

Pembuatan dan Karakterisasi Membran Zeolit

Hens Saputra dan Moch. Rosjidi

Pusat Pengkajian dan Penerapan Teknologi Industri Proses
Deputi Bidang Teknologi Industri Rancang Bangun dan Rekayasa
Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi

ABSTRAK

Membran zeolit tipe MFI telah dapat dibuat pada support berupa alpha alumina yang memiliki struktur asimetri dengan ukuran diameter pori pada bagian paling atas sebesar 0.1 μm . Metodologi yang digunakan adalah dengan proses hidrothermal menggunakan larutan koloidal silika dengan komposisi dalam prosen berat 3% SiO_2 , 0.04% Al_2O_3 , 0.4% Na_2O dan NaOH 4N pada temperatur 303 K. Karakterisasi membran yang dihasilkan dilakukan menggunakan scanning electron microscope (SEM), X-ray diffraction (XRD), Energy Dispersive X-ray Spectrofotometer (EDX) dan gas permeation menggunakan beberapa gas murni seperti karbon dioksida, metana, n-butana dan i-butana. Hasil pengamatan dengan SEM menunjukkan lapisan membran zeolit MFI pada bagian atas support alpha alumina adalah setebal 20 μm . Analisis dan mapping dengan EDX diketahui bahwa membran zeolit tidak hanya berada di bagian atas support saja, tetapi terjadi komposit zeolit MFI dengan alumina pada bagian dalam support. Berdasarkan hasil test gas permeation, permeance gas nitrogen akan meningkat seiring dengan peningkatan temperatur. Rasio permeance antara n-butana dan i-butana adalah sekitar 60. Uji pemisahan simulasi campuran gas n-butana dan i-butana dilakukan pada temperatur 300 K, 340 K dan 380 K menggunakan metode pervaporation dengan memanfaatkan gas helium sebagai inert yang berfungsi sebagai sweep gas untuk dianalisis menggunakan kromatografi gas yang dipasang secara on line. Flux gas yang melewati membran diukur dengan flow meter. Selektivitas gas n-butana/i-butana pada temperatur 300 K adalah sebesar 62, dapat menurun bila temperatur ditingkatkan.

Kata Kunci: Membran zeolit, selektivitas gas

ABSTRACT

The zeolite membrane of MFI could be synthesized on alpha alumina support having an asymetri structure and a pore diameter of top layer being about 0.1 μm . In this experiment, the method performed was a hydrothermal process being done at temperature 303 K by using Silica colloidal with the the composition of 30% SiO_2 , 0.04% Al_2O_3 , 0.4% Na_2O and NaOH 4N. The Membranes produced were characterized by scanning electron microscope (SEM), X-ray diffraction (XRD), X-ray diffraction (XRD), Energy Dispersive X-ray Spectrofotometer (EDX) and gas permeation, which use some pure gases such as carbon dioksida, methane, n-butane and i-butane. Based on the SEM observation, the top layer of MFI zeolite membrane produced was about 20 μm . The Analysis and mapping by using EDX showed that the zeolite membane was formed on top and inside of the support. Based on the gas permeation test, the permeance of nitrogen increased while the temperature encreased, and the result showed that the permeance ratio of n-butane/i-butane was about 60. Meanwhile, the selectivity of n-butane/i-butane at 300 K was 62. The simulation test of gas separation was performed by applying the mixture of n-butane and i-butane as a model and the temperature variation of 300 K, 340 K and 380 K. In this case, the Test used a pervaporation methode in which helium as inert gas (i.e. sweep gas) and on line analysis by using gas chromatography. The Flux of gas being through the membrane was measured by flow meter. The Selectivity of the mixture of n-butane and i-butane at temperature 300 K obtained was 62, and its selectivity decreased while the temperature increased.

Kata Kunci: Zeolite membrane, gas selektiviti

PENDAHULUAN

Dalam suatu industri, proses pemisahan dan pemurnian (*separation and purification*) adalah merupakan bagian proses yang sangat penting. Dengan dikuasainya teknologi proses pemisahan dan pemurnian tersebut akan dapat meningkatkan nilai tambah dan nilai ekonomi produk karena harga produk yang lebih murni bisa berlipat ganda bila dibandingkan dengan *crude product*. Salah satu alternatif proses pemisahan tersebut adalah dengan menggunakan teknologi membran yang mampu melakukan proses pemisahan yang sulit dilakukan dengan metode lainnya. Kelebihan yang lainnya adalah bentuk peralatan yang kompak sehingga praktis dan tidak membutuhkan tempat yang luas. Selain itu prosesnya dapat dilakukan pada temperatur yang rendah.

Manusia mengenal membran sudah sejak beberapa abad yang lalu. Pada mulanya diketahui adalah membran alamiah yang terdapat pada manusia, hewan dan tumbuh-tumbuhan. Membran alamiah tersebut berfungsi antara lain untuk memisahkan zat-zat tertentu dalam rangka melindungi isi sel terhadap pengaruh lingkungan. Kemudian manusia berhasil membuat membran sintesis.

Berdasarkan bahan baku yang digunakan pada proses pembuatannya, membran dapat dikelompokkan menjadi membran organik dan membran anorganik. Membran organik adalah membran yang dibuat dari bahan-bahan organik seperti polimer, komposit organik, dll. Sedangkan membran anorganik adalah membran yang dibuat dari bahan-bahan seperti logam, gelas, keramik, dsb. Dalam sejarah perkembangan teknologi membran, membran organik sudah lebih dahulu dikembangkan dan diaplikasikan pada skala komersial, karena proses pembuatannya yang lebih mudah dan lebih murah bila dibandingkan dengan membran anorganik. Bahan-bahan polimer adalah merupakan material yang memiliki sifat-sifat yang sangat dekat

dengan membran alamiah. Tetapi masih terdapat kekurangan pada membran organik tersebut, antara lain tidak tahan terhadap temperatur yang tinggi, mudah rusak oleh pelarut organik dan bahan kimia. Sementara itu membran anorganik memiliki kestabilan yang tinggi terhadap temperatur yang tinggi, pelarut organik dan bahan kimia yang bersifat asam maupun basa. Dengan pertimbangan kelebihan membran anorganik tersebut, maka banyak peneliti yang berupaya mengembangkan teknik pembuatan membran anorganik serta aplikasinya pada berbagai bidang. Salah satu material yang menarik untuk dijadikan sebagai bahan baku membran anorganik adalah zeolit.

Karakteristik Zeolit sebagai Material Membran

Zeolit sebagai bahan baku membran memiliki kemampuan adsorpsi dan pemisahan molekuler yang sangat selektif. Ukuran pori zeolit adalah beragam, dipengaruhi oleh jenis zeolit, keberadaan kation dan proses pengolahannya seperti kalsinasi, *leaching*, dsb. Zeolit dikenal juga sebagai *molecular sieve* karena proses pemisahan yang terjadi pada lubang porinya ditentukan oleh ukuran molekul bahan yang dipisahkan.

Berdasarkan ukuran porinya, zeolit dapat diklasifikasikan menjadi tiga kelompok utama, yaitu :

- a. Zeolit dengan pori kecil (*small pore zeolite*). Yang termasuk kelompok *small pore zeolite* adalah zeolit yang memiliki diameter pori kurang dari 0,45 nm, antara lain zeolit A (LTA).
- b. *Medium pore zeolite*
Yaitu kelompok zeolit yang mempunyai diameter pori antara 0.45 sampai 0.55 nm. termasuk dalam kelompok zeolit ini antara lain ZSM-5, *silicalite* (MFI).
- c. Zeolit berpori besar. Zeolit yang memiliki diameter pori lebih dari 0.55 nm dapat dikelompokkan dalam jenis zeolit berpori besar. Termasuk dalam

kelompok ini antara lain zeolit X, Y (FAU) dan *mordenite* (MOR).

Posisi zeolit jenis MFI sebagai medium pore zeolite material dan beberapa jenis zeolit lainnya dengan berbagai dimensi pori dilengkapi dengan beberapa contoh molekul ditampilkan pada gambar 1.

Proses Pembuatan Membran Zeolit (MFI)

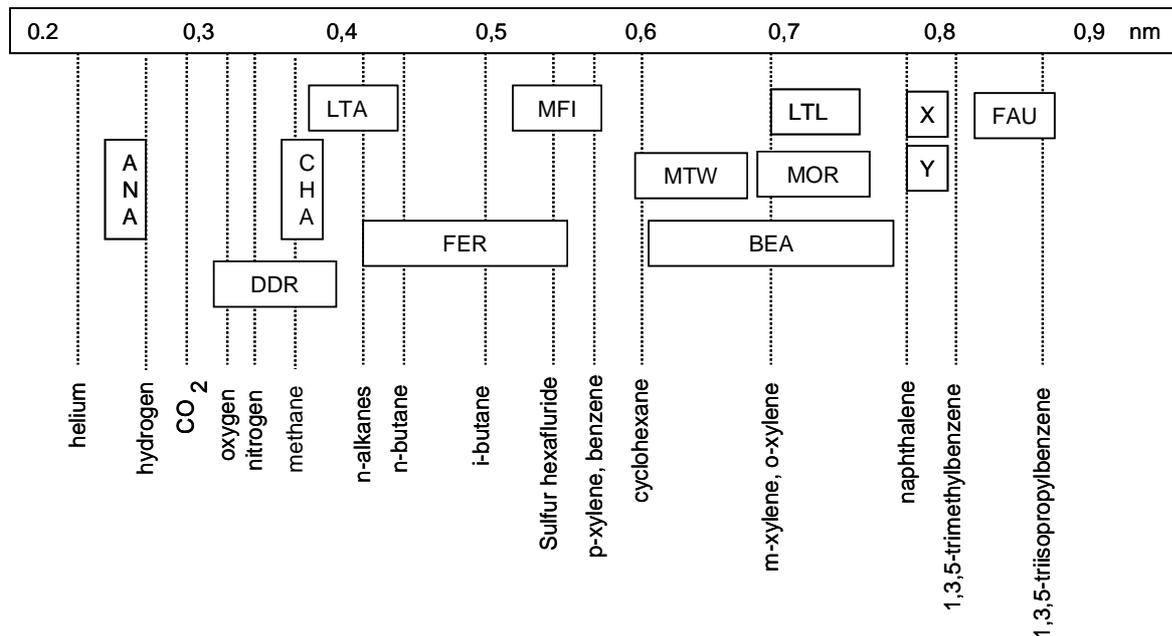
1. Metodologi Pembuatan Membran

Membran zeolit MFI dibuat pada *support* alpha alumina asimetrik dengan diameter pori pada bagian paling atas adalah 100 nm diperoleh dari NGK Insulator Co. Ltd. Bahan yang digunakan untuk membuat membran MFI adalah koloidal silika dengan komposisi prosen berat 30% SiO₂, 0.04% Al₂O₃, 0.4% Na₂O dan NaOH. Sebagai *template* digunakan kation

tetrapropylammonium (TPA). Blok diagram proses pembuatan membran zeolit MFI pada penelitian ini dapat dilihat pada gambar 2.

2. Karakterisasi

Uji morfologi membran dilakukan menggunakan *X-ray diffraction* (XRD) dan pengamatan dengan *Scanning electron microscope* (SEM). Dilakukan pula uji gas permeasi menggunakan beberapa gas murni antara lain helium, nitrogen, oksigen, karbon dioksida, n-butana dan i-butana. Uji coba pemisahan campuran gas n-butana dan i-butana dilakukan pada beberapa temperatur, yaitu 300 K, 340 K dan 380 K dengan memanfaatkan gas inert helium yang berfungsi sebagai *carrier* pada metode *sweep gas*. Peralatan dihubungkan dengan kromatografi gas. Prinsip pemisahan campuran gas-gas tersebut dapat dilihat pada Gambar 3.

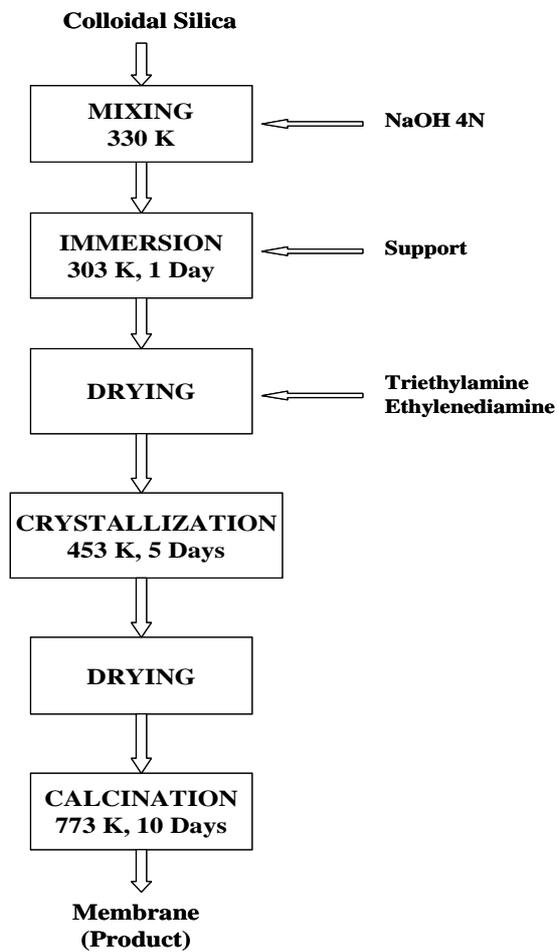


Gambar 1. Dimensi pori beberapa zeolit dan contoh molekul

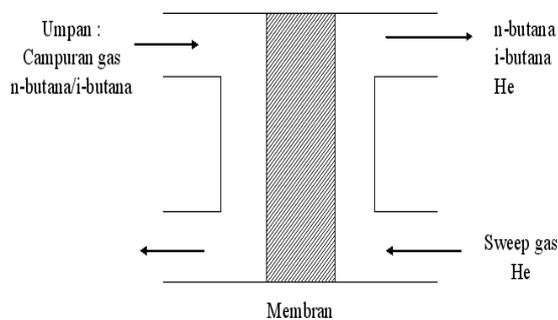
Gambar 3 menjelaskan tentang proses pemisahan campuran gas yang dilakukan pada penelitian ini. Umpan berupa simulasi campuran gas n-butana dan i-butana dengan perbandingan konsentrasi fifty-fifty dimasukkan melalui sisi umpan

membran. Sementara itu pada bagian lain dari membran dialirkan gas carrier yang bersifat inert yang berfungsi untuk membawa gas-gas yang melewati membran menuju peralatan analisa.

Dalam hal ini digunakan gas kromatografi yang dipasang secara online.



Gambar 2. Blok diagram proses pembuatan membran zeolit (MFI)

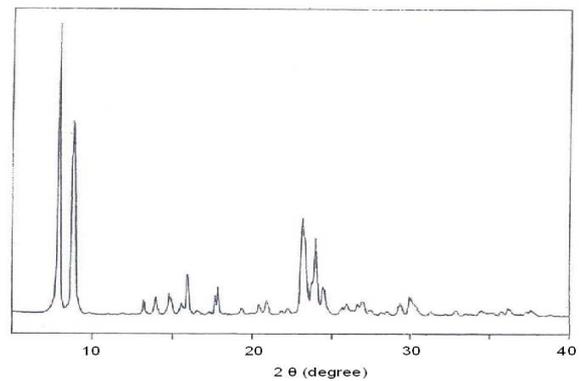


Gambar 3. Prinsip pemisahan campuran gas N-Butana dan I-Butana menggunakan Sweep Gas.

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Morfologi Membran

Hasil analisis XRD membran zeolit MFI dapat dilihat pada gambar 4. Berdasarkan grafik XRD tersebut dapat diketahui keberadaan struktur MFI pada membran yang dihasilkan. Adanya struktur zeolit tersebut diperkuat dengan pengamatan membran zeolit yang dihasilkan pada support alpha alumina melalui SEM, hasil fotonya dapat dilihat pada gambar 5. Foto SEM tersebut memperlihatkan adanya struktur zeolit MFI tetapi tidak dapat mengamati lebih mendalam pada struktur mikroporusnya, karena keterbatasan kemampuan alat yang digunakan. Ukuran partikelnya diperkirakan sekitar 20 μm .



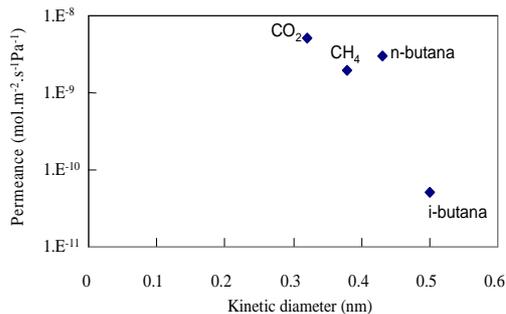
Gambar 4. Grafik XRD membran zeolit MFI



Gambar 5. Foto SEM permukaan membran zeolit MFI

2. Gas Permeasi

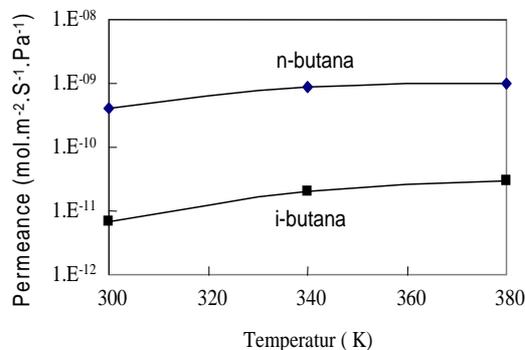
Hasil uji gas permeasi beberapa gas murni pada membran zeolit MFI dapat dilihat pada gambar 6. Berdasarkan data uji gas permeasi tersebut terlihat bahwa semakin besar diameter kinetik suatu gas maka permeasi gas-gas tersebut melalui membran cenderung untuk menurun.



Gambar 6. Diameter beberapa gas murni dan permeance pada membrane zeolit MFI.

3. Pemisahan Campuran Gas

Hasil pemisahan campuran gas n-butana dan i-butana dengan variasi temperatur dapat dilihat pada gambar 7. Dari gambar tersebut dapat diketahui bahwa semakin tinggi temperatur proses pemisahan menggunakan membran zeolit MFI untuk campuran dua gas n-butana dan i-butana maka cenderung untuk semakin meningkat pula permeance-nya atau flux gas-gas tersebut akan semakin besar, tetapi terlihat adanya penurunan selektifitasnya.



Gambar 7. Grafik permeance gas N-Butana dan I-Butana pada berbagai temperatur

KESIMPULAN

Membran zeolit MFI dapat dibuat pada media alpha alumina yang memiliki struktur asimetri dengan proses hidrothermal dan dilanjutkan dengan *solid gel conversion*. Terbentuknya struktur zeolit MFI tersebut diidentifikasi dengan XRD dan pengamatan melalui SEM. Pada uji gas permeasi diketahui bahwa rasio permeance antara n-butana dan i-butana adalah sekitar 60. Sedangkan ujicoba pemisahan campuran kedua gas tersebut menghasilkan selektivitas gas n-butana/i-butana sebesar 62 pada temperatur 300 K, terjadi peningkatan permeance bila temperatur ditingkatkan, tetapi selektivitasnya menurun.

DAFTAR PUSTAKA

- Burggraaf, A. J., and L. Cot, *Fundamentals of Inorganic membrane science and technology*, Elsevier Science B. V., 1996.
- Dyer, A., *An introduction to zeolite molecular sieves*, John Wiley & Sons, UK, 1988.
- Fendler J. H., *Membrane mimetic chemistry*, John Wiley & Sons, 1982.
- Karge H. G., *Structures and structure determination, Molecular sieves 2*, Spriger, German, 1999.
- Karge H. G., J. Weitkamp, *Molecular sieves science and technology*, Volume 1, Spriger, German, 1999.
- Matsufuji T., *Characterization and permeation properties of zeolitic membranes synthesized by vapor-phase transport method*, Osaka University, Japan, 2000.
- Nishiyama N., K. Ueyama and M. Matsukata, Synthesis of FER membrane on an alumina support and its separation properties, *Stud. Surf. Sci. Catal*, 105, 1996.
- Nishiyama, N., T. Matsufuji, K. Ueyama and M. Matsukata, *FER membrane synthesized by vapor-phase transport method: its structure and separation characteristics*, *Microporous Mater.*, 12, 1997

