

OPTIMASI KETEBALAN CETAK PADA PREPARASI MEMBRAN *POLYETHERIMIDE* (PEI)

AR. Sella Auliya*, Nita Kusumawati

Jurusan Kimia, Universitas Negeri Surabaya, Ketintang, Surabaya, 60231, Indonesia

* Corresponding author, email: ar.auliya@mhs.unesa.ac.id

Co-author 1, email: nitakusumawati@unesa.ac.id

ABSTRACT

This research was conducted to optimize the casting thickness in the preparation of Polyetherimide (PEI) membrane. PEI was performed using an immersion-precipitation-induced phase inversion method with a thickness range from 0.5 to 0.8 mm. The results of morphological analysis and cross-sections performed by using Scanning Electron Microscope (SEM) showed decreased pore size along with decreased casting thickness. The results of pure water permeability analysis using "dead end" membrane reactor showed membrane flux at 55,290.16 - 67,244.79 L/m².h and Young's modulus of the prepared membranes were in the range of 1,443.25 - 1,687.59 N/m². Thus, the decreased casting thickness has resulted in decreased mechanical strength and increased pure water permeability.

Keywords: Membrane, Phase Inversion; Polyetherimide; Surface Morphology; Tensile Strength; Pure Water Permeability

ABSTRAK

Penelitian ini dilakukan untuk mengoptimasi ketebalan cetak dalam preparasi membran Polyetherimide (PEI). Optimasi ketebalan cetak membran PEI dilakukan dengan menggunakan metode inversi fasa terinduksi imersi-presipitasi dengan rentang ketebalan 0,5 – 0,8 mm. Hasil analisa morfologi permukaan dan penampang melintang menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM) menunjukkan penurunan ukuran pori seiring dengan penurunan ketebalan cetak. Hasil analisis permeabilitas air murni menggunakan reaktor membran "Dead end" menunjukkan nilai fluks membran pada rentang 55.290,16 – 67.244,79 L/m².jam dan nilai modulus Young pada rentang 1.443,25 – 1.687,59 N/m². Dengan demikian, penurunan ketebalan cetak membran PEI telah menghasilkan penurunan kekuatan mekanik dan peningkatan permeabilitas air murni.

Kata Kunci: Membran; Inversi Fasa; Polyetherimide; Morfologi Permukaan; Kekuatan Mekanik; Pemeabilitas Air Murni

I. PENDAHULUAN

Teknologi membran telah berkembang sejak tahun 1950 dan mencapai terobosan monumentalnya pada awal 1960 setelah Loeb & Sourirajan menemukan teknik pembuatan membran asimetris [1]. Teknologi membran memiliki banyak keunggulan, diantaranya adalah tidak diperlukannya zat kimia tambahan dalam proses pemisahan, kebutuhan energinya

yang minimum, pemisahan dapat dilakukan secara kontinyu, tidak ada penambahan produk buangan, dan dapat digabungkan dengan proses pemisahan lainnya [2].

Berdasarkan material penyusunnya, membran terbagi menjadi dua yaitu membran biologis dan sintetis. Membran sintetis memiliki ketahanan kimia dan kekuatan mekanik yang lebih baik daripada membran biologis. Membran sintetis dibagi menjadi dua yaitu

membran organik (polimer) dan membran anorganik (keramik). Sementara itu berdasarkan ukuran porinya, membran dapat dikelompokkan menjadi 3 (tiga) meliputi membran mikro, ultra, dan nanofiltrasi. Perbedaan ukuran pori tersebut juga sekaligus menjadi standar kualitas pemisahan yang dihasilkan oleh membran yang bersangkutan [3].

Polieterimida (PEI) merupakan salah satu jenis polimer unggulan yang dapat digunakan untuk pembuatan membran mikro, ultra dan nanofiltrasi karena karakteristik fisiknya yang sangat baik [4]. Membran PEI dikenal memiliki porositas yang lebih tinggi dibandingkan PSf dan PVDF serta ukuran pori yang lebih kecil dibandingkan PSf dan PVDF [5]. Selain itu, PEI merupakan suatu polimer amorf yang memiliki ketahanan termal hingga mencapai 500 °C [6].

Preparasi membran PEI umumnya dilakukan dengan metode *sintering* dan *track etching*. Namun demikian, preparasi membran PEI dengan menggunakan kedua metode tersebut cenderung menghasilkan membran dengan struktur simetri yang dikenal memiliki ketahanan tinggi terhadap peristiwa transfer massa [7-10]. Proses pemisahan menggunakan membran simetri umumnya akan menghasilkan nilai permeabilitas (fluks) dan selektivitas (rejeksi) yang saling berkebalikan. Oleh karena itu, saat ini telah mulai dikembangkan proses preparasi membran dengan menggunakan metode inversi fasa dalam rangka untuk mengatasi permasalahan tersebut.

Inversi fasa merupakan suatu proses transformasi polimer dari fasa cair menjadi fasa padat secara terkendali. Terdapat beberapa

jenis teknik induksi inversi fasa, diantaranya meliputi penguapan terkontrol pelarut dari sistem, pemisahan fasa terinduksi termal, presipitasi dari fasa uap dan imersi presipitasi. Di antara beberapa teknik induksi tersebut, Imersi presipitasi merupakan teknik yang paling banyak digunakan terutama karena prosesnya yang sederhana dan efisien waktu diantara keempat teknik tersebut [11].

Morfologi dan kinerja membran dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya meliputi komposisi larutan cetak yang terdiri dari polimer, pelarut, non pelarut, dan porogen, temperatur pengadukan [12] dan ketebalan cetak [13].

Pada penelitian sebelumnya telah diteliti pengaruh komposisi larutan cetak dan temperatur pengadukan terhadap karakteristik membran PEI. Hasil riset menunjukkan telah terbentuknya struktur asimetri pada seluruh membran PEI yang dipreparasi. Namun demikian, hasil analisis morfologi penampang melintang membran PEI menggunakan SEM masih menunjukkan tingginya keberadaan *macrovoid* dalam struktur membran. Kondisi tersebut tidak diinginkan, mengingat struktur asimetri minim *macrovoid* merupakan syarat penting yang harus dipenuhi untuk mendapatkan membran yang tidak hanya memiliki kekuatan mekanik tinggi, tetapi juga laju alir (permeabilitas) dan daya rejeksi (selektivitas) yang tinggi pada membran [4].

Pada penelitian ini akan diteliti pengaruh ketebalan cetak *casting knife* terhadap kinerja membran PEI yang terbentuk untuk meminimalisasi keberadaan *macrovoid* dalam struktur membran. Oleh karena, pada penelitian ini akan dilakukan sejumlah analisis terhadap morfologi permukaan membran

menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM), kekuatan mekanik menggunakan strograf, ketahanan kimiawi terhadap larutan asam dan basa menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) serta ketahanan termal menggunakan *Thermal Gravimetric Analysis* (TGA).

II. METODE

Material

Polyetherimide ($d = 1,24 \text{ g/mL}$ pada 25°C , $\text{BM} = 35.000 \text{ g/mol}$, Sigma-Aldrich), ammonium klorida (NH_4Cl) ($\geq 99,5\%$, Riedel De haen), *N-Methyl-2-pyrrolidone* (NMP) ($\geq 99,7\%$ Sigma Aldrich, $\text{BM} = 99,13 \text{ g/mol}$), aquades, NaOH ($\geq 98\%$, Sigma Aldrich), H_2SO_4 ($\geq 98\%$, Ajax Finichem Pty Ltd.), kasa (Kasa Husada Indonesia, 254 mesh).

Instrumentasi

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah : peralatan gelas (spatula, gelas kimia IWAKI Pyrex, gelas ukur IWAKI Pyrex, corong, kaca arloji, pipet tetes, pipet volum Glaswerk Wertheim, dan labu ukur IWAKI Pyrex), *magnetic stirrer* NESCO LAB MS-H280-Pro, neraca analitik Ohaus PAJ1003, *casting knife*, bak koagulasi, reaktor membran *dead-end*, spektrofotometer UV-Vis, *Scanning Electron Microscopy* (SEM) Zeiss EVO MA10, *Fourier Transform Infrared* (FTIR) Nicolet IS10, dan *Thermal Gravimetric Analysis* (TGA) (Linseis STA PT1000).

Prosedur

Preparasi Membran PEI

Membran PEI dengan komposisi larutan cetak (PEI/NMP/ NH_4Cl) (%b/b) 12/84/4 dipreparasi dengan metode inversi fasa. Untuk mendapatkan larutan homogen, PEI dan NH_4Cl dilarutkan ke dalam pelarut NMP dan kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 7 jam 15 menit pada temperatur 60°C . Larutan cetak homogen kemudian dicetak di atas padatan pendukung kain kasa dengan ketebalan cetak 0,8 mm; 0,7 mm; 0,6 mm; 0,5 mm dan selanjutnya didiamkan selama 5 menit. Pada tahapan berikutnya, larutan cetak direndam dalam bak koagulasi yang berisi non pelarut H_2O dengan temperatur imersi 80°C . Padatan membran PEI dicuci menggunakan aquadestilata untuk menghilangkan sisa-sisa pelarut dan porogen pada membran. Padatan membran dikeringkan di udara terbuka selama 24 jam.

Karakteristik Membran

Karakterisasi membran PEI meliputi karakterisasi fisik dan mekanik. Pada penelitian ini, karakterisasi fisik menggunakan SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan dan penampang melintang membran PEI. Sementara itu, karakterisasi mekanik menggunakan *strograph* dilakukan untuk menentukan kekuatan mekanik membran.

Uji Permeabilitas Air Murni Membran

Permeabilitas air murni membran PEI dievaluasi dengan mengukur fluks. Uji permeabilitas air murni dilakukan menggunakan membran dengan diameter 4,8 cm dan tekanan konstan 1 bar (kg/cm^3) yang digunakan sebagai gaya dorong pada proses pemisahan.

Uji Ketahanan Termal

Ketahanan termal membran PEI dilakukan melalui evaluasi perubahan massa menggunakan TGA pada rentang temperatur 50 – 900 °C.

Uji Ketahanan Kimia

Uji ketahanan kimiawi membran PEI dilakukan dengan menggunakan larutan asam (H_2SO_4) pada konsentrasi 6%; 20%; 30%; 60%(v/v); dan NaOH pada konsentrasi 0,15%; 1,5%; 15%; 40%; 60%; 80%(b/v). Selanjutnya untuk mengetahui terjadinya kerusakan gugus fungsional dalam membran sebagai akibat proses perendaman dalam lingkungan asam dan basa, dilakukan analisis membran sebelum dan sesudah proses perendaman menggunakan instrumen FTIR.

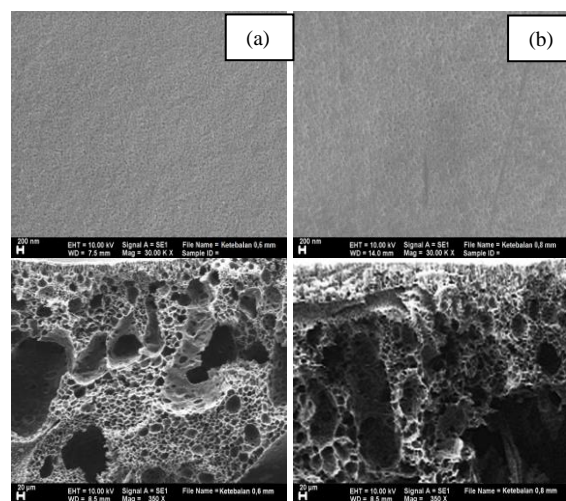
III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakteristik Fisik Membran PEI

Morfologi permukaan dan penampang melintang membran PEI dengan komposisi larutan cetak (PEI/NMP/ NH_4Cl) (%b/b) 12/84/4 dengan ketebalan *casting* sebesar 0,5 mm, 0,6 mm, 0,7 mm, dan 0,8 mm tampak pada gambar 1. Peningkatan ketebalan cetak telah menyebabkan terbentuknya ukuran pori yang lebih renggang/besar dan sebaliknya, ketebalan cetak yang lebih rendah telah

menghasilkan membran PEI dengan ukuran pori yang lebih rapat/kecil.

Berdasarkan hubungan yang terobservasi dari data morfologi permukaan dan morfologi penampang melintang membran PEI hasil preparasi ketebalan cetak, dapat diketahui bahwa penurunan ukuran pori membran seiring dengan penurunan ketebalan cetak membran PEI lebih disebabkan karena adanya kecenderungan penekanan/minimalisasi *macrovoid* yang terbentuk.



Gbr 1. Morfologi permukaan dan penampang melintang membran PEI (PEI/NMP/ NH_4Cl (%b/b)) 12/84/2 dengan ketebalan casting 0,6 mm(a); 0,8 mm (b)

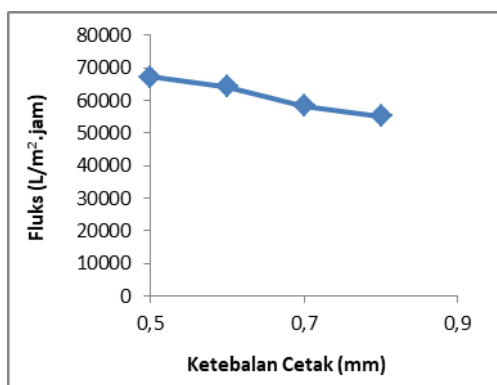
Permeabilitas air murni membran PEI

Permeabilitas membran PEI dengan komposisi larutan cetak (PEI/NMP/ NH_4Cl) (%b/b) 12/84/4 dengan ketebalan *casting* sebesar 0,5 mm, 0,6 mm, 0,7 mm, dan 0,8 mm tampak pada tabel 1 dan gambar 2. Peningkatan ketebalan cetak telah menyebabkan penurunan permeabilitas membran PEI terhadap air murni, meski pada saat yang bersamaan dengan terjadinya peningkatan ukuran pori pada membran yang bersangkutan. Kondisi tersebut menunjukkan bahwa ketebalan membran memiliki pengaruh

yang lebih signifikan terhadap permeabilitas air murni dibandingkan dengan ukuran pori

Peningkatan ketebalan cetak cenderung memperpanjang jarak tempuh larutan umpan air dalam melewati membran sehingga berujung pada penurunan kecepatan alir larutan umpan air murni dalam menembus membran yang bersangkutan.

No	Ketebalan Casting (mm)	Permeabilitas (L/m ² .jam)
1	0,5	67.244,79
2	0,6	64.207,93
3	0,7	58.405,10
4	0,8	55.290,16



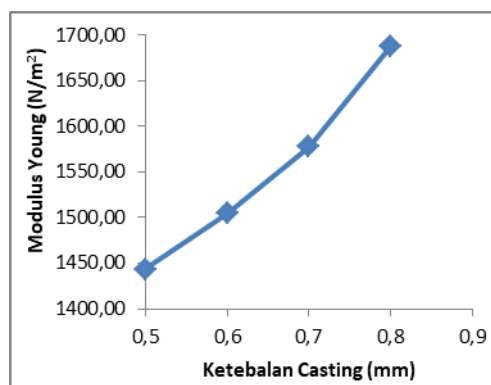
Gbr 2. Grafik permeabilitas membran PEI hasil variasi ketebalan cetak

Karakteristik mekanik membran PEI

Kekuatan mekanik membran PEI dengan komposisi larutan cetak (PEI/NMP/NH₄Cl) (%b/b) 12/84/4 dengan ketebalan *casting* sebesar 0,5 mm, 0,6 mm, 0,7 mm, dan 0,8 mm tampak pada tabel 2 dan gambar 3. Penurunan ketebalan *casting* telah menyebabkan peningkatan kekuatan mekanik atau *modulus Young* membran PEI. Penurunan

ketebalan *casting* membran PEI cenderung menekan/meminimalisasi *macrovoid* yang mungkin terbentuk. Kecenderungan yang terjadi akan berujung pada peningkatan kekuatan mekanik membran PEI yang bersangkutan.

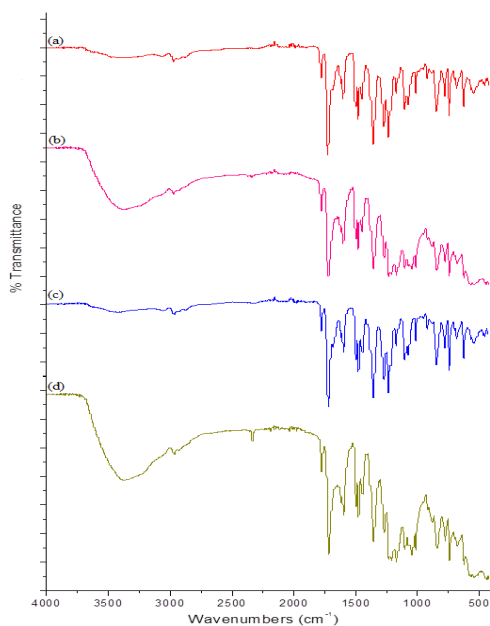
No	Ketebalan Cetak (mm)	Modulus Young (N/m ²)
1	0,5	1.687,59
2	0,6	1.577,60
3	0,7	1.504,54
4	0,8	1.443,25



Gbr 3. Grafik kekuatan mekanik membran PEI hasil variasi ketebalan cetak

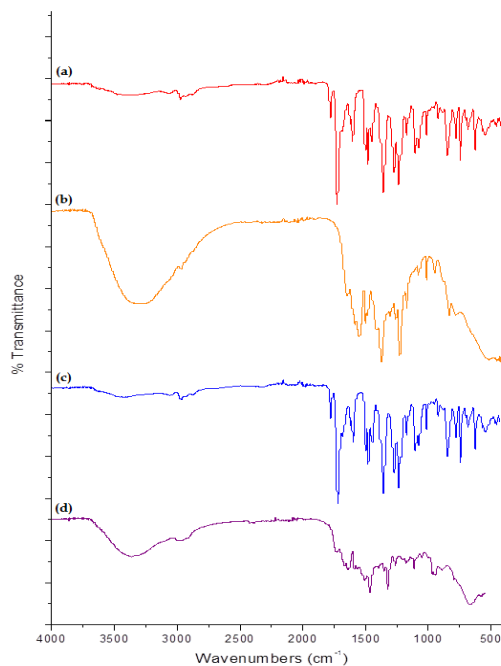
Ketahanan kimiawi membran PEI

Uji ketahanan membran PEI terhadap larutan asam (H₂SO₄) dan basa (NaOH) dilakukan dengan analisis gugus fungsional membran PEI sebelum dan sesudah perendaman dalam larutan asam dan basa menggunakan instrumen FTIR. Hasil analisis ketahanan kimiawi membran PEI terhadap larutan asam tampak pada gambar 4, sedangkan pada gambar 5 tampak hasil analisis ketahanan kimiawi membran PEI terhadap larutan basa.



Gbr 4. Spektra infra merah membran PEI dengan komposisi PEI/NMP/NH₄Cl (%b/b) 12/84/4 yang dipreparasi dengan ketebalan cetak 0,5mm : (a) sebelum dan (b) sesudah; dan ketebalan cetak 0,8mm : (c) sebelum dan (d) sesudah perendaman dalam larutan asam

Data spektra infra merah membran PEI sebelum dan sesudah perendaman dalam lingkungan asam dan basa, seperti yang tampak pada gambar 4 dan gambar 5 secara umum menunjukkan lebih rendahnya ketahanan kimiawi membran PEI dalam lingkungan basa jika dibandingkan dengan dalam lingkungan asam. Hal tersebut tampak dari lebih banyaknya gugus fungsional senyawa PEI yang hilang dari spektra infra merah membran yang telah melalui uji ketahanan kimiawi dalam lingkungan basa.

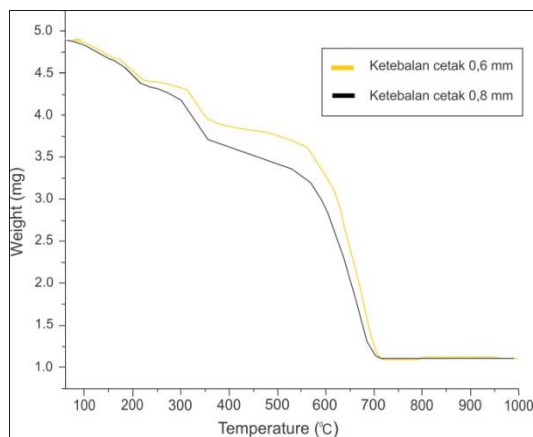


Gbr 5. Spektra infra merah membran PEI dengan komposisi larutan cetak PEI/NMP/NH₄Cl (%b/b) 12/84/4 yang dipreparasi dengan ketebalan cetak 0,5mm : (a) sebelum dan (b) sesudah; dan ketebalan cetak 0,8mm : (c) sebelum dan (d) sesudah perendaman dalam larutan basa

Kestabilan termal membran PEI

Hasil analisis termogravimetri menunjukkan bahwa membran PEI telah mengalami dekomposisi yang tampak pada gambar 6. Dekomposisi dapat diketahui dengan adanya pengurangan massa membran PEI dengan adanya peningkatan temperatur uji. Pada rentang temperatur 100-200 °C terjadi reduksi massa yang pertama berkaitan dengan pelepasan molekul air dalam bentuk uap. Pada rentang temperatur 220-260 °C terjadi reduksi massa yang kedua berkaitan dengan

pelepasan NMP yang teradsorpsi pada permukaan membran PEI dan reduksi massa yang ketiga terjadi pada rentang temperatur 500 °C, yang disebabkan oleh dekomposisi PEI.



Gbr 7. Termogram membran PEI

IV. KESIMPULAN

Hasil menunjukkan bahwa penurunan ketebalan cetak membran Polyetherimide (PEI) mampu menghasilkan membran dengan ukuran pori yang lebih kecil, namun dengan permeabilitas air murni yang lebih besar dan kekuatan mekanik yang lebih kecil karena rendahnya ketebalan membran PEI yang dihasilkan.

Pada penelitian ini menghasilkan membran PEI dengan permeabilitas air murni 55.290,16 – 67.244,79 L/m².jam dan nilai modulus Young pada rentang 1.443,25 – 1.687,59 N/m².

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada Tim Riset Merah Putih Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Surabaya (Unesa) yang telah memberikan dukungan dalam penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Baker, Richard W. 2004. *Membran Technology and Applications Second Edition*. England: John Wiley and Sons, Ltd.
- [2] Ningrum R.D.C., Kusumawati N.2016. Development and Characterization of Polysulfone/Polyvinylidene Flouride Blend Membrane Induced by Delayed Liquid-Liquid Demixing. *International Journal on Advanced Science Engineering Information Technology*, vol. 6, no. 5, 2016.
- [3] Mulder, M.1996. *Basic Principle of Membrane Technology*. London: Kluwer Academic.
- [4] Nunnes, S.P., Peinemann, K.V.2006. *Membrane Technology in The Chemical Industry*. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co.KGaA, Weinheim, Germany.
- [5] Kusumawati N., Setiarso P., Sianita M.M.2017. Pengaruh Komposisi Larutan Cetak dan Temperatur Pengadukan terhadap Karakteristik Fisik, Mekanik dan Permeabilitas Air Murni Membran Polyether Imide. *Indonesian Chemisry and Application Journal (ICAJ)* ISSN : 2549-2314; Volume : 1; Number 1
- [6] Kirby, A.J. 1992. *Review Rapra – Polyimides – Materials, Processing, and Applications*. North America : Pergamon Press Inc.
- [7] Kusumawati N., Koestari T., Monica M. 2015. "The Influence Of Casting Solution Composition And Stirring Condition Against Mechanical Strength And Performances Of Polyvinylidene Flouride (PVDF) - Polysulfone (Psf) Composite Membrane On Textile Industrial Wastewater Treatment". *Research Journal Of Phatmaceutical, Biological And Chemical Sciences*, vol. 6, no. 1, pp. 271-280, 2015.
- [8] Feng Xianshe, Huang Robert.Y.M.1996. Preparation and Performance of Asymmetric Polyetherimide Membranes for Isopropanol Dehydration by Pervoration. *Journal of Membrane Science*.
- [9] Saedi S., Madaeni S.S., Shamsabadi A.A.2014. *Fabrication of Asymmetric Polyethersulfone Membranes for Separation of Carbon Dioxide from Methane Using Polyetherimide as Polymeric Additive*. IchemE.
- [10] Setyaningsih E.P., Machfudzoh M., Utomo W.P., Fansuri H.2016. Preparation of CaTiO₃ Asymmetric Membranes Using Polyetherimide as Binder Polymer. *Indones. J. Chem*, vol. 16 no. 1, pp. 20-24, 2016.

- [11] Shamsabadi A.A., Kargari A., Babaheidari M. B., Laki S. 2013. Separation of Hydrogen from Methane by Asymmetric PEI Membranes. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* vol. 19, pp. 1680-1688, 2016.
- [12] G. Liu, L.C. Lei, P. L. Cen. 2001. Wet Air Oxidation of Printing and Drying Wastewater. *J. Zhejiang University*, vol. 35, pp. 37-40, 2001.
- [13] Widayanti, Nanda. 2013. *Karakterisasi Membran Selulosa Asetat dengan Variasi Komposisi Pelarut Aseton dan Asam Format*. Skripsi tidak diterbitkan. Jember: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember.