



Sintesis dan Karakterisasi Membran untuk Proses Ultrafiltrasi

Sri Aprilia¹, Amri Amin²

¹Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik, Universitas Syiah Kuala

²Fakultas Teknik, Universitas Abulyatama

Email: sriaprilial@yahoo.com

Abstract

Asymmetric ultrafiltration (UF) membranes were prepared from three kinds of polymer namely polyacrylonitrile (PAN), polysulfone (PS), and cellulose acetate (CA) by phase inversion method. Water was used as non-solvent. These membranes were characterized for ultrafiltration membranes i.e measurement of solvent permeability (L_p), Molecular Weight Cut Off membranes (MWCO) with various molecular weight of solute dextran, and morphology of the membrane by Scanning Electron Microscopy (SEM). SEM analysis includes surface area and cross section area. Membranes with polymer low concentration 10% as PAN-1, PS-1 and CA-1 have the larger L_p from PAN-2, PS-2, and CA-2 that have concentration 15% for the same type of polymer. These occur because of the larger pore membrane than high concentration of polymer. SEM analysis showed a homogeneous distribution in the surface membrane and pore of membran like sponge structure from cross section area. Membranes CA-1, CA-2, PS-1 and PS-2 have Molecular Weight Cut off (MWCO) for the solute dextran 40000 Da. For PS-1 and PS-2 membranes have MWCO of dextran above 20000 Da.

Keywords: ultrafiltration membrane, solvent permeability coefficient, MWCO, membrane morphology

1. Pendahuluan

Teknologi membran telah banyak digunakan terutama dalam proses pemisahan karena proses yang menggunakan membran adalah lebih cepat, efisiensi dalam menggunakan energi dan tidak terjadi perubahan fasa dalam larutan yang dipisahkan (Idris dkk, 2007). Saat ini, proses ultrafiltrasi telah digunakan sebagai salah satu media dalam proses pemisahan partikel dalam larutan. Aplikasi membran teknologi tumbuh dengan cepat dalam bidang farmasi, kimia, kertas, semi konduktor dan industri susu (Idris dkk., 2007; Nunes dkk., 1995) dan juga dalam pengolahan air minum untuk memisahkan makro solut, koloid dan mikroorganisme.

Umumnya membran ultrafiltrasi adalah asimetrik dengan lapisan kulit atas yang tipis dan penyangga bawah yang mempunyai pori yang lebih besar dari lapisan atas, sehingga mempunyai kekuatan mekanik yang baik. Untuk mendapatkan membran yang memiliki sub-layer dan untuk mendapatkan pembentukan struktur membran yang asimetrik telah diperkenalkan oleh Loeb and Sourirajan dengan menggunakan metoda infersi fasa. Begitu banyak peneliti saat ini telah mengembangkan bagaimana mekanisme pembentukan membran asimetrik. Tujuan yang paling penting dalam teknologi membran adalah untuk mengontrol struktur membran yang akan mempengaruhi kinerja membran.

Pembentukan pori membran yang asimetrik sangat dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya adalah penggunaan pelarut, non-pelarut dan juga aditif. Pemilihan polimer yang tepat juga sangat mempengaruhi kinerja membran dalam pemisahan yang ingin dilakukan. Begitu juga terhadap jenis polimer yang digunakan, yaitu hidrofilik atau hidrofobik polimer. Masalah yang sangat serius dalam proses pemisahan dengan membran adalah *fouling*, karena adsorpsi solut pada permukaan akan menyumbat pori-pori membran (*pore blocking*). Fenomena ini telah banyak dilakukan untuk mengontrol kejadian di atas. Adsorpsi solut juga termasuk interaksi hidrofobik dan membran hidrofobik sangat rentan untuk terjadinya *fouling*. Namun demikian membran hidrofobik masih sangat berguna dalam ultrafiltrasi karena mempunyai ketahanan terhadap stabilitas kimia dan termal.

Ada beberapa polimer yang dapat digunakan untuk membran ultrafiltrasi, seperti poliester sulfon, polisulfon, selulosa asetat, poliakrilonitril atau paduan antar polimer sebagai polimer blend dan lain sebagainya. Polimer ini ada yang bersifat hidrofilik dan ada hidrofobik. Selulosa asetat adalah salah satu membran hidrofilik, mempunyai laju peyerapan air yang tinggi, ketahanan listrik yang tidak baik, dan daya tahan panas dan kimia terbatas. Sifat ketahanan terhadap air meningkat dengan naiknya derajat asetilasi

dan kekuatannya dapat bertahan sampai 60°C dan spesifik grafiti berkisar antara 1,27 – 1,34. Dalam pembuatan membran selulosa asetat, formamida berfungsi sebagai aditif yaitu memperbanyak atau menambah pori-pori membran dengan membentuk gelembung pada membran dan menambah kekuatan mekanik membran (Mulder, 1996). Polimer turunan aromatik polisulfon biasa digunakan untuk membran ultrafiltrasi karena mempunyai rentang yang besar terhadap temperatur, pH dan ketahanan terhadap klorin. Polisulfon adalah suatu produk polimer yang dihasilkan dari reaksi *di-p-dichlorodiphenyl sulfone* dengan garam sodium dari *bisphenol-A* yang bersifat hidrofobik. Chaturvedi dkk., 2001 telah membuat dan melakukan karakterisasi dan kinerja terhadap polietersulfon untuk membran ultrafiltrasi. Poliakrilonitril dikenal dengan nama orlon, dan digunakan sebagai karpet dan pakaian "rajutan". Ikatan rangkap pada karbon dalam monomer berubah menjadi ikatan tunggal, dan berikatan dengan atom karbon lain membentuk polimer. Poli-akrilonitril bersifat hidrofobik. Pemilihan polimer sebagai bahan membran tergantung kepada larutan solut yang akan digunakan untuk pemisahan.

Kinerja membran ditentukan terhadap selektifitas dan fluks membran seperti ukuran pori dan rejeksi. Batasan ukuran pori untuk membran ultrafiltrasi adalah 1-100 nm (Matsuura, 1994). Menentukan distribusi ukuran pori membran ultrafiltrasi adalah salah satu kunci dalam memperkirakan dan menginterpretasikan rejeksi dari perbedaan jenis molekul (Mehta dan Zydny, 2006; Madaeni dkk., 2006). Selektifitas membran ultrafiltrasi biasanya dilakukan dengan mengkaraktirisasikan molecular weight cut off (MWCO). Oleh karena itu, MWCO tidak memberikan informasi tentang distribusi ukuran pori membran atau struktur pori. Untuk alasan ini, teknik imajinasi mikroskopis dari permukaan membran dapat digunakan dalam menentukan distribusi ukuran pori membran dan memprediksi selektifitas membran. Penelitian ini mempelajari pembuatan membran dan karakterisasi terhadap membran selulosa asetat, poliakrilonitril dan polisulfon. Pembuatan membran ultrafiltrasi ini menggunakan metoda inversi fasa. Karakterisasi membran dilakukan meliputi permeabilitas pelarut, MWCO dan struktur pori membran dengan *scanning electron microscopy* (SEM).

2. Bahan dan Metodologi

2.1 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah selulosa asetat (CA) merk *Bratako Chemica*, polisulfon (PS) dan Poliakrilonitril (PAN) merk Alderich, dimetilformamida (MF) dekstran merk *Sigma*, aseton, dan formamida. Aseton digunakan sebagai pelarut membran CA dan formamida digunakan sebagai aditif. PS dan PAN menggunakan MF sebagai pelarut.

2.2 Pembuatan membran

Proses pembuatan membran dilakukan dengan metoda inversi fasa. Pembuatan larutan cetak (*dope*); Polimer dengan konsentrasi 10% dan 15% dilarutkan dengan dimetil formamida untuk PS dan PAN. Untuk CA dilarutkan dengan aseton dan penambahan aditif formamida untuk mendapatkan distribusi pori. Larutan diaduk sampai homogen. Selanjutnya larutan cetak dibiarkan pada kondisi kamar untuk penghilangan gelembung udara (*debubling*). Larutan cetak yang terbentuk disimpan di lemari es selama 24 jam. Larutan cetak dikeluarkan dari lemari es, kemudian didiamkan sampai temperatur ruang. Kemudian dilakukan pencetakan membran (*casting*). Larutan lalu dituangkan ke plat kaca kemudian diratakan dengan batang pengaduk dengan ketebalan 2 mm. Kemudian dilakukan presipitasi larutan cetak ke dalam bak koagulasi (*demixing*). Proses *demixing* adalah proses pencelupan plat kaca yang berisi larutan casting ke dalam bak koagulasi yang berisi non solven. Membran didiamkan hingga lepas dari plat. Selanjutnya dimasukkan dalam air dengan dengan temperatur lebih kurang 80°C untuk proses *Annealing*. Proses ini tujuannya adalah untuk memperoleh membran yang stabil. Membran selulosa asetat dipanaskan di water bath dengan suhu 60°C selama 30 menit sedangkan untuk membran polisulfon dilakukan pada temperatur 80°C.

2.3 Karakterisasi

2.3.1 Pengukuran permeabilitas pelarut

Penentuan Lp dilakukan dengan percobaan permeasi dengan air murni. Fluks diperoleh dari masing-masing tempuhan dialurkan pada tekanan 1 bar, 1,5 bar, dan 2 bar. Permeabilitas pelarut diperoleh dari slope grafik. Permeasi dilakukan dengan menggunakan modul ultrafiltrasi.

2.3.2 Penentuan MWCO

Percobaan dilakukan dengan permeasi variasi berat molekul larutan dekstran. Larutan dekstran yang digunakan memiliki berat molekul 9500, 19.500, dan 39.000 Dalton. Tekanan yang digunakan adalah 1,5 bar. Untuk setiap membran dialurkan grafik antara berat molekul dengan % rejeksi.

2.3.3 Analisis SEM

Struktur permukaan dan penampang melintang membran dianalisa dengan SEM. Analisis ini memberikan informasi kualitatif mengenai ukuran pori membran, distribusi pori serta geometri pori secara keseluruhan. Membran dicelupkan dalam larutan nitrogen cair supaya membran mudah dipatahkan kemudian ditempelkan pada wadah cuplikan (*brass disk*) dengan bantuan selotip. Cuplikan membran ini dilapisi dengan emas dalam keadaan vakum. Setelah itu permukaan membran dapat diamati melalui *electron microscopy* dan diambil fotonya

3. Pembahasan

3.1 Koefisien permeabilitas membran

Permeabilitas suatu membran umumnya dinyatakan sebagai harga fluks. Permeabilitas membran adalah kemampuan membran untuk melewatkan air berdasarkan kenaikan tekanan. Tekanan yang digunakan adalah 1, 1,5 dan 2 bar. Koefisien permeabilitas ketiga membran seperti pada Tabel 1. Dari Tabel 1, dengan kenaikan konsentrasi polimer untuk jenis polimer yang sama terjadi penurunan nilai fluks. Dengan kenaikan konsentrasi polimer nilai koefisien permeabilitas semakin rendah untuk masing-masing polimer.

Tabel 1. Koefisien permeabilitas air

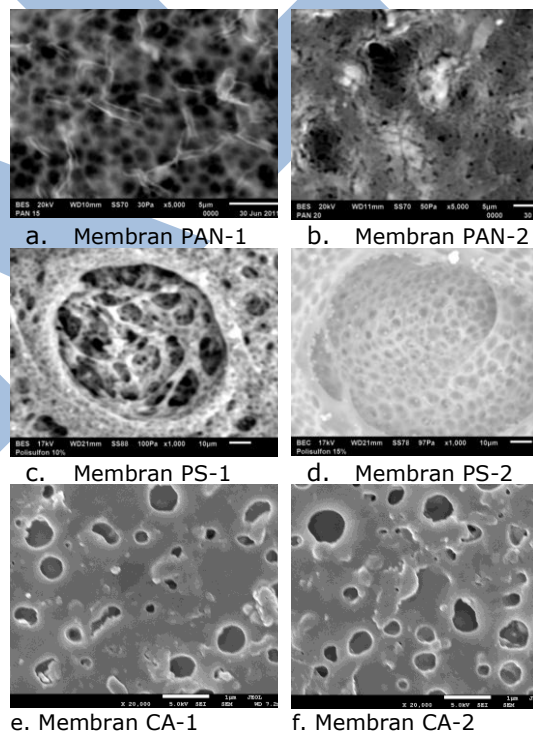
No	Konsentrasi Polimer	Jenis Membran	Lp (l/m ² .jam.bar)
1	15%	PAN-1	532,172
2	20%	PAN-2	503,302
3	10%	PSF-1	264,277
4	15%	PSF-2	250,396
5	10%	CA-1	588,123
6	15%	CA-2	522,342

Kenaikan konsentrasi polimer dalam larutan cetak menyebabkan konsentrasi polimer pada lapisan antar muka (*interface*) menjadi lebih tinggi (Mulder, 1996. Peningkatan konsentrasi polimer pada lapisan antar muka menyebabkan fraksi

volum polimer meningkat dan menghasilkan membran dengan porositas permukaan yang lebih kecil. Dilihat dari jenis polimer, membran CA yang bersifat hidropilik mempunyai Lp yang lebih tinggi dari pada membran PAN dan PS yang memiliki sifat hidrofobik. Tingkat kepolaran masing-masing polimer membuat air lebih mudah melewati membran, sehingga polimer menjadi lebih kecil (Tabel 1). Konsentrasi pori polimer tinggi menghasilkan permeabilitas yang kecil ini berlaku untuk membran PAN, PS, dan CA.

3.2 Morfologi membran

Gambar 1 dan Gambar 2 adalah hasil analisis foto SEM untuk melihat morfologi membran berdasarkan permukaan membran (*outer surface*) dan struktur melintang membran (*cross section*).

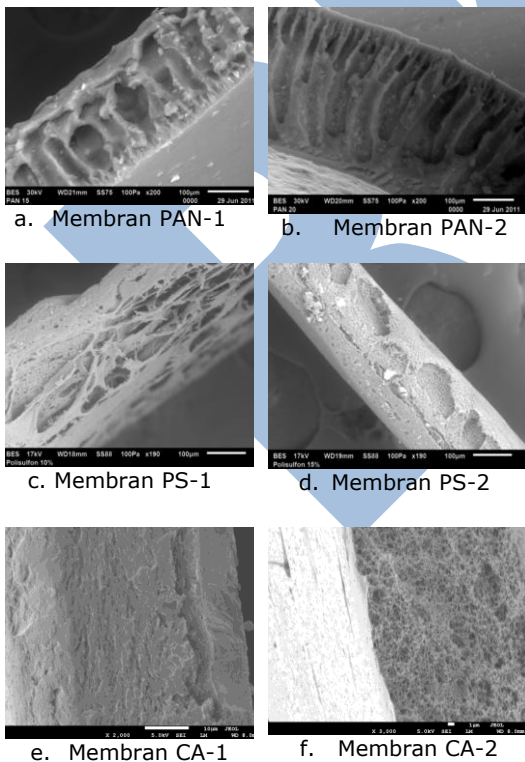


Gambar 1. Analisis SEM membran pada bagian permukaan atas.

Pada Gambar 1 permukaan pori terlihat merata pada setiap membran. Untuk membran yang sama dengan konsentrasi yang berbeda, dapat terlihat bahwa pori-pori semakin rapat dengan kenaikan konsentrasi polimer. Untuk membran PAN-1, PS-1 dan CA-1 (Gambar 1.a, c, dan e) pori-pori lebih besar dengan konsentrasi polimer yang kecil (Gambar 1. b, d, dan f). Pada membran CA dapat terlihat pori-pori yang terdistribusi merata di permukaan membran ini disebabkan karena adanya

penambahan aditif yaitu formamida. Hal ini sesuai dengan hasil penelitian penulis sebelumnya (Aprilia, 2004; Arifin dan Aprilia, 2010)

Struktur pori membran yang lebih rapat akan memiliki tahanan perpindahan massa yang lebih besar, sehingga permeabilitas air hasil analisa SEM berdasarkan cross section area menunjukkan bahwa struktur membran berbentuk seperti karang (*sponge*) yang pori-porinya asimetris, yaitu lapisan dense di atas dan pori-pori memanjang ke bawah. Untuk semua membran mempunyai struktur yang sama, terlihat pada Gambar 2. a-f Lapisan atas yang dense dan pori-pori yang tidak homogen (asimetrik) menunjukkan bahwa membran adalah asimetrik dan sesuai untuk membran ultrafiltrasi. Struktur pori membran yang lebih rapat Wu dkk. (2006) menyatakan bahwa dari morfologi permukaan membran menjadi tidak merata dan lapisan padat yang dibentuk setelah proses interfacial polimerisasi. Pembentukan permukaan aktif ini adalah faktor yang paling menentukan pada pemisahan.

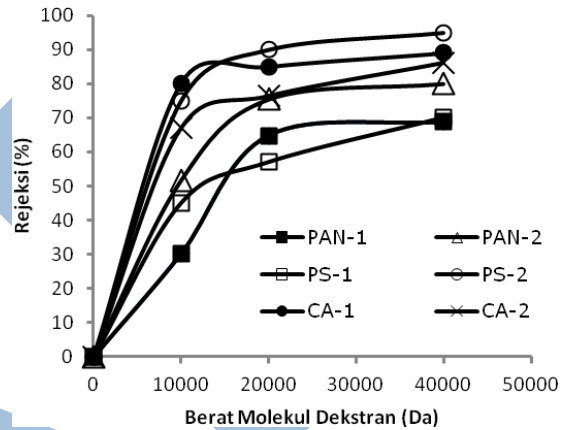


Gambar 2. Analisa SEM membran cross

3.3 Pengukuran MWCO membran

MWCO membran pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan solut dekstran sebesar 0,05 ppm dengan berat

molekul 9500, 19500, dan 39000 Da. Hasil percobaan MWCO untuk membran PAN, PS dan CA tampak seperti pada Gambar 3. Nilai MWCO untuk masing-masing membran terlihat pada Tabel 2. Nilai MWCO rata-rata membran yang dapat menahan solut diatas 90% rejeksi adalah membran PAN-1, PAN-2, PS-1, CA-1 dan CA-2 yaitu pada dekstran diatas 40000 Da. Kecuali untk membran PS-2 nilai MWCO 90% dapat menahan solut dekstran di atas 20000 Da.



Gambar 3. MWCO membran

Harga MWCO untuk membran dengan kenaikan konsentrasi polimer untuk masing-masing membran memberikan berat molekul dekstran yang dapat ditahan 90% adalah lebih kecil. Semakin kecil pori-pori membran yang terbentuk maka harga MWCO membran lebih kecil, hal ini berlaku untuk ketiga jenis polimer membran. Semakin kecil pori-pori membran yang terbentuk maka harga MWCO membran lebih kecil.

3. Kesimpulan

Koefisien permeabilitas air (Lp) terbesar berturut-turut diperoleh pada membran CA-1, PAN-1, CA-2, PAN-2, PS-1 dan PS-2. Hal ini juga terlihat pada analisa SEM. Dari analisis SEM, distribusi pori homogen terlihat pada permukaan membran dan pada cross section terlihat bentuk pori membran yang asimetris. MWCO membran dapat menahan 90% solut dekstran dengan berat molekul di atas 40000 Da kecuali untuk membran PS-2.

Daftar Pustaka

Aprilia, S. (2004) Membran selulosa asetat untuk penjernihan air sumur secara ultrafiltrasi, *Proceedings, The second*

National Conference on Chemical Engineering Science and Application (ChESA), Banda Aceh, 169.

Arifin, B., Sri, A. (2010), Karakteristik Membran Selulosa Asetat untuk Pengolahan Air Berwarna secara Ultrafiltrasi, *Proceeding of ChESA*, 22 - 23, 37 - 48.

Chaturvedi, B. K., Ghoshb, AK., Ramachandranb, V., Trivedi, M.K., HanTab, M. S., Misrab, B.M. (2001) Preparation, characterization and performance of polyethersulfone ultrafiltration membranes, *Desalination*, 133, 31-40.

Idris A., Norashikin M.Z., Noordin, M. Y. (2007) Synthesis, characterization and performance of asymmetric polyethersulfone (PES) ultrafiltrati on membranes with polyethylene glycol of different molecular weights as additives, *Desalination*, 207, 324-339.

Madaeni S. S, Abdol M. G., Ahmad R. (2006) Effect of additive on performance polyamide 66 ultra-

filtration membrane prepared for milk concentration, *Iranian Polymer Journal*, 15 (4), 275-283.

Matsuura. (1994), *Synthetic Membranes and Membrane Separation Processes*, CRC Press, Boca Raton.

Mehta, Zydney, A.L. (2006) Effect of membrane charge on flow and protein transport during ultrafiltration, *Biotechnol. Prog.* 22, 484-492.

Mulder, M. (1996) *Basic Principles of Membrane Technology*, Kluwer Academic Publishers, Netherlands.

Nunes S.P., Mauffcio L.S., Viktor, K. (1995), Peinemann, hydrophilic composite membranes for ultrafiltration, *Journal of Membrane Science*, 106, 49-56.

Wu, C., Zhang, S., Yang, D., Wei, J., Yan, C., Jian, X. (2006) Preparation, characterization and application in wastewater treatment on a novel thermal stable composite membrane, *Journal of Membrane Science*, 276, 236-245

