



PROSIDING

SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA III

"Teori dan Aplikasi Sains dalam Isu Globalisasi Lingkungan, Profesionalisasi Pembelajaran dan Kewirausahaan"

Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan PMIPA FKIP UNS

Surakarta, 7 Mei 2011



MAKALAH PENDAMPING

KIMIA ANALITIK
(Kode : B-02)

ISBN : 978-979-1533-85-0

TEKNIK *TEMPLATE LEACHING* DALAM PEMBUATAN MEMBRAN MIKROPORI POLIETILENA DENSITAS RENDAH LINEAR/TAPIOKA

Christi Liamita Natanael^{1,*} dan Iman Rahayu¹

¹Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Padjadjaran, Jatinangor, Indonesia (kimia@unpad.ac.id)

* Keperluan korespondensi, tel/fax : +62-8122320962/+62-22-7234149

email: christi_liamita@yahoo.com

Abstrak

Suatu membran mikropori dari polietilena densitas rendah linear (LLDPE) dan tapioka (variasi 6-14% berat) telah dibuat dengan menggunakan teknik *template-leaching*. Struktur pori membran dibentuk dengan cara merendam membran selama 8 jam dalam larutan asam nitrat 5N maupun asam klorida 5N, sehingga tapioka yang berfungsi sebagai agen pembentuk pori yang ramah lingkungan, yaitu pengganti senyawa sintetik yang sebelumnya biasa dipakai, terlepas. Penentuan fluks air dan dekstran, rejeksi dekstran, uji kekuatan mekanik, analisis morfologi membran menggunakan mikroskop elektron payaran (SEM), serta penentuan *molecular weight cut off* (MWCO) dilakukan, untuk mengetahui karakter membran mikropori LLDPE/ Tapioka yang diperoleh. Pelepasan tapioka oleh larutan asam nitrat memberikan hasil lebih baik daripada oleh larutan asam klorida. Semakin besar % tapioka yang ditambahkan pada pembuatan membran mikropori LLDPE, menyebabkan fluks semakin meningkat, sedangkan rejeksi serta kekuatan mekanik membran menurun. Komposisi optimum pembuatan membran mikropori LLDPE/ Tapioka baik dengan larutan pelepas asam klorida maupun asam nitrat adalah 12% berat tapioka, sedangkan komposisi optimum membran mikropori LLDPE tanpa pelepasan adalah 14% berat tapioka.

Kata Kunci: LLDPE/ Tapioka, *template-leaching*, larutan pelepas.

PENDAHULUAN

Salah satu sarana yang efektif digunakan dalam proses pemisahan baik di industri pangan maupun bahan bakar adalah membran nanofiltrasi tahan pelarut organik (*solvent resistant nanofiltration*, SRNF) [1]. Awalnya membran pendukung yang dipilih untuk membuat membran SRNF yang dimaksud adalah polisulfon (PS) atau polietersulfon (PES). Namun membran pendukung tersebut mempunyai kestabilan yang terbatas terhadap pelarut organik sehingga tidak dapat digunakan untuk aplikasi membran yang tahan terhadap pelarut organik [2]. Untuk mengatasi kelemahan itu, digunakan membran mikropori

berbahan dasar poliolefin yang tidak larut dalam pelarut organik umumnya. Dalam penelitian ini dipilih polietilena berjenis densitas rendah linear (LLDPE) karena polimer ini bersifat semikristalin dan memiliki ketahanan fisik yang baik [3]. Untuk mempersiapkan mikropori membran PE, digunakan teknik *template-leaching*, karena teknik ini lebih baik untuk dibandingkan dengan teknik inversi fase [4], iradiasi [5], maupun *extrusion-stretching*[6]. Film membran disiapkan dari campuran LLDPE dengan komponen pembentuk pori membran seperti polivinil alkohol (PVA) atau polietilena glikol (PEG) [5]. Pada penelitian ini dipakai bahan tapioka karena

merupakan bahan makromolekul yang mudah diperoleh dari singkong, memiliki ukuran partikel yang cocok untuk pembentukan pori-pori membran sebesar $\pm 10^3$ nm, dan dapat dihidrolisis dengan menggunakan asam atau enzim yang menghasilkan glukosa, sehingga lebih ramah lingkungan. Asam klorida maupun asam nitrat digunakan sebagai larutan pelepas (*leaching agent*), karena lebih mampu menghidrolisis tapioka dengan lebih baik jika dibandingkan dengan asam sulfat ataupun enzim [7].

PROSEDUR

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah asam nitrat 65% (Merck KGaA), asam klorida 37% (Merck KGaA), asam sulfat 96% (Merck KGaA), air suling, dekstran dengan massa molekul 10, 42, dan 500 kDa (Sigma), fenol 5% (Merck KGaA), polietilena densitas rendah linear (LLDPE) (Bassel Polymer), serta tapioka (yang diperdagangkan di pasar).

Penyiapan Membran Polietilena

LLDPE/ Tapioka (6% berat tapioka) dicampur dalam mikser (Laboplastomil Toyoseikiseisaksho, Ltd.) pada suhu 140°C dengan kecepatan putaran sebesar 50 rpm selama 5 menit. Campuran homogen dimasukkan ke alat lempeng kilap, lalu susunan ini dimasukkan ke dalam pengempa panas (Gonno Hydraulic Press) pada suhu 140°C yang diberi tekanan sebesar 50 kgf/cm² selama 3 menit. LLDPE/ Tapioka yang telah berbentuk pelat pada lempeng kilap segera dipindahkan ke dalam pengempa dingin (Gonno Hydraulic Press) yang diatur dengan tekanan sebesar 50 kgf/cm² dan waktu pendinginan selama 2 menit. Lempeng kilap kemudian dikeluarkan dari pengempa dingin. Prosedur dilakukan juga untuk mendapatkan membran campuran LLDPE/ Tapioka dengan variasi 0, 8, 10, 12 dan 14% berat tapioka.

Pembentukan Struktur Pori Membran

Struktur pori dari membran LLDPE/ Tapioka dibentuk dengan menghilangkan partikel tapioka dengan menggunakan teknik pelepasan dengan asam, yaitu merendam membran semua membran dalam asam nitrat 5N selama 8 jam. Dilakukan juga pelepasan tapioka pada membran dengan asam klorida 5N. Pengurangan tapioka dapat ditentukan dengan membandingkan berat kering dari setiap spesimen sebelum dan setelah pelepasan.

Karakterisasi Membran

Pengukuran kekuatan mekanik, elastisitas, dan elongasi

Pengukuran kekuatan mekanik, elastisitas, dan elongasi semua membran dilakukan dengan menggunakan autograf AGS 500D (Shimadzu).

Penentuan morfologi membran

Penentuan morfologi membran mikropori dilakukan terhadap membran LLDPE/ Tapioka (12% berat tapioka) dengan pelepasan dengan asam nitrat dan dibandingkan terhadap membran dengan 14% berat tapioka tanpa pelepasan secara mikroskopi elektron pemindai dengan alat SEM JEOL T330A. Analisis dilakukan dengan perbesaran gambar 1.000 kali. Hasil yang didapat menunjukkan morfologi pori berdasarkan tampilan permukaan.

Pengukuran fluks dan rejeksi membran

Pengukuran fluks dan rejeksi membran dilakukan dengan menggunakan sel ultrafiltrasi yang diisi dengan air suling 180 mL dan berbagai massa molekul dekstran: 10, 42, dan 500 kDa, tekanan udara sebesar 1,5 kg/cm². Sedangkan pengukuran rejeksi membran digunakan larutan dekstran 1.000 bpj, lalu konsentrasi permeat dan retentat diukur menggunakan spektrofotometer sinar tampak (JENWAY). Pengukuran fluks dan rejeksi dilakukan pada membran mikropori LLDPE/ Tapioka yang mengandung 6, 8, 10, 12 dan 14% berat tapioka baik dengan pelepasan oleh asam maupun tanpa pelepasan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Struktur Pori Membran

Pembentukan struktur pori pada membran mikropori LLDPE yang dibuat dengan teknik *template-leaching* menggunakan larutan pelepasan asam yaitu asam nitrat 5N maupun asam klorida 5N sehingga tapioka yang terdapat pada membran akan terhidrolisis dan larut. Struktur pori membran LLDPE/ Tapioka bergantung pada pengurangan tapioka dari matriks membran. Secara sederhana, jumlah tapioka yang dihilangkan dari membran LLDPE/ Tapioka dapat ditentukan dengan membandingkan berat kering setiap spesimen sebelum dan setelah hidrolisis dan dinyatakan sebagai % pengurangan tapioka seperti pada Grafik 1 (lihat Lampiran).

Pada Grafik 1 terlihat membran mikropori LLDPE/ Tapioka (12% berat tapioka) yang dilesap paling banyak oleh larutan asam nitrat 5N maupun asam klorida 5N dibandingkan dengan membran yang lainnya. Persentase pengurangan tapioka pada membran mikropori LLDPE/ Tapioka (12% b/b tapioka) yang dilesap oleh larutan asam nitrat adalah 34,03% sedangkan yang dilesap oleh larutan asam klorida adalah sebanyak 27,85%. Pelepasan tapioka pada membran LLDPE/ Tapioka ini lebih sedikit dibandingkan dengan pada membran LDPE/ Tapioka dengan perlakuan yang sama [8].

Meningkatnya jumlah tapioka pada semua membran yang dapat dilesap oleh larutan nitrat, menunjukkan bahwa ada jalan kecil yang dibentuk oleh interkoneksi dari partikel tapioka yang menyediakan jalan masuk yang lebih baik untuk larutan asam nitrat dalam menghidrolisis partikel tapioka sehingga terjadi pelepasan. Partikel tapioka pada membran yang lebih tipis tentunya akan menghasilkan jumlah interkoneksi jalan kecil yang besar, untuk melakukan penetrasi daripada dalam membran yang lebih tebal [7].

Pengaruh Konsentrasi Tapioka terhadap Fluks Membran

Grafik 2 (lihat Lampiran) menunjukkan bahwa membran mikropori LLDPE/ Tapioka tanpa pelepasan (c) memiliki fluks air dan dekstran yang paling rendah, sedangkan membran mikropori LLDPE/ Tapioka yang dilesap oleh asam nitrat (a) maupun asam klorida (b) menunjukkan harga yang jauh lebih tinggi. Hal ini disebabkan membran tersebut merupakan membran non-pori sehingga banyak spesi yang tertahan pada membran pada saat pengujian fluks.

Semakin besar % berat tapioka menyebabkan fluks membran semakin meningkat secara signifikan baik untuk membran yang dilesap oleh asam nitrat, asam klorida, maupun tanpa pelepasan. Hal ini menunjukkan adanya porositas membran juga semakin bertambah.

Pengaruh Konsentrasi Tapioka terhadap Rejeksi Membran

Grafik 3 (lihat Lampiran) menunjukkan bahwa dengan bertambahnya konsentrasi tapioka (6-14% b/b) maka nilai koefisien rejeksi membran LLDPE/ Tapioka akan semakin menurun. Hal tersebut sesuai dengan nilai fluks yang semakin besar. Semakin besar massa molekul dekstran yang digunakan, maka koefisien rejeksi akan semakin meningkat. Hal ini disebabkan dekstran yang memiliki massa molekul besar akan sulit untuk melewati membran karena ketidaksesuaian antara ukuran spesi dengan ukuran pori membran.

Hanya dekstran dengan massa molekul 500 kDa yang dapat tertahan oleh membran lebih dari 50%. Berarti membran yang dibuat baik tanpa atau dengan pelepasan kurang efektif untuk memisahkan dekstran dengan masa molekul 10 dan 42 kDa. Pada membran tanpa pelepasan, nilai % rejeksi akan lebih besar jika dibandingkan dengan dua membran lainnya yang dilesap dengan asam nitrat maupun asam klorida. Jika ukuran dekstran lebih kecil daripada ukuran pori

membran, maka dekstran yang berorientasi horizontal terhadap permukaan membran akan tertahan. Dapat disimpulkan bahwa orientasi molekul zat terlarut mempengaruhi rejeksi membran[9].

Pengaruh interaksi antarmuka permukaan membran dengan zat terlarut dapat dikaitkan dengan sifat hidrofilitas/hidrofobitas. Jika membran semakin bersifat hidrofil maka zat terlarut yang polar akan semakin mudah untuk melewati membran, sehingga dapat menyebabkan koefisien rejeksi membran menurun. Semakin besar komposisi tapioka, hidrofilitas membran semakin bertambah, karena masih adanya pati yang tidak terhidrolisis pada membran mikropori LLDPE dan dapat menyebabkan koefisien rejeksi membran menurun.

Analisis Morfologi Membran

Gambar 1 (a) (lihat Lampiran) memperlihatkan struktur pori membran mikropori LLDPE/ Tapioka (14% berat tapioka) tanpa pelepasan. Pori yang terbentuk sangat sedikit atau bahkan dapat dikatakan tidak berpori, sehingga pada saat pengujian fluks dan rejeksi, larutan banyak tertahan dan sedikit yang lolos. Membran ini menghasilkan nilai fluks yang paling kecil dan %rejeksi yang paling besar dibandingkan membran yang dilesap oleh asam nitrat maupun asam klorida. Pada Gambar 1 (b) (lihat Lampiran) dapat dilihat struktur pori membran mikropori LLDPE/ Tapioka (12% berat tapioka) yang dilesap oleh asam nitrat 5N banyak terbentuk. Maka pada saat pengujian fluks dan rejeksi, umpan dapat menembus membran, sehingga dihasilkan nilai fluks yang besar dan % rejeksi yang kecil. Ukuran pori dari kedua membran berdasarkan hasil SEM adalah 10.000 nm, yang menunjukkan membran mikropori yang terbentuk merupakan membran mikrofiltrasi (ukuran pori 50-10.000 nm).

Pengaruh Konsentrasi Tapioka terhadap Kekuatan Mekanik

Untuk melihat pengaruh penambahan tapioka tersebut maka dilakukan uji tarik. Dari hasil uji tarik, gaya yang dibutuhkan untuk membuat membran mikropori LLDPE/ Tapioka (12% berat tapioka) yang dilesap oleh asam nitrat maupun asam klorida 5N terputus pada 1,5 kgf dengan kekuatan regang untuk membran dengan larutan pelepas asam nitrat sebesar 6,89 MPa sedangkan untuk membran dengan larutan pelepas 7,42 MPa (untuk membran tanpa pelepasan adalah 0,7 kgf dan 6,93 MPa).

Semakin besar % tapioka (6-14% berat) yang ditambahkan pada pembuatan membran mikropori LLDPE baik yang dilesap oleh asam nitrat maupun asam klorida serta tanpa pelepasan menyebabkan kekuatan mekanik membran menurun. Hal ini disebabkan meningkatnya porositas membran pada membran mikropori LLDPE dengan meningkatnya % tapioka. Grafik 4 (lihat Lampiran) menunjukkan bahwa perubahan panjang membran (% elongasi) pada membran tanpa atau dengan pelepasan akan memiliki perubahan panjang membran yang kecil (4,95%) jika dibandingkan dengan membran yang dilesap oleh asam nitrat (22,82%) dan asam klorida (19,22%). Oleh sebab itu, membran yang dilesap oleh asam memiliki elastisitas atau kelenturan yang lebih baik daripada membran tanpa pelepasan dengan asam.

Membran mikropori LLDPE/ Tapioka (14% berat tapioka) tanpa pelepasan, memiliki nilai modulus young yang paling besar yaitu $0,1400 \times 10^9 \text{ Nm}^{-2}$ bila dibandingkan membran yang lainnya (modulus young membran yang dilesap oleh asam nitrat adalah $0,0302 \times 10^9 \text{ Nm}^{-2}$ dan oleh asam klorida $0,0386 \times 10^9 \text{ Nm}^{-2}$).

Penentuan MWCO Membran berdasarkan Koefisien Rejeksi

Nilai MWCO dari membran mikropori LLDPE dapat dilihat pada Grafik 5 (lihat Lampiran). Dengan memasukkan nilai rejeksi sebesar 90%, diperoleh nilai MWCO sebesar 5.348,8595 kDa. Berarti senyawa dengan massa molekul 5.348,8595 kDa dapat ditahan oleh membran LLDPE/ Tapioka (6% berat tapioka) sedangkan senyawa dengan massa molekul lebih kecil dari 5.348,8595 kDa akan lolos melewati pori-pori membran.

Penentuan Kondisi Optimum Membran berdasarkan Koefisien Fluks dan Koefisien Rejeksi

Agar pemisahan menggunakan membran menjadi lebih efektif maka perlu ditentukan komposisi optimum membran. Penentuan komposisi membran yang optimum diperoleh dengan cara menarik perpotongan antara kurva fluks dan rejeksi dari salah satu dekstran yang digunakan yaitu dekstran 500 kDa karena dekstran dengan massa molekul ini memberikan koefisien rejeksi lebih dari 50%. Kurva tersebut dapat dilihat pada Grafik 6 (Lihat Lampiran).

Membran dengan komposisi optimum diperoleh melalui titik perpotongan antara fluks dan rejeksi membran. Pada Grafik 6, komposisi optimum membran mikropori LLDPE yang dilesap oleh asam klorida 5N maupun asam nitrat 5N adalah 12% berat tapioka, sedangkan komposisi optimum membran mikropori LLDPE tanpa pelesapan adalah sebesar 14% berat tapioka.

KESIMPULAN

Membran mikropori LLDPE/ Tapioka dapat dibuat dengan menggunakan teknik *template-leaching*. Komposisi optimum pembuatan membran mikropori LLDPE/ Tapioka baik dengan larutan pelesap asam klorida 5N maupun asam nitrat 5N adalah 12% berat tapioka. Sedangkan komposisi optimum membran mikropori LLDPE tanpa pelesapan adalah 14% berat tapioka. Persentase pengurangan tapioka pada membran

mikropori LLDPE yang mengandung 12% berat tapioka dengan larutan pelesap asam nitrat dan asam klorida berturut-turut adalah sebesar 67,84% dan 37,03%. Dalam penelitian ini, partikel tapioka lebih baik dihidrolisis dengan menggunakan larutan asam nitrat. Semakin besar % tapioka (6-14% b/b) yang ditambahkan pada pembuatan membran mikropori LLDPE menyebabkan fluks semakin meningkat, karena porositas membran juga semakin bertambah. Sebaliknya rejeksi serta kekuatan mekanik membran menurun.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi atas dana yang diberikan melalui Hibah Penelitian *Student Grant* Proyek I-MHERE. Tahun Anggaran 2009/2010.
2. Febriani Estikarini S.Si., atas bantuan sepenuhnya dan data yang mendukung terlaksananya penelitian ini.

DAFTAR RUJUKAN

- [1] Kosaraju, P.B. and Sirkar, K.K., 2008, *J. Membr. Sci.*, 321, 155-161.
- [2] Prasad, R. and Sirkar, K.K., 1987, *J. AIChE.*, 33, 1057-1066.
- [3] Cowd, M.A., 1991, *Kimia Polimer*, diterjemahkan oleh H. Firman, Penerbit ITB, Bandung.
- [4] Koenhem, D.M. and Mulder, M.V.H., 1977, *Journal of Applied Polymer Science*, 199-215.
- [5] Hu, J., Schulze, U. and Pioteck, J., 1999, *Polymer*, 40, 5279.
- [6] Mizutani, Y. and Nagou, S., 2001, *Process for the Production of Porous Polyolefin*, Tokuyama Corporation, United States.
- [7] Sa-nguanruksa, J., Rujiravanit, R., Supaphol, P., and Tokura, S., 2004, *Polymer Testing*, 23, 91-99.
- [8] Rejeki, H.R.S., Natanael, C.L., and Rahayu, I., 2009, *Karakteristik Membran*

Mikropori Polietilena Densitas Rendah dengan Tapioka Menggunakan Teknik *Template-Leaching*, FMIPA, Universitas Padjadjaran, Jatinangor.

[9]Radiman, .C.,andMayasari,F.,2006,*International ConferenceonMathematics and Natural Sciences (ICMNS)*.

TANYA JAWAB

Nama Penanya : **Harmami**

Nama Pemakalah : **Christi liamita**

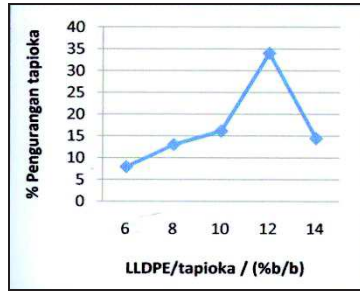
Pertanyaan :

1. Apa tepung larut bisa di pake atau tidak?
2. Untuk pembentuk pori membrane struktur pori apa lebih halus?

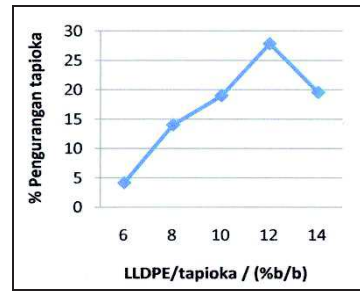
Jawaban :

1. Semua tepung atau hidrat yang dapat terhidrolisis oleh asam pasti dapat digunakan untuk pembentuk poli membrane.
2. Hasil struktur pori yang terbentuk bergantung pada banyak factor, selain ukuran kehalusan partikel, juga ketebalan membrane. Makin halus partikel tepung dan makin tipis membrane, mikropori yang terbentuk makin halus dan merata.

LAMPIRAN



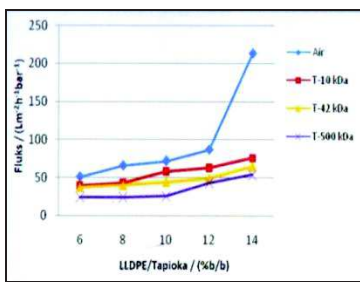
(a)



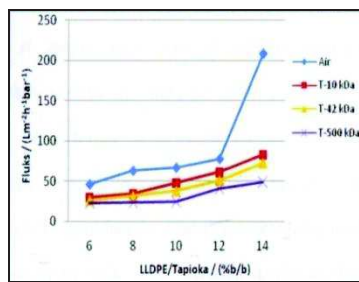
(b)

Grafik 1 Grafik persentase pengurangan tapioka yang dilesap oleh:

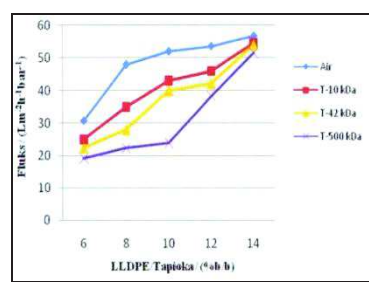
(a) asam nitrat 5N, dan (b) asam klorida 5N, dari membran LLDPE/ Tapioka.



(a)



(b)

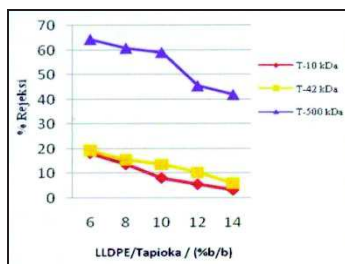


(c)

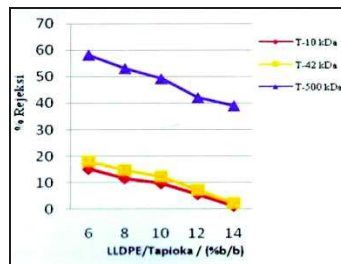
Grafik 2 Grafik nilai fluks dengan umpan air dan dekstran pada membran mikropori LLDPE yang

dilesap oleh: (a) asam nitrat 5N, (b) asam klorida 5N,

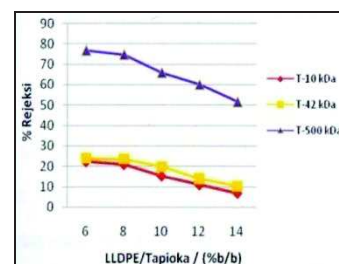
(c) tanpa pelesapan.



(a)



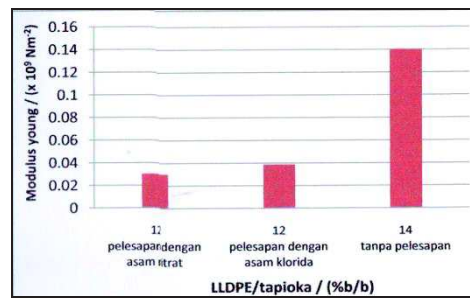
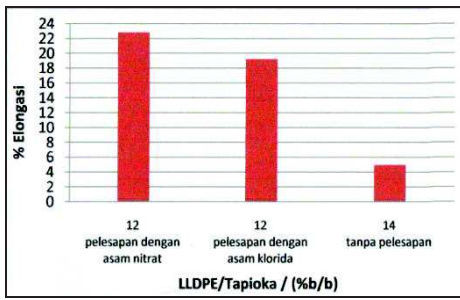
(b)



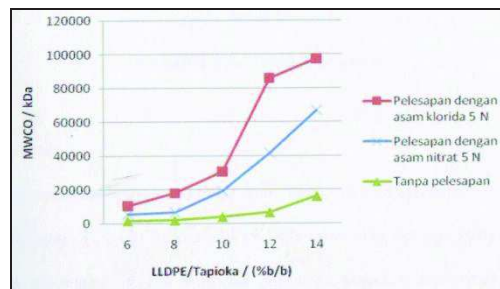
(c)

Grafik 3 Grafik pengaruh konsentrasi tapioka terhadap rejeksi membran LLDPE/ Tapioka yang dilesap

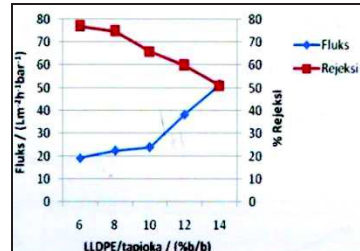
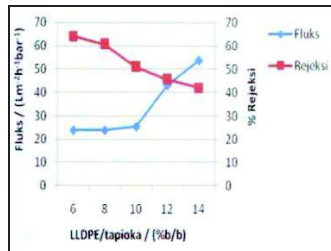
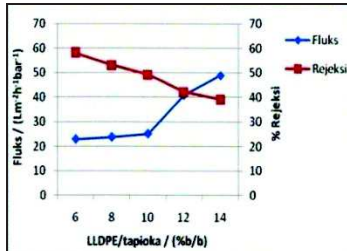
oleh: (a) asam nitrat 5N, (b) asam klorida 5N, (c) tanpa pelesapan.



Grafik 4 Persen elongasi (a) dan nilai modulus young (b) membran LLDPE/ Tapioka dengan berbagai variasi % tapioka.



Grafik 5. Kurva nilai MWCO pada membran mikropori LLDPE/ Tapioka dengan berbagai variasi % tapioka.

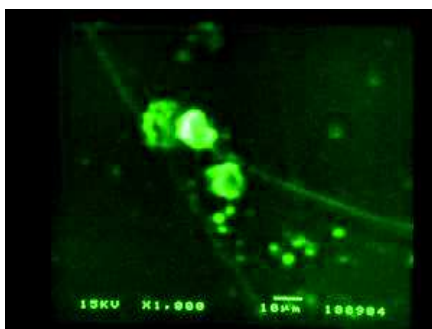


(a)

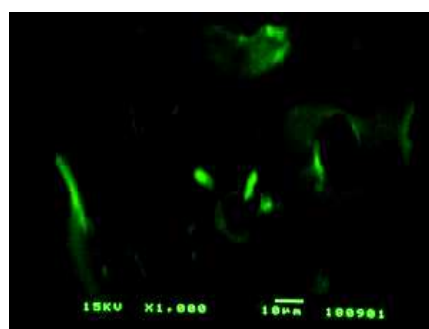
(b)

(c)

Grafik 6. Kurva penentuan komposisi optimum membran LLDPE/ Tapioka dari perpotongan kurva antara fluks dan rejeksi dekstran 500 kDa dengan: (a) pelepasan asam nitrat 5N, (b) pelepasan asam klorida 5N, (c) tanpa pelepasan.



(a)



(b)

Gambar 7 Mikrograf SEM membran mikropori LLDPE/ Tapioka yang mengandung: (a) 14% berat tapioka tanpa pelepasan, (b) 12% berat tapioka yang dilepas oleh asam nitrat 5N.