

Sintesis dan Karakterisasi Morfologi dan Termal Membran Komposit Kitosan-Zeolit Alam Bayah

Arifina Febriasari¹, Denny Freza¹, Bachtiar Rifai¹, Arif Rohman¹, Fitriilia Silvianti²

¹⁾Jurusan Teknik Kimia, Universitas Serang Raya

²⁾Jurusan Teknologi Pengolahan Karet dan Plastik, Politeknik ATK, Yogyakarta

Jl. Raya Serang-Cilegon Km 5 Drangong, Taktakan, Kota Serang

E-mail: arifinafebiasari@lppmunsera.org

ABSTRAK

Membran berbahan dasar alam telah banyak dikembangkan dalam rangka mendukung green chemistry. Artikel ini memaparkan hasil penelitian mengenai sintesis dan karakterisasi membran komposit kitosan dan zeolit. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi berat zeolit terhadap sebaran zeolit pada film membran kitosan serta pengaruhnya terhadap suhu dekomposisi membran. Zeolit yang digunakan dalam penelitian ini adalah zeolit alam bayah. Sintesis dilakukan dengan melarutkan kitosan dalam asam asetat, kemudian dikompisit dengan zeolit alam dengan variasi kadar berat terhadap kitosan 5%, 10% dan 15%. Karakterisasi dilakukan dengan metode analisis SEM-EDS dan TGA-DTA. Dari hasil karakterisasi didapatkan bahwa sebaran zeolit yang optimum adalah pada penambahan zeolit 5%.

Kata Kunci: membran, komposit, kitosan, zeolit

1. PENDAHULUAN

Pada dua dekade terakhir, keuntungan yang signifikan dari riset teknologi membran telah dilaporkan (Lee, Elam, & Darling, 2016). Kegunaan dari teknologi membran adalah untuk menggantikan langkah pemisahan dan pemurnian pada industri yang akan mengurangi konsumsi energi dan menghasilkan produk yang diinginkan (Sutherland, 2003). Membran berbahan dasar polimer alam saat ini telah banyak diteliti untuk mengunggari penggunaan bahan sintetis sehingga dapat mengurangi biaya fabrikasi dan dapat mendukung green chemistry (Shaari & Kamarudin, 2015). Dalam artikel ini penulis menggunakan kitosan sebagai bahan dasar membran.

Kitosan merupakan polimer alam dengan kemampuan adsorpsi yang cukup baik, dalam beberapa penelitian dilaporkan bahwa kitosan memiliki kemampuan adsorpsi yang baik untuk logam berat maupun zat pewarna (Li et al., 2017). Selain itu, membran kitosan juga dapat digunakan untuk pervaporasi (Asghari, Sheikh, Afsari, & Dehghani, 2017).

Zeolit merupakan mineral padat berpori yang memiliki kemampuan adsorpsi yang baik (Ansari, Aroujalian, Raisi, Dabir, & Fathizadeh, 2014). Zeolit terdiri dari unsur alumina, silika dan sodium sebagai penyusun utamanya (Steen, Callanan, & Division, 2004). Kemampuan adsorpsi zeolit ini kemudian dimanfaatkan oleh beberapa peneliti untuk dimodifikasi menjadi membran. Membran zeolit merupakan membran anorganik yang stabil pada suhu yang tinggi (Barbosa, Debone, Severino, Souto, & Da Silva, 2016).

Salah satu kelemahan membran kitosan adalah stabilitas termal yang rendah (Morsli, Bengueddach, Di Renzo, & Quignard, 2008), dengan

penambahan zeolit pada membran kitosan, diharapkan membran bersifat lebih stabil dibandingkan dengan membran kitosan tanpa zeolit (Yu, Gong, Zeng, & Zhang, 2013).

Artikel ini menyajikan sintesis membran komposit kitosan-zeolit beserta hasil karakterisasi membran dengan metode SEM-EDS dan TGA-DTA untuk mengetahui stabilitas termal dari membran tersebut. Penelitian ini bertujuan untuk membuktikan apakah penambahan zeolit alam bayah dapat meningkatkan stabilitas membran kitosan.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Alat dan Bahan

Instrumen yang digunakan dalam penelitian ini antara lain; alat uji analisis SEM-EDS, TGA-DTA, hot plate stirrer dan alat gelas laboratorium. Sedangkan bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kitosan dari kulit kepiting dengan derajat deasetilasi 85%, zeolit alam Bayah, sodium hidroksida pro analis, dan asam asetat pro analis.

2.2 Aktivasi Zeolit Alam Bayah

Aktivasi zeolit alam Bayah dilakukan dengan menambahkan zeolit sebanyak 100 gram ke dalam larutan NaOH 1 M 500 mL. Kemudian dilakukan pemanasan dan pengadukan pada suhu 60 °C selama 2 jam. Setelah selesai pengadukan kemudian disaring dan dibersihkan dengan akuades sampai pH netral. Kemudian zeolit dikeringkan dengan oven pada suhu 110 °C selama 4 jam.

2.3 Sintesis Membran Komposit Kitosan-Zeolit Alam Bayah

Larutan kitosan dibuat dengan melarutkan kitosan ke dalam larutan asetat 2% dengan perbandingan

kitosan : asam asetat adalah 3 : 100 pada suhu 60 °C dengan pengadukan 200 rpm selama 3 jam. Setelah larutan kitosan homogen, kemudian ditambahkan zeolit alam bayah yang telah diaktifasi dengan variasi kadar zeolit terhadap kitosan sebesar 0%, 5%, 10%, dan 15%. Larutan komposit kitosan-zeolit alam distirrer pada suhu 60 °C sampai homogen, kemudian masing-masing larutan dicetak dalam cetakan membran dan dikeringkan dalam oven pada suhu 80 °C sampai membran mongering. Kemudian membran yang terbentuk direndam sebentar ke dalam larutan NaOH 4%.

2.4 Karakterisasi Morfologi dan Uji Termal

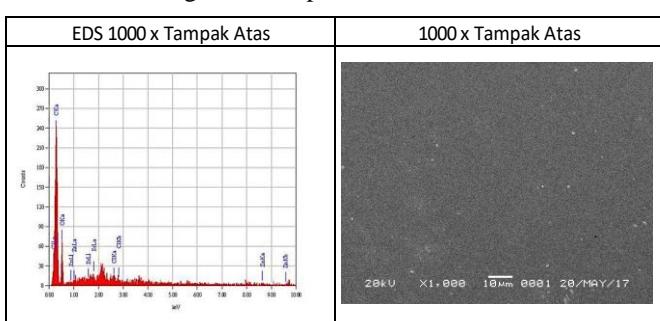
Pada tahap ini dilakukan karakterisasi morfologi permukaan membran dengan analisis SEM, kemudian dilakukan analisis sebaran zeolit pada permukaan membran dengan EDS. Uji kestabilan termal dilakukan dengan analisis TGA-DTA.

3. PEMBAHASAN

3.1 Sintesis dan karakterisasi morfologi Membran Komposit Kitosan-Zeolit

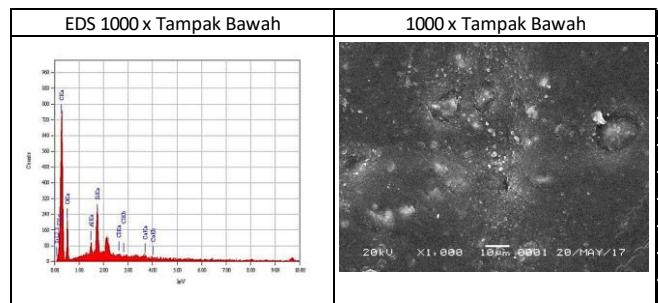
Sintesis membran dilakukan dengan menggunakan metode inversi fasa. Kitosan dilarutkan dalam asam asetat kemudian dicampurkan dengan partikel zeolit yang sebelumnya telah diaktifasi dengan NaOH. Kemudian membran dicetak dan dikeringkan dengan menggunakan oven. Perendaman membran ke dalam larutan NaOH berfungsi untuk menetralkan pH pada permukaan membran.

Membran kemudian dikarakterisasi dengan analisis SEM dan EDS. Karakterisasi SEM bertujuan untuk melihat struktur morfologi membran kitosan sebelum dan setelah penambahan partikel zeolit. Berikut adalah hasil analisis SEM-EDS membran kitosan dengan variasi penambahan zeolit:

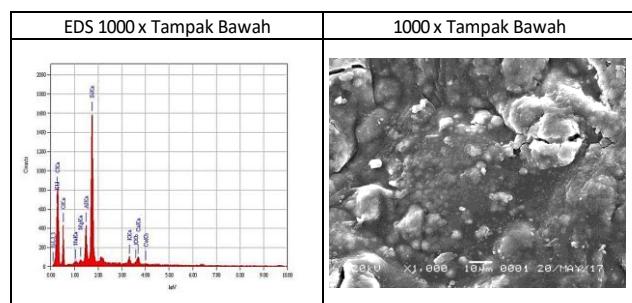


Gambar 1. Spektrum EDS (kiri) dan foto SEM (kanan) membran kitosan tanpa zeolit

Gambar 2. Spektrum EDS (kiri) dan foto SEM (kanan) membran kitosan-zeolit 5%



Gambar 3. Spektrum EDS (kiri) dan foto SEM (kanan) membran kitosan-zeolit 10%



Gambar 4. Spektrum EDS (kiri) dan foto SEM (kanan) membran kitosan-zeolit 15%

Berdasarkan hasil foto SEM membran terlihat perbedaan morfologi permukaan membran. membran kitosan tanpa zeolit terlihat permukaan lebih padat, halus dan rata. Sedangkan pada membran kitosan-zeolit terlihat permukaan tidak rata dan terlihat penumpukan partikel di permukaan membran. Semakin besar prosentase zeolit yang ditambahkan, permukaan membran semakin tidak merata.

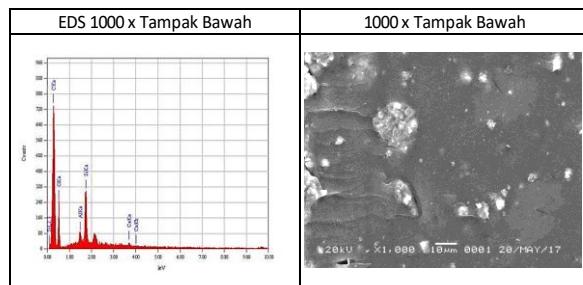
Berikut merupakan table rangkuman hasil analisis EDS berdasarkan sebaran zeolit di permukaan membran sebagai unsur Si dan Al;

Tabel 1. Perbandingan prosentase sebaran massa Si dan Al pada permukaan membran.

Sample	Kitosan-Zeolit 0%	Kitosan-Zeolit 5%	Kitosan-Zeolit 10%	Kitosan-Zeolit 15%
Unsur	Massa (%)	Massa (%)	Massa (%)	Massa (%)
Al	0	2,03	1,76	3,98
Si	0	6,02	7,67	14,64

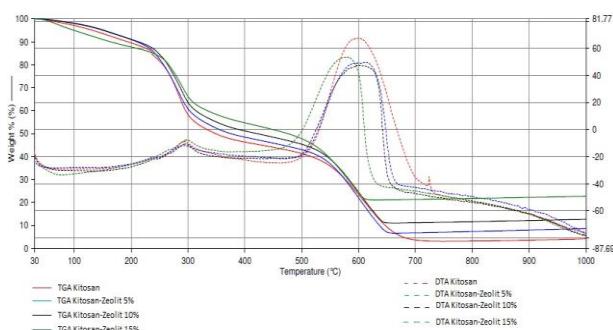
Table tersebut menunjukkan bahwa semakin besar prosentase zeolit yang ditambahkan pada membran

maka semakin besar pula prosentase sebaran unsur Si dan Al di permukaan membran kitosan.



3.2 Karakterisasi Uji Kestabilan Termal pada Membran

Uji kestabilan termal dilakukan dengan metode TGA-DTA. Pengujian dilakukan pada suhu 30 – 1000 °C dengan laju pemanasan 10 °C per menit. Analisis TGA (Thermo-graphimetric analysis) menunjukkan pengaruh suhu terhadap perubahan massa atau weigh loss pada sampel membran. sedangkan analisis DTA (Differential Thermal Analysis) menunjukkan pada suhu berapa suatu material dapat mengalami perubahan. Suhu referen dan sampel membran akan sama jika tidak terjadi perubahan pada membran, akan tetapi jika terjadi perubahan pada membran seperti dekomposisi, pelehan, atau perubahan struktur kristal. Berikut spektrum hasil analisis TGA dan DTA;



Gambar 5. Spectrum hasil analisis TGA-DTA Membran Kitosan-Zeolit

Berikut ini merupakan table rangkuman suhu dekomposisi berdasarkan variasi penambahan zeolit pada membran kitosan;

Tabel 2. Suhu dekomposisi membran berdasarkan variasi zeolit

Variasi Membran	Suhu Degradasi (°C)
Kitosan-Zeolit 0%	601,29
Kitosan-Zeolit 5%	615,31
Kitosan-Zeolit 10%	615,29
Kitosan-Zeolit 15%	581,98

Berdasarkan hasil tersebut terlihat bahwa suhu dekomposisi tertinggi ada pada membran kitosan dengan penambahan zeolit 5%, yaitu sebesar 615,31 °C. Pada penambahan zeolit 10% membran mengalami penurunan suhu dekomposisi dan penurunan signifikan pada penambahan zeolit 15%. Hal ini menunjukkan bahwa membran yang paling stabil terhadap perubahan suhu dalam penelitian ini adalah membran kitosan-zeolit 5%.

Penambahan partikel zeolit yang lebih dari 5% menyebabkan partikel zeolit menumpuk pada permukaan membran (dapat dilihat dari hasil foto SEM) sehingga menyebabkan kerusakan pada pori membran dan menyebabkan penurunan kestabilan membran.

4. KESIMPULAN

Dari uraian tersebut di atas, dapat disimpulkan bahwa, semakin besar penambahan kadar zeolit pada membran maka bertambah pula prosentase sebaran unsur Si dan Al pada permukaan membran kitosan. Akan tetapi hal itu juga mempengaruhi struktur morfologi membran yaitu menyebabkan terjadi penumpukan partikel pada permukaan membran dan menurunkan stabilitas termal pada membran. berdasarkan hasil penelitian, membran yang paling stabil terhadap termal adalah membran kitosan-zeolit 5 %.

PUSTAKA

- Ansari, M., Aroujalian, A., Raisi, A., Dabir, B., & Fathizadeh, M. (2014). Preparation and characterization of nano-NaX zeolite by microwave assisted hydrothermal method. *Advanced Powder Technology*, 25(2), 722–727. <http://doi.org/10.1016/j.ap.2013.10.021>
- Asghari, M., Sheikh, M., Afsari, M., & Dehghani, M. (2017). Molecular simulation and experimental investigation of temperature effect on chitosan-nanosilica supported mixed matrix membranes for dehydration of ethanol via pervaporation. *Journal of Molecular Liquids*, 246. <http://doi.org/10.1016/j.molliq.2017.09.045>
- Barbosa, G. P., Debone, H. S., Severino, P., Souto, E. B., & Da Silva, C. F. (2016). Design and characterization of chitosan/zeolite composite films - Effect of zeolite type and zeolite dose on the film properties. *Materials Science and Engineering C*, 60, 246–254. <http://doi.org/10.1016/j.msec.2015.11.034>
- Lee, A., Elam, J. W., & Darling, S. B. (2016). Membrane materials for water purification: design, development, and application. *Environ. Sci.: Water Res. Technol.*, 2(1), 17–42. <http://doi.org/10.1039/C5EW00159E>
- Li, C., Lou, T., Yan, X., Long, Y. ze, Cui, G., & Wang, X. (2017). Fabrication of pure chitosan nanofibrous membranes as effective absorbent for dye removal. *International Journal of*

- Biological Macromolecules.*
<http://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.08.072>
- Morsli, A., Bengueddach, A., Di Renzo, F., & Quignard, F. (2008). Zeolite-chitosan composites: promising materials for catalysis and separation. *Studies in Surface Science and Catalysis*, 174(B), 1143–1146.
[http://doi.org/10.1016/S0167-2991\(08\)80088-2](http://doi.org/10.1016/S0167-2991(08)80088-2)
- Shaari, N., & Kamarudin, S. K. (2015). Chitosan and alginate types of bio-membrane in fuel cell application: An overview. *Journal of Power Sources*, 289, 71–80.
<http://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2015.04.027>
- Steen, E. Van, Callanan, L. H., & Division, C. (2004). Synthesis and characterization of the nanocrystalline zeolite ZSM-35.pdf, 154(1), 189–194.
- Sutherland, K. (2003). *Profile of the International Membrane Industry. Profile of the International Membrane Industry.*
<http://doi.org/10.1016/B978-185617414-5/50017-3>
- Yu, L., Gong, J., Zeng, C., & Zhang, L. (2013). Preparation of zeolite-A/chitosan hybrid composites and their bioactivities and antimicrobial activities. *Materials Science and Engineering C*, 33(7), 3652–3660.
<http://doi.org/10.1016/j.msec.2013.04.055>