

PEMBUATAN ASIMETRIK MEMBRAN SELULOSA ASETAT UNTUK PENGOLAHAN AIR : PENGARUH KONSENTRASI ZAT ADITIF TERHADAP KINERJA MEMBRAN

Aprian Indra Wibowo, Ganang Dwi Harjanto, Tutuk D. Kusworo^{*)}

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro
Jln. Prof. Soedharto, Tembalang, Semarang, 50239, Telp/Fax: (024)7460058

Abstrak

Membran merupakan lapisan tipis, pembatas antara dua fasa yang bersifat semipermeabel, dan berfungsi sebagai media pemisahan yang selektif. Asimetrik membran adalah membran yang terdiri dari 3 lapisan yaitu lapisan dense, intermediate, dan porous substructure. Dengan struktur yang demikian, membran asimetrik dapat menghasilkan fluks lebih tinggi dibanding membran simetrik. Dalam proses pembuatan membran, konsentrasi zat aditif yang ditambahkan menjadi penting karena dapat mempengaruhi fluks dan rejeksi membran. Pada penelitian ini akan dikaji pengaruh aditif terhadap kinerja membran selulosa asetat. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk membuat asimetrik membran dengan menggunakan polimer selulosa asetat, untuk mengetahui pengaruh perbedaan konsentrasi zat aditif yang ditambahkan terhadap struktur morfologi dan kinerja membran asimetrik. Membran dibuat dengan metode inversi fasa dengan variasi konsentrasi zat aditif 2,5%, 3,5%, dan 5% wt. Membran terdiri dari 23% CA dan waktu penguapan yang digunakan adalah 25 detik. Karakterisasi membran meliputi fluks, rejeksi, dan analisa morfologi dengan menggunakan SEM. Fluks dan rejeksi diukur dengan menggunakan air payau sebagai umpan. Hasil analisa FTIR menunjukkan perbedaan luasan puncak serapan yaitu pada bilangan gelombang $1629,6\text{cm}^{-1}$ dan $1643,9\text{cm}^{-1}$. Semakin besar konsentrasi PEG semakin besar luasan puncak serapannya. Hasil analisa SEM menunjukkan semua membran yang terbentuk memiliki struktur asimetrik yang terdiri dari struktur penghalang tipis halus berpori selektif dan lapisan sub-struktur berpori lebih tebal. Dengan adanya peningkatan konsentrasi poli etilen glikol, pori membran yang terbentuk semakin dense (rapi). Membran dengan kinerja optimum diperoleh pada komposisi 23% CA, 5% PEG, dan waktu penguapan 25 detik dengan karakterisasi fluks $16,741\text{ L.M}^{-2}.\text{h}^{-1}$, dan rejeksi NTU 89%, rejeksi TDS 80% dan rejeksi Ca 83%.

Kata kunci: asimetrik membran, selulosa asetat, zat aditif, PEG.

Abstract

Membrane is a thin layer, a barrier between two phases that are semipermeable, and serves as a selective separation media. Asymmetric membrane is a membrane that consists of three layers, they are dense layer, intermediate, and porous substructure. With that structure, asymmetric membrane produce higher flux than symmetric membrane. In the process of membrane manufacture, the concentration of additives that are added is important because it can affect membrane flux and rejection. The purposes of this research are to make an asymmetric membrane using cellulose acetate polymer and determine the effect of different additives concentration toward morphological structure and membrane performance. Membranes prepared by phase inversion method with a variation of the additive concentration of 2,5%, 3,5%, and 5% wt. Membranes composed of 23% CA and evaporation time used is 25 seconds. Membrane was characterized by flux, rejection, and morphological analysis using SEM. Flux and rejection were measured by brackish water as a feed. The results of FTIR analysis showed the larger absorption peaks indicates that the increasing concentrations of PEG addition make the PEG molecular weight and the unit $\text{re-CH}_2\text{-CH}_2\text{O-}$ greater. The results of SEM analysis showed all the membranes that are formed has an asymmetric structure consisting of a thin fine porous structure selective barrier and sub-structure of the porous layer is thicker. With the presence of increasing concentrations of poly ethylene glycol, a membrane pore formed more dense. The composition of membrane showing optimal performance are 23% CA, 5% PEG, and 25 second evaporation time with flux $16,741\text{ L.m}^{-2}.\text{h}^{-1}$, NTU rejection 89%, TDS rejection 80%, and Ca rejection 83%.

Keywords: asymmetric membrane; cellulose acetate; additives; PEG

^{*)} tutukjoko@yahoo.com

1. Pendahuluan

Membran merupakan lapisan tipis, pembatas antara dua fasa yang bersifat semipermeabel, dan berfungsi sebagai media pemisahan yang selektif berdasarkan koefisien difusivitas, muatan listrik, dan perbedaan kelarutan (Wenten, 1996). Membran dengan ukuran pori asimetrik merupakan membran berpori yang mempunyai lapisan atas kulit luar dengan ketebalan 0,1 – 0,5 μm dan dibawah lapisan atas terdapat lagi lapisan dengan ketebalan kira-kira 50 – 100 μm . Lapisan atas pada membran berpori asimetrik ini berfungsi sebagai penyaring, sedangkan lapisan bawah berfungsi sebagai media penyangga dari lapisan atasnya.

Dalam penelitian ini dilakukan pembuatan membran asimetrik selulosa asetat untuk proses pengolahan air. Pada penelitian pembuatan asimetrik membran, sering digunakan larutan acetone sebagai solvent dengan selulosa asetat sebagai polimernya (Bhongsuwan dkk., 2008 dan Ismail dkk., 2002). Selulosa asetat dipilih sebagai komponen polimer dikarenakan selulosa asetat dapat membentuk struktur asimetrik dengan lapisan aktif yang sangat tipis dan dapat menahan bahan terlarut pada lapisan pendukung yang kasar, serta toleran terhadap klorin dan tahan terhadap terjadinya pengendapan (Uemura dan Henmi, 2008 dan Kumano dan Fujiwara, 2008).

Kondisi optimal dalam kinerja membran pada umumnya dinyatakan oleh besarnya permeabilitas dan selektivitas membran terhadap suatu senyawa kimia tertentu. Semakin besar nilai permeabilitas dan selektivitas membran akan memiliki kinerja yang semakin baik. Namun, pada kenyataannya, pada proses pemisahan dengan membran akan ditemukan suatu fenomena umum yaitu apabila permeabilitas membran besar maka selektivitasnya akan rendah. Untuk mendapatkan selektivitas dan flux yang optimal, terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi antara lain: jenis dan konsentrasi polimer, jenis solvent, waktu penguapan solvent, konsentrasi aditif, dan shear rate.

Poly Etylen Glykol (PEG) adalah bahan aditif yang berpengaruh terhadap kinerja membran. Pada penelitian terdahulu oleh Fadillah, 2003 ; Mohammadi, 2009 dan Saljoughi, 2010 dapat disimpulkan bahwa PEG akan memperbaiki pori dari membran yang mana kinerja membran akan semakin baik. Oleh karena itu, pada penelitian ini kinerja membran selulosa asetat akan ditingkatkan dengan menggunakan penambahan aditif.

2. Bahan dan Metode Penelitian

Material:

Bahan yang digunakan adalah selulosa asetat, akuades, acetone, air payau, natrium azida 1%, PEG (polietilen glikol).

Pembuatan membran selulosa asetat:

Proses pembuatan membran selulosa asetat yaitu membuat larutan dope yang terdiri dari polimer selulosa asetat, pelarut yaitu acetone atau dimetil formamida, aditif yaitu Polietilen glikol. Selulosa asetat dengan komposisi 23%b/b, acetone sebagai solven, polietilen glikol (PEG) sebagai bahan aditif dengan variasi komposisi 2,5%b/b, 3,5%b/b dan 5%b/b. Kemudian solvent diuapkan 25 detik. Pencetakan membran menggunakan metode inversi fasa. Metode ini dilakukan dengan cara mencetak membran di atas pelat kaca kemudian dicelupkan ke dalam bak koagulasi.

Karakterisasi membran.

Karakterisasi membran dilakukan dengan pengukuran tebal membran, penentuan selektivitas dan permeabilitas membran.

Penentuan sifat mekanik membran.

Penentuan sifat mekanik membran dilakukan dengan uji tarik sehingga didapatkan data berupa Modulus Young membran.

Penentuan morfologi membran.

Penentuan morfologi membran dilakukan dengan menggunakan uji SEM (*Scanning Electron Microscopy*).

Aplikasi membran untuk pengolahan air.

Aplikasi membran untuk pengolahan air dilakukan dengan analisa kekeruhan air, analisa TDS dengan TDS meter, analisa konsentrasi Ca^{2+} yang terejeksi dengan menggunakan sel filtrasi tipe *dead end*.

3. Hasil dan Pembahasan

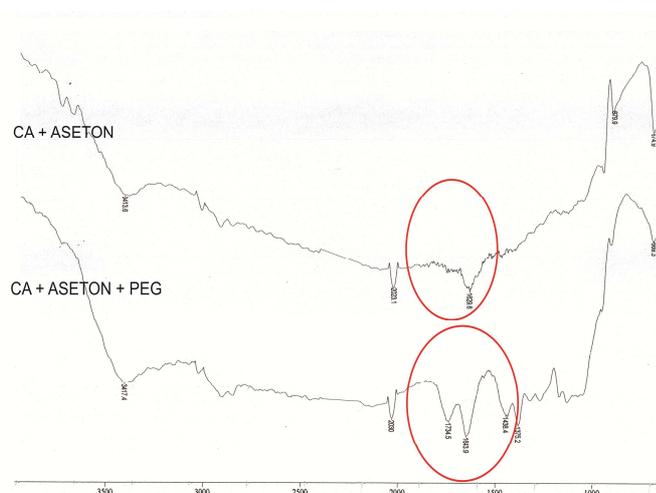
Karakterisasi Membran dengan FTIR (*Fourier Transform Infrared*)

FTIR (*Fourier Transform Infrared*) merupakan analisa yang digunakan untuk mengetahui keberadaan gugus-gugus fungsi molekul yang terdapat dalam suatu sampel, dimana kesamaan gugus-gugus fungsi yang terdapat antara standar dan sampel menyatakan sampel yang dianalisa identik dengan standar.

Pada Tabel 1 dapat dilihat bahwa perbedaan antara analisa absorbansi membran selulosa asetat+acetone dengan membran selulosa asetat+acetone+PEG terletak pada perbedaan luasan puncak serapan yaitu pada bilangan gelombang 1629,6 cm^{-1} dan 1643,9 cm^{-1} . PEG sendiri dapat diindikasikan dengan adanya gugus fungsi C=O dan unit ulang $-\text{CH}_2-\text{CH}_2\text{O}-$. Semakin luas puncak serapan menunjukkan bahwa adanya penambahan konsentrasi PEG sehingga membuat bertambah berat molekul PEG dan semakin besar pula unit ulang $-\text{CH}_2-\text{CH}_2\text{O}-$.

Tabel 1. Senyawa pada grafik absorbansi membran dengan penambahan dan tanpa penambahan aditif

No .	Panjang Gelombang (cm ⁻¹)		Senyawa Kimia
	Membran tanpa aditif	Membran + aditif	
1.	3413,6	3417,4	- OH
2.	1629,6	1734,5 dan 1643,9	C=O
3.	-	1438,4 dan 1375,2	CH ₃
4.	679,4 dan 679,9	669,3	R- COH

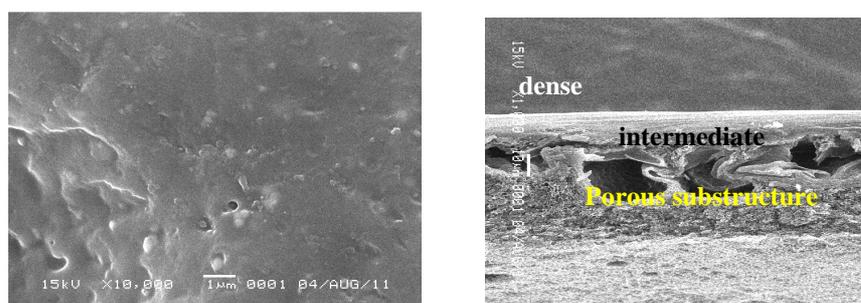


Gambar 1. Absorbansi membran selulosa asetat + aseton dan asetat + aseton + PEG

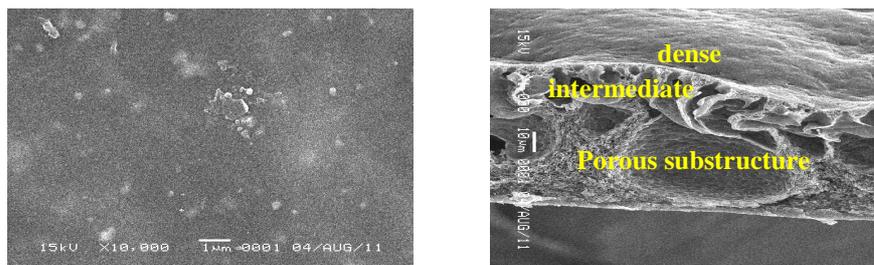
Karakterisasi Morfologi Membran dengan SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dapat digunakan untuk mengetahui struktur morfologi membran. Hasil dari uji ini berupa foto kenampakan permukaan dan melintang membran dengan menggunakan mikroskop elektron (Mulder, 1996). Morfologi permukaan membran serta struktur penampang divisualisasikan dengan menggunakan SEM.

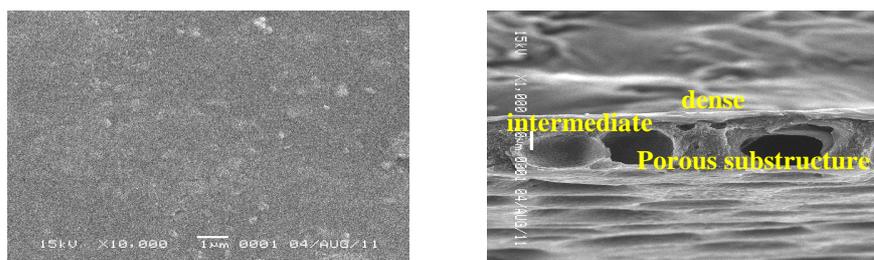
Pada penelitian ini dapat dihasilkan membran asimetrik dari polimer selulosa asetat dengan metode inversi fasa. Hal ini ditunjukkan dengan hasil analisa SEM dari Gambar 2, Gambar 3, dan Gambar 4 dapat dilihat bahwa semua membran memiliki struktur asimetrik yang terdiri dari struktur penghalang tipis halus berpori selektif dan lapisan sub-struktur berpori lebih tebal. Dengan adanya peningkatan konsentrasi poli etilen glikol pori membran yang terbentuk semakin *dense* (rapi).



Gambar 2. Penampang permukaan dan melintang komposisi poli etilen glikol 2,5%



Gambar 3. Penampang permukaan dan melintang komposisi poli etilen glikol 3,5%

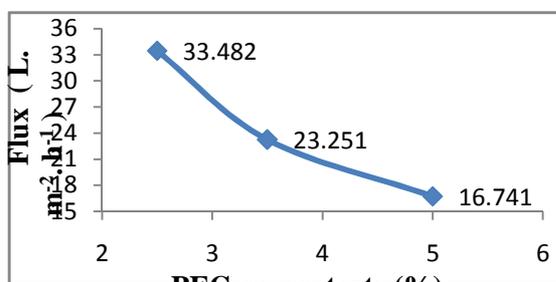


Gambar 4. Penampang permukaan dan melintang komposisi poli etilen glikol 5%

Pengaruh variasi Poli Etilen Glikol terhadap kinerja membran.

Hasil pengukuran fluk

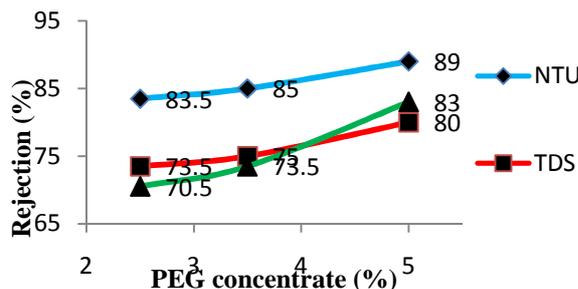
Berdasarkan data Gambar 5 dapat diketahui bahwa peningkatan konsentrasi poli etilen glikol menurunkan nilai fluks. Meningkatnya konsentrasi polimer menyebabkan membran mempunyai ukuran pori-pori yang lebih kecil. selain itu juga meningkatkan keteraturan pori pada membran (Saljoughi, 2010). Pori pada membran yang semakin kecil (*dense*) dan teratur ini menyebabkan nilai fluks semakin kecil. Penambahan konsentrasi poli etilen glikol menyebabkan meningkatnya viskositas. Semakin tinggi viskositas membuat membran semakin tebal, sehingga fluks yang dihasilkan semakin kecil.



Gambar 5. Grafik komposisi PEG vs Fluks

Hasil pengukuran rejeksi

Berdasarkan Gambar 6 dapat diketahui bahwa dengan adanya peningkatan konsentrasi poli etilen glikol maka nilai rejeksi untuk kekeruhan, padatan terlarut, dan ion multivalen Ca^{2+} semakin tinggi. Hal tersebut terjadi karena dengan adanya peningkatan konsentrasi poli etilen glikol menyebabkan ukuran pori semakin kecil dan seragam. Semakin kecil ukuran pori maka semakin tinggi nilai selektivitasnya (Mulder, 1996).

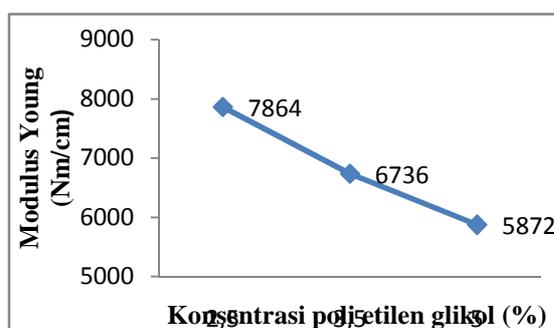


Gambar 6. Grafik komposisi PEG vs Rejeksi

Karakterisasi Sifat Mekanik Membran dengan Uji Tarik

Pada penelitian ini, pengukuran sifat mekanik membran dilakukan dengan uji tarik dengan menggunakan alat *Texture Analyzer*. Uji tarik dilakukan dengan menarik membran dengan kecepatan 5 mm/s sehingga membran putus. Dari uji tarik dapat diketahui nilai *Modulus Young*. Pengujian dilakukan pada komposisi selulosa asetat 23%, waktu penguapan 25 detik, variasi PEG 2,5%, 3,5% dan 5%.

Dari Gambar 7 dapat diketahui bahwa semakin banyak konsentrasi poli etilen glikol maka nilai *Modulus Young* semakin turun. Hal tersebut dikarenakan sifat dari poli etilen glikol (PEG) yang dapat menurunkan ikatan hidrogen dan sebagai pembentuk segmen lunak sehingga sifat mekaniknya semakin menurun (Rohaeti, 2003). Semakin tinggi konsentrasi PEG akan menurunkan sifat mekanik sehingga membran semakin lunak dan halus.



Gambar 7. Grafik variasi PEG vs Modulus Young

4. Kesimpulan

Dari uji FTIR diketahui bahwa pada membran dengan penambahan poli etilen glikol ditandai dengan adanya gugus -OH mempunyai luasan puncak serapan yang lebih besar sehingga semakin besar pula unit ulang -CH₂-CH₂O-. Hasil analisa SEM mengenai morfologi membran menunjukkan bahwa membran selulosa asetat yang dihasilkan yaitu membran asimetrik dan dengan seiring meningkatnya konsentrasi poli etilen glikol pori membran yang terbentuk semakin *dense* (rapi). Membran dengan komposisi 23% selulosa asetat, 5% PEG cair, dan waktu penguapan 25 detik menghasilkan kinerja optimal yaitu: nilai fluks 16,741 L.M⁻².h⁻¹, rejeksi NTU sebesar 89%, rejeksi TDS sebesar 80%, dan rejeksi Ca²⁺ sebesar 83%. Peningkatan konsentrasi poli etilen glikol berpengaruh terhadap pembentukan pori permukaan membran yang semakin kecil yang mengakibatkan nilai fluks semakin kecil dan nilai rejeksi semakin tinggi. Dari hasil uji tarik dapat diketahui bahwa pada konsentrasi poli etilen glikol 2,5%, 3,5%, dan 5% dihasilkan nilai *modulus young* 7864, 6736, dan 5872 N/cm². Hal ini menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi PEG akan menurunkan sifat mekanik sehingga membran semakin lunak dan halus.

Ucapan Terima Kasih

Ucapan terima kasih disampaikan kepada Laboratorium Teknologi Separasi atas kontribusinya sebagai tempat penelitian ini.

Daftar Pustaka

- Baker, R.W. 2004. *Membrane Technology and Applications*, 2nd ed. Chichester : John Wiley & Sons, Ltd ,page 565.
- Cristina R. 1998, *Structure of water in asymmetric cellulose ester membranes-an ATR FTIR study*, Journal of Membran Science
- Fadillah, F. 2003. Pengaruh penambahan Poli etilen glikol terhadap karakteristik membrane selulosa asetat. Fakultas Teknologi Pertanian. Institut Pertanian Bogor.
- Fengel, D. dan Wegener, G. 1995. *Kayu, Kimia Ultrastruktur Reaksi-Reaksi* (diterjemahkan oleh Hardjono Sastro Hamidjojo), Edisi I. Yogyakarta : UGM Press.
- Harris, M.J. 1992. *Poly (Ethylene Glycol) Chemistry. Biotechnical and Biomedical Applications*. New York : Plenum Press.
- Ismail, A.F., Hasan, A.R., and Ng, B.C. 2002. Effect of shear rate on the performance of nanofiltration membrane for water desalination : J. Sci. Technol., 24 (Suppl): 878-889.
- Kumano, A. and Fujiwara, N. 2008. Cellulose triacetate membranes for reverse osmosis. Di dalam: Li, dkk. editor. *Advanced membrane technology and applications*. New Jersey: John Wiley&Sons Inc. hlm 21-46. 32
- Mohammadi T. 2009. Effect of Production Conditions on Morphology and Permeability of asymmetric cellulose acetate membranes. Vol 243. hlm 1-7.
- Mulder, M. (1996). *Basic Principle Of Membrane Technology*. London : Kluwer Academic Publ.

- Rohaeti E., 2003. Pengaruh variasi berat molekul poli etilen glikol terhadap sifat mekanik poliuretan. *Jurnal matematika dan sains*. Vol 8. No 2.
- Saljoughi, E., Sadrzadeh, M., and Mohammadi, T. 2009. Effect of preparation variables on morphology and pure water permeation flux through asymmetric cellulose acetate membranes : *J. Membr. Sci.*, 326 : 627-634.
- Saljoughi, E. 2010. Effect of PEG additive and coagulation bath temperature on the morphology permeability and thermal/chemical stability of asymmetric CA membranes. Vol.262. hlm 72-78.
- Uemura, T. and Henmi, M. 2008. Thin-film composite membranes for reverse osmosis. Di dalam: Li, dkk. editor. *Advanced membrane technology and applications*. NewJersey: John Wiley&Sons Inc. hlm 3-18.
- Ren, J. and R Wang.2011. *Preparation of Polymeric Membranes* : Handbook of Environmental Engineering : Membrane and Desalination Technology. Vol. 13: 47-100.