

PEMBUATAN MEMBRAN KOMPOSIT NILON-KARBON AKTIF DENGAN VARIASI SUHU DAN WAKTU PENGADUKAN

Dita Auline Saragih, Nurul Qomariah*, Abdullah Saleh

*) Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Sriwijaya
Jl. Raya Indralaya-Prabumulih KM. 32 Indralaya Ogan Ilir (OI) 30662
Email : nurulqomariah369@yahoo.com

ABSTRAK

Membran Komposit Nilon-Karbon Aktif merupakan modifikasi membran nilon dengan *filler inorganic* berupa karbon aktif. Modifikasi dalam proses pembuatan membran berupa variasi suhu pengadukan yaitu 20°C, 30°C, 40°C, dan 50°C dan variasi waktu pengadukan 1 jam, 2 jam, 3 jam, 4 jam, dilakukan untuk mengetahui pengaruh kondisi operasi dalam pembuatan membran terhadap karakteristik membran komposit nilon-karbon aktif. Membran dibuat menggunakan metode inversi fasa dengan pelarut HCl 25%, tebal membran diseragamkan, waktu evaporasi 120 detik, waktu imersi dalam aquades selama 10 menit, dan waktu pengeringan membran 24 jam. Karakteristik mekanik dari membran dilihat melalui uji kuat tarik membran, dimana dari hasil pengujian didapatkan titik optimum berdasarkan nilai kuat tarik dan modulus elastisitas terbesar pada variasi suhu 30°C dan waktu pengadukan 2 jam yaitu $134,75 \times 10^6 \text{ kg/ms}^2$ dan $1,347 \times 10^8 \text{ kg/ms}^2$. Karakteristik struktural membran dilihat melalui uji porositas, dan analisa permukaan dengan menggunakan SEM. Berdasarkan uji porositas, dihasilkan membran dengan rata-rata persen porositas 70% dan tergolong hidrofil karena persen penyerapan air tinggi. Sedangkan melalui analisa SEM didapatkan karakteristik membran asimetrik dengan ukuran pori 2,7-3,5 mikrometer dan tergolong membran mikrofiltrasi.

Kata kunci : Komposit, Membran, Nilon-Karbon aktif, *Filler*

Abstract

Activated Nylon-Carbon Composite Membrane is a modification of nylon membrane with inorganic filler in the form of activated carbon. Modifications in the membrane making process in the form of stirring temperature variations of 20°C, 30°C, 40°C, and 50°C and variations in stirring time 1 hour, 2 hours, 3 hours, 4 hours, were carried out to determine the effect of operating conditions on membrane characteristics on composite membrane characteristics active carbon-nylon. The membrane was made using phase inversion method with 25% HCl solvent, uniform membrane thickness, 120 seconds evaporation time, 10 minutes immersion time in distilled water, and 24 hour membrane drying time. The mechanical characteristics of the membrane were seen through membrane tensile strength test, where from the test results the optimum point was based on tensile strength and the greatest modulus of elasticity at a temperature variation of 30°C and 2 hours stirring time of $134.75 \times 10^6 \text{ kg / ms}^2$ and $1,347 \times 10^8 \text{ kg / ms}^2$. The structural characteristics of the membrane were seen through porosity test, and surface analysis using SEM. Based on the porosity test, a membrane with an average percentage of porosity of 70% was produced and classified as hydrophilic because of the high percentage of water absorption. Whereas through SEM analysis the characteristics of asymmetric membranes were obtained with a pore size of 2.7-3.5 micrometers and classified as microfiltration membranes.

Key words: Composite, Membrane, Activated Carbon, *Filler*

1. PENDAHULUAN

Perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi mengenai membran berjalan pesat seiring dengan kegunaannya dalam proses pemisahan yang mendukung banyak kegiatan pada industri dan kehidupan sehari-hari. Teknologi membran banyak digunakan karena pada proses pemisahannya terdapat banyak keunggulan, seperti tidak menggunakan zat kimia tambahan, suhu operasi rendah, konsumsi energi rendah, tidak merusak komponen yang dipisahkan, tidak menimbulkan

masalah polusi, dapat disesuaikan dengan kebutuhan dan juga mudah diaplikasikan. Pembuatan membran dapat menggunakan berbagai jenis material, contohnya polimer.

Penggunaan polimer sebagai matriks utama penyusun membran sudah berkembang seiring bahan baku pembuatan polimer yang mudah ditemukan dan mudah difabrikasi menjadi membran. Penggunaan polimer nilon yang termasuk senyawa poliamida sintesis, dilihat dari sifat fisik, kimia, dan strukturnya sangat

memungkinkan untuk dijadikan filter. Pada penelitian pemurnian biogas dengan filter nilon, didapatkan bahwa ukuran mesh dan panjang filter nilon mempengaruhi kemampuan penurunan kadar CO₂ dalam biogas (Saleh, A., 2016). Namun penggunaan polimer nilon sebagai membran pada beberapa penelitian terbatas pada mikrofiltrasi fluida cair dan membran hanya terdiri dari satu matriks (Apipah, E.R., 2014). Hal ini mendorong peneliti untuk melakukan modifikasi terkait pembuatan membran polimer nilon menjadi membran komposit.

Membran komposit merupakan modifikasi matriks membran dengan penambahan filler dalam matriks polimer untuk menghasilkan dan meningkatkan kemampuan fisik dan performa membran sesuai tujuan yang diinginkan. Pembuatan membran komposit nilon-arang metode inversi fasa dengan variasi bobot benang nilon 6,0 g dan arang kulit pisang kepok 0,75 g memberikan hasil terbaik dikarenakan memiliki nilai kuat tarik dan tekan terbesar pada pengujian filtrasi dengan larutan timbal (Syakir, A., 2014).

Sedangkan pada pembuatan membran komposit nilon-arang dengan variasi bobot benang nilon 6,0 g dan arang ampas tebu 0,75 g memberikan hasil terbaik dikarenakan larutan cetak yang terbentuk homogen, kental, mudah dicetak, permukaan membran halus dan tidak terdapat rongga udara. Sedangkan dari karakterisasi SEM terlihat bahwa morfologi permukaan membran komposit nilon-arang ampas tebu dengan variasi bobot benang nilon 6,0 g dan arang ampas tebu 0,75 g menghasilkan membran mikrofiltrasi dengan ukuran pori 4,75 µm (Maulina, 2016). Mengacu pada penelitian tersebut, dilakukan penelitian lanjutan dalam modifikasi proses pembuatan membran komposit nilon-karbon aktif dengan metode inversi fasa. Variasi dilakukan bertujuan untuk mengetahui pengaruh suhu dan waktu pengadukan dalam pembuatan membran komposit nilon-karbon aktif terhadap karakteristik fisik dan mekanik membran berupa persen porositas, kuat tarik, dan morfologi membran.

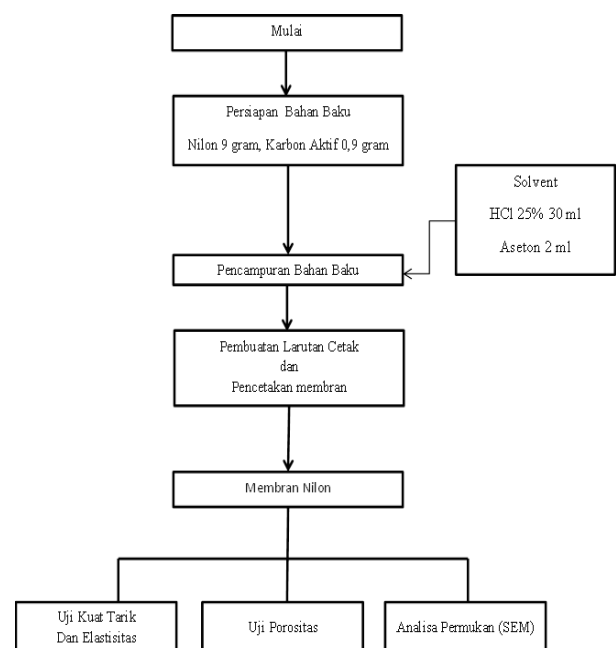
2. METODOLOGI PENELITIAN

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan untuk pembuatan membran komposit nilon-karbon aktif adalah benang nilon 9 gram yang digunting untuk mendapatkan struktur seperti kapas agar mempermudah pelarutan. *Filler* inorganic berupa karbon aktif yang sudah diaktivasi sebanyak 0,9 gram. Pelarut asam klorida konsentrasi 25%, dan ditambahkan aseton 2 ml. Aquadest digunakan sebagai larutan *non-solvent* saat koagulasi membran.

Metode

Dalam pembuatan membran komposit nilon-karbon aktif digunakan metode inversi fasa. Dimulai dengan pembuatan larutan cetak, dimana bahan dilarutkan dalam pelarut dan dilakukan pengadukan dengan stirer bar dalam variasi suhu pengadukan 20-50°C, dan variasi waktu pengadukan 1-4 jam. Pengadukan bertujuan untuk menghomogenkan bahan dalam pelarut sehingga dihasilkan larutan cetak yang diinginkan. Selanjutnya larutan cetak dituang ke atas plat kaca untuk dicetak menjadi lembaran. Waktu penguapan larutan cetak diatas lat kaca dengan suhu kamar adalah 120 detik. Larutan cetak direndam selama 10 menit dalam nonsolvent berupa aquadest untuk menghilangkan pelarut yang terperangkap dalam membran. Selanjutnya membran diangkat dari cetakan dan dikeringkan selama 24 jam.



Gambar 1. Diagram Alir Pembuatan Membran

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengaruh Suhu dan Waktu Pengadukan Terhadap Porositas Membran Komposit Nilon-Karbon Aktif

Porositas merupakan kemampuan penyerapan membran terhadap suatu larutan. Porositas juga dapat menggambarkan hidrofilitas membran terhadap air. Porositas didapatkan melalui perbandingan berat kering membran sebelum dilakukan perendaman didalam air terhadap berat membran basah dengan waktu pengujian tertentu. Porositas membran yang dihasilkan dalam penelitian dinyatakan dalam bentuk persen (%) pada Tabel 1. Berdasarkan hasil pengujian, nilai persen porositas pada pengujian membran terhadap larutan air berada di kisaran 70%. Hal ini menandakan karakteristik membran yang dihasilkan memiliki hidrofilitas yang cukup

tinggi. Membran yang memiliki persen porositas yang tinggi artinya memiliki kemampuan penyerapan yang tinggi terhadap air. Dapat dikatakan selektifitas membran komposit nilon-karbon aktif terhadap air cukup tinggi.

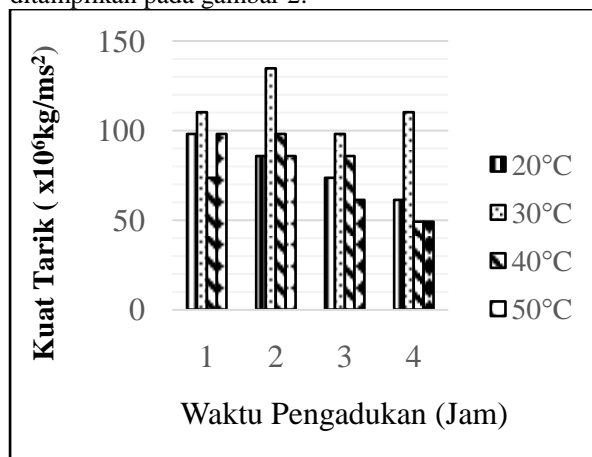
Tabel 1. Hasil Uji Porositas

No Sampel	Suhu (°C)	Waktu (Jam)	Porositas (%)
1	20	1	76.2
2		2	78.4
3		3	71.3
4		4	78.4
5	30	1	71.9
6		2	73.3
7		3	78.1
8		4	79.7
9	40	1	76.2
10		2	75.1
11		3	70.4
12		4	70.3
13	50	1	74.6
14		2	73.3
15		3	71.1
16		4	78.7

Nilai persen porositas yang berada diatas 50% menandakan bahwa membran yang dihasilkan masih memiliki makrovoid. Selain itu, nilai persen porositas dapat menyatakan struktural membran yang terbentuk, dengan membran yang rata rata memiliki persen porositas yang tinggi, menandakan bahwa membran memiliki pori-pori yang banyak.

Pengaruh Suhu dan Waktu Pengadukan Terhadap Kuat Tarik dan Elastisitas Membran Komposit Nilon-Karbon Aktif

Hasil dari pengujian nilai kuat tarik membran komposit nilon-karbon aktif yang ditampilkan pada gambar 2.



Gambar 2. Pengaruh Suhu dan Waktu Pengadukan terhadap Nilai Kuat Tarik Membran Komposit Nilon-Karbon Aktif

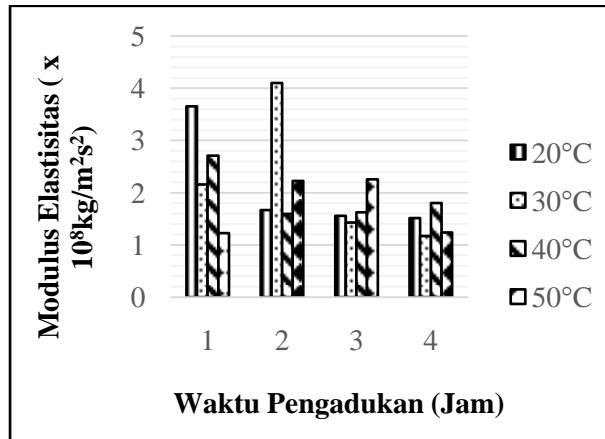
Pengujian membran dengan metode kuat tarik merupakan salah satu uji sifat mekanik bahan. Uji kuat tarik dilakukan untuk mengetahui kemampuan membran dalam menahan tegangan maksimum (*tension*) ketika membran diberi beban. Membran yang diujikan memiliki dimensi panjang 8 cm dan lebar 2 cm. Pengujian kuat tarik dilakukan dengan cara lapisan membran dijepit oleh sistem penjepit pada kedua sisi lebar dengan arah berlawanan, kemudian membran diberikan beban hingga batas maksimal yang menyebabkan membran putus atau robek. Berdasarkan data pada Gambar 4.1. dapat dilihat rata rata nilai kuat tarik tertinggi didapatkan pada variasi suhu 30°C, sedangkan untuk variasi suhu 20°C dan 50°C pada setiap kenaikan waktu pengadukan, membran yang dihasilkan memiliki nilai kuat tarik yang semakin rendah. Diperoleh titik optimum dalam pembuatan membran komposit nilon-karbon aktif pada suhu 30° celsius dan lama waktu pengadukan 2 jam yaitu dengan nilai kuat tarik sebesar $134.75 \times 10^6 \text{kg/ms}^2$.

Pada gambar 1 dapat dilihat untuk setiap kenaikan waktu pengadukan pada suhu 20°C dan 50°C, maka kuat tarik membran akan semakin rendah. Hal ini ditunjukkan juga pada penurunan nilai yang terdapat pada tabel 4.1. Menurunnya nilai kuat tarik dari suatu bahan bisa dikarenakan bahan berada pada kondisi glass. Faktor yang mempengaruhi suatu bahan bisa menjadi glass dikarenakan jumlah panas yang diterimanya. Semakin lama waktu pengadukan, maka jumlah panas yang diberikan kepada bahan akan semakin banyak. Panas yang diterima oleh bahan mampu merusak ikatan antar bahan ataupun merubah susunan molekul dalam bahan (orientasi) (Callister, W., 2009). Nilon merupakan bahan yang bersifat semi kristalin. Pada suhu 50°C, keadaan dimana membran sudah melewati temperatur transisi glass polimer nilon sebesar 47°C maka nilai kuat tarik membran menurun seiring kenaikan suhu. Ketika larutan cetak membran mengalami peningkatan suhu, maka HCl akan semakin banyak menguap sehingga larutan semakin terkonsentrasi dan dapat menyebabkan perubahan struktur larutan menjadi struktur gelas, seperti yang dialami jika menggunakan bahan kristalin (Young, 2002). Sehingga pada larutan cetak membran komposit nilon-karbon aktif, setiap penambahan suhu mendekati ataupun melewati suhu transisi glass nilon, larutan cetak membran akan menjadi encer dan ketika larutan cetak direndam dalam aquadest pada suhu rendah yang dalam hal ini suhu kamar, karakteristik membran yang dihasilkan rapuh.

Pengaruh Suhu dan Waktu Pengadukan Terhadap Modulus Elastisitas Membran Komposit Nilon-Karbon Aktif

Dari data nilai kuat tarik yang ada, dapat diketahui juga nilai modulus elastisitas pada membran nilon-karbon aktif yang ditampilkan pada

Gambar 3. Modulus Elastisitas (E) merupakan konstanta yang bisa menentukan elongasi dari suatu material. Nilai E dapat digunakan untuk menentukan jumlah gaya yang dapat dikerjakan pada suatu material (Giancolli, D.C, 2014). Dalam artian semakin besar nilai E, maka gaya yang dapat dikerjakan pada material semakin besar. Gaya yang dimaksud dalam hal ini adalah berupa tarikan atau tekanan terhadap material.

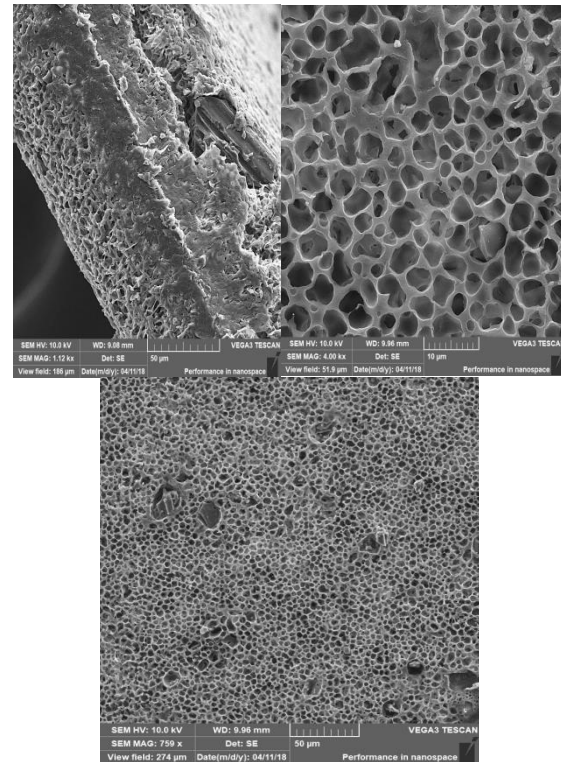


Gambar 3. Pengaruh Suhu dan Waktu Pengadukan terhadap Modulus Elastisitas Membran Komposit Nilon-Karbon Aktif

Pada gambar 3. Dapat dilihat hasil bahwa nilai elastisitas yang paling tinggi didapatkan pada sampel dengan variasi suhu 30°C dan lama waktu pengadukan 2 jam. Nilai elastisitas menunjukkan suatu ukuran bagaimana suatu material atau struktur akan rusak atau berubah bentuk jika diberi beban. Berdasarkan hasil tersebut dapat disimpulkan membran nilon-karbon aktif dengan suhu 30°C dan waktu pengadukan 2 jam memiliki nilai kuat tarik dan elastisitas yang paling tinggi yaitu 4,101 x 10⁸kg/ms² dan merupakan hasil terbaik yang didapatkan diantara sampel lainnya. Besaran nilai kuat tarik dan elastisitas bisa menunjukkan kekuatan mekanik membran apabila diberikan beberapa gaya berupa tekanan. Pengujian akan menghasilkan variasi terbaik, bisa dijadikan kondisi optimum fabrikasi.

Analisa Morfologi Membran Komposit Nilon-Arang dengan Menggunakan Uji Scanning Electron Microscopy (SEM)

Pengukuran secara mikroskopis dari permukaan membran dapat memberikan gambaran mengenai struktur permukaan membran. SEM merupakan salah satu uji yang bisa digunakan untuk mengetahui ukuran pori membran.



Gambar 4. Hasil Pengujian dengan SEM(tampak melintang, permukaan membran perbesaran 4000x, permukaan membran perbesaran 790x)

Berdasarkan hasil SEM yang digambarkan melalui Gambar 4dapat dilihat bahwa permukaan membran yang terbentuk memiliki pori yang hampir seragam. Namun ada beberapa lubang besar yang dianggap sebagai *defect* atau bentuk kerusakan pada permukaan membran dikarenakan pencetakan yang dilakukan secara manual. Sedangkan untuk hasil SEM dengan perbesaran 4000x pada Gambar 4 didapatkan membran *heteroporous* dengan ukuran pori yang lebih spesifik dengan ukuran pori 2,7-3,50 mikrometer. Ukuran tersebut dapat menjelaskan bahwa membran yang dihasilkan tergolong membran mikrofiltrasi berdasarkan spesifikasi ukuran pori berikut:

Tabel 2. Klasifikasi Diameter Ukuran Pori Membran Nilon

No	Jenis Membran	Diameter Pori
1	Reverse Osmosis	0,0001 µm - 0,01 µm
2	Ultrafiltrasi	0,01 µm - 0,1 µm
3	Mikrofiltrasi	0,1 µm - 10 µm
4	Konvensional Filtrasi	10 µm – 100 µm

(Sumber: Mulder, 1997)

Pembentukan pori-pori membran dalam hal ini dikarenakan adanya HCl sebagai pelarut benang nilon saat proses pelarutan benang dan membuat lubang pori ketika proses perendaman dalam *aquadest*. Dimana senyawa HCl yang terperangkap

dalam larutan cetak, akan terlarut kedalam *aquades* saat imersi. Mekanisme inilah yang akan menciptakan pori pada saat perendaman membran.

Pada hasil SEM untuk tampak melintang atau irisan membran (Gambar 4), dapat dilihat struktur membran yang terbentuk asimetrik (terdiri dari *layer*) dimana terdapat sublayer pada tampak irisan membran. Sublayer tersebut merupakan lapisan dengan miskin nilon dan kaya akan karbon aktif dan merupakan sisi selektif membran. Dimana berdasarkan morfologi tampak melintang membran, sisi selektif merupakan sisi yang memiliki nilai rata-rata pori yang kecil (Nurra, 2016). Selain dikarenakan membran memiliki komposisi nilon dan karbon aktif, pembentukan sub layer dapat terjadi ketika tahap pencetakan membran. Dimana larutan cetak yang dituang ke atas plat kaca, setelah diratakan dan didiamkan untuk evaporasi selama 120 detik, maka bagian cetakan yang terpampang ke udara akan melepaskan HCl ke udara, sedangkan bagian yang menempel ke kaca akan terkonsentrasi dengan massa karbon aktif yang lebih banyak terendap. Dalam membran pemisahan gas, struktur dense inilah yang akan memberikan peranan penting dalam selektivitas membran terhadap gas.

4. KESIMPULAN

Pada pembuatan membran komposit nilon-karbon aktif, nilai kuat tarik maksimum pada penelitian ini diperoleh pada suhu pengadukan 30°C dan waktu pengadukan 2 jam sebesar $1.347 \times 10^8 \text{ kg/ms}^2$ dan nilai modulus elastisitasnya sebesar $4.101 \times 10^8 \text{ kg/ms}^2$. Sedangkan untuk persen porositas yang dihasilkan membran pada penelitian ini berkisar 70%. Semakin tinggi suhu pengadukan maka kuat tarik yang dihasilkan untuk membran komposit nilon-karbon aktif semakin rendah dikarenakan struktur membran mengalami kerapuhan mendekati suhu transisi gelasnya. Ukuran pori membran komposit nilon-karbon aktif berdasarkan nilai kuat tarik, modulus elastisitas dan porositas yang paling besaryaitu $2.70 \mu\text{m} - 3.50 \mu\text{m}$. Sehingga membran digolongkan sebagai membran asimetrik mikrofiltrasi.

DAFTAR PUSTAKA

- Al-Sayed, M., dan Deri, F. (2014). Preparation of Polyamide Membranes and Studies There. *International Journal of ChemTech Research*, Vol.6, No.5, hal 3098-3106.
- Apipah, E. R., Irmansyah, dan J.Juansah. (2014). Sintesis dan Karakteristik Membran Nilon. *Jurnal Biofisika 10 (1)*, hal 8-18.
- Callister, W., dan David, G. (2009). *Material Science and Engineering An Introduction*. United States: John Wiley.
- Calvo, Jos'e I., Aldo, B., Pedro, P., Laura P., dan Antonio, H.(2013). Porosity. *Encyclopedia of Membrane Science and Technology*. John Wiley & Sons, Inc
- Giancoli, D. C. (2014). Physics: Principles with Applications (7th Edition). Dalam D. C. Giancoli, *Physics: Principles with Applications (7th Edition)* (hal. Chapter 9). California: Pearson.
- Maulina, W. (2016). Kajian Membran Komposit Nilon-Arang Melalui Karakterisasi FTIR Dan SEM. *Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Jember*, hal 56-60.
- Mulder, M. (1997). *Basic Principles of Membran Technology*. London: Kluwer Academic Publishers.
- Mushtaq, A., Hilmi, dan Azmi. (2016). Effect of Glass Transition Temperature in Enhanced Polymeric. *4th International Conference on Process Engineering and Advanced Materials* (hal. 11 – 17). Malaysia: Elsevier.
- Nurra, C., Pitol-Filho, L., Carraud, R., Pertuz, S., Puig, D. n., dan Garc, M. A. (2016). Toward the Prediction of Porous Membrane Permeability From Morphological Data. *Polymer Engineering And Science Journal*, 118-124.
- P.C., O., dan A., Mansyur. N. (2013). Effects of Aluminosilicate Mineral Nano-Clay Fillers on Polysulfone Mixed Matrix Membrane for Carbon Dioxide Removal. *Jurnal Teknologi*, hal 23-27.
- Rios, R., Stragliotto, F. M., Peixoto, H. R., Torres, A. E., Bastos-Neto, Azevedo, M. C., dan Jr, C. L. Cavalcante. (2013). Studies On The Adsorption Behavior Of Co2-Ch4 Mixtures Using Activated Carbon. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, Vol. 30, No. 04, hal 939 - 951.
- Saleh, A., Anggia, dan Putri. (2016). Pengaruh Mesh Dan Panjang Kain Nilon Terhadap Peningkatan Kadar Metana Pada Purifikasi Biogas. *Jurnal Teknik Kimia No. 2, Vol. 22*, hal 62-69.
- Sanmugam, S., Harruddin, N., dan Saufi, S. M. (2017). Effect Of Coagulation Bath Temperature During Preparation Of PES Hollow Fiber Supported Liquid Membrane For Acetic Acid Removal. *Chemical Engineering Research Bulletin*, hal 118-122.
- Septian, A., dan dan Rima, P.A. (2016). Pembuatan Membran Nilon dengan Variasi Waktu dan Kecepatan Pengadkan (*Laporan Penelitian Mahasiswa*). Indralaya: Jurusan Teknik Kimia Universitas Sriwijaya.
- Syakir, A. (2014). *Karakterisasi Membran Komposit Nilon-Arang Untuk Proses*

- Filtrasi Timbal (Skripsi)*. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Wenten, I.G. 2016. Teknologi Membran: Prospek dan Tantangannya di Indonesia. *Makalah Orasi Ilmiah*. Forum Guru Besar Institut Teknologi Bandung. 26 Februari 2016. Balai Pertemuan Ilmiah Bandung.
- Young, T. H., Huang, J. H., dan Chuang, W. Y. (2002). Effect Of Evaporation Temperature On The Formation Of Particulate Membrane Crystalline Polymer By Dry Cast Process. *European Polymer Journal-Elsevier*, hal 63-72.