

PENGARUH KOMPOSISI LEMPUNG PADA SIFAT TERMAL MEMBRAN HIBRID POLISULFON-LEMPUNG

Zaiyar*

Sekolah Tinggi Teknologi Pekanbaru
Jalan : Dirgantara No.4 Arengka Pekanbaru-Riau 28294

* *corresponding author* : zaiyar68@yahoo.co.id

Abstrak

Membran hibrid polisulfon-lempung dibuat dengan melarutkan bahan dasar polimer polisulfon dan bahan anorganik lempung. Membran hibrid polisulfon-lempung PEL 1 menggunakan zat aditif polietilen glikol (PEG) sebanyak 9%, lempung sebanyak 9%, sedangkan membran PL 1 tanpa menggunakan PEG, sehingga lempungnya sebanyak 18%. Kedua membran dibuat dengan metode inversi fase. Karakterisasi sifat termal membran hibrid polisulfon-lempung dilakukan menggunakan DTA-TGA Perkin Elmer kopling. Persentase lempung yang tinggi menyebabkan tingginya persentase kandungan silika (SiO_2) pada membran PL 1 dibandingkan membran PEL 1 partikel silika yang terdapat pada lempung akan berinteraksi kuat dengan matriks polimer menghasilkan membran hibrid yang mempunyai stabilitas termal tinggi. Termogram dekomposisi material membran PEL 1 pada suhu 400-600 °C sekitar 70% dan sekitar 50% pada membran PL 1.

Kata Kunci : *Membran Hibrid polisulfon-lempung, inversi fase, stabilitas termal*

1. Pendahuluan

Pada penelitian ini, ditentukan perbedaan sifat termal pada 2 (dua) jenis membran hibrid polisulfon-lempung PEL 1 dan PL.. Membran PEL 1 dibuat dengan menggabungkan bahan organik (polisulfon) dan anorganik (lempung) dan zat aditif polietilen glikol (PEG), sedangkan membran PL 1 dibuat tanpa menggunakan zat aditif PEG. Kedua membran dibuat dengan menggunakan metode inversi fase. Pencampuran kedua bahan membran ini bertujuan untuk mengatasi kelemahan dari bahan organik dan anorganik pada membran yang dihasilkan. Persentase komposisi bahan anorganik (lempung) pada membran hibrid polisulfon-lempung PEL 1 dan PL 1 berbeda. Komposisi lempung pada kedua jenis membran ini berbeda. Persentase lempung pada membran hibrid polisulfon-lempung PEL 1 sebesar 9%, sedangkan pada membran PL 1 sebesar 18%. Penelitian ini merupakan kelanjutan dari penelitian sebelumnya yang membahas tentang morfologi pengaruh zat aditif PEG pada membran hibrid polisulfon-

lempung.

Persentase lempung pada membran PEL 1 dan PL 1 akan mempengaruhi stabilitas termal membran yang dihasilkan. Stabilitas termal berhubungan dengan perubahan-perubahan kimiawi bahan. Selain dari itu, analisis termal juga dapat menentukan keawetan bahan pada kondisi tertentu, fase dan perubahan fase yang terjadi di dalam bahan, dan pengaruh aditif yang dimasukkan ke dalam bahan (Hartomo, 1995). Analisis termal dapat ditentukan dengan *Differential Thermal Analysis* (DTA) dan *Thermal Analysis Gravimetry* (TGA).

DTA adalah metode analisis bahan polimer berdasarkan sifat termal. Dalam metode ini analisis polimer dilakukan dengan memanaskan sampel polimer dan referensi *inert* (alumina bebas air). Sampel polimer dan inert biasanya diletakkan dalam wadah aluminium dalam atmosfer nitrogen. Transisi-transisi termal yang terjadi dalam sampel dideteksi dan diukur. Emas atau grafit dipakai untuk analisis sampel dengan suhu pemanasan

di atas 800°C. Ukuran sampel bervariasi mulai dari 0,5 sampai 10 mg (Stevens, 2001). Suhu kisaran (*range*) analisis pada DTA antara 100-1500 °K.

Suhu peleburan dan transisi gelas yang terjadi pada pengukuran sifat termal menunjukkan perubahan-perubahan morfologis pada bahan (Stevens, 2001). Suhu pemanasan yang semakin tinggi menyebabkan kenaikan interaksi antar partikel. Peningkatan suhu yang terus menerus akan mencapai suatu kondisi tertentu, sehingga ikatan tidak mampu lagi mempertahankan gaya tariknya. Kondisi ini menyebabkan terjadinya pemutusan ikatan antar partikel. Suhu saat terjadinya pemutusan ikatan suatu makro molekul menjadi molekul-molekul penyusun yang lebih sederhana disebut temperatur dekomposisi (T_d).

Ketika terjadi suatu transisi dalam sampel misalnya, transisi gelas atau reaksi ikatan silang. Temperatur sampel akan lebih tinggi daripada suhu referensi, maka perubahan yang terjadi adalah eksotermal. Jika suhu sampel lebih rendah, dibandingkan suhu referensi terjadi transisi endotermal (Stevens, 2001).

Prinsip kerja *Thermogravimetry Analysis* (TGA) berdasarkan perubahan massa ketika sampel dan standar dipanaskan atau didinginkan. Perubahan massa pada pemanasan akan menunjukkan stabilitas panas serta menunjukkan molekul yang lepas pada rentang suhu tertentu. TGA juga akurat untuk menentukan titik dekomposisi.

Perbedaan persentase lempung pada bahan dasar membran akan mempengaruhi sifat termal membran polisulfon-lempung yang dihasilkan. Struktur lempung yang berlapis ini, menyebabkan mudahnya terjadinya penataan ruang dan muatan antar lapisan, sehingga berpotensi sebagai pengisi (*host*) pada membran hibrid melalui interkalasi polimer organik kedalam *visit host* lapisan anorganik lempung. Selain itu, kandungan silika (SiO_2) yang tinggi pada lempung asal desa Pallas (58%), menyebabkan lempung ini berpotensi digunakan sebagai bahan aditif dalam pembuatan membran hibrid. Partikel silika akan berinteraksi kuat dengan matriks polimer menyebabkan membran hibrid yang dihasilkan memiliki kestabilan termal yang baik.

Ioan *et al.*, (2008) melaporkan penambahan lempung pada matriks membran polisulfon meningkatkan porositas membran dan permeabilitas air. Medeiros *et al.*, (2012), menunjukkan bahwa penambahan lempung pada matriks membran poliamida akan meningkatkan stabilitas termal dan sifat mekanik membran, sehingga suhu transisi gelas poliamida lempung yang lebih tinggi dibandingkan poliamida murni

2. Metode Penelitian

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah : DTA-TGA Perkin Elmer, *Gas Sorption Analyzer* NOVA 1000, sel berpengaduk, ayakan 200 mesh, pengaduk magnetik, batang *stainless steel*

Bahan-bahan kimia yang digunakan pada penelitian ini adalah : Polisulfon UDEL P3500 (*Solvay Advance Polymer*), lempung Desa Palas ($\text{SiO}_2 = 58\%$), N,N Dimetil asetamida (DMAc) (*Merck*), polietilen glikol (PEG) 4000

2.1 Pembuatan Membran Hibrid Polisulfon-Lempung

Membran hibrid polisulfon-lempung yang dibuat terdiri dari 2 (dua) jenis membran. Membran pertama (PEL 1) menggunakan 2 jenis zat aditif yaitu lempung dan PEG, sedangkan membran kedua hanya menggunakan lempung saja (PL 1). Membran pertama (PEL 1) dibuat dengan cara : melarutkan 18% polisulfon dalam 64% dimetil formamida (DMAc) dengan menggunakan zat aditif 9% lempung, dan 9% polietilen glikol (PEG). Membran kedua (PL 1) dibuat dengan cara melarutkan 18% polisulfon dalam 64% dimetil formamida (DMAc) dengan menggunakan zat aditif 18% lempung. Proses pelarutan dilakukan pada temperatur kamar menggunakan pengaduk magnetik selama 15 jam sampai larutan homogen. Larutan ini, disebut larutan tuang polimer.

Larutan tuang polimer didiamkan selama 3 jam untuk menghilangkan gelembung udara yang terperangkap di dalam larutan sebelum dilakukan pencetakan (Tweddle *et al.*, 1994). Larutan tuang polimer selanjutnya ditebar di atas plat kaca yang telah diolesi aseton lalu diratakan dengan batang *stainless steel* hingga terbentuk lapisan tipis dan dibiarkan selama 5 menit. Kemudian lapisan tipis

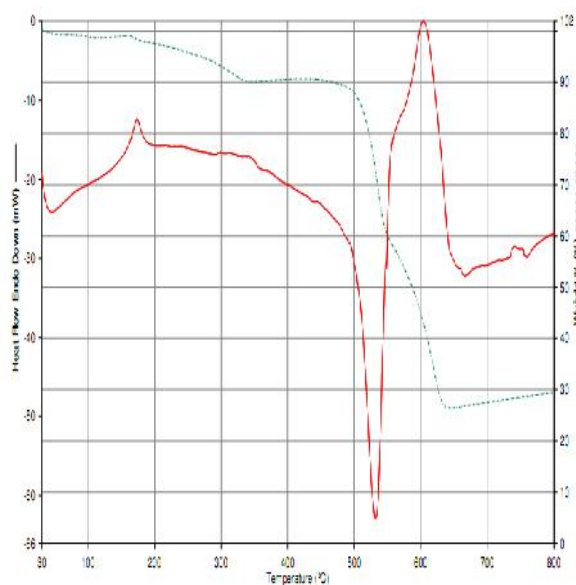
pada pelat kaca direndam dalam bak koagulasi yang telah berisi campuran non pelarut 2-propanol-air perbandingan (1:1). Koagulasi dilakukan selama 5 menit, sehingga membran terkoagulasi. Selanjutnya membran polisulfon-lempung PEL 1 dan PL 1 yang dihasilkan dikarakterisasi sifat termalnya.

2.2 Karakterisasi Sifat Termal

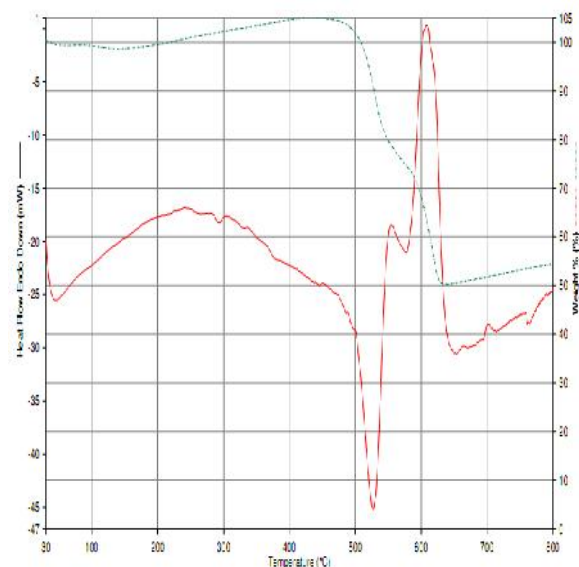
Karakterisasi sifat termal membran hibrid polisulfon-lempung menggunakan DTA-TGA Perkin Elmer kopling. Membran dimasukkan ke dalam kurs tempat sampel dalam alat DTA-TGA. Kondisi alat diatur dan dioperasikan pada kisaran suhu pemanasan 30-800 °C, kecepatan pemanasan 10 °C/menit dalam lingkungan gas N₂ dengan kecepatan aliran gas 20 mL/menit.

3. Hasil Dan Pembahasan

Karakterisasi sifat termal membran hibrid polisulfon-lempung PEL 1 dan PL 1 dilakukan menggunakan DTA-TGA kopling dengan berat membran 4,387 mg, suhu pemanasan 30-800 °C. kecepatan pemanasan 10 °C/menit. Kurva warna merah merupakan hasil pengukuran DTA dan warna hijau garis putus-putus merupakan pengukuran TGA. Hasil pengukuran membran PEL 1 dan PL 1 ditunjukkan pada Gambar 1 dan gambar 2.



Gambar 1. Termogram DTA-TGA Membran PEL 1



Gambar 2. Termogram DTA-TGA Membran PL 1

Berdasarkan gambar 1 dan gambar 2 dapat diketahui bahwa proses utama yang terjadi ketika membran dipanaskan adalah penguapan yang diidentifikasi sebagai efek endotermik dan diiringi dengan kehilangan berat sampel. Persentase pengurangan berat sampel membran PEL 1 (Gambar 1) yang terjadi sampai suhu sekitar 200°C cukup kecil hanya sekitar 5%. Hasil ini ditunjukkan pada Tabel 1. Pengurangan berat yang terjadi pada suhu di bawah 100°C diidentifikasi berasal dari non pelarut 2-propanol, sedangkan suhu 120–200°C diidentifikasi berasal dari non pelarut air dan air yang terdapat dalam lempung dan pelarut DMAc.

Menurut Vinodh & Dharmalingam (2012), volatilisasi dan pembakaran material organik hidrokarbon yang berasal dari lempung terjadi pada suhu sekitar 180–330 °C yang ditandai dengan pengurangan berat sampel membran PEL 1 sekitar 10%. Temperatur 330–500 °C merupakan kondisi stabil yang menunjukkan stabilitas termal dari polisulfon. Hasil ini sesuai dengan penelitian Ficai *et al.*, (2010)

Tabel 1. Persentase Pengurangan Berat Membran PEL 1 dan PL 1

Suhu Pemanasan, °C	Residu Membran PEL 1	Residu Membran PL 1	Identifikasi Senyawa
30 - 200 °C	95%	98%	2-propanol, air, DMAc
200-400 °C	90%	98%	HC, PEG
400-600 °C	30%	50%	Polisulfon, OH
600-800 °C	30%	50%	K, Si, Al (lempung)

Kehilangan berat yang terjadi pada suhu sekitar 330-400°C, menurut Hwang *et al.*, (2006), diidentifikasi berasal dari PEG. Kondisi ini, berbeda dengan termogram membran PL 1 (gambar 2) yang tidak mengalami persentase kehilangan berat sampel sampai suhu sekitar 500 °C (tabel 1) yang menunjukkan tidak adanya kehilangan berat yang diidentifikasi berasal dari PEG. Selain itu, kondisi ini juga menunjukkan, membran PEL 1 mempunyai stabilitas termal yang lebih rendah dibandingkan membran PL 1. Hasil ini sesuai dengan penelitian Medeiros *et.al* (2012), yang melaporkan bahwa lempung bentonit dapat meningkatkan stabilitas termal membran hibrid poliamida 66.

Termogram dekomposisi polisulfon membran PEL 1 dan PL 1 (gambar 1 dan gambar 2) terjadi dalam 2 tingkat endotermik. Puncak endotermik pertama terjadi pada suhu sekitar 526 °C dan puncak endotermik kedua pada suhu 615°C (Ficai *et al.*, 2010), namun pada termogram DTA membran PL 1 di antara puncak-puncak endotermik polisulfonnya, tidak terdapat puncak eksotermik pada suhu sekitar 570-580°C seperti yang ditemukan pada membran PL 1. Menurut Borlini *et al.*, (2008), puncak eksotermik ini diidentifikasi berasal dari -OH yang terdapat pada lempung. Hal ini, menunjukkan PEG dan lempung telah menyatu secara lebih baik ke dalam matriks polimer, selain itu persentase komposisi lempung pada membran PEL 1 lebih kecil dibandingkan membran PL 1.

Stabilitas termal membran PEL 1 yang lebih rendah dibandingkan membran PL 1 ditandai dengan dekomposisi polisulfon pada membran PEL 1 lebih tinggi dibandingkan membran PL 1 dan diiringi dengan pengurangan berat sampel yang cukup besar sampai suhu 630°C yaitu sekitar

70% pada membran PEL 1 dan sekitar 50% pada membran PL 1 (tabel 1). Hal ini disebabkan zat aditif PEG yang berasal dari bahan organik menjadikan membran PEL 1 tidak stabil pada suhu tinggi.

Dekomposisi membran polisulfon PL 1 yang lebih rendah dibandingkan membran PEL 1 juga disebabkan komposisi bahan dasar matriks polimer. Persentase kandungan silika (SiO₂) lempung pada matriks polimer membran PL 1 lebih banyak dibandingkan membran PEL 1. Menurut He *et al.*, (2002), partikel silika yang terdapat pada lempung akan berinteraksi kuat dengan matriks polimer membentuk membran hibrid yang mempunyai stabilitas termal tinggi. Demikian juga halnya dengan Mohammad & Khadum (2006), yang melaporkan kandungan silika akan meningkatkan sifat termal membran hibrid poli metil metakrilat.

Kurva DTA-TGA sampel membran PEL 1 dan PL 1 (gambar 1 dan gambar 2) pada suhu diatas 630°C menunjukkan kondisi yang relatif stabil. Pengurangan berat sampel diidentifikasi hanya berasal dari K, Si dan Al yang terdapat pada lempung.

4. Kesimpulan

1. Persentase lempung pada bahan dasar membran mempengaruhi sifat termal membran PEL 1 dan PL 1.
2. Dekomposisi membran polisulfon-lempung PL 1 sebesar 50% dan membran PEL 1. Sebesar 70%
3. Kandungan silika pada lempung akan meningkatkan sifat termal membran hibrid polisulfon-lempung

Daftar Acuan

- Borlini, M.C., Correia, J. C. G and Caranassios, A., 2008, Characterization of clay from Vale do Mulembá–ES. *Centro de Tecnologia Mineral Ministério da Ciência e Tecnologia* 1-7
- Ficai, D. Anton, F. Georgeta, V. Bogdan S.V. Cornelia, G & Ecaterina, A., 2010, Polysulfone Based Membranes With Desired Pores Characteristics. *Materiale Plastice* 47: 24-27
- Hartomo A.J. 1995, *Analisis Polimer Aktual*, Andi Offset, Yogyakarta.
- He, Z. Pinnau, I & Morisato, A., 2002, Nanostructured Poly(4-Methyl-2-Pentyne)/ Silica Hybrid Membranes for Gas Separation, *Desalination* 146 : 11–15.
- Hwang, Y.J. Young H.L. Chui, O. Young, D.J & Seong, G.O., 2006, Preparation And Characterization of PEG-Grafted Silica Particles Using Emulsion, *J.Ind.Enc.Chem* 12 (3): 380-386.
- Ioan, S. Nicoleta D. Aurelia C. Danut, I & Gheorghe., 2008, Synthesis and Characterisation of Ionic Conductive Polysulfone Composite Membranes, *Romanian Journal of Information Science and Technology* 12 (3): 410-412.
- Medeiros, K.M. Sara, V.O. Elaine, P.A. Edcleide, M.A & Hélio, L.L., 2012, Study of Polyimide 66/ Bentonite Clay Hibride Membranes Obtained by Solution, *Materials Science Forum* : 727-728.
- Mohammad W.A & Khadum A.H., 2006, Pengaruh Kandungan Silika terhadap Sifat Termal Membran Hibrid (Poli Metil Metakrilat)/ SiO₂, *Prosiding Seminar Himpunan Kimia Indonesia* 12 September 2006, Pekanbaru.
- Stevens, P. M., 2001, *Kimia Polimer*, Terjemahan oleh Iis Sofyan, PT.Pradnya Paramita, Jakarta.
- Tweddle, T.A. Striez C.N & Kutowy O., 1994, *Laboratory Workshop, Membrane Fabrication and Membrane Testing*, CIDA Course, Canada
- Vinodh, R & Dharmalingam S., 2012, A Novel Composite Membrane from Quaternized Tri-Block Copolymer and Titania: Synthesis

Characterization and Alkaline Fuel Cell Performance Study, *Energy and Environmental Engineering Journal* 1: 7-17