

SINTESIS POLIMER MEMBRAN SELULOSA ASETAT DAN POLIETILEN GLIKOL DENGAN NANOPARTIKEL SILIKA SEBAGAI BAHAN ADITIF UNTUK *REVERSE OSMOSIS*

Pembimbing :

Siti Nurkhamidah, S.T., MS, Ph.D

Dr. Yeni Rahmawati, S.T., M.T.

Penyusun :

I Made Pendi Adi Merta 2311100033

Deffry Danius Dwi Putra 2311100088



OUTLINE PRESENTATION

LAB. PERPINDAHAN MASSA DAN PANAS



Latar belakang



Rumusan dan batasan masalah



Tujuan



Metodologi penelitian



Hasil dan Pembahasan



Kesimpulan dan Saran





LATAR BELAKANG



AIR ADALAH KEBUTUHAN HIDUP UTAMA MANUSIA



(Peinemann, K.-V.,dkk, 2007)

UN Water PBB
pada tahun 2025 :
"3.4 milyar
penduduk dunia akan
hidup kekurangan air
bersih"

KEKURANGAN AIR-ENDE NTT



(Nugro Raharjo. P, 2008)



ALTERNATIF?



AIR LAUT



DESALINASI RO

World desalination market

40%
Rest of world

60%
Arab states:

- Saudi Arabia
- United Arab Emirates
- Kuwait
- Qatar
- Bahrain
- Oman
- Iraq
- Iran

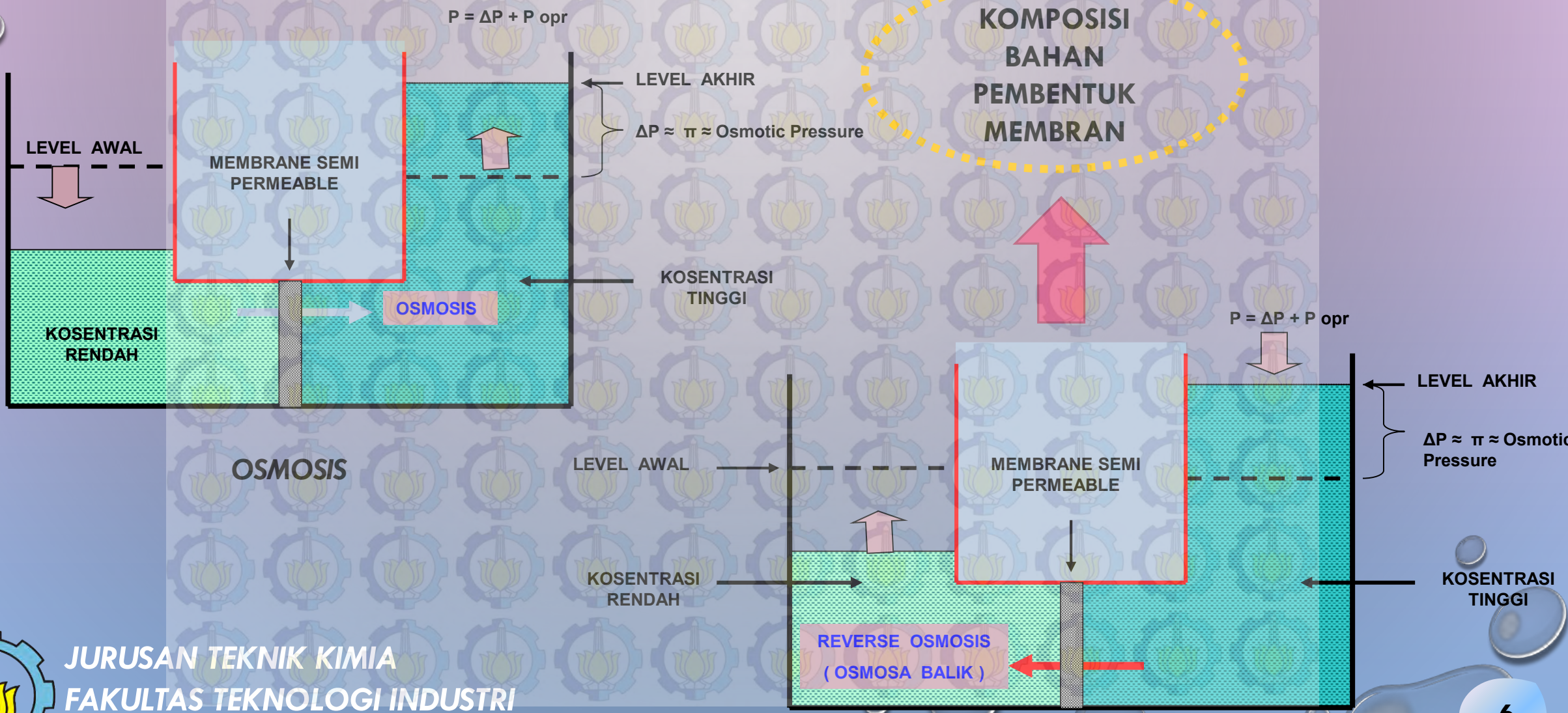
Total market
\$105 billion
2010-16



(www.haaretz.com)



DESALINASI REVERSE OSMOSIS



Pengaruh Bahan & Komposisi Pembentuk membran

JENIS BAHAN:

Lee dkk, 1997: polisulfon (Psf)/N-metil-2-pirolidon (NMP)/ polietilen glikol (PEG)

KONSENTRASI BAHAN:

Sidra dkk, 2014 : selulosa asetat (CA)/polietilen glikol (PEG)

PENAMBAHAN ADITIF:

Adnam.A dkk, 2014: cellulose acetate/polyethylene glycol/ silica

peningkatan berat molekular PEG menyebabkan meningkatnya fluks dan menurunnya rejeksi garam, dikarenakan semakin meningkatnya porositas membran.

CA sangat hidrofilik dan dengan komposisi CA/PEG (80/20 % berat) memberikan hasil yang paling optimal yang dilihat dari fluks, rijeksi garam dan *membrane hydroulic resistance*

nanopartikel silika memberikan pengaruh peningkatan fluks, rijeksi garam dan *mechanical stability* pada membran. dengan mengurangi pembentukan *macrovoid* dan meningkatkan pembentukan mikropori



**PENAMBAHAN
NANO PARTIKEL
SILIKA**

- Dapat membentuk mikroporous, mesopori, dan berpori
- Meningkatkan hidrofilitas membran
- Ukuran partikel relatif kecil
- Tahan terhadap panas
- Membentuk suspensi yang baik dalam larutan berair

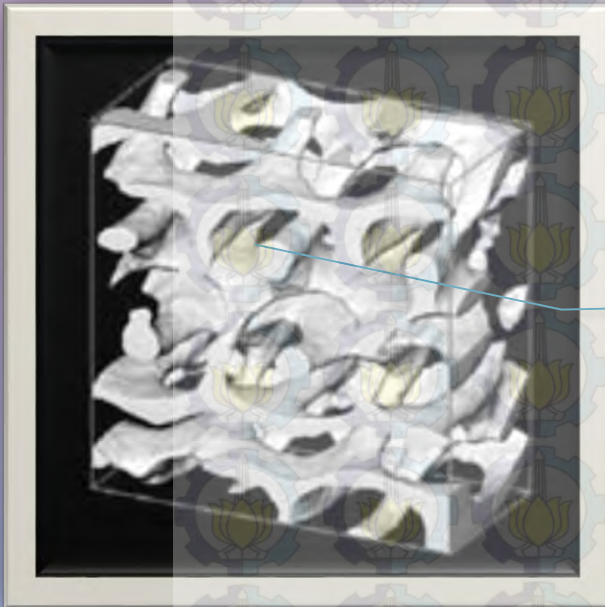
Aneela dkk, 2014 :
cellulose acetate
(CA)/polyethylene
glycol (PEG) dengan
partikel silika (1 μm)

- peningkatan kestabilan termal
- meningkatkan fluks
- rijeksi garam
- ketahanan mekanik

**Bagaimana
mekanisme silika
meningkatkan
performa
membran?**



Apakah perbedaan **ukuran partikel silika** dan dari ukuran pori/ Makrovoid yang terbentuk akan memberikan hasil yang berbeda?



Penampang struktur membran
(Childress A.E. dkk, 2012).



Mengecilkan pori dengan menghilangkan makrovoid

Meningkatkan rijeksi garam

Meningkatkan hidrofilitas membran

Meningkatkan fluks permeat

Meningkatkan ketahanan termal

Ketahanan membran lebih stabil





RUMUSAN & BATASAN MASALAH



Masalah

“Penelitian yang menggunakan nanopartikel silika sebagai bahan tambahan (zat aditif) dalam pembuatan membran untuk proses *reverse osmosis* (RO), dalam tujuan meningkatkan performa membran, masih belum diteliti ukuran partikel dan konsentrasi penambahan silika yang optimal”.

Batasan masalah:

1. Pembuatan membran *reverse osmosis* dengan menggunakan polimer CA dan PEG dengan silika sebagai bahan aditif.
2. Air garam sintesis dengan kadar 5000 ppm (sesuai dengan kadar air laut payau pantai Kenjeran) .
3. Berat molekul PEG yang digunakan adalah 200 Da atau disebut PEG 200 dan berat molekul CA yang digunakan adalah 30000 Da





TUJUAN PENELITIAN



Tujuan Penelitian

Mempelajari pembuatan membran *reverse osmosis* (RO) dengan menggunakan polimer CA, PEG dan nanopartikel silika sebagai bahan aditif dengan memvariasikan komposisi CA dan PEG serta ukuran nanopartikel dan konsentrasi silika.

Mempelajari pengaruh variasi komposisi CA dan PEG terhadap karakterisasi dan kinerja membran RO untuk desalinasi air laut

Mempelajari pengaruh variasi ukuran partikel dan konsentrasi silika terhadap karakterisasi dan kinerja membran RO untuk desalinasi air laut.





METODE PENELITIAN



BAHAN



Selulosa asetat (CA ; Acetyl Content 39,8% : Mw 3000 Da)

Polietilen Glikol 200 (PEG-200 ; Mw 200 Da)

Fumed Silika (0.007 μm , 0.2 μm) dan silika gel 60 μm

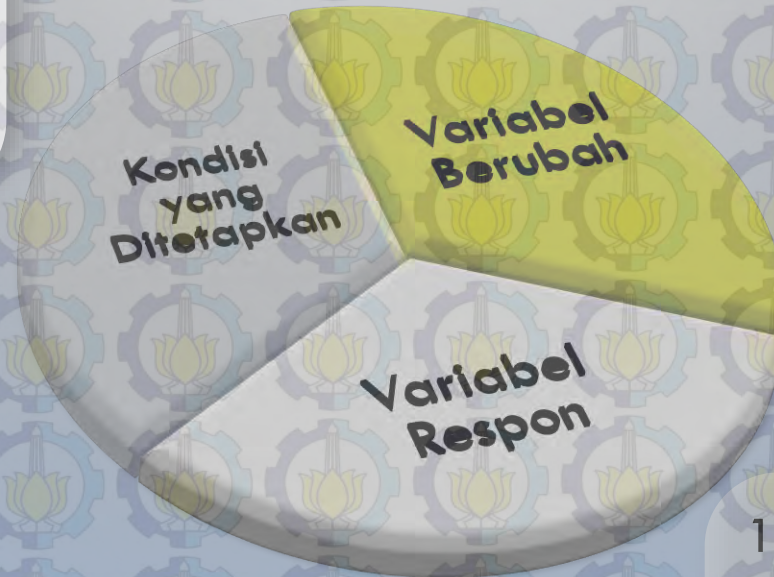
Aseton (99.5%) dan NaOH (1%)



VARIABEL PENELITIAN

1. Volume Aseton : 17 ml
2. Suhu Pencampuran : 80°C
3. Volume NaOH : 2.5 ml
4. Ketebalan Membran : 200 μm
5. Suhu casting membran : 25°C
6. Suhu quenching : 5°C
7. Suhu pengeringan : 60°C

1. Komposisi CA/PEG (50/50;60/40;70/30;80/20;90/10 wt/wt)
2. Konsentrasi silika di dalam 10 ml NaOH (1-5%)
3. Ukuran partikel silika (0.007;0.2;60 μm)



1. Struktur Morfologi
2. Ikatan Gugus Fungsional
3. Sudut Kontak
4. Fluks permeat
5. Rijeksi garam
6. Permeabilitas membran



ALAT DAN PEMBUATAN ARUTAN MEMBRAN

LAB. PERPINDAHAN MASSA DAN PANAS

Campuran
CA/PEG/ASETON

$T = 80\text{ }^{\circ}\text{C}$, 8 Jam (Homogen)

suhu ruangan, 24 jam
(tidak ada gelembung)

Pencampuran

1. Botol Sampel

2. Heater

3. Magnetic Stirrer



Pendinginan



CASTING



ALAT DAN PEMBUATAN ARUTAN MEMBRAN

LAB. PERPINDAHAN MASSA DAN PANAS

T= 80 °C, 6 Jam (Homogen)

T= 80 °C, 8 Jam (Homogen)

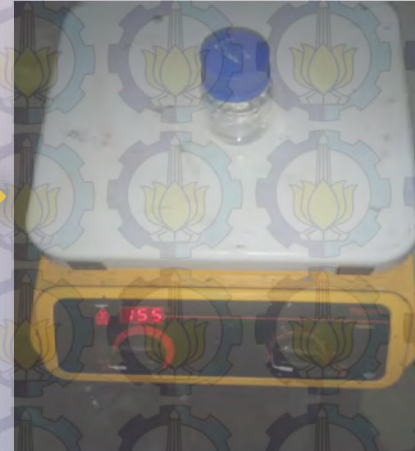
Campuran
CA/PEG/ASETON

Pencampuran

1. Botol Sampel

2. Heater

3. Magnetic Stirrer



Pendinginan

Pemanasan



pendin
ginan

SILIKA
1-5% w/v

menamba
hkan



suhu ruangan,
12 jam



suhu ruangan, 24 jam
(tidak ada gelembung)

CASTING



JURUSAN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER

ALAT DAN PEMBUATAN MEMBRAN

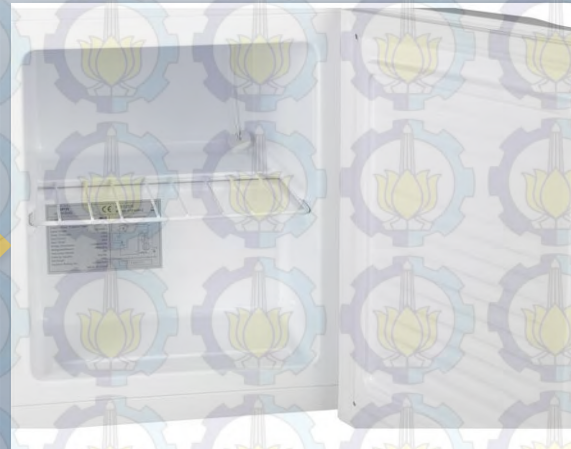
LAB. PERPINDAHAN MASSA DAN PANAS

$T = 60\text{ }^{\circ}\text{C}$, 24 jam



Casting pada
mold, tebal
 $0.025\text{ }\mu\text{m}$ (suhu
ruangan)

Quenching



$T = 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ (15 menit)

Pengeringan



Analisa



JURUSAN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER

Analisa Struktur Morfologi

- Membran dicelupkan ke dalam nitrogen cair selama beberapa detik
- Membran dipatahkan
- Sampel kemudian dimasukkan ke dalam alat SEM

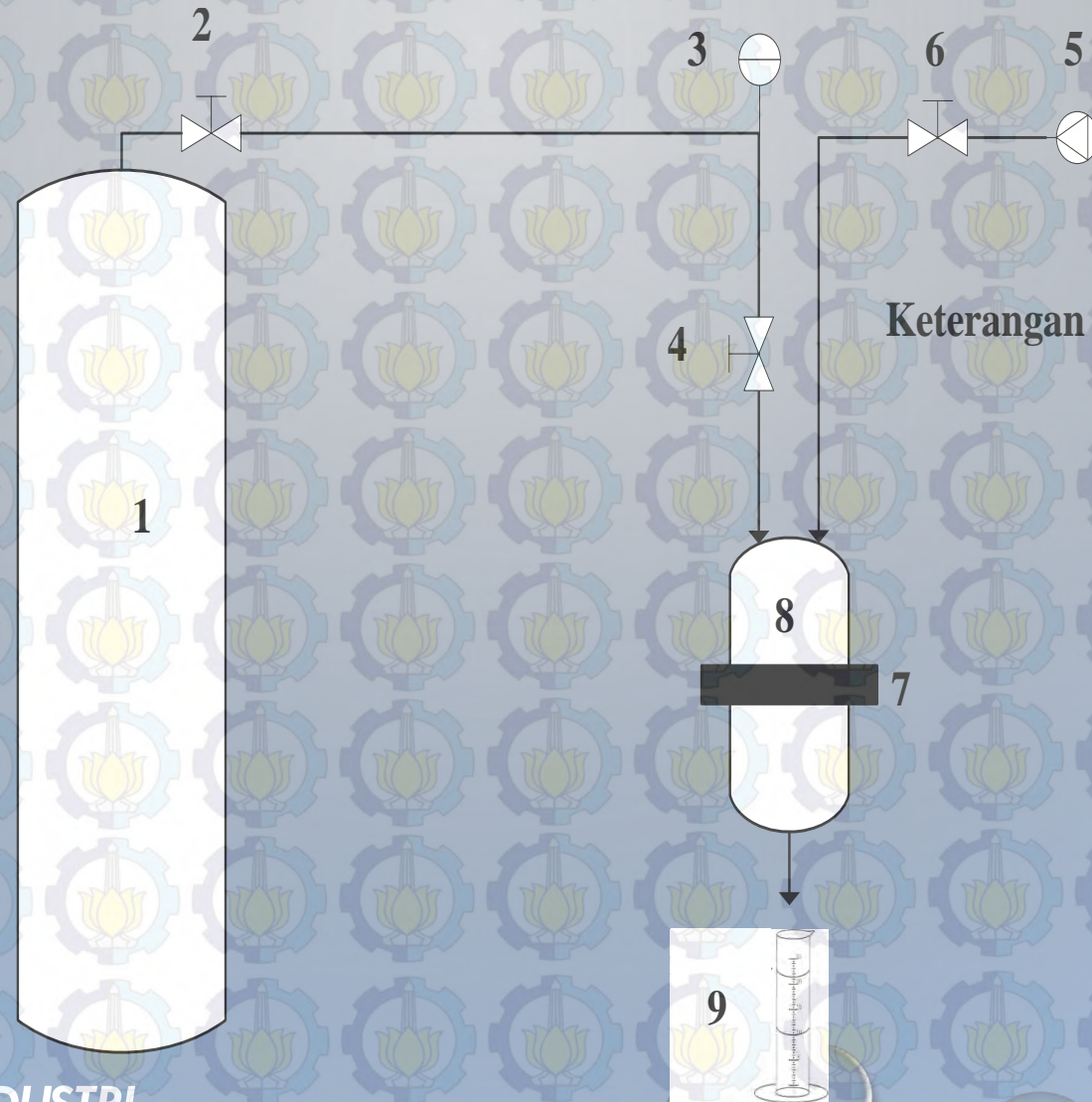


Analisa ikatan hidrogen

- Membran dimasukkan ke dalam alat FTIR
- Membaca grafik yang terbentuk



SKEMA ALAT REVERSE OSMOSIS

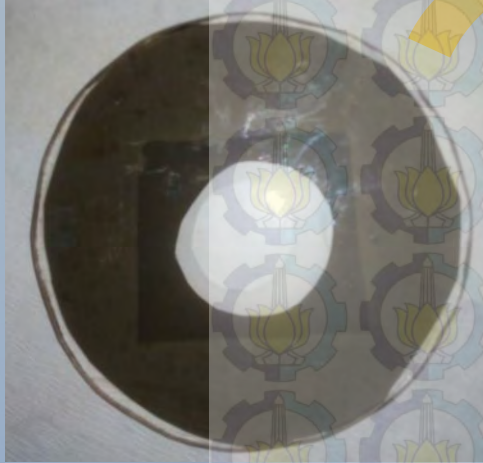


- Keterangan :
1. Tabung nitrogen
 2. Valve pengatur nitrogen
 3. Pressure gauge
 4. Valve pengatur tekanan
 5. Air garam
 6. Valve tempat masuk air garam
 7. Modul *reverse osmosis*
 8. Tangki penampung air garam
 9. Gelas ukur penampung permeat



ANALISA MEMBRAN

LAB. PERPINDAHAN MASSA DAN PANAS



Diameter membran: 3 cm



Analisa RO:

- Air umpan 5000 ppm
- Tekanan 5 bar
- Waktu: 5 jam



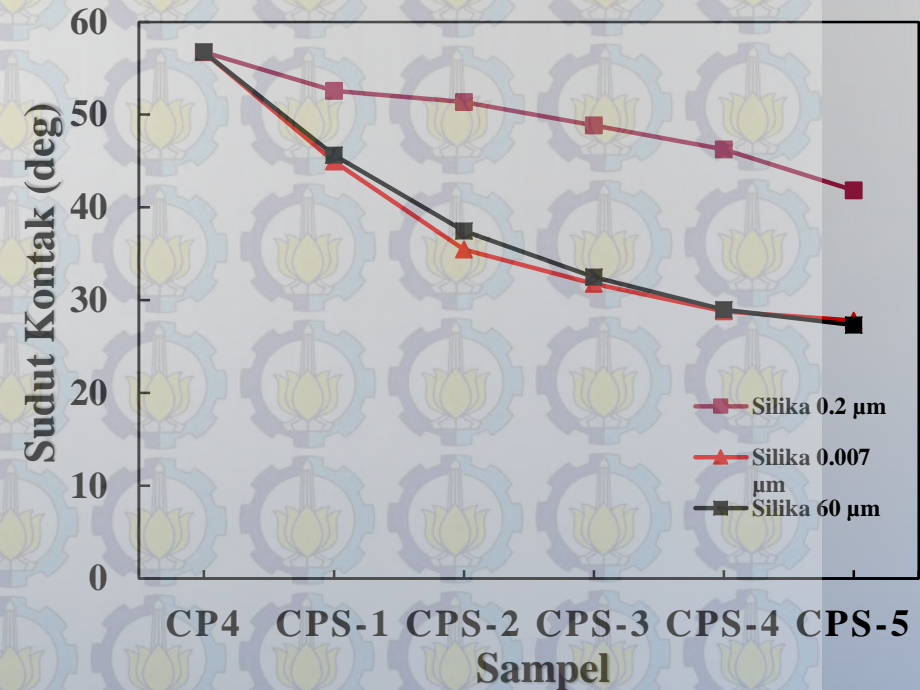
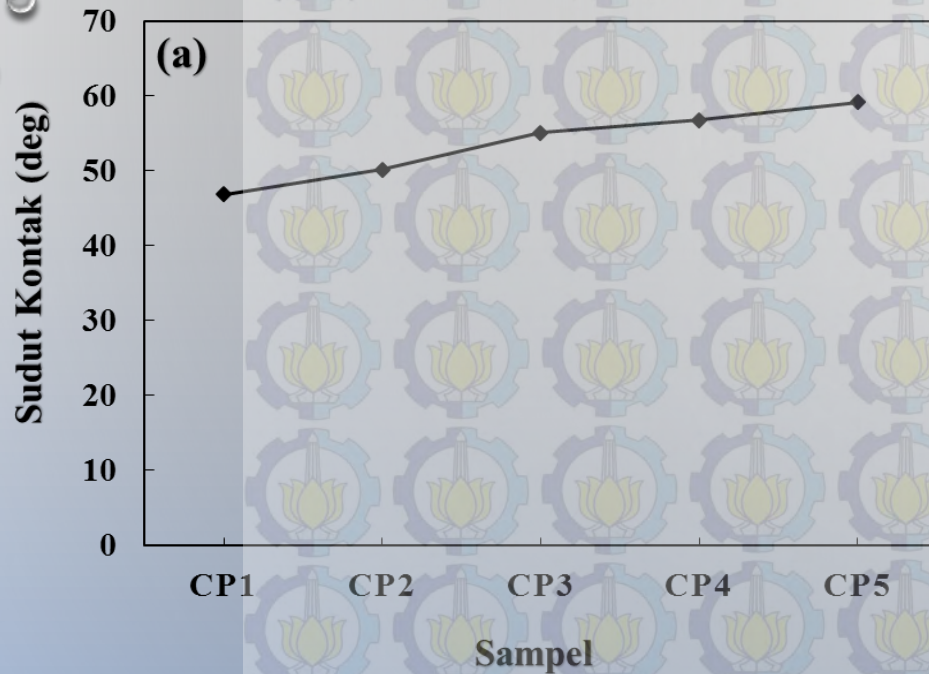
JURUSAN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER



HASIL DAN PEMBAHASAN

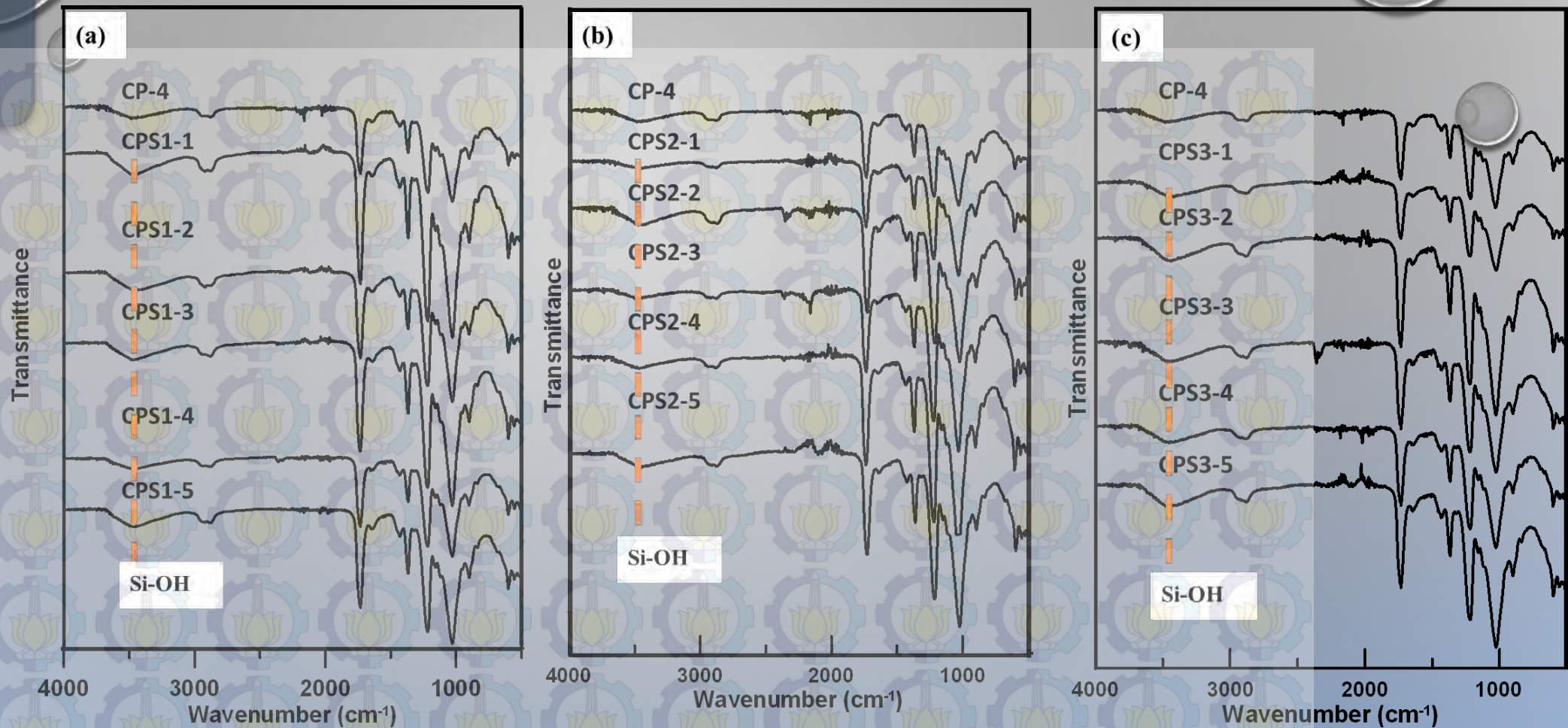


SUDUT KONTAK



- Peningkatan CA pada membran membuat hidrofilitas membran menurun (pembentukan selektif *layer*) berkurangnya PEG, sebagai agen pembentuk pori
- Secara umum, penambahan silika menurunkan sudut kontak. Dan peningkatan penambahan konsentrasi silika membuat semakin menurunnya sudut kontak.
- Ukuran partikel silika 0.007 μm menunjukkan hidrofilitas membran yang paling tinggi

FTIR

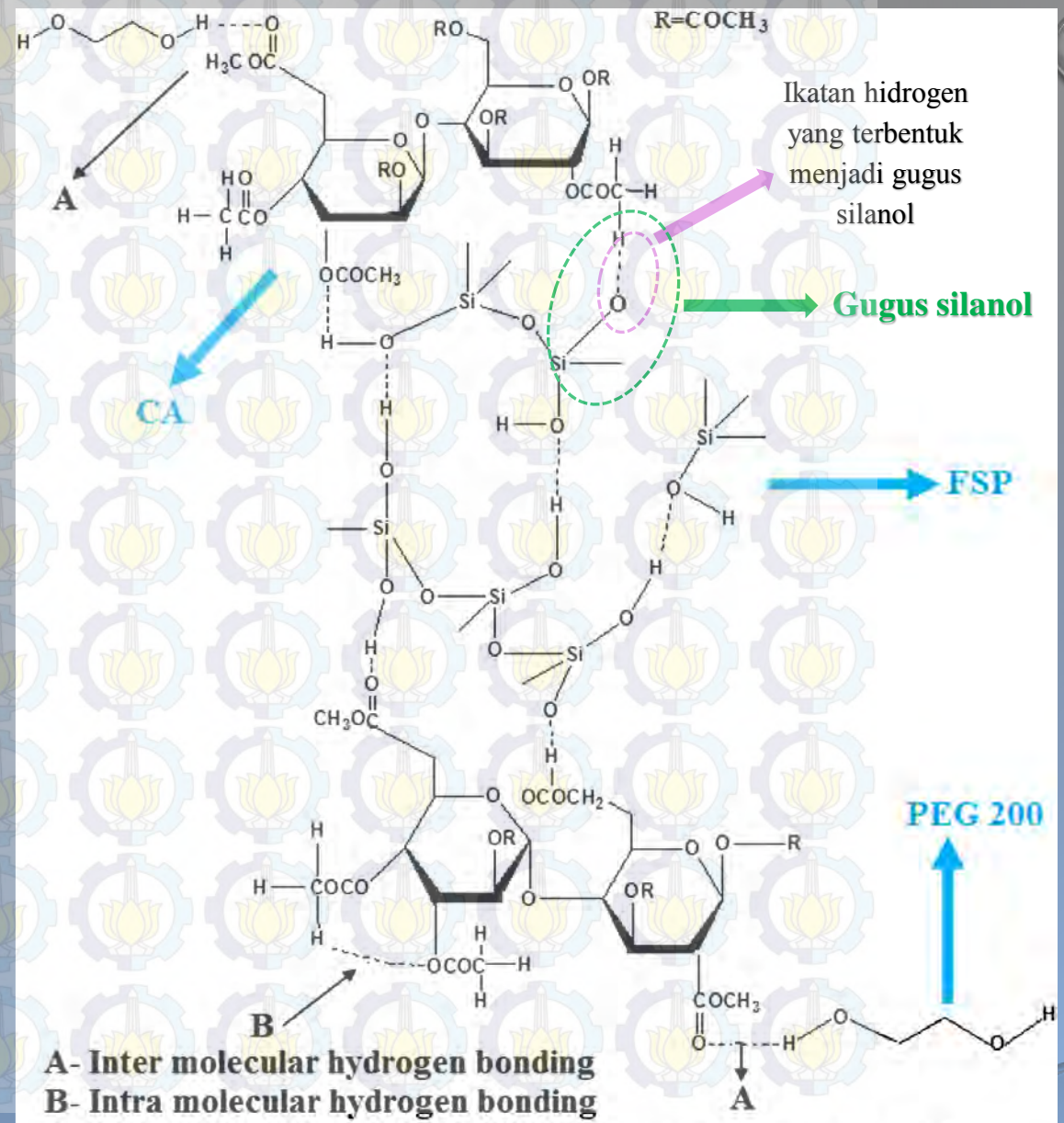


- CP4: menunjukkan ikatan O-H pada peak 3460.06 cm^{-1}
- Secara umum, ikatan gugus silanol (Si-OH) terdapat pada peak disekitaran 3400-3500 cm^{-1} serta ikatan Si-O-Si *asymmetric* pada 1026 cm^{-1} dan Si-O-Si *symmetric* pada 802 cm^{-1}
- Peningkatan konsentrasi silika, meningkatkan luasan gugus hidroksil pada 3400-3500 cm^{-1}

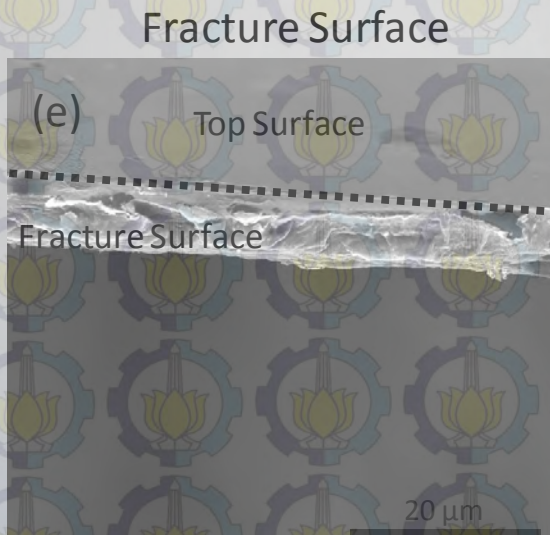
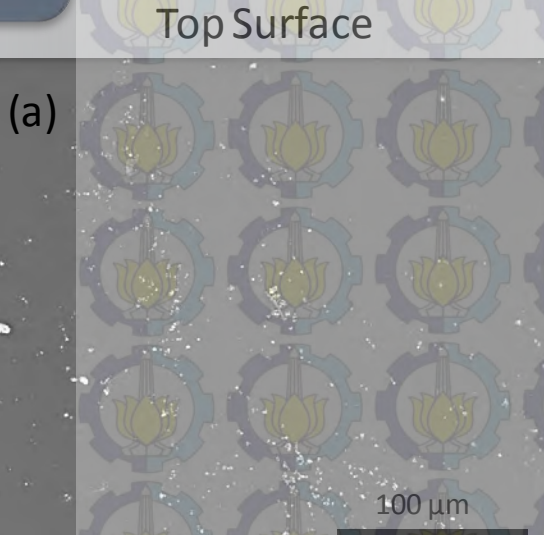


Bagaimana interaksi silika dan CA/PEG meningkatkan hidrofilitas membran?

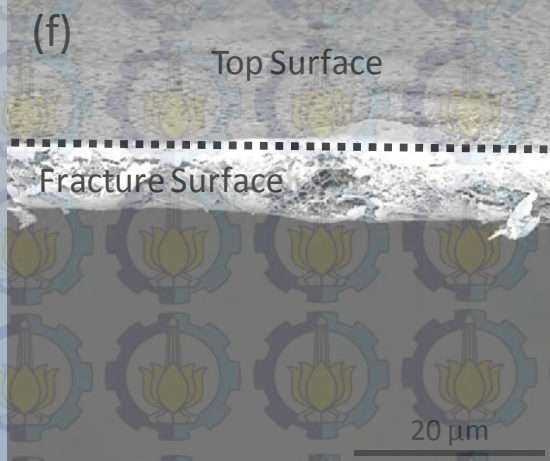
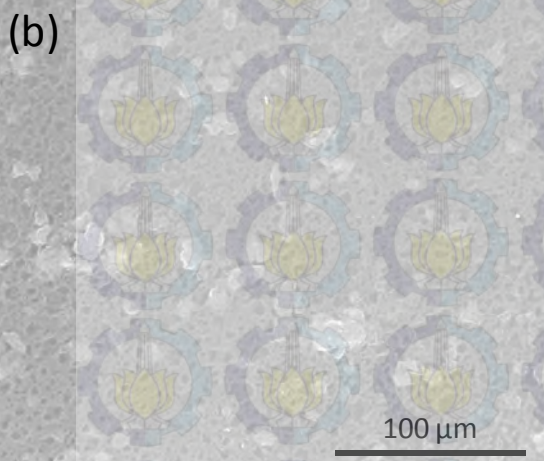
- Luas permukaan pada silika dengan diameter 0,007 μm lebih besar daripada silika dengan diameter 0.2 μm
- 3.5-4.5 gugus hidroksil/ μm^2 permukaan silika (Sigma Aldrich Properties)



CP4



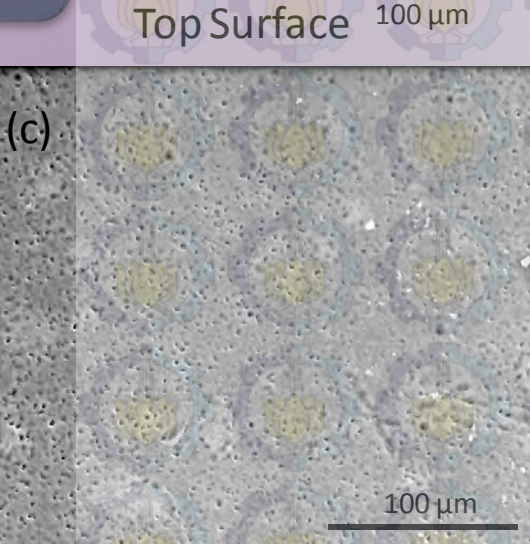
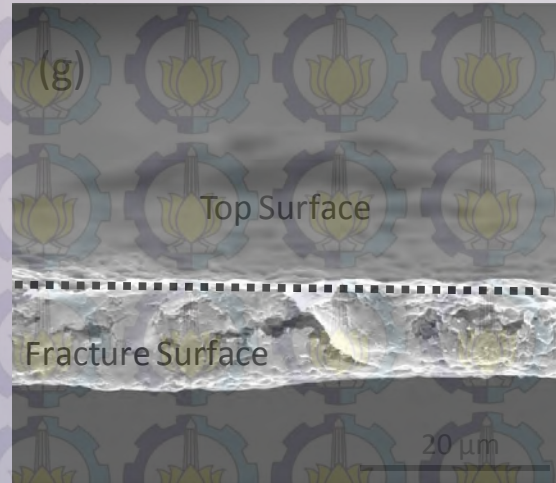
CPS1-5



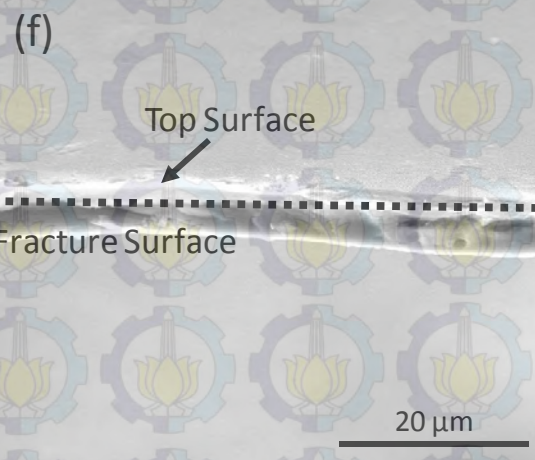
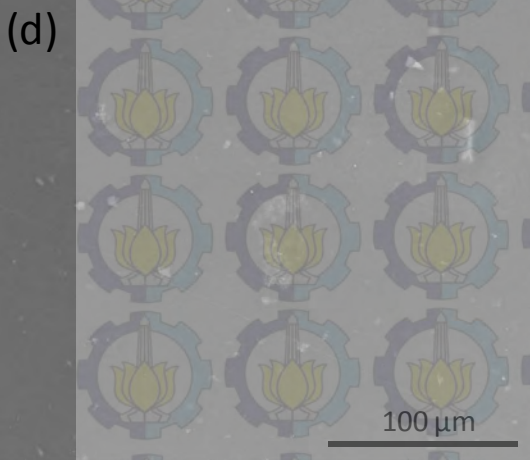
- CP4 : (a) top surface (dense, rapat) dan (e) fracture surface (ronga pori)
- CPS1-5 (pori banyak, $D_{\text{pori}} = 2.26 \mu\text{m}$)



CPS2-5

Fracture Surface 20 μm 

CPS3-5



- CPS2-5 (pori banyak, 0.8321 μm)
- CPS3-5 (dense, berongga)
- CPS1-5 dan CPS2-5 termasuk dalam **mikrofiltrasi** ($D_{\text{pori}} = 0.05 \mu\text{m}-10 \mu\text{m}$)



Reverse Osmosis (RO)

Variabel	Fluks permeat ($L.m^{-2}.jam^{-1}$)	Rijeksi Garam (%)	Permeabilitas ($L.m^{-2}.jam^{-1}.bar^{-1}$)
CP4	0.28	26.36	0.05
CPS1-5	1.04	29.87	0.21
CPS2-5	0.57	36.88	0.11
CPS3-5	0.45	27.68	0.09

- CPS1-5 : fluks paling tinggi ($1.04 L.m^{-2}.jam^{-1}$),
- CPS2-5 rijeksi garam paling tinggi (36.88 %).
- CP4 fluks permeat ($0.28 L.m^{-2}.jam^{-1}$), rijeksi garam (26.36 %) permeabilitas ($0.05 L.m^{-2}.jam^{-1}.bar^{-1}$) yang paling rendah.



Reverse Osmosis (RO)

Variabel	Fluks permeat ($L.m^{-2}.jam^{-1}$)	Rijeksi Garam (%)	Permeabilitas ($L.m^{-2}.jam^{-1}.bar^{-1}$)
CPS2-1	0.15	29.87	0.02
CPS2-2	0.16	29.87	0.03
CPS2-3	0.22	34.25	0.04
CPS2-4	0.28	36.88	0.05
CPS2-5	0.56	36.88	0.11

- peningkatan penambahan konsentrasi *fumed* silika dari 1%-5% menunjukkan peningkatan fluks permeat, rijeksi garam dan permeabilitas membran.
- performa yang paling maksimal ditunjukkan oleh CPS2-5





KESIMPULAN DAN SARAN



1. Semakin meningkat komposisi CA di dalam polimer membran membuat membran semakin *dense* dan hidrofilitas yang semakin menurun
2. Hidrofilitas membran, fluks permeat, permeabilitas, dan rijeksi garam semakin meningkat dengan semakin kecilnya ukuran partikel silika dan semakin besarnya konsentrasi silika yang ditambahkan ke membran CA/PEG
3. Membran yang paling optimal untuk proses desalinasi adalah pada komposisi CA/PEG 80/20 dengan penambahan silika 0.2 μm sebesar 5%



SARAN

1. Perlu adanya penelitian lebih lanjut terhadap range ukuran partikel silika gel yang dapat memberikan performa membran yang lebih baik dibandingkan dengan fumed silika.
2. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut terhadap polimer/solven (w/v) untuk mendapatakat pori yang dapat mendukung optimalisasi kinerja membran.



DAFTAR PUSTAKA





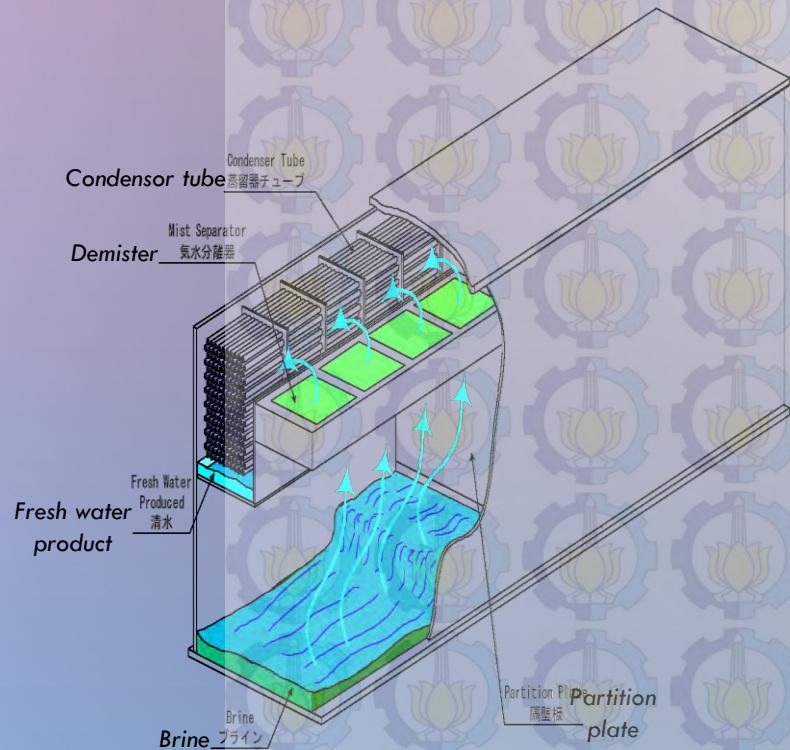
LAMPIRAN



PADA UNIT DESALINASI TERDAPAT 2 PILIHAN TEKNOLOGI YANG UMUM DIGUNAKAN

DESALINASI THERMAL

DESALINASI RO



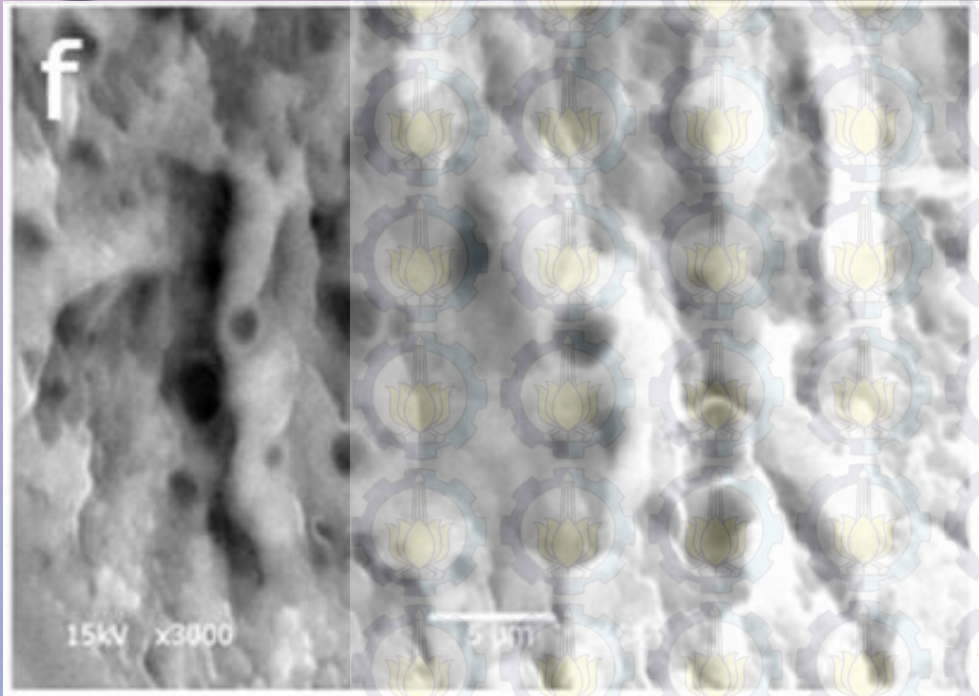
PERBANDINGAN KONSUMSI ENERGI DESALINASI RO DAN THERMAL

PARAMETER	RO (Rp. /m3)	DESAL THERMAL (Rp. /m3)
Membran, Cartridge	1150,3	-
Listrik	3043,46	590,63
Chemical treatment	1192,39	678,94
Steam 4K	-	16923,46
Steam 40 K	-	1624,63
Steam Kondensat	-	-
Total	5385,89	19817,56

(Analisa PE 7 April 2010)



MEMBRAN YANG DIINGINKAN



Struktur membran

Parameter	Performa membran
Hidrofilisitas	Sangat hidrofilik
Ukuran pore	Micropore , < 2 nm
Rijeksi garam	Tinggi , >98.4%
Fluks permeat	> 0.65 L/m ² .jam

(Aneela S. dkk, 2014)



KLASIFIKASI UKURAN PORE MEMBRAN

Table 2.1 IUPAC classification of pores as a function of their size

Micropores (<2 nm)				
Ultramicropores	Supermicropores	Mesopores	Macropores	
<0.7 nm	>0.7 nm	2–50 nm	>50 nm	

(Andre A. dkk,2008)



PERBANDINGAN PROSES FILTRASI MEMBRAN

Table 1 Typical properties of pressure-driven membranes

	<i>Microfiltration</i>	<i>Ultrafiltration</i>	<i>Nanofiltration</i>	<i>Reverse osmosis</i>
Pore size (nm)	50–10 000	1–100	~ 2	<2
Water permeability ($\text{l m}^{-2} \text{h}^{-1} \text{bar}^{-1}$)	> 500	20–500	5–50	0.5–10
Operating pressure (bar)	0.1–2.0	1.0–5.0	2.0–10	10–100
MWCO (Da)	Not applicable	1000–300 000	>100	>10
Targeted contaminants in water	Bacteria, algae, suspended solids, turbidity	Bacteria, virus, colloids, macromolecules	Di- and multivalent ions, natural organic matter, small organic molecules	Dissolved ions, small molecules
Membrane materials	Polymeric, inorganic	Polymeric, some inorganic	Thin-film composite polyamide, cellulose acetate, other materials (Schafer <i>et al.</i> , 2005)	Thin-film composite polyamide, cellulose acetate

Adapted from Winston and Sirkar (1992) and Mulder M (1996) *Basic Principles of Membrane Technology*, 2nd edn. Dordrecht: Kluwer.

(Fane dkk, 2011)



PERBANDINGAN SIFAT HIDROFILIK BAHAN POLIMER

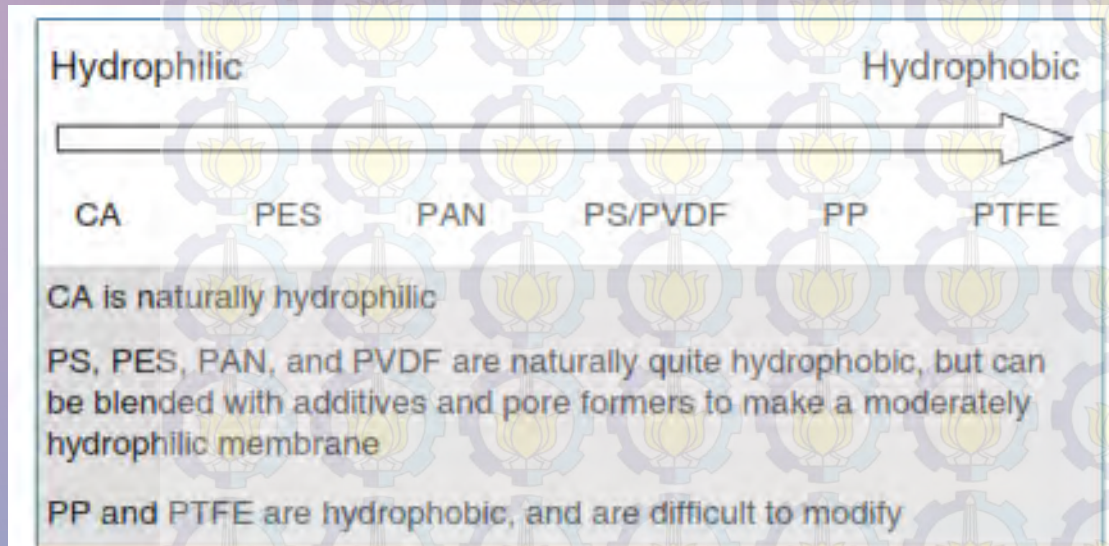


Figure 8 Relative hydrophilicity of commonly used polymeric materials. CA, cellulose acetate; PAN, polyacrylonitrile; PES, polyethersulfone; PS, polysulfone; PVDF, polyvinylidene fluoride; PP, polypropylene; PTFE, polytetrafluoroethylene. Modified from Pearce G (2007) Introduction to membranes: Membrane selection. *Filtration and Separation* 44: 35–37.

(Fane dkk, 2011)



Standar Baku Mutu Air Bersih

Parameter	Kandungan
pH	6-8
Kesadahan	Maksimal 500 mg/L
Besi (Fe)	0.1-1 mg/L
Mangan (Mn)	0.05-0.5 ml/L
Bakteri Coli	10 coli/100 ml air

(<http://www.indonesian-publichealth.com> , 27/01/2015)



SOLUBILITAS SILIKA

Table 2.7 Solubility of amorphous silica in alcoholic solutions (from [9])

Wt.% of methanol in water-methanol mixtures	Solubility at 25 °C (mg/liter)	Anhydrous alcohol	Solubility at 500 °C (ppm)
0	140	CH ₃ OH	1890
25	75	C ₂ H ₅ OH	164
50	40	<i>n</i> -C ₃ H ₇ OH	8
75	15		
90	5		

(Andre A. dkk,2008)



KARAKTERISITIK DARI SILICA GEL ADALAH SEBAGAI BERIKUT :

UKURAN PERTIKEL : 60-200 MIKRON

PORI-PORI : 60 Å

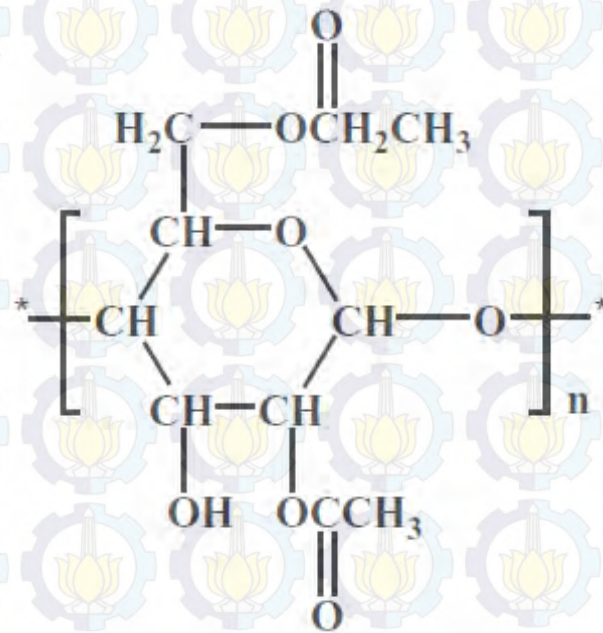
PH : 7

KANDUNGAN AIR: 6%

DAN LUAS PERMUKAAN SPESIFIK 500 M² /G.

(IDENTIFIKASI KANDUNGAN SQUALENE DARI MINYAK NYAMPLUNG (CALOPHYLLUM INOPHYLLUM)- SETIYO, DKK)



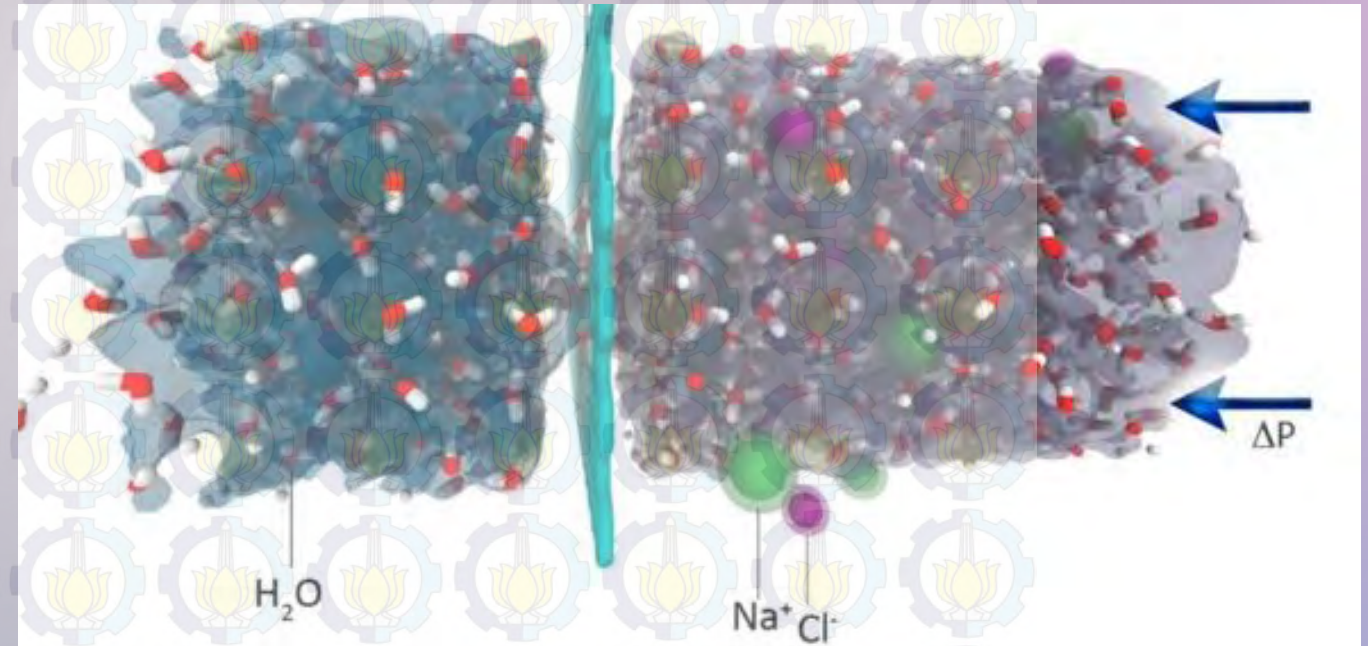
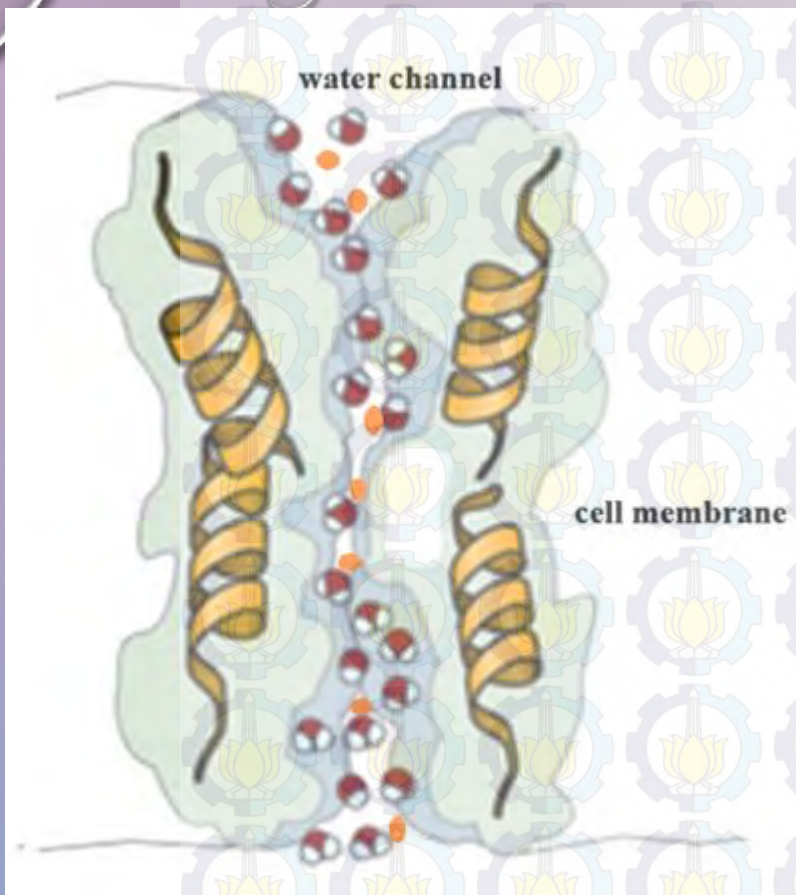


Cellulose acetate



Variabel	Fluks permeat ($L.m^{-2}.jam^{-1}$)	Rijeksi Garam (%)	Permeabilitas ($L.m^{-2}.jam^{-1}.bar^{-1}$)
CPS1-1	0.22	21.10	0.04
CPS1-2	0.76	22.08	0.15
CPS1-3	0.79	24.86	0.15
CPS1-4	-	-	-
CPS1-5	1.04	29.87	0.20





Ion dan molekul melewati membran melalui pori secara difusi

Molekul air yang berikatan dengan gugus hidrosil Cellulosa acetate yang berjejer secara bertahap menghantarkan ion dari satu ikatan hydrogen ke ikatan hydrogen lainnya, hingga bisa melewati membrane



Sigma product	Particle size (μm)	Surface area (m^2/gram)	Density (lb/cu. ft)
S5130	0.007	390 ∇ 40	2.3
S5255	0.008	325 ∇ 25	2.3
S5380	0.011	255 ∇ 15	4.5 ∇ 0.5
S2128	0.012	200 ∇ 25	2.3
S5505	0.014	200 ∇ 25	2.3

(SIGMA ALDRICH PROPERTIES)



$$\pi = 1,12 \cdot (273 + T) \cdot \sum m_j$$

Where:

$\sum m_j$: sum of molality concentration of all constituents in a solution (moles of solute/kg of solvent)

The molality is calculated with the following formula:

$$\text{Molality (m)} = \frac{\text{moles of solute}}{\text{kilograms of solvent}}$$

5000 ppm



4.9 bar

<http://www.lenntech.com/calculators/osmotic/osmotic-pressure.htm>



$$\pi = i \cdot \phi \cdot C \cdot R \cdot T$$

where:

i = number of ions produced during dissociation of solute

ϕ = osmotic coefficient, unit less

C = concentration of all solutes, moles/L

R = universal gas constant, 0.083145 L·bar/moles·K

T = absolute temperature, K

The factor i is also called the dissociation factor or the van't Hoff factor.

