

KIMIA PEMISAHAN DAN PEMURNIAN



PENULIS :

Zikra Azizah, Neny Rochyani, Hendri Satria Kamal uyun, Cory
Novi, Mariam Ulfah, Nurlela, Anthoni Batahan Aritonang, Husnah

KIMIA PEMISAHAN DAN PEMURNIAN

**Zikra Azizah
Neny Rochyani
Hendri Satria Kamal uyun
Cory Novi
Mariam Ulfah
Nurlela
Anthoni Batahan Aritonang
Husnah**



GETPRESS INDONESIA

KIMIA PEMISAHAN DAN PEMURNIAN

Penulis : Zikra Azizah
Neny Rochyani
Hendri Satria Kamal uyun
Cory Novi
Mariam Ulfah
Nurlela
Anthoni Batahan Aritonang
Husnah

ISBN : 978-623-125-505-1

Editor : Mila Sari, M.Si.

Desain Sampul dan Tata Letak : Tri Putri Wahyuni, S.Pd.

PENERBIT GET PRESS INDONESIA

Anggota IKAPI No. 033/SBA/2022
Jl. Palarik RT 01 RW 06 Kelurahan Air Pacah
Kecamatan Koto Tangah Padang Sumatera Barat

website: www.getpress.co.id
email: adm.getpress@gmail.com

Cetakan pertama, Desember 2024

Hak cipta dilindungi undang-undang
Dilarang memperbanyak karya tulis ini dalam bentuk
dan dengan cara apapun tanpa izin tertulis dari penerbit.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Tuhan Yang Maha Esa atas limpahan rahmat dan karunia-Nya sehingga buku berjudul "Kimia Pemisahan dan Pemurnian" ini dapat diselesaikan dengan baik. Buku ini disusun sebagai upaya untuk memberikan pemahaman yang mendalam tentang prinsip-prinsip dasar serta berbagai metode pemisahan dan pemurnian yang sering digunakan dalam berbagai bidang, terutama di industri farmasi dan kimia. Topik-topik yang dibahas meliputi teknik ekstraksi, kromatografi, distilasi, rekristalisasi, adsorpsi, presipitasi, hingga pemisahan berbasis membran, yang masing-masing memiliki penerapan penting dalam proses industri dan laboratorium.

Buku ini diharapkan dapat menjadi referensi bagi mahasiswa, akademisi, dan praktisi yang ingin memperdalam pengetahuan tentang kimia pemisahan dan pemurnian, serta aplikasinya dalam bidang industri dan penelitian. Kami menyadari bahwa buku ini masih memiliki kekurangan, oleh karena itu, kritik dan saran yang membangun sangat diharapkan untuk perbaikan di masa mendatang. Semoga buku ini bermanfaat dan dapat memberikan kontribusi positif bagi perkembangan ilmu pengetahuan, khususnya dalam bidang kimia..

Padang, Oktober 2024

Penulis

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR.....	i
DAFTAR ISI	ii
DAFTAR GAMBAR.....	iv
DAFTAR TABEL	vi
BAB 1 PENGENALAN KIMIA PEMISAHAN DAN PEMURNIAN.....	1
1.1 Pendahuluan	1
1.2 Metode Pemisahan	3
1.3 Penerapan Kimia Pemisahan dan Pemurnian dalam Industri Farmasi.....	14
DAFTAR PUSTAKA.....	17
BAB 2 PRINSIP DASAR PEMISAHAN DAN PEMURNIAN	19
2.1 Pendahuluan	19
2.2 Prinsip Dasar Pemisahan.....	22
2.3 Prinsip Dasar Pemurnian.....	25
2.4 Teknik Pemisahan dan Pemurnian Umum	29
2.5 Aplikasi dan Pertimbangan dalam Pemisahan dan Pemurnian	34
DAFTAR PUSTAKA.....	40
BAB 3 METODE PEMISAHAN BERBASIS EKSTRAKSI.....	41
3.1 Pendahuluan	41
3.2 Proses Ekstraksi	42
3.3 Macam-macam proses ekstraksi.....	43
DAFTAR PUSTAKA.....	55
BAB 4 KROMATOGRAFI	57
4.1 Pendahuluan	57
4.2 Kromatografi Kertas	59
4.3 Kromatografi Lapis Tipis	61
4.4 Kromatografi Kolom	64
4.6 Kromatografi Cair Kinerja Tinggi	68
4.7 Kromatografi Gas	74
4.8 Parameter Kromatografi Modern.....	77
DAFTAR PUSTAKA.....	80
BAB 5 DISTILASI DAN REKRISTALIASI.....	81

5.1 Distilasi.....	81
5.2 Rekristalisasi.....	93
DAFTAR PUSTAKA	98
BAB 6 METODE PEMISAHAN BERBASIS ADSORPSI	101
6.1 Pendahuluan	101
6.2 Perinsip Dasar Adsorpsi.....	104
6.3 Jenis-jenis Adsorben	111
6.4 Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Adsorpsi	114
DAFTAR PUSTAKA	116
BAB 7 METODE PEMISAHAN BERBASIS PRESIPITASI	119
7.1 Pendahuluan	119
7.2 Presipitasi	120
7.3 Aplikasi Metode Pemisahan dan Pemurnian Berbasis Presipitasi	123
7.4 Peralatan dan Bahan.....	125
7.5 Ekstraksi Fe_2O_3 Dari Limbah Industri Bauksit di Kalimantan Barat.....	126
7.6 Metode.....	131
7.7 Hasil dan Pembahasan.....	133
7.8 Kesimpulan.....	137
DAFTAR PUTAKA.....	138
BAB 8 TEKNIK PEMISAHAN BERBASIS MEMBRAN	141
8.1 Teknologi Membran.....	141
8.2 Definisi Pemisahan Membran	143
8.3 Kelebihan Teknologi Membran	158
8.4 Kekurangan Teknologi Membran	159
BIODATA PENULIS	163

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. 1. Proses Filtrasi Vakum.....	5
Gambar 1. 2. Destilasi.....	6
Gambar 1. 3. Penjelasan Kualitatif MIERS Tentang Kristalisasi.....	10
Gambar 1. 4. Klasifikasi Kromatografi Secara Umum.....	11
Gambar 1. 5. Proses Elektrolisis.....	14
Gambar 3. 1. <i>Counter Current</i>	45
Gambar 3. 2. Perkolasi.....	48
Gambar 3. 3. Refluk.....	50
Gambar 3. 4. Sokletasi.....	51
Gambar 3. 5. <i>Microwave Assisted Extraction</i>	52
Gambar 3. 6. <i>Ultrasound Assisted Extraction</i>	53
Gambar 4. 1. Ilustrasi pemisahan pigmen dari ekstrak tumbuhan dengan kromatografi kolom.....	57
Gambar 4. 2. Ilustrasi definisi teknik kromatografi.....	58
Gambar 4. 3. Ilustrasi kromatografi kertas.....	61
Gambar 4. 4. Ilustrasi Kromatografi Lapis Tipis (KLT).....	61
Gambar 4. 5. Harga R_f diukur dan dihitung.....	64
Gambar 4. 6. Ilustrasi Kromatografi Kolom.....	66
Gambar 4. 7. Ilustrasi <i>packing column</i>	67
Gambar 4. 8. Instrumentasi dasar Kromatografi Cair Kinerja Tinggi.....	70
Gambar 4. 9. Ilustrasi Pemisahan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi.....	73
Gambar 4. 10. Kromatogram hasil pemisahan.....	74
Gambar 4. 11. Instrumentasi Dasar Kromatografi Gas (GC).....	75
Gambar 4. 12. Jenis Kolom Kapiler.....	76
Gambar 5. 1. Destilasi sederhana.....	86
Gambar 5. 2. Distilasi terfraksi.....	87
Gambar 5. 3. Distilasi uap.....	89
Gambar 5. 4. Distilasi vakum.....	90
Gambar 5. 5. Protokol sistematis dari rekristalisasi obat untuk pemurnian lebih lanjut.....	95

Gambar 6. 1. Istilah Dasar dalam Adsorpsi.....	102
Gambar 6. 2. Mekanisme Adsorpsi. (a) Mekanisme adsorpsi awal, (b) Adsorpsi fisika, (c) Adsorpsi Kimia	106
Gambar 6. 3. Karbon Aktif.....	112
Gambar 6. 4. Zeolit.....	114
Gambar 7. 1. Struktur Ligan APDC	129
Gambar 7. 2. Difraktogram XRD	134
Gambar 7. 3. Spektrum FTIR Fe_2O_3 ekstraksi dan Fe_2O_3 Standar.....	136
Gambar 8. 1. Contoh Rangkaian Membran	142
Gambar 8. 2. Mekanisme Pemisahan Menggunakan Membran	144
Gambar 8. 3. Konfigurasi Membran.....	145
Gambar 8. 4. Membran berdasarkan Fungsinya.....	149

DAFTAR TABEL

Tabel 1. 1. Ringkasan Singkat Metode Ekstraksi Untuk Bahan Alam	7
Tabel 1. 2. Klasifikasi Teknik Kromatografi yang Utama	12
Tabel 4. 1. Urutan Kemampuan Elusi Fase Gerak Terhadap Fase Diam Silika Gel Atau Alumina	63
Tabel 7. 1. Komposisi red mud sebelum dan sesudah ekstraksi	133

BAB 1

PENGENALAN KIMIA PEMISAHAN DAN PEMURNIAN

Oleh Zikra Azizah

1.1 Pendahuluan

Kimia pemisahan dan pemurnian adalah bagian penting dalam ilmu kimia yang berkaitan dengan teknik dan metode yang digunakan untuk memisahkan campuran atau mencapai tingkat kemurnian yang tinggi pada suatu zat atau senyawa. Dalam ilmu kimia, pemisahan dan pemurnian merupakan proses penting yang digunakan untuk memisahkan campuran kompleks menjadi komponen-komponen yang lebih sederhana atau mencapai tingkat kemurnian yang tinggi pada suatu zat atau senyawa. Proses ini diperlukan untuk mendapatkan zat atau senyawa murni yang memiliki nilai yang lebih tinggi dalam berbagai aplikasi, seperti industri, farmasi, dan penelitian ilmiah.

Kimia pemisahan adalah cabang ilmu kimia yang berkaitan dengan metode dan teknik yang digunakan untuk memisahkan komponen-komponen dalam campuran. Tujuan dari pemisahan ini adalah untuk mendapatkan komponen yang diinginkan dalam bentuk murni atau dengan tingkat kemurnian yang tinggi. Kimia pemurnian, adalah proses meningkatkan kemurnian suatu zat atau senyawa dengan menghilangkan komponen-komponen yang

tidak diinginkan atau mencapai kemurnian yang tinggi. Pemurnian ini penting seperti aplikasi dalam industri farmasi atau produk bahan kimia dengan standar kualitas yang ketat.

Kimia pemisahan dan pemurnian memainkan peran penting dalam pengembangan ilmu kimia dan aplikasinya. Berikut beberapa alasan mengapa pemisahan dan pemurnian sangat penting:

1. Memahami Komposisi Campuran: Pemisahan dan pemurnian memungkinkan kita untuk memahami komposisi sebenarnya dari campuran yang kompleks. Dengan memisahkan komponen-komponen, kita dapat menganalisis dan mempelajari sifat-sifat unik dari masing-masing komponen tersebut.
2. Mencapai Kemurnian yang Tinggi: Dalam banyak kasus, kemurnian yang tinggi diperlukan untuk aplikasi tertentu. Misalnya, dalam produksi farmasi, obat harus dalam bentuk yang sangat murni untuk memastikan keamanan dan efektivitasnya.
3. Memperoleh Bahan Baku yang Diperlukan: Beberapa bahan baku yang digunakan dalam industri hanya tersedia dalam campuran dengan komponen lain. Dengan menggunakan teknik pemisahan, kita dapat memperoleh bahan baku yang diinginkan dengan menghilangkan komponen yang tidak diinginkan.
4. Studi Lebih Lanjut tentang Komponen: Pemisahan dan pemurnian memungkinkan kita untuk mempelajari sifat-sifat dan karakteristik dari masing-masing komponen secara lebih mendalam. Ini dapat membantu dalam penelitian ilmiah dan pengembangan teknologi baru.

1.2 Metode Pemisahan

Ada banyak teknik pemisahan yang berbeda yang secara luas diklasifikasikan ke dalam proses pemisahan mekanis dan pemisahan dengan difusi atau lainnya, termasuk berbagai jenis proses pemisahan (Taulbee & Marato-Valer, 2000; Moskvina, 2016; dan Ibrahim, 2018). Ada beberapa metode yang umum digunakan dalam kimia pemisahan, antara lain:

1. Filtrasi: metode ini digunakan untuk memisahkan komponen padat dari campuran dengan menggunakan media penyaring, seperti kertas saring.
2. Destilasi: metode ini digunakan untuk memisahkan komponen cair dari campuran berdasarkan perbedaan titik didihnya. Campuran dipanaskan hingga salah satu komponen menguap dan kemudian dikondensasikan kembali menjadi cairan.
3. Ekstraksi: metode ini melibatkan pemisahan komponen berdasarkan perbedaan kelarutan dalam pelarut. Komponen yang diinginkan diekstraksi menggunakan pelarut tertentu.
4. Kristalisasi: metode ini digunakan untuk memisahkan komponen padat dari campuran dengan memanfaatkan perbedaan kelarutan dalam pelarut. Komponen yang diinginkan diperoleh dalam bentuk kristal setelah pelarut diuapkan.
5. Kromatografi: metode ini melibatkan pemisahan komponen berdasarkan perbedaan laju pergerakan dalam suatu fase diam dan fase gerak.

Beberapa metode yang umum digunakan dalam kimia pemurnian:

1. Kristalisasi: metode ini melibatkan pemurnian zat padat dengan mengkristalkan komponen yang diinginkan. Prosesnya melibatkan pelarut yang

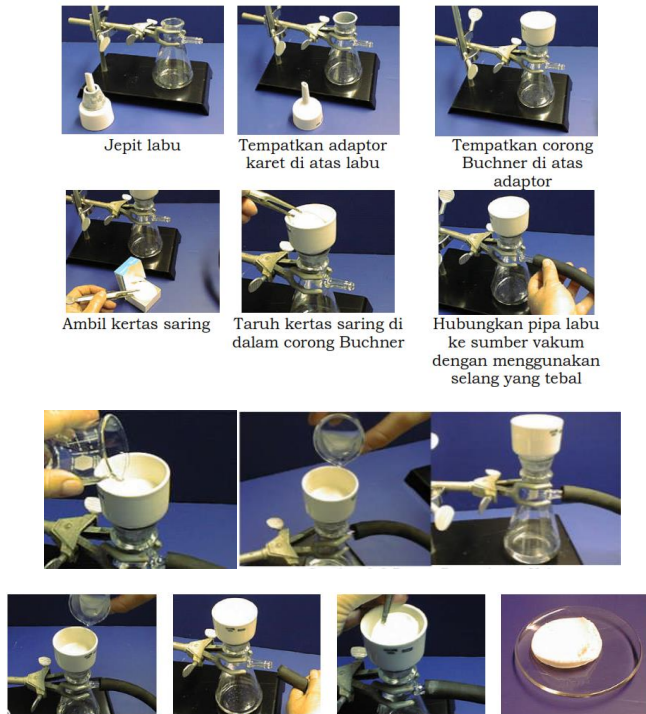
dipanaskan dan kemudian pelarutnya diuapkan secara perlahan-lahan sehingga kristal yang diinginkan terbentuk.

2. Destilasi: metode ini digunakan untuk memurnikan cairan dengan memisahkan komponen yang diinginkan dari campuran dengan memanfaatkan perbedaan titik didihnya.
3. Elektrolisis: metode ini melibatkan penggunaan arus listrik untuk memisahkan komponen-komponen yang terlarut dalam larutan. Elektrolisis sering digunakan dalam pemurnian logam.
4. Reaksi Kimia: metode ini melibatkan reaksi kimia yang menghasilkan produk yang diinginkan dan produk samping yang tidak diinginkan. Dengan mengoptimalkan kondisi reaksi, produk yang diinginkan dapat diisolasi dan pemurnian dapat dicapai.
5. Kromatografi: kromatografi juga dapat digunakan dalam pemurnian dengan memisahkan komponen-komponen berdasarkan perbedaan pergerakan dalam fase diam dan fase gerak.

1.2.1 Filtrasi

Pemisahan campuran heterogen antara fluida dan partikel padatan dilakukan melalui media filter yang meloloskan fluida tetapi menahan partikel padatan. Ini terjadi dengan melewatkan fluida melalui septum atau media penyaring yang dapat menahan zat padat (Pinalia, 2011). Mengalirkan fluida melalui media berpori adalah bagian penting dari filtrasi karena adanya perbedaan tekanan pada media tersebut. Berdasarkan perbedaan tekanan yang digunakan, filter terdiri dari dua macam yaitu filter gravitasi dan filter sistem vakum. Filter gravitasi beroperasi pada tekanan yang lebih tinggi dari tekanan

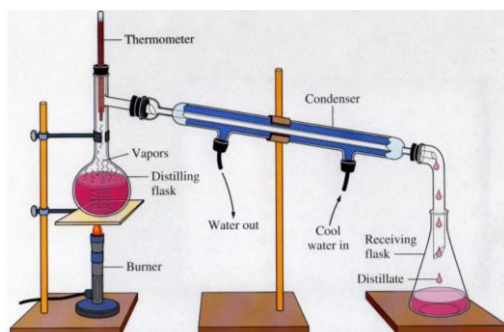
atmosfer dan filter sistem vakum beroperasi dengan tekanan atmosfer.



Gambar 1. 1. Proses Filtrasi Vakum
(Pinalia, 2011)

1.2.2 Destilasi

Sampel untuk ekstraksi ditempatkan di wadah destilasi, kemudian dipanaskan sehingga mencapai titik didih dan uap (uap air) mengeluarkan minyak atsiri (Clarke, 2008). Pada saat suhu meningkat, komponen dengan titik didih yang lebih rendah akan menguap terlebih dahulu. Uap yang dihasilkan kemudian masuk ke kondensor, dimana uap tersebut didinginkan dan dikondensasikan kembali menjadi cairan.



Gambar 1. 2. Destilasi
(Setiawan, 2018)

Jenis-jenis destilasi yaitu destilasi sederhana, destilasi fraksional, dan destilasi vakum. Destilasi sederhana (Gambar 2) digunakan untuk memisahkan campuran dua cairan dengan perbedaan titik didih yang besar. Destilasi fraksional cocok untuk campuran dengan titik didih yang dekat, menggunakan kolom fraksional untuk memperbaiki pemisahan. Destilasi vakum dilakukan pada tekanan lebih rendah untuk memisahkan zat dengan titik didih tinggi, mencegah terjadinya dekomposisi. Destilasi digunakan dalam berbagai aplikasi, seperti produksi alkohol, pemurnian pelarut, dan pengolahan minyak bumi. Selain itu, metode ini juga penting dalam laboratorium untuk memisahkan dan menganalisis komponen kimia.

1.2.3 Ekstraksi

Ekstraksi merupakan langkah awal untuk memisahkan zat yang diinginkan dari bahan baku. Terdapat banyak metode ekstraksi seperti ekstraksi pelarut, destilasi, pengepresan, dan sublimasi. Namun, metode yang sering digunakan adalah ekstraksi pelarut (Zhang *et al*, 2018). Metode ini dirangkum dalam Tabel 1.1.

Tabel 1. 1. Ringkasan Singkat Metode Ekstraksi Untuk Bahan Alam (Zhang, *et al*, 2018)

Metode	Pelarut	Suhu	Tekanan	Waktu	Volume Pelarut Organik yang Digunakan	Polaritas Produk Bahan Alam yang di Ekstraksi
Maserasi	Air, pelarut berair dan tidak berair	Suhu ruang	Atmosfer	Lama	Banyak	Tergantung pada pelarut ekstraksi
Perkolasi	Air, pelarut berair dan tidak berair	Suhu ruang	Atmosfer	Lama	Banyak	Tergantung pada pelarut ekstraksi
Dekokta	Air	Pemanasan	Atmosfer	Sedang	Tidak ada	Senyawa Polar
Refluks	Pelarut berair dan tidak berair	Pemanasan	Atmosfer	Sedang	Sedang	Tergantung pada pelarut ekstraksi
Sokletasi	Ekstraksi dengan pelarut organik	Pemanasan	Atmosfer	Lama	Sedang	Tergantung pada pelarut ekstraksi
Ekstraksi Fluida Superkritis	Fluida superkritis (S-CO ₂), kadang dengan modifikasi	Mendaki suhu ruang	Tinggi	Cepat	Tidak ada atau Sedikit	Tergantung pada pelarut ekstraksi
Ultrasound Assisted Extraction (UAE)	Air, Pelarut berair dan tidak berair	Suhu ruang atau dengan pemanasan	Atmosfer	Cepat	Sedang	Tergantung pada pelarut ekstraksi
Microwave Assisted Extraction	Air, pelarut berair dan tidak	Suhu ruang	Atmosfer	Cepat	Tidak ada atau sedang	Tergantung pada pelarut

Metode	Pelarut	Suhu	Tekanan	Waktu	Volume Pelarut Organik yang Digunakan	Polaritas Produk Bahan Alam yang di Ekstraksi
(MAE)	berair					ekstraksi
Enzyme Assisted Extraction	Air, pelarut berair dan tidak berair	Suhu ruang, atau pemanasan setelah perlakuan enzim	Atmosfer	Sedang	Sedang	Tergantung pada pelarut ekstraksi
Hidrodestilasi dan Destilasi Uap	Air	Pemanasan	Atmosfer	Lama	Tidak ada	Minyak Atsiri (Biasanya Non-Polar)

1.2.4 Kristalisasi

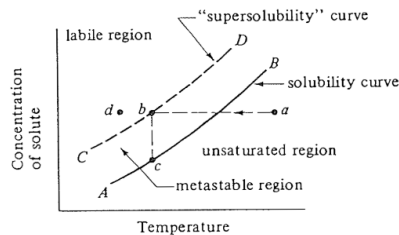
Pembentukan partikel padatan dalam fasa homogen dikenal sebagai kristalisasi (Fachry, *et al*, 2008). Kristalisasi merupakan teknik pemisahan padat-cair yang sangat penting dalam industri karena dapat menghasilkan kemurnian produk hingga 100% dengan pemungutan (*yield*) yang tinggi pula. Prinsip pembentukan kristal adalah kondisi lewat dingin untuk cairan atau lelehan seperti air atau lemak dan kondisi lewat jenuh untuk larutan seperti larutan gula atau garam. Dimungkinkan untuk mencapai kondisi tersebut dengan mendinginkan suatu bahan (seperti air) di bawah titik lelehnya atau menambahnya untuk mencapai kondisi melalui jenuh (seperti garam dan gula).

Nukleasi (pembentukan inti kristal) dan pertumbuhan kristal adalah dua tahapan dimana kristal terbentuk dari larutan setelah lewat jenuh (supersaturasi). Supersaturasi merupakan kondisi dimana konsentrasi padatan (*solute*) dalam suatu larutan melebihi konsentrasi jenuh larutan tersebut. Ada 4 metode membangkitkan supersaturasi yaitu pengubahan suhu, penguapan solvent, reaksi kimia, dan pengubahan komposisi solvent (Fachry, *et al*, 2008). Pembentukan inti terjadi sebelum kristal tumbuh jika larutan tersebut semula tidak mengandung padatan. Sementara inti-inti yang sudah ada tumbuh menjadi kristal, inti-inti baru terus terbentuk. Kedua langkah tersebut tidak dapat terjadi pada larutan jenuh atau undersaturated karena driving force pada langkah ini adalah supersaturasi.

Mekanisme nukleasi pada sistem padat-cair dibagi dalam 2 kategori, yaitu :

1. Primary Nucleation

Nukleasi terjadi ketika molekul-molekul solute bergabung membentuk cluster atau kelompok yang kemudian berkembang menjadi kristal. Penambahan solute dalam larutan supersaturasi mengakibatkan terjadinya difusi ke cluster dan tumbuh menjadi lebih stabil. Jika ukuran kristal besar, solubilitasnya lebih rendah, dan jika ukuran kristal kecil, solubilitasnya lebih tinggi. Akibatnya, kristal kecil akan terlarut lagi dalam larutan, sedangkan kristal yang berukuran lebih besar akan tumbuh. Teori MIERS menjelaskan hal ini (Gambar 3).



Gambar 1. 3. Penjelasan Kualitatif MIERS Tentang Kristalisasi (Chohey & Hicks, 1984)

Jika kita melihat dari pendinginan larutan (kondisi di titik a), pendinginan harus berlanjut sampai melewati kurva solubility sampai kristal belum terbentuk. Kemudian pendinginan berlanju sampai titik b, dimana kristal mulai terbentuk, dan konsentrasi larutan menjadi di titik c, dimana larutan dianggap sebagai larutan induk atau mother liquor. Kurva solubility adalah batas dimana kristalisasi dan pembentukan inti terjadi secara spontan. Kecepatan nukleasi meningkat tajam di kurva supersolubility.

2. Secondary Nucleation (contact nucleation)

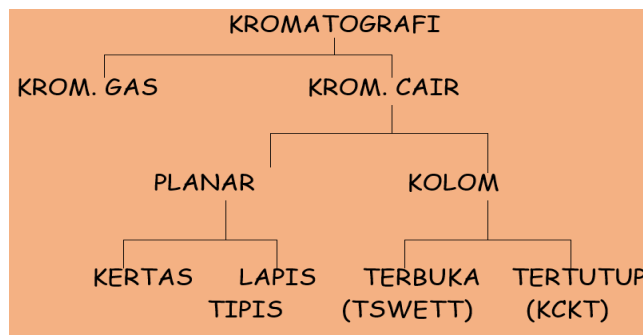
Nukleasi terjadi ketika kristal bertabrakan dengan bahan lain, seperti pengaduk, dinding atau pipa tangki, atau bahan lain. Pada fase ini, kristal tumbuh karena kontak antara kristal dan larutan. Dengan adanya bibit kristal, nukleasi dapat dipercepat, tetapi energi aktivitasnya lebih kecil dari nukleasi utama. Nukleasi sekunder membutuhkan kristal yang sudah jadi atau bibit untuk mendorong pertumbuhan kristal baru.

Konsep termodinamika mempengaruhi proses kristalisasi cairan atau larutan jenuh, karena energi sistem lebih rendah dalam bentuk kristal. Selama nukleasi atau pembentukan inti kristal, molekul cair

mengatur diri kembali dan membentuk cluster yang stabil dan menggorganisasikan diri untuk membentuk matriks kristal.

1.2.5 Kromatografi

Kromatografi adalah salah satu metode analisis yang penting dalam pemisahan senyawa. Kromatografi memungkinkan pemisahan dan analisis kuantitatif campuran kompleks selama sampel mudah menguap atau larut dalam pelarut yang tepat (Meyer, 2013). Menurut Irving *et al.* (1978) kromatografi adalah metode yang paling umum digunakan untuk memisahkan komponen dari sampel. Dalam hal ini, komponen didistribusikan di antara dua fase : fase gerak dan fase diam. Fase diam dapat berupa padatan atau cairan yang disangga pada padatan atau gel. Fase diam dapat dikemas dalam kolom. Fase gerak dapat berupa gas atau cairan. Teknik kromatografi telah berkembang secara signifikan dan digunakan untuk memisahkan dan mengkuantifikasi berbagai macam komponen yang kompleks, baik organik maupun anorganik (Gandjar & Rohman, 2013). Klasifikasi Kromatografi secara umum dilihat pada Gambar 1.4.



Gambar 1. 4. Klasifikasi Kromatografi Secara Umum

Tabel 1. 2. Klasifikasi Teknik Kromatografi yang Utama
(Kealey & Haines, 2002)

Teknik	Fase Diam	Fase Gerak	Bentuk	Mekanisme Sorpsi yang Utama
Kromatografi Kertas	Kertas (selulosa)	Cair	Planar	Partisi (Adsorpsi, pertukaran ion, eksklusi)
Kromatografi Lapis Tipis (KLT)	Silika, selulosa, resin penukar ion, padatan yang porosnya dikendalikan	Cair	Planar	Partisi (adsorpsi, pertukaran ion, eksklusi)
Kromatografi Gas-Cair (KGC)	Cair	Gas	Kolom	Partisi
Kromatografi Gas-Padat (KGP)	Padat	Gas	Kolom	Adsorpsi
Kromatografi Cair Kinerja Tinggi	Padatan atau fase terikat	Cair	Kolom	Partisi yang dimodifikasi
Kromatografi Eksklusi Ukuran	Padatan dengan porositas yang dikendalikan	Cair	Kolom	Eksklusi
Kromatografi Penukar Ion	Resin penukar ion atau fase terikat	Cair	Kolom	Pertukaran ion
Kromatografi Kiral	Pemilih kiral padat	Cair	Kolom	Adsorpsi secara selektif

Klasifikasi kromatografi berdasarkan bentuk kemasan atau geometrik fase diam.

1. Kromatografi planar ; fase diam tersebar dalam bentuk lapis tipis pada lempeng kaca, plastik atau aluminium (Kromatografi Lapis Tipis (KLT) atau dalam bentuk lembaran bahan selulosa (Kromatografi Kertas (KK))
2. Kromatografi Kolom ; fase diam dikemas dalam suatu kolom gelas atau logam (Kromatografi Gas (KG), Kromatografi Cair (KC), dan Kromatografi Cair Super Kritis (KCSK))

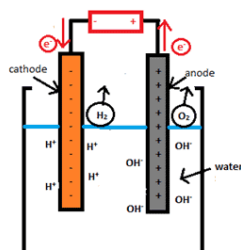
Klasifikasi Kromatografi berdasarkan model pemisahan :

1. Kromatografi Adsorpsi
2. Kromatografi Partisi
3. Kromatografi Pertukaran Ion
4. Kromatografi Eksklusi ukuran
5. Kromatografi Afinitas.

1.2.6 Elektrolisis

Penguraian atau perubahan kimia senyawa tertentu jika muatan atau arus listrik melalui larutan elektrolit atau zat cair senyawa tersebut dikenal sebagai elektrolisis. Menurut Asyari (2012), metode elektrolisis memiliki beberapa kelebihan, termasuk prosesnya yang cepat, sederhana, dan tidak memerlukan pemisahan sebelumnya. Metode ini juga memiliki tingkat efisiensi yang tinggi, yang berarti bahwa logam diperoleh dalam kuantitas maksimal dan tingkat kemurnian yang tinggi. Beberapa faktor, termasuk keasaman dan konsentrasi larutan elektrolit, besarnya tegangan listrik DC, luas, jarak, dan jenis elektroda, kerapatan arus listrik, dan jumlah waktu yang dibutuhkan untuk proses

elektrolisis, berkontribusi pada keberhasilan proses elektrolisis.



Gambar 1. 5. Proses Elektrolisis (Fitriyanti, 2021)

Contoh proses elektrolisis adalah pemurnian logam tembaga (Cu). Jadi, Cu murni dijadikan sebagai katoda, Cu Kotor dijadikan sebagai anoda, dan larutan $CuSO_4$ dijadikan elektrolitnya. Ag, Au, Pt, Fe, dan Zn adalah logam yang biasanya terdapat sebagai pengotor pada logam Cu. Selama proses elektrolisis, logam pengotor tidak akan larut tetapi membentuk lumpur anoda, yang menyebabkan tembaga murni kembali.

1.2 Penerapan Kimia Pemisahan dan Pemurnian dalam Industri Farmasi

Salah satu bagian penting dari ilmu kimia adalah pemisahan dan pemurnian, yang melibatkan metode dan teknik untuk memisahkan bagian-bagian dari campuran dan meningkatkan kemurnian zat atau senyawa. Proses ini digunakan secara luas dalam bisnis, farmasi, dan penelitian ilmiah. Meskipun ada masalah yang harus diselesaikan, kemajuan terus dilakukan untuk meningkatkan keberlanjutan dan efisiensi proses kimia pemisahan dan pemurnian.

Berikut beberapa contoh penerapan kimia pemisahan dan pemurnian dalam industri farmasi:

1. Pemurnian Obat

Dalam industri farmasi, kimia pemisahan dan pemurnian digunakan untuk memurnikan bahan aktif dalam obat. Bahan aktif sering kali hadir dalam campuran kompleks dengan senyawa lain, seperti impuritas atau metabolit. Metode pemisahan seperti kromatografi kolom atau distilasi dapat digunakan untuk memisahkan dan memurnikan bahan aktif, sehingga menghasilkan obat dengan tingkat kemurnian yang tinggi dan dosis yang konsisten.

2. Ekstraksi Senyawa Alami

Banyak obat-obatan berasal dari sumber alami seperti tumbuhan atau mikroorganisme. Dalam industri farmasi, kimia pemisahan digunakan untuk mengekstraksi senyawa-senyawa aktif dari bahan alam ini. Metode ekstraksi yang umum digunakan melibatkan penggunaan pelarut tertentu untuk mengekstraksi senyawa-senyawa target dari campuran kompleks, diikuti oleh pemisahan dan pemurnian lebih lanjut.

3. Pemisahan Isomer

Dalam produksi obat, sering kali penting untuk memisahkan isomer-isomer dari senyawa tertentu. Isomer adalah senyawa-senyawa dengan struktur molekul yang sama tetapi memiliki susunan atom yang berbeda. Contohnya adalah pemisahan antara isomer R dan S dalam obat-obatan yang bersifat kiral. Metode pemisahan seperti kromatografi kiral atau distilasi fraksional digunakan untuk memisahkan isomer-isomer

ini, sehingga menghasilkan produk dengan kemurnian yang diinginkan.

4. Pemisahan dan Pemurnian Bahan Baku

Dalam industri farmasi, bahan baku yang digunakan untuk produksi obat sering dalam campuran dengan impuritas atau senyawa lain. Kimia pemisahan dan pemurnian digunakan untuk memisahkan dan memurnikan bahan baku tersebut. Metode seperti filtrasi, distilasi, atau kromatografi digunakan untuk menghilangkan komponen-komponen yang tidak diinginkan dan meningkatkan kemurnian bahan baku sebelum digunakan dalam produksi obat.

5. Analisis dan Identifikasi Senyawa

Kimia pemisahan juga digunakan dalam analisis dan identifikasi senyawa dalam industri farmasi. Metode pemisahan seperti kromatografi gas dan kromatografi cair yang dikombinasikan dengan detektor yang sensitif digunakan untuk memisahkan campuran kompleks dalam sampel obat dan mengidentifikasi senyawa-senyawa yang terkandung didalamnya.

DAFTAR PUSTAKA

- Asyari, N. (2012). Pemurnian Perak dengan Metode Elektrolisis. Skripsi. Jurusan Kimia. FMIPA Universitas Jember
- Clarke, S. (2008). Essential Chemistry for Aromatherapy, 2nd. Elsevier Limited. 302pp
- Chohey & Hicks. (1984). Handbook of Chemical Engineering Calculations. Chap 10.
- Fachry, A.R., Tumanggor, J., Yuni, N.P.E. (2008). Pengaruh Waktu Kristalisasi dengan Proses Pendinginan Terhadap Pertumbuhan Kristal Amonium Sulfat dari Larutannya. *Jurnal Teknik Kimia*. Vol 15, No 2. 9-16
- Fitriyanti. (2021). Pengaruh Luas Permukaan Elektroda dengan Penambahan PWM Controller Terhadap Efisiensi Produksi Gas Hidrogen Pada Proses Elektrolisis. *Jurnal Sains Fisika*. Vol 1: hal 42-52.
- Gandjar, I.G & Rohman, A. (2013). *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar: Yogyakarta.
- Ibrahim, H.A. (2018). Introductory Chapter: Fractionation, Hassan Al-Haj Ibrahim, IntechOpen, DOI: 10.5772/intechopen.78050. Available from: <https://intechopen.com/books/fractionation/introductory-chapter-fractionation>
- Irving, H. M. N. H.; Freiser, H. And West, T. S. (1978). *Compendium of Analytical Nomenclature Definitive Rules*. Pergamon Press, Oxford: New York. 223pp.
- Kealey, D & Haines, P.J. (2002). *Instant Notes: Analytical Chemistry*, BIOS Scientific Publishers Limited, New York.

- Meyer, (2013). Chromatography | Principles. In: Reedijk, J. (Ed.), Reference Module in Chemistry. *Molecular Sciences and Chemical Engineering*, 3rd ed. Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-409547-2.00081-0> pp 105-112.
- Moskvin, L. N. (2016) A Classification of Separation Methods. *Separation & Purification Reviews*, 45(1):1-27. <https://doi.org/10.1080/15422119.2014.897235>.
- Pinalia, A. (2011). Kajian Metode Filtrasi Gravitasi dan Filtrasi Sistem Vakum Untuk Proses Penyempurnaan Rekristalisasi Amonium Perklorat. *Majalah Sains dan Teknologi Dirgantara*. Vol. 6, No.3; 113-121
- Setiawan, T. (2018). Rancangan Bangun Alat Destilasi Uap Bioetanol dengan Bahan Baku Batang Pisang. *Jurnal Media Teknologi*. Vol 4. No. 2. 119-128.
- Taulbee, D. N. and Maroto-Valer, M. M. (2000). *Centrifugation*. In: Wilson, I. D.; Cooke, M. and Poole, C. F. (Ed.), *Encyclopedia of Separation Science*. Academic Press, pp 17- 40.
- Zhang, Q.; Lin, L. and Ye, W. (2018). Techniques for Extraction and Isolation of Natural Products: a Comprehensive Review. *Chinese Medicine*, 13:20. <https://doi.org/10.1186/s13020-018-0177-x>

BAB 2

PRINSIP DASAR PEMISAHAN DAN PEMURNIAN

Oleh Neny Rochyani

2.1 Pendahuluan

Pemisahan dan pemurnian adalah dua proses fundamental yang sangat penting dalam berbagai industri dan aplikasi ilmiah. Pada dasarnya, keduanya bertujuan untuk memperoleh produk dengan kualitas yang diinginkan melalui penghilangan atau pemisahan komponen yang tidak diinginkan dari campuran yang ada. Pemisahan adalah proses yang bertujuan untuk memisahkan komponen-komponen berbeda dalam campuran berdasarkan perbedaan sifat-sifat fisik atau kimia mereka. Teknik pemisahan digunakan untuk mendapatkan komponen tertentu dari campuran, seperti memisahkan air dari garam dalam proses penguapan atau memisahkan fraksi-fraksi minyak dalam distilasi. (Perry, R. H., dan Green, D. W., 2008)

Pemurnian, di sisi lain, adalah proses yang bertujuan untuk menghilangkan kontaminan atau unsur yang tidak diinginkan dari suatu bahan untuk memperoleh produk akhir yang lebih murni dan berkualitas tinggi. Proses ini sering kali mengikuti tahap pemisahan untuk memastikan bahwa bahan akhir tidak hanya terpisah tetapi juga bersih

dari kontaminan yang mungkin memengaruhi kualitas atau keamanan produk.

Pemisahan dan pemurnian memiliki peran penting dalam berbagai sektor industri antara lain (Wankat, P. C., 2007) :

Industri Kimia: Di industri kimia, pemisahan digunakan untuk mengisolasi produk reaksi, memurnikan bahan baku, dan mengolah campuran kimia. Teknik-teknik seperti distilasi, ekstraksi, dan kromatografi sangat penting dalam produksi bahan kimia berkualitas tinggi.

Industri Farmasi: Dalam industri farmasi, pemisahan dan pemurnian digunakan untuk memperoleh bahan aktif obat dari campuran rumit serta untuk memastikan bahwa obat yang diproduksi bebas dari kontaminan dan murni. Teknik seperti kromatografi cair dan kristalisasi memainkan peran krusial.

Industri Makanan dan Minuman: Di sektor makanan dan minuman, pemisahan digunakan untuk ekstraksi rasa, warna, dan zat gizi, serta untuk pemurnian produk untuk memastikan keamanan dan kualitas. Teknik pemisahan seperti filtrasi dan sentrifugasi sering diterapkan.

Industri Energi: Dalam industri energi, pemisahan digunakan dalam proses pemurnian bahan bakar dan pengolahan minyak mentah untuk menghasilkan produk akhir yang sesuai dengan standar kualitas dan efisiensi.

Memahami prinsip dasar pemisahan dan pemurnian sangat penting untuk beberapa alasan (Seader, J. D., dan Henley, E. J., 2006) :

- a. Desain Proses yang Efisien:** Pengetahuan tentang prinsip dasar memungkinkan insinyur dan ilmuwan

merancang proses yang lebih efisien dan efektif untuk pemisahan dan pemurnian. Ini dapat mengurangi biaya operasional dan meningkatkan hasil produksi.

- b. Optimasi Kualitas Produk:** Dengan memahami bagaimana teknik pemisahan dan pemurnian bekerja, dapat diidentifikasi metode terbaik untuk mencapai kemurnian produk yang diinginkan dan meminimalkan kontaminasi.
- c. Pengembangan Teknologi Baru:** Prinsip-prinsip dasar ini juga mendasari pengembangan teknologi baru dalam pemisahan dan pemurnian, yang dapat menghasilkan metode yang lebih inovatif dan efisien.
- d. Kepatuhan Terhadap Standar dan Regulasi:** Di banyak industri, terutama farmasi dan makanan, ada standar dan regulasi yang ketat mengenai kemurnian dan kualitas produk. Memahami prinsip-prinsip ini membantu memastikan bahwa proses memenuhi persyaratan regulasi.

Meskipun teknik pemisahan dan pemurnian sangat efektif, mereka juga menghadapi berbagai tantangan (Sudarmaji, T., 2018):

- a. Kompleksitas Campuran:** Campuran yang kompleks dengan banyak komponen seringkali sulit untuk dipisahkan dan dipurnikan secara efisien.
- b. Biaya:** Beberapa teknik pemisahan dan pemurnian dapat memerlukan investasi awal yang besar dan biaya operasional yang tinggi.
- c. Dampak Lingkungan:** Proses pemisahan dan pemurnian dapat menghasilkan limbah yang memerlukan penanganan dan pengelolaan yang hati-hati untuk meminimalkan dampak lingkungan.
- d. Kesehatan dan Keselamatan:** Beberapa proses dapat melibatkan bahan kimia berbahaya atau

kondisi ekstrem seperti suhu tinggi atau tekanan tinggi, sehingga penting untuk memperhatikan aspek kesehatan dan keselamatan.

2.2 Prinsip Dasar Pemisahan

Pemisahan adalah proses yang memisahkan komponen-komponen dalam campuran berdasarkan perbedaan sifat-sifat fisik atau kimia mereka. Memahami prinsip dasar pemisahan adalah kunci untuk merancang dan mengoptimalkan berbagai teknik pemisahan yang digunakan dalam industri dan laboratorium. Prinsip-prinsip ini mencakup perbedaan keseimbangan fasa, difusi dan permeabilitas, interaksi antar molekul, serta gaya gravitasi dan sentrifugasi. Berikut adalah penjelasan detil tentang masing-masing prinsip dasar pemisahan (Seader, J. D., dan Henley, E. J. 2006) :

a. Perbedaan Keseimbangan Fasa

Teknik pemisahan sering kali memanfaatkan perbedaan keseimbangan antara fasa-fasa berbeda dalam campuran. Konsep keseimbangan fasa menjelaskan bagaimana komponen-komponen dalam campuran berdistribusi antara dua atau lebih fasa berdasarkan perbedaan sifat-sifat mereka.

Distilasi: Proses distilasi memisahkan komponen berdasarkan perbedaan titik didih mereka. Dalam distilasi sederhana, campuran dipanaskan hingga komponen dengan titik didih lebih rendah menguap. Uap ini kemudian didinginkan dan dikondensasikan untuk memperoleh komponen terpisah. Distilasi fraksional, yang lebih kompleks, menggunakan kolom

fraksional untuk memisahkan campuran yang memiliki titik didih yang sangat dekat.

Ekstraksi Cair-Cair: Dalam proses ekstraksi, komponen terlarut dipindahkan dari satu fase cair ke fase cair lainnya berdasarkan perbedaan kelarutan. Misalnya, dalam ekstraksi dengan pelarut, komponen yang diinginkan dipindahkan ke pelarut yang berbeda untuk memisahkannya dari komponen lain dalam campuran.

b. Difusi dan Permeabilitas

Difusi dan permeabilitas adalah mekanisme pemisahan berdasarkan pergerakan molekul atau partikel melalui medium.

Dialisis: Dialisis adalah teknik pemisahan berbasis perbedaan ukuran molekul dan permeabilitas membran. Dalam dialisis, campuran dengan molekul besar dan kecil dipisahkan menggunakan membran semipermeabel yang memungkinkan molekul kecil untuk melewati tetapi menahan molekul besar.

Osmosis Terbalik: Osmosis terbalik menggunakan tekanan untuk memaksa air melalui membran semipermeabel yang menahan kontaminan atau partikel lebih besar. Teknik ini sering digunakan dalam pemurnian air untuk menghilangkan garam dan kontaminan lainnya.

c. Interaksi Antar Molekul

Teknik pemisahan ini memanfaatkan perbedaan dalam interaksi antara molekul dan fase stasioner atau fase gerak.

Kromatografi: Kromatografi memisahkan komponen berdasarkan interaksi mereka dengan fase stasioner dan fase gerak. Dalam kromatografi cair bertekanan tinggi (HPLC), molekul-molekul dalam sampel berinteraksi dengan fase stasioner di kolom dan terpisah berdasarkan afinitasnya terhadap fase ini. Kromatografi gas (GC) juga menggunakan perbedaan interaksi antara molekul dan fase stasioner yang bersifat gas.

Adsorpsi: Adsorpsi adalah proses di mana molekul dari campuran terikat pada permukaan padat atau cairan. Proses ini digunakan dalam teknik seperti kromatografi adsorpsi dan pemurnian dengan karbon aktif.

d. Gaya Gravitasi dan Sentrifugasi

Pemisahan berdasarkan perbedaan densitas menggunakan gaya gravitasi atau gaya sentrifugal.

Filtrasi: Filtrasi memisahkan padatan dari cairan atau gas dengan menggunakan filter yang memiliki pori-pori yang cukup kecil untuk menahan padatan tetapi memungkinkan cairan atau gas melewati. Teknik ini efektif untuk memisahkan partikel-partikel padat yang lebih besar dari fluida.

Sentrifugasi: Sentrifugasi menggunakan gaya sentrifugal untuk memisahkan komponen berdasarkan perbedaan densitas. Dalam sentrifugasi, campuran ditempatkan dalam tabung sentrifuge dan diputar dengan kecepatan tinggi. Partikel yang lebih padat akan bergerak ke bagian bawah tabung, sementara komponen yang kurang padat tetap berada di atas.

e. Teknik-Teknik Pemisahan Berdasarkan Prinsip Dasar

Distilasi: Memanfaatkan perbedaan titik didih untuk memisahkan komponen. Contoh teknik ini termasuk distilasi sederhana dan distilasi fraksional

Ekstraksi: Menggunakan perbedaan kelarutan antara komponen dalam fase cair yang berbeda. Teknik ini termasuk ekstraksi cair-cair dan ekstraksi padat-cair.

Kromatografi: Mengandalkan perbedaan interaksi antara komponen dengan fase stasioner dan fase gerak. Teknik ini meliputi kromatografi cair, kromatografi gas, dan kromatografi lapis tipis.

Filtrasi: Memisahkan padatan dari cairan atau gas berdasarkan ukuran partikel. Jenis-jenis filtrasi meliputi filtrasi gravitasional dan filtrasi tekanan.

Sentrifugasi: Memisahkan komponen berdasarkan perbedaan densitas dengan gaya sentrifugal. Teknik ini termasuk sentrifugasi rutin dan sentrifugasi ultra.

2.3 Prinsip Dasar Pemurnian

Pemurnian adalah proses yang dirancang untuk menghilangkan kontaminan atau komponen tidak diinginkan dari suatu bahan untuk memperoleh produk akhir yang murni dan berkualitas tinggi. Prinsip dasar pemurnian melibatkan teknik dan mekanisme yang memanfaatkan sifat-sifat kimia atau fisik dari komponen yang ada dalam campuran. Berikut adalah penjelasan detail tentang prinsip-prinsip dasar pemurnian yang umum digunakan (Geankoplis, C. J., 2003):

a. Adsorpsi dan Absorpsi

Adsorpsi dan absorpsi adalah dua mekanisme penting dalam pemurnian, yang melibatkan interaksi antara molekul dengan permukaan padat atau cair.

Adsorpsi: Adsorpsi adalah proses di mana molekul dari suatu fase, biasanya gas atau cairan, menempel pada permukaan padat atau cair. Proses ini sering digunakan dalam pemurnian untuk menghilangkan kontaminan dari gas atau cairan. Contoh umum adalah penggunaan karbon aktif untuk mengadsorpsi kontaminan organik dari air atau gas. Karbon aktif memiliki area permukaan yang sangat besar dan dapat menjerat molekul kontaminan, sehingga membersihkan bahan yang bersih.

Absorpsi: Absorpsi melibatkan penyerapan molekul ke dalam substansi, berbeda dengan adsorpsi yang hanya melibatkan permukaan. Misalnya, dalam pemurnian gas, teknik absorpsi dapat digunakan untuk menghilangkan gas-gas berbahaya atau tidak diinginkan dengan cara menyerapnya ke dalam larutan tertentu.

b. Reaksi Kimia

Pemurnian sering kali melibatkan reaksi kimia untuk mengubah atau menghilangkan kontaminan dari bahan yang akan dimurnikan. Proses ini bisa meliputi:

Pengendapan: Dalam pengendapan, bahan kimia ditambahkan untuk mengubah kontaminan menjadi senyawa yang tidak larut, yang kemudian dapat dipisahkan melalui filtrasi atau sentrifugasi. Contohnya adalah pengendapan logam berat dari air limbah dengan

menambahkan reagen yang membentuk endapan yang dapat dipisahkan.

Oksidasi dan Reduksi: Proses oksidasi atau reduksi dapat digunakan untuk mengubah bentuk kimia dari kontaminan sehingga menjadi lebih mudah dihilangkan. Misalnya, mengoksidasi zat beracun menjadi bentuk yang kurang berbahaya atau lebih mudah dipisahkan.

Reaksi Katalitik: Dalam beberapa kasus, reaksi katalitik digunakan untuk memurnikan bahan dengan meningkatkan kecepatan reaksi kimia yang mengubah atau menghilangkan kontaminan.

c. Teknik Ekstraksi

Ekstraksi adalah proses di mana komponen tertentu dipindahkan dari satu fase ke fase lain menggunakan pelarut. Teknik ekstraksi ini memanfaatkan perbedaan kelarutan antara komponen dalam dua fase yang berbeda.

Ekstraksi Cair-Cair: Teknik ini melibatkan pemindahan komponen terlarut dari satu cairan ke cairan lain yang tidak bercampur. Misalnya, dalam ekstraksi pelarut, bahan yang diinginkan dipindahkan dari fase air ke fase organik.

Ekstraksi Padat-Cair: Proses ini melibatkan perolehan zat dari padatan dengan melarutkannya dalam cairan. Contoh penggunaannya adalah dalam pemurnian minyak esensial dari bahan tanaman dengan menggunakan pelarut.

d. Distilasi

Distilasi adalah teknik pemurnian yang memanfaatkan perbedaan titik didih antara komponen untuk memisahnya. Metode ini sering digunakan dalam pemurnian cairan dan bisa dibagi menjadi beberapa jenis:

Distilasi Sederhana: Digunakan untuk memisahkan komponen dengan titik didih yang cukup berbeda. Campuran dipanaskan hingga komponen dengan titik didih lebih rendah menguap dan kemudian dikondensasikan.

Distilasi Fraksional: Memisahkan campuran dengan titik didih yang dekat satu sama lain. Teknik ini menggunakan kolom fraksional yang meningkatkan efisiensi pemisahan dengan memungkinkan uap mengalami banyak kondensasi dan penguapan.

Distilasi Vakum: Menggunakan tekanan rendah untuk menurunkan titik didih komponen sehingga pemisahan dapat dilakukan pada suhu yang lebih rendah, yang berguna untuk bahan yang sensitif terhadap suhu tinggi.

e. Kristalisasi

Kristalisasi adalah proses pemurnian di mana zat padat terbentuk dari larutan saat larutan tersebut menjadi jenuh atau dingin. Kristalisasi digunakan untuk mendapatkan zat murni dari larutan dengan memanfaatkan perbedaan kelarutan pada suhu berbeda. **Kristalisasi Evaporatif:** Penguapan pelarut dari larutan menyebabkan zat terlarut menjadi jenuh dan akhirnya membentuk kristal. **Kristalisasi Dari Larutan:** Larutan

jenuh didinginkan secara perlahan untuk memungkinkan pembentukan kristal dengan ukuran yang diinginkan.

f. Teknik Pemurnian Lainnya

- **Membran:** Teknologi membran seperti ultrafiltrasi dan osmosis terbalik digunakan untuk pemurnian berdasarkan ukuran partikel atau kemampuan melewati membran semipermeabel.
- **Ion Exchange:** Teknik ini melibatkan pertukaran ion antara larutan dan resin pertukaran ion untuk menghilangkan ion tertentu dari larutan, sering digunakan dalam pemurnian air.
- **Elektrodialisis:** Menggunakan arus listrik untuk memisahkan ion-ion dalam larutan dengan melewati membran yang berbeda untuk pemurnian dan desalinasi. (Mulyadi, R., 2016)

2.4 Teknik Pemisahan dan Pemurnian Umum

Teknik pemisahan dan pemurnian digunakan untuk memisahkan komponen dari campuran dan menghilangkan kontaminan untuk mendapatkan produk akhir yang bersih dan berkualitas tinggi. Teknik-teknik ini memiliki prinsip dasar yang berbeda dan diterapkan sesuai dengan sifat campuran dan tujuan pemisahan atau pemurnian. Berikut adalah penjelasan detail tentang teknik pemisahan dan pemurnian yang umum digunakan (Hutagaol, M., 2012) :

a. Distilasi

Distilasi adalah teknik pemisahan yang memanfaatkan perbedaan titik didih antara komponen dalam campuran cair. Teknik ini sangat efektif untuk

memisahkan campuran yang terdiri dari dua atau lebih cairan yang memiliki titik didih yang berbeda.

Distilasi Sederhana: Digunakan untuk memisahkan komponen dengan perbedaan titik didih yang signifikan. Campuran dipanaskan hingga komponen dengan titik didih lebih rendah menguap, kemudian uap dikondensasikan kembali menjadi cairan terpisah. Teknik ini sering digunakan untuk pemisahan air dari larutan garam.

Distilasi Fraksional: Diterapkan untuk memisahkan campuran dengan titik didih yang sangat dekat. Distilasi fraksional menggunakan kolom fraksional yang memungkinkan terjadinya penguapan dan kondensasi berulang kali, sehingga memisahkan fraksi-fraksi dari campuran dengan lebih efisien. Teknik ini umum digunakan dalam pemurnian minyak bumi.

Distilasi Vakum: Menggunakan tekanan yang lebih rendah untuk menurunkan titik didih komponen, memungkinkan pemisahan pada suhu yang lebih rendah. Ini penting untuk zat yang memiliki titik didih tinggi atau sensitif terhadap panas, seperti dalam pemurnian senyawa organik.

b. Kromatografi

Kromatografi adalah teknik pemisahan yang memanfaatkan perbedaan dalam interaksi antara komponen dengan fase stasioner dan fase gerak. Ada beberapa jenis kromatografi yang digunakan tergantung pada sifat sampel dan tujuan pemisahan.

Kromatografi Cair Bertekanan Tinggi (HPLC): Memisahkan komponen berdasarkan interaksi antara

sampel dengan fase stasioner dalam kolom dan fase gerak cair yang dikontrol dengan tekanan tinggi. HPLC digunakan untuk pemisahan dan analisis senyawa dalam industri farmasi, kimia, dan makanan.

Kromatografi Gas (GC): Memisahkan komponen berdasarkan volatilitas dan interaksi mereka dengan fase stasioner dalam kolom gas. Teknik ini sering digunakan untuk analisis gas dan senyawa yang mudah menguap, seperti dalam pengujian kualitas udara dan analisis produk kimia.

Kromatografi Lapis Tipis (TLC): Memisahkan komponen dengan menyebarkan sampel pada pelat yang dilapisi dengan fase stasioner. Fase gerak kemudian mengalir melalui lapisan, dan komponen terpisah berdasarkan interaksi mereka dengan fase stasioner dan fase gerak. TLC sering digunakan dalam analisis kualitatif.

c. Filtrasi

Filtrasi adalah teknik pemisahan yang memisahkan padatan dari cairan atau gas dengan menggunakan filter. Filter memiliki ukuran pori tertentu yang memungkinkan cairan atau gas melewati tetapi menahan padatan.

Filtrasi Gravitasi: Mengandalkan gaya gravitasi untuk menarik cairan atau gas melalui filter, sementara padatan tertahan di atas filter. Ini adalah metode sederhana dan sering digunakan dalam laboratorium untuk pemisahan padatan dari cairan.

Filtrasi Tekanan: Menggunakan tekanan untuk mempercepat proses filtrasi dengan memaksa cairan

atau gas melewati filter dengan tekanan yang lebih tinggi. Teknik ini sering digunakan dalam pemrosesan industri dan pemurnian air.

d. Sentrifugasi

Sentrifugasi adalah teknik pemisahan yang menggunakan gaya sentrifugal untuk memisahkan komponen berdasarkan perbedaan densitas.

Sentrifugasi Rutin: Dalam teknik ini, campuran diputar dalam tabung sentrifuge dengan kecepatan tinggi. Partikel dengan densitas lebih tinggi bergerak ke bagian bawah tabung, sedangkan komponen dengan densitas lebih rendah tetap berada di atas. Ini digunakan dalam pemisahan darah, pemurnian biologi, dan pengolahan limbah.

Sentrifugasi Ultra: Menggunakan sentrifuge ultra yang dapat mencapai kecepatan yang sangat tinggi untuk memisahkan partikel yang sangat kecil, seperti molekul protein atau virus. Teknik ini digunakan dalam penelitian biomedis dan pemurnian bahan biologis.

e. Ekstraksi

Ekstraksi adalah proses memindahkan komponen dari satu fase ke fase lain menggunakan pelarut. Teknik ini memanfaatkan perbedaan kelarutan antara komponen dalam fase yang berbeda.

Ekstraksi Cair-Cair: Memindahkan komponen terlarut dari satu cairan ke cairan lain yang tidak bercampur. Ini sering digunakan untuk memisahkan zat aktif dari larutan atau untuk pemisahan logam berat dari air limbah.

Ekstraksi Padat-Cair: Menggunakan pelarut untuk melarutkan zat dari padat ke dalam cairan. Contoh aplikasinya adalah dalam pengolahan kopi atau teh, di mana zat aktif diekstraksi dari bahan padat ke dalam larutan.

f. Kristalisasi

Kristalisasi adalah proses pemurnian di mana zat padat terbentuk dari larutan saat larutan menjadi jenuh atau dingin. Teknik ini memanfaatkan perbedaan kelarutan pada suhu berbeda.

Kristalisasi Evaporatif: Penguapan pelarut dari larutan menyebabkan zat terlarut menjadi jenuh dan akhirnya membentuk kristal. Teknik ini digunakan untuk mendapatkan garam dari air laut atau gula dari larutan gula.

Kristalisasi Dari Larutan: Larutan jenuh didinginkan perlahan untuk memungkinkan pembentukan kristal dengan ukuran yang diinginkan. Ini digunakan dalam pemurnian senyawa organik dan garam.

g. Teknik Membran

Teknik membran melibatkan penggunaan membran semipermeabel untuk memisahkan komponen berdasarkan ukuran atau muatan.

Osmosis Terbalik: Memanfaatkan tekanan untuk memaksa cairan melewati membran semipermeabel yang menahan kontaminan atau ion. Ini digunakan dalam pemurnian air dan desalinasi.

Ultrafiltrasi: Memisahkan komponen berdasarkan ukuran partikel dengan menggunakan membran yang

memiliki ukuran pori yang sangat kecil. Teknik ini digunakan dalam pemrosesan makanan, farmasi, dan pengolahan limbah.

h. Pertimbangan dalam Pemilihan Teknik

Memilih teknik pemisahan atau pemurnian yang tepat melibatkan pertimbangan beberapa faktor antara lain (Ruthven, D. M., Farooq, S., dan Knaebel, K. S., 1994):

- Sifat Campuran: Karakteristik komponen dalam campuran menentukan teknik yang paling sesuai, seperti titik didih, ukuran partikel, atau kelarutan.
- Efisiensi dan Biaya: Beberapa teknik lebih efisien tetapi lebih mahal. Pertimbangan biaya operasional dan investasi awal penting dalam pemilihan metode.
- Kualitas dan Kemurnian Produk: Teknik yang dipilih harus dapat mencapai tingkat kemurnian yang diinginkan untuk produk akhir.
- Kesehatan dan Keselamatan: Teknik yang melibatkan bahan kimia berbahaya atau kondisi ekstrem harus mempertimbangkan aspek keselamatan.
- Dampak Lingkungan: Teknik pemisahan dan pemurnian harus mempertimbangkan dampak lingkungan, termasuk pengelolaan limbah dan penggunaan sumber daya.

2.5 Aplikasi dan Pertimbangan dalam Pemisahan dan Pemurnian

Teknik pemisahan dan pemurnian memiliki aplikasi yang luas dalam berbagai industri dan sektor. Setiap teknik memiliki kekuatan dan kelemahan tergantung pada sifat

bahan yang diproses dan tujuan akhir dari proses. Berikut adalah penjelasan detail tentang aplikasi teknik pemisahan dan pemurnian serta pertimbangan yang harus diperhatikan untuk memilih metode yang tepat (Perry, R. H., dan Green, D. W., 2008) .

A. Aplikasi Teknik Pemisahan

Pada Industri Kimia dan Farmasi

- Distilasi: Digunakan untuk memisahkan dan memurnikan komponen kimia dengan titik didih yang berbeda. Dalam industri farmasi, distilasi fraksional digunakan untuk menghasilkan bahan baku obat yang murni.
- Kromatografi: Teknik ini digunakan untuk pemisahan senyawa organik kompleks dalam formulasi obat. HPLC sangat penting dalam analisis dan kontrol kualitas obat.

Pada Industri Minyak dan Gas

- Distilasi Fraksional: Memisahkan fraksi minyak bumi menjadi produk yang berbeda seperti bensin, diesel, dan minyak pelumas. Proses ini memungkinkan pengolahan minyak mentah menjadi produk bernilai tinggi.
- Sentrifugasi: Digunakan untuk memisahkan campuran minyak dan air dalam proses pengolahan minyak (Siahaan, A., 2014).

Pada Industri Makanan dan Minuman

- Filtrasi: Memisahkan padatan dari cairan, misalnya dalam penyaringan jus buah untuk menghilangkan pulp dan partikel lain.
- Ekstraksi: Digunakan untuk mengeluarkan komponen beraroma dari bahan makanan, seperti

dalam ekstraksi minyak esensial dari rempah-rempah.

Pada Pengolahan Air dan Limbah

- Osmosis Terbalik: Memurnikan air dari garam dan kontaminan lain dalam proses desalinasi. Ini juga digunakan dalam sistem pengolahan air limbah untuk menghilangkan kontaminan mikro.
- Ultrafiltrasi: Menghilangkan partikel dan mikroorganisme dari air limbah dan air minum.
- Ekstraksi Pelarut: Menghilangkan logam berharga dari bijih dengan melarutkannya dalam pelarut khusus. Ini digunakan dalam penambangan dan pemrosesan mineral.
- Kristalisasi: Memurnikan logam dengan mengubahnya menjadi bentuk padat yang lebih murni. (Pramono, Y., dan Sulisty, A., 2020)

B. Pertimbangan dalam Pemilihan Teknik Pemisahan dan Pemurnian

Sifat Campuran

Komposisi Campuran: Mempertimbangkan komponen utama dan kontaminan dalam campuran. Teknik yang berbeda memiliki efisiensi yang bervariasi tergantung pada sifat kimia dan fisik komponen. Ukuran Partikel dan Kelarutan: Untuk campuran padat-cair, ukuran partikel akan mempengaruhi metode filtrasi atau sentrifugasi yang dipilih. Kelarutan mempengaruhi pemilihan teknik ekstraksi atau kristalisasi.

Kualitas dan Kemurnian Produk

Tingkat Kemurnian yang Diperlukan: Teknik yang dipilih harus dapat mencapai tingkat kemurnian yang diinginkan untuk produk akhir. Misalnya, dalam industri

farmasi, kemurnian obat harus sangat tinggi, memerlukan teknik seperti HPLC untuk kontrol kualitas yang ketat. Keberhasilan Pemulihan: Beberapa teknik mungkin lebih efektif dalam memulihkan komponen berharga dari campuran. Pilihan metode harus mempertimbangkan seberapa banyak komponen yang dapat dipulihkan.

Efisiensi dan Biaya

Biaya Operasional: Pertimbangkan biaya energi, bahan kimia, dan peralatan untuk teknik tertentu. Distilasi dan kromatografi mungkin memerlukan investasi awal yang tinggi tetapi dapat menghasilkan hasil yang efisien. Biaya Pemeliharaan: Beberapa teknik, seperti sentrifugasi dan distilasi, memerlukan pemeliharaan rutin dan penggantian suku cadang, yang mempengaruhi total biaya.

Kesehatan dan Keselamatan

Bahaya Bahan Kimia: Teknik seperti distilasi atau ekstraksi pelarut dapat melibatkan bahan kimia berbahaya. Sistem pengendalian keselamatan dan penanganan bahan kimia yang tepat harus diterapkan. Kondisi Operasional: Proses yang melibatkan suhu tinggi, tekanan tinggi, atau bahan berbahaya harus dirancang dengan sistem keselamatan untuk melindungi pekerja dan lingkungan.

Dampak Lingkungan

Pengelolaan Limbah: Teknik pemisahan dan pemurnian sering kali menghasilkan limbah yang memerlukan pengelolaan. Misalnya, filtrasi dapat menghasilkan filter yang harus dibuang atau didaur ulang. Efisiensi Energi: Teknik yang memerlukan banyak energi, seperti distilasi, harus mempertimbangkan efisiensi energi dan dampaknya terhadap lingkungan.

Kepatuhan Regulasi

Standar Industri: Teknik pemisahan dan pemurnian harus mematuhi standar industri dan regulasi yang relevan, terutama dalam industri farmasi dan makanan. Kepatuhan ini memastikan bahwa produk akhir aman dan berkualitas.

C. Studi Kasus dan Contoh

Pemurnian Air di Daerah Krisis

Dalam situasi krisis air, seperti kekeringan atau bencana alam, teknologi osmosis terbalik digunakan untuk menyediakan air bersih dengan menghilangkan garam dan kontaminan dari air laut atau air yang terkontaminasi.

Pemrosesan Minyak Bumi

Pada industri minyak, distilasi fraksional digunakan dalam kilang minyak untuk memisahkan minyak mentah menjadi berbagai produk seperti bensin, diesel, dan pelumas. Proses ini juga melibatkan pemisahan fraksi dengan titik didih yang berbeda untuk memproduksi bahan bakar yang sesuai.

Pengolahan Limbah di Industri Farmasi

Teknologi filtrasi dan ultrafiltrasi digunakan untuk mengolah air limbah yang dihasilkan dari proses produksi obat. Teknik ini menghilangkan bahan kimia berbahaya dan mikroorganisme, memastikan bahwa air limbah yang dibuang tidak mencemari lingkungan.

Produksi Gula

Dalam industri gula, kristalisasi digunakan untuk memurnikan gula dari larutan tebu. Teknik ini melibatkan penguapan air dari larutan gula untuk membentuk kristal gula yang murni.

Kesimpulan

Aplikasi teknik pemisahan dan pemurnian sangat beragam, mencakup industri kimia, farmasi, minyak dan gas, makanan dan minuman, pengolahan air, dan banyak lagi. Setiap teknik memiliki kekuatan dan batasannya sendiri, yang harus dipertimbangkan dengan cermat berdasarkan sifat campuran, kualitas produk yang diinginkan, biaya, kesehatan dan keselamatan, dampak lingkungan, serta kepatuhan regulasi. Dengan mempertimbangkan faktor-faktor ini, kita dapat memilih teknik pemisahan dan pemurnian yang paling efektif untuk mencapai hasil yang optimal dalam berbagai aplikasi industri dan laboratorium.

DAFTAR PUSTAKA

- Geankoplis, C. J. (2003). *Transport Processes and Separation Process Principles* (4th ed.). Prentice Hall.
- Hutagaol, M. (2012). *Teknik Pemisahan dalam Industri Kimia* Andi Offset.
- Mulyadi, R. (2016). *Teknologi dan Proses Pemisahan dalam Pengolahan Air* Universitas Indonesia Press.
- Perry, R. H., & Green, D. W. (2008). *Perry's Chemical Engineers' Handbook* (8th ed.). McGraw-Hill Education.
- Pramono, Y., & Sulisty, A. (2020). *Pengolahan Limbah dan Pemisahan* Penerbit Salemba Empat.
- Ruthven, D. M., Farooq, S., & Knaebel, K. S. (1994). *Pressure Swing Adsorption* VCH Publishers.
- Seader, J. D., & Henley, E. J. (2006). *Separation Process Principles: Chemical Engineering Systems* (2nd ed.). Wiley.
- Siahaan, A. (2014). *Dasar-Dasar Rekayasa Kimia* Erlangga.
- Sudarmaji, T. (2018). *Prinsip dan Aplikasi Teknik Pemisahan* Graha Ilmu.
- Wankat, P. C. (2007). *Separations Process Engineering: Includes Mass Transfer Analysis* (2nd ed.). Prentice Hall.

BAB 3

METODE PEMISAHAN BERBASIS EKSTRAKSI

Oleh Hendri Satria Kamal uyun

3.1 Pendahuluan

Bahan-bahan yang tersedia di alam biasanya berada dalam bentuk campuran alami. Campuran alami biasanya sempurna dan tidak mudah mudah memisahkannya dengan cara sederhana. Pemisahan kimia di lain pihak juga, juga sering terjadi di alam secara alami. Misalnya pemisahan pigmen dalam tumbuhan, pemisahan kandungan senyawa dalam tanaman. Hal ini yang mengilhami lahirnya metode pemisahan atau yang lebih dikenal dengan metode kromatografi oleh Michael Tsweet di awal abad ke 20. Demikian pula pemisahan biji logam dari bahan-bahan anorganik lainnya di kerak bumi dan sebagainya.

Pemisahan dapat dilakukan secara kimia maupun secara fisika. Metode pemisahan secara fisika yang tidak kalah pentingnya adalah ekstraksi. Proses ekstraksi secara umum terjadi pada kehidupan sehari-hari. Contohnya saat menyeduh kopi, Dimana air panas akan menarik senyawa-senyawa yang adalah kopi seperti kafein. Kafein merupakan senyawa yang populer di dalam kopi yang larut air panas dan memiliki aktivitas sebagai stimulan.

Proses ekstraksi dalam membuat kopi dapat dilakukan dengan berbagai cara. Hal ini juga menyangkut bagian dalam kebudayaan manusia. Menyeduh kopi bubuk di dalam gelas dengan menggunakan air panas merupakan cara ekstraksi yang kurang efektif karena hanya melibatkan proses ekstraksi satu kali saja. Di lain pihak, membuat kopi dengan mesin kopi (Espresso) Dimana air panas dibantu dengan tekanan mampu mengekstraksi kafein lebih banyak di bandingkan dengan cara menyeduh dengan air panas. Hal ini di di tandai dengan rasa kopi yang dihasilkan lebih pahit.

Banyak sekali produk produkyang kita gunakan dalam kehidupan sehari-hari merupakan hasil ekstraksi. Minyak goreng, minyak kayu putih, minyak wangi, obat-obatan, suplemen dan berbagai produk bahan alam merupakan hasil ekstraksi (Sujani Wonoraharjo, 2012).

3.2 Proses Ekstraksi

Ekstraksi merupakan proses penarikan atau penyarian zat target dari sampel menggunakan media pelarut. Ekstraksi merupakan Langkah awal untuk mendapatkan senyawa aktif.

Dalam proses ekstraksi ada beberapa peristiwa yang dapat menggambarkan terjadinya peristiwa mikro yang mungkin ada dalam sistem. Beberapa peristiwa itu adalah.

a. Distribusi

Distribusi dari senyawa-senyawa yang dapat larut dalam dua jenis yang tidak dapat bercampur. Ketika interaksi zat terlarut normal dan tanpa penyimpangan, distribusi zat terlarut mengikuti konstanta distribusi.

Namun, karena terdapat banyak kemungkinan interaksi antara pelarut dan zat terlarut, perubahan distribusi sering kali terjadi. Proses ini tidak akan memakan waktu lama dan akan terjadi secara alami. Pada kesetimbangan, zat terlarut dalam kedua pelarut selalu berada dalam keadaan konstan. Kondisi berubah seiring perubahan suhu dan tekanan. Umumnya, kelarutan meningkat dengan meningkatnya suhu.

b. Interaksi kimia pada fase air

Pada pelarut polar seperti air, besar kemungkinan senyawa organik polar akan bergabung ke dalam pelarut air. Oleh karena itu, interaksi yang terjadi dalam fase air harus diperhatikan, karena interaksi mengurangi jumlah komponen. Biasanya penyesuaian pH dapat mengatasi ketidakaturan, namun dalam hal ini pH juga harus diperhatikan.

c. Interaksi kimia fase organik

Senyawa yang biasanya lebih mudah larut dalam pelarut organik dibandingkan dalam pelarut air. Faktanya, dimerisasi merupakan fenomena utama yang sering terjadi pada zat terlarut yang berupa senyawa organik polar seperti asam organik dalam

3.3 Macam-macam proses ekstraksi

Proses ekstraksi dilakukan dengan menghitung kemudahannya. Ekstraksi bermacam-macam senyawa secara Bersama-sama juga sering dilakukan tanpa berusaha memisahkan komponen campuran tersebut. Dalam hal ini yang dilakukan adalah ekstraksi sederhana namun terus

menerus sehingga semua komponen bisa diambil. Metode yang lebih khusus digunakan untuk memisahkan setiap komponen dalam suatu campuran, karena perlu untuk menguji distribusi komparatif dan fraksi ekstraksi yang berkaitan erat dari setiap senyawa

1. Ekstraksi batch (Ekstraksi tunggal)

Ekstraksi tunggal dapat dilakukan apabila hasil ekstraksi cukup untuk menghilangkan sebagian besar zat terlarut dari fasa air. Jika ekstraksi pertama menghasilkan fraksi terekstraksi lebih dari 0,9, pertimbangkan energi, waktu, dan faktor ekonomi yang harus diperhitungkan untuk memperoleh 0,1 bagian untuk mengekstrak sisa bahan terlarut.

Cara ekstraksi tunggal juga digunakan untuk mengambil sebagian untuk mengambil sebagian besar senyawa senyawa dalam campuran dari matrik alami, misalnya dalam penelitian-penelitian bahan alam.

2. Ekstraksi berulang

Untuk meningkatkan, langkah ekstraksi berulang ulang dapat dilakukan. Ekstraksi berulang dilakukan dengan cara membagi salah satu pelarut (biasanya pelarut organiknya) menjadi beberapa bagian dan kemudian ekstraksi dilakukan berurutan dengan cara yang sama. Jumlah pelarut yang digunakan pada akhirnya sama.

3. Ekstraksi kontinu

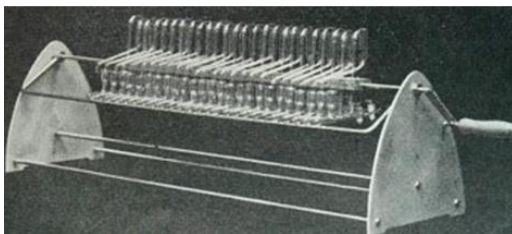
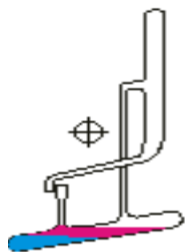
Ekstraksi berkelanjutan sangat penting dalam pemisahan kimia karena menghemat pelarut dan waktu. Metode ini dipilih bila nilai rasio distribusinya kecil,

sehingga ekstraksi berulang tidak akan meningkatkan laju ekstraksi dengan cepat. Prinsip ini bergantung pada aliran pelarut yang kontinu untuk mengekstraksi zat terlarut melalui distilasi. Pelarut yang sudah membawa zat terlarut akan diuapkan lagi setelah terkondensasi akan kembali melakukan ekstraksi sebagai pelarut baru.

Ekstraksi berkelanjutan dimungkinkan karena desain peralatan ekstraksi yang memungkinkan pelarut yang diuapkan dan dipisahkan untuk digunakan kembali dalam proses kedua dan selanjutnya. Alat ekstraksi kontinyu yang paling umum digunakan adalah Soxhlet kaca. Ini digunakan untuk mengekstraksi senyawa murni atau senyawa dalam campuran.

4. Metode (Counter Current) Craig

Metode pemisahan Craig ini sangat berguna untuk memisahkan campuran dari senyawa-senyawa yang mirip dengan harga angka banding distribusi yang tidak terlalu berbeda sehingga secara fisik sangat sulit untuk melakukan pemisahan. Metode ini disebut (Counter current) dengan banyak tabung Craig sendiri terdiri dari bangunan 3 dimensi. Pada proses ekstraksi diberikan banyak tabung kurang lebih 100 buah tergantung pada tujuan pemisahan.



Gambar 3. 1. Counter Current (Burgot and Burgot, 2023)

3.3.1 Metode Estraksi Konvensional

Maserasi dikenal sebagai metode ekstraksi yang murah dan mudah untuk mendapatkan senyawa bioaktif dari suatu tanaman. Kata maserasi atau macerare berasal dari Bahasa latin yang berarti rendam.

Maserasi umumnya memiliki beberapa langkah. Pertama penghalusan bahan tanaman bertujuan untuk mempekecil ukuran tanaman yang bertujuan untuk meningkatkan luas permukaan untuk pencampuran yang baik dengan pelarut. Kedua, pelarut yang sesuai ditambahkan ke dalam wadah yang tertutup yang telah berisi simplisia dan dibiarkan selama beberapa waktu pada suhu ruangan. Ketiga, cairan disaring untuk memisahkan dari residu. Proses pengadukan pada metode maserasi sesekali dilakukan untuk memudahkan proses ekstraksi dengan meningkatkan laju difusi (Azmir *et al.*, 2013).

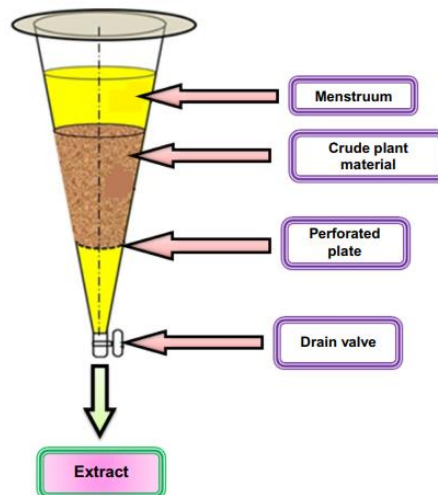
Metode maserasi baik digunakan untuk mengekstraksi metabolit yang bersifat tidak tahan panas (termolabil) Namun metode ini memiliki kekurangan antara lain, membutuhkan waktu ekstraksi yang cukup lama, pelrut yang banyak dan adanya resiko senyawa yang tidak terekstraksi pada suhu ruang (Sarker, Latif and Gray, 2008).

1. Pekolasi

Pekolasi biasanya termasuk salah satu metode yang paling sering digunakan untuk ekstraksi tanaman. Perkolasi adalah proses berkelanjutan di mana pelarut jenuh jenuh terus- menerus di ganti oleh pelarut segar. Biasanya perkolasi sampel dilakukan dalam alat Bernama perkolator selama 1 kali 24 jam sampai 3 kali 24 jam dan kemudian ekstrak dikumpulkan (Mun'im and Ahmad, 2021).

Perkolasi banyak digunakan untuk mendapatkan tingtura dan ekstrak cair. Proses ekstraksi secara perkolasi dilakukan dengan membasahi sampel dengan sejumlah pelarut yang sesuai, kemudian dibiarkan selama 4 jam dalam wadah yang tertutup dengan baik. Selajutnya sampel yang telah dibasahi dimasukan kedalam perkolator dan bagian atas perkolatot di tutup. Sejumlah pelarut ditambahkan hingga menutupi dan membentuk lapisan tipis di atas sampel dan di biarkan selama 24 jam. Tempat keluar cairan di atur sedemikian rupa agar cairan keluar menetes secara perlahan. Secara perlahan pula, pelarut ditambahkan sesuai kebutuhan (Mun'im and Ahmad, 2021).

Keuntungan teknik perkolasi lebih cepat di bandingkan maserasi dapat diaplikasikan terhadap senyawa yang tidak tahan panas, cocok untuk bahan baku obat yang mahal dan potensial, serta tehnik ekstraksi paripurna. Kerugian dari teknik ini adalah lebih banyak pelarut yang digunakan dan perlu memperhatikan ukuran partikel (Mun'im and Ahmad, 2021).



Gambar 3. 2. Perkolasi.

Sumber: (Mukherjee, 2019)

2. Infusa

Infusa merupakan teknik ekstraksi paling tua dan sudah lama digunakan manusia. Infusa mengacu pada proses ekstraksi menggunakan air sebagai pelarut dalam penangas air (suhu di mana bejana infus direndam dalam penangas air pada suhu 96-98°C selama 15 menit (Mun'im and Ahmad, 2021)

3. Dekokta

Dekota juga merupakan metode yang mirip dengan infusa digunakan untuk ekstraksi, dekota berasal dari kata latin "dekoktum" merupakan sediaan cair yang diperoleh dengan cara mengekstraksi komponen tumbuhan dengan menggunakan air sebagai pelarut dalam penangas air (suhu di mana bejana direndam dalam penangas air pada suhu 96-98°C selama 30 menit (Mun'im and Ahmad, 2021)

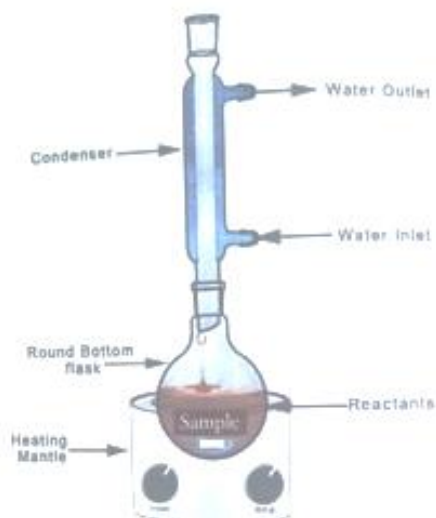
4. Digesti

Digesti merupakan modifikasi dari maserasi. Modifikais ini dilakukan untuk mengatasi kekurangan metode maserasi. Pengertian digesti adalah maserasi kinetik atau maserasi yang dibantu dengan pengadukan pada suhu di atas suhu kamar ($40-50^{\circ}\text{C}$). Dengan tambahan proses pengadukan dan pemanasan proses transfer difusi menjadi lebih cepat (Mun'im and Ahmad, 2021).

5. Refluk

Refluk adalah ekstraksi dengan pelarut pada titik didihnya, selama waktu tertentu dan jumlah pelarut terbatas yang relatif konstan dengan adanya pendingin terbalik (Elya *et al.*, 2022)

Pelarut dan simplisia diletakan di dalam labu didih kemudian di panaskan pada temperatur titik didihnya. Pelarut akan menarik kandungan kimia pada sampel. Setelah proses refluk selesai, maka pelarut hasil ekstraksi di ambil, disaring dan kemudian di lakukan penguapan pelarut (Elya *et al.*, 2022).

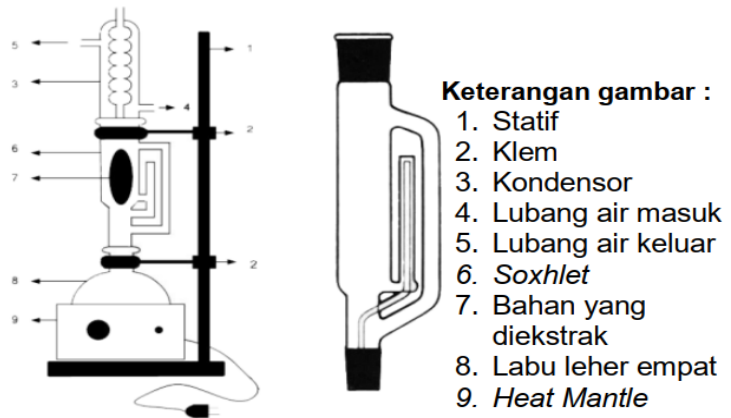


Gambar 3. 3. Refluk

Sumber (Elya *et al.*, 2022)

6. Sokletasi

Sokletasi adalah ekstraksi menggunakan pelarut yang selalu baru yang dilakukan dengan alat soklet sehingga terjadi ekstraksi kontinu jumlah pelarut relatif konstan dengan adanya kondensor (pendingin tegak). Pelarut soklet diletakan dalam labu didih kemudian di atur suhu sesuai titik didih pelarut, sehingga pelarut akan menguap dan didinginkan kembali oleh kodensor dan pelarut akan turun ke tabung sampel. Pelarut kontak dengan sampel dan akan menarik komponen kimia yang terdapat pada sampel. Setelah pelarut penuh pada batas atas tabung sampel, maka pelarut akan turun bersama senyawa kimia yang tersari kembali ke labu didih. Proses tersebut akan terus berulang sampai selesai, ditandai dengan intensitas warna pelarut yang berada pada tabung sampel (Elya *et al.*, 2022).



Gambar 3. 4. Sokletasi

Sumber: (Wijaya, Paramitha and Putri, 2019)

7. Destilasi

Destilasi dapat didefinisikan sebagai pemisahan komponen -komponen campuran dua zat atau lebih berdasarkan perbedaan titik didih. Destilasi digunakan untuk minyak atsiri atau tanaman yang mengandung minyak atsiri, seperti buah jeruk dan bunga harum. Pelarut yang digunakan adalah air atau pelarut organik. Ada tiga jenis sistem destilasi, yaitu destilasi air, uap air dan uap (Mun'im and Ahmad, 2021).

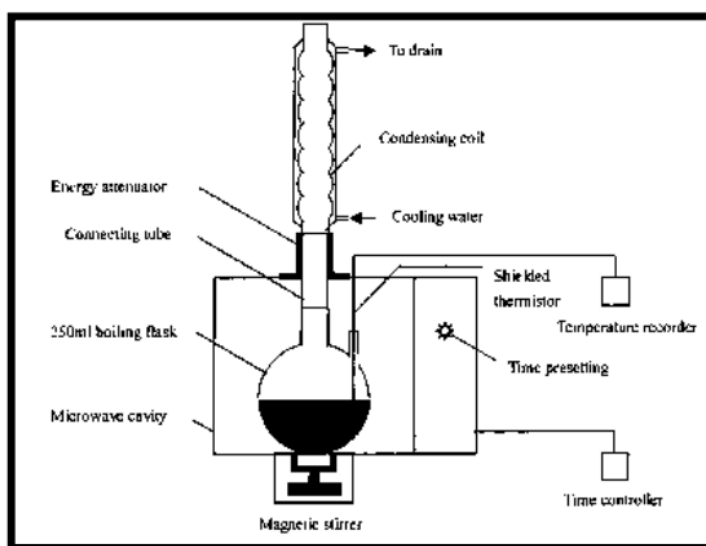
3.3.2 Metode Ekstraksi Non Konvensional

1. *Microwave Assisted Extraction* (MAE)

Microwave Assisted Extraction merupakan suatu Teknik non konvensional untuk mengekstraksi senyawa metabolit sekunder target di dalam tanaman dengan bantuan gelombang mikro yang dihasilkan dari suatu medan Listrik yang dimiliki oleh molekul dengan

momen dipol dalam pelarut dan sampel yang digunakan akan melepaskan panas ke dalam medium.

MAE membuat zat terlarut lebih mudah melarutkan dan membuat protoplasma lebih permeable yang disebabkan penguapan cairan secara mendadak dan tekanan yang terbentuk di dalam dinding sel sehingga membuat degradasi dan gangguan pada dinding sel (Rodríguez Seoane *et al.*, 2017).



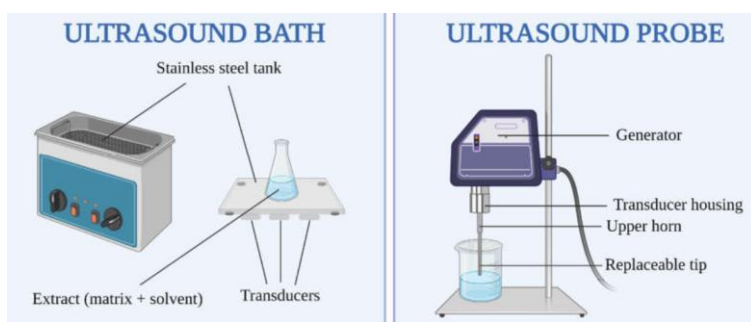
Gambar 3. 5. *Microwave Assisted Extraction*
Sumber (Mandal, Mohan and Hemalatha, 2007)

2. *Ultrasound Assisted Extraction (UAE)*

Penggunaan *Ultrasound* dalam pengolahan makanan, ekstraksi dan analisis telah banyak diteliti akhir akhir ini dan jumlah makalah dan jurnal yang diterbitkan dalam dua decade terakhir telah meningkat

sangat tajam. Teknologi ini dapat digunakan secara tidak langsung sebagai sebuah Teknik inovatif dan sangat menjanjikan di abad 21, dengan berbagai aplikasi dalam bidang farmasi dan kimia (Mun'im and Ahmad, 2021).

Prinsip UAE adalah di mana gelombang suara transmisikan melalui media dengan menginduksi gerak getaran dari molekul-molekul bagian dari itu (Mun'im and Ahmad, 2021).



Gambar 3. 6. *Ultrasound Assisted Extraction*
Sumber (Carreira-Casais *et al.*, 2021)

UAE memungkinkan getaran yang sangat membantu merusak kesetimbangan campuran dan mengeluarkan dari matrik jaringan yang mengikat. Misalnya dalam ekstraksi minyak dari kelapa sawit berbantuan UAE, minyak akan lebih mudah lepas dari kantung-kantung minyak dalam jaringan dan lepas Bersama kumpulannya (Mun'im and Ahmad, 2021).

3. *Supercritical Fluid Extraction (SFE)*

Teknologi ini menggunakan cairan superkritis. Dengan kata lain, fluida superkritis ini berada di antara gas dan cairan. SFE memiliki kapasitas lebih tinggi

dibandingkan cairan tradisional karena laju ekstraksi lebih cepat dan efektif dibandingkan menggunakan fase cair-cair. SFE biasanya menggunakan karbon dioksida. Karbon dioksida merupakan pelarut yang ideal untuk mengekstraksi produk herbal karena tidak beracun, tidak mudah meledak, mudah didapat, dan mudah dihilangkan dari produk yang diekstraksi (Mun'im and Ahmad, 2021).

DAFTAR PUSTAKA

- Azmir, J. *et al.* (2013) 'Techniques for extraction of bioactive compounds from plant materials: A review', *Journal of Food Engineering*, 117(4), pp. 426–436. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2013.01.014>.
- Burgot, G. and Burgot, J.-L. (2023) 'Countercurrent Extraction', *General Analytical Chemistry*, (November), pp. 46–53. Available at: <https://doi.org/10.1201/9781003189688-11>.
- Carreira-Casais, A. *et al.* (2021) 'Benefits and drawbacks of ultrasound-assisted extraction for the recovery of bioactive compounds from marine algae', *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 18(17), pp. 1–26. Available at: <https://doi.org/10.3390/ijerph18179153>.
- Elya, B. *et al.* (2022) *Buku penuntun Praktikum Fitokimia*. 1st edn. Yogyakarta: Nas Media Pustaka.
- Mandal, V., Mohan, Y. and Hemalatha, S. (2007) 'PhcogRev-1-1-7.pdf', *Phcog Rev.*, 1(1), pp. 7–18.
- Mukherjee, P.K. (2019) *Extraction and Other Downstream Procedures for Evaluation of Herbal Drugs, Quality Control and Evaluation of Herbal Drugs*. Available at: <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-813374-3.00006-5>.
- Mun'im, A. and Ahmad, I. (2021) *Aplikasi Teknik Ekstrasi Hijau Pada Pengembangan Obat Herbal*. 1st edn. Yogyakarta: Penerbit Deepublish.
- Rodríguez Seoane, P. *et al.* (2017) *Microwave-Assisted Water Extraction, Water Extraction of Bioactive Compounds: From Plants to Drug Development*. Available at:

<https://doi.org/10.1016/B978-0-12-809380-1.00006-1>.

Sarker, S.D., Latif, Z. and Gray, A.I. (2008) *Natural product isolation, Natural Product Reports*. Available at: <https://doi.org/10.1039/b700306b>.

Sujani Wonoraharjo (2012) *Motode-metode Pemisahan kimia*. 1st edn. PT Indeks.

Wijaya, D.R., Paramitha, M. and Putri, N.P. (2019) 'C. Kata kunci: Oleoresin, jahe, ekstraksi, soklet', *Jurnal Konversi*, 8(1), pp. 9–16.

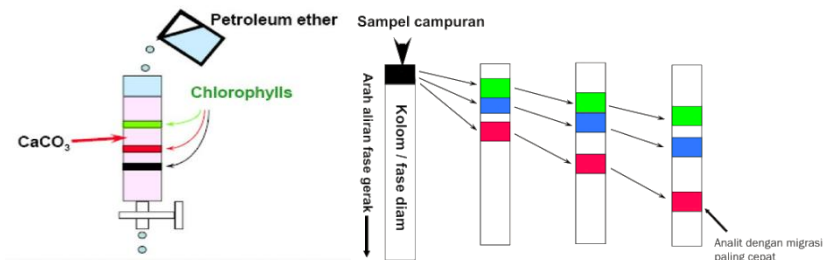
BAB 4

KROMATOGRAFI

Oleh Cory Novi

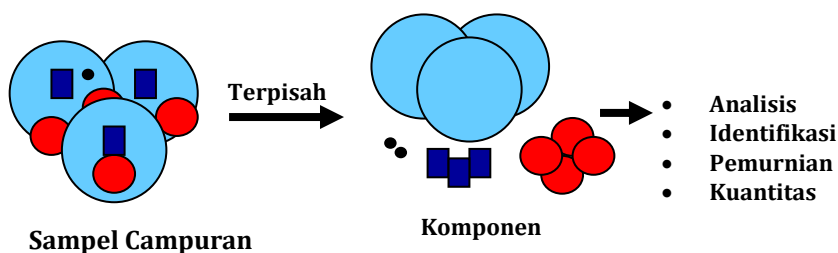
4.1 Pendahuluan

Kromatografi diperkenalkan pertama kali oleh seorang berkewarganegaraan Rusia bernama M.Tsweet di tahun 1903. Saat itu M.Tsweet digunakan untuk memisahkan klorofil dan pigmen dari sampel ekstrak tumbuhan dengan memakai kolom kaca yang telah diisi CaCO_3 dan diberikan pelarut petroleum eter. Pemisahan tersebut dimulai dengan menempatkan larutan ekstrak tumbuhan (sampel) pada permukaan atas CaCO_3 selanjutnya diberikan petroleum eter sebagai pelarut sampai dihasilkan pita-pita warna. Kemudian dari pita warna tersebut muncul istilah kromatografi dari bahasa Yunani yaitu "*Chroma*" dan "*graphien*" artinya "*warna*" dan "*menulis*".



Gambar 4. 1. Ilustrasi pemisahan pigmen dari ekstrak tumbuhan dengan kromatografi kolom

Kromatografi merupakan metode pemisahan dari sampel menjadi solut berdasarkan pada kesetimbangan fase di dalam sampel menggunakan fasa diam (*stationary phase*) dan fasa gerak (*mobile phase*). Proses pemisahan solut dalam sampel tersebut karena adanya perbedaan keterikatan atau perbedaan interaksi dengan kedua fase tersebut. Perbedaan interaksi tersebut dipengaruhi sifat fisik dan kimia dari solut tersebut misalnya koefisien distribusi, kelarutan dan sifat fisika yang lain.



Gambar 4. 2. Ilustrasi definisi teknik kromatografi

Fasa diam dalam kromatografi berupa padatan atau cairan, sedangkan fasa gerak disebut juga sebagai eluen merupakan campuran dua atau lebih pelarut yang memiliki tingkat kepolaran berbeda. Fase gerak juga dapat berupa gas pembawa (*carrier gas*) yang *inert* terutama pada kromatografi gas (GC). Hasil pemisahan dengan metode kromatografi digunakan untuk analisis kualitatif, kuantitatif dan pemurnian senyawa (preparatif).

Pembagian Kromatografi

Kromatografi dibagi menjadi empat, yaitu (1) Kromatografi kertas, (2) Kromatografi lapis tipis (KLT), (3) kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT) dan (4) Kromatografi kolom, sedangkan kromatografi adsorpsi,

partisi, pasangan ion, penukar ion, eksklusi ukuran dan afinitas merupakan pembagian kromatografi berdasarkan mekanisme pemisahan (Gandjar et al., 2014)

4.2 Kromatografi Kertas

Kromatografi kertas pertama kali dikembangkan oleh Consden, Gordon dan Martin pada tahun 1944, dimana pemisahannya menggunakan media berupa kertas. Kromatografi kertas termasuk ke dalam kromatografi partisi dengan menggunakan fasa diam berupa air yang ada pada selulosa kertas dengan fasa gerak berupa pelarut organik yang bersifat non polar. Prinsip kromatografi kertas yaitu adsorpsi dan polarisasi (Salamah et al., 2023). Fase gerak dalam kromatografi kertas akan merembes ke dalam kertas karena adanya efek kapiler dengan teknik menaik (*ascending*) dan menurun (*descending*). Pada teknik menurun (*descending*) selain adanya efek kapiler, teknik ini dipengaruhi adanya efek gravitasi sehingga rembesan bergerak lebih cepat (Soebagio et al., 2005).

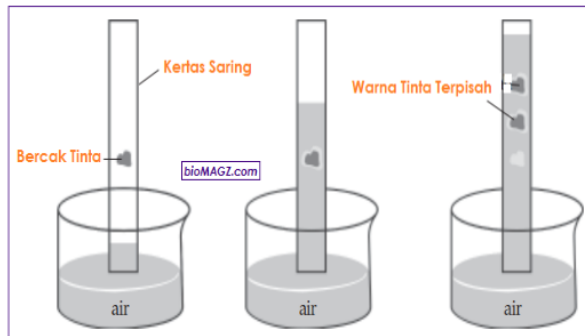
Pemisahan dalam kromatografi kertas dibagi ke dalam yaitu (1) penotolan sampel, (2) elusi dan (3) identifikasi noda. Pada penotolan sampel, kertas kromatografi yang akan digunakan untuk pemisahan, dipotong dengan ukuran tertentu dan diberikan garis start dan garis finish pada ujung kertas menggunakan pensil. Sampel ditotolkan menggunakan pipa kapiler pada garis start dan keringkan. Selanjutnya adalah proses elusi, yaitu dengan mencelupkan kertas kromatogram ke dalam chamber yang telah diisi dengan pelarut (eluen) telah jenuh. Pencelupan kertas kromatografi tidak boleh merendam totolan sampel. Selanjutnya pelarut (eluen) akan merembas melewati

totalan sampel. Komponen dalam sampel akan terbawa oleh rembesan fasa gerak dengan kecepatan yang berbeda-beda (migrasi deferensial). Perbedaan kecepatan migrasi deferensial terjadi karena adanya perbedaan kelarutan komponen sampel dalam eluen. Hasil pemisahan berupa noda atau bercak berwarna dengan jarak yang berbeda dari garis start. Noda atau bercak tersebut dalam kromatografi kertas disebut sebagai kromatogram. Elusi dihentikan saat pelarut (eluen) menyentuh garis finish. Kertas kromatografi di dalam chamber kromatografi selanjutnya dikeluarkan untuk dikeringkan. Identifikasi hasil pemisahan dilakukan dengan menghitung nilai R_f (*rate of flow*) (Soebagio et al., 2005).

$$R_f = \frac{\text{Jarak yang ditempuh noda/bercak}}{\text{Jarak yang ditempuh fasa gerak/eluen}} \quad \cdot \cdot \cdot (1)$$

Identifikasi pada noda atau bercak hasil pemisahan yang tidak berwarna dilakukan dengan beberapa cara, yaitu:

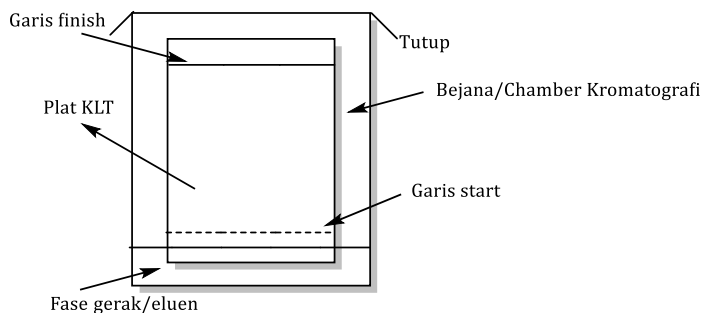
- 1) Menggunakan pereaksi seperti ditizon, ninhidrin dan lain-lain dengan cara menyemprotkannya pada kertas kromatografi
- 2) Kertas kromatografi hasil pemisahan disinari dengan sinar ultra violet (UV) pada $\lambda = 254$ atau 366 nm
- 3) Menguapkan kertas kromatografi pada uap iodium



Gambar 4. 3. Ilustrasi kromatografi kertas (Hujjatusnaini et al.,2021)

4.3 Kromatografi Lapis Tipis

Kromatografi lapis tipis (KLT) diperkenalkan pada tahun 1938 oleh Izmailoff dan Schraiber. KLT termasuk ke dalam kromatografi planar. KLT menggunakan lapisan seragam (*uniform*) seperti silika gel, alumina dan selulosa yang dilapiskan pada permukaan bidang datar seperti lempeng kaca, pelat aluminium atau pelat plastik sebagai fase diamnya. Secara umum KLT digunakan untuk memisahkan senyawa yang memiliki sifat hidrofobik (tidak suka air) seperti hidrokarbon dan lipid.



Gambar 4. 4. Ilustrasi Kromatografi Lapis Tipis (KLT) (Rosamah, 2019)

Fase diam untuk fase normal diantaranya (Salamah et al., 2023)

- 1) Silika gel, yaitu silika yang telah bebas dari H_2O , sedikit asam sehingga banyak digunakan, selain itu untuk memperkuat lapisannya, silika gel ditambahkan kalsium sulfat sehingga disebut juga silika gel G. Silika gel juga dapat ditambahkan ke senyawa fluoresen sehingga jika terkena sinar UV akan berfluoresensi atau bercahaya dan biasa disebut dengan gel silika GF254 (gel silika dengan fluoresensi yang berpendar pada 254 nm)
- 2) Alumina (aluminium oksida), Fase diam yang memiliki sifat sedikit basa dimana sebelum digunakan perlu diaktifkan kembali dengan cara pemanasan di dalam oven untuk meningkatkan aktivitas penjerapan. Fase diam ini jarang digunakan.
- 3) Kiselguhr atau tanah diatome. Kurang bersifat adsorptif dibandingkan dengan silika
- 4) Magnesium silika, dikenal dengan floresil, dan digunakan jika adsorben lain tidak dapat digunakan
- 5) Selulosa, memiliki polaritas tinggi sehingga dapat digunakan sebagai pemisah secara partisi, baik dengan bentuk kertas maupun bentuk lempeng. Keduanya masih sering digunakan seperti untuk pemisahan senyawa flavonoid. Selulosa lebih banyak digunakan untuk memisahkan senyawa-senyawa yang polar atau senyawa isomer.

Fase diam yang merupakan fase terbalik diantaranya:

- 1) Fase diam silika yang telah dimodifikasi
Silika yang dilapisi dengan senyawa non polar misalnya lemak dan parafina.
- 2) Resin
Fase diam penukar ion dan dilapiskan pada zat pendukung. digunakan untuk memisahkan senyawa yang memiliki bobot molekul tinggi dan bersifat amfoter

seperti asam amino, protein, enzim, nukleotida dan lain-lain, dimana sebagai fase geraknya menggunakan larutan yang bersifat asam kuat atau basa kuat.

Fase gerak

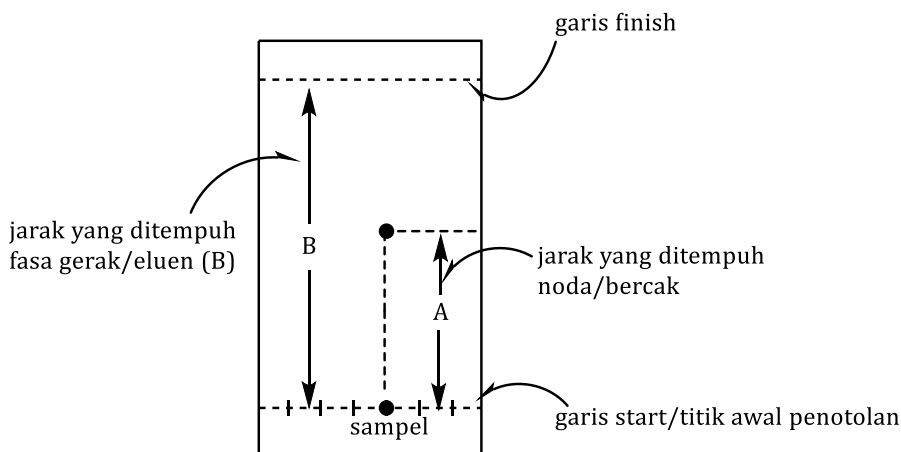
Tabel 4. 1. Urutan Kemampuan Elusi Fase Gerak Terhadap Fase Diam Silika Gel Atau Alumina (Salamah et al., 2023)

Nama Pelarut	ε	Pelarut	ε
Pentana	0,01	Aseton	0,56
Heksana	0,01	Etilasetat	0,58
Iso-oktana	0,01	Dietilamina	0,63
Dikloroheksana	0,04	Asetonitril	0,65
Toluen	0,29	Isopropilalkohol	0,82
Klorobutan	0,30	Etanol	0,88
Eter	0,40	Metanol	0,95
Kloroform	0,40	Asam asetat	Kuat
Metilenklorida	0,42	Air	Kuat
Tetrahidrofuran	0,42	Piridin	Kuat

Pemisahan dalam KLT, diawali dengan penotolan sampel pada garis start di atas lempeng atau plat KLT yang sudah dipotong dengan ukuran tertentu, kemudian plat KLT dimasukkan ke dalam bejana atau chamber yang sudah berisi fase gerak atau eluen yang sudah dijenuhkan. Hasil pemisahan nampak sebagai noda yang selanjutnya diidentifikasi dengan menghitung nilai *Rf* (*Retardation factor*).

Nilai R_f dihitung dengan menggunakan perbandingan sebagaimana di ilustrasikan pada gambar 4.5 dan dapat dituliskan dengan persamaan 2:

$$R_f = \frac{\text{Jarak yang ditempuh noda/bercak (A)}}{\text{Jarak yang ditempuh fasa gerak/eluen (B)}} \quad \cdot \cdot \cdot (2)$$



Gambar 4. 5. Harga R_f diukur dan dihitung

4.4 Kromatografi Kolom

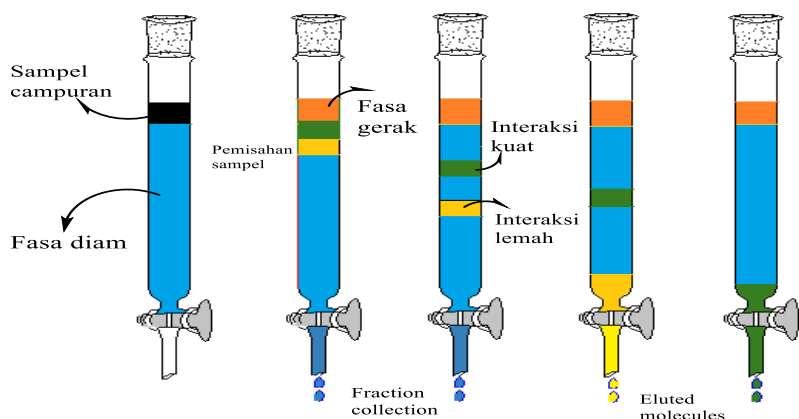
Kromatografi kolom termasuk ke dalam kromatografi cairan. Pada kromatografi kolom, sampel sebagai lapisan terpisah diletakkan di atas fase diam. Prinsip utama yang terlibat dalam kromatografi kolom adalah penyerapan zat terlarut dalam larutan dengan bantuan fase diam (*stationary phase*) dan kemudian memisahkan campuran menjadi komponen-komponen independen, dimana pergerakan masing-masing komponen campuran berlangsung pada laju

yang berbeda-beda. Sedangkan prinsip kerja kromatografi kolom yaitu memisahkan sekumpulan senyawa dengan perbedaan polaritasnya, dimana tempat atau media tempat terjadinya pemisahannya berlangsung pada sebuah kolom atau tabung kaca yang di dalamnya berisi adsorben atau fasa diam. Sama halnya dengan jenis kromatografi yang lain, mekanisme pemisahan dalam kromatografi kolom melibatkan dua fase, yaitu fase gerak (*mobile phase*) yang berupa pelarut yang dapat mengalir karena adanya pengaruh gaya seperti gaya kapilaritas, gaya gravitasi, gaya tekan dan lainnya tergantung pada jenisnya dan fase diam (*Stationary phase*) yang digunakan adalah sesuatu yang statis yang berfungsi sebagai media tempat berjalan atau bergerak senyawa yang akan dipisahkan (Nugroho, 2017).

Kromatografi kolom dilakukan untuk memisahkan senyawa dalam jumlah yang relatif banyak, dimana faktor yang mempengaruhi keberhasilan pemisahan dalam kromatografi kolom yaitu pemilihan fase diam dan fase gerak, dimensi kolom yang digunakan serta kecepatan elusi selama proses pemisahan. Kecepatan laju alir atau elusi dibuat konstan dengan kecepatan yang cukup lambat agar senyawa atau komponen berada dalam keseimbangan antara fase diam dan fase gerak (Hujjatusnaini et al., 2021).

Fase gerak yang digunakan dalam kromatografi kolom berupa pelarut murni atau kombinasi dari beberapa pelarut. Pemilihan pelarut dilakukan sedemikian rupa sehingga nilai faktor retensi senyawa yang diinginkan berada pada kisaran 0,2-0,8. Contoh pelarut yang umum digunakan antara lain yaitu etanol dan kloroform, sedangkan fase diam dalam kromatografi kolom yaitu adsorben yang memiliki dua golongan yaitu fase diam yang bersifat polar dan fase diam

yang bersifat non polar. Fase diam polar yaitu silika gel, sedangkan fase diam non polar yaitu ODS (*octadecylsilane*) yang merupakan modifikasi dari silika gel (Nugroho, 2017).



Gambar 4. 6. Ilustrasi Kromatografi Kolom

Teknik pemisahan dalam kromatografi kolom sebagai berikut:

1) *Packing column*

Packing column dalam kromatografi kolom dapat dilakukan dengan cara basah dan kering

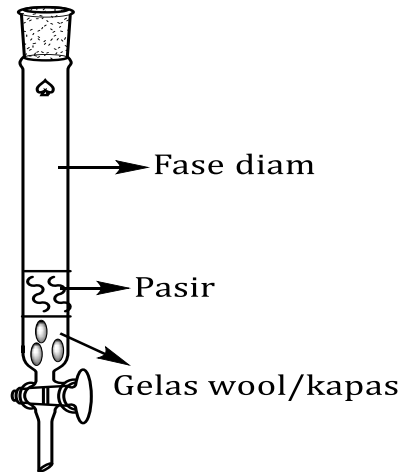
a. Cara basah

Packing column dengan cara basah dilakukan dengan membasahi fase diam dengan pelarut sampai menjadi bubur (*slurry*) sebelum dituangkan ke dalam kolom. Penuangan dilakukan dengan hati-hati untuk mencegah terjadinya gelembung udara.

b. Cara kering

Kolom kromatografi yang akan digunakan pertama kali diisi dengan fase diam, kemudian dialiri fase gerak hingga kolom basah. Fase diam di dalam kolom

tidak boleh mengering sehingga terus menerus dibasahi eluen.



Gambar 4. 7. Ilustrasi *packing column*

2) Persiapan sampel

Sampel yang akan dipisahkan dilarutkan menggunakan pelarut yang sesuai selanjutnya dituangkan di atas *packing column* dengan hati-hati. Fase gerak dikeluarkan tetes demi tetes dan dijaga kolom tetap terendam. Fase gerak yang keluar ditampung sebagai fraksi dimana volume fraksi bergantung pada berat sampel.

3) Elusi

Elusi merupakan proses pemisahan sampel menjadi fraksinya yang dipengaruhi fase gerak. Ada dua jenis elusi dalam kromatografi kolom yaitu elusi isokratik dan gradien. Elusi isokratik adalah elusi yang penggunaan fase gerak dan polaritas tetap selama proses elusi berlangsung sedangkan elusi gradien yaitu elusi yang menggunakan fase gerak berbeda polaritas selama

proses elusi berlangsung. Elusi dimulai dari fase gerak yang memiliki sifat non polar kemudian ke pelarut yang bersifat polar. Elusi dihentikan apabila sudah tidak terdapat sampel yang dapat dibawa keluar oleh fase gerak.

4.6 Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

Kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT) mulai dikenal di tahun 1960-an. KCKT termasuk kromatografi elusi cair dan aplikasinya banyak digunakan dibandingkan dengan GC. Teknik KCKT ini digunakan untuk memisahkan, mendeterminasi senyawa baik organik, anorganik maupun material biologis, dimana fase gerak yang digunakan adalah pelarut cair, sementara fase diam bersifat padat, berpori dan merupakan material aktif permukaan dalam bentuk partikel kecil atau pendukung padat yang dilapisi lapisan tipis cairan. KCKT adalah metode untuk menganalisa kandungan kimia, baik secara kualitatif maupun secara kuantitatif dimana pemisahannya berdasarkan pada perbedaan keseimbangan distribusi komponen antara dua fase: diam (kolom) dan gerak (sistem pelarut yang mengalir) (Veranita et al.,2021).

Keunggulan KCKT dibandingkan dengan pemisahan lain, yaitu pada ketepatan analisis dan kepekaan yang tinggi sehingga cocok untuk memisahkan senyawa yang tidak mudah menguap yang tidak tahan pada pemanasan (Susanti, 2017) sedangkan menurut Rohman (2009), KCKT umumnya digunakan untuk:

- a) Sebagai pemisahan senyawa organik, anorganik dan senyawa biologis
- b) Sebagai penganalisisan ketidakmurnian pada sampel

- c) Untuk menentukan molekul ion, netral maupun zwitter ion
- d) Sebagai isolasi dan pemurnian senyawa

Fase Gerak

Fase gerak dalam KCKT menggunakan fase gerak cair. Fase gerak dibagi menjadi fase normal (fase gerak kurang polar dibandingkan fase diam) dan fase terbalik (fase gerak lebih polar dibandingkan fase diam)

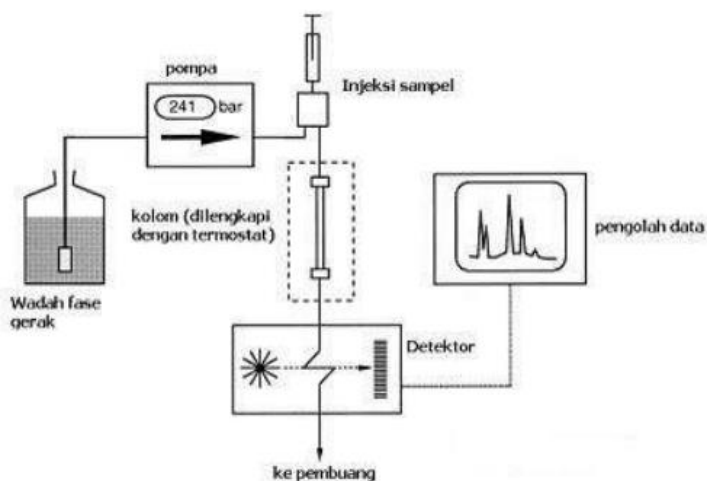
1) Fase normal

Kolom pada fase normal berisi partikel silika dengan ukuran kecil dan eluen non polar seperti n-heksan. Kolom memiliki diameter 4,6 mm dengan panjang 150-250 mm. Senyawa polar dalam sampel akan berinteraksi lebih lama pada silika yang polar di dalam kolom dibandingkan dengan senyawa non polar.

2) Fase balik

Kolom pada fase terbalik berisi fase diam yang telah dimodifikasi menjadi non polar melalui pelekatan rantai-rantai hidrokarbon panjang pada permukaannya secara sederhana baik berupa atom karbon 8 atau 18. Contoh metanol yang merupakan pelarut polar. Pada fase ini terjadi interaksi kuat antara eluen yang bersifat polar dan solut yang bersifat polar dalam campuran ketika melewati kolom. Senyawa non polar pada sampel akan cenderung berinteraksi dengan gugus hidrokarbon karena adanya dispersi gaya van der Waals.

Instrumen dasar dalam KCKT adalah sebagai berikut:



Gambar 4. 8. Instrumentasi dasar Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (Willian et al., 2022)

Instrumentasi

1) Wadah fase gerak

Wadah fase gerak harus bersih dan *inert*, wadah fase gerak memiliki kapasitas 1-2 liter pelarut. Umumnya fase gerak terdiri dari campuran pelarut yang dapat bercampur, dan memiliki peran dalam daya elusi dan resolusi yang dipengaruhi oleh polaritas pelarut, polaritas fase diam, dan sifat solut pada sampel. Elusi dalam KCKT dilakukan dengan dua mode operasional yaitu cara isokratik dimana komposisi fase gerak tetap selama elusi atau dengan cara bergradien yang selama pengoperasian menggunakan komposisi fase gerak yang berbeda.

2) Pompa

Untuk mengalirkan pelarut ke seluruh bagian KCKT. Pompa terbuat secara umum digunakan dari bahan seperti gelas, baja tahan karat, teflon dan batu nilam.

Pompa harus mampu memberikan tekanan sampai 5000 psi dan dapat mengalirkan eluen dengan kecepatan alir 3 ml/menit. Pompa dalam KCKT yang umum digunakan yaitu pompa reciprocating dan pompa syringe. Untuk analisis preparatif, pompa yang digunakan harus mampu mengalirkan fase gerak dengan kecepatan 20 ml/menit. Tujuan penggunaan pompa adalah untuk menjamin fase gerak berlangsung secara tepat, reproduibel, konstan dan bebas dari gangguan.

3) Tempat penyuntikan sampel

Sampel disuntikkan secara langsung di bawah tekanan menuju kolom dengan alat penyuntik yang terbuat dari tembaga tahan karat dan katup teplon yang dilengkapi dengan sample loop internal atau eksternal.

4) Kolom

Kolom merupakan faktor utama berhasil atau gagalnya pemisahan suatu sampel sehingga sering disebut jantung kromatografi. Kolom dapat dibagi menjadi dua yaitu

a) Kolom analitik

Kolom analitik mempunyai panjang tergantung tergantung jenis material pengisi kolom dengan diameter 2-6 mm. Untuk kemasan pellicular kemasan poros mikropartikulat mempunyai panjang 50-100 cm.

b) Kolom preparatif

Kolom ini secara umum mempunyai diameter lebih besar dari kolom analitik yaitu 6 mm dengan panjang kolom 25-100 cm.

5) Detektor

Detektor terbagi dua jenis yaitu detektor universal dan detektor spesifik. Detektor universal (detektor indeks bias, spektrometri massa). Detektor ini mampu

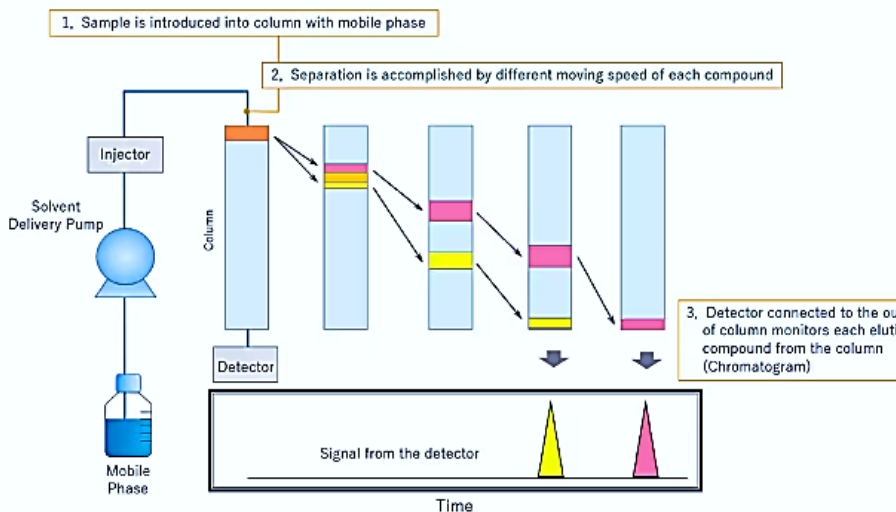
mendeteksi zat secara umum, tidak bersifat spesifik dan tidak bersifat selektif. Sedangkan detektor spesifik merupakan detektor yang mampu mendeteksi analit secara spesifik dan selektif, contoh detektor spesifik adalah detektor UV-Vis, detektor fluoresensi, dan elektrokimia.

Detektor harus memiliki karakteristik sebagai berikut:

- a) Detektor harus memiliki respon yang cepat dan reproduisibel terhadap solut
- b) Detektor harus mampu mendeteksi solut pada kadar yang sangat kecil atau memiliki sensitifitas yang tinggi
- c) Detektor harus stabil dalam pengoperasiannya
- d) Detektor mampu meminimalkan terjadinya pelebaran pita
- e) Detektor mampu menghasilkan signal yang berbanding lurus dengan konsentrasi solut pada kisaran yang luas
- f) Detektor tidak peka terhadap perubahan suhu dan laju alir dari fase gerak.

Pemisahan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)

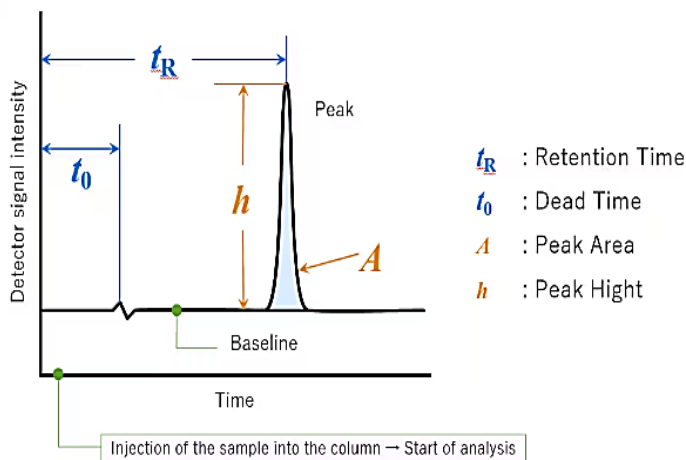
KCKT dapat memisahkan dan mendeteksi setiap senyawa berdasarkan perbedaan kecepatan masing-masing senyawa melalui kolom. KCKT memiliki dua fase yaitu fase gerak dan fase diam. Fase gerak adalah cairan yang melarutkan senyawa target, sedangkan fase diam adalah bagian kolom yang berinteraksi dengan senyawa target. Di dalam kolom, semakin kuat afinitas (misalnya gaya van der Waals) antara komponen dan fase gerak, semakin cepat komponen bergerak melalui kolom bersama dengan fase gerak. Disisi lain semakin kuat afinitasnya dengan fase diam, semakin lambat pergerakannya melalui kolom.



Gambar 4. 9. Ilustrasi Pemisahan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

Pembacaan Kromatogram

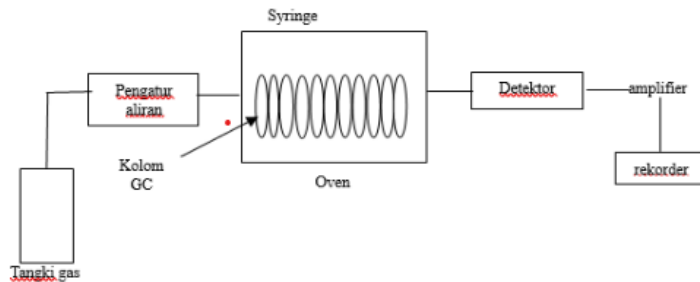
Kromatogram memiliki sumbu vertical yang menunjukkan konsentrasi dalam hal intensitas sinyal detektor dan sumbu horizontal menunjukkan waktu analisis. Jika tidak ada senyawa yang terelusi dari kolom, maka dibuat garis sejajar sumbu horizontal (disebut garis dasar). Dimana detektor merespon berdasarkan konsentrasi senyawa target dalam pita elusi. Waktu retensi (t_R) adalah interval waktu antara titik injeksi sampel dengan puncak puncak. Waktu mati (t_0) adalah waktu yang diperlukan senyawa tak tertahan (senyawa yang tidak berinteraksi fasa diamnya) untuk berpindah dari injektor ke detektor. Tinggi puncak (h) adalah jarak vertical antara puncak puncak dengan garis pangkal, sedangkan area peak (A) adalah daerah yang dibatasi oleh puncak dan garis pangkal.



Gambar 4. 10. Kromatogram hasil pemisahan

4.7 Kromatografi Gas

Kromatografi gas (GC) diperkenalkan pertama kali pada tahun 1952 oleh James dan Marten. GC merupakan teknik kromatografi yang digunakan untuk mendeteksi senyawa organik yang memiliki sifat volatil dan senyawa gas anorganik dalam sampel. GC memiliki prinsip dasar yaitu melibatkan volatilitas sampel dalam inlet injektor, pemisahan solut dalam sampel dan deteksi tiap solut dengan detektor. GC memiliki dua jenis yaitu kromatografi gas cair dan kromatografi gas padat.



Gambar 4. 11. Instrumentasi Dasar Kromatografi Gas (GC)
(Salamah et al., 2023)

Instrumentasi

1) Tangki gas

Berisi fase gerak atau gas pembawa (*carrier gas*) yang membawa komponen atau solut ke dalam kolom. Syarat dari fase gerak diantaranya yaitu gas inert, tidak reaktif, memiliki kemurnian tinggi/kering seperti helium, nitrogen dan hidrogen. Pemilihan fase gerak bergantung pada jenis detektor yang akan digunakan.

2) Sistem injeksi sampel (*syringe*)

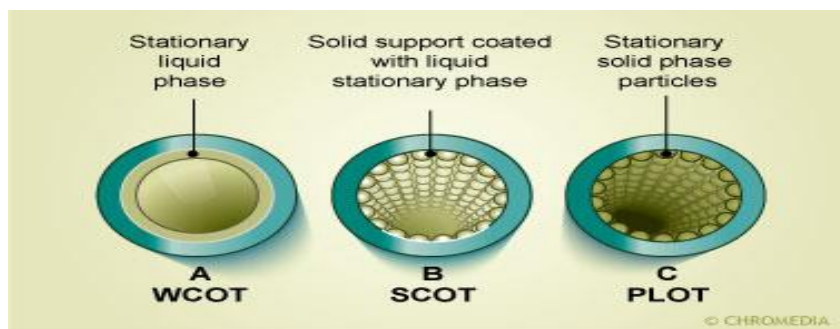
Pada dasarnya ada empat jenis injektor dalam GC yaitu *direct injection*, *split injection*, *splitless injection* dan *on column injection*. Jenis injeksi *on column* digunakan untuk senyawa yang mudah menguap atau memiliki volatilitas tinggi, karena jika injeksi dilakukan langsung pada lubang suntik, kemungkinan akan terjadi peruraian senyawa akibat suhu yang tinggi atau terjadi pirolisis.

3) Kolom

Kolom dalam kromatografi merupakan bagian terpenting dalam pemisahan. GC memiliki dua jenis kolom yaitu:

- a) Kolom pak (*pack column*), memiliki panjang 1-5 m dan diameter 2-4 mm
- b) Kolom kapiler memiliki panjang 10-100 m dan diameter 0,1 -1,75 mm.

Berbeda dengan kolom pak (*pack column*), penggunaan kolom kapiler menghasilkan resolusi yang lebih tinggi. Kolom kapiler terdiri dari tiga jenis yaitu *Wall coated open tubular column* (WCOT), *Support coated open tubular column* (SCOT) dan *Porous open tubular column* (PLOT).



Gambar 4. 12. Jenis Kolom Kapiler (Sumber. Chromedia)

4) Detektor

Detektor memiliki fungsi untuk mendeteksi solut yang telah dipisahkan dari kolom secara terus menerus, cepat, akurat dan dilakukan pada suhu yang tinggi. Detektor yang umum digunakan dalam GC adalah detektor ionisasi nyala (*Flame Ionization Detector-FID*) dan detektor hantaran panas (*Thermal Conductivity Detector-TCD*) karena memiliki kepekaan terhadap berbagai komponen dan berfungsi pada berbagai konsentrasi (Veranita, et al.,2021).

4.8 Parameter Kromatografi Modern

Parameter dalam kromatografi modern seperti KCKT dan GC diantaranya waktu retensi (t_R), faktor kapasitas (k'), selektifitas (α), efisiensi (N) dan resolusi (R_s)

1) Waktu retensi

Merupakan ukuran waktu yang dibutuhkan suatu solut dalam sampel untuk keluar dari kolom menuju ke detektor.

2) Faktor kapasitas (k')

Merupakan suatu ukuran kekuatan interaksi suatu komponen atau solut dengan fase diam. Dinyatakan dengan persamaan:

$$k' = \frac{t_R - t_0}{t_0} = \frac{n_s}{n_m} = K \left(\frac{V_s}{V_m} \right)$$

Keterangan:

k' = Faktor kapasitas

t_R = Waktu retensi

t_0 = Waktu yang diperlukan oleh suatu komponen atau solut dengan fase diam untuk meninggalkan kolom

n_s = jumlah mol suatu senyawa di dalam fase diam

n_m = jumlah mol suatu senyawa di dalam fase gerak

K = Koefisien partisi

V_s = Volume fase diam

V_m = Volume fase gerak

3) Selektifitas (α)

Merupakan ukuran keterpilihan dua solut yang dipisahkan. Harga selektifitas dapat sama dengan satu ($=1$) atau lebih besar dari satu (>1). Bila harga

selektifitas $=1$ berarti senyawa satu tidak dapat dipisahkan dari senyawa dua, sebaliknya bila harga selektifitas >1 berarti senyawa satu keluar dari kolom lebih cepat dibandingkan senyawa dua. Semakin besar harga selektifitas, maka semakin baik pemisahan. Selektifitas dinyatakan dengan persamaan:

$$\alpha = \frac{k'_2}{k'_1}$$

Keterangan:

k'_1 dan k'_2 adalah faktor kapasitas komponen atau solut pertama dan kedua

4) Efisiensi

Efisiensi hasil pemisahan dapat dilihat dari puncak kromatogram yang dihasilkan. Dimana semakin lebar suatu puncak kromatogram maka bisa dikatakan hasil pemisahan menjadi semakin kurang efisien. Secara kuantitatif, efisiensi dapat dinyatakan dengan teori plat (N). Efisiensi dapat dipengaruhi beberapa faktor seperti koefisien partisi. Teori plat dapat diartikan bahwa panjang kolom yang digunakan mempengaruhi harga N .

$$N = \frac{t_R^2}{\sigma^2} \quad N = \frac{16 t_R^2}{W^2}$$

Berdasarkan persamaan tersebut, harga N harus kecil untuk mendapatkan hasil pemisahan yang efisien. Efisiensi pemisahan juga dapat dinyatakan dalam bentuk parameter lain yaitu HETP (*Height Equivalen to a Theoretical Plate*) yang diformulasikan dengan:

$$\text{HETP} = \frac{L}{N} \quad , L = \text{panjang kolom (cm)}$$

Berbeda dengan harga N , harga HETP harus kecil untuk mendapatkan hasil pemisahan yang efisien.

5) Resolusi

Merupakan pemisahan diantara dua puncak. Jika nilai resolusi sama dengan 1,5 maka pemisahan sempurna secara kromatografi sehingga semakin besar harga resolusi, maka dua senyawa tersebut akan semakin terpisah. Salah satu cara untuk meningkatkan daya pisah suatu senyawa adalah dengan memperbaiki efisiensi kolom.

$$R = \frac{\sqrt{N}}{4} \left(\frac{\alpha - 1}{\alpha} \right) \left(\frac{k'_{12}}{1 + k'_{12}} \right)$$

Berdasarkan persamaan tersebut terlihat bahwa resolusi dipengaruhi oleh yaitu efisiensi (N), selektifitas (α) dan faktor kapasitas (k').

DAFTAR PUSTAKA

- Gandjar, Gholib Ibnu; Rohman, A. (2014) *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar.
- Hujjatusnaini, Noor; Ardiansyah; Indah, Bunga; Afitri, Emeilia; Widyastuti, R. (2021) *Buku Referensi Ekstraksi*. Edited by N. Lestariningsing. Jurusan MIPA-Pogram studi Tadris Biologi IAIN Palangkaraya. Available at: <http://digilib.iain-palangkaraya.ac.id/4112/1/21>. Buku Referensi.pdf.
- Nugroho, A. (2017) *Buku Ajar: Teknologi Bahan Alam, Lambung Mangkurat University Press*.
- Rosamah, E. (2019) *Kromatografi Lapis Tipis Metode Sederhana Dalam Analisis Kimia Tumbuhan Berkayu, Mulawarman University Press*.
- Salamah, N. and Guntarti, A. (2023) 'Analisis Instrumen: Kromatografi dan Elektroforesis', *Uad Press*, pp. viii–42.
- Soebagio; Budiasih, Endang; Ibnu, Sodiq M; Widarti, R.H.M. (2005) *Kimia Analitik II*. Universitas Negeri Malang.
- Susanti, M.D. (2017) *Kromatografi Cair Kinerja Tinggi*. Lembaga Pengembangan Teknologi Informasi dan Komunikasi (LPTIK) Universitas Andalas.
- Veranita, Weri; Aziz, Yaya Sulthon; Wardani, S.T. (2021) *Pengantar Analisis Instrumen*. Pustakabarupress.
- Willian, N. and Pardi, H. (2022) *Bahan Ajar Pemisahan Kimia, NBER Working Papers*. Available at: <http://www.nber.org/papers/w16019>.

BAB 5

DISTILASI DAN REKRISTALIASI

Oleh Mariam Ulfah

5.1 Distilasi

5.1.1 Pengertian

Distilasi adalah proses yang banyak digunakan dalam industri kimia dan Biokimia untuk memisahkan dan memurnikan komponen campuran. Teknik ini melibatkan pemanasan campuran untuk menguapkannya komponen yang mudah menguap, yang kemudian dikondensasikan kembali menjadi fase cair dan dikumpulkan secara terpisah. Prinsipnya seperti bensin, solar, dan minyak pelumas. Demikian pula distilasi didasarkan pada perbedaan titik didih komponen-komponen dalam campuran, yang menentukan kemampuannya untuk menguap dan mengembun pada suhu yang berbeda.

Saat uap naik melalui kolom, uap tersebut mendingin dan mengembun pada permukaan bahan pengemas. Cairan yang terkondensasi kemudian mengalir kembali ke kolom dan dikumpulkan dalam bejana terpisah. Proses berlanjut hingga semua komponen yang mudah menguap telah dipisahkan dan dikumpulkan. Temperatur penyulingan dikontrol secara hati-hati untuk memastikan bahwa hanya komponen yang diinginkan yang diuapkan dan dikondensasi, sedangkan komponen yang tidak mudah

menguap tetap berada di dalam penyulingan. Salah satu keuntungan paling signifikan dari distilasi adalah kemampuannya untuk memisahkan komponen berdasarkan titik didihnya, menjadikannya aplikasi. Teknik yang efektif untuk memisahkan komponen yang mudah menguap dari komponen yang tidak mudah menguap. Ini juga merupakan proses yang sangat terukur, memungkinkan pemisahan komponen dalam jumlah besar secara efisien dalam waktu singkat (Zahbi, 2023).

Proses distilasi melibatkan dua langkah (Saha & Bhattacharjee, 2019) :

- Mengubah tahap fluida menjadi uap
- Uap berpindah ke tempat lain dan mendapatkan kembali cairan melalui penumpukan

Praktik distilasi sederhana campuran etanol-air sering kali dimasukkan dalam mata kuliah laboratorium mahasiswa baru jurusan kimia atau teknik kimia. Eksperimen serupa yang disebut simulasi distilasi dilakukan di laboratorium petrokimia terutama untuk tujuan kilang. Sebagai perbandingan singkat, meskipun simulasi distilasi menggunakan program suhu yang terus meningkatkan suhu dan mengumpulkan fraksi berdasarkan titik didihnya, distilasi sederhana berfokus pada pengumpulan tertentu pada suhu tertentu, seperti pengumpulan distilat pada titik didih. Jika distilasi sederhana berlangsung tanpa kontrol pemanasan, suhu sistem akan terus meningkat dan analisis karakteristik distilat akan serupa dengan analisis dalam simulasi distilasi. Dalam praktiknya, distilasi sederhana campuran etanol-air sering kali menggunakan suhu yang ditetapkan antara 80~89°C, suhu yang sedikit lebih tinggi daripada titik didih etanol. Dalam praktik tradisional,

pengukuran berat jenis digunakan untuk menentukan konsentrasi etanol dari sulingan yang digunakan sebuah hidrometer, perangkat yang bekerja berdasarkan prinsip daya apung. Jika melebihi batas pengukuran hidrometer, disarankan menggunakan hidrometer dengan rentang pengukuran yang berbeda. Misalnya, satu hidrometer memiliki rentang pengukuran tertentu, seperti 0,940 hingga 1,000. Pengukuran hidrometer memiliki keuntungan ketika menentukan larutan asam kuat atau alkali kuat. Dan diagram fase campuran etanol-air pada dasarnya diperlukan untuk menjelaskan fenomena distilasi sederhana secara keseluruhan. Tujuannya adalah untuk merancang distilasi sederhana campuran etanol-air dengan mengubah konsentrasi etanol dan suhu yang ditentukan dan untuk menguji hasilnya dibandingkan dengan prediksi. Sebagai keterampilan latar belakang, didorong untuk memiliki beberapa kemampuan untuk mengukur massa, kepadatan, dan berat jenis suatu cairan, untuk mengubah dan menghitung berat dan rasio molar cairan, untuk merakit bagian distilasi, dan untuk menafsirkan diagram fase uap-cair (Oh et al., 2022).

Jika salah satu komponen dalam campuran biner dipisahkan seluruhnya dari keadaan awalnya, distilasi akan menjadi metode yang sangat berguna. Namun, satu komponen tidak sepenuhnya terpisah satu sama lain dalam campuran biner etanol-air. Merupakan konsep umum bahwa komposisi uap sangat berbeda dengan campuran cairan dalam sistem biner. Mengenai distilasi sederhana campuran etanol-air, titik didih dan komposisi uap cair telah dipublikasikan sejak lama dan telah digunakan secara luas. Selain itu, konsep azeotropik dalam sistem etanol-air sudah dikenal luas. Hal ini mengacu pada komposisi fase cair dan fase uap yang sama, sehingga menjelaskan sulitnya metode

distilasi untuk mendapatkan etanol dengan kemurnian tinggi. Dan, konsep yang juga populer adalah menggunakan beberapa distilasi untuk menghasilkan etanol dengan kemurnian tinggi dibandingkan dengan distilasi sederhana (Oh et al., 2022).

5.1.2 Prinsip distilasi

Hukum Raoult dan hukum Henry adalah ekspresi yang menghubungkan fugasitas uap suatu komponen dalam larutan dengan komposisi. Bila larutan tidak ideal, Hukum Raoult tidak dapat diterapkan. Untuk larutan tidak ideal, kita harus menggunakan Hukum Henry (41). Hukum Raoult mengasumsikan bahwa suatu komponen berkontribusi terhadap tekanan uap total campuran secara proporsional terhadap persentase campuran dan tekanan uapnya saat murni, atau secara ringkas: tekanan parsial sama dengan fraksi mol dikalikan dengan tekanan uap saat murni. Jika satu komponen mengubah tekanan uap komponen lain, atau jika volatilitas suatu komponen bergantung pada persentasenya dalam campuran, hukum tersebut akan gagal. Hukum Henry memprediksi hubungan kesetimbangan linear. Namun, sebagian besar hubungan kesetimbangan sebenarnya non-linear. Hukum Henry hanya berlaku pada rentang konsentrasi cairan yang sedang, terutama ketika larutannya encer. Distilasi adalah prosedur tertua dan paling sederhana untuk pemurnian pelarut, dan juga murah. Distilasi didasarkan pada hukum Raoult, yang menyatakan bahwa tekanan uap parsial pelarut sebanding dengan fraksi molnya. Prinsip-prinsip yang terlibat dalam distilasi fraksional campuran cairan rumit tetapi dapat dilihat dengan mempertimbangkan sistem yang kira-kira mematuhi hukum Raoult. Dalam kebanyakan kasus, sistem menyimpang ke tingkat yang lebih besar atau lebih kecil dari

hukum Raoult, dan tekanan uap mungkin lebih besar atau lebih kecil dari nilai yang dihitung (Armarego & Chai, 2009).

$$P_{\text{larutan}} = X_{\text{pelarut}} P_{\text{pelarut}}$$

P_{larutan} = tekanan uap larutan

X_{pelarut} = fraksi mol pelarut

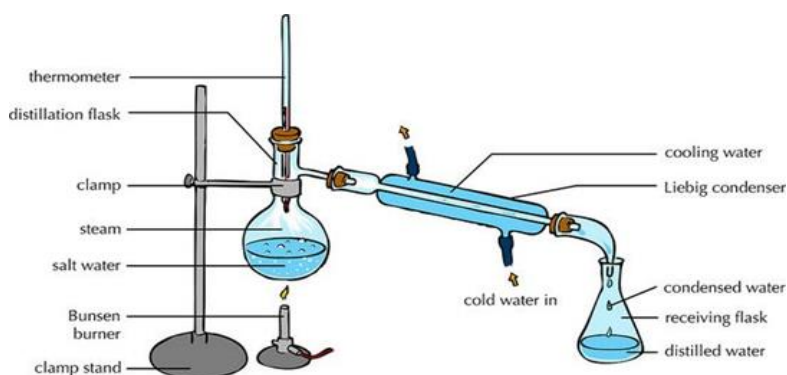
P_{pelarut} = tekanan uap pelarut murni

5.1.3 Jenis destilasi

1. Distilasi sederhana

Distilasi sederhana merupakan salah satu proses distilasi yang paling sederhana, di mana zat utama yang akan dimurnikan diuapkan bersama dengan pengotor pada suhu tinggi, dan uap yang dihasilkan dipindahkan ke wadah, di mana ia mengembun pada suhu rendah. Efek pemurnian terjadi karena perbedaan komposisi antara campuran cairan yang akan dipisahkan dan uap yang berada dalam kesetimbangan dengannya. Efek pemisahan biasanya dinilai secara teoritis menggunakan persamaan Rayleigh. Penerapan persamaan ini dibatasi oleh kondisi pencampuran cairan yang lengkap. Jika pencampuran tidak lengkap atau tidak ada pencampuran, efisiensi pemurnian zat sangat dipengaruhi oleh difusi pengotor dalam cairan. Berbeda dengan persamaan Rayleigh, model difusi yang diusulkan dalam penelitian sebelumnya memungkinkan seseorang untuk menghitung tingkat pemurnian zat. Proses distilasi melibatkan langkah-langkah berikut: penguapan, kondensasi, dan pemindahan zat yang diuapkan dari zona penguapan ke zona kondensasi.

Ketiga langkah tersebut terjadi secara bersamaan dan saling bergantung dalam sistem penguapan-pengembunan tertutup. Laju penguapan dalam sistem tersebut ditentukan oleh suhu penguapan dan penguapan serta resistansi hidrolik kompartemen penguapan dan penguapan serta tabung penghubung (McKetta & Cunningham, 2021).

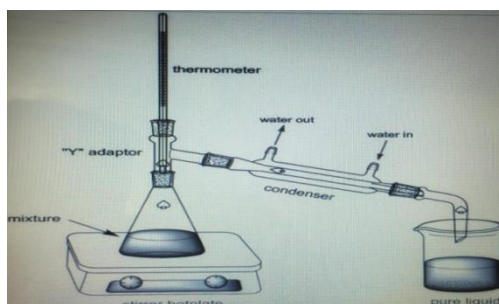


Gambar 5. 1. Destilasi sederhana
((McKetta & Cunningham, 2021))

2. Distilasi terfraksi

Dalam distilasi fraksional, campuran cairan dididihkan dan uap yang dihasilkan mengalir ke tabung gelas yang disebut "kolom fraksionasi" dan terpisah. Kolom fraksionasi ditempatkan di antara labu yang berisi campuran dan adaptor "Y", dan biasanya diisi dengan manik-manik kaca atau plastik, yang meningkatkan pemisahan antara cairan yang disuling. Distilasi fraksional menghasilkan pemisahan yang lebih baik daripada distilasi sederhana karena manik-manik kaca di kolom fraksionasi menyediakan 'pelat teoritis'

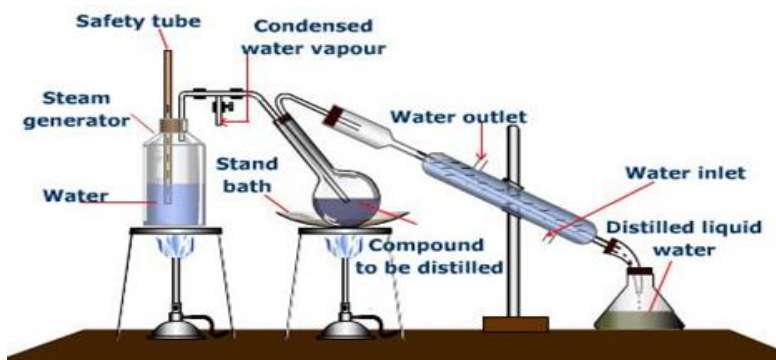
tempat uap dapat mengembun, menguap kembali, dan kemudian mengembun lagi, yang pada dasarnya menyuling campuran berulang-ulang. Satu pelat teoritis setara dengan satu siklus penguapan-kondensasi, yang setara dengan satu distilasi sederhana. Cairan yang lebih mudah menguap secara bertahap akan bergerak ke bagian atas kolom fraksionasi, sementara cairan dengan titik didih lebih rendah akan tetap berada di bagian bawah, sehingga menghasilkan pemisahan yang lebih baik antara cairan. Uap akhirnya mencapai kondensor, tempat ia didinginkan dan kemudian menetes ke dalam bejana pengumpul. Ada beberapa cara untuk mengklasifikasikan fraksi bermanfaat yang disuling dari minyak mentah. Salah satu cara umum adalah dengan membaginya menjadi tiga kategori: fraksi ringan, sedang, dan berat. Komponen yang lebih berat mengembun pada suhu yang lebih tinggi dan dikeluarkan di bagian bawah kolom. Fraksi yang lebih ringan dapat naik lebih tinggi di kolom sebelum didinginkan hingga mencapai suhu kondensasi, sehingga dapat dikeluarkan pada tingkat yang sedikit lebih tinggi (McKetta & Cunningham, 2021).



Gambar 5. 2. Distilasi terfraksi
((McKetta & Cunningham, 2021))

3. Destilasi uap

Distilasi uap merupakan proses yang bertujuan untuk memurnikan, memisahkan, atau mengisolasi senyawa yang sensitif terhadap suhu seperti senyawa aromatik alami. Uap atau air harus ditambahkan ke dalam peralatan distilasi dan dengan menggunakan sifat-sifat cairan yang tidak dapat bercampur, proses tersebut dapat dilakukan pada suhu yang lebih rendah (di bawah titik dekomposisi komponen). Metode ini dilakukan dengan mengalirkan uap panas melalui campuran yang dipanaskan sedikit untuk menguapkan sebagiannya. Uap tersebut terkondensasi ketika senyawa organik disuling karena senyawa-senyawa tersebut harus tidak dapat bercampur satu sama lain. Setelah mendidihkan cairan yang tidak dapat bercampur tersebut menggunakan uap untuk memanaskannya, uap tersebut memastikan bahwa suhu senyawa-senyawa tersebut tidak melebihi titik didihnya, sebagai hasilnya uap yang terkondensasi dapat terkumpul. Cairan yang dihasilkan terdiri dari dua fase: senyawa organik dan air yang disuling. Senyawa-senyawa ini terpisah karena sifat-sifat cairan yang tidak dapat bercampur dan dapat dipisahkan secara fisik dengan cara menggunakan corong pemisah. Metode yang umumnya digunakan untuk mengisolasi minyak atsiri dari bahan alami (minyak kayu putih dari kayu putih, minyak jeruk dari kulit lemon atau jeruk, dll.), dan pengupasan uap di kilang minyak bumi untuk memisahkan senyawa organik. Produk yang dibuat dengan menggunakan distilasi uap sebagian besar digunakan dalam produksi parfum dan cologne serta beberapa bahan memasak.

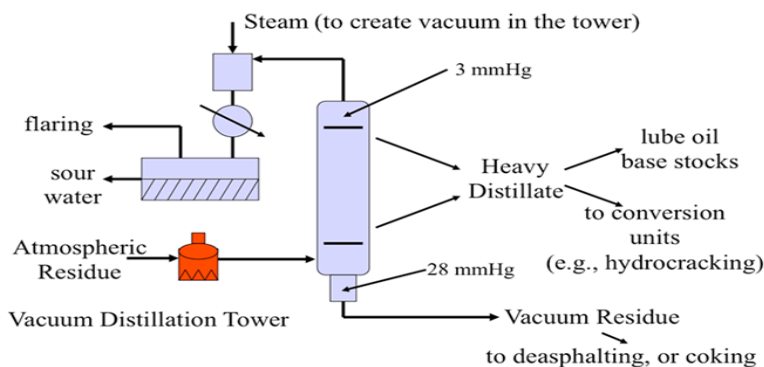


Gambar 5. 3. Distilasi uap

4. Distilasi vakum

Distilasi vakum adalah teknik yang digunakan untuk memisahkan fraksi minyak mentah dengan titik didih tinggi. Teori dan proses yang mendasarinya serupa dengan yang digunakan untuk memisahkan fraksi yang lebih ringan dalam proses distilasi atmosferik. Perbedaan antara kedua metode pemisahan fisik tersebut adalah bahwa distilasi atmosferik terjadi di bawah tekanan atmosferik, sedangkan distilasi vakum terjadi pada tekanan yang jauh lebih rendah, sehingga mengurangi titik didih suatu zat. Oleh karena itu, komponen dengan titik didih tinggi dapat direbus pada suhu yang lebih rendah, tanpa risiko retak. Menara vakum jauh lebih pendek daripada menara atmosferik untuk meminimalkan perbedaan tekanan dari atas ke bawah. Secara umum, tekanan yang digunakan dalam distilasi vakum berada dalam kisaran 50 hingga 100 mmHg, meskipun beberapa stok minyak pelumas mungkin memerlukan kondisi operasi tekanan yang lebih rendah. Fraksi yang diperoleh dari proses distilasi vakum biasanya dibagi menjadi minyak gas, minyak pelumas, dan aspal. Kombinasi proses distilasi

atmosferik dan vakum merupakan langkah awal yang penting dalam mengubah minyak mentah menjadi produk yang bermanfaat dan bernilai ekonomis (Saha & Bhattacharjee, 2019).



Gambar 5. 4. Distilasi vakum

5. Distilasi Azeotrop

Azeotrop didefinisikan sebagai campuran cairan yang mendidih pada suhu konstan seperti cairan murni dan memiliki komposisi komponen yang sama dalam fase cair maupun fase uap. Azeotrop juga disebut campuran titik didih konstan karena seluruh azeotrop berubah menjadi uap pada suhu konstan dan komponennya tidak dapat dipisahkan dengan distilasi fraksional. Dengan memburuknya lingkungan global, cairan ionik yang ramah lingkungan telah mendapat banyak perhatian sebagai pelarut untuk memisahkan azeotrop. Contoh umum distilasi azeotropik dalam sejarah adalah penggunaannya dalam dehidrasi campuran etanol dan air. Azeotrop terdiri dari dua jenis, yaitu azeotrop titik didih minimum dan maksimum; Azeotrop titik didih minimum: Untuk larutan dengan deviasi positif, terdapat komposisi antara yang tekanan

uap larutannya maksimum dan karenanya, titik didihnya minimum. Pada komposisi ini, larutan distilasi pada suhu konstan tanpa perubahan komposisi. Jenis larutan ini disebut azeotrop titik didih minimum. Azeotrop titik didih maksimum: Untuk larutan dengan deviasi negatif, terdapat komposisi antara yang tekanan uap larutannya minimum dan karenanya, titik didihnya maksimum. Pada komposisi ini, larutan distilasi pada suhu konstan tanpa perubahan komposisi. Jenis larutan ini disebut azeotrop titik didih maksimum (Factors et al., 2012).

5.1.4 Aplikasi Destilasi

1. Kegunaan Ilmiah

Konsentrasi Alkohol: Biji-bijian yang difermentasi dapat menghasilkan kandungan alkohol maksimum sekitar 16%, batas atas sebagian besar bir dan anggur, karena organisme ragi yang digunakan dalam fermentasi tidak dapat bertahan dalam larutan alkohol yang lebih pekat. Namun, minuman beralkohol seperti gin, vodka, dan rum biasanya memiliki kandungan alkohol sekitar 40% volumenya. Distilasi adalah metode yang digunakan untuk memekatkan larutan fermentasi dan menghasilkan minuman keras. Penyulingan jus anggur yang difermentasi biasanya dilakukan di laboratorium akademis.

2. Pemurnian Air

Penjernihan air adalah suatu proses yang bertujuan untuk membersihkan air kotor yang meliputi bahan-bahan yang terlarut dan tersuspensi dan penyulingan membantu kita dalam melakukan proses tersebut. Para ilmuwan menemukan sistem pemurnian air ideal yang menghilangkan kedua jenis zat yang tidak diinginkan

dari air. Dalam proses ini digunakan membran dengan menggunakan penghalang fisik, proses kimia, proses optik, atau proses biologis. Air yang telah dibersihkan dapat digunakan untuk keperluan penyediaan air minum, pengolahan makanan, konstruksi, proses industri, kolam renang dan utilitas berbasis air lainnya (Aithal & Aithal, 2018).

Jenis filter air meliputi filter media, filter layar, filter disk, filter ambien granular, filter pasir lambat, filter pasir cepat, filter kain, dan filter biologis seperti scrubber alga. Tergantung pada kekuatan pendorong untuk penyaringan air, filter ambien granular diklasifikasikan sebagai filter gravitasi dan tekanan. Perbedaan utama antara kedua jenis filter ini adalah head yang diperlukan untuk mengalirkan air melalui lapisan sekitar, laju filtrasi, dan jenis wadah yang digunakan untuk menampung media filter (Aithal & Aithal, 2018).

3. Minuman Beralkohol

Minuman beralkohol yang disuling atau diencerkan secara tidak benar mungkin mengandung produk sampingan fermentasi, seperti metanol, dan dapat menyebabkan masalah kesehatan yang sangat serius atau bahkan mengancam nyawa jika dikonsumsi secara berlebihan. Penggunaan bahan-bahan alami seperti herba, air dan etil alkohol dalam minuman tidak boleh menimbulkan terbentuknya limbah berbahaya selama proses produksi. Namun limbah tersebut ditemukan mengandung logam berat. Limbah yang mengandung logam dengan konsentrasi tinggi, seperti Cu, Fe, Ni, Zn, Cd dan Cr dianggap berbahaya sehingga memerlukan pengolahan sebelum dibuang (AOAC, 1995).

4. Parfum

Salah satu penggunaan penyulingan paling awal adalah untuk membuat parfum, yang dimulai sekitar 3500 SM. Aroma dari berbagai tanaman dan herba terkandung dalam minyak esensial, yang dapat diekstraksi melalui penyulingan. Namun, banyak tanaman aromatik cenderung terurai pada suhu tinggi sehingga pemisahan dengan distilasi normal tidaklah praktis. Dalam hal ini, uap dialirkan melalui bahan tanaman untuk mengeluarkan minyak esensial tanpa membakar campurannya. Uap kemudian ditangkap dan dikondensasi seperti pada distilasi normal.

5.2 Rekristalisasi

5.2.1 Pengertian

Rekristalisasi padatan merupakan teknik yang berharga untuk dikuasai karena merupakan salah satu metode yang paling sering digunakan untuk pemurnian padatan. Teknik lain untuk memurnikan padatan termasuk sublimasi, ekstraksi dan kromatografi. Namun demikian, meskipun salah satu metode pemurnian alternatif ini telah digunakan, bahan padat yang diisolasi masih dapat direkristalisasi untuk mencapai tingkat kemurnian setinggi mungkin.

Kristalisasi dilakukan dengan cara larutan panas zat terlarut dibiarkan mendingin secara perlahan hingga mencapai suhu kamar, dan kristalisasi akan terjadi. Selama pendinginan dan kristalisasi, larutan harus dilindungi dari kontaminan di udara dengan menutup bukaan dengan selembar kertas saring, gelas kimia terbalik, atau dengan

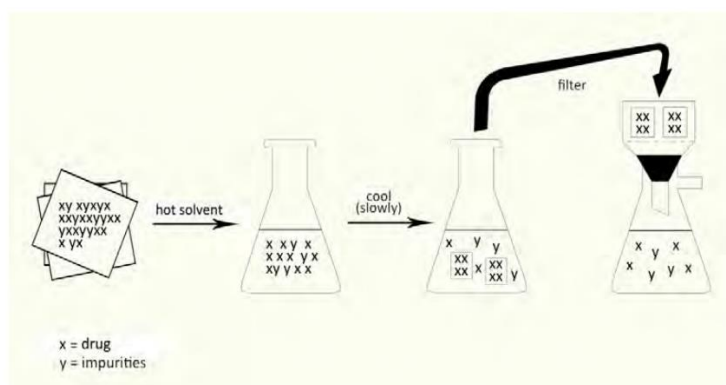
menutupnya secara longgar dengan sumbat bersih. Pendinginan cepat dengan merendam labu dalam air atau penangas air es tidak diinginkan karena kristal yang terbentuk cenderung sangat kecil, dan luas permukaannya yang besar dapat mendorong adsorpsi pengotor dari larutan. Dalam hal ini, kristal berfungsi seperti menghilangkan warna karbon. Umumnya larutan tidak boleh diganggu saat mendingin, karena hal ini juga menyebabkan produksi kristal kecil. Pembentukan kristal yang lebih besar dari 2 mm harus dihindari karena sebagian larutan mungkin tersumbat atau terperangkap di dalam kristal. Pengeringan kristal semacam itu lebih sulit, dan kotoran mungkin tertinggal di dalamnya. Jika kristal yang terlalu besar mulai terbentuk, pengadukan larutan yang singkat dan lembut biasanya akan menginduksi produksi kristal yang lebih kecil.

5.2.2 Rekristalisasi dalam pemurnian obat

Rekristalisasi merupakan metode yang sederhana dan murah untuk meningkatkan pengembangan obat ke tingkat komersial. Kemajuan signifikan dalam berbagai teknologi bentuk sediaan farmasi menjadikan rekristalisasi obat sebagai teknik ramah lingkungan karena penghematan biaya, waktu, energi, dan lebih sedikit mesin serta personel. Rekristalisasi merupakan salah satu aspek presipitasi yang diperoleh melalui variasi kondisi kelarutan dan jumlah zat terlarut yang terlarut dalam suhu yang lebih tinggi. Secara umum, produksi bentuk kristal lain dari suatu obat dan juga pemurnian merupakan dua rangkaian aplikasi utama untuk proses rekristalisasi obat. Singkatnya, dalam proses rekristalisasi obat, larutan obat jenuh panas disiapkan dengan pelarut yang cukup untuk melarutkannya pada titik didih larutan. Setelah larutan didinginkan, komponen obat yang dimurnikan atau bentuk kristal baru dari obat tersebut

terpisah sebagai akibat dari kelarutan yang lebih rendah dari bentuk kristal obat tersebut dalam pelarut masing-masing pada suhu yang lebih rendah (Javadzadeh et al., 2012).

Karena pengotor hadir dalam jumlah yang cukup kecil dari larutan obat, pengotor tidak mengkristal dalam rekristalisasi dan siap dipisahkan dari kristal obat yang terbentuk. Misalnya, dalam kasus senyawa obat alami yang diperoleh dari sumber alami yang hampir selalu mengandung pengotor, untuk mendapatkan obat murni, langkah-langkah utama yang biasa dalam proses rekristalisasi telah ditunjukkan secara skematis pada gambar 4.5. Pemurnian sampel obat dari senyawa X yang terkontaminasi oleh sejumlah kecil senyawa Y, akan dilakukan dengan pelarut panas yang tepat di mana semua senyawa Y larut pada suhu kamar dan pengotor akan tetap tidak larut dan melewati kertas saring, hanya menyisakan kristal obat murni, seperti yang telah ditunjukkan pada gambar 4.5.



Gambar 5. 5. Protokol sistematika dari rekristalisasi obat untuk pemurnian lebih lanjut (Javadzadeh et al., 2012)

Perlu disebutkan bahwa dalam teknik rekristalisasi apa pun, kehilangan obat tidak dapat dihindari dan recovery akan kurang dari 100%, mengingat bahwa bahkan pada suhu yang lebih rendah, obat target memiliki kelarutan terbatas dalam pelarut dan hilang kemudian ketika pelarut dan pengotor yang larut dihilangkan. Selain itu, pemilihan pelarut yang tepat dalam rekristalisasi tampaknya menjadi salah satu fitur penting dari proses dan dilakukan berdasarkan kasus per kasus (MirmehrabiRohani, 2005; ChenTrout, 2008). Hal ini disebabkan oleh variasi kelarutan senyawa obat yang berbeda dalam pelarut yang berbeda sehingga obat tertentu tidak hanya harus memiliki kelarutan tertinggi dalam pelarut pilihan pada titik didihnya, tetapi juga harus menunjukkan kelarutan yang sangat berkurang pada suhu yang lebih rendah dari pelarut yang sama. Meskipun rekristalisasi merupakan teknik yang sangat umum digunakan untuk memurnikan obat, teknik ini memiliki keterbatasan mendasar untuk senyawa yang sebagian besar murni dan teknik pemisahan lainnya berguna untuk campuran obat yang mengandung beberapa komponen utama yang tidak dapat dimurnikan dengan metode rekristalisasi. Sejak saat itu, sifat fisikokimia utama dari bentuk obat yang unik dapat secara serius memengaruhi bioavailabilitas, pemurnian kemampuan manufaktur, stabilitas, kelarutan, dan karakteristik lainnya. Dengan mengidentifikasi potensi kelemahan ini, kita dapat memprediksi, mengendalikan dan menghindari kerumitan apa pun yang mungkin timbul selama tahap pengembangan obat (Krishnaiah, 2010). Hal ini akan bermanfaat dalam mencegah upaya pengembangan obat dari kegagalan produk tahap akhir yang mahal selama periode pembuatan dan penyimpanan. Namun, untuk sepenuhnya mengendalikan proses kristalisasi, hubungan antara bentuk padat tertentu

dari struktur obat dan sifat fisikokimia fungsionalnya, masih menjadi tantangan untuk lebih baik ditetapkan untuk memfasilitasi produksi obat yang sesuai. Banyak literatur yang terus berkembang telah diterbitkan tentang teknik rekristalisasi dan sifat fisikokimia suatu obat.

5.2.3 Faktor-faktor yang mempengaruhi rekristalisasi

Faktor-faktor yang mempengaruhi kristalisasi pelarut suhu rendah adalah nisbah pelarut terhadap bahan yang akan dikristalkan, dan lama kristalisasi. Kristalisasi pelarut suhu rendah juga dipengaruhi oleh suhu kristalisasi. Untuk mendapatkan kondisi optimum kristalisasi dan mempertimbangkan interaksi antar faktor yang dikaji, pendekatan metodologi permukaan respon (Response Surface Methodology) merupakan pendekatan yang paling tepat (Ahmadi & Estiasih, 2011).

Ada beberapa syarat yang harus diperhatikan dalam pemilihan pelarut dalam rekristalisasi yaitu (Pinalia, 2012) :

1. Pelarut tidak bereaksi dengan zat yang dilarutkan
2. Partikel zat terlarut tidak larut pada pelarut dingin tapi larut dalam pelarut panas
3. Pelarut hanya dapat melarutkan zat yang akan dimurnikan dan tidak melarutkan zat pengotornya
4. Titik didih pelarut harus rendah agar memudahkan proses pengeringan kristal yang dibentuk
5. Titik didih pelarut harus lebih rendah dari titik leleh zat yang akan dimurnikan agar zat yang dilarutkan tidak terurai saat pemanasan langsung

DAFTAR PUSTAKA

- Ahmadi, K. G. S., & Estiasih, T. (2011). Optimasi Kondisi Kristalisasi Pada Pembuatan Fraksi Kaya Tokotrienol Dari Distilat Asam Lemak Minyak Sawit. *Agritech*, 31(3), 171–179.
- Aithal, S., & Aithal, P. S. (2018). Concept of Ideal Water Purifier System to Produce Potable Water and its Realization Opportunities using Nanotechnology. *International Journal of Applied Engineering and Management Letters*, 2(2), 8–26. <https://doi.org/10.47992/ijaeml.2581.7000.0033>
- AOAC, 1995. (1995). Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL. *Aoac*, February.
- Armarego, W. L. F. ., & Chai, C. L. L. (2009). *Purification of Laboratory Chemicals (6th ed.)*. Butterworth-Heinemann.
- Factors, C., Data, C., Transfer, M., Dynamics, P., Kinetics, R., Control, P., Economics, P., Equipment, H., Cooling, E., Drying, S., Absorption, G., Operations, L. E., Operations, G., Operations, L., Operations, S., Reduction, S., Enlargement, S., Processes, A. S., Reactors, C., ... Resources, E. (2012). *Perry 's Chemical Engineers ' Handbook*.
- Javadzadeh, Y., Hamedeyazdan, S., & Asnaashari, S. (2012). Recrystallization of Drugs: Significance on Pharmaceutical Processing. *Recrystallization*, May 2014. <https://doi.org/10.5772/33156>
- Krishnaiah, Y. S. . (2010). Pharmaceutical Technologies for Enhancing Oral Bioavailability of Poorly Soluble Drugs. *Journal of Bioequivalence & Bioavailability*, 02(02), 28–36. <https://doi.org/10.4172/jbb.1000027>

- McKetta, J. J., & Cunningham, W. A. (2021). Encyclopedia of Chemical Processing and Design. In *Encyclopedia of Chemical Processing and Design*.
<https://doi.org/10.1201/9781003209812>
- Oh, K., Kang, B. U., & Park, J. Il. (2022). Improvement of Accuracy and Precision during Simple Distillation of Ethanol-Water Mixtures. *World Journal of Chemical Education*, 10(4), 131–136.
<https://doi.org/10.12691/wjce-10-4-2>
- Pinalia, A. (2012). Penentuan Metode Rekristalisasi Yang Tepat Untuk Meningkatkan Kemurnian Kristal Amonium Perklorat (Ap). *Majalah Sains Dan Teknologi Dirgantara*, 6(2), 64–70.
http://103.16.223.15/index.php/majalah_sains_tekgan/article/view/1635
- Saha, A., & Bhattacharjee, S. (2019). Research and Review: Based on Distillation, Distillation Types and Advancements: A Short Summary. *Journal of Advances in Pharmacy Practices*, 1(1).
<https://doi.org/10.5281/zenodo.2545018>
- Zahbi, M. (2023). *The Distillation Process: An Essential Technique for Purification and Separation The distillation process*. <https://doi.org/10.35248/2471-2698.23.8.188>

BAB 6

METODE PEMISAHAN BERBASIS ADSORPSI

Oleh Nurlela

6.1 Pendahuluan

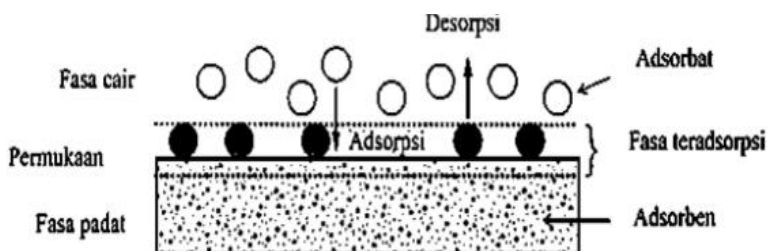
6.1.1 Definisi Adsorpsi

Adsorpsi merupakan proses pemisahan di mana komponen tertentu dari suatu fase fluida berpindah dan menempel pada permukaan zat padat yang bertindak sebagai adsorben. Proses ini terutama berlangsung di dinding pori-pori atau di lokasi spesifik dalam partikel karena adsorben umumnya memiliki struktur yang sangat berpori. Pemisahan ini terjadi karena adanya perbedaan polaritas atau berat molekul, yang menyebabkan beberapa molekul lebih kuat menempel pada permukaan adsorben dibandingkan molekul lainnya (Cdso & Batang, 2022).

Menurut (Purwitasari et al., 2022) Adsorpsi adalah proses di mana fluida, baik dalam bentuk cair atau gas, menempel pada permukaan suatu padatan atau cairan (disebut adsorben), sehingga membentuk lapisan tipis (disebut adsorbat) di permukaannya. Secara umum, adsorpsi melibatkan pengikatan zat terlarut dalam larutan oleh permukaan zat penyerap, dengan ikatan yang dapat bersifat kimia atau fisika antara zat terlarut dan penyerapnya. Metode adsorpsi merupakan salah satu teknik

paling efektif, di mana prinsip dari metode ini adalah bahwa zat tertentu diserap oleh material yang memiliki sifat sebagai penyerap (Huda et al., 2020).

Partikel atau materi yang melekat atau terakumulasi pada permukaan padatan dikenal sebagai adsorbat, sedangkan padatan tempat berlangsungnya proses penempelan disebut adsorben. Padatan ini, terutama setelah dihaluskan, memiliki luas permukaan tertentu yang ditentukan oleh tingkat kehalusannya, seperti terlihat pada gambar 6.1 berikut ini:



Gambar 6. 1. Istilah Dasar dalam Adsorpsi (Botahala, 2022)

6.1.2 Sejarah dan Perkembangan Teori Adsorpsi

Perkembangan teori adsorpsi telah melibatkan berbagai konsep dan persamaan yang digunakan untuk menggambarkan fenomena adsorpsi. Beberapa teori yang telah dikembangkan seperti berikut ini: (Dąbrowski, 2018)

1. Teori Langmuir

Teori Langmuir, yang dikembangkan oleh Irving Langmuir pada tahun 1918, mengasumsikan bahwa adsorpsi terjadi pada permukaan yang homogen dan bahwa hanya satu lapisan molekul yang dapat terbentuk pada permukaan tersebut. Persamaan Langmuir digunakan untuk menggambarkan hubungan antara konsentrasi adsorben dalam fase gas dan jumlah adsorben yang teradsorpsi pada permukaan

2. Teori BET (Brunauer-Emmett-Teller)

Teori BET, yang dikembangkan oleh Stephen Brunauer, Paul Hugh Emmett, dan Edward Teller pada tahun 1938, memperluas konsep Langmuir dengan mengasumsikan bahwa adsorpsi dapat terjadi pada beberapa lapisan molekul pada permukaan yang heterogen. Persamaan BET digunakan untuk menggambarkan hubungan antara tekanan relatif dan jumlah adsorben yang teradsorpsi pada permukaan.

3. Teori Polanyi, dan

Teori Polanyi, yang dikembangkan oleh Michael Polanyi pada tahun 1932, mengasumsikan bahwa adsorpsi terjadi pada lapisan adsorben yang tebal dan multilapisan dengan kepadatan yang berkurang dan jarak yang meningkat dari permukaan padat. Teori ini memperkenalkan konsep potensial adsorpsi dan kurva adsorpsi karakteristik.

4. Teori Dubinin-Radushkevich.

Teori Dubinin-Radushkevich, yang dikembangkan oleh Yuri Dubinin dan Lev Radushkevich pada tahun 1947, mengasumsikan bahwa lapisan

adsorben memiliki karakter multilapisan dan volume tertentu. Persamaan DR digunakan untuk menggambarkan hubungan antara tekanan relatif dan jumlah adsorben yang teradsorpsi pada permukaan.

6.2 Perinsip Dasar Adsorpsi

6.2.1 Mekanisme Adsorpsi

Mekanisme adsorpsi adalah proses melekatnya molekul, ion, atau atom suatu zat (adsorbat) pada permukaan zat lain (adsorben). Adsorpsi dapat terjadi karena adanya berbagai interaksi fisika maupun kimia antara adsorbat dengan adsorben.

Proses adsorpsi terjadi ketika molekul padat atau gas atau cair bersentuhan dengan molekul adsorbat. Proses ini menciptakan gaya kohesif atau hidrostatik serta gaya ikatan hidrogen antar molekul di seluruh material. Perubahan konsentrasi molekul pada antarmuka padat atau fluida disebabkan oleh gaya yang tidak seimbang. Molekul fluida yang teradsorpsi tetapi tidak terakumulasi atau melekat pada permukaan adsorben disebut adsorben, sedangkan molekul fluida yang terakumulasi atau melekat disebut adsorbat. Proses adsorpsi melibatkan molekul meninggalkan larutan dan menempel pada permukaan adsorben karena reaksi kimia dan fisik. Proses adsorpsi bergantung pada sifat molekul yang teradsorpsi, sifat padatan yang teradsorpsi, konsentrasi, suhu, dan lain-lain. Berikut penjelasan mekanisme dasar adsorpsi:

1. Adsorpsi Fisik (Fisisorpsi):

- Interaksi Van der Waals: Adsorpsi fisik terutama disebabkan oleh gaya Van der Waals, yang

merupakan gaya tarik-menarik antar molekul yang relatif lemah.

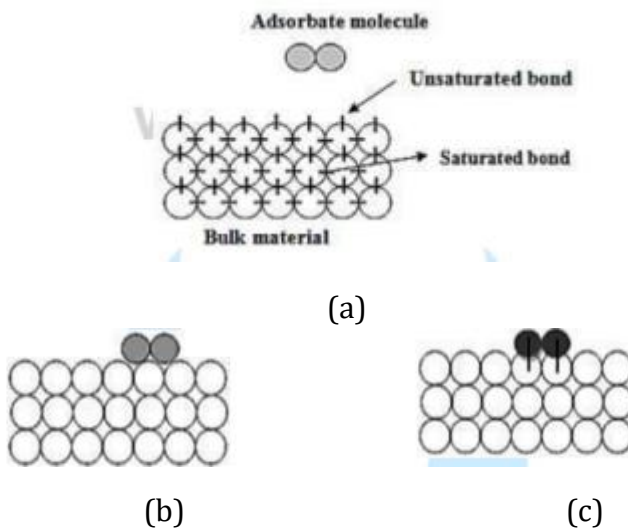
- Energi Rendah: Proses ini memerlukan energi yang rendah, sehingga adsorpsi fisik dapat berlangsung pada suhu rendah.
- Reversibel: Karena ikatan yang terbentuk lemah, adsorpsi fisik umumnya bersifat reversibel, sehingga molekul adsorbat dapat dengan mudah dilepaskan kembali ke fase gas atau cair.
- Lapisan Ganda: Dalam adsorpsi fisik, adsorbat dapat membentuk beberapa lapisan di atas permukaan adsorben.

2. Adsorpsi Kimia (Khemisorpsi) :

- Ikatan Kimia : Adsorpsi kimia melibatkan pembentukan ikatan kimia, seperti ikatan kovalen atau ionik, antara molekul adsorbat dan permukaan adsorben.
- Energi Tinggi : Proses ini membutuhkan energi yang lebih tinggi dibandingkan adsorpsi fisik dan umumnya terjadi pada suhu yang lebih tinggi.
- Tidak Reversibel : Karena ikatan yang terbentuk sangat kuat, adsorpsi kimia biasanya tidak dapat dibalik. Molekul adsorbat cenderung terikat erat pada permukaan dan sulit dilepaskan.
- Lapisan Tunggal : Hanya satu lapisan molekul adsorbat yang dapat terbentuk karena terbatasnya kapasitas ikatan kimia.

Ada dua mekanisme bagaimana molekul menempel pada permukaan adsorben, yaitu melalui adsorpsi fisik (*physisorption*) dan adsorpsi kimia (*chemisorption*). Proses adsorpsi kimia akan meningkat seiring bertambahnya luas permukaan karena molekul yang teradsorpsi terikat pada

permukaan melalui ikatan valensi. Biasanya, bahan yang diadsorpsi secara kimia membentuk satu lapisan pada permukaan, di mana setiap molekul hanya menempati satu lokasi adsorpsi tertentu pada permukaan tersebut pada Gambar 6.2. dapat dilihat mekanisme adsorpsi fisika dan adsorpsi kimia



Gambar 6. 2. Mekanisme Adsorpsi. (a) Mekanisme adsorpsi awal, (b) Adsorpsi fisika, (c) Adsorpsi Kimia

Sumber: (Botahala, 2019)

6.2.2 Isoterm Adsorpsi

Isoterm adsorpsi menggambarkan kinerja kesetimbangan adsorben pada suhu konstan. Hal ini dipengaruhi oleh jenis spesies yang teradsorpsi, adsorbat, adsorben, serta berbagai sifat fisik larutan, termasuk pH, kekuatan ionik, dan suhu. Isoterm adsorpsi umumnya terbentuk ketika terjadi kontak antara adsorbat dan

adsorben dalam waktu yang cukup, di mana konsentrasi pada antarmuka mencapai kesetimbangan dinamis dengan konsentrasi adsorbat dalam larutan curah. (Al-Ghouti & Da'ana, 2020).

Sifat-sifat adsorben, terutama kapasitas adsorpsi dan mekanisme terjadinya adsorpsi, sangat krusial dalam pengujian. Oleh karena itu, pemodelan data dari eksperimen adsorpsi menjadi metode yang sangat penting untuk memprediksi mekanisme dalam berbagai sistem adsorpsi (Fatimah et al., 2021).

Model regresi linier telah menjadi salah satu alat yang paling umum digunakan untuk menentukan model adsorpsi yang optimal, karena memungkinkan untuk mengkuantifikasi distribusi adsorbat, menganalisis sistem adsorpsi, dan memverifikasi konsistensi asumsi teoritis model isoterm adsorpsi. Berikut ini adalah beberapa penjelasan mengenai isoterm adsorpsi:

1. Isoterm Langmuir

Model Isoterm Langmuir adalah salah satu contoh isoterm dua parameter yang dikembangkan oleh Langmuir. Model ini menjelaskan fenomena adsorpsi isoterm secara kuantitatif dengan menggunakan metode kinetika. Seperti pada persamaan adsorpsi gas, Langmuir berasumsi bahwa terdapat situs aktif di permukaan adsorben yang jumlahnya sebanding dengan luas permukaan.

Model Isoterm Langmuir adalah salah satu contoh isoterm dengan dua parameter yang dikembangkan oleh Langmuir. Model ini menggunakan pendekatan kuantitatif untuk menjelaskan fenomena adsorpsi isoterm dengan metode kinetika. Seperti dalam pengembangan

persamaan adsorpsi gas, Langmuir mengasumsikan bahwa terdapat situs aktif pada permukaan adsorben yang proporsional dengan luas permukaannya. Model ini didasarkan pada beberapa asumsi, sebagai berikut:

1. Permukaan adsorben bersifat homogen, sehingga energi adsorpsi tetap konstan.
2. Setiap atom yang teradsorpsi menempati posisi tertentu pada permukaan adsorben.
3. Setiap titik pada permukaan hanya dapat menampung satu molekul atau atom.

Penurunan persamaan isoterm Langmuir untuk sistem cair-padat didasarkan pada keseimbangan antara proses adsorpsi dan desorpsi adsorbat di permukaan padatan. Persamaan model Langmuir dapat dinyatakan sebagai berikut:

$$q_c = \frac{Qb C_e}{1 + bC_e} \dots\dots\dots(1)$$

Bentuk linear dari persamaan tersebut dapat dinyatakan sebagai berikut:

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{Qb} + \frac{C_e}{Q} \dots\dots\dots(2)$$

Dimana:

q_e = massa adsorpsi per satuan berat adsorben (mg g^{-1}),

C_e = konsentrasi adsorbat pada kondisi kesetimbangan (mg L^{-1}),

Konstanta Langmuir ditandai dengan Q dan b. Nilai Q dan b dapat ditentukan melalui titik potong dan kemiringan plot dari persamaan antara C_e/q_e-1 versus C_e (Suprptiah et al., 2019).

Berdasarkan (Zhou et al., 2019a) model isoterm Langmuir menggambarkan difusi ion pada permukaan adsorben dalam bentuk lapisan tunggal, di mana ion-ion tersebut sesuai dengan situs spesifik pada permukaan. Isoterm Langmuir dapat dinyatakan sebagai berikut:

$$\frac{C_e}{Q_e} = \frac{1}{Q_{max}} B + \frac{C_e}{Q_{max}}$$

$$RL = \frac{1}{1+bC_o}$$

Dimana:

Q_e = Jumlah total P yang teradsorpsi pada pelet dan beratnya (mg/g)

C_e = konsentrasi larutan dalam keadaan setimbang (mg/L)

B = konstanta Langmuir (L/mg),

q_{max} mewakili jumlah maksimum situs pengikatan atau jumlah maksimum ion per unit adsorben.

R.L menunjukkan konstanta distribusi, yang digunakan untuk memprediksi apakah adsorpsi tersebut "baik" atau "buruk";

C_o = konsentrasi awa (mg/l)

2. Isoterm Freundlich

Model Isoterm Freundlich adalah salah satu contoh isoterm dengan dua parameter. Isoterm Freundlich digunakan untuk menggambarkan kinetika adsorpsi pada permukaan adsorben yang heterogen. Bentuk linear dari persamaan Freundlich ditunjukkan sebagai berikut: (Wang & Guo, 2020) :

$$Q_e = K_F C^{1/n} \dots\dots\dots(3)$$

Dimana:

K_F dan n = konstanta Freundlich.

Bentuk linear dari persamaan Freundlich dapat dilihat pada persamaan berikut ini:

$$\log q_e = \log K_F + \frac{1}{n} \log C \dots\dots\dots(4)$$

Nilai K_F dan n , yang masing-masing merepresentasikan kapasitas adsorpsi dan intensitas adsorpsi, dapat diperoleh dari titik potong dan kemiringan grafik plot antara $\log q_e$ dan $\log C$ (Supraptiah et al., 2019).

Berdasarkan (Zhou et al., 2019b), model isotermal Freundlich adalah persamaan yang mengasumsikan bahwa proses difusi terjadi pada tingkat ketinggian yang bervariasi. Ini dapat diilustrasikan sebagai berikut:

$$Q_e = 1 + \frac{1}{N} \log C$$

Dimana:

k = konstanta Freundlich yang bergantung pada sifat

adsorbat (P) dan adsorben (fly ash atau partikel abu).

N menunjukkan kapasitas adsorpsi dari adsorben dan intensitas adsorpsi.

6.3 Jenis-jenis Adsorben

Berbagai jenis adsorben berpori yang sering digunakan dalam proses adsorpsi di berbagai industri meliputi: karbon aktif (Imani *et al.*, 2021), zeolit (Anugrah *et al.*, 2020), dan lain-lain.

6.3.1 Karbon Aktif

Karbon aktif adalah istilah yang merujuk pada penyerap karbon yang umumnya bersifat tidak berbahaya. Pada awalnya, karbon aktif dibuat dari batubara. Namun, saat ini karbon aktif juga diproduksi dari berbagai bahan baku alternatif yang melimpah dan murah, seperti bahan pengeras kayu yang digunakan sebagai prekursor karbon aktif. Bahan baku untuk karbon aktif meliputi kayu, arang, tempurung kelapa, serbuk gergaji, serta berbagai limbah agroindustri. Untuk mengubah struktur lignin dan selulosa menjadi material berbasis karbon, bahan baku organik ini harus melalui proses karbonisasi terlebih dahulu. Karbon aktif dihasilkan dari bahan karbon yang dipanaskan pada suhu tinggi (Imani *et al.*, 2021).



Gambar 6. 3. Karbon Aktif (Angraini et al., 2022)

Karbon aktif mampu menyerap gas dan senyawa secara selektif, dengan kinerja adsorpsi yang bergantung pada volume pori serta luas permukaan. Berdasarkan jenisnya, karbon aktif dibedakan menjadi dua kategori, yaitu:

- a. Karbon aktif yang berfungsi sebagai bahan pemutih.
- b. Karbon aktif yang berfungsi sebagai penyerap uap.

Karbon aktif sebagai bahan pemutih biasanya dimanfaatkan untuk memisahkan zat pengotor dalam fase cair, umumnya hadir dalam bentuk serbuk halus dengan ukuran pori sekitar 1000 Å. Sementara itu, untuk penyerap uap, karbon aktif digunakan sebagai katalis dan untuk pemurnian gas dalam fase gas, umumnya berbentuk butiran atau pelet dengan ukuran pori antara 10-200 Å (Ganjoo et al., 2023)

Berdasarkan bentuknya, karbon aktif dapat dikategorikan menjadi tiga jenis, yaitu karbon aktif berbentuk bubuk, karbon aktif granular, dan karbon aktif berbentuk pelet (Angraini et al., 2022).

6.3.2 Zeolit

Zeolit merupakan mineral yang terdiri dari kristal aluminosilikat terhidrasi yang mengandung kation logam alkali atau alkali tanah dalam struktur tiga dimensinya. Zeolit memiliki struktur kristal alumina-silika dengan rongga atau pori-pori dan sisi aktif yang bermuatan negatif, yang lemah terikat pada kation penyeimbang muatan. Zeolit, batuan alam yang memiliki pori-pori besar dan permukaan luas, sering digunakan sebagai material pengemban. (Wildan & Mutiara, 2019).

Zeolit adalah bahan molecular sieve yang melimpah di Indonesia, memiliki harga yang terjangkau, tidak membutuhkan input energi tinggi dalam proses adsorpsinya, dan tidak menyebabkan kontaminasi pada etanol yang dihasilkan (Anugrah et al., 2020).

Zeolit merupakan mineral alumino silikat berpori mikro dengan luas permukaan yang besar. Zeolit ini sering digunakan sebagai adsorben (Rizal *et al.*, 2022). Mineral zeolit adalah salah satu sumber daya alam yang banyak diteliti karena ketersediaannya yang melimpah di Indonesia. Zeolit alam ini terdiri dari berbagai oksida seperti: SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , Fe_2O_3 , dan MgO . Beberapa komponen mineral zeolit ini terdapat dalam kristal batuan sedimen, terutama dari kelompok alumina dan silikat. Zeolit alam dapat dimanfaatkan sebagai adsorben, penukar ion, dan katalis (Siregar *et al.*, 2019), seperti pada gambar 8.4



Gambar 6. 4. Zeolit (Siregar *et al.*, 2019)

Zeolit memiliki bentuk kristal yang sangat teratur dengan rongga-rongga yang saling terhubung ke berbagai arah. Struktur berpori ini membuat zeolit memiliki luas permukaan yang cukup besar, sehingga sangat efektif digunakan sebagai adsorben (Sofith et al., 2020).

6.4 Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Adsorpsi

Secara umum, terdapat tiga faktor utama yang mempengaruhi proses adsorpsi, yaitu: (Fatimah et al., 2021)

1. Karakteristik adsorben

Pada aplikasi katalitik dan lingkungan. Adsorben harus memiliki sifat mekanik yang baik, seperti kekuatan dan ketahanan kimia yang tinggi. Selain itu, adsorben harus mampu dengan cepat memindahkan molekul penyerap ke lokasi adsorpsi. Oleh karena itu, adsorben harus memiliki volume internal yang besar agar adsorbat dapat diakomodasi dari fase larutan. Tiga faktor utama yang mempengaruhi laju adsorpsi adalah luas permukaan, distribusi ukuran pori, dan komposisi adsorben.

2. Karakteristik dari adsorbat

Derajat adsorpsi terkait dengan karakteristik spesifik adsorbat terhadap fasa larutan, seperti tegangan permukaan dan kelarutan. Tingkat adsorpsi juga dipengaruhi oleh solvofobisitas atau ionisitas komponen dalam fasa pelarut.

3. Karakteristik larutan

Proses adsorpsi dipengaruhi oleh beberapa faktor, seperti pH larutan. Suhu juga memiliki pengaruh signifikan terhadap adsorpsi, di mana laju adsorpsi biasanya meningkat seiring dengan kenaikan suhu, terutama dalam proses endotermik, yang disebabkan oleh peningkatan laju difusi molekul adsorbat dari larutan menuju adsorben. Selain itu, keberadaan persaingan antar adsorbat juga merupakan faktor penting, terutama jika adsorpsi digunakan untuk tujuan pemisahan komponen.

DAFTAR PUSTAKA

- Al-Ghouti, M. A., & Da'ana, D. A. (2020). Guidelines for the use and interpretation of adsorption isotherm models: A review. *Journal of Hazardous Materials*, 393(February), 122383. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.122383>
- Angraini, N., Agustina, T. E., Hadiah, F., & et al. (2022). Pengaruh pH dalam Pengolahan Air Limbah Laboratorium Dengan Metode Adsorpsi untuk Penurunan Kadar Logam Berat Pb, Cu, dan Cd. *Jurnal Ilmu Lingkungan*, 20(2), 345–355. <https://doi.org/10.14710/jil.20.2.345-355>
- Botahala. (2019). Perbandingan Efektivitas Daya Adsorpsi Sekam Padi Dan Cangkang Kemiri Terhadap Logam Besi (Fe) Pada Air Sumur Gali. *Pendidikan Deepublish*, April 2019, 1–5.
- Botahala, L. (2022). *Adsorpsi Arang Aktif (Kimia Pemukaan - Kimia Zat Padat - Kimia Katalis)*.
- Cdso, S., & Batang, M. (2022). *Adsorben Adsorption Of Metal Cadmium (Cd) To Cadmium Sulphate (CdSO 4) Using Banana Trees As. 06(200)*, 131–136.
- Dąbrowski, A. (2018). Adsorption - From theory to practice. *Advances in Colloid and Interface Science*, 93(1–3), 135–224. [https://doi.org/10.1016/S0001-8686\(00\)00082-8](https://doi.org/10.1016/S0001-8686(00)00082-8)
- Fatimah, I., Fadillah, G., Yahya, A., & Setiawan, A. (2021). *Adsorpsi Dalam Teknologi Pengelolaan Lingkungan.pdf*.
- Ganjoo, R., Sharma, S., Kumar, A., & Daouda, M. M. A. (2023). Activated Carbon: Fundamentals, Classification, and Properties. *Activated Carbon*, May, 1–22. <https://doi.org/10.1039/bk9781839169861-00001>

- Huda, S., Ratnani, R. D., & Kurniasari, L. (2020). Karakterisasi Karbon Aktif Dari Bambu Ori (*Bambusa Arundinacea*) Yang Di Aktivasi Menggunakan Asam Klorida (HCl). *Jurnal Inovasi Teknik Kimia*, 5(1).
<https://doi.org/10.31942/inteka.v5i1.3397>
- Imani, A., Sukwika, T., & Febrina, L. (2021). Karbon Aktif Ampas Tebu sebagai Adsorben Penurun Kadar Besi dan Mangan Limbah Air Asam Tambang. *Jurnal Teknologi*, 13(1), 33–42.
<https://dx.doi.org/10.24853/jurtek.13.1.33-42>
- Purwitasari, D. G., Tussania, R., & Fathoni, R. (2022). Adsorption Of Metal Cadmium (Cd) To Cadmium Sulphate (CdSO₄) Using Banana Trees As Adsorbent. *Jurnal Chemurgy*, 06(200), 131–136.
- Rizal, H., Abidin, Z., & Hiedayati, N. (2022). Synthesis Zeolite X/Silver and Copper Oxide Composite via Tollens Reactions and Its Application as Adsorbent. *J. Il. Tan. Lingk*, 24(2), 87–95.
- Siregar, A., Syam, A., & Mustafa, M. (2019). Design Of Adsorption Media For Natural Zeolite As An Adsorbent Automotive Engine Gas Emissions. *Journal of Mechanical Engineering Manufactures Materials and Energy*, 3(1), 64.
<https://doi.org/10.31289/jmemme.v3i1.2499>
- Sofith, C. D., Effendi, R. S., Fatimah, & et al. (2020). Performance of Activation and Impregnation of Natural Zeolite as Adsorbent. *Jurnal Teknik Kimia USU*, 09(2), 75–79.
- Supraptiah, E., Ningsih, A. S., & Hilwatulisan. (2019). Kinetika Adsorpsi Mn dengan Memanfaatkan Bottom Ash Batubara pada Larutan Artifisial KMnO₄. *Seniati, Februari*, 220–227.

- Wang, J., & Guo, X. (2020). Adsorption isotherm models: Classification, physical meaning, application and solving method. *Chemosphere*, 258, 127279.
<https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2020.127279>
- Wildan, A., & Mutiara, E. V. (2019). Uji Aktivitas Fotokatalis Tio₂ Dopan-N Kombinasi Zeolit Pada Pengolahan Limbah Farmasi. *Jurnal Inovasi Teknik Kimia*, 4(1), 1–7.
- Zhou, H., Bhattarai, R., Li, Y., Li, S., & Fan, Y. (2019a). *Sumber Daya , Konservasi & Daur Ulang Pemanfaatan pelet fly batubara dan bottom ash untuk adsorpsi fosfor : Pengelolaan dan evaluasi berkelanjutan*. 149, 372–380.
<https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2019.06.017>
- Zhou, H., Bhattarai, R., Li, Y., Li, S., & Fan, Y. (2019b). Utilization of coal fl y and bottom ash pellet for phosphorus adsorption : Sustainable management and evaluation. *Resources, Conservation & Recycling*, 149(March), 372–380.
<https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2019.06.017>

BAB 7

METODE PEMISAHAN BERBASIS PRESIPITASI

Oleh Anthoni Batahan Aritonang

7.1 Pendahuluan

Pemisahan dan pemurnian merupakan proses yang penting dalam bidang industri maupun laboratorium kimia. Proses ini bertujuan untuk memisahkan komponen tertentu dari campurannya, dengan tingkat kemurnian sesuai yang diinginkan.

Pada umumnya, teknik pemisahan secara konvensional dalam industri: ekstraksi bijih logam dari campuran garamnya, parfum dari bunga, senyawa pewarna (*dyes*) dari tumbuhan, dan unsur kalium dari residu pembakaran biomassa; (Li *et al.*, 2019) produksi garam NaCl melalui penguapan air laut (Kong *et al.*, 2022) ; pemurnian aspal batu dari sisa fraksinasi minyak bumi; dan penyulingan cairan. Selain itu, tubuh manusia terdiri dari beberapa organ, salah satunya adalah ginjal yang mengandung membran untuk memisahkan air dan limbah proses metabolisme dalam tubuh. Beberapa metode pemisahan partikel telah dikenal, yaitu filtrasi, sedimentasi, elutriasi, sentrifugasi, elektroforesis partikel, presipitasi, flotasi, dan penyaringan. Masing-masing metode tersebut memiliki kelebihan dan kekurangan, sehingga diperlukan suatu teknik yang mudah

dilakukan menggunakan peralatan sederhana dan biaya murah.

Pemisahan dan pemurnian partikel dari larutan berbasis presipitasi banyak diminati karena memiliki keunggulan, diantaranya partikel yang dihasilkan dengan kemurnian tinggi, mudah dilakukan, menggunakan peralatan sederhana, dan ekonomis (Rao *et al.*, 2017)(Zinoveev *et al.*, 2021).

Dalam bab ini, dibahas prinsip dasar metode presipitasi meliputi pemilihan pelarut, faktor-faktor yang dapat mempengaruhi proses pemisahan, termasuk aplikasinya dalam penelitian dan industri.

7.2 Presipitasi

Pengendapan (presipitasi) adalah proses pemisahan partikel dari campuran, melalui pengubahan sifat fisika atau kimia untuk mengendapkan senyawa terlarut dari suatu larutan. Misalnya, dengan cara penurunan berat jenis partikel sehingga partikel tersebut terpisah dari pelarutnya dan mengendap di dasar wadah. Metode presipitasi salah satu teknik penting dalam pemisahan dan pemurnian komponen tertentu, telah banyak diaplikasikan dalam pengolahan air, pengendalian polusi, proses industri mineral dan bijih logam (Núñez *et al.*, 2022).

7.2.1 Prinsip Metode Presipitasi

Prinsip metode presipitasi adalah pembentukan endapan sebagai akibat perubahan kondisi larutan, sehingga kelarutan komponen tertentu menjadi berkurang hingga terbentuk partikel berupa aglomerat berupa endapan. Ketika kelarutan partikel menurun maka secara perlahan

akan mengendap di dasar bejana. Proses terbentuknya endapan sebagai akibat gaya gravitasi, yang mana partikel yang memiliki massa lebih berat akan lebih mudah mengendap. Jika konsentrasi ion terlarut melebihi kapasitas larutan untuk melarutkan ion tersebut, kondisi larutan menjadi jenuh dan akhirnya memicu terbentuk endapan (Núñez *et al.*, 2022). Fenomena kesetimbangan larutan yakni hubungan konsentrasi ion terlarut dan endapan.

Proses pembentukan endapan dapat ditingkatkan dengan cara menambahkan reagent (pereaksi) yang sesuai sebagai koagulan atau flokulan.

Pembentukan endapan dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor, antara lain:

- **Jenis dan Konsentrasi Pereaksi:**
Pemilihan jenis pereaksi yang sesuai dengan karakteristik komponen yang akan dipisahkan dari campurannya (Chemistry, Group and Chemistry, 2021). Konsentrasi pereaksi yang sesuai dengan kuantitas komponen untuk mengoptimalkan pembentukan endapan
- **Pengadukan:** Pengadukan larutan bertujuan untuk menyeragamkan distribusi zat terlarut menjadi homogen dalam badan larutan, sehingga ukuran partikel endapan merata.
- **Waktu Reaksi:** Difusi komponen terlarut dalam larutan berlangsung sangat lambat, membutuhkan waktu yang cukup, agar molekul-molekul komponen terlarut dan pereaksi saling kontak menyebabkan pembentukan endapan. Oleh karenanya pertambahan waktu reaksi dapat meningkatkan proses pembentukan endapan (Aritonang *et al.*, 2021)(Armstrong, 2011).

- Derajat Keasaman (pH): Keasaman larutan akan mempengaruhi kelarutan senyawa dalam pelarutnya membentuk kation-anion dalam larutan, selanjutnya kation dan anion berinteraksi membentuk senyawa berupa endapan (Núñez *et al.*, 2022).
- Suhu: Peningkatan suhu larutan dapat meningkatkan kelarutan zat terlarut. Oleh karenanya, suhu reaksi harus diatur sesuai dengan karakteristik zat terlarut, kecuali pada reaksi mikrobiologi atau enzimatis.

7.2.2 Presipitasi Kimia

Presipitasi kimia melibatkan penambahan reagen kimia ke dalam larutan yang berfungsi sebagai pengikat untuk membentuk endapan. Metode ini banyak diterapkan untuk pemisahan ion-ion logam dari garamnya dalam larutan.

- **Penambahan Reagen:** Menambahkan reagen kimia yang mampu mengikat ion target membentuk endapan yang stabil, misalnya penambahan larutan barium klorida (BaCl_2) untuk mendapatkan barium sulfat (BaSO_4).
- **Kompleksasi:** Penambahan senyawa organik yang berfungsi sebagai ligan untuk membentuk ikatan koordinasi dengan kation logam terlarut membentuk senyawa kompleks berupa endapan.

7.2.3 Pengaturan pH

Perubahan sifat keasamaan (pH) larutan dapat mempengaruhi kelarutan komponen tertentu dalam larutan menyebabkan presipitasi, yakni:

- **Presipitasi Basa:** Menurunkan pH larutan dapat menyebabkan presipitasi senyawa yang bersifat basa.

- **Presipitasi Asam:** Menaikkan pH larutan dapat menyebabkan presipitasi senyawa yang bersifat asam. Contohnya, presipitasi kalsium karbonat (CaCO_3) dari larutan kalsium klorida dengan menambahkan karbonat.

7.2.4 Penambahan Larutan Elektrolit

Keberadaan spesi kation dan anion tertentu dalam larutan elektrolit akan meningkatkan kekuatan ionik sehingga meningkatkan kinetika presipitasi. Misalnya dengan cara menambahkan garam NaCl ke dalam larutan amonium nitrat (NH_4NO_3) akan terbentuk amonium klorida (NH_4Cl) berupa endapan putih di dasar bejana (Nanda *et al.*, 2022).

7.2.5 Pengubahan Suhu

Pengubahan suhu larutan akan menurunkan kelarutan komponen tertentu dalam larutan, menyebabkan terbentuk endapan. Misalnya suatu larutan jenuh didinginkan pada suhu tertentu akan membentuk endapan garam.

7.3 Aplikasi Metode Pemisahan dan Pemurnian Berbasis Presipitasi

Dalam beberapa industri, metode pemisahan dan pemurnian berbasis presipitasi telah banyak diaplikasikan, antara lain:

7.3.1 Pemurnian Bahan Kimia

Pada umumnya, kemurnian bahan-bahan kimia bervariasi tergantung pada kandungan pengotor yang terkandung di dalamnya. Oleh karena itu sebelum

digunakan, bahan-bahan kimia dilakukan proses pemurnian dengan metode presipitasi, diantaranya:

- **Produksi Garam:** Produksi garam dari air laut dilakukan dengan penambahan reagen melalui reaksi kesetimbangan konsentrasi ion-ion dalam larutannya.
- **Sintesis Senyawa Kimia:** Berbagai penelitian bidang sintesis senyawa tertentu pada umumnya menggunakan metode presipitasi untuk pembentukan endapan, sehingga komponen yang diinginkan terpisah dari larutannya membentuk endapan.

7.3.2 Pengolahan Air Tercemar

- **Kontaminan logam maupun non logam** terlarut dalam air tercemar, dapat dihilangkan dengan menambahkan reagen tertentu sesuai kontaminan (Rao *et al.*, 2017).
- **Kandungan Fosfat:** Dalam pengolahan air limbah, polutan anion fosfat dipisahkan dengan menambahkan senyawa aluminium sulfat untuk membentuk endapan aluminium fosfat (Rao *et al.*, 2017).
- **Kesadahan Air:** Kesadahan air dilakukan melalui penurunan kandungan kalsium dan Magnesium menggunakan senyawa yang mengandung karbonat membentuk CaCO_3 dan MgCaCO_3

7.3.3 Pemisahan dan Pemurnian Logam

- **Penghilangan logam Berat:** Teknik ini digunakan untuk menghilangkan logam berat sebagai pengotor (*impurities*) dari larutan, misalnya dengan presipitasi

tembaga sebagai tembaga sulfida (CuS) menggunakan reagen hidrogen sulfida (H_2S).

- **Pemisahan Bijih Emas:**
Pemisahan biji emas dari larutan sianida dilakukan dengan menambahkan larutan seng nitrat (ZnNO_3).
- **Perolehan Besi dari Larutannya:** Biji besi (Fe) dipisahkan dari larutannya dengan cara menambahkan larutan basa, seperti NaOH atau surfaktan (Kong *et al.*, 2022).

7.4 Peralatan dan Bahan

Salah satu keunggulan penerapan metode pemisahan dan pemurnian berbasis presipitasi adalah peralatan yang dibutuhkan sederhana, diantaranya:

- **Reaktor Pengendapan:** Proses pengendapan dilakukan sistem tertutup (*batch*) dalam suatu wadah berbahan yang sesuai dengan reagen yang digunakan.
- **Pengaduk:** Pengadukan bertujuan untuk keseragaman distribusi komponen terlarut dalam larutan sehingga bahan koagulan yang ditambahkan homogen dalam badan larutan.
- **Filter:** Padatan yang terbentuk di dasar bejana dipisahkan dari larutannya dengan cara filtrasi menggunakan filter dengan ukuran mesh yang sesuai dengan ukuran partikel endapan.

Selain peralatan, metode presipitasi membutuhkan bahan-bahan kimia yang berperan sebagai pengumpul:

- **Bahan Kimia:** Proses pembentukan endapan terjadi melibatkan gaya grafitasi. Untuk meningkatkan laju pembentukan endapan, ditambahkan bahan kimia tertentu yang dapat berperan sebagai koagulan.

Dengan penambahan koagulan maka partikel-partikel kecil dan ringan pada awalnya melayang di badan larutan, akan terkumpul membentuk flok yang lebih besar.

- Sedimentasi: Pada umumnya bahan kimia yang ditambahkan sebagai bahan pengendap adalah surfaktan. Spesi surfaktan berperan menarik partikel dalam flok-flok bergabung dan akhirnya mengendap di dasar reaktor.

7.5 Ekstraksi Fe_2O_3 Dari Limbah Industri Bauksit di Kalimantan Barat

Limbah padatan berupa lumpur berwarna merah (*red mud*) merupakan hasil samping industri tambang bauksit proses Bayer. *Redmud* bersifat sangat basa (pH 12–13) sehingga dikategorikan sebagai limbah berbahaya dan beracun (B3) (Zinoveev *et al.*, 2021). Seiring dengan pertambahan waktu, kuantitas limbah *redmud* terus bertambah, sehingga berpotensi menyebabkan penurunan kualitas ekosistem perairan.

Secara konvensional, pengolahan *red mud* dilakukan dengan mengalirkan ke kolam pengendapan terlebih dahulu dan terkumpul di dasar kolam, dan akhirnya membentuk tumpukan berupa bukit. Saat ini, tempat pembuangan sampah lumpur merah menempati area yang luas, yang menyebabkan kerusakan lingkungan dan meningkatkan risiko lingkungan. Jika *red mud* tidak dikelola dengan baik dapat menimbulkan dampak negatif terhadap lingkungan, khususnya terhadap air tanah (*ground water*).

Saat ini, pembuangan dan pemanfaatannya merupakan salah satu masalah utama bagi semua industri alumina di dunia.

Salah satu senyawa logam oksida yang terkandung dalam redmud adalah *hematite* yang dikenal senyawa Fe_2O_3 , diperkirakan berkisar 28% dari total redmud. Beberapa artikel publikasi telah dilaporkan tentang potensi Fe_2O_3 sebagai katalis dalam industri. Berbagai tinjauan mempertimbangkan perolehan Fe_2O_3 dari lumpur merah dengan metode presipitasi.

Dalam beberapa tahun terakhir, perhatian besar telah diberikan untuk mengembangkan teknik yang efektif dan efisien untuk pemisahan besi oksida (Fe_2O_3) dari redmud. Proses pelindian langsung senyawa logam oksida dari redmud oleh asam yang paling umum, seperti H_2SO_4 , HCl , HNO_3 , dan H_3PO_4 , dan campurannya, telah dipelajari secara luas. Telah menjadi jelas bahwa asam sulfat memiliki selektivitas yang cukup tinggi untuk senyawa Fe_2O_3 .

7.5.1 Ekstraksi

Ekstraksi merupakan suatu metode pemisahan suatu komponen dari campurannya dengan menggunakan suatu pelarut. Pelarut yang digunakan harus dapat mengekstrak substansi yang diinginkan tanpa melarutkan material atau kandungan lainnya. Secara garis besar proses ekstraksi terdiri dari tiga langkah yaitu penambahan sejumlah massa pelarut untuk dikontakkan dengan sampel yang biasanya melalui proses difusi, zat terlarut akan terpisah dari sampel yang kemudian membentuk fase ekstrak dan kemudian dilakukan pemisahan fase ekstrak dengan sampel (Núñez et al., 2022)(Nanda et al., 2022).

Ekstraksi cair-cair menggunakan ligan pengkelat untuk dapat melakukan pemisahan, terutama dalam pemisahan logam dan memerlukan pelarut untuk dapat membantu proses pemisahan logam. Salah satu jenis pelarut yang dapat

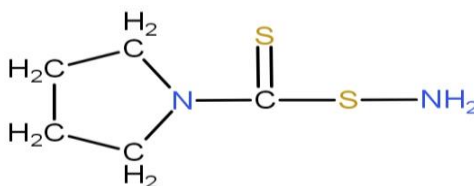
digunakan yaitu metil isobutil keton (MIBK) atau biasa disebut 4-metil-2-pentanon merupakan pelarut organik yang tidak berwarna, sedikit larut dalam air, pada umumnya larut didalam pelarut organik. Pelarut MIBK memiliki banyak manfaat yaitu digunakan pada industri cat dan thinner, pelarut tersebut juga dapat digunakan untuk proses pemisahan logam, pelapis pemeliharaan industri (Tamada, 1990).

7.5.2 Besi (III) Oksida (Fe_2O_3)

Besi merupakan unsur yang mempunyai simbol Fe dan nomor atom 26, memiliki massa atom 55,854 g/mol, konfigurasi elektron $[\text{Ar}] 3d^6 4s^2$ dan massa jenis 7,86 g/cm³. Besi juga mempunyai nilai ekonomis yang tinggi. Kelimpahan besi cukup besar di kerak bumi sekitar 5% (Zinoveev *et al.*, 2021). Besi terdapat di alam dalam bentuk senyawa, misalnya pada mineral hematite (Fe_2O_3), magnetit (Fe_3O_4), pirit (FeS_2), siderite (FeCO_3), dan limonit ($2\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$). Besi dapat dimanfaatkan sebagai bahan dalam pabrik baja, bahan peleburan besi dan juga campuran semen, dan mineral-mineral magnetik yang mengandung magnetit, hematit, dan maghemit mempunyai potensi besar dalam pengembangan industri (Kong *et al.*, 2022). (Evans, 2016)

7.5.3 Ligan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat

Ligan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC) dengan rumus kimia $(\text{CH}_2)_4\text{CHS}_2\text{NH}_4$ merupakan kristal putih yang dapat larut dalam air, seperti ditampilan pada Gambar 7.1. (Lazaridou *et al.*, 2021).



Gambar 7. 1. Struktur Ligan APDC

Dilaporkan bahwa, APDC dapat berperan sebagai ligan pengkelat logam dalam larutan. Mempunyai berat molekul 164,29 g/mol dengan rumus struktur $C_5H_{12}N_2S_2$ (Lazaridou *et al.*, 2021). Senyawa APDC baik digunakan untuk ekstraksi logam-logam dalam pelarut organik kloroform atau metil iso butil keton (MIBK). Dalam pelarut kloroform, ligan APDC digunakan sebagai pengompleks dengan sejumlah logam pada konsentrasi rendah seperti besi, kobalt, nikel, tembaga, dan timbal (Yin, Yang and Liu, 2020). Penggunaan metode ini memberikan keuntungan ekonomis, sederhana, dan terutama hemat energi. Senyawa ini, telah digunakan secara umum untuk pengolahan limbah industri yang tercemar logam berat dan digunakan dengan mengurangi efisiensi penghilangan logam menggunakan presipitasi kimia.

Senyawa Fe_2O_3 dapat diekstraksi dengan pelarut organik apabila telah dikomplekskan sebagai senyawa yang tidak bermuatan melalui pembentukan khelat. Salah satu cara untuk mendapatkan Fe_2O_3 dari campuran garamnya adalah metode ekstraksi dengan pembentukan kelat untuk mengikat kation logam membentuk kompleks yang stabil. Ekstraksi dengan pembentukan kelat memiliki keunggulan untuk memperoleh senyawa Fe_2O_3 dari campuran garamnya. Peneliti sebelumnya menggunakan amonium pyrolidine dithiocarbamate (APDC) sebagai ligan pengkelat kation Fe (III) pada kondisi pH rendah. Selain itu, senyawa APDC

dilaporkan memiliki kemampuan yang baik kemampuan sebagai ligan pengkelat kation Fe pada kondisi pH rendah.

Kation besi (Fe^{3+}) dalam larutan berinteraksi dengan ligan APDC, selanjutnya diekstraksi menggunakan pelarut organik kloroform. Dasar pemilihan APDC adalah karena mampu membentuk kompleks dengan sejumlah logam pada konsentrasi rendah pada kisaran pH rendah. Dalam larutan air, APDC akan terdisosiasi dengan melepaskan NH_4^+ . Anion dari khelat ini akan berikatan dengan ion Fe^{3+} membentuk senyawa kompleks Fe-APDC yang tidak bermuatan dengan ikatan kovalen koordinasi sehingga dapat di ekstraksi ke dalam fasa organik.

Senyawa APDC sebagai pengkelat akan mengubah perilaku migrasi logam melalui pengompleksan yang menjadikannya sebagai metode yang efisien, tetapi juga kerugian utamanya adalah tingginya biaya agen-agen ini. Selain itu, perilaku migrasi logam dalam larutan berair dapat berubah secara signifikan karena kompleksasi. Oleh karena itu, teknik pemeliharaan dan pemilihan ligan sebagai agen pengompleks untuk presipitasi logam perlu dikonfirmasi. (Turap *et al.*, no date). Berdasarkan penelitian yang dilakukan Afif, *et al.*, 2019 bahwa ekstraksi logam melalui pembentukan kelat menggunakan ligan APDC sebagai pengkelat optimum pada pH 4.

Salah satu pelarut yang baik digunakan untuk ekstraksi kation logam adalah metil isobutil keton (MIBK) yang berperan memisahkan kation Fe (III) dari fasa air membentuk kelat pada fasa organik (Sokolov, Valeev and Kasikov, 2021). Namun demikian, beberapa logam sulit dipisahkan oleh agen pengkelat APDC yang dapat bekerja optimal pada pH rendah dan konsentrasi yang sedikit. Oleh

karena itu perlu diketahui rentang pH optimum untuk mendapatkan Fe_2O_3 dengan randemen yang tinggi.

Berdasarkan uraian diatas, pada penelitian ini telah dilakukan ekstraksi Fe_2O_3 dari red mud menggunakan ligan APDC dalam pelarut MIBK. Beberapa parameter yang mempengaruhi proses ekstraksi Fe_2O_3 , yakni: pH dan Konsentrasi APDC, dibahas secara rinci.

7.6 Metode

7.6.1 Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan adalah seperangkat alat gelas, ayakan 200 mesh, pengaduk magnetic, kertas saring whatman No 41, pH meter, Spektrofotometer UV-Vis Shimadzu UV-1280, Fourier Transform Infra Red (FTIR) Shimadzu Prestige-21, X-Ray Diffraction (XRD) Shimadzu 7000 dan X-Ray Fluorescence (XRF) Shimadzu 1800.

Bahan-bahan yang digunakan berderajat kemurnian pro-analisis, red mud diambil dari bak penampungan limbah padat PT Indonesia Chemical Aluminan Tayan, Kab.Sanggau, Kalimantan Barat, akuades, HNO_3 Merck 65% HCl p.a Merck, ammonium pirolidin dithiokarbamat (Sigma 98%), $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ p.a Merck (99%), buffer CH_3COOH Merck, metil isobutil keton, NaOH p.a Merck (99%), NaCl dan APDC.

7.6.2 Preparasi Red mud

Sampel red mud yang digunakan adalah limbah padat dari PT. Indonesia Chemical Alumina Tayan, Kalimantan Barat. Red mud diambil dalam keadaan basah dari penampungan, dikeringkan dibawah sinar matahari dan dilanjutkan pengeringan dalam oven pada suhu 150°C

selama 1 hari. Sampel red mud digerus menggunakan lumpang porselen dan diayak menggunakan ayakan 150 mesh. Untuk menentukan komposisi unsur yang terkandung dalam red mud dilakukan pengukuran dengan metode XRF.

7.6.2 Ekstraksi Fe_2O_3 dari Red mud

Ekstraksi Fe_2O_3 dilakukan mengacu pada metode Sokolov et al.(2021). Sebanyak 15gram red mud dilarutkan dalam 50 mL HCl 1M dalam labu gelas. Larutan dipanaskan pada temperatur 70°C sambil diaduk menggunakan pengaduk magnetik selama 1 jam. Campuran disaring untuk memisahkan filtrat dan residu. Filtrat dikeringkan temperatur 150°C dalam oven hingga terbentuk kerak, kemudian digerus hingga berbentuk serbuk halus, dan siap dilakukan ekstraksi.

Sebanyak 2 gram red mud dilarutkan dengan 50 ml HCl 1 M, kemudian ditambahkan buffer asetat 3 tetes. Selanjutnya ditambahkan 1 gram NaCl, 10 ml APDC konsentrasi 0,5 M dan 10 ml pelarut MIBK. Larutan dipanaskan pada temperatur 100°C sambil diaduk menggunakan magnetik selama 1 jam. Kemudian larutan didiamkan hingga terbentuk endapan. Campuran didekantasi untuk memisahkan endapan. Endapan dikeringkan dalam oven pada temperatur 150°C hingga berbentuk kerak, kemudian kerak digerus hingga menjadi serbuk halus. Kemudian dikalsinasi dengan temperatur 700°C selama 2 jam. Sebelum dan sesudah perlakuan ekstraksi, sampel dikarakterisasi menggunakan metode FTIR, XRD dan XRF.

7.7 Hasil dan Pembahasan

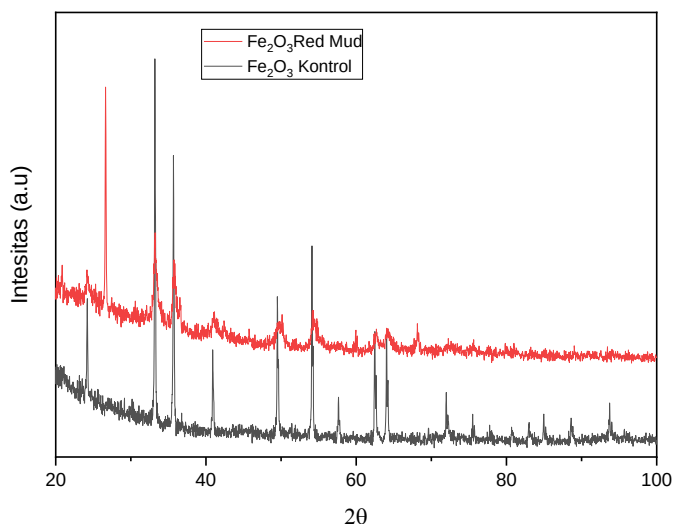
Berdasarkan karakterisasi dengan metode XRF, komposisi kimia red mud, sebelum dan sesudah ekstraksi, ditampilkan pada **Tabel 7.1**.

Pada Gambar 7.2 dapat dilihat bahwa sebelum dilakukan ekstraksi komposisi kimia dari *red mud* adalah Fe_2O_3 memiliki persen berat paling tinggi (30,448%). Setelah proses ekstraksi dengan penambahan APDC diamati perubahan komposisi kimia logam oksida, dimana komposisi logam oksida Fe_2O_3 meningkat menjadi 66,911%. Pemilihan pelarut MIBK spesifik terhadap unsur Fe sedangkan logam oksida lainnya tidak ikut terikat oleh ligan sehingga komposisinya berkurang (Wahyinto, Aritonang and Zaharah, 2022).

Tabel 7. 1. Komposisi red mud sebelum dan sesudah ekstraksi

Senyawa oksida	Sebelum ekstraksi (% berat)	Setelah ekstraksi (% berat)
Fe_2O_3	30,448%	66,911%
Al_2O_3	30,168%	10,381%
SiO_2	30,748%	7,867%
TiO_2	1,747%	7,861%
CaO	1,728%	1,728%
MgO	1,558%	1,558%
AgO	0,667%	0,707%

Difraktogram hasil karakterisasi XRD hasil ekstraksi Fe_2O_3 redmud dan Fe_2O_3 standar (kontrol) ditampilkan pada Gambar 7.2.



Gambar 7. 2. Difraktogram XRD

Data difraktogram XRD dianalisa struktur fasa kristal menggunakan database JCPDS (*Joint Committee for Powder Diffraction Standard*) No-01-073-2234.

Berdasarkan hasil analisis difraktogram Fe₂O₃ hasil ekstraksi diketahui memiliki fase hematit (Fe₂O₃) diikuti oleh fase minor SiO₂. Jika profil puncak difraksi dibandingkan antara hasil XRD pada sampel Fe₂O₃ *red mud* dengan Fe₂O₃ standar yang didefinisikan oleh proses pemisahan hematit, menunjukkan bahwa puncak difraksi masih tajam.

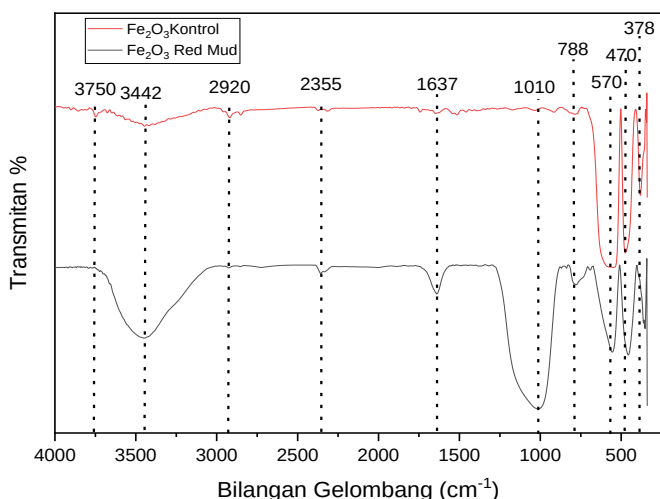
Hasil pengukuran ukuran kristal hematit hasil ekstraksi dan hematit standar yaitu ukuran kristal yang didapatkan kurang dari 100 nm. Ukuran kristal hematit hasil ekstraksi yaitu 27,08 nm sedangkan ukuran kristal hematit standar yaitu 31,96 nm. Ukuran kristal berpengaruh pada nilai FWHM (*Full Width at Half Maximum*), berdasarkan

persamaan *Debye-Scherrer* menunjukkan bahwa nilai ukuran kristal yang dihasilkan berbanding terbalik dengan nilai FWHM, sedangkan nilai FWHM dipengaruhi oleh intensitas masing-masing bidang kristal, dimana semakin tinggi intensitasnya, maka nilai FWHM semakin kecil. Semakin besar ukuran kristal dari suatu material, maka perubahan dari fase amorf ke fase hematit terjadi semakin baik.

Fe_2O_3 standar menunjukkan hasil analisis XRD terdapat 16 puncak Fe_2O_3 tanpa adanya pengotor. Nilai FWHM Fe_2O_3 standar lebih seragam dibandingkan dengan Fe_2O_3 hasil ekstraksi. Hasil ini terkonfirmasi dari analisis XRD, pasir besi standar memiliki fasa hematit murni tanpa adanya fasa *quartz* (SiO_2) dan impuritas yang lain dengan nilai difraksi (peak) tertinggi pada $2\theta = 35,65$, $\text{FWHM} = 0,3070$. Nilai FWHM (*Full Width at Half Maximum*) Fe_2O_3 *red mud* yang kurang seragam dibuktikan dengan difraksi (peak) yang tajam dan hanya 3 puncak, diduga karena terjadinya proses aglomerasi kandungan Fe_2O_3 pada *red mud* ketika proses ekstraksi dilanjutkan kalsinasi. Aglomerasi tersebut diduga terjadi karena kecepatan difusi HCl yang relatif lambat sehingga menyebabkan kemungkinan kristal untuk menggumpal dan terjadi penataan ulang yang menyebabkan pori semakin kecil (Aritonang *et al.*, 2021).

Pori-pori mengalami penyusutan secara bertahap, sehingga partikel-partikel Fe_2O_3 mengalami penggumpalan (aglomerasi). Pertambahan volume HCl, maka semakin banyak pula HCl yang terjebak pada permukaan partikel, dan pada saat proses kalsinasi HCl akan terdekomposisi yang menyebabkan terbentuknya pori pada kristal.

Untuk mengkonfirmasi gugus fungsional yang terdapat dalam sampel, maka dilakukan karakterisasi FTIR. Hasil karakterisasi metode FTIR ditampilkan pada gambar berikut.



Gambar 7. 3. Spektrum FTIR Fe₂O₃ ekstraksi dan Fe₂O₃ Standar

Pada Gambar 7.3 dapat dilihat bahwa spektrum inframerah (FTIR) dari Fe₂O₃ *red mud* memperlihatkan puncak serapan pada bilangan gelombang 378,47-788,72 cm⁻¹ sebagai vibrasi dari Fe-O. Diamati puncak serapan pada bilangan gelombang 3442,72 cm⁻¹ merupakan vibrasi ulur O-H dari Fe-OH dan Si-OH.

Munculnya vibrasi gugus O-H dari Si-OH mengindikasikan bahwa pada Fe₂O₃ *red mud* hasil ekstraksi ini terdapat silika. Adanya silika pada material Fe₂O₃ hasil ekstraksi *red mud* juga didukung dengan munculnya peak pada bilangan gelombang pada puncak 1014 cm⁻¹ yang merupakan serapan karakteristik untuk vibrasi Si-O (ulur

asimetri) dari gugus Si-O-Si (siloksan). Hasil FTIR Fe_2O_3 hasil ekstraksi red mud ini berkorelasi dengan analisis XRD yang terdapat peak SiO_2 .

7.8 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Logam oksida Fe_2O_3 dapat diekstraksi dari redmud menggunakan pelarut MIBK.
2. Senyawa APDC baik digunakan sebagai ligan pengkelat untuk mengikat senyawa Fe_2O_3 dari campuran red mud dalam MIBK.

DAFTAR PUTAKA

- Aritonang, A. B. *et al.* (2021) 'Fe-doped TiO₂/Kaolinite as an antibacterial photocatalyst under visible light irradiation', *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*, 16(2), pp. 293–301. doi: 10.9767/bcrec.16.2.10325.293-301.
- Armstrong, G. (2011) 'Separation and solvation', *Nature Chemistry*, 3(12), pp. 906–907. doi: 10.1038/nchem.1217.
- Chemistry, Macromolecular, Group, S. S. and Chemistry, Marcomolecular (2021) 'Analytical Separation Methods'.
- Evans, K. (2016) 'The History, Challenges, and New Developments in the Management and Use of Bauxite Residue', *Journal of Sustainable Metallurgy*, 2(4), pp. 316–331. doi: 10.1007/s40831-016-0060-x.
- Kong, H. *et al.* (2022) 'Iron Recovery Technology of Red Mud—A Review', *Energies*, 15(10). doi: 10.3390/en15103830.
- Lazaridou, E. *et al.* (2021) 'A Novel Glass Fiber Coated with Sol-Gel Poly-Diphenylsiloxane Sorbent for the On-Line Determination of Toxic Metals Using Flow Injection Column Preconcentration Platform Coupled with Flame Atomic Absorption Spectrometry', *Molecules*, 26(1). doi: 10.3390/MOLECULES26010009.
- Li, P. *et al.* (2019) 'Recover Iron from Bauxite Residue (Red Mud)', *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 252(4). doi: 10.1088/1755-1315/252/4/042037.

- Nanda, B. *et al.* (2022) 'Hydrometallurgical recovery of α -Fe₂O₃ from red mud and photo-Fenton degradation of organic dye using CuO promoted α -Fe₂O₃', *Indian Chemical Engineer*, 64(1), pp. 68–79. doi: 10.1080/00194506.2020.1821793.
- Núñez, D. *et al.* (2022) 'Separation and purification techniques for the recovery of added-value biocompounds from waste activated sludge. A review', *Resources, Conservation and Recycling*, 182(March 2022). doi: 10.1016/j.resconrec.2022.106327.
- Rao, M. N. *et al.* (2017) *Chapter 5 – Hazardous Waste, Solid and Hazardous Waste Management*. doi: 10.1016/B978-0-12-809734-2.00005-5.
- Sokolov, A., Valeev, D. and Kasikov, A. (2021) 'Solvent Extraction of Iron(III) from Al Chloride Solution of Bauxite HCl Leaching by Mixture of Aliphatic Alcohol and Ketone', *Metals*, 11(2), pp. 1–16. doi: 10.3390/met11020321.
- Wahyinto, I. R., Aritonang, A. B. and Zaharah, T. A. (2022) 'Extraction and Characterization of Fe₂O₃ from Red Mud PT. Indonesia Chemical Alumina West Kalimantan', *Berkala Sainstek*, 10(3), p. 155. doi: 10.19184/bst.v10i3.30252.
- Yin, Y., Yang, Q. and Liu, G. (2020) 'Ammonium pyrrolidine dithiocarbamate-modified CdTe/CdS quantum dots as a turn-on fluorescent sensor for detection of trace cadmium ions', *Sensors (Switzerland)*, 20(1). doi: 10.3390/s20010312.

Zinoveev, D. *et al.* (2021) 'Extraction of valuable elements from red mud with Zinoveev, Dmitry et al. 2021. "Extraction of Valuable Elements from Red Mud with a Focus on Using Liquid Media—a Review." *Recycling* 6(2).h a focus on using liquid media—a review', *Recycling*, 6(2).

BAB 8

TEKNIK PEMISAHAN BERBASIS MEMBRAN

Oleh Husnah

8.1 Teknologi Membran

Proses pemisahan merupakan salah satu aspek penting dalam industri, bertujuan untuk menghasilkan produk yang lebih murni, memekatkan larutan, atau memperoleh komponen-komponen tertentu dari campuran. Umumnya, proses pemisahan membutuhkan energi cukup besar dalam operasinya. Energi tersebut berperan sebagai driving force yang memungkinkan terjadinya pemisahan secara efektif. Salah satu proses pemisahan adalah filtrasi.

Filtrasi adalah proses pemisahan antara padatan dan cairan melalui sebuah medium di mana cairan dapat melewati medium tersebut, sementara padatan tertahan. Proses ini dapat dikategorikan berdasarkan driving force yang digunakan serta jenis medium yang digunakan untuk memisahkan komponen. Salah satu medium yang semakin populer adalah membran, yang mulai dilirik oleh para ahli karena kemampuannya dalam memberikan hasil pemisahan yang memuaskan. Teknologi membran telah menjadi pilihan utama dalam berbagai aplikasi karena efisiensinya yang tinggi dan hasil yang konsisten. Selain itu, Keunggulan utama dari teknologi membran adalah kemampuannya untuk

melakukan pemisahan tanpa mengubah fase komponen yang dipisahkan (Aan Sefentry, Rully Masriatini, 2020)

Membran secara umum didefinisikan sebagai media berpori berbentuk lapisan tipis yang memiliki sifat semipermeabel. Sifat ini memungkinkan membran untuk menahan dan melewatkan spesies-spesies tertentu, sehingga berfungsi sebagai penghalang selektif dalam berbagai proses pemisahan (Muthia, 2017)



Gambar 8. 1. Contoh Rangkaian Membran (Suhendar, n.d.)

Membran berfungsi sebagai filter yang sangat spesifik, di mana hanya molekul-molekul dengan ukuran tertentu yang bisa melewati membran, sementara yang lainnya tertahan di permukaan. Teknologi membran menawarkan sejumlah keunggulan, termasuk kemudahan dalam pengoperasian, efisiensi tinggi, konsumsi energi yang rendah, serta biaya relatif lebih murah dibandingkan dengan

teknologi lainnya (Lusiana et al., 2020). Oleh karena itu, teknologi membran sering dianggap sebagai teknologi ramah lingkungan (*clean technology*) karena dapat beroperasi secara kontinu dan membutuhkan sedikit energi (Mulder, 1996).

8.2 Definisi Pemisahan Membran

Pemisahan Membran yaitu suatu teknik pemisahan campuran 2 (dua) atau lebih komponen tanpa menggunakan panas. Komponen-komponen akan terpisah berdasarkan ukuran dan bentuknya, dengan bantuan gaya dorong dan selaput *semi-permeable*. Hasil pemisahan berupa *retentate* (bagian dari campuran yang tidak melewati membran) dan *permeate* (bagian dari campuran yang melewati membran).

Gaya dorong pada pemisahan menggunakan membran menurut (Mulder, 1996) dibagi menjadi empat jenis. Berikut adalah beberapa aplikasi pemisahan dengan membran berdasarkan gaya dorong dan kinerja instalasinya:

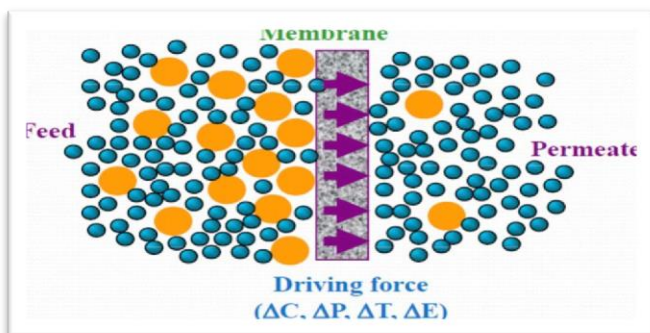
1. ***Gaya Tekanan (Pressure-Driven Processes)***: Contoh aplikasi pemisahan membran yang menggunakan gaya tekanan adalah reverse osmosis (RO), nanofiltrasi (NF), ultrafiltrasi (UF), dan mikrofiltrasi (MF). Proses ini memanfaatkan perbedaan tekanan untuk memisahkan komponen-komponen dalam larutan.
2. ***Gaya Konsentrasi (Concentration-Driven Processes)***: Proses seperti dialisis menggunakan perbedaan konsentrasi sebagai gaya dorong. Dalam aplikasi ini, membran memisahkan molekul berdasarkan gradien konsentrasi di antara dua sisi membran.
3. ***Gaya Listrik (Electric Field-Driven Processes)***: Elektrodialisis adalah contoh aplikasi pemisahan

membran yang memanfaatkan medan listrik sebagai gaya dorong. Proses ini digunakan untuk memisahkan ion dari larutan dengan memanfaatkan muatan listrik.

4. **Gaya Temperatur (*Temperature-Driven Processes*):** Proses seperti pervaporation menggunakan perbedaan suhu sebagai gaya dorong. Membran dalam aplikasi ini memungkinkan uap dari komponen tertentu melewati membran, sedangkan komponen lain ditahan.

Ilmu membran adalah bidang yang berkaitan dengan pengembangan material yang digunakan dalam desain membran serta kinerja prosesnya. Bidang ini mencakup studi tentang struktur, sifat, dan aplikasi membran dalam berbagai teknologi pemisahan dan pemurnian (Lestari, 2020).

Membran dalam suatu proses bertindak sebagai filter pemisah selektif. Ini berarti bahwa membran memungkinkan beberapa zat tertentu untuk melewati lapisannya, sementara zat lainnya ditahan atau dipertahankan di permukaan membran (Ian Kurniawan, Pra Dian Mariadi, 2016). Mekanisme pemisahan membran dapat dilihat pada Gambar 8.2.



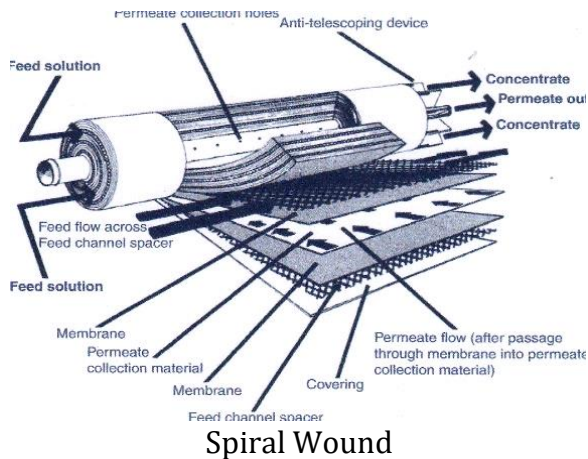
Gambar 8. 2. Mekanisme Pemisahan Menggunakan Membran (Wenten, 2016)

8.2.1 Konfigurasi Membran

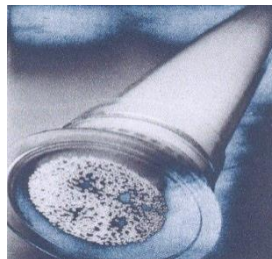
Konfigurasi dan ukuran membran dapat dibentuk sesuai dengan keperluan pada pemakaian. Beberapa konfigurasi membran :

1. lembaran datar (*plate and frame*)
2. pipa (*tubular*)
3. gulungan (*spiral wound*)
4. serat berongga (*hollow fiber*)

Gambar 8.3 di bawah ini memperlihatkan beberapa konfigurasi membran :



Hollow fibre



Single fibre

**Gambar 8. 3. Konfigurasi Membran
(Richardson, 2002)**

8.2.2 Jenis-Jenis Membran

Membran yang telah dikembangkan sekarang ini pada dasarnya memiliki banyak spesifikasi, baik dari ukuran pori, eksistensinya, morfologi dan banyak lainnya. Karena itu beberapa pembagian membran sesuai spesifikasinya antara lain : Berdasarkan ukuran partikel yang dapat dihilangkan dan fungsinya membran dibagi menjadi :

1. Mikrofiltrasi

Mikrofiltrasi adalah suatu metode pemisahan partikel dengan ukuran mikron atau semimikron, di mana membran yang digunakan memiliki ukuran pori antara 0,1 hingga 1,0 mikron. Proses ini biasanya digunakan untuk menghilangkan partikel dari air yang memiliki ukuran antara 0,04 hingga 100 mikron, dengan syarat bahwa kandungan total padatan terlarut tidak melebihi 100 ppm.

Mikrofiltrasi umumnya menggunakan bentuk cartridge, yang berfungsi sebagai alat filtrasi mutlak, di mana partikel padat akan tertahan oleh membran tersebut. Cartridge ini biasanya berbentuk silinder dan dapat ditempatkan dalam wadah khusus yang disebut housing. Cartridge yang digunakan dapat terbuat dari berbagai bahan, seperti katun, wol, rayon, selulosa, fiberglass, polipropilena, akrilik, nilon, asbes, ester-ester selulosa, dan polimer hidrokarbon terfluorinasi.

Keuntungan utama dari mikrofiltrasi adalah kemampuannya untuk menghilangkan semua partikel dan mikroorganisme yang lebih besar dari ukuran pori membran, serta kebutuhan perawatan yang minimal. Namun, metode ini memiliki beberapa keterbatasan, termasuk ketidakmampuannya untuk menghilangkan

senyawa anorganik terlarut, senyawa kimia, pirogen, dan koloid. Selain itu, mikrofiltrasi tidak dapat diregenerasi, yang berarti membran tidak dapat digunakan kembali setelah jenuh atau tersumbat.

2. Ultrafiltrasi

Ultrafiltrasi adalah teknik pemisahan yang memanfaatkan membran untuk menghilangkan zat terlarut dengan bobot molekul tinggi, koloid, mikroba, dan padatan tersuspensi dari air atau larutan lainnya. Dalam proses ini, membran semipermeabel digunakan untuk memisahkan makromolekul dari larutan, sehingga hanya molekul-molekul yang lebih kecil yang dapat melewati membran, sedangkan molekul yang lebih besar tertahan.

Proses ultrafiltrasi sering digunakan dalam industri dan penelitian, terutama untuk penjernihan air, karena mampu mengolah air pekat yang mengandung makromolekul dengan berat molekul sekitar 10^3 - 10^6 Dalton (1 Dalton = 0,000714 gram). Membran yang digunakan dalam ultrafiltrasi biasanya memiliki ukuran pori antara 0,001 mikron hingga 0,01 mikron, yang memungkinkan penyaringan molekul berdasarkan ukuran.

Membran ultrafiltrasi berfungsi sebagai saringan molekul, di mana molekul yang lebih kecil, seperti pelarut dan kontaminan terionisasi, dapat melewati membran sebagai filtrat, sementara makromolekul seperti koloid, mikroorganisme, dan pirogen tertahan oleh membran. Salah satu keuntungan utama dari ultrafiltrasi adalah kemampuannya untuk secara efektif menghilangkan sebagian besar partikel, pirogen, mikroorganisme, dan koloid dengan ukuran tertentu,

sekaligus menghasilkan air berkualitas tinggi dengan konsumsi energi yang relatif rendah.

3. Nanofiltrasi

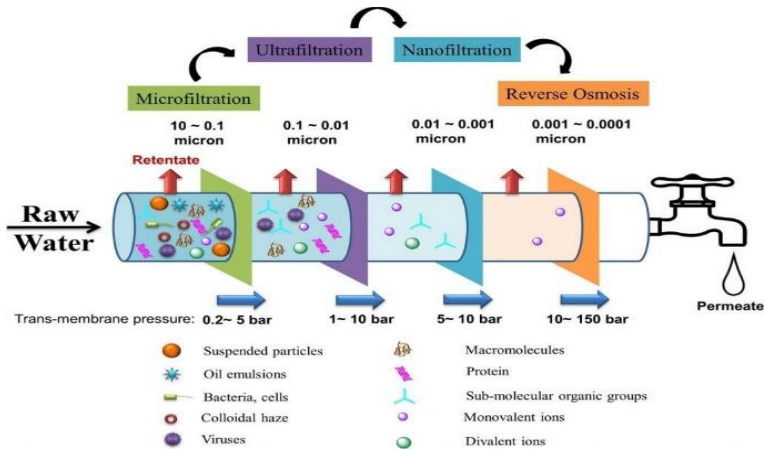
Nanofiltrasi adalah teknik pemisahan yang digunakan ketika proses ultrafiltrasi dan mikrofiltrasi tidak cukup efektif untuk mengolah air. Teknologi ini memungkinkan pemisahan yang lebih efisien dan ekonomis, meskipun belum mampu sepenuhnya mengolah mineral terlarut, menghilangkan warna, atau menangani salinitas air. Oleh karena itu, air hasil olahan (permeate) mungkin masih mengandung ion monovalen dan pencemar dengan berat molekul rendah seperti alkohol.

Membran yang digunakan dalam proses nanofiltrasi biasanya memiliki ukuran pori antara 0,0001 hingga 0,001 mikron. Nanofiltrasi efektif dalam merejeksi kesadahan, menghilangkan bakteri dan virus, serta menghilangkan warna yang disebabkan oleh senyawa organik tanpa menghasilkan produk samping berbahaya seperti hidrokarbon terklorinasi.

Proses nanofiltrasi sangat cocok untuk air dengan kadar total padatan terlarut yang rendah, yang membutuhkan penghilangan senyawa organik dan pelunakan. Meskipun formulasi dasarnya mirip dengan reverse osmosis, mekanisme operasional nanofiltrasi lebih mirip dengan ultrafiltrasi, sehingga nanofiltrasi dapat dianggap sebagai kombinasi dari kedua teknologi tersebut, menawarkan keunggulan keduanya dalam satu proses.

4. Reverse Osmosis

Reverse osmosis adalah proses pemisahan menggunakan membran semipermeabel yang memanfaatkan tekanan tinggi. Proses ini dirancang untuk menyaring partikel dan senyawa dengan molekul terkecil yang tidak dapat diolah oleh mikrofiltrasi, ultrafiltrasi, dan nanofiltrasi. Reverse osmosis berfungsi dengan membalik proses alami osmosis, di mana air dari larutan dengan konsentrasi rendah ditekan untuk berpindah ke larutan dengan konsentrasi tinggi melalui membran semipermeabel. Membran ini melewatkan air dan molekul kecil lainnya sambil menahan molekul besar, senyawa organik, dan logam berat.



Gambar 8. 4. Membran berdasarkan Fungsinya
(<https://nordicmembrane.com/membrane-technology>)

Keunggulan reverse osmosis adalah kemampuannya untuk menghasilkan air dengan kualitas tinggi, yang telah melalui proses penyaringan. Ini digunakan dalam berbagai aplikasi, termasuk penyediaan air minum bersih, desalinasi air laut, dan pengolahan air limbah, dengan hasil yang hemat

energi dan efektif. Reverse osmosis, juga disebut hiperfiltrasi, untuk desalinasi air laut diprakarsai oleh Kantor Air Saline untuk memenuhi kebutuhan air di masa mendatang. Karena ukuran pori yang besar, membran mikroporous tidak cocok untuk desalinasi (Sing, Hoffman, Judd, 2006).

➤ Berdasarkan eksistensinya membran dibagi menjadi :

1. Membran alamiah

Membran alamiah adalah membran yang secara alami terdapat di dalam sel-sel makhluk hidup. Membran ini berfungsi sebagai penghalang selektif yang mengatur perpindahan zat-zat antara bagian dalam sel dan lingkungan sekitarnya. Membran alamiah tersusun terutama dari lapisan lipid bilayer dan protein, yang memungkinkan membran tersebut bersifat semipermeabel—hanya mengizinkan molekul tertentu untuk melewati sambil mencegah molekul lainnya. Fungsi penting dari membran alamiah meliputi pengendalian masuk-keluar nutrisi dan limbah, menjaga keseimbangan ion, serta mendukung berbagai proses biokimia yang esensial bagi kelangsungan hidup sel.

2. Membran sintetik (buatan)

Membran sintetik adalah membran yang dibuat oleh manusia untuk memenuhi kebutuhan tertentu, biasanya dalam bidang industri, teknologi, dan penelitian. Membran ini dirancang dengan karakteristik tertentu seperti ukuran pori, komposisi material, dan selektivitas, yang memungkinkan mereka digunakan dalam berbagai aplikasi. Aplikasinya meliputi pemisahan gas, pemurnian air, pemisahan komponen

dalam proses kimia, serta dalam bidang medis seperti dialisis dan pengobatan penyakit tertentu. Membran sintetik dapat terbuat dari berbagai bahan seperti polimer, keramik, atau logam, dan sering digunakan karena keunggulannya dalam hal kestabilan, durabilitas, dan kemampuan untuk disesuaikan dengan kebutuhan spesifik.

Membran yang dibuat dari polimer lebih banyak digunakan dalam aplikasi industri karena performanya yang tinggi dan kemudahan dalam desainnya. Menurut Osada & Nakagawa (1992) serta Pinnau & Freeman (1999), polimer memiliki fleksibilitas struktural yang memungkinkan mereka disesuaikan untuk berbagai aplikasi pemisahan, seperti dalam pengolahan air, pemisahan gas, dan industri makanan. Sifat-sifat polimer seperti kestabilan kimia, kemampuan untuk dibentuk menjadi berbagai struktur membran, dan biaya produksi yang relatif rendah menjadikannya pilihan utama dalam teknologi membran.

➤ Berdasarkan morfologinya membran dibagi menjadi :

1. Membran simetrik

Membran simetrik adalah jenis membran di mana ukuran dan kerapatan pori-porinya seragam atau homogen di seluruh bagian membran. Membran ini memiliki lapisan kulit (skin) dengan ketebalan berkisar antara 10 hingga 200 μm . Namun, membran simetrik jarang digunakan dalam industri karena cenderung lebih rentan terhadap fouling, yaitu penyumbatan pori-pori oleh komponen yang ingin dipisahkan. Fouling dapat mengurangi kinerja membran, menghambat aliran bahan, dan

mempersulit proses pemisahan, sehingga membran ini kurang ideal untuk aplikasi yang memerlukan efisiensi tinggi dan durabilitas.

2. Membran asimetrik

Membran asimetrik adalah jenis membran yang terdiri dari dua bagian utama: lapisan kulit (skin layer) yang sangat tipis dengan ketebalan antara 0,2 hingga 0,5 μm dan lapisan pendukung yang lebih tebal dengan ketebalan 50 hingga 150 μm . Pada membran asimetrik, ukuran dan kerapatan pori tidak seragam atau homogen. Lapisan kulit memiliki pori-pori yang lebih kecil, sementara lapisan pendukung memiliki pori-pori yang lebih besar. Struktur ini memungkinkan membran asimetrik memiliki keunggulan dalam efisiensi pemisahan, karena lapisan kulit yang tipis dan padat dapat menahan molekul atau partikel yang lebih besar, sementara lapisan pendukung memberikan dukungan mekanis dan memastikan aliran bahan yang optimal. Membran asimetrik sering digunakan dalam aplikasi industri karena kombinasi efisiensi pemisahan dan durabilitasnya.

- Berdasarkan jenis pemisahan dan strukturnya, membran dapat dibagi menjadi:

1. Porous membran

Pemisahan menggunakan membran didasarkan pada ukuran partikel dari zat-zat yang akan dipisahkan. Dalam proses ini, hanya partikel dengan ukuran tertentu yang dapat melewati membran,

sementara partikel yang lebih besar akan tertahan. Berdasarkan klasifikasi dari IUPAC, pori-pori pada membran dapat dikelompokkan menjadi tiga kategori utama:

- *Macropores* ($>50\text{ nm}$): Pori-pori dengan ukuran lebih besar dari 50 nanometer.
- *Mesopores* ($2\text{-}50\text{ nm}$): Pori-pori dengan ukuran antara 2 hingga 50 nanometer.
- *Micropores* ($<2\text{ nm}$): Pori-pori dengan ukuran kurang dari 2 nanometer.

Porous membrane digunakan dalam aplikasi seperti *microfiltration* dan *ultrafiltration*, di mana proses pemisahan didasarkan pada ukuran pori dari membran tersebut. *Microfiltration* biasanya menggunakan membran dengan pori-pori yang lebih besar, sedangkan *ultrafiltration* menggunakan membran dengan pori-pori yang lebih kecil untuk memisahkan partikel yang lebih halus.

2. Non-porous membran

Membran non-porous atau membran tak berpori berbeda dengan membran porous karena tidak memiliki pori-pori yang memungkinkan partikel melewati membran berdasarkan ukurannya. Sebaliknya, pada membran non-porous, pemisahan molekul terjadi melalui mekanisme difusi. Proses ini melibatkan dua tahapan utama:

1. ***Solubilisasi (Pelarutan)***: Molekul yang akan dipisahkan pertama kali larut dalam material membran itu sendiri.

2. **Difusi:** Setelah larut, molekul tersebut kemudian berdifusi melalui membran dari satu sisi ke sisi lainnya, mengikuti gradien konsentrasi atau tekanan.

Karena proses ini bergantung pada kemampuan molekul untuk larut dan berdifusi melalui membran, membran non-porous dapat digunakan untuk memisahkan molekul dengan ukuran yang sama, baik dalam bentuk gas maupun cairan. Teknologi ini sering digunakan dalam aplikasi pemisahan gas, desalinisasi air melalui reverse osmosis, dan pemurnian bahan kimia.

3. Carrier membran

Pada **carriers membrane**, perpindahan molekul atau ion melalui membran terjadi dengan bantuan molekul pembawa (carrier molecule). Molekul pembawa ini berperan penting dalam proses pemisahan karena mereka memiliki afinitas yang spesifik terhadap komponen tertentu yang ingin dipisahkan.

Prosesnya melibatkan beberapa tahapan:

1. **Pengikatan:** Carrier molecule yang berada di permukaan membran akan mengikat komponen spesifik (molekul atau ion) dari campuran di satu sisi membran.
2. **Transportasi:** Setelah pengikatan, carrier molecule akan bergerak melintasi membran, membawa komponen yang terikat bersamanya ke sisi lain membran.

3. **Pelepasan** : Setelah sampai di sisi lain membran, carrier molecule melepaskan komponen yang diangkut, sehingga komponen tersebut dapat keluar ke medium lain atau ke dalam fase terpisah.
4. **Regenerasi Carrier Molecule** : Setelah melepaskan komponen, carrier molecule kembali ke sisi awal membran untuk mengulang proses.

Keunggulan carriers membrane adalah kemampuannya untuk mencapai **selektivitas yang sangat tinggi** dalam pemisahan, karena carrier molecule dapat dirancang untuk memiliki afinitas hanya terhadap komponen tertentu, mengabaikan yang lainnya. Ini membuat carriers membrane sangat berguna dalam aplikasi di mana pemisahan yang presisi dan efisien sangat diperlukan, seperti dalam pemurnian bahan kimia, pengolahan air, dan proses bioteknologi.

➤ Berdasarkan kerapatan pori membran dibagi menjadi :

1. Membran berpori rapat (dense membran)

Membran berpori rapat adalah jenis membran yang memiliki pori-pori dengan ukuran sangat kecil, umumnya lebih kecil dari $0,001 \mu\text{m}$ (1 nm), dan memiliki kerapatan pori yang rendah. Karena ukurannya yang sangat kecil, membran ini mampu menyaring dan memisahkan molekul-molekul yang berukuran kecil dan memiliki berat molekul rendah dari campurannya.

Aplikasi utama dari membran berpori rapat:

- a. **Pemisahan Gas:** Membran ini dapat digunakan untuk memisahkan campuran gas berdasarkan ukuran molekulnya, seperti dalam proses pemurnian gas atau pengayaan oksigen.
- b. **Desalinasi Air Laut:** Membran berpori rapat digunakan dalam proses reverse osmosis untuk menghilangkan garam dan mineral lainnya dari air laut, menghasilkan air bersih yang dapat diminum.
- c. **Pemisahan Molekul Organik:** Dalam industri farmasi dan kimia, membran ini digunakan untuk memisahkan molekul organik kecil, seperti dalam pemurnian obat-obatan atau bahan kimia berkualitas tinggi.
- d. **Produksi Air Murni:** Membran ini juga sering digunakan dalam ultrafiltrasi dan nanofiltrasi untuk menghasilkan air ultrapure yang digunakan dalam laboratorium atau proses industri yang membutuhkan air dengan kemurnian sangat tinggi.

Keunggulan utama dari membran berpori rapat adalah kemampuannya untuk melakukan pemisahan dengan sangat efisien, meskipun membutuhkan tekanan yang relatif tinggi untuk memaksa molekul melewati pori-porinya yang sangat kecil.

2. Membran berpori (porous membran)

Membran berpori adalah jenis membran yang memiliki ukuran pori lebih besar dari $0,001\ \mu\text{m}$ dan memiliki kerapatan pori yang tinggi. Membran ini digunakan untuk berbagai aplikasi pemisahan,

terutama dalam proses ultrafiltrasi dan osmosis balik.

Karakteristik utama dari membran berpori:

- *Ukuran Pori:* Membran berpori memiliki pori-pori yang lebih besar dari 0,001 μm , yang memungkinkan pemisahan partikel atau molekul berdasarkan ukuran.
- *Kerapatan Pori:* Membran ini memiliki kerapatan pori yang tinggi, yang berarti terdapat banyak pori per satuan area, sehingga meningkatkan efisiensi filtrasi.

Keuntungan:

- Membran berpori memungkinkan pengolahan volume besar cairan dalam waktu singkat karena pori-porinya yang lebih besar memungkinkan aliran yang lebih cepat.
- Mampu menangani berbagai jenis molekul dan partikel, dari yang sangat kecil hingga yang lebih besar, tergantung pada ukuran pori membran.

Keterbatasan:

- Membran dengan ukuran pori lebih besar mungkin tidak efektif untuk menyaring molekul yang sangat kecil atau untuk memurnikan cairan ke tingkat yang sangat tinggi, yang memerlukan membran dengan ukuran pori lebih kecil atau non-porous membran.

8.3 Kelebihan Teknologi Membran

Teknologi membran memiliki beberapa kelebihan yang menjadikannya pilihan yang baik dalam pengolahan air. Beberapa kelebihan utama teknologi ini adalah sebagai berikut:

1. *Efektivitas Pemisahan Tinggi:*

Membran mampu memisahkan berbagai jenis partikel, ion, dan molekul dari air, termasuk bakteri, virus, logam berat, dan zat organik, dengan efisiensi yang tinggi.

2. *Hemat Energi:*

Proses pemisahan menggunakan teknologi membran umumnya memerlukan energi yang lebih sedikit dibandingkan dengan metode konvensional, terutama jika menggunakan tekanan rendah seperti pada ultrafiltrasi atau nanofiltrasi.

3. *Operasi yang Sederhana:*

Teknologi membran biasanya memiliki sistem operasi yang relatif sederhana dan mudah dioperasikan, dengan kebutuhan perawatan yang minimal.

4. *Fleksibilitas Aplikasi:*

Membran dapat digunakan dalam berbagai aplikasi pengolahan air, baik untuk desalinasi air laut, pemurnian air limbah, produksi air minum, maupun dalam industri makanan dan minuman.

5. *Skalabilitas:*

Teknologi membran dapat diterapkan dalam berbagai skala, dari unit kecil untuk kebutuhan rumah tangga hingga instalasi besar untuk pengolahan air industri.

6. *Kualitas Air yang Konsisten:*

Membran dapat menghasilkan air berkualitas tinggi dan konsisten, dengan kemampuan untuk menghilangkan kontaminan secara efektif.

7. *Ramah Lingkungan:*

Teknologi membran cenderung lebih ramah lingkungan karena tidak memerlukan penggunaan bahan kimia dalam jumlah besar, dan menghasilkan limbah yang lebih sedikit dibandingkan dengan metode pengolahan air tradisional.

8. *Kemampuan Regenerasi:*

Beberapa jenis membran, terutama yang digunakan dalam mikrofiltrasi dan ultrafiltrasi, dapat dibersihkan dan digunakan kembali, memperpanjang umur pakai dan mengurangi biaya operasional.

Dengan kelebihan-kelebihan tersebut, teknologi membran menjadi pilihan unggul dalam pengolahan air, baik untuk keperluan industri, komersial, maupun rumah tangga.

8.4 Kekurangan Teknologi Membran

Meskipun teknologi membran memiliki banyak kelebihan, ada beberapa kelemahan yang perlu diperhatikan, antara lain:

1. *Biaya Awal yang Tinggi:*

Pengadaan dan pemasangan sistem membran memerlukan investasi awal yang cukup besar, terutama untuk jenis membran yang lebih canggih seperti reverse osmosis.

2. *Fouling atau Penyumbatan:*

Membran rentan terhadap fouling, yaitu tersumbatnya pori-pori oleh partikel, mikroorganisme, atau senyawa organik, yang dapat mengurangi kinerja dan umur membran. Proses ini memerlukan pembersihan rutin yang bisa meningkatkan biaya operasional.

3. *Umur Pakai Terbatas:*

Umur pakai membran bisa terbatas, terutama jika sering terkena fouling. Setelah jangka waktu tertentu, membran perlu diganti, yang dapat menambah biaya perawatan.

4. *Sensitif terhadap Kualitas Air Umpan:*

Teknologi membran memerlukan air umpan yang berkualitas baik. Jika air umpan mengandung banyak kotoran atau zat pengotor lainnya, hal ini dapat menyebabkan fouling yang lebih cepat dan penurunan efisiensi sistem.

5. *Pengolahan Limbah:*

Proses pemisahan menggunakan membran menghasilkan konsentrat atau limbah yang masih harus diolah lebih lanjut, terutama dalam sistem reverse osmosis, yang bisa mengandung garam atau bahan kimia lain dalam konsentrasi tinggi.

6. *Keterbatasan dalam Pemisahan Zat Tertentu:*

Meskipun teknologi membran sangat efektif dalam memisahkan banyak jenis kontaminan, beberapa zat dengan ukuran molekul yang sangat kecil atau yang mudah larut, seperti gas-gas tertentu, mungkin tidak sepenuhnya terhilangkan.

7. *Keterbatasan Kapasitas pada Skala Besar:*

Meskipun teknologi membran dapat diterapkan pada skala besar, peningkatan kapasitas bisa menjadi menantang dan mahal, terutama dalam industri yang memerlukan pemrosesan air dalam volume besar.

8. *Ketergantungan pada Tekanan atau Energi:*

Beberapa proses membran, seperti reverse osmosis, memerlukan tekanan yang tinggi untuk beroperasi secara efektif, yang dapat meningkatkan konsumsi energi dan biaya operasional.

Dengan memperhatikan kelemahan-kelemahan ini, penting bagi pengguna teknologi membran untuk mempertimbangkan faktor-faktor tersebut dalam perencanaan dan pengoperasian sistem pengolahan air mereka.

DAFTAR PUSTAKA

- Aan Sefentry, Rully. M, 2020, *Pemanfaatan Teknologi Membran Reverse Osmosis (RO) Pada Proses Pengolahan Air Laut menjadi Air Bersih*, Jurnal Redoks, Volume 5, Univ.PGRI Palembang
- Ian Kurniawan, Pra Dian Mariadi, 2016, *Review : Profil Hybrid Membrane Dalam Proses Reduksi Air Limbah*, Jurnal KONVERSI Vol. 5 , Universitas Muhammadiyah Jakarta
- Kiki Rezki Lestari, 2020, *Teori Dasar Membran*, LP Unas
- Mulder, M., 1996, *Basic Principles of Membrane Technology*, 2nd Edkluwer Academic Publishers. Boston, MA
- Muthia, E. 2017. *Proses Pemisahan Menggunakan Teknologi Membran*. In Journal of Chemical Information and Modeling (Vol. 53, Issue 9).
- Osada, Y., Nakagawa, T., 1992. *Membrane Science and Technology*. Marcel Dekker, New York.
- Pinnau, I., Freeman, B.D., 1999. *Membrane Formation and Modification*. ACS, USA.
- Richardson, J.F , Havker, J.H , and Backhurst, J.R (2002). *Particle Technology and Separation Processes*. Volume 2, Fifth Edition, Elsevier
- Sing R., Hoffman J., Judd, S. 2006. *Membrane Technology*. Elsevier, Germany.
- Wenten., 2016, Orasi Ilmiah Guru Besar ITB, *Teknologi Membran: Prospek Dan Tantangannya Di Indonesia*, Balai Pertemuan ITB.
- (<https://nordicmembrane.com/membrane technology>)
- (<https://homecare24.id/teknologi-membran>)

BIODATA PENULIS



Zikra Azizah, S.Pd., M.Pd.

Dosen Kimia Program Studi Farmasi
Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi (STIFARM) Padang

Penulis lahir di Padang tanggal 04 Oktober 1990. Penulis adalah dosen tetap pada Program Studi Farmasi Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi (STIFARM) Padang. Menyelesaikan pendidikan S1 pada Jurusan Pendidikan Kimia di Universitas Negeri Padang dan melanjutkan S2 pada Jurusan Pendidikan Kimia di Universitas Pendidikan Indonesia pada Tahun 2012. Karya-karya yang sudah diterbitkan beberapa jurnal internasional dan jurnal nasional kurang lebih 35 karya, sedangkan karya berbentuk buku merupakan pengalaman kedua.

BIODATA PENULIS



Neny Rochyani

Dosen Program Studi Teknik Kimia
Fakultas Teknik Universitas PGRI Palembang

Penulis lahir di Palembang tanggal 09 Juni, menikah dengan Gonan Sumadi, dikaruniai 2 orang putra Ahmad Fadlan Abdullah latif Al-Ghozali (alm.) dan Muhammad Aufar Nurhasyim Ar-rambani. Menyelesaikan pendidikan S1, S2 pada Jurusan Teknik kimia dan melanjutkan S3 pada program studi ilmu-ilmu lingkungan dengan BKU : Agro Industri Energi di UNSRI-Palembang, pendidikan profesi keinsinyuran (Ir.) pada Unika Atmajaya Jakarta dan memegang registrasi sebagai Insinyur Profesional Madya (IPM) serta ASEAN Eng. Pada bidang penulisan karya ilmiah, sampai dengan saat ini telah menghasilkan karya ilmiah utamanya penelitian yang berhubungan dengan materi ilmu kimia dan lingkungan dengan kajian utama berfokus terhadap restorasi dan pendalaman karakteristik lingkungan sebagai objek penelitian yang menjadi kekuatan pengelolaan lingkungan. Dalam ranah penulisan buku, sampai dengan saat ini telah menghasilkan buku materi ajar dan modul paktikum yang dipakai dan diaplikasikan pada lingkungan perguruan tinggi.

BIODATA PENULIS



apt Hendri Satria kamal Uyun M.Farm
Dosen Program Studi S1 Farmasi
Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi Padang

Penulis lahir di Tanjung Pinang tanggal 9 Agustus 1993. Penulis adalah dosen tetap pada bidang Biologi Farmasi STIFARM Padang. Penulis menyelesaikan pendidikan S1 Farmasi Pada Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia Perintis Padang kemudian melanjutkan pendidikan Profesi Apoteker Di Fakultas Farmasi Universitas Andalas dan melanjutkan Pendidikan S2 Di Fakultas Farmasi Universitas Andalas. Mata kuliah yang diampu antara lain Botani Farmakognosi 1, Farmakognosi 2 dan Fitokimia. Penulis juga telah menerbitkan buku diantaranya adalah Farmakognosi, Ilmu bahan Makanan, Ilmu pangan dan Konsep Dan Aplikasi Pengembangan Terapi Obat-Obatan Alami (Obat Herbal) Selama menjalankan tridarma perguruan tinggi dibidang penelitian, penulis berhasil mendapatkan hibah untuk Penelitian Dosen Pemula oleh Kemdikbudristek Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi, Riset, dan Teknologi, Direktorat Riset, Teknologi dan Pengabdian Kepada Masyarakat

sebagai pemberi dana penelitian tahun 2023 dan 2024. Penulis juga mengucapkan terimakasih kepada STIFARM Padang atas dukungannya dalam penulisan dan penerbitan buku ini.

BIODATA PENULIS



Cory Novi, S.Si., M.Sc

Dosen Program Studi Kimia
Fakultas Sains, Farmasi dan Kesehatan
Universitas Mathla'ul Anwar Banten

Penulis lahir di Karawang tanggal 7 Maret, penulis adalah dosen tetap pada program studi Kimia dan saat ini penulis menduduki jabatan Wakil Dekan Bidang Akademik dan Kemahasiswaan di Fakultas Sains, Farmasi dan Kesehatan Universitas Mathla'ul Anwar Banten (periode 2023-2027). Penulis telah menyelesaikan Pendidikan sarjana (S1) pada tahun 2008 pada jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Jenderal Achmad Yani Bandung, dan melanjutkan program pascasarjana (S2) Kimia dengan peminatan Kimia Analitik di Universitas Gadjah Mada (UGM) Yogyakarta pada tahun 2009-2012. Penulis juga merupakan dosen di program studi Farmasi Universitas Mathla'ul Anwar sejak 2019 sampai sekarang. Mata kuliah yang diampu yaitu Kimia Analitik, Kimia Lingkungan, Kromatografi dan Kimia Analisis Farmasi. Penulis aktif dalam menulis jurnal ilmiah, yang terbaru dan telah dipublikasikan pada Februari 2024 yaitu tentang *"Application of Chitosan from Litopenaeus vannamei and Baglog Waste from Pleurotus ostreatus for Decolorizing Batik*

Wastewater". Prestasi yang diperoleh penulis yaitu sebagai Dosen Terbaik Tahun 2023 Universitas Mathla'ul Anwar Banten tahun 2023.

BIODATA PENULIS



Mariam Ulfah, M.Si

Dosen S-1 Farmasi

Universitas Muhammadiyah Ahmad Dahlan Cirebon

Penulis lahir di Cimahi pada tanggal 24 November 1991. Latar belakang pendidikan S-1 yaitu jurusan kimia Universitas Padjadjaran dan S-2 jurusan kimia Institut Teknologi Bandung dengan konsentrasi kimia bahan alam. Penulis memiliki ketertarikan pada kimia bahan alam serta analisis kimia.

BIODATA PENULIS



Nurlela, S.T., M.T

Dosen Program Studi Teknik Kimia
Fakultas Teknik Universitas PGRI Palembang

Penulis lahir di Lahat (Sumatera Selatan) tanggal 21 Desember 1975. Penulis adalah dosen tetap pada Program Studi Teknik Kimia Fakultas Teknik, Universitas PGRI Palembang. Menyelesaikan pendidikan S1 pada Jurusan Teknik Kimia, melanjutkan S2 pada Jurusan Teknik Kimia dan sekarang sedang studi S3 di Universitas Sriwijaya. Penulis menekuni bidang Menulis.

1. Analisa Bilangan Peroksida Terhadap Kualitas Minyak Goreng
2. Pengaruh Variasi Laju Alir Gas Alam Terhadap Absorpsi Gas CO₂ Dan Waktu Pembakaran Gas Alam (2022)
3. Analisis Proses Fermentasi Dengan Konsentrasi Variasi Glukosa Dalam Menghasilkan CO₂ (2022)
4. Pengaruh Pelarut Terhadap Mutu Ekstraksi Eleoresin Kayu Manis (2023)
5. Pemanfaatan Limbah Oli Bekas Menjadi Bahan Bakar Mesin Diesel Menggunakan Proses Pemurnian Bahan

Kimia Asam Sulfat (H_2SO_4) dan Natrium Hidroksida (NaOH) dengan Tipe Oli 10-30W (2023)

6. Karakterisasi Karbon Aktif Pelet Kulit Kacang Tanah Dan Aplikasinya Pada Limbah Pewarna Sintesis (2024)
7. Comparison of Alum and Poly Aluminum Chloride Coagulant Performance on Turbidity and pH of Lematang Enim PDAM Raw Water (2024)
8. Buku *Kimia Aditif* (2023). Padang Sumatera Barat. Getpress Indonesia
9. Buku *Kimia Modern* (2024). Padang Sumatera Barat. Getpress Indonesia

BIODATA PENULIS



Dr. Anthoni Batahan Aritonang, S.Si., M.Si

Dosen Program Studi Kimia
Fakultas MIPA Universitas Tanjungpura

Penulis lahir di Tarutung tanggal 08 Maret 1968, mengawali studi SD, SMP dan SMA di Pematang Siantar, Sumatera Utara. Menyelesaikan pendidikan S1 pada Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Sumatera, lulus tahun 1994 dan melanjutkan S2 di program magister ilmu kimia, FMIPA Universitas Indonesia, lulus 2021 dan melanjutkan studi program doktor ilmu kimia (S3) Universitas Indonesia, lulus tahun 2018. Sejak tahun 2000 hingga saat ini, penulis adalah dosen tetap pada Program Studi Kimia, Jurusan Kimia Fakultas MIPA, Universitas Tanjungpura.

BIODATA PENULIS



Husnah, S.T, M.T

Dosen Program Studi Teknik Kimia
Fakultas Teknik Universitas PGRI Palembang

Penulis lahir di Palembang tanggal 18 Juli 1977. Penulis adalah dosen tetap pada Program Studi Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas PGRI Palembang. Menyelesaikan pendidikan S1 dan S2 pada Jurusan Teknik Kimia Universitas Sriwijaya.