

2.2015 seminar bandung

by Umi Fathanah

Submission date: 08-Mar-2023 04:18PM (UTC+0700)

Submission ID: 2032002261

File name: 2._2015_Seminar_Bandung_Pengaruh_penambahan_solvent_1.pdf (339.93K)

Word count: 2646

Character count: 16288



Pengaruh Penambahan *Solvent* dalam Bak Koagulasi pada Preparasi Membran Secara Inversi Fasa Serta Uji Kinerja Membran dalam Menurunkan Salinitas

Sofyana*, Cut Meurah Rosnelly

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik Universitas Syiah Kuala

*Email: sofyana71@yahoo.co.id

Abstrak

Proses pembuatan membran secara inversi fasa merupakan proses yang banyak digunakan dalam aplikasi pembuatan membran. Presipitasi immersi merupakan salah satu proses inversi fasa dimana membran yang dihasilkan berupa membran asimetrik. Tahapan proses pembuatan membran akan menentukan struktur membran yang terbentuk dan akan mempengaruhi kinerja membran dalam aplikasinya. Immersi dilakukan dalam bak koagulasi yang berisi non pelarut dan mempengaruhi struktur membran. Penelitian ini bertujuan untuk memodifikasi proses pembuatan membran dengan menambahkan pelarut dalam bak koagulasi serta mempelajari pengaruh komposisi pelarut dan non pelarut dalam bak koagulasi terhadap struktur morphology dan kinerja membran dari selulosa asetat. Polimer yang digunakan dalam penelitian ini yaitu selulosa asetat (SA). Membran dibuat dengan konsentrasi SA 25% menggunakan pelarut dimetil formamid (DMF), kedalam bak koagulasi diisi pelarut (DMF) dan non pelarut (air), dengan rasio air : DMF (0:10 (SA1); 1:9 (SA2); 2:8 (SA3); 3:7 (SA4)). Hasil karakteristik membran berupa nilai koefisien permeabilitas (L_p) dan Molecular Weight Cut Off (MWCO) pada tekanan 1, 2, 3, 4 dan 5 bar memberikan nilai L_p dan MWCO yang berbeda pada setiap membran. Sesuai referensi dari nilai L_p menunjukkan bahwa membran SA1, SA2 termasuk membran ultrafiltrasi, sedangkan membran SA3 dan membran SA4 masuk dalam membran nanofiltrasi. Terlihat bahwa keempat membran memiliki struktur berbeda dimana pada proses *demixing* dalam bak koagulasi terjadi proses *delayed demixing* akibat penambahan pelarut DMF. Hasil pengujian terhadap larutan NaCl konsentrasi 5000 ppm menghasilkan nilai rejeksi yang berbeda pada keempat membran. Penambahan solvent dalam bak koagulasi mempengaruhi struktur membran yang terbentuk dan mempengaruhi kinerja membran.

Kata Kunci: membran, selulosa asetat, inversi fasa, presipitasi immersi

PENDAHULUAN

Teknik pembuatan membran secara inversi fasa dengan presipitasi immersi merupakan salah satu teknik pembuatan membran yang akan menghasilkan membran asimetrik. Membran asimetrik tidak hanya digunakan secara luas dalam proses ultrafiltrasi dan mikrofiltrasi untuk pemisahan, tetapi juga digunakan untuk memfabrikasi membran komposit digunakan pada proses membran reverse osmosis, membran nanofiltrasi dan membran gas separation (N.Widjojo, *et al.*, 2011:214-223; K.L.Tung, *et al.*, 2010:143-152; M.M Pandergast & E.M.V. Hoek, 2011:1946-1971; P.B Kosaraju & K.K Sirkar, 2008:155-161; A.K Glosh & E.M.V. Hoek, 2009:140-148; S.J Yuan, *et al.*, 2011: 425-437). Proses inversi fasa ada beberapa proses yaitu penguapan pelarut, evaporasi dari fasa uap, pengendalian penguapan, *thermally induced phase separation* dan presipitasi immersi merupakan teknik- teknik yang digunakan untuk memproduksi membran asimetrik. Dari beberapa teknik tersebut presipitasi immersi umumnya yang dikembangkan dimana struktur membran dan sifat-sifatnya dapat dirancang dengan mengatur termodinamika dari larutan cetak (*casting solution*) dan kinetika dari proses pembentukan membran (Guillen, 2011:3798-3817).

Pembuatan membran asimetrik dengan proses inversi fasa merupakan metode yang standar digunakan saat ini. Suatu lapisan film tipis dari larutan polimer homogen dikontakkan dengan cairan kedua yang merupakan non pelarut tetapi larut seluruhnya dalam pelarut polimer. Pertukaran pelarut dan non pelarut pada antar muka merupakan proses awal pemisahan fasa pada lapisan film polimer, yang menyebabkan dihasilkannya karakteristik yang bervariasi yaitu struktur simetrik atau asimetrik. (Smolders, 1992:259). Pembentukan struktur dalam membran inversi fasa dapat dijelaskan dengan model perpindahan massa secara difusi didalam lapisan film larutan polimer dan pengaruhnya pada pemisahan fasa secara *liquid-liquid demixing* (Cohen, *et al.*, 1979:477; Yilmaz dan McHugh, 1986:287; Reuvers, *et al.*, 1987:46)

Dari beberapa penelitian menunjukkan bahwa pembentukan macrovoid di dalam pembuatan membran dari sistem polimer – pelarut-non pelarut dapat dipengaruhi oleh :

- Pemilihan pelarut-non pelarut dengan kecenderungan satu sama lain memiliki pencampuran yang rendah (Frommer dan Lancet, 1972:85; Frommer dan Messalam, 1973:328)
- Penambahan konsentrasi polimer didalam larutan cetak atau penguapan pelarut dari larutan film sebelum diimmersion ke dalam bak berisi non





pelarut (Frommer dan Messalam, 1973:328; Stathmann, *etc.*, 1975:179)

- Penambahan pelarut ke dalam bak koagulasi (Stathmann, *etc.*, 1975:179; Grobe dan Mann, 1968: 49)

Beberapa faktor yang berpengaruh dalam proses pembuatan membran perlu terus dikaji untuk memperoleh membran yang memiliki kinerja yang baik. Konsentrasi polimer, jenis pelarut, proses difusi pelarut-non pelarut, temperatur bak koagulasi dan temperatur annealing merupakan beberapa faktor yang mempengaruhi proses pembuatan membran. Oleh karena itu dalam penelitian yang telah dilakukan dipandang perlu untuk mengkaji pengaruh komposisi bak koagulasi pada proses presipitasi membran, karena hal ini akan mempengaruhi struktur membran yang terbentuk. Struktur membran akan mempengaruhi kinerja membran.

Dalam penelitian yang telah dilakukan kinerja membran diuji untuk menurunkan kadar garam pada air bersalinitas menengah. Desalinasi menggunakan membran Reverse Osmosis (RO) dan Nanofiltrasi (NF) saat ini menjadi pilihan yang tepat untuk pengolahan air laut dan air payau. Oleh karena itu pengembangan material untuk memperoleh membran yang memiliki fluks yang tinggi dan rejeksi yang tinggi terhadap garam dan penggunaannya pada tekanan rendah menjadikan membran ini sangat menarik. (R. Haddad, *et.al*, 2004:403).

METODE

Penelitian yang telah dilakukan meliputi beberapa tahapan proses yaitu :

- tahap pertama pembuatan membran,
- tahap kedua karakteristik membran dan
- tahap ketiga adalah pengujian kinerja membran dalam menurunkan salinitas menggunakan larutan umpan NaCl 5000 ppm

Pembuatan Membran

Membran dibuat dari polimer selulosa asetat (SA) dengan pelarut dimetil formamida (DMF). Pembuatan membran menggunakan teknik inversi fasa secara presipitasi immersi, sehingga membran yang dihasilkan adalah membran asimetrik. Proses pembuatan membran dimulai dengan membuat larutan dope dengan komposisi CA 25%, DMF 65% dan formamida 10%, larutan dope yang terbentuk disimpan dalam lemari es selama 24 jam untuk proses *debubling*, selanjutnya dicasting dan dilakukan evaporasi pelarut selama 2 menit, setelah itu dicelupkan dalam bak koagulasi yang berisi air dan DMF (dengan rasio sesuai variabel) sehingga membran terlepas dari pelat kaca. Membran yang terbentuk diannealing pada 75 °C.

Pada penelitian ini bak koagulasi diisi *solvent* dan *non solvent* yaitu aquades dan DMF dengan rasio DMF : Aquades ((0:10 ; 1: 9 ; 2: 8 ; 3: 7).

Karakteristik Membran

Membran dikarakteristik terlebih dahulu sebelum diuji kinerjanya, karakteristik membran meliputi uji permeabilitas membran (Lp) terhadap umpan *aqua distilled deionized*, uji *Molecular weight cut off* (MWCO) menggunakan larutan dekstran dan uji struktur morfologi membran dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

Pengujian Kinerja Membran

Membran diuji kinerjanya menggunakan umpan larutan NaCl 5000 ppm (dianggap mewakili kondisi air bersalinitas menengah) pada tekanan trans membran 1,2,3,4, dan 5 bar. Kinerja membran yang diuji meliputi nilai fluks dan rejeksi. Konsentrasi permeat diukur menggunakan peralatan konduktometer. Fluks didefinisikan sebagai jumlah volume permeat yang melewati membran per satuan luas permukaan per satuan waktu.

$$J = \frac{V}{At} \quad (1)$$

Dimana: J = fluks (l/m²jam), V = volume permeat (liter), A = luas permukaan membran (m²), t = waktu penyaringan (jam)

Koefisien rejeksi atau efisiensi penyisihan dapat diukur dengan menentukan konsentrasi fosfat dalam permeat dan dalam umpan yang dianalisa menggunakan konduktometer. Rejeksi fosfat didefinisikan sebagai (R) dimana

$$R(\%) = (1 - \frac{C_p}{C_f}) \times 100\% \quad (2)$$

dimana nilai rejeksi diperoleh dari nilai konsentrasi fosfat yang diperoleh dari hasil analisa menggunakan konduktometer dalam umpan (Cf) dan air yang dihasilkan atau permeat (Cp). (Mulder, 1996)

HASIL DAN PEMBAHASAN

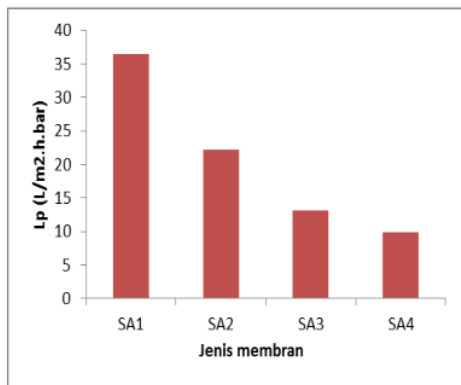
Berdasarkan perbedaan komposisi bak koagulasi maka dari hasil penelitian diperoleh empat buah membran yaitu membran dengan komposisi bak koagulasi

DMF : aquades (0:10) selanjutnya disebut membran SA1, DMF : aquades (1:9) selanjutnya disebut membran SA2, DMF : aquades (2:8) selanjutnya disebut membran SA3, DMF : aquades (3:7) selanjutnya disebut membran SA4.

Permeabilitas Membran

Hasil uji permeabilitas terhadap keempat membran ditunjukkan pada gambar dibawah ini.





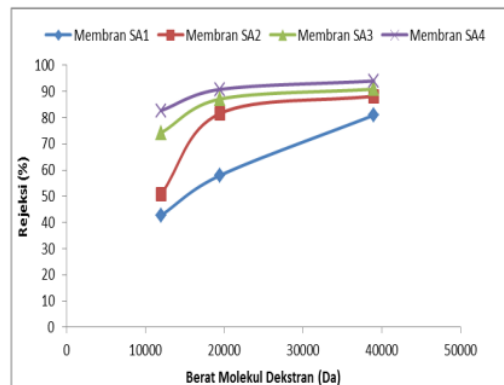
Gambar 1. Nilai Koefisien permeabilitas (Lp) pada berbagai membran

Membran SA1, SA2, SA3 dan SA4 menunjukkan nilai permeabilitas yang berbeda, hal ini dikarenakan setiap membran memiliki struktur yang berbeda. Komposisi bak koagulasi mempengaruhi proses pembentukan struktur membran. Penambahan dimetil formamida (DMF) sebagai *solvent* kedalam bak koagulasi mempengaruhi proses difusi antara *solvent* dan *non solvent* di dalam peristiwa *demixing* pada bak koagulasi. Membran SA1 yang dibuat tanpa penambahan *solvent* dalam bak koagulasi memiliki nilai Lp yang paling tinggi, semakin besar rasio DMF dalam bak koagulasi nilai Lp semakin kecil.

Berdasarkan nilai koefisien permeabilitas membran SA1 dan SA2 tergolong membran ultrafiltrasi sedangkan membran SA3 dan SA4 tergolong membran nanofiltrasi, dimana membran SA3 dan SA4 memiliki nilai Lp masing-masing 11,15 L/m².h.bar dan 9,76 L/m².h. bar. Berdasarkan referensi membran Ultrafiltrasi memiliki rentang fluks 10-50 L/m².h.bar pada rentang tekanan 1 – 5 bar, membran nanofiltrasi memiliki rentang fluks 1,4 - 12 L/m².h.bar pada rentang tekanan 5 – 20 bar, membran nanofiltrasi (Mulder, 1996:17)

Molecular Weight Cutt Off (MWCO)

MWCO dapat didefinisikan sebagai bobot molekul suatu zat pelarut yang 80-90% dapat direjeksi oleh membran. MWCO dapat diuji dengan menggunakan suatu larutan standar yang telah diketahui berat molekulnya (Mulder, 1996). Pengujian MWCO pada penelitian ini menggunakan larutan dekstran dengan berbagai berat molekul.

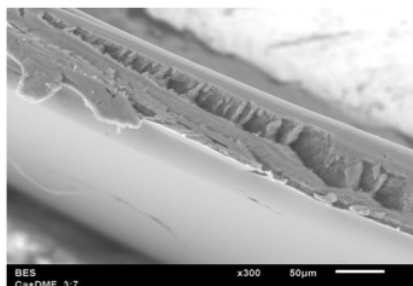


Gambar 2. Rejeksi Membran pada berbagai Berat Molekul Dekstran

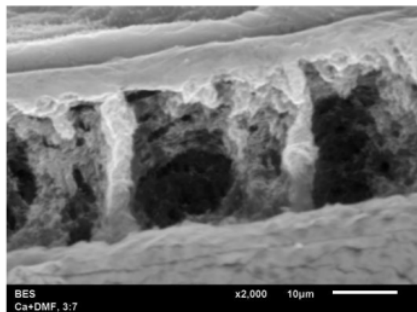
Membran SA1 memiliki rejeksi terhadap dekstran diatas 80% pada BM 39000, membran SA2 dapat merejeksi dekstran diatas 80% pada BM 19500, membran SA3 dapat merejeksi dekstran diatas 80% pada BM 19500 sedangkan membran SA4 pada BM 12000. Perbedaan ini dikarenakan struktur membran yang terbentuk berbeda, membran SA4 memiliki struktur yang lebih rapat sehingga memiliki selektivitas lebih tinggi dibandingkan membran SA1, SA2 dan SA3.

Struktur Membran

Pembuatan Selulosa Asetat dibuat menggunakan proses inversi fasa secara presipitasi mmerse dengan *solvent* DMF dan *non solvent* air akan mengikuti mekanisme pembentukan membran secara *instantaneous demixing*, karena afinitas bersama antara air dan DMF yang tinggi. Jika *solvent* ditambahkan ke dalam bak koagulasi maka dapat terjadi *delayed demixing*. Jika afinitas bersama antara *solvent* dan *nonsolvent* tinggi, maka lebih banyak *solvent* dibutuhkan di dalam bak koagulasi yang berisi *nonsolvent* untuk mempengaruhi *delayed demixing*. Disisi lain peristiwa *delayed demixing* selalu terjadi jika pelarut yang digunakan adalah Aseton dan Tetrahidrofuran (THF) (Mulder, 1996:123 – 127).



Gambar 3. Struktur penampang melintang membran SA4 pada pembesaran 300x



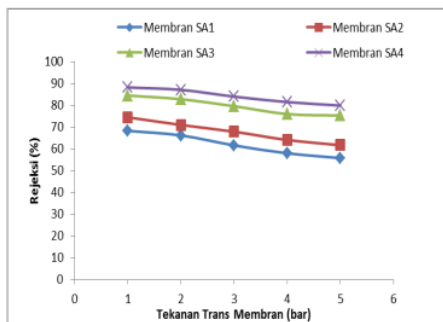
Gambar 4. Struktur penampang melintang membran SA4 pada pembesaran 2000x

Gambar 3 dan 4 menunjukkan bahwa dari struktur penampang melintang terlihat membran merupakan membran asimetrik dimana pada bagian bawah pori lebih besar daripada lapisan atas.

Sesuai dengan referensi (Lin, K.Y., *etc.*, 2002; Ren, J.Z., *etc.*, 2004) penambahan solvent kedalam bak koagulasi dapat mengurangi rasio perpindahan massa *solvent* dan *nonsolvent* kemudian akan menghilangkan macrovoids. Didalam referensi pencetakan lapisan films dilakukan diatas pelat kaca atau pelat *dense* lainnya. Intrusi *nonsolvent* melalui permukaan bagian bawah casting film terbukti mempengaruhi pembentukan macrovoid dalam proses inversi fasa secara presipitasi *immerse* (Xinxia Tian, 2014:8-19). Maka penambahan *nonsolvent* yang semakin banyak akan dapat memperkecil pembentukan macrovoid sehingga dapat meningkatkan rejeksi dari membran.

Kinerja Membran dalam Merejeksi NaCl

Untuk menguji kinerja membran dalam menurunkan salinitas pada air baku, maka diuji menggunakan larutan NaCl 5000 ppm. Rejeksi terhadap larutan NaCl menunjukkan bahwa perlakuan yang berbeda pada proses pembuatan membran menghasilkan kinerja membran yang berbeda, seperti ditunjukkan pada gambar dibawah ini.



Gambar 5. Rejeksi larutan NaCl 5000 ppm pada tekanan 1 sampai 5 bar

Peningkatan tekanan menyebabkan rejeksi menjadi lebih rendah, hal ini disebabkan karena tekanan merupakan gaya dorong (*driving force*) bagi proses nanofiltrasi, maka kenaikan tekanan operasi akan menghasilkan laju alir yang besar. Akibat laju alir air yang besar, maka zat terlarut yaitu NaCl dalam hal ini akan terbawa serta (*coupling*) sehingga akan meningkatkan konsentrasi permeat, sesuai persamaan 2 diatas. Peningkatan konsentrasi permeat menyebabkan turunnya rejeksi.

Membran SA4 merupakan membran yang memiliki kinerja paling baik dalam merejeksi NaCl, hal ini menunjukkan peningkatan penambahan *solvent* dalam bak koagulasi menyebabkan terbentuknya struktur membran yang lebih rapat karena proses *delayed demixing*. Sedangkan membran SA1 menunjukkan kinerja yang paling rendah dalam merejeksi NaCl, dimana dalam proses pembuatannya bak koagulasi hanya berisi *non solvent* dan pembentukan membran terjadi secara *instantaneous demixing*, struktur membran yang dihasilkan lebih terbuka atau ukuran pori membran lebih besar.

KESIMPULAN

Penambahan DMF sebagai *solvent* kedalam bak koagulasi yang berisi air sebagai *nonsolvent* pada proses pembuatan membran secara inversi fasa akan mempengaruhi pembentukan struktur membran. Berdasarkan pengujian koefisien permeabilitas (L_p) membran SA1 dan SA2 termasuk dalam membran ultrafiltrasi sedangkan membran SA3 dan SA4 termasuk membran nanofiltrasi. Nilai L_p membran SA3 dan SA4 masing-masing 11,15 $L/m^2.h.bar$ dan 9,76 $L/m^2.h$. Membran SA1 memiliki nilai MWCO paling besar, penambahan *nonsolvent* dalam bak koagulasi mempengaruhi nilai MWCO. Membran SA4 memiliki MWCO lebih kecil dari membran SA2 dan SA1. Membran yang dihasilkan memiliki struktur asimetrik. Kemampuan rejeksi terhadap larutan NaCl paling baik adalah membran SA4 yaitu 88,2% pada tekanan 1 bar. Semakin tinggi tekanan nilai rejeksi semakin rendah.

DAFTAR PUSTAKA

- A.K Ghosh, E.M.V. Hoek, 2009, Impact of support membrane structure and chemistry on polyamide-polysulfone interfacial composite membranes, *Journal Membrane Science*, 336:140-148
- C.A. Smolders, A.J. Reuvers, R.M. Boom, I.M.Wienk, 1992, Microstructure in phase inversion Membranes: Part 1. Formation of macrovoids, *Journal of Membrane Science*, Elsevier, 259-275
- G.R. Guillen, Y.J. Pan, M.H.Li, E.M.V. Hoek, 2011, Preparation and characterization of membrane by non solvent induced phase separation: are review, *Ind. Eng. Chem. Res.* 50:3798-3817



- H. Strachmann, K Kock, P. Amar and R. W Baker, 1975, The formation mechanism of asymmetric membranes, *Desalination*, 16: 179
- K.L. Tung, Y.L.Li, S. Wang, D. Nanda, C.C.Hu, C.L.Li.J.Y. Lai, J.Huang, 2010, Performance and effect of polymeric membranes on the dead- end microfiltration protein solution during filtration cycle, *Journal Membrane Science*, 352: 143-152
- K.Y.Lin, D.M.Wang, J.Y. Lai, 2002, Nonsolvent induced gelation and its effect on membrane morphology, *macromolecules*, 35:6697-6706
- M.M. Pendergast, E. M.V. Hoek, 2011, A review of water treatment membrane nanotechnologies, *Energy Environ, Science*, 4:1946-1971
- M.A Frommer & D. Lancet, 1972, Mechanism of Membrane Formation. Membrane Structure and their relation to preparation conditions, in H.K Lenadale and H.E Podall (Eds), *Reverse Osmosis Membranes Research*, Plenum Press, New York, 1972, p.85
- M.A Frommer & R.M Messalam, 1973, Mechanism of Membran Formation VI corrective flows and large void formation during membrane precipitation, *Ind Eng. Chem, Prod Res Dev*, 12:328
- N. Widjojo, T.S. Chung, M. Weber, C. Maletzko, V. Warzelhan, 2011, The role of sulphonated polymer and macrovoid-free structure in the support layer of thin film composite (TFC) forward osmosis (FO) membranes, *Journal Membrane Science*, 383: 214-223
- P.B. Kosaraju, K.K. Sirkar, 2008, Interfacially polymerized thin film composite membranes on microporous polypropylene supports for solvent-resistant nanofiltration, *Journal Membrane Science*, 321:155-161
- S.J.Yuan, Z.Wang, Z.H Qiao, M.M Wang, J.X. Wang, S.C Wang, 2011, Improvement of CO₂/N₂ separation characteristics of polyvinyl amine by modifying with ethylene diamine, *Journal Membrane Science*, 378:425-437.
- V Grobe and G Mann, 1968, Struktur bildung beim spinnen vom Polyacrylitrillosungen in wasserge Fallbader, *Faserforschung Textiltechn*, 19, 49
- Xinxia Tian, Zhi Wang, Song Zhan, Shichun Li, Jixiao Wang, Shichang Wang, 2014, The influence of the nonsolvent intrusion through the casting film bottom surface on the macrovoid formation, *Journal of Membran Science*, Elsevier, 464:8-19
- Z.F. Fan, Z. Wang. M.R. Duan, J.X. Wang, S.C. Wang, 2008, Preparation and characterization of polyaniline/polysulfone nanocomposite ultrafiltration membrane, *Journal Membrane Science*, 310:402-408.



2.2015 seminar bandung

ORIGINALITY REPORT

7%

SIMILARITY INDEX

6%

INTERNET SOURCES

3%

PUBLICATIONS

3%

STUDENT PAPERS

MATCH ALL SOURCES (ONLY SELECTED SOURCE PRINTED)

1%

★ vdocuments.site

Internet Source

Exclude quotes Off

Exclude matches Off

Exclude bibliography On