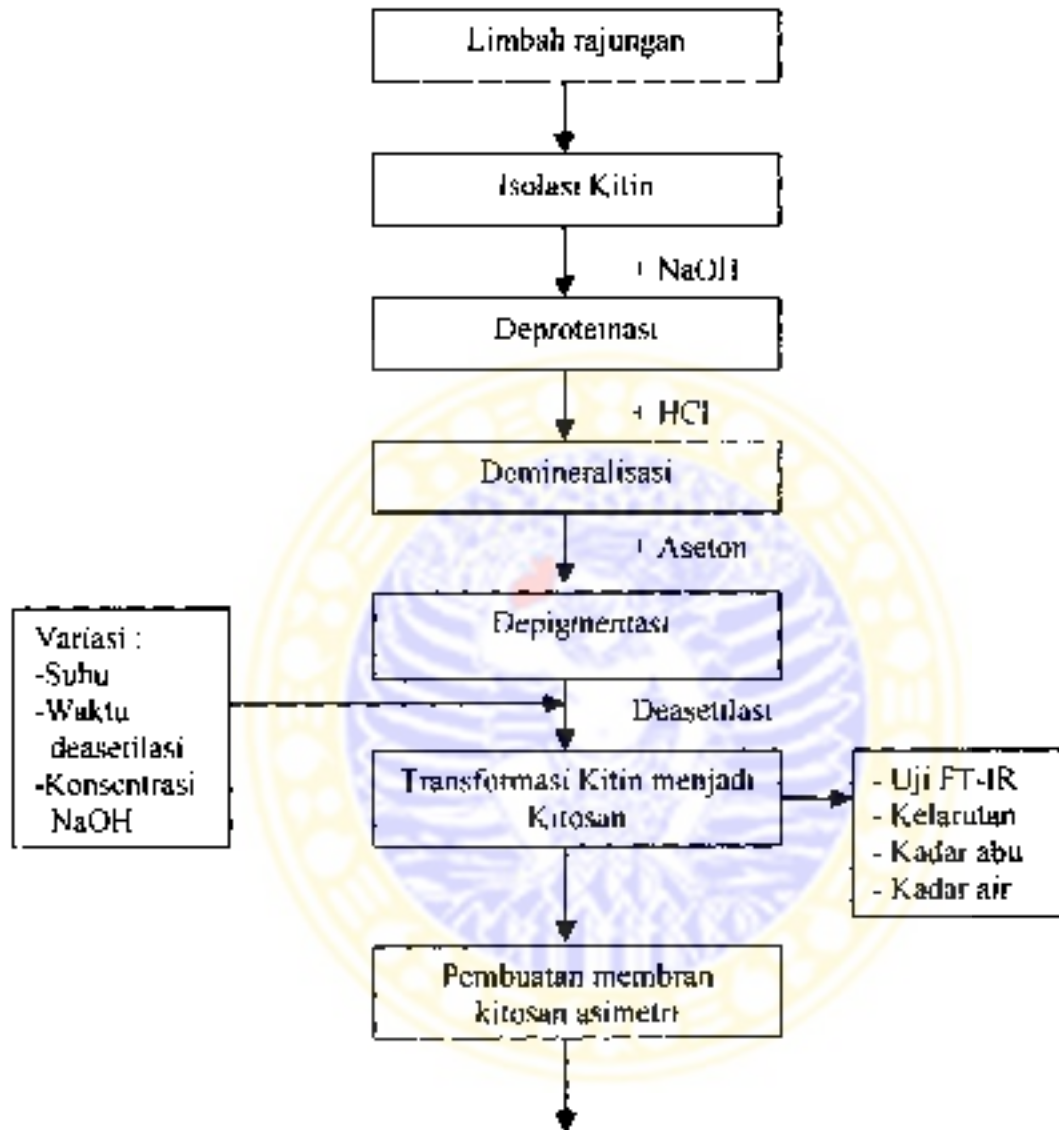
4.3. Bahan Dan Alat

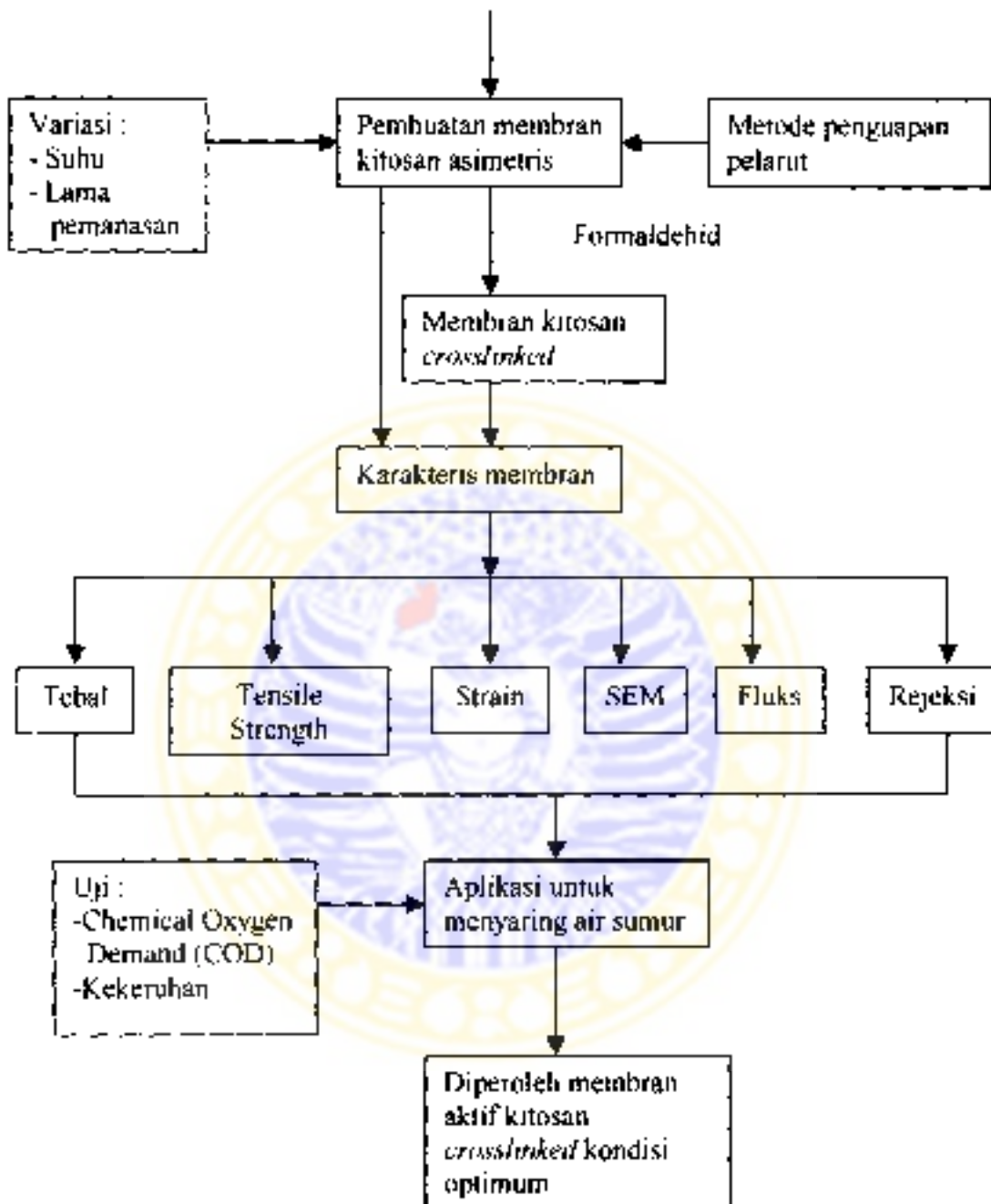
Bahan-bahan yang diperlukan dalam penelitian ini adalah kulit rajungan yang ditumbuk dan diayak dengan ukuran 50 mesh, NaOH, HCl, aseton, formaldehid, akuades, asam tartarat, asam asetat, serbuk kitosan standar.

Bahan yang dipakai berkualitas p.a.

Alat-alat yang digunakan adalah seperangkat alat gelas, motor dan pengaduk magnet, neraca listrik, kaca datar, stopwatch, micrometer, autograph tipe AG-10 TE Shimadzu, FT-IR JASCO 3500 dan Analytical Scanning Electron Microscope tipe JSM-6360 LA JOEL.

4.4. Diagram Alir Penelitian





Gambar 4 | Diagram alir penelitian

4.5. Prosedur Penelitian

1 Ekstraksi Kitin Dari Kulit Rajungan

Kulit rajungan dicuci sampai bersih dari kotoran, kemudian dikeringkan, ditumbuk dan diayak dengan ukuran tertentu. Selanjutnya diikuti dengan tahap-tahap berikutnya :

- Deproteinasi yaitu penghilangan protein kulit rajungan dengan ditambahkan larutan NaOH 3,5 % dengan perbandingan antara serbuk kulit rajungan dengan larutan NaOH 1 : 10. Proses ini dilakukan selama 2 jam pada suhu 65°C dengan pengadukan. Residu diambil dengan penyaringan dan dicuci dengan air sehingga pH netral. Setelah dioven dengan suhu 110°C diperoleh *crude* kitin.
- Demineralisasi yaitu proses penghilangan mineral *crude* kitin hasil deproteinasi ditambah HCl 1N dengan perbandingan 1:15 sambil dilakukan pengadukan pada suhu kamar. Diambil residunya, dicuci kemudian dikeringkan.
- Depigmentasi yaitu penghilangan pigmen karotenoid dengan aseton selama 20 jam kemudian dikeringkan pada suhu 110°C. Dilakukan uji spektroskopi.

2. Tahap Deasetilasi

Tahap ini dilakukan dengan cara merendam kitin dalam larutan NaOH selama beberapa lama pada suhu tertentu. Kemudian hasilnya dicuci dan dikeringkan dalam oven dengan suhu tertentu. Hasil dari proses ini adalah kitosan. Pada penelitian ini akan dilakukan variasi proses deasetilasi, variasinya yaitu

1. Konsentrasi NaOH 40%, 50%, 60% dan 70%
2. Suhu perendaman kitin dalam larutan NaOH 50%. Pada penelitian ini menggunakan suhu perendaman 50°C, 60°C, 70°C, 80°C dan 90°C.
3. Lama waktu perendaman kitin dalam NaOH 50%. Pada penelitian ini, kitin direndam selama 3 jam, 4 jam, 5 jam dan 6 jam.

3. Pembuatan Membran Kitosan

Sebanyak 2 gram kitosan dilarutkan dalam 30 ml larutan asam asetat 0,75%, diaduk selama 24 jam pada suhu kamar. Kemudian dicetak pada plat kaca yang telah dibersihkan dengan aseton. Pengontrolan tebal membran dilakukan dengan membenarkan selotip pada kedua sisi kaca. Proses inverse fasa terjadi saat pemanasan 60°C sampai didapatkan film membran yang kering. Kemudian direndam dalam NaOH 4% selama 15 menit untuk menetralkan asam asetat. Pencucian dilakukan dengan air yang mengalir.

4. Pembuatan membran kitosan *crosslinked* formaldehid

Membran kitosan *crosslinked* formaldehid dibuat dengan cara merendam membran kitosan ke dalam larutan formaldehid 0,01% selama 30 menit. Kemudian mencucinya dengan akuades.

5. Karakterisasi Membran

Pengukuran tebal membran

Tebal membran diukur pada berbagai variasi konsentrasi NaOH dan lama pemanasan menggunakan mikrometer sekrup, kemudian ditentukan ketebalan rata-ratanya.

Pengamatan menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM)

Sampel membran diukur dengan ketebalan tertentu, kemudian dicelupkan ke dalam nitrogen cair untuk dipatahkan. Membran ditempelkan pada *specimen holder*, dibersihkan kemudian dilapisi dengan campuran emas-paladium. Setelah siap, sampel dimasukkan ke dalam *specimen chamber* untuk dilakukan pengamatan dan pemotretan, guna mengetahui struktur dan morfologi membran

Penentuan kekuatan fisik dengan uji *tensile strength*

Membran dipotong dengan ukuran 20x1,5 cm sebanyak 3 buah. Ujung-ujung membran dikaitkan pada alat uji dan beban penarik diatur dengan 30 kg. Membran ditarik dengan kecepatan 1 cm/menit hingga putus. *Tensile strength* dan *strain* saat putus dicatat dan dilakukan replikasi sebanyak 3 kali.

Penentuan permeabilitas membran

Dilakukan dengan menentukan nilai fluks, diukur berapa volume permeat yang melewati membran per satuan waktu dan luas membran.

Penentuan permselectivitas membran

Digunakan larutan umpam air sumur di Surabaya. Ditentukan COD dan kekeruhannya sebelum dan sesudah dilewatkan membran menggunakan Spektrofotometer UV-VIS.

$$\text{Nilai rejeksi (R)} = \frac{C_f - C_p}{C_f} \times 100\% \quad \text{Dimana } C_f = \text{konsentrasi feed}$$

C_p = konsentrasi permeat

6. Penentuan kadar COD

Memipet 10 ml air sampel kemudian dimasukkan ke dalam Erlenmeyer menambahkan 5 ml $K_2Cr_2O_7$ 0,025 N, menambahkan dengan hati-hati 15 ml H_2SO_4 pekat dan diaduk. Menutup Erlenmeyer dengan kaca arloji (gelas penutup) selama sekitar 30 menit. Mengencerkan dengan menambahkan 7,5 ml aquades. Menambahkan 2-3 tetes indikator Ferroin kemudian dititrasi dengan FAS 0,0289 N hingga terjadi perubahan warna dari kuning-oranye menjadi merah-kecoklatan

7. Pengukuran kekeruhan sampel

Diambil secukupnya sampel air sumur yang belum dilewatkan membran dan diukur kekeruhannya dengan turbidimeter. Diambil sampel air sumur setelah dilewatkan membran secukupnya, diukur kekeruhannya dengan turbidimeter

BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN

5.1 Isolasi Kitin

Isolasi kitin dilakukan melalui tiga tahap, yaitu tahap deproteinasi, tahap demineralisasi, dan tahap depigmentasi. Tahap deproteinasi merupakan tahap penghilangan protein yang terkandung dalam kulit rajungan. Penghilangan protein ini dilakukan dengan menambahkan larutan NaOH 3,5%. Pada tahap ini, kulit rajungan yang berwarna jingga kecoklatan berubah menjadi lebih muda, sedangkan larutan NaOH 3,5% yang semula jernih berubah menjadi kuning. Pada tahap ini juga terjadi pengurangan massa sebesar 34,06%, yang menunjukkan hilangnya protein pada kulit rajungan.

Tahap demineralisasi adalah proses penghilangan mineral yang terkandung di dalam kulit rajungan. Bahan mineral yang sebagian besar terkandung dalam kulit rajungan adalah CaCO_3 dan $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$. Untuk menghilangkan mineral ini digunakan larutan HCl 1N. Pada proses ini menghasilkan gelembung gas yang menunjukkan terhentuknya gas CO_2 sebagai hasil reaksi sebagai berikut (Knorr D, 1982)



Penambahan HCl juga melarutkan $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ dengan reaksi sebagai berikut

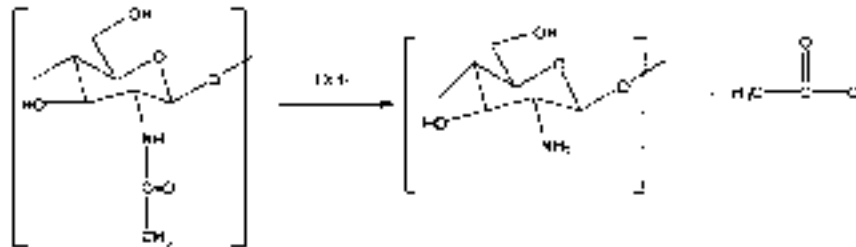


Pada tahap ini, diperoleh kitin yang berwarna putih kecoklatan dan mengalami pengurangan massa sebesar 37,14%.

Tahap depigmentasi adalah tahap penghilangan pigmen karotenoid yang terkandung dalam kulit rajungan. Penghilangan pigmen ini dilakukan dengan merendam kitin dalam aseton. Sehingga dihasilkan kitin yang berwarna lebih muda. Pengurangan massa yang terjadi pada tahap ini adalah sebesar 53,85%

5.2 Transformasi Kitin Menjadi Kitosan

Proses transformasi kitin menjadi kitosan dilakukan dengan proses deasetilasi menggunakan larutan NaOH. Gugus asetil pada kitin akan tersubstitusi oleh hidrogen menjadi gugus amina.



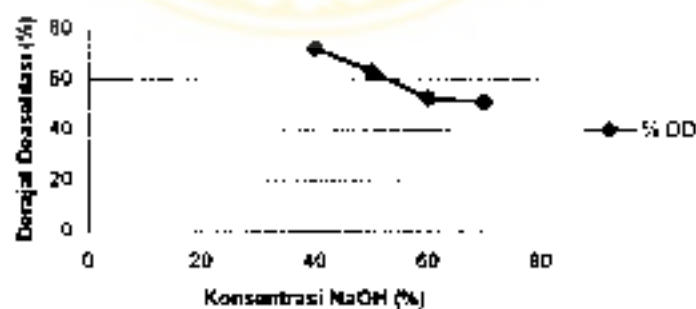
Gambar 5.1. Reaksi hidrolisis kitin dalam basa.

Derajat deasetilasi dapat ditentukan dengan FTIR, dengan rumus:

$$DD \text{ (Derajat deasetilasi)} = 100 - [(A_{1650} / A_{2900}) \times 115]$$

Tabel 5.1 Pengaruh konsentrasi NaOH terhadap derajat deasetilasi

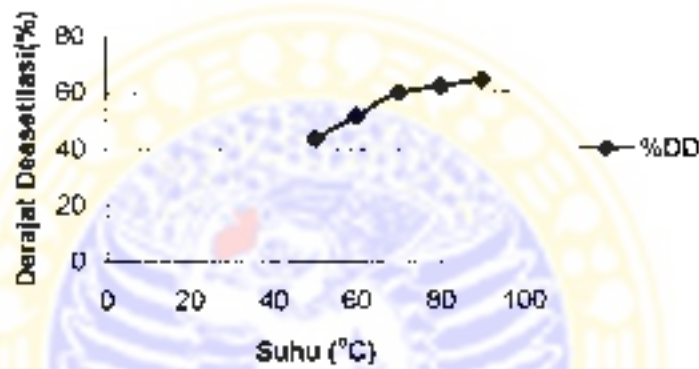
No.	Konsentrasi NaOH	Derajat Deasetilasi
1	40%	72,28%
2	50%	63,22%
3	60%	52,66%
4	70%	51,09%



Gambar 5.2 Grafik pengaruh konsentrasi NaOH terhadap derajat deasetilasi

Tabel 5.2 Pengaruh suhu terhadap derajat deasetilasi

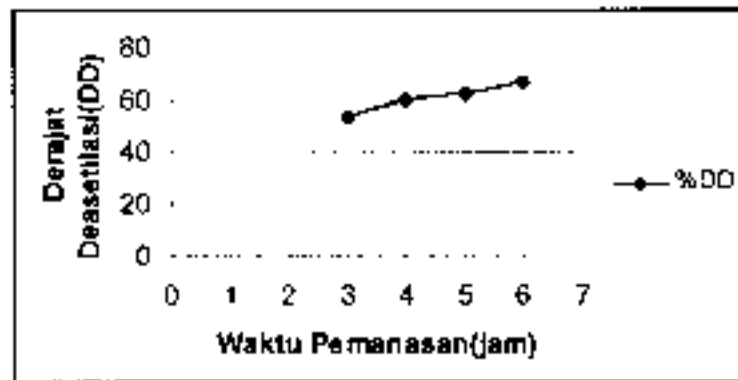
No.	Suhu (°C)	Derajat Deasetilasi
1	50	43,47%
2	60	51,80%
3	70	59,66%
4	80	62,18%
5	90	64,39%



Gambar 5.3 Grafik pengaruh suhu terhadap derajat deasetilasi

Tabel 5.3 Pengaruh waktu pemanasan terhadap derajat deasetilasi

No.	Waktu pemanasan(jam)	Derajat Deasetilasi
1	3	53,40%
2	4	59,92%
3	5	62,18%
4	6	66,89%



Gambar 5.4 Grafik pengaruh waktu pemanasan terhadap derajat deasetilasi

Derajat deasetilasi pada proses transformasi kitin menjadi kitosan dipengaruhi oleh konsentrasi NaOH. Makin tinggi konsentrasi NaOH, derajat deasetilasi makin turun (pada rentang konsentrasi 40% - 70%)

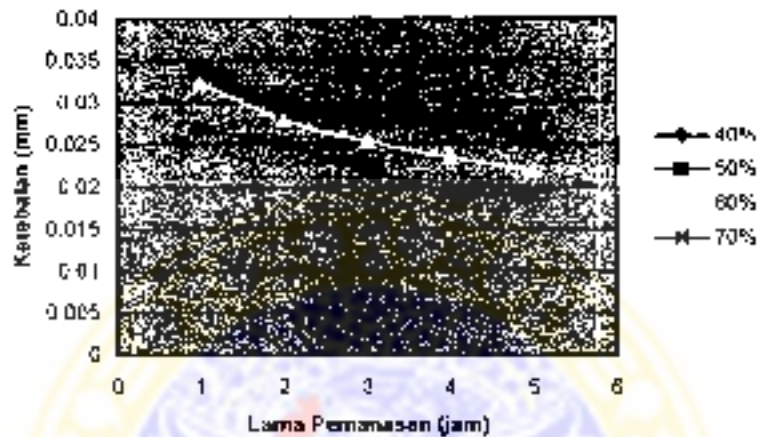
Untuk pengaruh suhu, sampai suhu 90°C makin tinggi suhu derajat deasetilasi makin tinggi dan makin lama pemanasan derajat deasetilasi makin tinggi. Hal ini karena proses deasetilasi makin efektif.

5.3 Ketebalan Membran Kitosan

Tabel 5.4 Pengaruh waktu pemanasan dan konsentrasi NaOH terhadap ketebalan membran kitosan *non crosslinked*

Konsentrasi NaOH	Lama Pemanasan dalam oven (jam)	Tebal membran (mm)
40%	1	0.0345
	2	0.0300
	3	0.0295
	4	0.0280
	5	0.0275
50%	1	0.0335
	2	0.0290
	3	0.0280
	4	0.0275
	5	0.0255
60%	1	0.0325
	2	0.0280
	3	0.0255
	4	0.0235
	5	0.0220

70%	1	0,0270
	2	0,0250
	3	0,0220
	4	0,0195
	5	0,0190



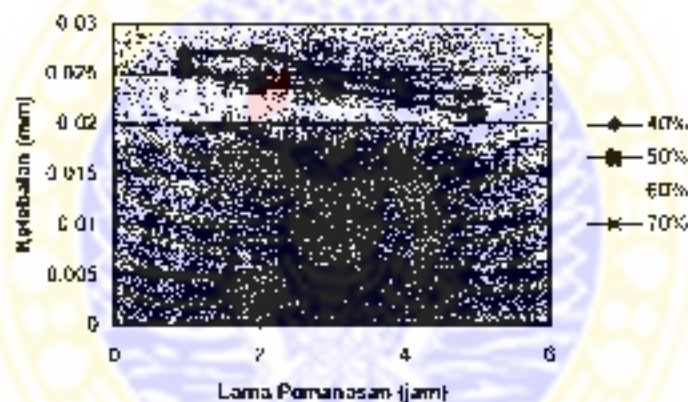
Gambar 5.5 Grafik pengaruh lama pemanasan dan konsentrasi NaOH terhadap ketebalan membran kitosan *non crosslinked*

Lamanya pemanasan membran kitosan dapat menurunkan ketebalan membran. Hal ini dikarenakan oleh semakin banyaknya larutan asam asetat dalam membran yang menguap. Sehingga membran yang ditinggalkan oleh larutan asam asetat akibat penguapan yang semakin lama akan semakin tipis. Fenomena sejenis juga terjadi pada membran kitosan yang *crosslinked* dengan formaldehid, seperti tampak pada tabel di bawah ini

Tabel 5.5 Pengaruh waktu pemanasan dan konsentrasi NaOH terhadap ketebalan membran kitosan *crosslinked* formaldehid

Konsentrasi NaOH	Lama Pemanasan dalam oven (jam)	Tebal membran (mm)
40%	1	0,0270
	2	0,0270
	3	0,0250
	4	0,0235
	5	0,0230
50%	1	0,0255

	2	0.0240
	3	0.0235
	4	0.0225
	5	0.0210
60%	1	0.0225
	2	0.0220
	3	0.0215
	4	0.0210
	5	0.0190
70%	1	0.0195
	2	0.0190
	3	0.0155
	4	0.0153
	5	0.0150



Gambar 5.6 Grafik pengaruh lama pemanasan dan konsentrasi NaOH terhadap ketebalan membran kitosan *crosslinked* formaldehid.

Ketebalan membran kitosan *crosslinked* dengan formaldehid relatif lebih rendah (tipis) dibandingkan dengan membran kitosan *non crosslinked*. Hal ini dikarenakan adanya ikatan kovalen yang kuat antara polimer dengan formaldehid mengakibatkan jarak ikatan polimer semakin rapat sehingga membran yang dihasilkan akan semakin tipis.

Jika kita mengamati kedua grafik ketebalan membran kitosan tersebut, menunjukkan tingkat ketebalan yang seiring dengan derajat deasetilasi. Yaitu semakin tinggi derajat deasetilasi, ketebalan membran pun juga semakin tinggi. Sehingga secara tidak langsung konsentrasi NaOH juga menentukan ketebalan

membran melalui derajat deasetilasinya. Derajat deasetilasi yang tinggi menghasilkan kualitas kitosan yang baik. Kitosan yang berkualitas baik akan larut sempurna di dalam asam asetat. Sehingga larutan *dope* yang terbentuk akan lebih kental dan menghasilkan membran yang relatif lebih tebal dibandingkan dengan larutan *dope* yang encer akibat kitosan yang tidak larut sempurna oleh derajat deasetilasi yang rendah.

Ketebalan membran tidak dipengaruhi oleh suhu dan waktu deasetilasi kitosan. Hal ini disebabkan membran dieetak dengan menggunakan jumlah lapis selotip yang sama yaitu tiga lapis. Selain itu, suhu dan lama pemanasan membran kitosan dalam oven relatif sama. Ketebalan membran kitosan dapat dilihat pada tabel berikut ini.

Tabel 5.6 Pengaruh suhu dan waktu deasetilasi terhadap ketebalan membran kitosan *non crosslinked* (mm)

Waktu	Ketebalan membran kitosan (mm)			
	Suhu (C)	3 jam	4 jam	5 jam
50	0,00000	0,00000	0,03000	0,03125
60	0,00000	0,02050	0,03525	0,03175
70	0,00000	0,02575	0,03275	0,02965
80	0,02250	0,02700	0,02300	0,02175
90	0,02200	0,02625	0,02575	0,02450

Membran kitosan *crosslinked* formaldehid juga menunjukkan hasil yang sama. Suhu dan waktu deasetilasi kitosan tidak mempengaruhi ketebalan membran. Ketebalan membran *non crosslinked* dengan ketebalan membran *crosslinked* formaldehid tidak berbeda secara bermakna. Ketebalan membran *crosslinked* formaldehid dapat dilihat pada tabel berikut.

Tabel 5.7 Pengaruh suhu dan waktu deasetilasi terhadap ketebalan membran kitosan *crosslinked* formaldehid (mm)

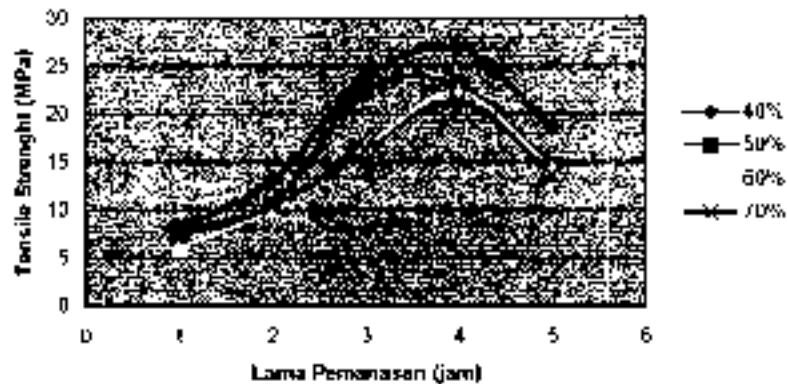
Waktu	Ketebalan membran kitosan (mm)			
	Suhu (C)	3jam	4jam	5jam
50	0,00000	0,00000	0,00300	0,02875

50	0,00000	0,03475	0,3500	0,02950
70	0,00000	0,02950	0,03575	0,03025
80	0,02250	0,02725	0,02675	0,02525
90	0,02675	0,02650	0,02925	0,02975

5.4 Tensile Strength

Tabel 5.8 Pengaruh konsentrasi NaOH dan lama pemanasan terhadap harga *tensile strenght* membran kitosan *non crosslinked*

Konsentrasi NaOH	Lama Pemanasan dalam oven (jam)	Tensile strenght (MPa)
40 ^o _n	1	8,21
	2	13,11
	3	23,73
	4	27,02
	5	18,74
50 ^o _n	1	7,46
	2	10,57
	3	22,80
	4	23,03
	5	14,57
60 ^o _n	1	6,15
	2	10,17
	3	16,55
	4	22,41
	5	14,39
70 ^o _n	1	7,90
	2	10,40
	3	16,36
	4	21,37
	5	13,68



Grafik 5.7 Pengaruh lama pemanasan dan konsentrasi NaOH terhadap harga *tensile strength* membran kitosan *non crosslinked*

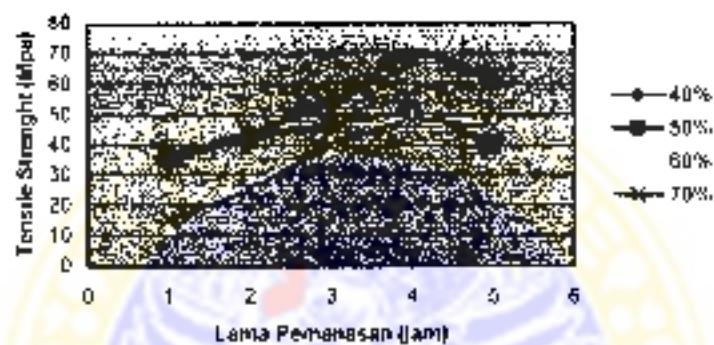
Dari grafik tersebut tampak bahwa *tensile strength* tertinggi berada pada membran kitosan 40%, dan tingkatan besaran *tensile strength* sebanding dengan tingkatan derajat deasetilasi. Derajat deasetilasi yang tinggi meningkatkan *tensile strength*. Yang berarti juga bahwa konsentrasi ikut berperan dalam menentukan harga *tensile strength*. Hal ini disebabkan oleh peningkatan region kristal dalam membran dari DD yang lebih tinggi (Jean Claude, 2000)

Hasil *crosslinked* formaldehid pada membran kitosan dapat meningkatkan kekuatan mekanik membran kitosan relatif terhadap membran kitosan *non crosslinked*

Tabel 5.9 Pengaruh konsentrasi NaOH dan lama pemanasan terhadap harga *tensile strength* membran kitosan *crosslinked* formaldehid

Konsentrasi NaOH	Lama Pemanasan dalam oven (jam)	Tensile strength (MPa)
40%	1	36.29
	2	44.03
	3	54.22
	4	69.50
	5	63.83
50%	1	35.29
	2	42.13
	3	46.62
	4	50.46
	5	40.21
60%	1	14.71

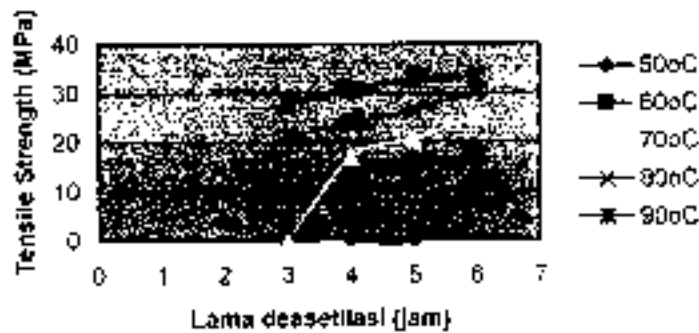
70%	2	27.17
	3	40.00
	4	49.71
	5	46.78
	1	15.38
	2	25.73
	3	40.14
	4	48.07
	5	45.92



Gambar 5.8 Grafik pengaruh lama pemanasan dan konsentrasi NaOH terhadap *tensile strength* membran kitosan *crosslinked*

Tabel 5.10 Pengaruh suhu dan waktu deasetilasi terhadap *tensile strength* membran kitosan *non crosslinked* (MPa)

Suhu (°C)	Waktu	Nilai <i>tensile strength</i> (MPa)			
	3jam	4jam	5jam	6jam	
50	0,00	0,00	0,00	12,09	
60	0,00	13,50	15,45	17,23	
70	0,00	15,63	20,67	24,96	
80	21,23	23,87	26,57	30,14	
90	27,78	30,73	32,57	33,24	



Gambar 5.9 Grafik pengaruh suhu dan waktu deasetilasi terhadap harga *tensile strength* membran kitosan *non crosslinked*

Nilai *tensile strength* membran kitosan *crosslinked* formaldehid lebih besar daripada nilai *tensile strength* membran *non crosslinked*, hal ini disebabkan dengan adanya *crosslinked* makin banyak ikatan yang terjadi antar rantai. Nilai *tensile strength* membran kitosan *non crosslinked* dan membran *crosslinked* formaldehid berbeda secara nyata.

Nilai *tensile strength* membran kitosan *crosslinked* formaldehid tertinggi didapat pada membran dengan suhu deasetilasi 90°C selama 6 jam yaitu sebesar 34,36 MPa.

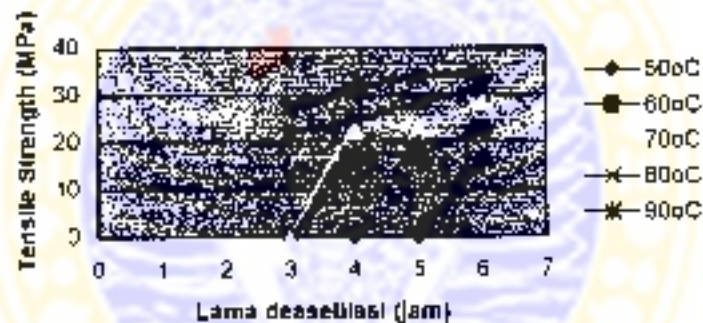
Harga *tensile strength* paling besar untuk membran kitosan *crosslinked* berada pada variasi NaOH 40% dengan lama pemanasan selama 4 jam yaitu sebesar 69,50 MPa. Untuk membran kitosan *non crosslinked* harga *tensile strength* maksimum berada pada variasi NaOH 40% dengan lama pemanasan selama 4 jam namun harga *tensile strength* nya hanya sebesar 27,02 MPa. Harga *tensile strength* untuk membran kitosan *crosslinked* relatif lebih besar dibanding harga *tensile strength* pada membran kitosan *non crosslinked*. Hal ini disebabkan karena dengan adanya *crosslinked*, ikatan dalam polimer membran kitosan semakin kuat.

Sedangkan untuk lama pemanasan, menentukan tingkat kekeringan membran dan ketebalan membran. Membran yang pemanasannya terlalu sebentar, dia masih belum sempat untuk berikatan (masih basah) sehingga mudah rusak (rancur). Begitu juga untuk pemanasan yang terlalu lama, dia akan semakin tipis sehingga tidak cukup kuat untuk menahan gaya yang diberikan kepadanya.

sehingga *tensile* nya pun akan menurun. Data menunjukkan bahwa konsentrasi dan lama pemunasan memberikan pengaruh terhadap *tensile strength* membran.

Tabel 5.11 Pengaruh suhu dan waktu deasetilasi terhadap harga *tensile strength* membran kitosan *crosslinked* formaldehid

Waktu Suhu(°C)	Nilai <i>tensile strength</i> (MPa)			
	3jam	4jam	5jam	6jam
50	0,00	0,00	0,00	15,62
60	0,00	15,99	17,46	22,60
70	0,00	22,22	23,31	28,28
80	21,73	24,87	28,21	31,24
90	27,41	31,03	33,81	34,36



Gambar 5.10 Grafik pengaruh suhu dan waktu deasetilasi terhadap harga *tensile strength* membran kitosan *crosslinked* formaldehid

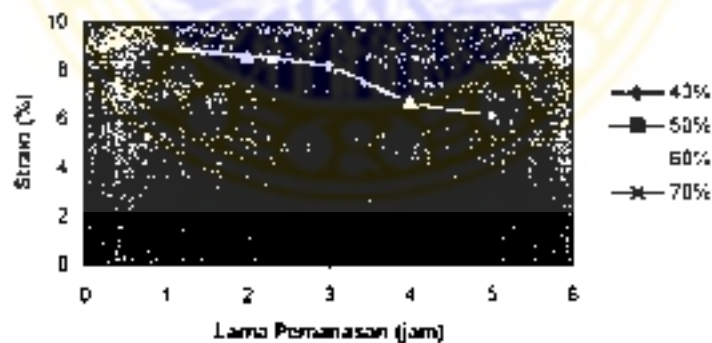
Makin lama waktu deasetilasi diperoleh nilai *tensile strength* yang makin tinggi.

5.5 Strain

Gaya yang bekerja pada benda yang menyebabkan terjadinya perubahan ukuran benda. *Strain* (tegangan) didefinisikan sebagai perbandingan perubahan panjang benda terhadap panjang mula-mula akibat suatu gaya dengan arah sejajar perubahan panjang tersebut (Gibson, 1994).

Tabel 5.12 Pengaruh konsentrasi NaOH dan lama pemanasan terhadap harga *strain* membran kitosan *non crosslinked*

Konsentrasi NaOH	Lama Pemanasan dalam oven (jam)	Strain (%)
40%	1	8,43
	2	7,80
	3	5,40
	4	3,55
	5	3,54
50%	1	9,37
	2	9,12
	3	8,68
	4	6,91
	5	6,24
60%	1	8,91
	2	8,60
	3	8,14
	4	6,74
	5	6,14
70%	1	8,74
	2	8,02
	3	7,85
	4	6,12
	5	5,80

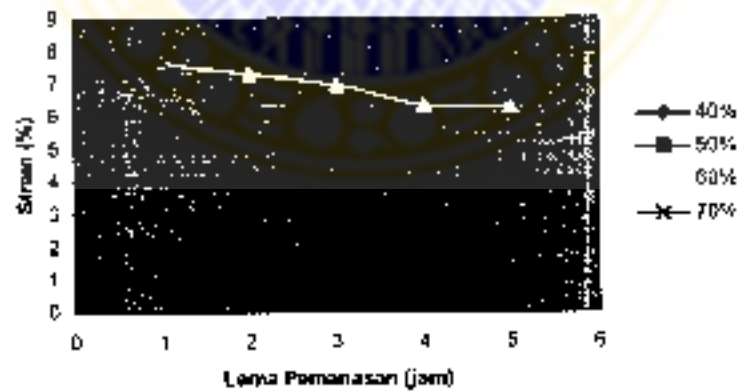


Grafik 5.11 Pengaruh lama pemanasan dan konsentrasi NaOH terhadap harga *strain* membran kitosan *non crosslinked*

Adanya *crosslinked* menyebabkan harga *strain* relatif menurun. Hal ini disebabkan akibat dari *crosslinked* yaitu membuat membran semakin lebih rigid atau meningkatkan rigiditas (Noezar.I , 2000)

Tabel 5.13 Pengaruh konsentrasi NaOH dan lama pemanasan terhadap harga *strain* membran kitosan *crosslinked* formaldehid.

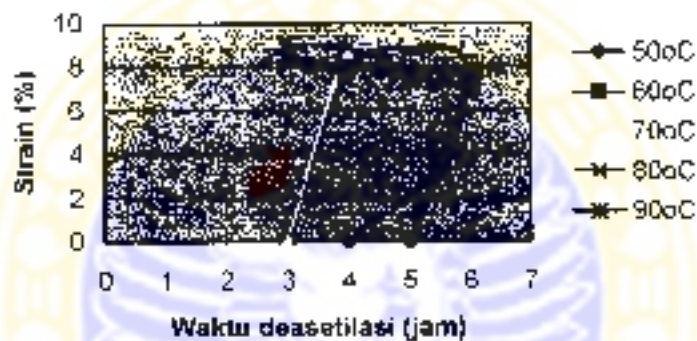
Konsentrasi NaOH	Lama Pemanasan dalam oven (jam)	Strain (%)
40%	1	5,74
	2	5,28
	3	5,06
	4	3,71
	5	3,69
50%	1	7,18
	2	6,23
	3	5,73
	4	5,53
	5	4,61
60%	1	7,64
	2	7,29
	3	6,97
	4	6,35
	5	6,27
70%	1	7,69
	2	5,22
	3	4,99
	4	4,74
	5	4,35



Grafik 5.12 Pengaruh lama pemanasan dan konsentrasi NaOH terhadap harga *strain* membran kitosan *crosslinked*

Tabel 5.14 Pengaruh suhu dan waktu deasetilasi terhadap harga *strain* membran kitosan *crosslinked* (%)

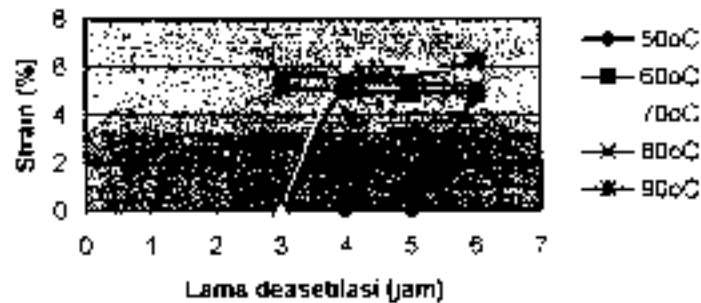
Suhu (°C)	Waktu			
	Nilai <i>strain</i> (%)			
	3jam	4jam	5jam	6jam
50	0,00	0,00	0,00	7,25
60	0,00	7,74	8,92	8,73
70	0,00	8,56	9,37	8,96
80	9,03	9,89	7,89	7,55
90	8,42	8,01	7,46	7,23



Gambar 5.13 Grafik pengaruh suhu dan waktu deasetilasi terhadap harga *strain* membran kitosan *crosslinked*

Tabel 5.15 Pengaruh suhu dan waktu deasetilasi terhadap harga *strain* membran kitosan *crosslinked* formaldehid

Suhu (°C)	Waktu			
	Nilai <i>strain</i> (%)			
	3(jam)	4(jam)	5(jam)	6(jam)
50	0,00	0,00	0,00	4,89
60	0,00	5,19	5,56	6,19
70	0,00	6,07	6,04	6,72
80	5,70	5,49	5,30	5,20
90	5,15	5,02	4,95	4,88



Gambar 5.14 Grafik pengaruh suhu dan waktu deasetilasi terhadap harga *strain* membran kitosan *crosslinked* formaldehid

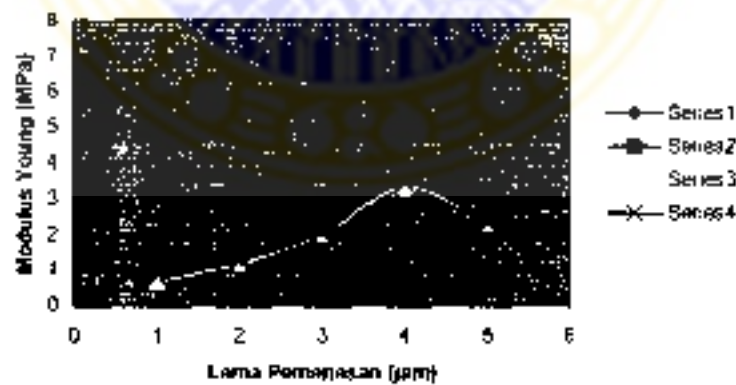
Perbedaan *tensile strength* dan *strain* secara teoritis dipengaruhi oleh kekuatan ikatan dalam polimer d-glukosamin yaitu adanya ikatan kovalen antara gugus karbonil pada formaldehid yang menghubungkan rantai-rantai polimer d-glukosamin. Jarak ikatan yang lebih dekat, menghasilkan struktur yang lebih kompak dan kuat. Hal ini menyebabkan harga *tensile strength* membran kitosan *crosslinked* formaldehid relatif lebih besar daripada membran kitosan non *crosslinked*, disamping harga *strain*-nya yang lebih rendah. Harga *strain* yang relatif rendah pada membran kitosan *crosslinked* disebabkan oleh struktur yang lebih kompak sehingga dibutuhkan gaya yang lebih besar untuk mengubah ukuran (jarak ikatan) dari polimer yang dihasilkan. Akibatnya struktur yang kompak bersifat lebih teratur dan memiliki daya tahan gaya yang relatif lebih tinggi dibandingkan membran kitosan non *crosslinked*.

5.6 Modulus Young

Modulus young merupakan perbandingan antara *tensile strength* dan *strain* pada masing-masing variasi waktu pemanasan dan konsentrasi NaOH, baik pada membran kitosan *crosslinked* maupun pada membran non *crosslinked*.

Tabel 5.16 Pengaruh konsentrasi NaOH dan lama pemanasan terhadap harga modulus young membran kitesan *non crosslinked*

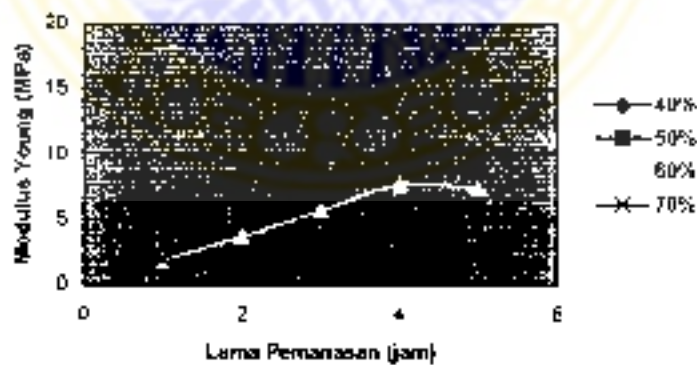
Konsentrasi NaOH	Lama Pemanasan dalam oven (jam)	Modulus Young (Mpa)
40%	1	1.01
	2	1.68
	3	4.38
	4	7.59
	5	5.29
50%	1	0.79
	2	1.15
	3	2.59
	4	3.33
	5	2.33
60%	1	0.69
	2	1.18
	3	2.03
	4	3.32
	5	2.34
70%	1	0.91
	2	1.29
	3	2.08
	4	3.48
	5	2.35



Grafik 5.15 Pengaruh lama pemanasan dan konsentrasi NaOH terhadap harga modulus young membran kitesan *non crosslinked*

Label 5.17 Pengaruh konsentrasi NaOH dan lama pemanasan terhadap harga modulus young membran kitosan *crosslinked* formaldehid

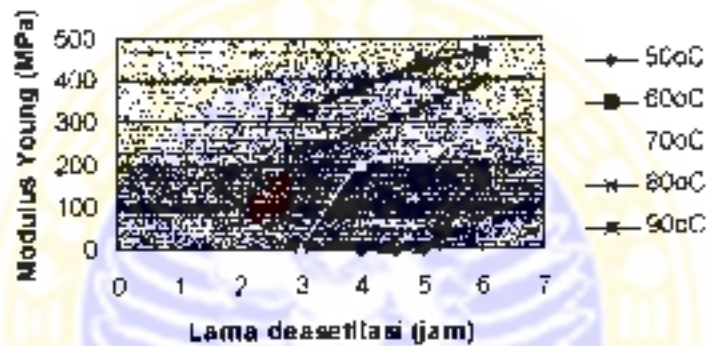
Konsentrasi NaOH	Lama Pemanasan dalam oven (jam)	Modulus Young (MPa)
40%	1	6.32
	2	8.55
	3	10.70
	4	18.71
	5	16.73
50%	1	4.91
	2	6.73
	3	8.13
	4	9.12
	5	8.72
60%	1	1.92
	2	3.72
	3	5.74
	4	7.75
	5	7.45
70%	1	1.99
	2	4.92
	3	8.04
	4	10.55
	5	10.14



Grafik 5.16 Pengaruh lama pemanasan dan konsentrasi NaOH terhadap harga modulus young membran kitosan *crosslinked* Formaldehid

Tabel 5.18 Pengaruh suhu dan waktu deasetilasi terhadap harga modulus young membran kitosan *non crosslinked*

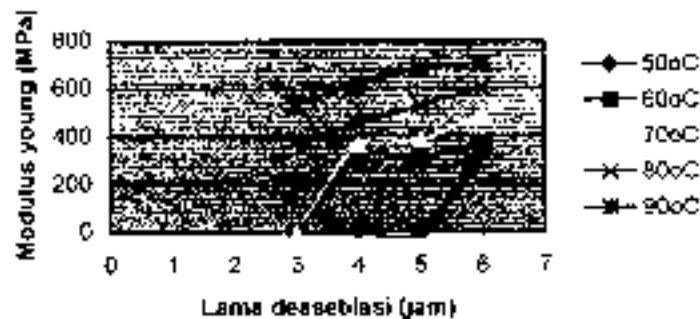
Suhu(°C)	Waktu	Nilai modulus young (MPa)			
		3(jam)	4(jam)	5(jam)	6(jam)
50		0,00	0,00	0,00	166,51
60		0,00	174,52	173,15	197,33
70		0,00	196,50	220,47	278,24
80		235,16	266,48	336,90	395,39
90		329,77	383,61	436,75	459,96



Gambar 5.17 Grafik pengaruh suhu dan waktu deasetilasi terhadap harga modulus young membran kitosan *non crosslinked*

Tabel 5.19 Pengaruh suhu dan waktu deasetilasi terhadap harga modulus young membran kitosan *crosslinked* formaldehid

Suhu(°C)	Waktu	Nilai modulus young (MPa)			
		3(jam)	4(jam)	5(jam)	6(jam)
50		0,00	0,00	0,00	339,84
60		0,00	307,64	313,85	365,26
70		0,00	365,90	385,71	494,17
80		381,20	452,78	531,98	600,83
90		532,32	618,48	683,45	704,11



Gambar 5.18 Grafik pengaruh suhu dan waktu deasetilasi terhadap harga modulus young membran kitosan *crosslinked* formaldehid

Membran dengan modulus young yang lebih tinggi mempunyai kemampuan yang lebih baik untuk mencegah terjadinya perubahan ukuran membran khususnya ukuran pori-pori, jika di kenai tekanan. Perubahan ukuran pori-pori tidak diharapkan karena akan menyebabkan penurunan harga permselectivitas membran

Pengukuran modulus young dapat dijadikan sebagai acuan mengenai kekuatan mekanik membran, karena nilai modulus young menggambarkan secara langsung kekuatan mekanik suatu benda (Tipler, 1992).

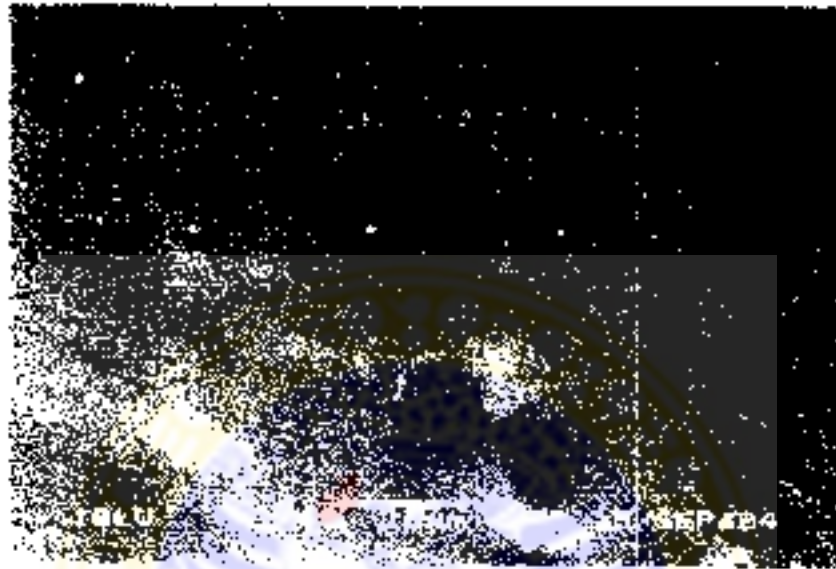
Dari hasil pengukuran ketebalan membran, *tensile strenght* dan *strain*, modulus young telah menunjukkan bahwa secara fisik membran kitosan *crosslinked* formaldehid lebih baik daripada membran kitosan *non crosslinked*.

5.7 Pengamatan *Scanning Electron Microscope* (SEM)

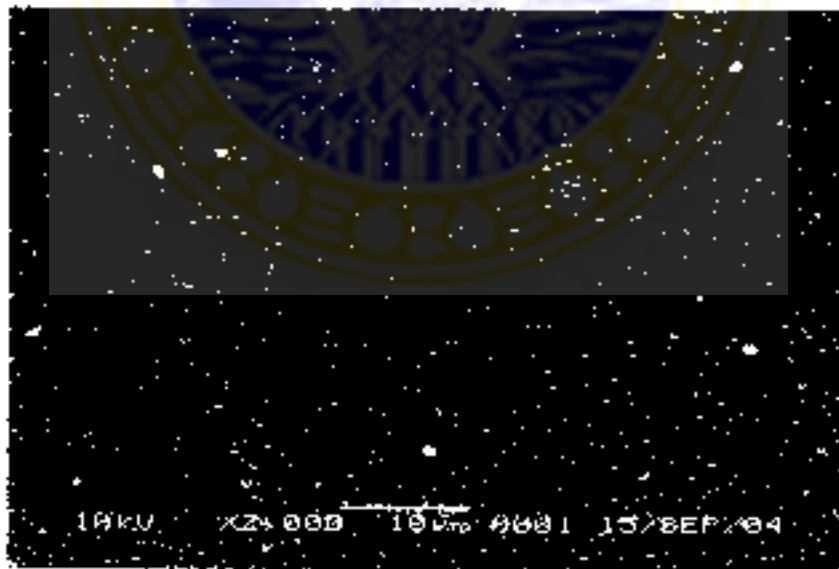
Hasil foto menunjukkan bahwa permukaan membran kitosan *crosslinked* lebih halus daripada membran kitosan *non crosslinked*. Pori-pori pada permukaan bawah membran kitosan *crosslinked* maupun *non crosslinked* relatif lebih besar daripada pori-pori atasnya. Ini berarti membran yang terbentuk adalah jenis membran asimetris

Diameter pori-pori membran kitosan *crosslinked* relatif lebih kecil daripada diameter pori-pori membran kitosan *non crosslinked*. Untuk membran kitosan *noncrosslinked*, diameter pori-pori permukaan bawahnya sebesar 0,832 μm dan diameter pori-pori permukaan bawah untuk membran kitosan *crosslinked*

sebesar $0,416 \mu\text{m}$. Adanya fenomena semacam ini membuktikan bahwa dengan *crosslinked* akan memperbanyak jaring-jaring ikatan dalam polimer sehingga memperkecil diameter pori-pori.



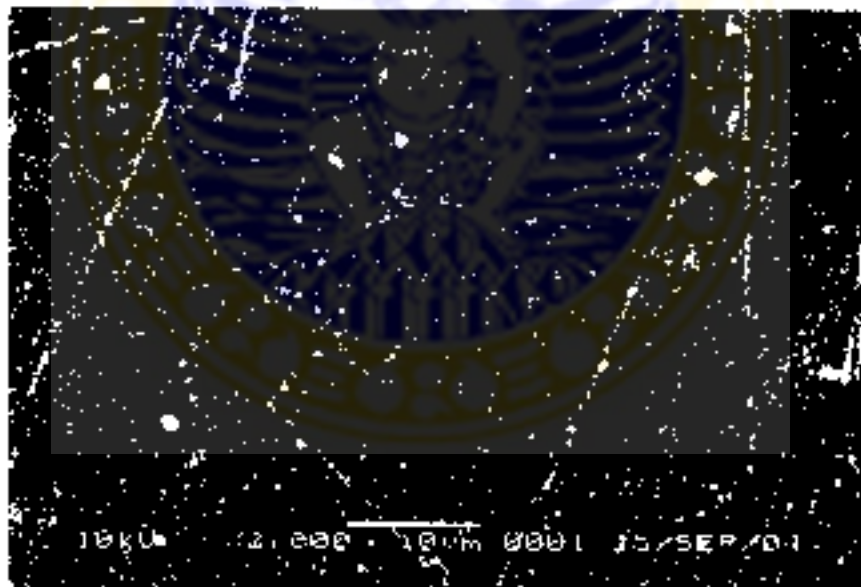
Gambar 5.19 Penampang atas membran kitosan *crosslinked* formaldehid



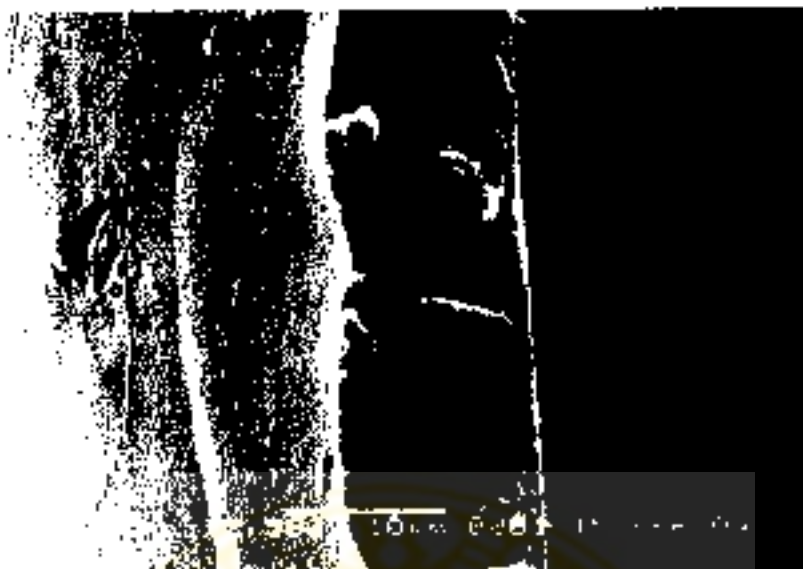
Gambar 5.20 Penampang bawah membran kitosan *crosslinked* formaldehid



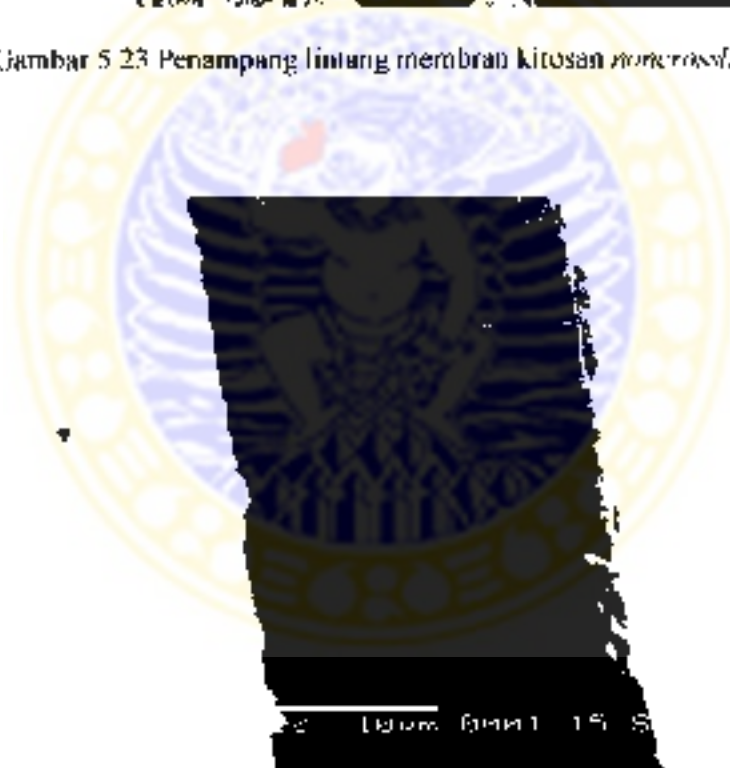
Gambar 5.21 Penampang atas membran kitosan *non crosslinked*



Gambar 5.22 Penampang bawah membran kitosan *non crosslinked*



Gambar 5.23 Penampang lintang membran kitosan *noncrosslinked*



Gambar 5.24 Penampang lintang membran kitosan *crosslinked* formaldehid

5.8 Aplikasi Membran

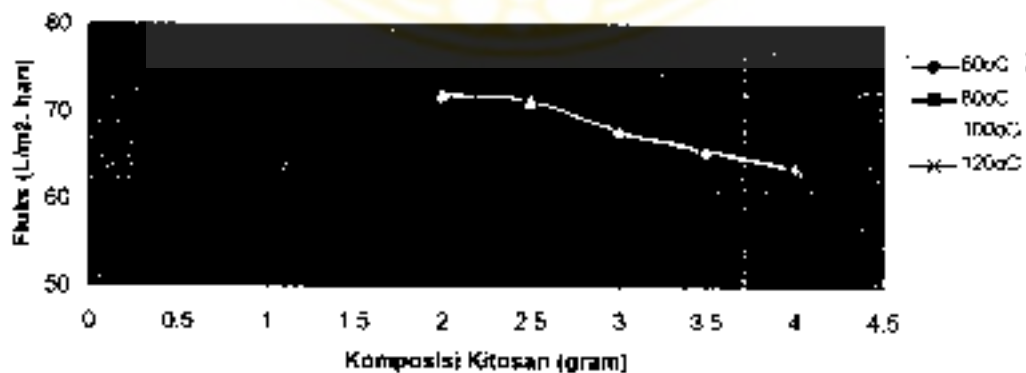
5.8.1 Membran *NonCrosslinked* Formaldehid

Kinerja membran meliputi nilai fluks dan rejeksi. Membran yang baik mempunyai fluks yang tinggi, tapi selektif. Ukuran pori dan distribusi pori pada membran menentukan nilai fluksnya, dimana semakin banyak pori maka nilai fluks semakin besar. Dilakukan terhadap larutan umpan air sumur.

Tabel 5.20 Nilai fluks tiap komposisi membran dengan variasi suhu pengeringan membran

komposisi	Nilai fluks dengan Variasi suhu pengeringan membran ($L/m^2 \cdot hari$)			
	60 ^o C	80 ^o C	100 ^o C	120 ^o C
2,000 gram / 80ml pelarut	75,47	72,93	71,97	70,59
2,500 gram / 80ml pelarut	66,35	70,70	71,35	68,68
3,000 gram / 80ml pelarut	64,76	68,68	67,83	66,66
3,500 gram / 80ml pelarut	62,21	66,35	65,71	64,22
4,000 gram / 80ml pelarut	61,46	64,22	63,69	62,74

Grafik Nilai Fluks



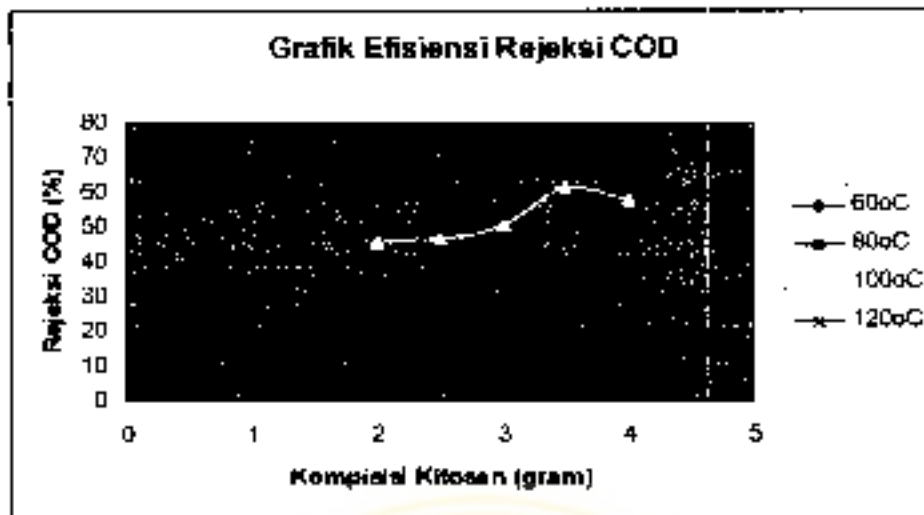
Gambar 5.25 Nilai fluks tiap komposisi membran dengan variasi suhu pengeringan membran

Nilai fluks terbesar terjadi pada membran dengan komposisi kitosan 2.000 gr : 80 ml pelarut, yaitu 75,47 L/m^2 hari. Semakin banyak polimer yang ditambahkan maka kerapatan pori semakin tinggi karena ikatan antar kitosan yang terbentuk semakin rapat. Sedang pada 2.000 gr : 80ml pelarut komposisi polimernya lebih sedikit dengan membran lainnya maka kerapatan pori semakin kecil sehingga nilai fluks semakin besar. Dan hal ini mungkin disebabkan karena komposisi polimernya sedikit maka derajat ikatan yang terjadi lebih rendah dan porositasnya besar.

Pada variasi suhu pengeringan pada membran nilai fluks tidak terpengaruh, hal ini disebabkan karena jumlah asam asetat yang digunakan pada masing-masing komposisi besarnya sama sehingga porositas relatif sama.

Tabel 5.21 Rejeksi COD tiap komposisi membran dengan variasi suhu pengeringan membran

komposisi	Nilai rejeksi COD dengan Variasi suhu pengeringan membran (%)			
	60 ^o C	80 ^o C	100 ^o C	120 ^o C
2.000 gram : 80ml pelarut	52,08	49,43	45,68	38,00
2.500 gram : 80ml pelarut	54,17	52,87	46,91	50,00
3.000 gram : 80ml pelarut	62,50	60,95	50,62	56,00
3.500 gram : 80ml pelarut	66,67	73,37	61,73	66,00
4.000 gram : 80ml pelarut	64,58	64,37	58,03	62,00



Gambar 5.26 Rejeksi COD tiap komposisi membran dengan variasi suhu pengeringan membran

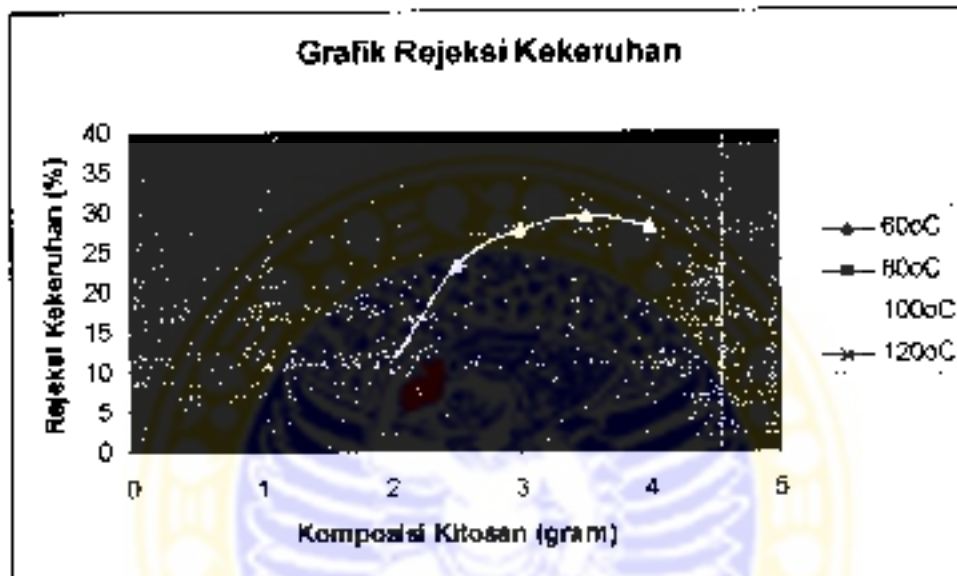
Dari grafik, terlihat rata-rata semakin besar komposisi kitosan yang digunakan semakin besar pula koefisien rejeksi CODnya. Semakin besar komposisi kitosan, maka kerapatan pori dari membran semakin besar pula, sehingga zat-zat organik yang terdapat dalam permeat semakin sedikit. Oleh karena itu koefisien rejeksi dari COD semakin besar.

Dari grafik, terlihat pada membran dengan komposisi kitosan 3,500 gr / 80 ml pelarut dengan berbagai variasi suhu pengeringan membran didapatkan nilai rejeksi COD yang paling tinggi, tetapi pada penelitian ini nilai rejeksi COD paling tinggi terdapat pada komposisi kitosan 3,500 gr / 80 ml pelarut dengan suhu pengeringan membran 80°C. Pada komposisi 4,000 gr / 80 ml pelarut rata-rata nilai rejeksi COD mengalami penurunan, hal ini disebabkan pada komposisi 3,500 gr / 80 ml pelarut kitosan sudah optimum pembentukan ikatannya

Tabel 5.22 Rejeksi Kekeruhan tiap komposisi membran dengan variasi suhu pengeringan membran

komposisi	Nilai rejeksi kekeruhan dengan variasi suhu pengeringan membran (%)			
	60° C	80° C	100° C	120° C
2,000 gram / 80ml pelarut	16,95	10,77	10,86	10,63
2,500 gram / 80ml pelarut	18,69	12,94	23,28	16,31

3.000 gram / 80ml pelarut	19,97	25,81	27,67	21,74
3.500 gram / 80ml pelarut	22,51	33,54	29,62	25,00
4.000 gram / 80ml pelarut	21,95	31,86	28,27	23,91



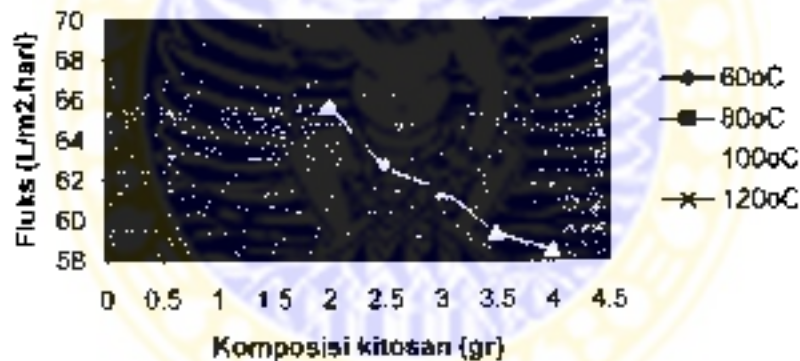
Gambar 5.27 Rejeksi Kekeruhan tiap komposisi membran dengan variasi suhu pengeringan membran

Dari grafik dapat dilihat bahwa nilai rejeksi pada komposisi kitosan 3,500 gr / 80 ml pelarut rata-rata paling tinggi dengan berbagai variasi suhu pengeringan membran dan komposisi kitosan 4,000 gr / 80 ml pelarut nilai rejeksi lebih rendah Hal ini disebabkan distribusi pori-pori membran dengan komposisi 4,000 gr / 80 ml pelarut lebih banyak daripada membran dengan komposisi kitosan 3,500 gr / 80 ml pelarut, maka partikel-partikel kecil banyak yang mampu melewati pori-pori membran komposisi kitosan 4,000 gr / 80 ml pelarut sehingga kadar kekeruhan permeatnya masih besar.

5.8.2 Membran *Crosslinked* Formaldehid

Tabel 5.23 Nilai fluks tiap komposisi membran *crosslinked* dengan variasi suhu pengeringan membran

komposisi	Nilai fluks dengan Variasi suhu pengeringan membran ($\text{L}/\text{m}^2.\text{hari}$)			
	60 ^o C	80 ^o C	100 ^o C	120 ^o C
2,000 gram / 80ml pelarut	66,35	67,83	65,71	66,66
2,500 gram / 80ml pelarut	63,69	64,22	62,74	62,21
3,000 gram / 80ml pelarut	61,99	61,46	61,46	61,57
3,500 gram / 80ml pelarut	60,79	59,66	59,45	60,83
4,000 gram / 80ml pelarut	60,19	59,45	58,49	60,19

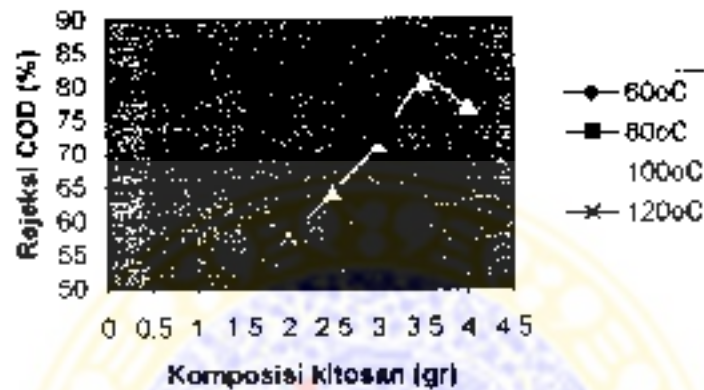


Gambar 5.28 Nilai fluks tiap komposisi membran *crosslinked* dengan variasi suhu pengeringan membran

Tabel 5.24 Rejeksi COD tiap komposisi membran *crosslinked* dengan variasi suhu pengeringan membran

komposisi	Nilai rejeksi kekeruhan dengan variasi suhu pengeringan membran (%)			
	60 ^o C	80 ^o C	100 ^o C	120 ^o C
2,000 gram / 80ml pelarut	59,24	61,72	57,47	56,99
2,500 gram / 80ml pelarut	64,19	69,14	64,37	65,99

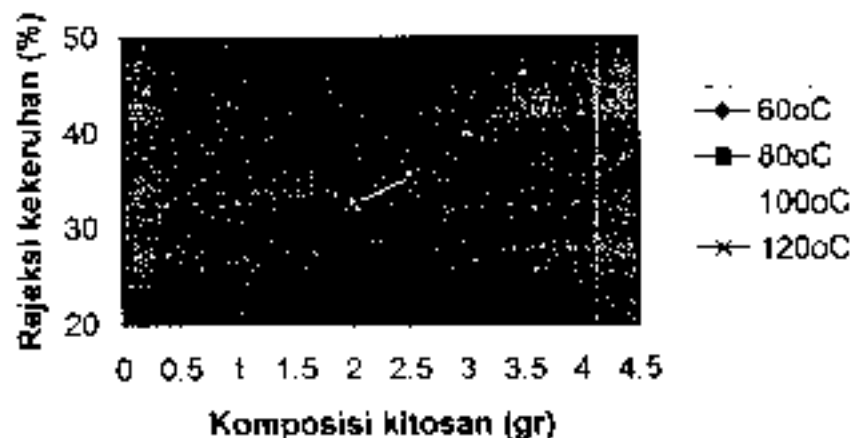
3.000 gram / 80ml pelarut	72,84	75,31	71,26	71,98
3.500 gram / 80ml pelarut	76,54	83,95	80,46	77,72
4.000 gram / 80ml pelarut	71,60	79,01	77,01	70,69



Gambar 5.29 Rejeksi COD tiap komposisi membran *crosslinked* dengan variasi suhu pengeringan membran

Tabel 5.25 Rejeksi Kekeruhan tiap komposisi membran *crosslinked* dengan variasi suhu pengeringan membran

komposisi	Nilai rejeksi kekeruhan dengan variasi suhu pengeringan membran (%)			
	60 ^o C	80 ^o C	100 ^o C	120 ^o C
2.000 gram / 80ml pelarut	32,56	33,03	32,61	32,19
2.500 gram / 80ml pelarut	35,66	35,69	35,49	35,04
3.000 gram / 80ml pelarut	40,31	41,51	40,61	40,72
3.500 gram / 80ml pelarut	47,29	47,95	46,92	46,91
4.000 gram / 80ml pelarut	44,96	42,12	42,61	42,64



Gambar 5.30 Rejeksi kekeruhan tiap komposisi membran *crosslinked* dengan variasi suhu pengeringan membran

Secara umum terlihat bahwa dengan proses *crosslinked* formaldehid terhadap membran kitosan akan menurunkan nilai fluks dan menaikkan rejeksi. Hal ini disebabkan karena dengan proses *crosslinked* akan membuat pori-pori membran lebih rapat. Hal ini juga didukung dari data *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan sifat mekanik membran *crosslinked* yang lebih baik.

Kenaikan komposisi kitosan akan menurunkan nilai rejeksi tetapi menurunkan fluks. Tetapi setelah kitosan 3,5 gram terjadi kebalikannya, hal ini karena pada komposisi kitosan di atas 3,5 gram pelarutan tidak sempurna sehingga pori yang terjadi lebih besar.

Suhu pengeringan membran kitosan terbaik yaitu 80°C, diperoleh nilai rejeksi tertinggi untuk COD sebesar 83,95% pada komposisi 3,5 gram/80ml pelarut. Untuk kekeruhan diperoleh maksimum pada kondisi yang sama dengan nilai rejeksi sebesar 47,95%.

Dari hasil penelitian diperoleh bahwa limbah kulit rajungan potensial untuk digunakan sebagai membran kitosan melalui *crosslinked* dengan formaldehid. Membran yang dihasilkan termasuk membran mikrofiltrasi yang dapat digunakan untuk penjernihan air sumur. Penggunaan untuk keperluan lain dapat dilakukan dengan melakukan *crosslinked* yang lebih efektif.

BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

6.1 Kesimpulan

1. Kitosan dapat diperoleh dan isolasi kitin kulit rajungan, kemudian dilakukan transformasi dengan deasetilasi kitin menjadi kitosan
2. Konsentrasi NaOH, suhu dan lama pemanasan berpengaruh terhadap derajat deasetilasi
3. Peningkatan derajat deasetilasi meningkatkan harga *tensile strength*, modulus young tetapi menurunkan *strain*.
4. *Crosslinked* membran kitosan dengan formaldehid dapat memperbaiki sifat mekanik membran.
5. Membran kitosan *noncrosslinked* mempunyai harga *tensile strength* terbesar 27,06 MPa pada konsentrasi NaOH 41%. Setelah *dicrosslinked* diperoleh *tensile strength* sebesar 69,6%.
6. Membran kitosan yang diperoleh mempunyai permukaan atas lebih halus daripada permukaan bawah. Pori bagian atas lebih kecil daripada pori bagian bawah (struktur asimetri).
7. *Crosslinked* dapat memperkecil pori-pori membran kitosan
8. *Crosslinked* akan menaikkan rejeksi membran dan menurunkan fluks
9. Rejeksi COD terbesar 83,95%, kekeruhan 47,95%
10. Klasifikasi membran hasil penelitian diperoleh membran mikrofiltrasi

6.2 Saran

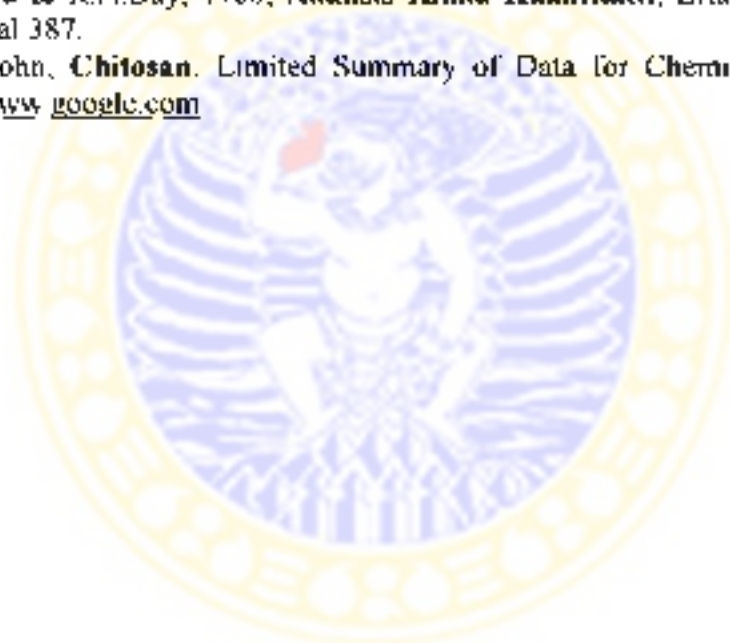
Untuk peningkatan sifat mekanik yang optimal dicoba bahan *noncrosslinked* yang fungsionalitas tinggi, yang diharapkan memberikan pori membran yang lebih kecil.



DAFTAR PUSTAKA

- Acosta, N, et al. 1994. "Extraction and Characterization of Chitin from Crustaceans". **Bio Assay and Bio Energy**, Vol 5, no 2, page 14-20.
- Anonim, 1998., **A Natural Product For The 21st Century**, Seaborn.
- Adiarto, T., 1996, **Pengolahan Limbah Elektroplating Dengan Membran Komposit**. Tesis. Program magister Kimia, Program Pascasarjana.. ITB, Bandung. 1-15
- Arisandy, C , 1998, **Pengaruh Kedudukan Gugus Fungsi dan Subu Terhadap Reaksi Polimerisasi Antarmuka Pada Pembastan Membran komposit**, Skripsi, Jurusan Kimia, Universitas Airlangga, Surabaya. Hala 1-10.
- Barnes. R D., 1982. **Invertebrate Zoology**. Fourth Edition, W. D. Saunders company, Philadelphia.
- Clark. R D. 1972, **Illustrated Encyclopedia of The Animal Kingdom**, Kondo H and Tesar, J. E, The Danbury Press, Advivvion of Grolier Enterprises Inc, USA
- Darmono. 1991, **Budidaya Udang Penaeus**, Penerbit Kanisius, Yogyakarta.
- Fessenden, RJ and Fessenden., J S , 1995, **Kimia Organik**, jilid 2, Edisi ketiga, Penerbit Erlangga, Jakarta.
- Halliday, R , 1991. **Physics**, 3rd Ed, John Wiley & Sons, Inc, USA.
- Hartati, F K., Susanto, T., Raklamadiono, S, Adi. S.L., 2002. **Faktor-Faktor Yang Berpengaruh Terhadap Tahap Deproteinasi Menggunakan Enzim Protease Dalam Kitin Dari Cangkang Rajungan (*Portunus pelagicus*)**. Biosain, Vol 2, No 1. www.google.com
- Howling. I Graeme, dkk., 2002, **The Effect of Chitin and Chitosan on Fibroblast-Populated Collagen Lattice Contraction**, www.google.com
<http://www.google.com>, faktor-faktor yang berpengaruh terhadap deproteinasi.jean claude.2000
<http://www.kompas.com/kompas-cetak/0208/16jateng/raju26.htm>
<http://www.jafra.gr.jp/kitin-c.html>
<http://www.pkukmweb.ukm.my/~mbz/kitosan/penamaan.html>
<http://www.sinarharapan.com>
- Irawan, B & Rosmanida, 1999, **Metode terapan Ekstraksi Kitosan Dari Udang Windu, Berkala Ilmiah Kependudukan**, Vol 1, no 2, Hal 66-71
- J. Bandrup & E.H Immergut. 1989, **Polymer Handbook**, John Wiley and Sons. 3rd Ed. New York
- Kesting. R.E , 1971, **Syathetic Polymeric Membranes**, 1st Ed. Mc Graw-Hill Book Company, New York, page 5-20
- Khan, Ahmad, dkk, 2002, **Reporting Degree of Deacetylation Values In Chitosan: The Influence of Analytical Methods**, J Pharma Pharmaceut Sci, www.ualberta.ca
- Khopkar, S , M , 1990, **Konsep Dasar Kimia Analitik**, Universitas indonesta Press, Jakarta, hal 235-238
- Montgomery, D. C., **Design and Analysis Of Experiments**, John Wiley and Sons. New York. page 197-199

- Muzarelli, R & Peter, M, 1997, **Chitin Handbook**, European Chitin Society, Italy, page 131-132
- Nuriah & Unik, S., 2003, **Studi Pervaporasi Sistem Isopropanol-Air Menggunakan Membran Campuran Chitosan/PVA (Formaldehid-H₂SO₄ Crosslinked)**, Skripsi Teknik Kimia FTI ITS, Surabaya.
- Silfianita & Syahrir, 2002, **Pembuatan Membran Chitosan dan Aplikasinya Untuk Mengurangi Kadar Cr (VI) Dalam Air Limbah**, Skripsi Teknik Kimia FTI ITS, Surabaya.
- Shepherd R, Reader, S, Falshaw, 1997, 1997, **Chitosan Function Properties**, *Glycoconjugate Journal* 14:535-542, www.google.com
- Suhardi, 1992, **Khitin dan Khitosan**, Pusat Antar Universitas Pangan dan Gizi, Universitas Gadjadara, Yogyakarta.
- Soim, A, 1997, **Pembesaran Kepiting**, Penerbit Swadaya, Jakarta, Hal 8-11.
- Stevens P., Malcolm, 2001, **Kimia Polimer**, PT. Paramita, Jakarta
- _____, **The Sorbent: Chitin, Chitosan and Derivates**, www.google.com
- Underwood & R.A.Day, 1986, **Analisis Kimia Kuantitatif**, Erlangga, Jakarta, Hal 387.
- Walker, John, **Chitosan**, Limited Summary of Data for Chemical Selection, www.google.com



Lampiran 1

Penyiapan larutan

Pembuatan larutan NaOH NaOH 70%, 60%, 50%, dan 40%

Untuk membuat larutan NaOH 70% dapat dilakukan dengan cara menimbang NaOH sebanyak 70 gr. kemudian dilarutkan ke dalam gelas beker. tunggu sampai larutan mendingin, dan masukkan ke dalam labu ukur 100 ml dan ditambahkan akuades sampai tanda batas. Demikian juga untuk larutan NaOH 60%, 50% dan 40%.

Pembuatan larutan HCl 1N

Pembuatan larutan dilakukan dengan mengambil 9,86 ml HCl 37% dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan sampai tanda batas.

Pembuatan larutan asam asetat 0,75%

Diambil 0,76 ml asam asetat 98%, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan sampai tanda batas.

Pembuatan larutan formaldehid 0,01%

Diambil 2,7 ml larutan formaldehid 37%, dimasukkan dalam labu ukur 1000 ml dan diencerkan sampai tanda batas.

Lampiran 2.

Perhitungan Derajat Deasetilasi Kitin

❖ Perhitungan Derajat deasetilasi (DD) Kitosan dengan NaOH 60%:

$$\begin{aligned}
 T_{O_{hidroksil}} &= 72,00 \% \\
 T_{O_{amida}} &= 56,00 \% \\
 T_{Induktal} &= 36,00 \% \\
 T_{amida} &= 42,00 \% \\
 A_{hidroksil} &= \log (T_{O_{hidroksil}} / T_{Ind}) \\
 &= \log (72,00 / 36,00) \\
 &= 0,3010
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 A_{amida} &= \log (T_{O_{amida}} / T_{amida}) \\
 &= \log (56,00 / 42,00) \\
 &= 0,1249
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 DD \text{ Kitosan} &= 100 - [(A_{amida} / A_{hidroksil}) \times 115] \\
 &= 100 - [(0,1249 / 0,3010) \times 115] \\
 &= 52,28\%
 \end{aligned}$$

❖ Perhitungan Derajat deasetilasi (DD) Kitosan dengan NaOH 40%:

$$\begin{aligned}
 T_{O_{hidroksil}} &= 27,00 \% \\
 T_{O_{amida}} &= 18,00 \% \\
 T_{Induktal} &= 7,00 \% \\
 T_{amida} &= 13,00 \%
 \end{aligned}$$

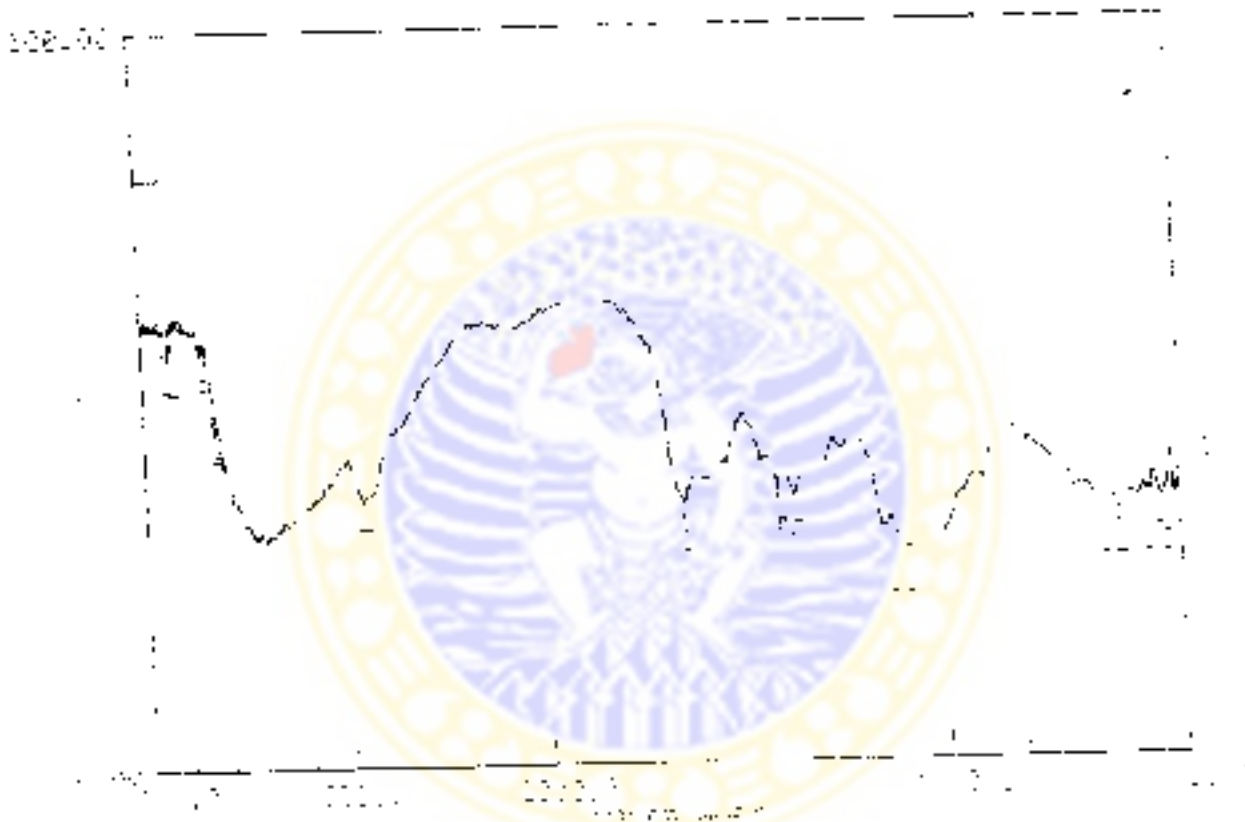
$$\begin{aligned}
 A_{Induktal} &= \log (T_{O_{Induktal}} / T_{Ind}) \\
 &= \log (27,00 / 7,00) \\
 &= 0,5863
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 A_{amida} &= \log (T_{O_{amida}} / T_{amida}) \\
 &= \log (18,00 / 13,00) \\
 &= 0,1413
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 DD \text{ Kitosan} &= 100 - [(A_{amida} / A_{Induktal}) \times 115] \\
 &= 100 - [(0,1413 / 0,5863) \times 115] \\
 &= 72,28\%
 \end{aligned}$$

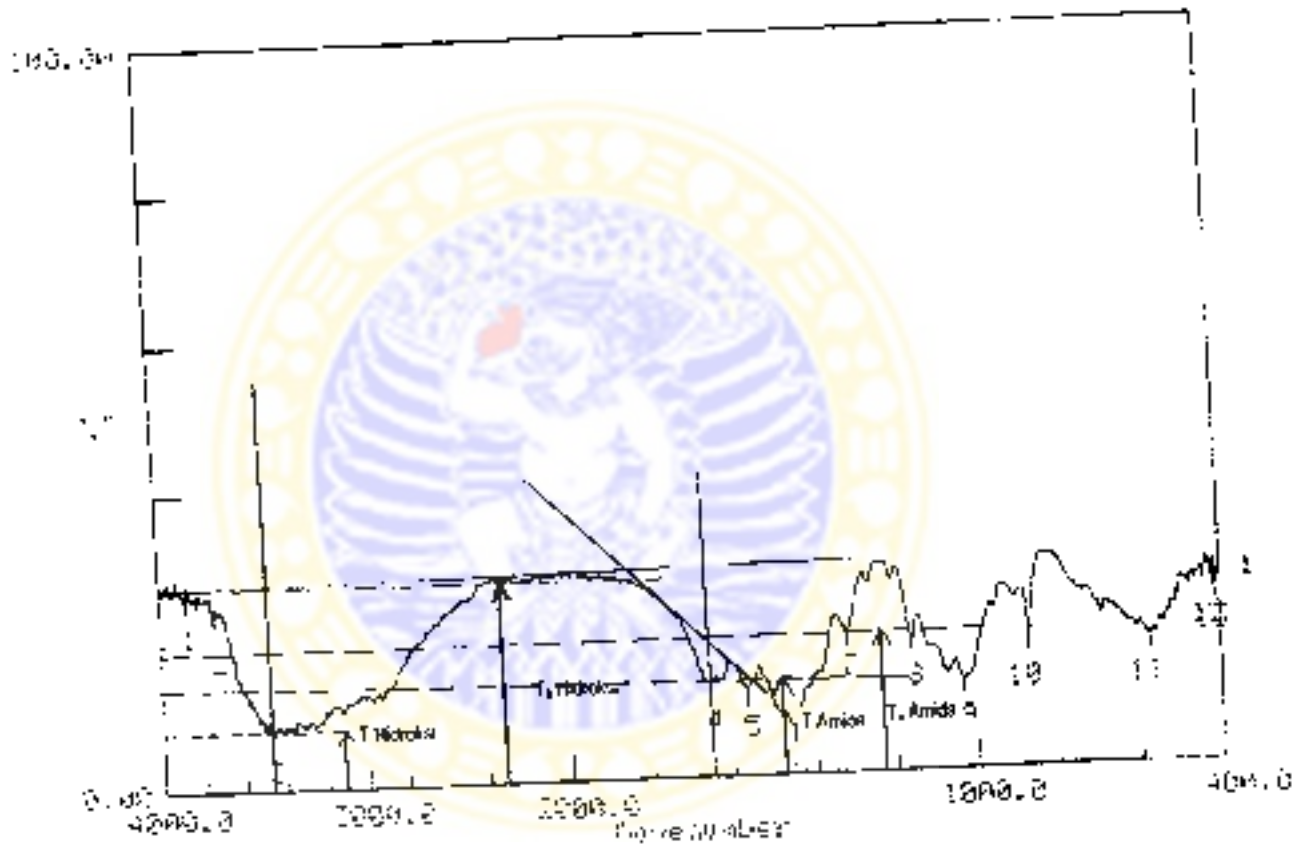
Lampiran 3
FT-IR Kitosan

1000 FTIR-0000
 Date: 2014-06-24 11:10
 File Name: 1
 Name: kitosan (FTIR kitosan)
 Resolution: 4
 Scan: 400
 Gain: 1
 Amplification: 10



Wavenumber (cm⁻¹)	Assignment
3400	O-H stretching
2900	C-H stretching
1650	Amide I band
1550	Amide II band
1450	C-O stretching
1050	C-O stretching

JMS00 FT.11F-5700
 Date : 04-06-09 11:20
 File Name :
 Sample Name: KITOSAN.A
 Resolution : 4
 Scans : 16
 Gain : 20
 Repetition: 08



Total Ion
 Peak 120.50 10000 0.00 0.00 1.00

Peak table

1:	3871.48	25.80	2:	7034.51	22.50	3:	3446.79	7.60
4:	1653.14	12.40	5:	1582.48	11.50	6:	1442.67	6.30
7:	1315.57	13.10	8:	1157.39	17.60	9:	1030.88	12.00
10:	868.17	17.80	11:	510.98	17.00	12:	418.88	24.60
13:	627.02	20.80						

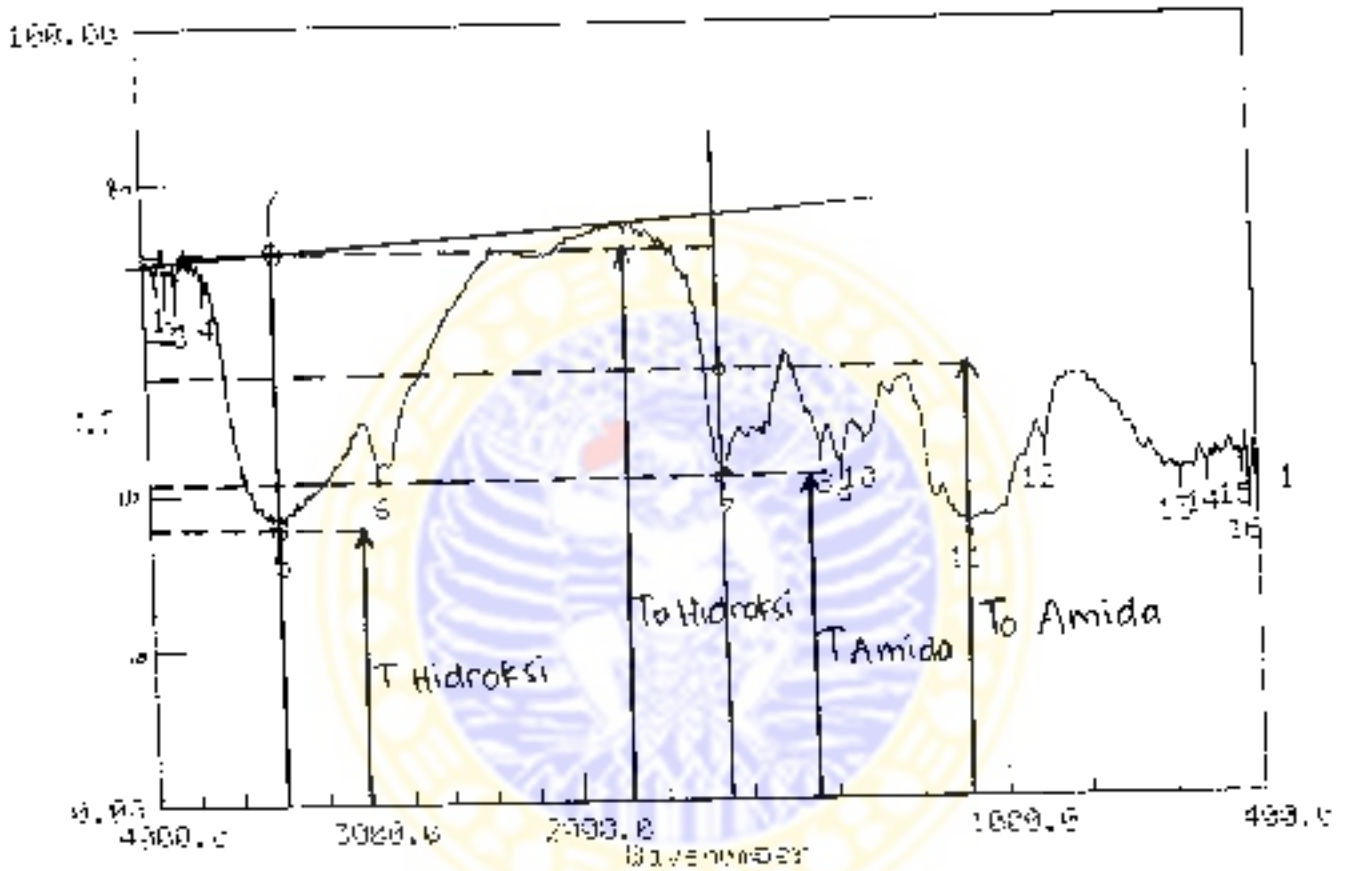
(Lampiran 17) (Lampiran 18)
 (Lampiran 19) (Lampiran 20)
 (Lampiran 21) (Lampiran 22)
 (Lampiran 23) (Lampiran 24)
 (Lampiran 25) (Lampiran 26)
 (Lampiran 27) (Lampiran 28)



Gambar 1.1. Grafik perbandingan hasil uji coba produk...
 (Lampiran 29) (Lampiran 30)

No	Uji Coba	Skor	Nilai	Uji Coba	Skor	Nilai
1	Uji Coba I	85,00	85,00	14	85,00	85,00
2	Uji Coba II	85,00	85,00	15	85,00	85,00
3	Uji Coba III	85,00	85,00	16	85,00	85,00
14	Uji Coba XIV	85,00	85,00	17	85,00	85,00
15	Uji Coba XV	85,00	85,00	18	85,00	85,00

14600 57 IR-5300
 Date : 04.06.07 11:00
 File Name :
 Sample Name: K17054N.63
 Resolution : 4
 Scan : 10
 Gain : 5
 HFOCization: 03



Condition
 speed: 100.00 lower 0.00 depth 2.20

Peak table

1:	3944.78	69.01	2:	3902.35	66.01	3:	3854.12	65.61
4:	3722.95	66.51	5:	3400.81	36.01	6:	2974.35	43.21
7:	1653.14	42.11	8:	1419.74	40.51	9:	1373.37	41.71
10:	1319.43	46.11	11:	1074.45	35.41	12:	898.98	40.01
13:	878.70	41.11	14:	515.04	40.01	15:	437.88	43.01
16:	413.53	38.41						

Lampiran 4

Cara Perhitungan Rejeksi

Cara perhitungan : Kadar COD

$$\frac{mg}{lt} (COD) = \frac{(a-b)N \cdot 8000}{ml_{sampel}}$$

Dengan : a = mL FAS untuk blanko

b = mL FAS untuk sampel

N = normalitas FAS

Cara perhitungan : Efisiensi rejeksi

$$R = (1 - C_p / C_1) \times 100\%$$

Dengan : R = efisiensi rejeksi (%)

C_p = konsentrasi zat terlarut dalam permeat (M, mol, N)

C_1 = konsentrasi zat terlarut dalam umpan (M, mol, N)

Contoh Perhitungan:

Kadar COD:

- Volume rata-rata titran untuk blanko = 4,90 ml
- Volume titran untuk sampel = 3,30ml
- N FAS = 0,0289 N

$$\text{Kadar COD} = 4,90 - 3,30 \times 0,0289 \times 8000 / 10 \text{ ml}$$

$$= 36,992 \text{ mg/Lt}$$

Rata-rata Kadar COD sebelum dilewatkan membran = 36,992 mg/lt

Kadar COD setelah dilewatkan membran = 18,496 mg/lt

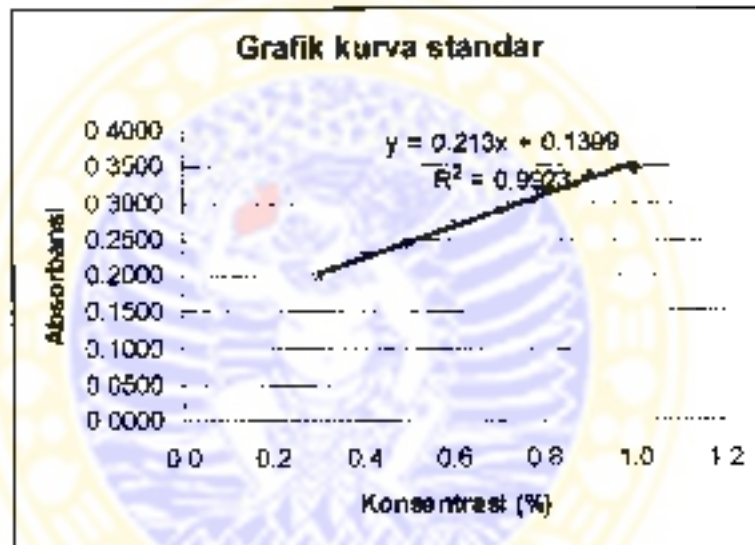
$$R = (1 - 18,496/36,992) \times 100\%$$

$$50,00\%$$

Lampiran 5

Absorbansi larutan standar kitosan

Konsentrasi (%)	Absorbansi
0.3	0.2007
0.4	0.2284
0.5	0.2443
0.6	0.2673
0.7	0.2884
0.8	0.3154
0.9	0.3374
1.0	0.3450



**PENGARUH LAMA PEMANASAN DAN KONSENTRASI NAOH
TERHADAP KEKUATAN MEKANIK MEMBRAN KITOSAN
RAJUNGAN (*Portunus pelagicus*) *CROSSLINKED* FORMALDEHID**



Menyetujui
Dosen Pembimbing

Pembimbing I,

Pembimbing II,

Drs. Tokok Adiarto, M.Si.
NIP. 131 878 368

Drs. Budi Prasetyo, M.T.
NIP. 131 570 353

**PENGARUH LAMA PEMANASAN DAN KONSENTRASI NaOH
TERHADAP KEKUATAN MEKANIK MEMBRAN KITOSAN
RAJUNGAN (*Portunus pelagicus*) *CROSSLINKED* FORMALDEHID**

Djudjuk Sukandjati

ABSTRAK

Membran Kitosan berhasil disintesis dari kitin yang diekstraksi dari kulit rajungan guna memenuhi kebutuhan proses pemisahan mikro filtrasi, selain itu juga sebagai upaya peningkatan nilai tambah ekonomi. Ekstraksi kitosan meliputi tahap deproteinasi, demineralisasi, depigmentasi dan deasetilasi. Perubahan membran kitosan dilakukan melalui proses inversi fasa dengan penguapan pelarut. Dilakukan variasi lama pemanasan dan konsentrasi NaOH serta *crosslinked* formaldehid terhadap membran kitosan yang dibuat guna memperoleh membran kitosan dengan kekuatan mekanik yang besar, agar tidak mengalami deformasi struktur saat diberikan tekanan terhadapnya. Parameter ketebalan membran, *tensile strength*, dan *strain* diuji pada membran sebagai besaran penentu kekuatan mekaniknya.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa lama pemanasan membran dalam oven berpengaruh terhadap ketebalan membran yang dihasilkan. Konsentrasi NaOH berpengaruh terhadap Derajat Deasetilasi (DD) dari kitosan yang dihasilkan dan DD mempengaruhi nilai *tensile strength* dan *strain* membran kitosan. Lama pemanasan dan konsentrasi NaOH optimum terletak pada variasi 4 jam dan NaOH 40% yaitu 69,60 MPa untuk nilai *tensile strength* membran kitosan *crosslinked* dan 27,06 MPa untuk *tensile strength* membran kitosan *non crosslinked*. Sedangkan nilai *strain* pada variasi optimum yang juga berada pada variasi 4 jam dan NaOH 40% sebesar 3,55% dan 3,71% untuk nilai *strain* membran kitosan *non crosslinked*.

Perlakuan *crosslinked* dengan formaldehid terhadap membran kitosan akan memperkuat ikatan rantai dalam polimer membran kitosan dan memperkecil diameter pori membran kitosan. Sehingga akan diperoleh membran kitosan yang memiliki kekuatan mekanik yang besar dengan harga Modulus Young 19,61 MPa untuk membran kitosan *crosslinked* dan 7,29 MPa untuk membran kitosan *non crosslinked*.

Kata kunci : membran kitosan, *crosslinked* formaldehid, derajat deasetilasi, *tensile strength*, *strain*, modulus young.

**PENGARUH SUHU DAN WAKTU DEASETILASI TERHADAP
KEKUATAN MEKANIK MEMBRAN KITOSAN RAJUNGAN
(*Portunus pelagicus*) *CROSSLINKED* FORMALDEHID**



Oleh :
CITRA ERYANDHINI
080012122

Menyetujui
Dosen Pembimbing

Pembimbing I,

Pembimbing II,

Drs. Tokok Adiarto, M.Si.
NIP. 131 878 368

Drs. Handoko D.K., MSc
NIP. 131 801 399

**PENGARUH SUHU DAN WAKTU DEASETILASI TERHADAP
KEKUATAN MEKANIK MEMBRAN KITOSAN RAJUNGAN
(*Portunus pelagicus*) *CROSSLINKED* FORMALDEHID**

Citra Eryandhini

ABSTRAK

Kitosan dibuat dari limbah kulit rajungan melalui beberapa tahap yaitu deprotemasi, demineralisasi, depigmentasi dan deasetilasi. Pembuatan membran kitosan dilakukan melalui proses inversi fasa dengan penguapan pelarut. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh suhu dan waktu deasetilasi terhadap sifat mekanik membran kitosan, serta mengetahui pengaruh *crosslinking* membran dengan formaldehid. Karakterisasi membran yang dilakukan meliputi ketebalan dan morfologi membran, *tensile strength*, *strain* dan modulus young.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa suhu dan waktu deasetilasi kitin tidak mempengaruhi ketebalan membran. Suhu dan waktu mempengaruhi nilai *tensile strength*, *strain* dan modulus young membran kitosan. Makin tinggi suhu dan makin lama waktu deasetilasi kitin, nilai *tensile strength* dan modulus membran makin tinggi, tetapi nilai *strain* lebih rendah. Suhu dan waktu deasetilasi yang menghasilkan sifat mekanik yang baik yaitu pada suhu 90°C selama 6 jam dengan nilai *tensile strength* 33,24 MPa, *strain* 7,23 %, modulus young 459,96 MPa.

Crosslinking membran dengan formaldehid, menghasilkan membran dengan sifat mekanik yang lebih baik. Nilai *tensile strength* dan modulus young membran *crosslinked* formaldehid lebih besar dibanding membran kitosan *noncrosslinked*, sedangkan *strain* membran *crosslinked* formaldehid lebih kecil. Membran *crosslinked* formaldehid pada suhu deasetilasi 90°C selama 6 jam mempunyai nilai *tensile strength* 34,36 MPa, *strain* 4,88 %, modulus young 704,11 MPa.

Kata kunci: membran kitosan, *crosslinked* formaldehid, derajat deasetilasi, *tensile strength*, *strain*, modulus young

**PEMANFAATAN MEMBRAN KITOSAN YANG DIBUAT DARI
KULIT RAH'NGAN (*Portunus pelagicus*) UNTUK
PENYARINGAN AIR SUMUR**

Oleh :

RISWANTI
080012260



Menyetujui
Dosen Pembimbing

Pembimbing I,

Pembimbing II,

Drs. Tokok Adiarto, M.Si.
NIP. 131.878.368

Drs. Budi Prasetyo, M.T.
NIP. 131.570.353

**PEMANFAATAN MEMBRAN KITOSAN YANG DIBUAT DARI
KULIT RAJUNGAN (*Portunus pelagicus*) UNTUK
PENYARINGAN AIR SUMUR**

Riswanti

ABSTRAK

Harga permeabilitas dan permselektivitas membran dipengaruhi oleh karakteristik membran tersebut. Membran yang merupakan suatu polimer dapat disintesis dari berbagai monomer. Jenis polimer yang digunakan pada penelitian ini adalah kitosan yang berasal dari kulit rajungan. Penelitian ini bertujuan untuk mencari kondisi optimum pembuatan membran kitosan untuk proses pengurangan kadar COD dan kekeruhan. Kitosan diperoleh melalui isolasi kitin dari kulit rajungan kemudian proses transformasi kitin menjadi kitosan melalui tahap deasetilasi. Sintesis membran dilakukan melalui proses inversi fasa. Variasi dilakukan terhadap komposisi kitosan dan pengeringan membran. Karakterisasi membran tersebut meliputi ketebalan, fluks, rejeksi COD dan rejeksi kekeruhan. Hasil penelitian secara umum menunjukkan semakin banyak komposisi kitosan nilai fluks semakin menurun, meskipun harga rejeksinya naik. Variasi komposisi kitosan mempengaruhi nilai fluks dan nilai rejeksi COD serta rejeksi kekeruhan, tetapi variasi suhu pengeringan membran tidak mempengaruhi. Hasil terbaik didapat dari membran dengan komposisi 3,500 gram/80 ml. pelarut dengan suhu pengeringan membran 80 °C. Hasil optimum yang dihasilkan dari kondisi tersebut adalah fluks 66,35 L/m² hari dan nilai rejeksi COD 73,37 % serta nilai rejeksi kekeruhan 33,54 %.

Kata kunci: Kitosan, COD, kekeruhan, fluks, rejeksi, variasi komposisi, variasi suhu pengeringan.