

## BAB IV

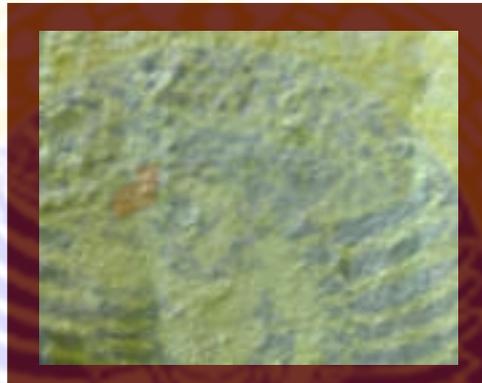
### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Hasil Pembuatan Pulp dari Serat Daun Nanas

Pembuatan pulp dari serat daun nanas diawali dengan proses maserasi dalam akuades selama  $\pm 7$  hari. Proses ini bertujuan untuk melunakkan serat daun nanas sehingga akan mempermudah pemisahan serat dari dagingnya. Selanjutnya, dilakukan perendaman dengan  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  2,5% selama  $\pm 3$  hari terhadap daun nanas hasil maserasi. Perendaman ini bertujuan untuk mereaktifkan gugus-gugus fungsi dari selulosa agar lebih mudah bereaksi pada proses selanjutnya. Proses ini disebabkan oleh fungsi  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  yang dapat mengembangkan serat sehingga serat lebih lunak dan lebih reaktif. Untuk menghilangkan sisa-sisa  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , serat daun nanas dicuci dengan air sampai bebas basa.

Serat daun nanas mengandung lignin yang cukup besar yaitu sekitar 12% (Hidayat, 2008). Lignin merupakan senyawa makromolekul pada serat daun nanas. Lignin terletak dibagian terluar setelah hemiselulosa dan selulosa. Untuk menghilangkan lignin digunakan pelarut NaOH sebesar 17,5%. Pelarut NaOH digunakan dalam proses refluks selama 4 jam pada temperatur  $60^\circ\text{C}$ . Konsentrasi NaOH yang digunakan tidak boleh terlalu tinggi karena dapat mendegradasi selulosa. Dalam proses ini, pelarut NaOH dengan bantuan suhu cukup tinggi akan melarutkan lignin menjadi alkali lignin. Selain menghilangkan lignin, fungsi NaOH juga untuk menghilangkan hemiselulosa dan zat-zat lain yang terdapat dalam serat daun nanas (Ahmad, 2005). Hasil degradasi lignin ditandai dengan

terjadinya perubahan warna larutan dari tidak berwarna menjadi coklat tua. Untuk menghilangkan sisa-sisa pelarut NaOH dan sisa-sisa lignin yang terdegradasi, serat daun nanas dicuci dengan air sampai bebas basa. Selanjutnya serat daun nanas diblender untuk memperkecil ukuran serat sehingga mempermudah proses pencetakan pulp. Pulp kemudian dikeringkan dalam oven pada temperatur 60°C untuk menghilangkan kandungan airnya. Hasil akhir diperoleh lembaran pulp dengan rendemen sekitar 25-35%.



Gambar 4.1 Lembaran pulp serat daun nanas

#### 4.2 Hasil Pemutihan (*bleaching*) Pulp Serat Daun Nanas

Proses pemutihan dilakukan untuk menghilangkan sisa-sisa lignin yang masih terkandung dalam pulp serat daun nanas. Proses ini diawali dengan merendam pulp dengan akuades yang telah dipanaskan pada temperatur 60°C. Proses ini bertujuan agar ukuran pulp lebih kecil dan hancur menjadi bubur pulp. Pada tahap ini, *bleaching agent* yang digunakan adalah NaOCl 5%. Pemilihan NaOCl sebagai bahan pemutih didasarkan pada muatannya. Ion hipoklorit yang bermuatan negatif merupakan nukleofil yang mudah mengalami reaksi adisi pada tempat-tempat yang bermuatan positif pada lignin. Ion hipoklorit merupakan pengoksidasi kuat yang akan memecah ikatan-ikatan karbon dengan karbon dalam

struktur lignin (Sjostrom, 1995). Dalam penelitian ini waktu perendaman dengan natrium hipoklorit yang digunakan adalah 30 menit. Waktu perendaman merupakan salah satu hal yang perlu diperhatikan dalam mendegradasi lignin. Waktu perendaman yang terlalu lama dan kurang terkontrol dapat menyebabkan selulosa ikut terdegradasi sehingga kekuatan serat menurun dan morfologi serat akan berubah (Eriksen, 2001). Untuk menghilangkan sisa-sisa NaOCl dan sisa-sisa lignin yang telah didegradasi, pulp dicuci dengan akuades sampai bebas basa.

Perendaman dengan NaOH 2% dilakukan selama 30 menit untuk menyempurnakan degradasi lignin yang masih tertinggal didalam pulp serat daun nanas. Untuk mencegah terjadinya degradasi selulosa, konsentrasi NaOH yang digunakan tidak boleh terlalu besar dan waktu perendaman juga tidak boleh terlalu lama. Kemudian pulp dicuci dengan akuades sampai bebas basa untuk menghilangkan sisa-sisa pelarut NaOH dan lignin yang telah terdegradasi. Terjadinya proses pemutihan ditandai dengan berubahnya morfologi pulp serat daun nanas dari berwarna hijau menjadi putih dan memiliki struktur yang lebih lunak dibandingkan sebelum diputihkan. Selanjutnya, pulp dikeringkan di udara terbuka untuk mengurangi kadar airnya. Pengeringan pulp cukup dilakukan di udara terbuka agar selulosa yang dihasilkan tidak terlalu kering. Selulosa yang terlalu kering akan mempunyai struktur kaku disebabkan adanya ikatan hidrogen yang kuat antar selulosa yang kurang reaktif terhadap reaktan. Pulp yang telah kering dipotong-potong agar serat menjadi lebih pendek sehingga mempermudah kelarutan dalam proses sintesis selulosa diasetat. Dari 10 gram lembaran pulp dihasilkan sekitar 50-80% pulp pada proses pemutihan.



Gambar 4.2 Pulp serat daun nanas yang telah diputihkan

### 4.3 Hasil Sintesis Selulosa Diasetat Dari Serat Daun Nanas

Proses sintesis selulosa diasetat dilakukan dalam 3 tahap yaitu tahap pengembangan, tahap asetilasi dan tahap hidrolisis. Pada tahap pengembangan ditambahkan asam asetat glasial ke dalam pulp serat daun nanas sebagai *swelling agent*. Selanjutnya campuran ini dikocok pada temperatur 40°C selama 1 jam agar campuran homogen. *Swelling agent* berfungsi untuk mengembungkan serat-serat selulosa dan meningkatkan reaktivitas selulosa untuk bereaksi dengan anhidrida asetat. Selaun itu, *swelling agent* akan menurunkan derajat polimerisasi hingga tingkat yang sesuai untuk proses deasetilasi. Selanjutnya pada suhu yang sama ditambahkan campuran larutan asam asetat glasial pekat dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> selama 45 menit. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> merupakan katalis yang dapat mempercepat reaksi sehingga penambahan kedua campuran antara asam asetat glasial dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> akan menyebabkan reaksi asetilasi secara sempurna.

Pada tahap asetilasi dilakukan penambahan anhidrida asetat pada suhu 18°C terhadap campuran yang telah diaktifkan. Anhidrida asetat berfungsi sebagai sumber gugus asetil pada selulosa sehingga akan dihasilkan selulosa triasetat. Penambahan anhidrida asetat dilakukan pada suhu rendah karena reaksi asetilasi

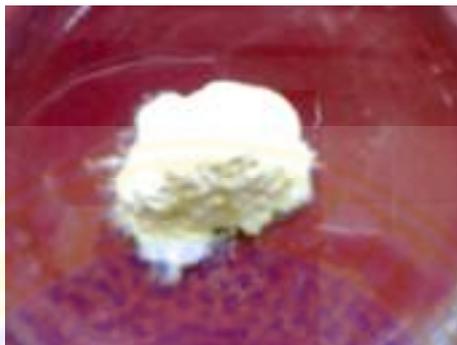
merupakan reaksi berlangsung secara eksoterm. Kemudian campuran di kocok selama 3 jam sampai larut. Selanjutnya, dilakukan penambahan asam asetat glasial dan  $H_2SO_4$  kembali agar campuran larut sempurna. Adanya  $H_2SO_4$  sebagai katalis menyebabkan reaksi berlangsung lebih cepat. Pada tahap ini, terjadi reaksi substitusi antara gugus asetil dari anhidrida asetat dengan gugus OH pada selulosa. Oleh karena selulosa mengandung tiga gugus OH maka hasil reaksi ini membentuk selulosa triasetat yang berupa larutan kental kecoklatan.



Gambar 4.3 Selulosa triasetat dari serat daun nanas

Tahap terakhir adalah tahap hidrolisis dimana larutan yang dihasilkan direaksikan dengan asam asetat 67% pada suhu  $40^{\circ}C$  selama 2 jam. Proses ini bertujuan untuk mendeasetilasi selulosa triasetat menjadi selulosa diasetat. Proses ini dilakukan selama 15 jam. Waktu hidrolisis yang terlalu lama akan menyebabkan selulosa terhidrolisis lebih lanjut menjadi selulosa monoasetat yang mempunyai berat molekul rendah sehingga akan mempengaruhi kekuatan membran. Selanjutnya larutan selulosa diasetat dipresipitasi dengan menambahkan akuades tetes demi tetes agar selulosa diasetat terbentuk sempurna. Kemudian selulosa diasetat dicuci sampai bebas asam dengan air untuk menghilangkan sisa asam asetat dan anhidrida asetat yang tercampur dalam

larutan selulosa diasetat. Untuk menghilangkan kadar air yang terkandung didalamnya, selulosa diasetat dikeringkan dalam oven pada temperatur 60°C. Selulosa diasetat yang telah kering di haluskan dengan mortar dan disimpan dalam desikator untuk menghilangkan kadar air yang masih tersisa.



Gambar 4.4 Selulosa diasetat serat daun nanas

#### **4.3 Hasil Pembuatan Membran Fotokatalitik dari Selulosa Diasetat Serat Daun Nanas dan TiO<sub>2</sub>**

Pembuatan membran fotokatalitik dilakukan dengan metode inversi fasa dengan aseton sebagai pelarut dan formamida sebagai aditif. Tahap awal adalah pembuatan *dope* yang terdiri dari campuran selulosa diasetat 16%, aseton 77% dan TiO<sub>2</sub> dengan variasi konsentrasi 0,25%, 0,5%, 0,75% dan 1%. Variasi konsentrasi TiO<sub>2</sub> bertujuan untuk mendapatkan membran yang optimal. Larutan *dope* diaduk selama 1 jam. Selanjutnya ditambahkan formamida 2% kedalam *dope* dan diaduk selama 6 jam. Formamida berfungsi sebagai bahan aditif yang akan membentuk pori-pori membran dan pelarut sebagian yang akan membantu aseton dalam melarutkan selulosa diasetat. Larutan *dope* didiamkan selama 1 malam untuk menghilangkan gelembung udara yang dapat menyebabkan terbentuknya *pinhole* pada pencetakan membran.

Larutan *dope* yang telah didiamkan semalam kemudian dicetak pada plat kaca yang pada bagian tepinya telah dilapisi 1 lapis selotip untuk mempermudah mengatur ketebalan membran yang dibuat. Larutan *dope* pada plat kaca diratakan dengan *stainless steel* yang digerakkan searah tanpa pengulangan agar membran yang terbentuk tidak terlalu tipis sehingga efektif dalam menyaring limbah. Lapisan membran yang terbentuk dimasukkan kedalam bak koagulasi dengan temperatur 20°C dengan variasi waktu penguapan 20, 25, 30 dan 35 detik. Proses penguapan mempengaruhi pori yang terbentuk karena pada proses ini terjadi pendesakan pelarut terhadap lapisan membran sehingga terbentuk pori. Sedangkan pada saat dimasukkan kedalam bak koagulasi terjadi proses difusi antara pelarut aseton dan formamida yang bergerak keluar membran berlawanan dengan air yang bergerak kedalam membran. Hal ini menyebabkan membran yang terbentuk asimetri karena terbentuknya pori yang ukurannya berbeda dimana ukuran pori pada permukaan bawah membran lebih besar dibanding permukaan atas. Membran yang telah terbentuk dicuci dengan air untuk menghilangkan sisa-sisa pelarut yang tertinggal dalam membran.

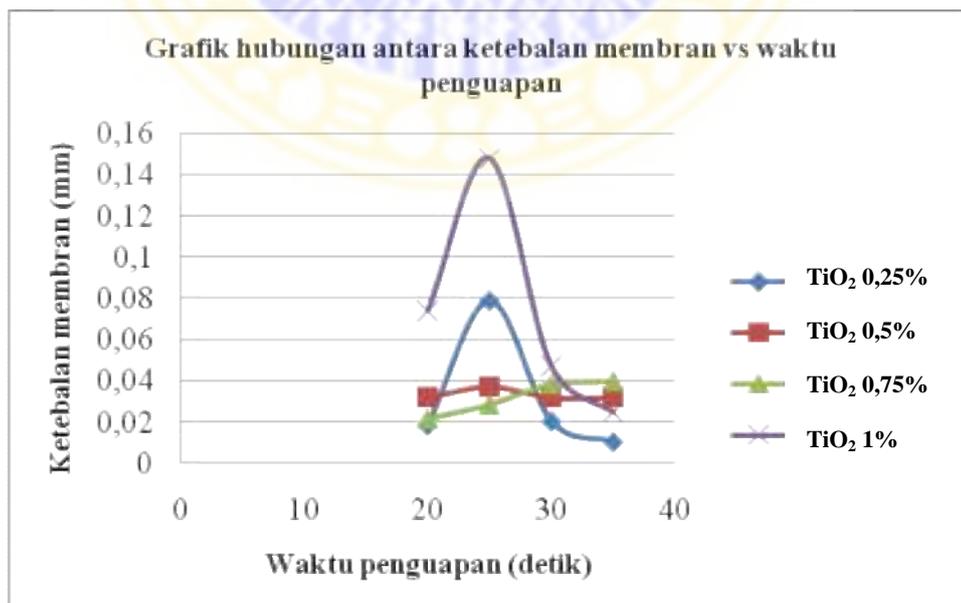


Gambar 4.5 Membran selulosa diasetat serat daun nanas

## 4.4 Hasil Karakterisasi Membran

### 4.4.1 Hasil Pengukuran Ketebalan Membran

Ketebalan membran diukur dengan alat mikrometer sekrup dengan ketelitian 0,001 mm pada pojok atas, bagian tengah dan pojok bawah membran, kemudian dihitung ketebalan rata-rata tiap komposisi  $\text{TiO}_2$  pada membran dengan variasi waktu penguapan. Membran yang memiliki kualitas baik memiliki ketebalan yang tidak terlalu tipis dan tidak terlalu tebal sehingga akan dapat menghasikan kinerja fluks dan rejeksi yang tinggi. Membran yang terlalu tipis kurang efektif dalam menyaring limbah karena laju alir permeal semakin cepat melewati membran sehingga dihasilkan fluks yang besar dengan rejeksi yang kecil. Namun, membran yang terlalu tebal juga kurang baik karena laju alir permeal melewati membran akan semakin lama dan terjadinya *fouling* akan semakin besar. Hubungan antara ketebalan membran dengan variasi waktu penguapan membran pada tiap konsentrasi  $\text{TiO}_2$  ditunjukkan pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Grafik hubungan antara ketebalan membran dengan variasi waktu penguapan membran

Berdasarkan grafik 4.6 terlihat bahwa semakin lama waktu penguapan maka ketebalan membran yang terbentuk semakin berkurang. Hal ini disebabkan semakin banyak pelarut yang menguap sehingga membran makin tipis. Sebaliknya, semakin sedikit waktu penguapan maka semakin sedikit pula pelarut yang menguap dan semakin tebal membran yang dihasilkan. Namun, pada beberapa komposisi dengan waktu penguapan 25 detik membran mengalami peningkatan ketebalan dan pada waktu penguapan ke 30 detik mengalami penurunan kembali. Hal ini disebabkan pencetakan membran dilakukan secara manual sehingga tekanan yang diberikan pada saat pencetakan tidak sama. Ketebalan rata-rata dari semua komposisi membran adalah 0,04.

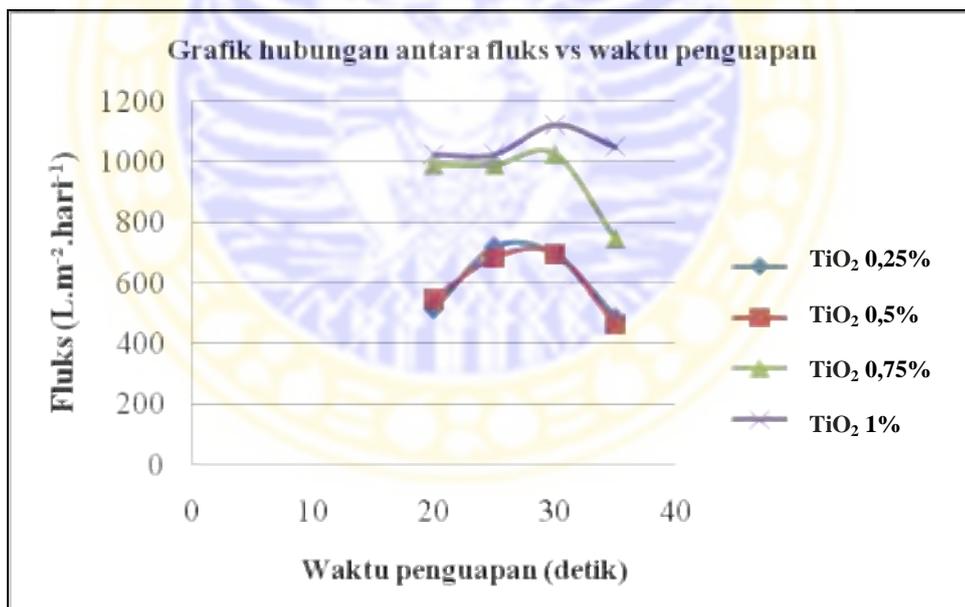
#### **4.4.2 Hasil Pengukuran Kinerja Membran**

Kinerja membran sangat ditentukan oleh parameter utama berupa nilai fluks dan rejeksi. Fluks merupakan volume larutan umpan melewati membran persatuan luas dan persatuan waktu. Nilai fluks dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain ukuran pori, distribusi pori dan ketebalan membran (Garcia, 2006). Ketebalan membran yang digunakan dalam penelitian ini antara 0,01-0,07 mm.

Nilai fluks dan koefisien rejeksi membran ditentukan dengan menggunakan alat sel filtrasi *dead end*. Pada sel filtrasi *dead end*, membran yang akan dihitung nilai fluks dan rejeksinya dipotong sesuai ukuran sel filtrasinya. Kemudian membran tersebut dipasang kedalam sel filtrasi yang disangga oleh kertas saring. Membran dilakukan kompaksi selama 3 menit dengan 150 ml akuades dengan tekanan 2 atm. Kompaksi merupakan suatu deformasi mekanik pada matriks penyusun membran yang mengakibatkan ukuran pori membran menjadi lebih

rapat dan fluks menurun hingga mencapai suatu nilai yang konstan (Febriana, 2010). Setelah proses kompaksi selesai, aquades diganti dengan sampel *congo red*. Sebelum *congo red* disaring, membran fotokatalitik direndam dalam *congo red* sambil disinari dengan sinar uv selama 4 jam. Hal ini dilakukan agar TiO<sub>2</sub> bereaksi dengan sinar uv membentuk OH• sehingga reaksi degradasi *congo red* dapat berlangsung lebih baik dan mencegah terjadinya *fouling* pada membran.

Pengukuran fluks sampel *congo red* dilakukan dengan mengukur volume *congo red* yang tertampung dalam selang waktu tertentu persatuan luas persatuan waktu. Grafik hubungan antara nilai fluks dan waktu penguapan tiap komposisi TiO<sub>2</sub> ditunjukkan pada Gambar 4.7 berikut.



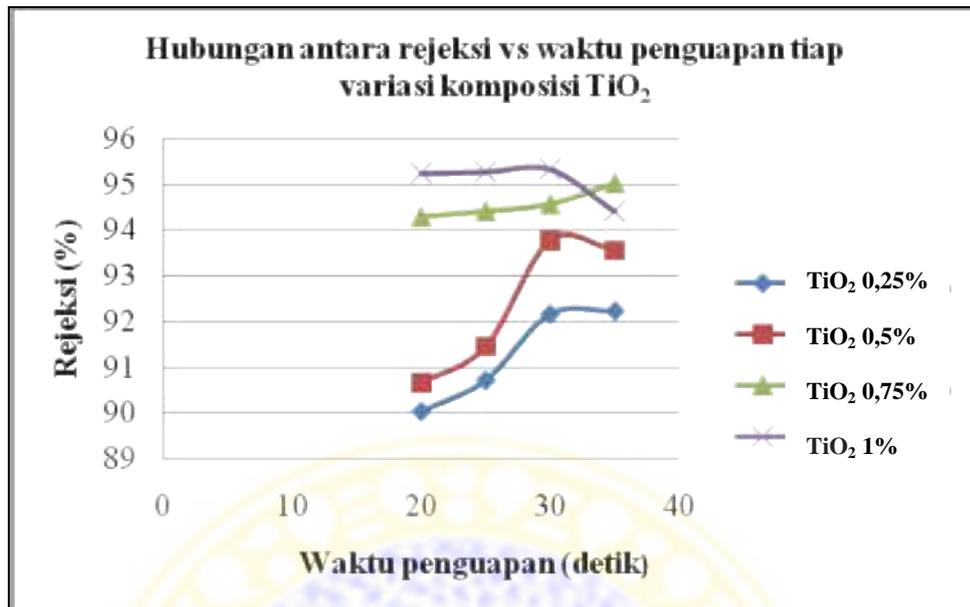
Gambar 4.7 Grafik hubungan antara nilai fluks dan waktu penguapan membran

Berdasarkan grafik pada Gambar 4.7 terlihat bahwa semakin tinggi komposisi TiO<sub>2</sub> maka semakin tinggi nilai fluks yang dihasilkan. TiO<sub>2</sub> berfungsi untuk meningkatkan kinerja membran dan mengurangi terjadinya *fouling* pada membran. Semakin meningkatnya komposisi TiO<sub>2</sub> akan menyebabkan ukuran

pori membran makin rapat dan struktur semakin kuat, ketebalan makin meningkat dan kemungkinan terjadinya *fouling* semakin berkurangnya sehingga nilai fluks yang dihasilkan makin tinggi.

Waktu penguapan bertujuan untuk pembentukan ukuran pori yang berbeda pada permukaan atas dan permukaan bawah membran sehingga akan dihasilkan fluks yang tinggi. Semakin lama waktu penguapan makin besar ukuran pori pada permukaan bawah dan semakin kecil ukuran pori pada bagian atas membran yang dihasilkan sehingga nilai fluks makin tinggi. Namun, pada waktu penguapan ke 35 detik fluks mengalami penurunan karena terjadinya penutupan pori (*fouling*) pada membran. *Fouling* terjadi karena adanya akumulasi partikel-partikel dari umpan secara *irreversibel*. Adanya polarisasi konsentrasi dimana terjadi peningkatan konsentrasi solut pada permukaan membran kedalam pori-pori sehingga terjadi adsorpsi *irreversibel* solut kedalam pori-pori membran. Proses adsorpsi ini menyebabkan penumpukan solut pada pori-pori membran sehingga menyebabkan penyempitan yang menghalangi laju umpan dan menyebabkan nilai fluks menurun (Mulder, 1996).

Rejeksi merupakan kemampuan membran untuk menahan dan melewatkan spesi tertentu dari spesi yang lain. Penentuan rejeksi membran, dilakukan dengan mengukur konsentrasi *congo red* sebelum dan sesudah melewati membran dengan alat turbidimeter. Hasil pengukuran rejeksi pada variasi waktu penguapan tiap komposisi membran ditunjukkan pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Grafik hubungan antara rejeksi dan waktu penguapan tiap komposisi TiO<sub>2</sub>

Berdasarkan grafik pada Gambar 4.8, semakin meningkat komposisi TiO<sub>2</sub> maka semakin meningkat pula nilai rejeksi yang dihasilkan. Semakin tinggi komposisi TiO<sub>2</sub> semakin rapat ukuran dan distribusi pori yang dihasilkan sehingga kemampuan membran dalam menahan umpan dan melewatkan permeat semakin meningkat. Meningkatnya nilai rejeksi juga dipengaruhi oleh waktu penguapan. Meningkatnya waktu penguapan menyebabkan meningkatnya jumlah pori-pori membran yang dihasilkan sehingga kemampuan untuk menahan dan melewatkan spesi tertentu akan semakin baik. Namun, waktu penguapan yang terlalu lama akan menyebabkan jumlah pori yang terlalu banyak sehingga membran yang dihasilkan semakin tipis. Hal ini akan berpengaruh pada kemampuan membran dalam menyaring akan kurang efektif karena laju alir spesi melewati membran akan semakin cepat sehingga kemampuannya untuk menahan spesi tertentu akan semakin berkurang dan rejeksi yang dihasilkan akan menurun. Hal ini terlihat

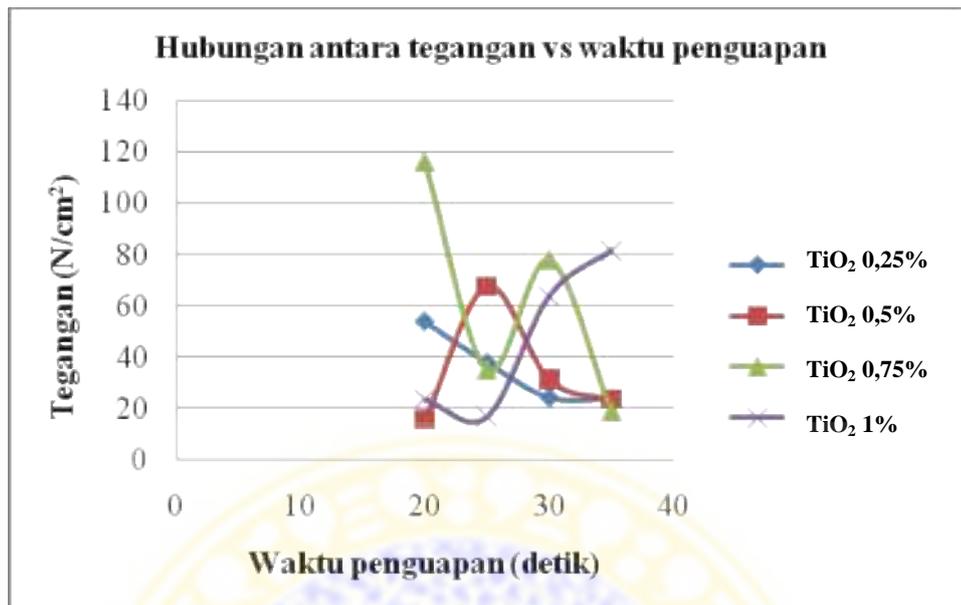
pada nilai rejeksi membran dengan waktu penguapan 35 detik mengalami penurunan.

Nilai rejeksi berbanding terbalik dengan nilai fluks. Namun, pada penelitian ini dihasilkan nilai fluks dan rejeksi yang tinggi. Hal ini disebabkan sebelum *congo red* disaring, membran fotokatalitik direndam dalam *congo red* sambil disinari dengan sinar uv selama 4 jam. Hal ini menyebabkan terjadinya reaksi degradasi oleh  $\text{TiO}_2$  terhadap *congo red* sehingga konsentrasi *congo red* berkurang. Berkurangnya konsentrasi *congo red* sebelum disaring oleh membran menyebabkan fluks dan rejeksi yang dihasilkan optimal. Semakin banyak konsentrasi  $\text{TiO}_2$  semakin banyak  $\text{TiO}_2$  yang bereaksi dengan *congo red*, maka semakin tinggi fluks dan rejeksinya.

#### 4.4.3 Hasil Penentuan Sifat Mekanik Membran

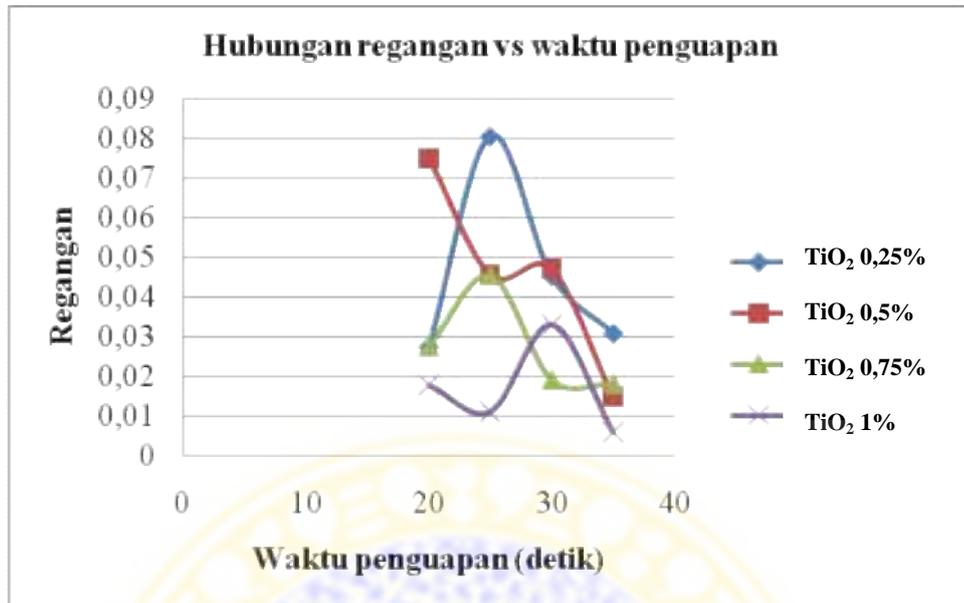
Penentuan sifat mekanik membran dilakukan dengan uji tarik menggunakan *Autograph*. Nilai yang didapat dari uji tarik adalah nilai besaran gaya ( $F$ ) yang dibutuhkan untuk memutuskan membran dan nilai perubahan panjang ( $\Delta l$ ). Kedua nilai digunakan untuk memperoleh nilai *stress*, *strain* dan *Modulus Young*.

*Stress* (tegangan) merupakan nilai dari besaran gaya ( $F$ ) persatuan luas ( $A$ ) dari membran. Nilai *stress* dari suatu membran menunjukkan seberapa kuat membran tersebut menerima suatu gaya yang diberikan (Carl, *et, al*, 1997). Grafik hubungan antara *stress* dan waktu penguapan tiap komposisi  $\text{TiO}_2$  ditunjukkan pada Gambar 4.9.



Gambar 4.9 Grafik hubungan antara tegangan dan waktu penguapan

Berdasarkan grafik pada Gambar 4.9, semakin tinggi komposisi TiO<sub>2</sub> maka semakin tinggi tegangan yang dihasilkan. Penambahan TiO<sub>2</sub> menyebabkan pori-pori membran semakin rapat sehingga strukturnya semakin kuat dan kekuatan membran semakin besar. Selain itu, semakin lama waktu penguapan membran menyebabkan pori yang dihasilkan semakin banyak sehingga membran yang dihasilkan semakin tipis dan kekuatan membran semakin kecil. Semakin tinggi nilai tegangan membran maka membran tersebut semakin kuat. *Strain* (regangan) merupakan selisih pertambahan panjang ( $\Delta l$ ) suatu membran dengan panjang mula-mula ( $l_0$ ) membran. Nilai *strain* menunjukkan sifat plastis dari membran. Grafik hubungan antara *stress* dan waktu penguapan tiap komposisi TiO<sub>2</sub> ditunjukkan pada Gambar 4.10 berikut.

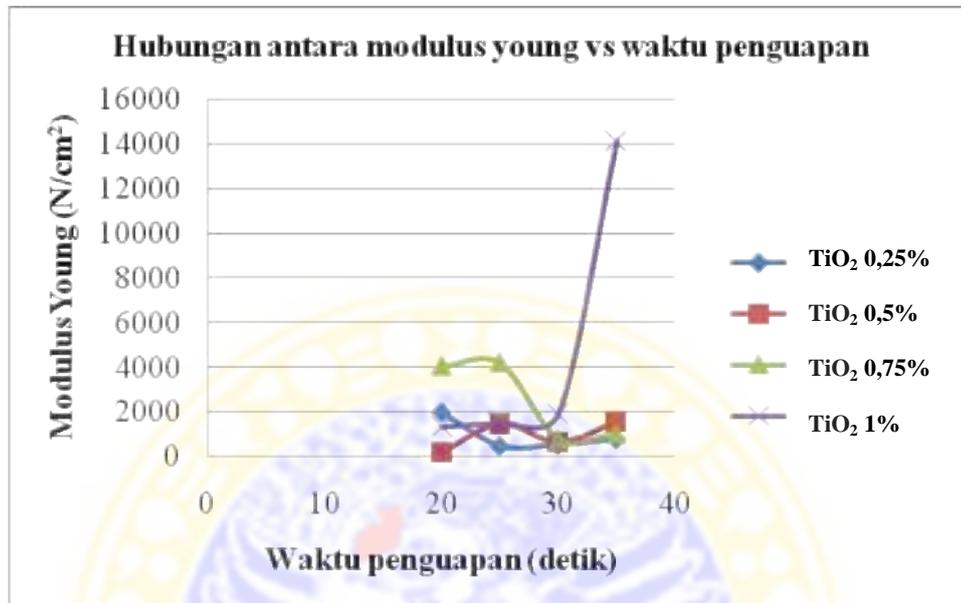


Gambar 4.10 Grafik hubungan antara tegangan dan waktu penguapan

Berdasarkan grafik 4.10, semakin tinggi komposisi TiO<sub>2</sub> maka semakin tinggi regangan yang dihasilkan. Penambahan TiO<sub>2</sub> menyebabkan pori-pori membran semakin rapat sehingga strukturnya semakin kaku dan sifat plastisitas semakin menurun. Selain itu, semakin lama waktu penguapan membran menyebabkan pori yang dihasilkan semakin banyak sehingga membran yang dihasilkan semakin tipis dan makin mudah robek. Semakin tinggi nilai regangan membran maka membran tersebut semakin plastis.

*Modulus Young* merupakan perbandingan antara nilai dari tegangan dan regangan. *Modulus Young* menunjukkan sifat mekanik membran berdasarkan tegangan dan regangan. Membran yang memiliki sifat mekanik baik adalah membran yang mampu menahan gaya yang tinggi dan mampu berubah bentuk mengikuti gaya yang diberikan tanpa merubah ukuran pori membran sehingga

memiliki nilai tegangan dan regangan yang tinggi. Grafik hubungan antara *stress* dan waktu penguapan ditunjukkan oleh Gambar 4.11 berikut.



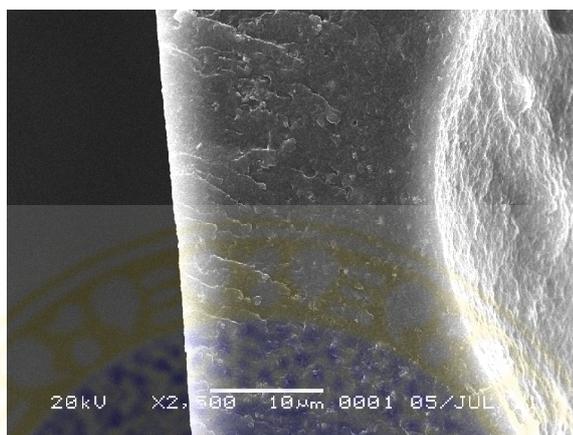
Gambar 4.11 Grafik hubungan antara Modulus Young dan waktu penguapan

Berdasarkan grafik pada gambar 4.11, semakin tinggi komposisi TiO<sub>2</sub> maka semakin tinggi *Modulus Young* yang dihasilkan. Penambahan TiO<sub>2</sub> menyebabkan pori-pori membran meningkatkan tegangan namun menurunkan sifat plastisnya. Selain itu, semakin lama waktu penguapan membran menyebabkan pori yang dihasilkan semakin banyak sehingga membran yang dihasilkan memiliki nilai tegangan dan regangan yang semakin kecil.

#### 4.4.4 Hasil penentuan morfologi membran

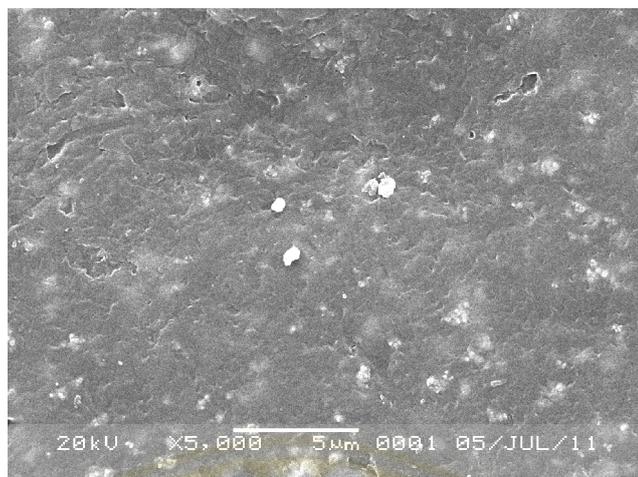
Penentuan morfologi membran bertujuan untuk memperlihatkan permukaan dan penampang lintang membran. Alat uji yang digunakan adalah alat uji SEM. Penentuan morfologi membran dilakukan pada membran selulosa diasetat dari serat daun nanas dengan kinerja yang optimal yakni pada membran dengan komposisi

TiO<sub>2</sub> 1% dengan waktu penguapan 30 detik. Hasil foto penampang melintang membran selulosa diasetat dari serat daun nanas ditunjukkan pada Gambar 4.12 berikut.

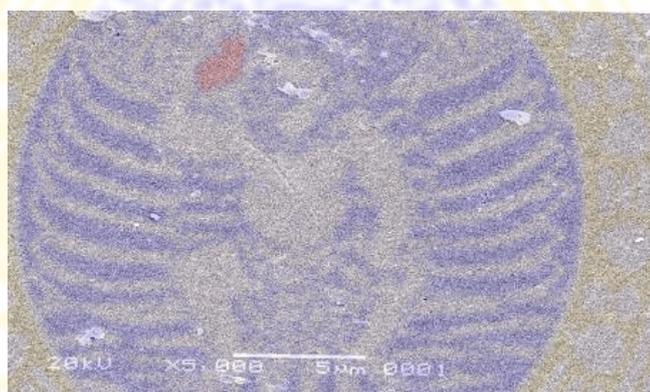


Gambar 4.12 Foto penampang melintang membran selulosa diasetat dari serat daun nanas dengan penambahan TiO<sub>2</sub>

Berdasarkan Gambar 4.12, dengan perbesaran 2500 kali terlihat bahwa membran memiliki struktur berongga yang menandakan membran tersebut memiliki pori yang asimetris. Pori yang asimetri sangat dibutuhkan untuk proses pemisahan karena akan mempekecil terjadinya *fouling* pada membran. Sedangkan untuk hasil foto permukaan membran selulosa diasetat dengan penambahan TiO<sub>2</sub> ditunjukkan pada Gambar 4.13. Foto tersebut di bandingkan dengan standar yang ditunjukkan oleh Gambar 4.14.



Gambar 4.13 Foto permukaan membran selulosa diasetat dari serat daun nanas dengan penambahan  $\text{TiO}_2$



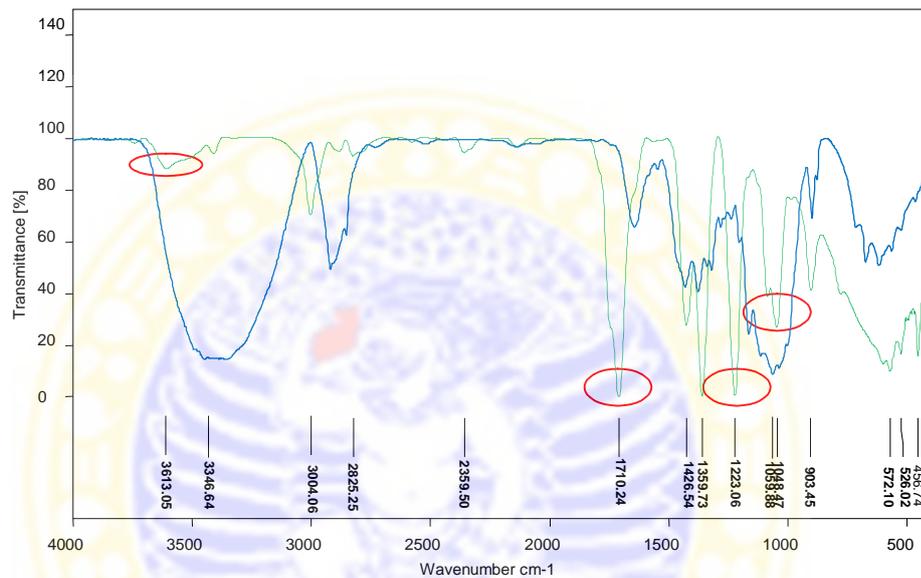
Gambar 4.14 Foto permukaan membran selulosa diasetat standard dengan penambahan  $\text{TiO}_2$

Hasil foto SEM pada Gambar 4.13 menunjukkan bahwa membran selulosa diasetat dari serat daun nanas dengan komposisi 1% dan waktu penguapan 30 detik merupakan membran mikrofiltrasi yang memiliki struktur asimetri sehingga dapat digunakan pada proses pemisahan.

#### 4.4.5 Hasil Analisis *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Analisis *fourier transform infra red* dilakukan untuk melihat perubahan gugus fungsi dari selulosa menjadi selulosa diasetat serta membran yang diberi penambahan  $\text{TiO}_2$ . Analisis FTIR dilakukan pada selulosa, selulosa diasetat dan

membran fotokatalitik selulosa diasetat serat daun nanas dengan komposisi  $\text{TiO}_2$  1% dengan waktu penguapan 30 detik. Hasil analisis FTIR selulosa dan selulosa diasetat ditunjukkan pada gambar 4.15 dimana selulosa ditunjukkan oleh spektrum berwarna biru dan selulosa diasetat berwarna hijau.

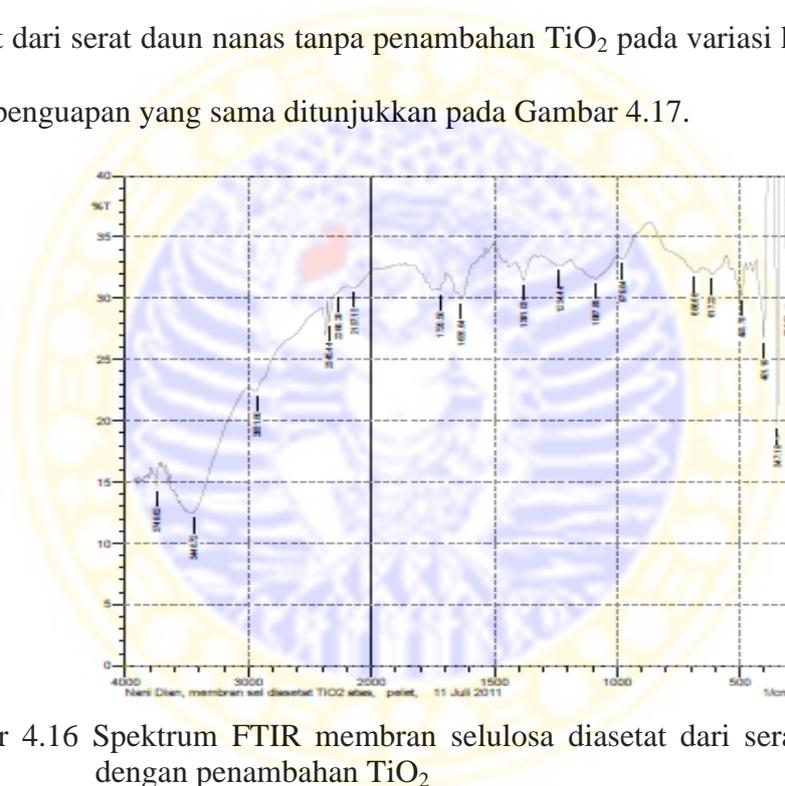


Gambar 4.15 Spektrum FT-IR selulosa dan selulosa diasetat dari serat daun

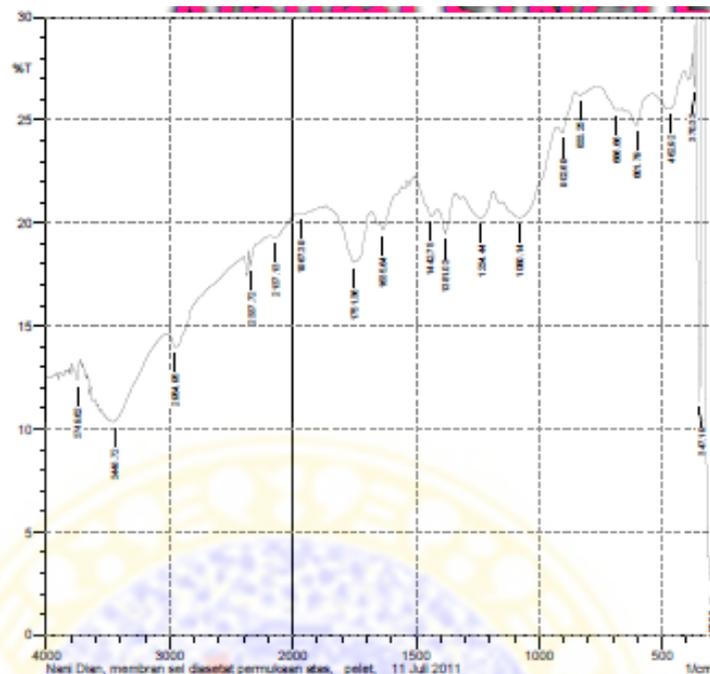
Berdasarkan gambar 4.15, tampak perbedaan dari kedua spektrum. Pada spektrum FTIR selulosa dari serat daun nanas terdapat puncak gugus OH yang melebar dan tajam pada bilangan gelombang  $3346,64 \text{ cm}^{-1}$ , sedangkan pada selulosa diasetat puncak gugus OH semakin kecil intensitasnya pada bilangan gelombang  $3615,09 \text{ cm}^{-1}$ . Gugus CO dari selulosa yang menunjukkan adanya ikatan glikosida dan ikatan CO pada cincin piranosa muncul tajam pada bilangan gelombang  $1059,88 \text{ cm}^{-1}$ , sedangkan pada selulosa diasetat muncul pada bilangan gelombang  $1044,28 \text{ cm}^{-1}$ . Selain itu, pada spektrum selulosa diasetat terdapat

gugus karbonil (CO) dan CO ester yang muncul tajam pada bilangan gelombang 1749,81  $\text{cm}^{-1}$  dan 1237,36  $\text{cm}^{-1}$ , sedangkan pada spektrum selulosa tidak muncul. Perubahan ini menunjukkan selulosa telah mengalami reaksi asetilasi menjadi selulosa diasetat.

Hasil analisis FTIR membran selulosa diasetat dari serat daun nanas dengan penambahan  $\text{TiO}_2$  ditunjukkan pada Gambar 4.16. sedangkan membran selulosa diasetat dari serat daun nanas tanpa penambahan  $\text{TiO}_2$  pada variasi komposisi dan waktu penguapan yang sama ditunjukkan pada Gambar 4.17.



Gambar 4.16 Spektrum FTIR membran selulosa diasetat dari serat daun nanas dengan penambahan  $\text{TiO}_2$



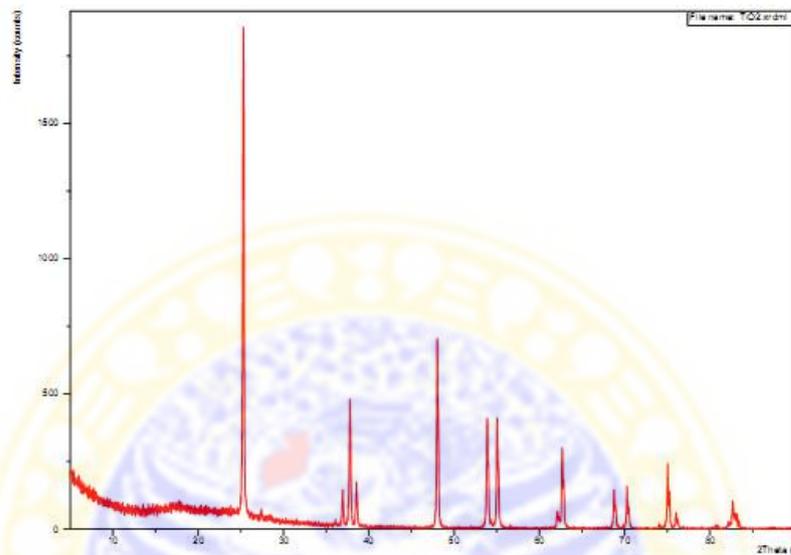
Gambar 4.17 Spektrum FTIR membran selulosa diasetat dari serat daun nanas tanpa penambahan  $\text{TiO}_2$

Berdasarkan gambar, tampak perbedaan dari kedua spektrum. Pada spektrum FTIR membran selulosa diasetat dari serat daun nanas tanpa penambahan  $\text{TiO}_2$  terjadi perubahan intensitas puncak serapan yaitu pada daerah spektrum gugus hidroksi ( $3600\text{-}3400\text{ cm}^{-1}$ ) yang menjadi lebih tajam namun tidak merubah bilangan gelombang yang terukur. Perubahan ini disebabkan oleh penambahan  $\text{TiO}_2$  yang menyebabkan terjadinya ikatan secara fisik antara selulosa diasetat dan  $\text{TiO}_2$ . Ikatan yang terjadi tidak terlalu kuat karena  $\text{TiO}_2$  hanya terjebak dalam membran.

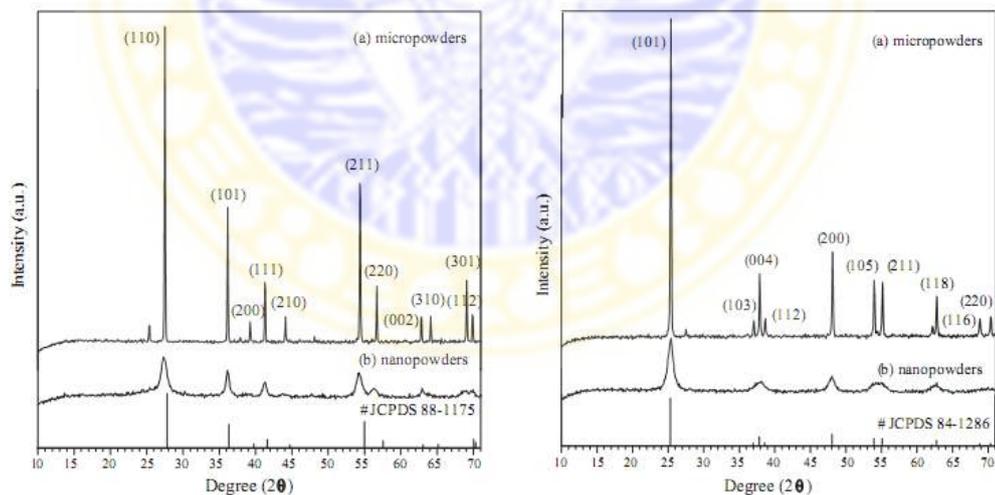
#### 4.4.6 Hasil Analisa XRD

Analisis difraksi sinar-X dilakukan untuk mengetahui kekrystalan dari  $\text{TiO}_2$  dalam bentuk anatase dan rutil. Hasil dari XRD  $\text{TiO}_2$  sampel kemudian dibandingkan dengan database XRD JCPDS baik rutil maupun anatase untuk

mengetahui bentuk kristal  $\text{TiO}_2$ . Hasil XRD  $\text{TiO}_2$  ditunjukkan oleh gambar 4.19. Sedangkan database XRD JCPDS baik rutil maupun anatase ditunjukkan oleh gambar 4.20 berikut.



Gambar 4.18 Difaktogram hasil XRD  $\text{TiO}_2$

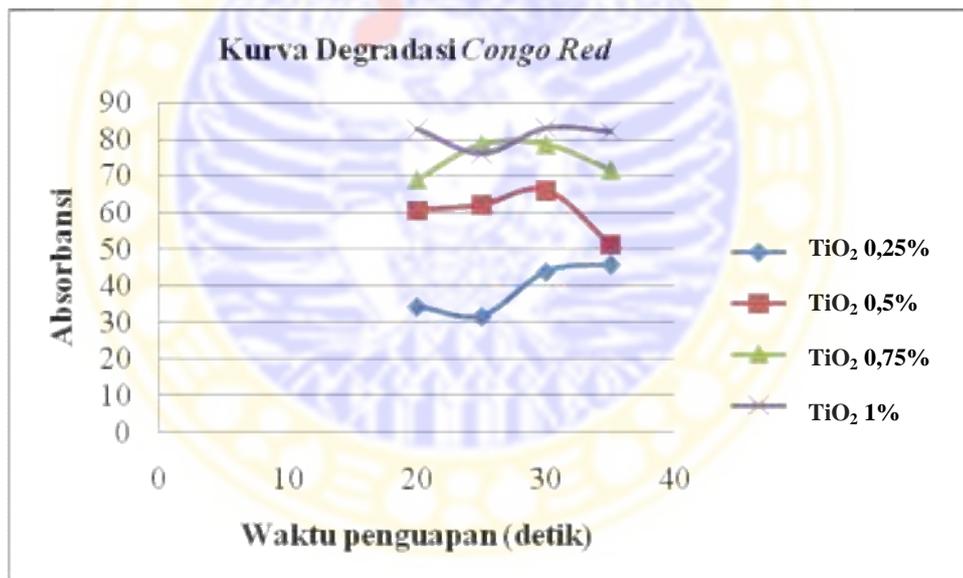


Gambar 4.19 Database JCPDS XRD  $\text{TiO}_2$  rutil (a) dan anatase (b)

Berdasarkan gambar, Puncak-puncak yang muncul pada hasil XRD  $\text{TiO}_2$  sampel menyerupai puncak-puncak pada database JCPDS  $\text{TiO}_2$  anatase. Puncak-puncak tersebut muncul di daerah  $2\theta$  antara lain pada  $25^\circ$ ,  $36^\circ$ ,  $37^\circ$ ,  $38^\circ$ ,  $48^\circ$ ,  $53^\circ$ ,  $55^\circ$ ,  $62^\circ$ ,  $68^\circ$  dan  $70^\circ$ .

#### 4.4.7 Hasil Degradasi Larutan *Congo Red*

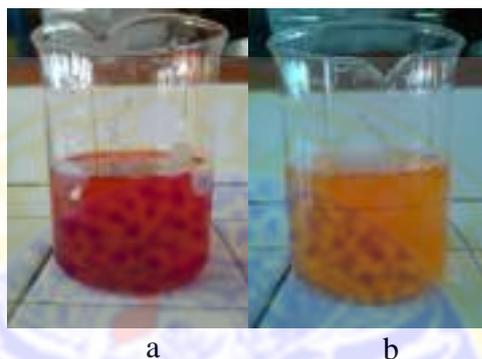
Degradasi larutan *congo red* dilakukan untuk mendegradasi larutan *congo red* 25 ppm oleh  $\text{TiO}_2$  dengan bantuan sinar uv. Degradasi dilakukan dengan merendam membran fotokatalitik dari selulosa diasetat serat daun nanas dan  $\text{TiO}_2$  kedalam 150 mL larutan *congo red* yang akan di saring sambil didegradasi menggunakan sinar UV selama 4 jam. Hal ini bertujuan agar  $\text{TiO}_2$  dapat bereaksi dengan sinar uv untuk mendegradasi *congo red*. Kemudian larutan *congo red* disaring dengan membran fotokatalitik dari selulosa diasetat serat daun nanas dan  $\text{TiO}_2$ . Hasil degradasi ditunjukkan oleh gambar 4.20.



Gambar 4.20 Kurva degradasi *congo red*

Berdasarkan Gambar 4.20, terlihat bahwa makin tinggi konsentrasi  $\text{TiO}_2$ , makin tinggi hasil degradasi *congo red*. Hal ini disebabkan semakin tinggi konsentrasi  $\text{TiO}_2$  semakin banyak  $\text{TiO}_2$  yang bereaksi dengan sinar uv untuk mendegradasi *congo red*. Nilai degradasi *congo red* yang optimal dihasilkan oleh membran dengan komposisi  $\text{TiO}_2$  1% dengan waktu penguapan 30 detik yaitu

sebesar 83,23%. Hasil ini lebih tinggi bila dibandingkan dengan hasil penyaringan menggunakan membran tanpa penambahan  $\text{TiO}_2$  yang hanya mampu mendegradasi *congo red* sebesar 37,63%. Hal ini menunjukkan bahwa  $\text{TiO}_2$  memiliki sifat fotokatalitik yang dapat mendegradasi *congo red* sehingga nilai degradasi yang dihasilkan semakin tinggi.



Gambar 4.21 Larutan *congo red* sebelum (a) dan setelah (b) didegradasi dengan membran fotokatalitik selulosa diasetat serat daun nanas dan  $\text{TiO}_2$