

Pengolahan Limbah Cair Tahu Menggunakan Membran Nanofiltrasi Silika Aliran *Cross Flow* untuk Menurunkan Kadar Nitrat dan Amonium

Dwi Rukma Puspayana dan Alia Damayanti

Jurusan Teknik Lingkungan, Fakultas Teknik Sipil dan Perencanaan, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia

e-mail: damayantialia@gmail.com

Abstrak—Industri tahu di Indonesia saat ini telah berkembang pesat sehingga menyebabkan peningkatan jumlah limbah tahu. Limbah cair tahu yang dihasilkan langsung dibuang ke badan air, hal ini mengakibatkan menurunnya kualitas badan air tersebut. Penggunaan pasir silika sebagai bahan baku pembuatan membran nanofiltrasi menjadi alternatif dalam mengolah limbah cair tahu untuk menurunkan kadar nitrat dan amonium. Sintesis silika dilakukan dengan metode *alkalifusion* yaitu pembakaran pasir silika dengan suhu 360°C. Untuk pembuatan membran digunakan variasi membran yaitu 5;8;10 gram, serta variasi perbandingan volume antara air limbah dengan air PDAM yaitu 1:1 ; 1:2 ; 1:3. Dengan tujuan untuk mengetahui massa silika optimum, nilai koefisien rejeksi dan nilai fluks yang paling baik. Membran nanofiltrasi yang dihasilkan akan diujikan pada reaktor aliran *cross flow* untuk mencegah terjadinya *fouling* dini. Pada penelitian ini didapatkan massa silika yang paling optimum untuk pembuatan membran adalah membran dengan massa silika 5 gram. Nilai koefisien rejeksi yang paling baik adalah 92,17% dengan variasi membran 5 gram dan volume air limbah 100%. Sedangkan nilai fluks yang paling baik adalah 3,67 L/m².jam dengan variasi membran 8 gram dan volume air limbah 25%.

Kata Kunci—*Alkalifusion*, amonium, *cross flow*, limbah cair tahu, nitrat, silika.

I. PENDAHULUAN

MENINGKATNYA industri tahu dan produksi tahu menyebabkan jumlah limbah yang dihasilkan oleh industri tahu pun semakin banyak pula. Limbah cair tahu mengandung polutan organik yang cukup tinggi dan apabila terbuang ke badan air dapat mengakibatkan menurunnya kualitas air dan daya dukung lingkungan perairan di sekitar industri tahu. Limbah cair industri tahu pada umumnya memiliki karakteristik berupa pH, TSS, COD, BOD₅, amonia, nitrit, dan nitrat yang masih melebihi baku mutu air limbah.

Pada umumnya limbah cair tahu yang dihasilkan diolah melalui proses anaerobik. Dengan proses tersebut efisiensi pengolahan sekitar 60%-70%, sehingga limbah yang diolah masih mengandung kadar pencemar organik cukup tinggi serta menimbulkan bau yang kurang sedap. Untuk itu diperlukan teknologi yang lebih efektif salah satunya yaitu dengan memanfaatkan membran.

Selain membutuhkan lahan yang tidak terlalu luas, keunggulan membran yang lain terdapat pada material bahan baku membran. Material bahan baku membran sangat bervariasi sehingga mudah diadaptasikan pemakaiannya salah satunya adalah silika. Silika merupakan bahan yang menarik untuk penggunaan bahan baku membran anorganik karena struktur silikanya relative stabil dalam rentang temperature yang luas hingga 1000 °C. Metode yang digunakan untuk mendapatkan kemurnian silika pun berbagai macam, salah satunya adalah metode *alkalifusion* dengan kemurnian silika sebesar 99,9%.

Untuk jenis membran yang digunakan adalah membran nanofiltrasi, karena membran nanofiltrasi mempunyai ukuran pori sebesar 0,001 mikron dan dapat menyaring air limbah dengan kadar organik yang tinggi. Reaktor yang digunakan untuk menguji kinerja membran nanofiltrasi adalah reaktor dengan aliran *cross flow* dengan keunggulan mencegah terjadinya *fouling* dini. Pada penelitian ini, parameter yang akan diuji adalah nitrat dan amonium. Kemudian untuk hasil permeatnya akan di analisa sesuai parameter di atas.

II. METODOLOGI PENELITIAN

Limbah cair tahu didapatkan dari industri tahu yang terletak di Jalan Kedung Tarukan No. 12 Surabaya. Sedangkan bahan yang digunakan untuk pembuatan membran adalah pasir silika. Variasi yang dilakukan pada penelitian ini adalah variasi massa silika dan perbandingan volume air limbah dengan air PDAM. Sedangkan parameter yang akan di analisa pada penelitian ini adalah nitrat dan ammonium.

A. Sintesis Silika

Sintesis silika dilakukan dengan menggunakan metode *alkalifusion*, dikarenakan metode ini menghasilkan kemurnian silika sebesar 99,9% [1]. Bahan dan alat yang digunakan adalah KOH 85%, aquades, HCL 37%, HCL 15%, cawan porselin, spatula, furnace, desikator, beaker glass, erlenmeyer, kertas saring, dan mortar [2].

Pasir silika direndam dengan HCL 15% selama 24 jam, kemudian dikeringkan dan digerus sampai didapatkan ukuran kira-kira 200 mesh. Pasir silika yang sudah halus ditimbang sebanyak 10 gram dicampur dengan KOH sebanyak 73 gram di dalam wadah cawan porselin dan dimasukkan ke dalam

furnace dengan suhu 360°C selama 4 jam. Setelah difurnace, campuran dimasukkan ke dalam beaker glass dan dilarutkan dengan aquades sebanyak 500 ml didiamkan selama 24 jam. Kemudian endapan yang ada di dalam beaker glass dibuang dan larutan yang tersisa dipanaskan menggunakan kompor listrik sampai suhu 50°C sambil dititrasasi dengan HCL 37% sampai pH 1-2.

Setelah didiamkan sampai suhu ruang, akan terlihat endapan putih yang masih bercampur dengan warna kekuningan yang dianggap sebagai Kristal KCL. Untuk menghilangkan Kristal KCL, maka larutan dicuci dengan aquades sebanyak 11-15 kali sampai didapatkan gel putih. Endapan gel putih disaring dengan kertas saring dan di oven pada suhu 105°C selama 24 jam. Silika yang sudah kering dihaluskan dengan mortar.

B. Pembuatan Membran

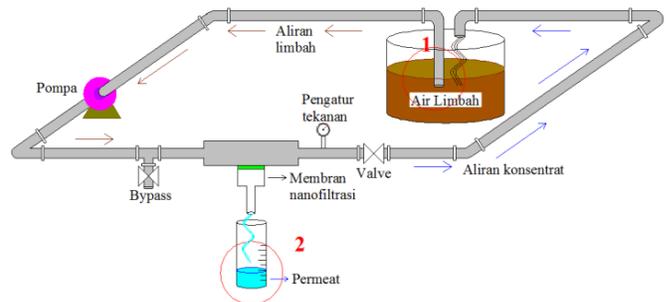
Setelah didapatkan silika dengan kemurnian 99,9%, maka dilakukan pembuatan membran dengan bahan dan alat yaitu silika, 2-propanol, NH₄Cl, PVA, PEG, semen Portland putih, aquades, beaker glass, Erlenmeyer, *magnetic stirrer*, sentriuge, spatula, dan cawan petri. Mula-mula silika ditimbang dengan variasi massa silika 5;8;10 gram. Kemudian masing-masing silika dicampur dengan 35 ml 2-propanol dan disentriuge selama 10 menit kecepatan 600 rpm. Fasa cair yang terbentuk dibuang, sedangkan fasa padatan dicampur dengan 3,5 gram NH₄Cl dan aquades 300 ml ke dalam erlenmeyer. Campuran di *magnetic stirrer* selama 1 jam dan didiamkan sampai terbentuk endapan. Tujuan dari penggunaan NH₄Cl dan pengadukan tersebut supaya terbentuk pori membran yang berukuran nano [3].

Tahap selanjutnya adalah pencetakan membran. Endapan yang sudah dipisahkan ditambahkan 5,4 gram PVA, 7 ml PEG, dan 5,4 gram semen portland putih. Selanjutnya campuran dipanaskan dan diaduk sampai homogen dan larut. Kemudian dilakukan pencetakan membran ke dalam cawan petri dan dikeringkan selama 30 jam. Membran yang sudah kering di oven selama 1 jam dengan suhu 70°C.

C. Pengujian Membran pada Reaktor Aliran Cross Flow

Membran yang sudah jadi kemudian diujikan dengan reaktor aliran cross flow. Berikut ini merupakan reaktor dngan aliran *cross flow* (lihat Gambar 1). Membran dipotong dengan diameter 3,5 cm disesuaikan dengan tempat membran yang terletak pd reaktor. Membran ditumpuk dengan kawat stainless sebagai penyangga agar dapat menahan tekanan dari pompa. Air limbah yang ada di dalam bak dipompa dengan tekanan 2 atm. Tekanan dapat di atur melalui valve yang dipasang pada reaktor. Air limbah akan mengalir dan melewati membran, maka air limbah akan tersaring pada membran sedangkan yang tidak melewati membran akan dialirkan kembali ke dalam bak. Pada penelitian ini dilakukan pengujian membran selama 80 menit yaitu setiap 20 menit akan diambil permeat yang dihasilkan.

Selain menggunakan variasi massa silika, juga digunakan variasi perbandingan volume air limbah dengan air PDAM yaitu 100%:1 ; 50%:50% ; 25%:75%. Kemudian permeat yang dihasilkan akan di analisa sesuai parameter pada penelitian ini yaitu nitrat dan amonium. Mebran yang diujikan dalam reaktor *cross flow* divariasikan sebagaimana dideskripsikan dalam Tabel 1.



Gambar 1. Reaktor aliran *cross flow*.

Tabel 1. Variasi untuk pengujian membran

Berat Silika (gram)	Perbandingan Volume Limbah Cair Tahu dan Air bersih PDAM	
	Limbah Cair Tahu	Air PDAM
5	100%	-
	50%	50%
	25%	75%
8	100%	-
	50%	50%
	25%	75%
10	100%	-
	50%	50%
	25%	75%

III. ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

A. Analisa Awal dan Analisa Permeat

Analisa nitrat dilakukan dengan metode Brucin Asetat. Sampel yang dibutuhkan sebanyak 2 ml dan ditambahkan dengan 2 ml larutan Brucin Asetat serta 4 ml larutan asam sulfat (H₂SO₄) pekat. Didiamkan Selma 10 menit dan kemudian larutan dibaca nilai absorbansinya pada spektrofotometer dengan panjang gelombang 410 nm.

Sedangkan untuk menganalisa kadar amonium digunakan metode Nessler yaitu dibutuhkan sampel sebanyak 25 ml. Dengan melakukan pengenceran sebanyak 25x, mula-mula diambil sampel 1 ml dan diencerkan dengan aquades sampai volume 25 ml. Kemudian ditambahkan 1 ml larutan nessler dan 1,25 ml larutan garam signet. Didiamkan selama 10 menit dan kemudian dibaca pada spektrofotometer dengan panjang gelombang 410 nm.

B. Pengaruh Massa Silika dan Volume Air Limbah Terhadap Prosentase Removal Nitrat dan Amonium

Setelah didapatkan konsentrasi nitrat, maka dihitung pula nilai koefisien rejeksinya dengan menggunakan rumus sebagai berikut :

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

dimana:

Tabel 2.

Nilai koefisien rejeksi nitrat pada setiap variasi massa silika dengan volume air limbah

Volume Air Limbah : PDAM	Variasi Membran	Konsentrasi Awal Nitrat (mg/l)	Konsentrasi Nitrat pada Permeat menit ke 80	Koefisien Rejeksi (*)
100%	5	5.21	9.21	-77%
	8	5.21	8.12	-56%
	10	5.21	0	0
50% : 50%	5	4.091	6.8	-66%
	8	4.091	6.12	-50%
	10	4.091	0	0
25% : 75%	5	1.19	2.08	-75%
	8	1.19	2.01	-69%
	10	1.19	0	0

(*) : Nilai koefisien rejeksi minus menunjukkan bahwa terjadi peningkatan konsentrasi nitrat

Tabel 3.

Nilai Koefisien Rejeksi Amonium pada Setiap Variasi Massa Silika dengan Volume Air Limbah

Volume Air Limbah : PDAM	Variasi Membran	Konsentrasi Awal Amonium (mg/l)	Konsentrasi Amonium pada Permeat menit e 80	Koefisien Rejeksi
100%	5	19.28	1.51	92%
	8	19.28	2.11	89%
	*10	19.28	0	0
50% : 50%	5	12.77	1.8	86%
	8	12.77	1.92	85%
	*10	12.77	0	0
25% : 75%	5	6.56	1.09	83%
	8	6.56	1.56	76%
	*10	6.56	0	0

(*) : membran 10 gram tidak dapat menghasilkan nilai koefisien rejeksi dikarenakan membran dengan massa silika 10 gram sobek dan tidak bekerja secara optimal.

Tabel 4.

Nilai Fluks pada Setiap Variasi Massa Silika dengan Volume Limbah

Volume Air Limbah : PDAM	menit ke-	5gr		8gr	
		volume (ml)	Nilai Fluks	volume (ml)	Nilai Fluks
100%	20	1.7	2.65	1.85	2.89
	40	1.6	1.25	1.5	1.17
	60	1.2	0.62	1.2	0.62
	80	0.9	0.35	1.05	0.41
50% : 50%	20	1.75	2.73	1.9	2.96
	40	1.6	2.50	1.5	1.17
	60	1.25	1.95	1.1	0.57
	80	1	1.56	1	0.39
25% : 75%	20	2.20	3.43	2.35	3.67
	40	1.80	2.81	2.20	1.72
	60	1.45	2.26	1.75	0.91
	80	1.05	1.64	1.20	0.47

R = Koefisien rejeksi (%)

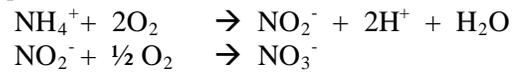
C_p = Konsentrasi zat terlarut dalam permeat

C_f = Konsentrasi zat terlarut dalam umpan

Pada Tabel 2 ditunjukkan bahwa konsentrasi nitrat pada permeat meningkat dari konsentrasi awal, sehingga hasil perhitungan koefisien rejeksi menjadi minus karena tidak terjadi penurunan nilai removal pada konsenrasi nitrat.

Hal ini disebabkan karena pada saat uji membran di dalam reaktor aliran *crossflow* di duga terjadi peningkatan nilai DO (Dissolved Oksigen) yaitu oksigen terlarut. Naiknya kadar DO terjadi akibat proses aerasi yang terjadi saat pengujian membran pada reaktor *cross flow*. Dengan tekanan 2 atm dan luas penampang pipa yang kecil, menjadikan aliran air

turbulen dan mengakibatkan proses aerasi terjadi. Hubungan antara DO dan nitrat berbanding lurus, sedangkan hubungan antara DO dan amonium dan nitrit berbanding terbalik yang di dukung oleh penelitian sebelumnya [4]. Reaksi pembentukan nitrat dapat dilihat di bawah ini:



Membran dengan massa silika 10 gram tidak didapatkan nilai koefisien rejeksi dari menit pertama hingga akhir dikarenakan membran 10 gram sobek dan kurang kuat menahan tekanan sebesar 2 atm. Membran dengan massa silika 10 gram kurang optimal dikarenakan komposisi antara massa silika dengan PVA kurang pas sehingga membran yang dihasilkan kurang maksimal.

Apabila prosentasesemasa PVA melebihi atau kurang dari batas optimum dengan massa silika maka membran yang dihasilkan kurang maksimal, karena perbandingan antara silika dan PVA tidak sebanding sehingga diperoleh adonan membran yang tidak homogen [5].

Dilihat dari Tabel 3,nilai koefisien rejeksi yang paling besar terjadi pada membran dengan massa silika 5 gram dengan volume air limbah 100%. Faktor-faktor yang menyebabkan penurunan ammonium terbesar pada massa silika silika 5 gram dengan volume limbah 100% adalah semakin besar perbandingan volume air limbah dengan air PDAM, maka semakin pekat pula air limbah yang dihasilkan. Hal ini menyebabkan zat pengotor yang tertahan pada membran pun semakin banyak dan membentuk filter cake. Pori-pori membran akan semakin kecil sehingga kemampuan untuk meremoval amonium pun semakin meningkat.

Penambahan jumlah PVA pada membran dengan massa silika 8 gram membuat kinerja membran kurang optimal, sedangkan pada membran 5 gram ternyata membuat membran dapat menghasilkan koefisien rejeksi yang optimal. Hal ini disebabkan penambahan jumlah PVA tidak boleh kurang ataupun tidak boleh lebih karena penambahan PVA mempengaruhi pori-pori pada membrane [5]. Faktor lainnya dikarenakan adanya peningkatan nitrat yang awalnya adalah amonium berubah menjadi nitrit ke nitrat.

C. Pengaruh Massa Silika dan Volume Air Limbah Terhadap Nilai Fluks Membran

Nilai fluks dapat diketahui dari jumlah volume permeat yang dihasilkan per satuan luas permukaan per satuan waktu dengan rumus sebagai berikut:

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

dimana:

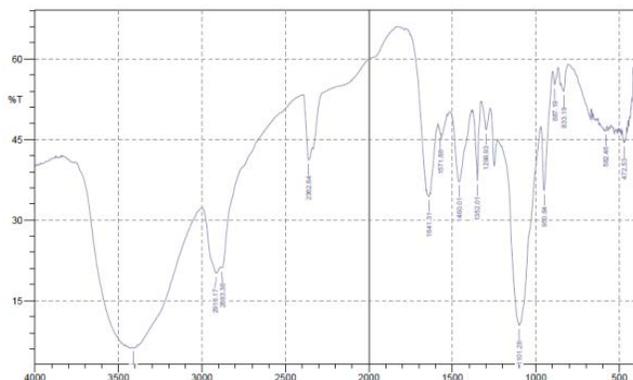
J = Fluks (L/m².jam)

V = Volum permeat (L)

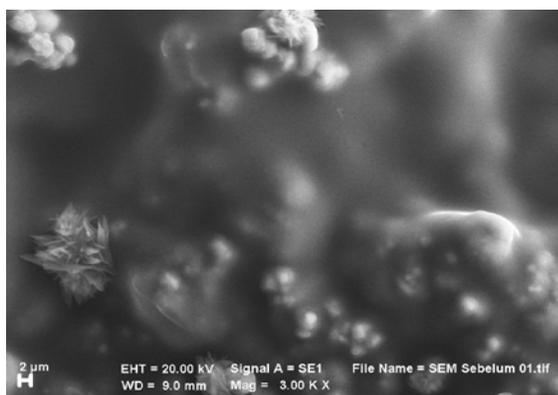
A = Luas permukaan membran (m²)

t = Waktu (jam)

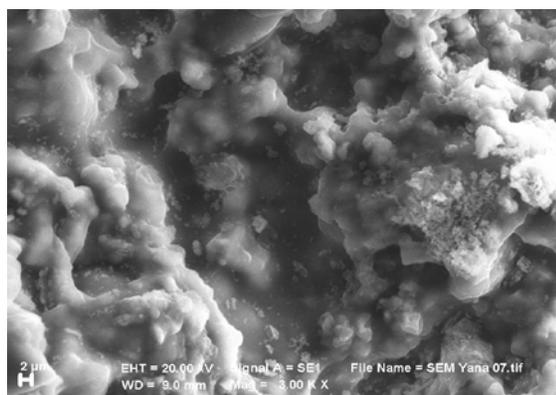
Dari data-data yang dapat dilihat pada Tabel 3. Maka didapatkan nilai fluks terbesar terjadi pada membran 8 gram dengan volume limbah 25% yaitu 3,67 L/m².jam dan nilai fluks yang terkecil adalah 0,35 L/m².jam terjadi pada membran dengan massa silika 5 gram dengan volume limbah 100%.



Gambar 2. Spektra FTIR sebelum membran dipakai.



Gambar 3. Morfologi membran sebelum dipakai.



Gambar 4. Morfologi membran setelah dipakai.

Nilai fluks yang paling optimum berbanding terbalik dengan nilai koefisien rejeksi. Nilai fluks yang didapatkan tersebut masih berada dalam range nilai fluks membran nanofiltrasi. Fluks untuk membran nanofiltrasi berkisar antara 1,4 – 12 L/m².jam pada tekanan 5-20 atm [6]. Dengan adanya pernyataan tersebut maka dapat diperkuat bahwa membran yang dihasilkan dalam penelitian ini adalah membran nanofiltrasi dengan dilakukan perbandingan nilai fluks menggunakan tekanan 5atm dan 2 atm. Untuk tekanan 5 atm range fluks yang dapat terjadi antara 1,4-12 L/m².jam. Sedangkan untuk tekanan 2 atm range fluksnya adalah 0,14-4,8 L/m².jam.

Adanya faktor pengenceran yang lebih besar daripada variasi volume air limbah 100% dan 50% membuat air limbah tahu lebih encer dan lebih sedikit terdapat zat pengotor. Maka

dari itu untuk volume limbah 25% permeat yang dihasilkan paling banyak. Banyaknya permeat dikarenakan jumlah pengenceran yang lebih besar pada limbah sehingga kinerja membran tidak terlalu berat sehingga permeat yang dihasilkan lebih banyak dan nilai fluks semakin besar [7].

Zat-zat pengotor yang menempel pada membran pada menit pertama masih sedikit dan masih bisa tersapu lagi oleh aliran air limbah. Akan tetapi nilai fluks di setiap pertambahan waktunya menurun, dikarenakan zat pengotor yang semakin menumpuk pada membran membuat pori membran bertambah kecil yang membuat kinerja membran semakin berat dan menghasilkan penurunan jumlah volume permeat.

D. Karakterisasi Membran

Dari pembahasan di atas dapat disimpulkan bahwa membran yang mempunyai permselektivitas paling baik adalah membran dengan variasi massa silika 5 gram. Maka dari itu digunakan membran dengan massa silika 5 gram untuk uji karakterisasi membran.

Karakterisasi menggunakan FTIR dilakukan dengan menganalisis spectra yang dihasilkan sesuai dengan puncak-puncak yang dibentuk oleh suatu gugus fungsi, karena senyawa tersebut dapat menyerap radiasi elektromagnetik. Spectra dari membran dengan massa silika 5 gram dapat dilihat pada Gambar 2.

Berdasarkan Gambar 2. terlihat beberapa gugus fungsi dalam sampel. Puncak utama yang dapat dipastikan berkaitan dengan gugus fungsi pada silika adalah pada bilangan panjang gelombang 3434,98 cm⁻¹. Puncak tersebut merupakan puncak yang khas untuk vibrasi ulur gugus -OH (gugus hidroksil). Dengan demikian dalam silika yang digunakan sebagai sampel dapat dipastikan terdapat gugus hidroksil yang menunjukkan ikatan Si-OH atau silanol [8].

Pada panjang gelombang 1461,9 cm⁻¹ menunjukkan adanya ikatan C-H yang terbentuk karena adanya polimer penyusun membran. Gugus fungsi yang menunjukkan C-O-H sebagai pembentukan membran terdapat pada panjang gelombang 1299,93 dan 1352,01 cm⁻¹. Kemudian puncak kedua yang dapat dipastikan menunjukkan gugus fungsi silika adalah puncak yang berada pada panjang gelombang 1060,78 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya gugus fungsi siloksan Si-O-Si [9].

E. Analisa Morfologi Membran

Sebelum dilakukan pemotretan pada alat SEM (Scanning Electron Microscope), membran terlebih dahulu dikeringkan dan direndam dalam nitrogen cair selama beberapa detik sampai mengeras. Membran kemudian diangkat dan dipatahkan dengan pinset pada kedua ujungnya. Potongan membran kemudian dilapisi (di-coating) dengan emas murni yang berfungsi sebagai penghantar. Kemudian permukaan membran diuji SEM dengan perbesaran 3000. Berikut ini hasil foto SEM untuk membran 5 gram sebelum dilakukan uji membran dalam reaktor:

Jika dibandingkan dengan gambar morfologi membran sebelum dipakai, maka akan terlihat gumpalan yang terdapat pada permukaan membran akan semakin banyak. Gumpalan tersebut merupakan zat pengotor dari air limbah yang tertempel pada permukaan membran. Dengan demikian pori membran setelah dipakai pun akan semakin menyempit.

IV. KESIMPULAN

Kesimpulan yang dapat diambil dari hasil penelitian yang telah dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Massa silika yang paling optimum untuk pembuatan membran adalah 5 gram.
2. Nilai koefisien rejeksi yang paling baik untuk parameter ammonium adalah 92,17% dengan variasi membran 5 gram dan volume air limbah 100%.
3. Nilai fluks yang paling baik adalah 3,67 L/m².jam.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Mori, Hidetsugu. 2003. *Extraction of Silicon Dioxide from Waste Colored Glasses by Alkalifusion Using Pottasium Hydroxide*. Kluwer Academy Publishers.
- [2] Widodo. 2011. Sintesis dan Karakterisasi Nanosilika Berbasis Pasir Bancar Dengan Metode Alkali Fusion Menggunakan Kalium Hidroksida (KOH). Tugas Akhir. Jurusan Fisika ITS.
- [3] Chowdhury, S.R., Alisia, M.P., Dave, H.A.B., Johan, E. 2006. *Influence of Porous Substrate on Mesopore Structure and Water Permeability of Surfactant Template Mesoporous Silica Membranes*. *Journal of Membrane Science* 277: 6-10.
- [4] Zelni, Meri. 2005. Studi Kualitas Air Sungai Batang Arau pada Musim Hujan (Parameter NH₃, NO₂, dan NO₃). Tugas Akhir. Jurusan Teknik Lingkungan – Fakultas Teknik Universitas Andalas.
- [5] Aprilia, N.I., Woro Sumarni., Eko Budi Susatyo. 2012. *Sintesis Membrane Padat Silika Abu Sekam Padi dan Aplikasinya Untuk Deklorinasi Rhodamin B Pada Limbah Cair*. *Indonesian Journal of Chemical Science*.
- [6] Mulder, M. 1996. *Basic Principles of Membrane Technology*. Netherland: Kluwer Academic.
- [7] Lin, J., Siddiqui, J.A., Ottenbrite, M. 2001. *Surface Modification of Inorganic Oxide Particels with Silane Coupling Agent an Organic Dyes*. *Polymer Advance Technology*, 12:285-292.
- [8] Daifullah, A.A.M., Girgis, B.S., Gad, H.M.H. 2003. *Utilization of Agro-Residues (Rice Husk) in Small Waste Water Treatment Plans*. *Material Letter*, 57:1723.