

Karakteristik Membran Selulosa Triasetat Yang Dipreparasi Secara Inversi Fasa Presipitasi Imersi

*Sofyana, Sri Aprilia, Mulkus Assaki
Jurusan Teknik Kimia, Universitas Syiah Kuala
*Email: sofyana71@yahoo.co.id

Abstract

Phase inversion is the most versatile technique which to prepare membranes that is microfiltration, ultrafiltration, nanofiltration and reverse osmosis. In the phase inversion technique in immersion precipitation, the membrane structure formed is affected by the type of solvent and the membrane structure will affect the performance. During the process of precipitation homogeneous polymer will form a solid comprising two parts of a non-porous dense layers layer forming a dense layer on the membrane surface and a porous structure forming a support layer at the bottom in this case an asymmetric structure formed membrane. This research was conducted in 2 stages of activity. First membrane manufacturing process with phase inversion method of cellulose triacetate 18% concentration, dimethyl sulfoxide solvent 82%, 75°C annealing temperature and 1 minute evaporation time. The changing variables are the operating pressure of 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 bar, the composition of the solvent (dimethyl sulfoxide): solvent (Water) = (0 : 10) is referred to as the M1 membrane and (2 : 8) is referred to as the M2 membrane. Membranes that have been made in the characteristics of permeability values and cloud point. The result showed that membrane M1 has permeability value 2,0588 L / m².h.bar, M2 membrane has permeability value 0,9009 L/m².h.bar. Cloud point point was reached in dope solution with coagulation bath 0: 10 after addition of solvent: non-solvent which is 1,870 gram, while point cloud point at dope solution with 2: 8 coagulation tube was reached in addition of solvent: non-solvent is 6,602 gram.

Keywords: asymmetric membrane, phase inversion, immersion precipitation, cellulose triacetate.

Abstrak

Inversi fasa adalah teknik yang banyak digunakan dalam pembuatan membran baik mikrofiltrasi, ultrafiltrasi, nanofiltrasi dan reverse osmosis. Pada teknik inversi fasa secara presipitasi imersi, struktur membran yang terbentuk dipengaruhi oleh jenis pelarut dan struktur membran akan mempengaruhi kinerja membran. Selama proses presipitasi larutan polimer yang homogen akan membentuk larutan padat yang terdiri dari dua bagian lapisan struktur rapat tidak berpori yang membentuk lapisan dense pada permukaan membran dan struktur berpori yang membentuk lapisan pendukung pada bagian bawah dalam hal ini membran yang terbentuk struktur asimetrik. Penelitian ini dilakukan dalam 2 tahap kegiatan. Pertama proses pembuatan membran dengan metode inversi fasa konsentrasi selulosa triasetat 18%, pelarut dimetil sulfoxide 82%, suhu annealing 75°C dan waktu evaporasi 1 menit. Variabel yang berubah adalah tekanan operasi 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 bar, komposisi bak koagulasi pelarut (dimetil sulfoxide) : non pelarut (Air) = (0 : 10) disebut sebagai membran M1 dan (2 : 8) disebut sebagai membran M2. Membran yang telah dibuat di karakteristik yaitu nilai permeabilitas dan cloud point. Hasil penelitian menunjukkan membran M1 memiliki nilai permeabilitas 2,0588 L/m².h.bar, membran M2 memiliki nilai permeabilitas 0,9009 L/m².h.bar. Titik cloud point tercapai pada larutan dope dengan bak koagulasi 0 : 10 setelah penambahan pelarut : non-pelarut yaitu 1,870 gram, sedangkan titik cloud point pada larutan dope dengan bak koagulasi 2 : 8 tercapai pada penambahan pelarut : nonpelarut yaitu 6,602 gram.

Kata kunci: membran asimetrik, inversi fasa, presipitasi imersi, selulosa triasetat

1. Pendahuluan

Inversi fasa yaitu proses dimana polimer dirubah dari fasa cair ke fasa padat melalui mekanisme pengontrolan tertentu. Proses perubahan fasa ini diawali dengan transisi fasa cair pembentukan membran dari satu fasa cair menjadi dua fasa cair (*liquid-liquid demixing*). Pada tahapan tertentu selama proses *demixing*, salah satu fasa cair mengalami pembekuan sehingga fasa padatan terbentuk. Dengan mengendalikan tahap awal perubahan fasa yang didapat menentukan morfologi membran dihasilkan. Proses inversi fasa terjadi dengan penguapan pelarut presipitasi, sehingga

penguapan dapat dikendalikan. Prinsip teknik inversi fasa didasarkan proses pembuatan membran mencakup dua fasa yaitu fasa cair dan fasa padat. Pada fasa padat membran memiliki dua lapisan karena dipengaruhi proses penguapan saat pencetakan. Kedua lapisan tersebut adalah lapisan aktif dan lapisan penyangga. Lapisan aktif yang berkontak dengan materi, lapisan ini yang selektif terhadap berbagai materi umpan, sedangkan lapisan penyangga digunakan untuk menyangga lapisan aktif [1]. Metode inversi fasa dengan presipitasi imersi yaitu mencetak larutan polimer pada penyangga kemudian dicelupkan di bak koagulasi yang

mengandung non-pelarut. Presipitasi terjadi disebabkan oleh pertukaran pelarut dengan non-pelarut [2]. Pemanasan (*annealing*) pada membran menyebabkan adanya penyesuaian dari pergerakan rantai-rantai polimer. Ketika membran selulosa asetat dipanaskan, pergerakan molekul dari rantai polimer menjadi lebih mudah sehingga mempengaruhi struktur morfologi membran yang dihasilkan. Selain itu, perlakuan pemanasan juga menurunkan *free volume* yang terbentuk dalam pembuatan membran, dikarenakan meningkatnya pergerakan pergerakan molekular dalam membran. Semakin sedikit jumlah *free volume* pada membran berakibat pada semakin kecil pori atau rongga yang terbentuk, sehingga membran semakin rapat [3]. Faktor yang berpengaruh pada morfologi dan kinerja membran dalam teknik inversi fasa yaitu pemilihan polimer, pemilihan pelarut dan non pelarut, komposisi larutan polimer, komposisi bak koagulasi, temperatur larutan polimer, dan waktu penguapan. [1].

Pada penelitian yang telah dilakukan menggunakan membran terbuat dari selulosa triasetat dengan metode inversi fasa. Kelebihan dari metode ini mudah dilakukan dan pembentukan pori-pori dapat dikendalikan serta berguna pada berbagai macam polimer. Pelarut yang digunakan untuk pembuatan membran selulosa triasetat yaitu *dimetil sulfoxide*.

2. Metode Penelitian

2.1 Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilakukan dari bulan Juli 2016 sampai November 2016 di Laboratorium Polimer Jurusan Teknik Kimia. Analisa dilakukan di Laboratorium instrumentasi Jurusan Teknik Kimia.

2.2 Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan adalah magnetic stirrer, flat kaca, aplikator, bak koagulasi, beker gelas, serangkaian modul membran, elemeyer 50 ml, hotplate, aluminium, thermometer, spektrofotometer, peralatan SEM, konduktometer, timbang analitik, wadah, stopwatch, water bath, bak pengendapan, kertas saring *whiment* 4.1 l/m².h. Bahan yang digunakan polimer selulosa triasetat, dimetil sulfoxide (DMSO), aqua distilled deionized, aquades, alum sulfat.

2.3 Metode Penelitian

2.3.1 Proses Pembuatan Membran

Pembuatan membran larutan cetak (*Dope*) dilakukan dengan mencampurkan selulosa triasetat kedalam pelarut DMSO, dengan konsentrasi selulosa triasetat 18 %. Campuran selanjutnya diaduk sampai terlarut sempurna pengadukan dilakukan menggunakan *magnetic stirrer* dengan putaran yang sesuai. Hasil pengadukan berupa larutan bening (transparan) yang selanjutnya disebut *dope*. Kemudian *dope* yang

terbentuk pada pengadukan masih mengandung butiran-butiran gelembung udara sehingga perlu dilakukan debubling. *Dope* dibiarkan berada pada kondisi mencapai suhu ruang. Selanjutnya *dope* dituang diatas flat kaca (proses *casting*) dan diratakan keseluruh permukaan kaca dengan menggunakan aplikator. Lapisan tipis terbentuk dibiarkan yang berada dengan suhu ruang selama 1 menit. Lapisan yang tertempel pada permukaan flat kaca dicelupkan di bak koagulasi berisi air murni yang berfungsi sebagai non pelarut (proses presipitasi). Proses ini dibiarkan hingga lapisan membran terlepas dari flat kaca. Membran selanjutnya dilakukan proses *annealing* pada suhu 75⁰C.

2.3.2 Karakteristik Membran

a. Penentuan permeabilitas (Lp)

Membran yang telah dihasilkan dilakukan uji nanofiltrasi menggunakan air murni atau deionized water untuk mengetahui gambaran fluks permeasi air murni.

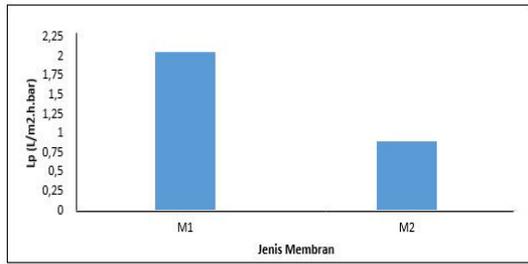
b. Pengujian Cloud Point

Disiapkan larutan *dope* dengan konsentrasi polimer 18% diuji transmittan dari larutan blanko. Kemudian diuji transmittan dari larutan *dope* awal. Selanjutnya ditambahkan DMSO dengan Aquades dengan bak koagulasi 0 : 10 dan 2 : 8 kedalam larutan *dope* dengan ketelitian gram. Diaduk kembali hingga campuran homogen. Selanjutnya diuji transmittan dari campuran. Diulangi langkah tersebut hingga terbentuk campuran berwarna putih.

3. Hasil Dan Pembahasan

a. Penentuan Koefisien Permeabilitas Air Murni

Penentuan nilai fluks dan koefisien permeabilitas dilakukan melewati air murni terhadap membran yang diuji. Dalam pengukuran fluks terdapat proses kompaksi, nilai fluks untuk masing-masing tekanan operasi diperoleh dengan membagi *gradient* kurva volume permeat terhadap waktu dengan keadaan konstan pada luas permukaan membran [4]. Koefisien permeabilitas faktor penentu karakteristik membran dan dapat diperoleh dari slop grafik fluks terhadap tekanan operasi [5]. Nilai permeabilitas untuk mengetahui efektivitas dari suatu membran dan menentukan hubungan antara permeabilitas dengan perselektivitas karena semakin besar nilai permeabilitas dan perselektivitas dari suatu membran maka membran tersebut memiliki kinerja yang baik. Oleh sebab itu, permeabilitas dan selektivitas membran ditentukan dapat mengetahui kinerja optimal [6]. Pada penelitian ini tekanan yang diberikan untuk pengujian kedua membran M1 dan M2 yaitu 1; 2; 3 ; 4 ; 5 ; 6 ; dan 7 bar.



Gambar 1. Hubungan antara jenis membran M1 dan M2 dengan koefisien permeabilitas.

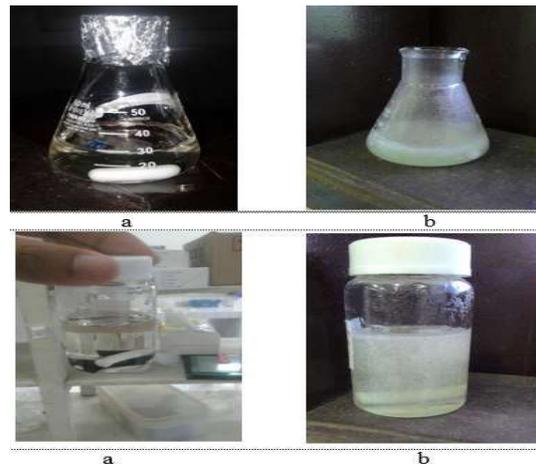
Gambar 1 menampilkan hubungan antara jenis membran dengan koefisien permeabilitas, dimana pada tekanan yang diberikan menghasilkan jumlah fluks semakin besar yang diperoleh. Nilai fluks air murni tertinggi dihasilkan oleh membran M1 pada tekanan 7 bar yaitu 5.004 ml/m².s. Pada tekanan 1, 2, 3, 4, 5, 6 bar dari hasil pengujian fluks yang diperoleh yaitu 1.484; 2.054; 3.597; 3.904; 4.450; 4.614 ml/m².s. Sedangkan nilai fluks air murni yang dihasilkan oleh membran M2 pada tekanan 7 bar yaitu 3.053 ml/m².s lebih rendah, jika dibandingkan membran M1. Pada tekanan 1, 2, 3, 4, 5, 6 bar dari hasil pengujian fluks yang diperoleh yaitu 1.438; 1.911; 2.144; 2.339; 2.330; 3.013 ml/m².s.

Dari hasil pengujian fluks diperoleh permeabilitas membran M1 yaitu 2,0588 L/m².h.bar dan membran M2 yaitu 0,9009 L/m².h.bar. Berdasarkan Mulder (1996) dapat diketahui membran yang sudah dibuat merupakan membran nanofiltrasi ditunjukkan pada membran M1 memiliki kisaran nilai fluks yaitu 1,40 sampai dengan 12 L/m².jam. Sedangkan membran M2 masuk pada kisaran nilai fluks reverse osmosis yaitu 0,05 sampai dengan 1,40 L/m².jam.

Permeabilitas air murni dihasilkan oleh membran M2 lebih kecil, jika dibandingkan membran M1. Hal ini dikarenakan waktu penguapan pada bak koagulasi mengakibatkan peningkatan konsentrasi polimer bagian atas lapisan membran yang menyebabkan pori membran menjadi lebih kecil atau *dense*. Terlebih lagi lapisan ini dapat terhambatnya kecepatan pertukaran sisa pelarut dan non pelarut yang melewati permukaan membran selama proses imersi dalam bak koagulasi yang berlangsung. Fenomena ini yang menjadi penyebab pembentukan membran dengan ukuran pori lebih kecil, sehingga menghasilkan nilai fluks lebih kecil [8;9]. Proses *delay demixing* atau *instantaneous demixing* dapat mempengaruhi morfologi membran. *Delay demixing* mengarah ke pembentukan struktur membran yang padat. Sedangkan, *instantaneous demixing* dengan perubahan lebih cepat dan inversi fasa pada bak koagulasi terjadi dengan periode waktu yang lebih singkat [10]. Waktu penguapan pelarut sangat mempengaruhi karakteristik membran, semakin lama waktu penguapan akan didapatkan membran dengan kekuatan yang lebih kuat dan dapat menghasilkan membran dengan pori yang rapat, larutan polimer yang masih berbentuk cair bergerak mengisi pori sehingga menghasilkan pori-pori lebih rapat [11].

3.2 Cloud Point

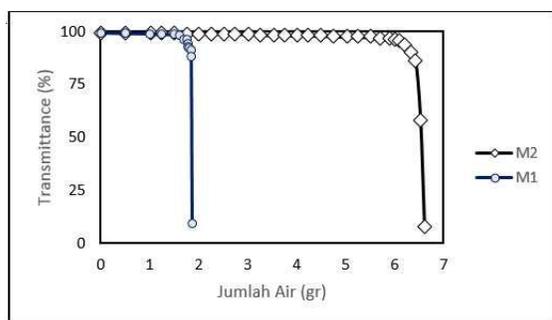
Proses pembuatan membran dengan menggunakan metode inversi fasa dibutuhkan tiga komponen material agar polimer dapat tersolidifikasi. Komponen tersebut diantaranya polimer sebagai material utama pembentuk membran, pelarut untuk melarutkan polimer, dan nonpelarut yang membantu proses pemisahan fasa dan solidifikasi membran [12;14;15]. Pada proses pembuatan membran, komposisi polimer dan pelarut dapat ditentukan sesuai dengan karakteristik membran, sementara komponen ketiga (non-pelarut) secara alami mengikuti titik kesetimbangan tiga fasa dari larutan *dope* [15]. Jumlah non-pelarut yang dibutuhkan dapat ditentukan melalui pengujian titik embun (*cloud point*) larutan *dope*. Kondisi larutan *dope* saat mencapai titik *cloud point* ditandai dengan berubahnya warna larutan dari bening transparan menjadi putih awan (13;15; 16).



Gambar 2. Pengujian *cloud point* untuk bak koagulasi pelarut : nonpelarut 0 : 10 dan 2 : 8

Gambar 2 menunjukkan perubahan terjadi pada larutan *dope* pada saat penambahan non-pelarut dilakukan secara bertahap. Setiap penambahan non-pelarut, larutan diaduk sampai homogen, kemudian dibaca transmisinya dengan digunakan spektrofotometer UV-VIS. Penambahan non-pelarut dilakukan berulang-ulang hingga dicapai titik embun (*cloud point*) yang ditandai dengan berubahnya warna larutan *dope* menjadi putih awan. Pengadukan dan pengukuran transmisi cahaya dapat dilakukan berulang-ulang sampai diperoleh larutan polimer tidak dapat kembali larut sempurna. Dimana larutan yang tidak lagi homogen dan warna tidak transparan. Jika kondisi tersebut tercapai, berarti titik beku larutan polimer sudah diperoleh dan penambahan pelarut dengan non-pelarut bisa dihentikan [13].

Hubungan antara jumlah pelarut dan non pelarut dengan variasi bak koagulasi 0 : 10 dan 2 : 8 terhadap persen transmittan ditunjukkan pada Gambar 3 berikut:



Gambar 3. kurva penetrasi cahaya UV-VIS Spectrofotometer 670 nm untuk larutan *dope* dengan penambahan pelarut dan non pelarut dengan variasi bak koagulasi 0 : 10 dan 2 : 8

Gambar 3 menunjukkan hasil pembacaan penetrasi cahaya oleh alat UV-VIS spektrofotometer terhadap larutan *dope* dengan penambahan non-pelarut hingga mencapai kondisi pemisahan fasa. Pada larutan *dope* dengan koagulasi 0:10 nilai pembacaan transmittan turun dengan cepat setelah penambahan non-pelarut 1.870 gram. Penambahan sejumlah non pelarut dalam larutan *dope* menyebabkan larutan yang terbentuk padatan (membeku) yang ditandai perubahan warna larutan polimer menjadi putih berkabut, sehingga menyebabkan persen transmittan turun tajam menuju sumbu x. Titik belok dari kondisi yang stabil menuju arah sumbu x menunjukkan bahwa *cloud point* telah tercapai. Terbentuknya *cloud point* ini menunjukkan jumlah air maksimum yang dibutuhkan oleh sistem polimer agar dapat terjadinya pemisahan fasa dan membentuk padatan menjadi membran [13]. Sedangkan larutan *dope* dengan koagulasi 2 : 8 nilai pembacaan transmittan turun dengan penambahan pelarut dan non-pelarut 6.602 gram. Hal ini dikarenakan kesesuaian yang lebih baik antara pelarut dengan non-pelarut tersebut, sehingga proses pemisahan fasa antar dua cairan sulit terjadi [17].

4. Kesimpulan

Penambahan pelarut dan non pelarut dengan variasi bak koagulasi 0 : 10 dan 2 : 8 akan mempengaruhi oermeabilitas membrane dan titik cloud point.. Penambahan pelarut dalam bak koagulasi memberikan pengaruh terhadap struktur membran terbentuk dapat dilihat dari nilai permeabilitas membran M1 yaitu 2,0588 L/m².h.bar. Sedangkan permeabilitas membran M2 yaitu 0,9009 L/m².h.bar. Titik *cloud point* tercapai setelah penambahan pelarut dan non-pelarut dengan variasi bak koagulasi 0 : 10 sebanyak 1,870 gram. Sedangkan penambahan pelarut dan non-pelarut dengan variasi bak koagulasi 2 : 8 titik cloud point tercapai yaitu 6,602 gram.

Daftar Pustaka

[1] Wenten, I.G. 2000. *Teknologi Membran Industri*. ITB: Bandung.

[2] Natalia, S., Tokok, A., Atie, S. 2003. Sintesis dan Optimasi Membran Selulosa Asetat Pada Proses Mikrofiltrasi Bakteri. *Unitas*. 29–45.

[3] Joko, S., Cahya, D., Tutuk, D. 2013. Peningkatan Kinerja Membran Selulosa Asetat untuk Pengolahan Air Payau dengan Modifikasi Penambahan aditif dan Pemanasan. *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri*, 2(3): 96–108.

[4] Bhongsuwan, D., Bhongsuwan, T., Nasuwan, J. 2002. Membrane Test Cell And Perfoemence Test With Laboratory–Made And Commercial Membrane, *Journal Science and Technology*. 24: 999–1007.

[5] Aprilia, S. 2006. *Pembuatan Membran Komposit Khitosan-Selulosa dari Limbah Kulit Kepala Udang*. Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik. Universitas Syiah Kuala: Banda Aceh.

[6] Rahayu, I., Liamita, C. 2013. *Pembuatan dan Karakterisasi Memnbran Mikropori Polipropilena Menggunakan Teknik Template Leacing*. Jurusan Kimia, FMIPA. Universitas Padjadjaran: Surakarta.

[7] Mulder, M. 1996. *Bacic Principles of Membrane Technology*. Netherland: Kluwer Academic Publisher.

[8] Li, G. 2009. An experimental investigation of evaporation time and the relative humidity on a novel positively charge ultrafiltration membrane via dry-wet phase inversion. Elsevier. *Journal of Membrane Science*. 326, 168–177.

[9] Soroko, Iwona. 2011. *The Effect of Membrane Formation Parameters on Performance of Polyimide Membrane For Organic Solvent Nanofiltration*. Elsevier. *Journal of Membrane Science*. 386: 163–171.

[10] Mohammadi, T., Saljoughi, E. 2009. Effect of production conditions on morphology and permeability of asymmetric cellulose acetate membranes. *J. Membrane Sci*. 326: 627–634.

[11] Muliawati, E.C. 2012. *Pembuatan dan Karakterisasi Membran Nanofiltrasi Untuk Pengolahan Air*. Tesis. Magister Teknik Kimia-UNDIP. Semarang.

[12] Anwar, K. 2006. *Variasi Komposisi Casting Dalam Metode Inversi Fasa Proses Membran Selulosa Triasetat*. Fakultas Teknologi Pertanian. ITB. Bogor.

[13] Arahman, N. 2012. Konsep Dasar Proses Pembuatan Membran Berpori dengan Metode Non-Solvent Induced Phase Separation – Penentuan Cloud Point dan Diagram Tiga Fasa, *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan*. 9(2): 68–73.

[14] Lewis, R.J. 1993. *Hawley's Condensed Chemical Dictionary 12th Edition*. Van Nostrand Reinhold Company. New York.

[15] Arahman, N., Aprilia, S., Maimun, T. 2014. Studi Solidifikasi Polietersulfon Dalam Pelarut N-Metil, 2-Pirrolidon dengan Aditiv Polyvinyl Pyrrolidone dan 2 (Methacryloyloxy) Ethyl

- Phosphoryl Choline. *Jurnal Teknik Kimia USU*. 3 (3).
- [16] Ishigami, T., Nakatsuka, K., Ohmukai, Y., Kamio, E., Maruyama, T., and Matsuyama, H. 2013. Solidification Characteristics of Polymer Solution During Polyvinylidene Fluoride Membrane Preparation by Non-Solvent-Induced Phase Separation. *Journal Membrane Science*, 438: 77–82.
- [17] Fu, X., Matsuyama, H., Teramoto, M., and Nagai, H. 2005. Preparation of hydrophilic poly(vinyl butyral) hollow fiber membrane via thermally induced phase separation, *Separation and Purification Technology*, 45: 200–207.