



## **SKRIPSI**

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI MEMBRAN GABUNGAN  
BTDA-TDI/MDI (P84)/KOMPOSIT KARBON-ZEOLIT UNTUK  
APLIKASI PEMISAHAN GAS**

**RETNO PUJI RAHAYU  
NRP. 1413 100 005**

**Dosen Pembimbing :  
Nurul Widiastuti, Ph.D.  
Dr. Wan Norhayati binti Wan Salleh**

**DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2017**



## SCRIPT

# PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF BTDA-TDI/MDI (P84)/ CARBON-ZEOLITE COMPOSITE MIXED MATRIX MEMBRANE FOR GAS SEPARATION

RETNO PUJI RAHAYU  
NRP. 1413 100 005

Supervisor :  
Nurul Widiastuti, Ph.D.  
Dr. Wan Norhayati binti Wan Salleh

CHEMISTRY DEPARTMENT  
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES  
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TECHNOLOGY  
SURABAYA  
2017

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI MEMBRAN  
GABUNGAN BTDA-TDI/MDI (P84)/KOMPOSIT  
KARBON-ZEOLIT UNTUK APLIKASI PEMISAHAN GAS**

**SKRIPSI**

Disusun Sebagai Syarat Untuk Menyelesaikan Mata Kuliah Tugas  
Akhir di Departemen Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya

**Disusun Oleh:**

**RETNO PUJI RAHAYU**  
**NRP. 1413 100 005**

**DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2017**

## LEMBAR PENGESAHAN

### PREPARASI DAN KARAKTERISASI MEMBRAN GABUNGAN BTDA-TDI/MDI (P84)/KOMPOSIT KARBON-ZEOLIT UNTUK APLIKASI PEMISAHAN GAS

SKRIPSI

Oleh:

**RETNO PUJI RAHAYU**

NRP. 1413 100 005

Surabaya, 3 Juli 2017  
Menyetujui,

Dosen Pembimbing I,

Dosen Pembimbing II,

Nurul Widiastuti, Ph. D.  
NIP. 197104245 199412 2 001

Dr. Wan Norhayati binti Wan Salleh



*Tugas akhir ini dipersiapkan untuk:*

*Orang tua dan keluarga*

*Teman-teman kimia 2013*

# **PREPARASI DAN KARAKTERISASI MEMBRAN GABUNGAN BTDA-TDI/MDI (P84)/KOMPOSIT KARBON-ZEOLIT UNTUK APLIKASI PEMISAHAN GAS**

Nama : Retno Puji Rahayu  
NRP : 1413 100 005  
Jurusran : Kimia  
Pembimbing : Nurul Widiastuti, Ph.D.  
Dr. Wan Norhayati binti Wan Salleh

## **ABSTRAK**

Membran gabungan terdiri dari 0,2-0,4% berat komposit karbon-zeolit yang terdispersi ke dalam BTDA-TDI/MDI (P84) telah dipreparasi melalui metode inversi fasa dengan N-metil-2-pirolidon (NMP) sebagai pelarut. Membran dikarakterisasi dengan *X Ray Difraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *Atomic Force Microscopy* (AFM), *Thermogravimetric Analysis* (TGA), *Fourier Transform Infrared* (FTIR). Membran diuji kinerjanya dengan permeabilitas gas tunggal CO<sub>2</sub> dan CH<sub>4</sub>. Permeabilitas maksimum CO<sub>2</sub> dan CH<sub>4</sub> berturut-turut yaitu 13,84 Barrer dan 12,68 Barrer dicapai dengan menambahkan 0,4% berat komposit karbon-zeolit. Membran BTDA-TDI/MDI (P84)/komposit karbon-zeolit menunjukkan peningkatan pada selektivitas ideal CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub> sebesar 3,490 jika dibandingkan dengan membran BTDA-TDI/MDI (P84) murni.

**Kata Kunci:** BTDA-TDI/MDI (P84), komposit karbon-zeolit, pemisahan gas.

# **PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF BTDA-TDI/MDI (P84)/ CARBON-ZEOLITE COMPOSITE MIXED MATRIX MEMBRANE FOR GAS SEPARATION**

Name : Retno Puji Rahayu  
NRP : 1413 100 005  
Department : Chemistry  
Supervisor : Nurul Widiastuti, Ph. D.  
Dr. Wan Norhayati binti Wan Salleh

## **ABSTRACT**

Mixed Matrix Membranes (MMMs) which consist of 0.2–0.4 wt.% carbon-zeolite composite dispersed in BTDA-TDI/MDI (P84) have been prepared through phase inversion method by using N-methyl-2-pyrrolidone (NMP) as solvent. Membranes were characterized by X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM), Atomic Force Microscopy (AFM), Thermogravimetric Analysis (TGA), and Fourier Transform Infrared (FTIR). Membrane performance was measured by single gas permeation of CO<sub>2</sub> and CH<sub>4</sub>. The maximum permeability of CO<sub>2</sub> and CH<sub>4</sub>, which up to 13,84 Barrer and 12,68 Barrer, respectively, was achieved by incorporating 0.4 wt.% of carbon-zeolite composite. BTDA-TDI/MDI (P84)/carbon-zeolite composite mixed matrix membrane also showed a great enhancement in ideal selectivity of CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub> 3.490 compared to the pure BTDA-TDI/MDI (P84) membrane.

**Keyword:** BTDA-TDI/MDI (P84), carbon-zeolite composite, gas separation.

## **KATA PENGANTAR**

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT karena atas rahmat dan karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan Skripsi dengan judul “Preparasi dan Karakterisasi Membran Gabungan BTDA-TDI/MDI (P84)/Komposit Karbon-Zeolit untuk Aplikasi Pemisahan Gas”. Atas bimbingan dan pengarahan yang telah diberikan hingga terselesaiannya tugas akhir ini, penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Nurul Widiastuti, Ph.D. selaku dosen pembimbing 1 atas kesediaan, kesabaran, dan ilmu yang diberikan selama bimbingan.
2. Dr. Wan Norhayati binti Wan Salleh selaku dosen pembimbing 2 atas ilmu yang diberikan dan telah memberikan izin selama melakukan penelitian di Advanced Membrane Technology Research Centre (AMTEC).
3. Dr. Djoko Hartanto, M.Si. selaku kepala Laboratorium Kimia Material dan Energi yang telah memberikan izin selama melakukan penelitian.
4. Prof. Dr. Ir. Adi Soeprijanto, M.T. selaku Kepala Laboratorium Energi yang telah memberikan izin selama melakukan penelitian.
5. Prof. Dr. Didi Prasetyoko, M.Sc. selaku kepala departemen kimia yang telah memberikan fasilitas sehingga naskah ini dapat diselesaikan.
6. Dr. Afifah Rosyidah, S.Si., M.Si. selaku dosen wali yang telah memberikan masukan, membimbing, dan mengarahkan penulis selama perkuliahan.

7. Orang tua dan keluarga yang selalu memberikan dukungan, semangat, dan doa hingga selesainya skripsi ini.
8. Triyanda Gunawan, S.Si., Rika Wijiyanti, S. Si., Taufik Qodar R., M. Faqri Fahrozi H., Ristia Rizki A. W. selaku tim peneliti yang membantu dalam penelitian ini.

Penulis menyadari bahwa penulisan skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan. Penulis menerima kritik dan saran yang membangun dari pembaca untuk meningkatkan kualitas dan perbaikan lebih lanjut.

Surabaya, 3 Juli 2017

Penulis

## DAFTAR ISI

|                                                             |       |
|-------------------------------------------------------------|-------|
| HALAMAN JUDUL.....                                          | i     |
| LEMBAR PENGESAHAN.....                                      | iv    |
| ABSTRAK.....                                                | vi    |
| ABSTRACT.....                                               | vii   |
| KATA PENGANTAR.....                                         | viii  |
| DAFTAR ISI.....                                             | x     |
| DAFTAR GAMBAR.....                                          | xiii  |
| DAFTAR TABEL.....                                           | xvi   |
| DAFTAR LAMPIRAN.....                                        | xviii |
| BAB I PENDAHULUAN.....                                      | 1     |
| 1.1 Latar Belakang.....                                     | 1     |
| 1.2 Rumusan Masalah.....                                    | 5     |
| 1.3 Batasan Masalah.....                                    | 5     |
| 1.4 Tujuan.....                                             | 6     |
| 1.5 Manfaat.....                                            | 6     |
| BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....                                | 7     |
| 2.1 Membran Gabungan ( <i>Mixed Matrix Membrane</i> ).....  | 7     |
| 2.2 Preparasi Membran.....                                  | 9     |
| 2.3 Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Preparasi Membran ..... | 12    |
| 2.3.1 Polimer.....                                          | 12    |
| 2.3.2 Pengisi ( <i>Filler</i> ) .....                       | 13    |
| 2.4 Zeolit-Y .....                                          | 15    |
| 2.5 Komposit Karbon-Zeolit.....                             | 15    |
| 2.6 Kinerja Membran.....                                    | 16    |
| 2.7 Karakterisasi.....                                      | 17    |
| 2.7.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....                  | 17    |
| 2.7.2 Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen (BET) .....                | 20    |
| 2.7.3 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM) .....       | 20    |
| 2.7.4 <i>Atomic Force Microscopy</i> (AFM) .....            | 22    |
| 2.7.5 <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....         | 24    |

|                                                                                                                        |           |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| 2.7.6 <i>Thermogravimetric Analysis (TGA)</i> .....                                                                    | 25        |
| <b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....</b>                                                                              | <b>27</b> |
| 3.1 Alat dan Bahan.....                                                                                                | 27        |
| 3.1.1 Alat.....                                                                                                        | 27        |
| 3.1.2 Bahan.....                                                                                                       | 27        |
| 3.2 Prosedur.....                                                                                                      | 28        |
| 3.2.1 Sintesis Zeolit-Y.....                                                                                           | 28        |
| 3.2.2 Karakterisasi Material Zeolit-Y.....                                                                             | 29        |
| 3.2.3 Sintesis Komposit Karbon-Zeolit.....                                                                             | 30        |
| 3.2.4 Karakterisasi Material Komposit Karbon-Zeolit.....                                                               | 31        |
| 3.2.5 Preparasi Membran.....                                                                                           | 32        |
| 3.2.6 Karakterisasi Membran.....                                                                                       | 33        |
| 3.2.7 Uji Kinerja Membran.....                                                                                         | 34        |
| <b>BAB IV PEMBAHASAN.....</b>                                                                                          | <b>37</b> |
| 4.1 Sintesis Zeolit-Y.....                                                                                             | 37        |
| 4.2 Sintesis Komposit Karbon-Zeolit.....                                                                               | 39        |
| 4.3 Karakterisasi Zeolit-Y dan Komposit Karbon-Zeolit.....                                                             | 40        |
| 4.4 Preparasi Membran Gabungan BTDA-TDI/MDI (P84)/Komposit Karbon-Zeolit.....                                          | 44        |
| 4.5 Karakteristik Membran Gabungan BTDA-TDI/MDI (P84)/Komposit Karbon-Zeolit dengan Variasi Komposit.....              | 45        |
| 4.5.1 Karakteristik Struktur Membran BTDA-TDI/MDI (P84)/Komposit Karbon-Zeolit dengan Variasi Komposit.....            | 45        |
| 4.5.2 Karakteristik Morfologi Membran Gabungan BTDA-TDI/MDI (P84)/Komposit Karbon-Zeolit dengan Variasi Komposit ..... | 47        |
| 4.5.3 Karakteristik Kekasaran Membran Gabungan BTDA-TDI/MDI (P84)/Komposit Karbon-Zeolit dengan Variasi Komposit.....  | 51        |

|                                                                                                                               |     |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 4.5.4 Karakteristik Kestabilan Termal Membran Gabungan BTDA-TDI/MDI (P84)/Komposit Karbon-Zeolit dengan Variasi Komposit..... | 53  |
| 4.5.5 Hasil Uji Kinerja Membran Gabungan BTDA-TDI/MDI (P84)/Komposit Karbon-Zeolit untuk Pemisahan Gas.....                   | 56  |
| BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....                                                                                               | 61  |
| 5.1 Kesimpulan.....                                                                                                           | 61  |
| 5.2 Saran.....                                                                                                                | 61  |
| DAFTAR PUSTAKA.....                                                                                                           | 63  |
| LAMPIRAN.....                                                                                                                 | 77  |
| BIODATA PENULIS.....                                                                                                          | 113 |

## DAFTAR GAMBAR

|             |                                                                                                                                                                                          |    |
|-------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Gambar 2.1  | Ilustrasi transport a) Solution Diffusion b) difusi penyaring molekul (molecular sieving) c) difusi Knudsen (Knudsen diffusion) d) difusi viskositas (Viscous Flow) (Wenten dkk., 2010). | 8  |
| Gambar 2.2  | Ilustasi mekanisme transport membran gabungan (Rezakazemi dkk., 2014) .....                                                                                                              | 9  |
| Gambar 2.3  | Skema pembentukan lapisan rapat dan macrovoid membran gabungan (Mulder dkk., 1996) .....                                                                                                 | 10 |
| Gambar 2.4  | Skema sistem Terner dari pelarut, non pelarut, dan polimer (Mulder dkk., 1996) .....                                                                                                     | 11 |
| Gambar 2.5  | Struktur P84 (Tin dkk., 2004) .....                                                                                                                                                      | 12 |
| Gambar 2.6  | Morfologi tidak ideal pada membran gabungan<br>a) Sievein-a-cage b) Matrix rigidification c)<br>Leaky interface d) Plugged sieves (Rezakazemi dkk., 2014) .....                          | 14 |
| Gambar 2.7  | Skema a) zeolit b) komposit karbon-zeolit (Sakintuna dan Yurum, 2005) .....                                                                                                              | 16 |
| Gambar 2.8  | a) Molekul sukrosa yang berhasil masuk ke dalam pori window zeolit b) Molekul sukrosa yang tidak berhasil masuk ke dalam pori window zeolit (Gunawan dan Widiastuti, 2015) .....         | 16 |
| Gambar 2.9  | Difraksi sinar-X oleh kisi Kristal.....                                                                                                                                                  | 18 |
| Gambar 2.10 | Difraktogram XRD dari a) zeolit-Y b) komposit karbon-zeolit-Y (Youn dkk.,2011).....                                                                                                      | 19 |
| Gambar 2.11 | Difraktogram membran a) P84 b) P84/ZIF 10%<br>c) P84/ZIF 20% d) P84/ZIF 30% e) Membran gabungan f) ZIF-90 (Hua dkk., 2014) .....                                                         | 19 |
| Gambar 2.12 | Hasil SEM a) Zeolit-HY b) Komposit karbon-zeolit (Chen dkk., 2007).....                                                                                                                  | 21 |
| Gambar 2.13 | Hasil karakterisasi permukaan dan penampang lintang SEM membran a) P84 b) P84/ZIF-90 10% (Hua dkk., 2014) .....                                                                          | 22 |

|             |                                                                                                                              |    |
|-------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Gambar 2.14 | Hasil AFM membran gabungan komposisi pengisi a)1% b) 01% c) 0,01% (Kiadehi dkk., 2015) .....                                 | 23 |
| Gambar 2.15 | Spektra FT-IR a) membran PEBAK b) membran PEBAK/NaX 0,2% berat (Zhаршенас дкк., 2016) .....                                  | 25 |
| Gambar 2.16 | Skema alat termogravimetri analisis .....                                                                                    | 26 |
| Gambar 2.17 | Kurva degradasi termal P84.....                                                                                              | 26 |
| Gambar 3.1  | Skema uji permeabilitas gas tunggal.....                                                                                     | 35 |
| Gambar 4.1  | a) Seed gel b) feedstock gel c) overall gel setelah proses hidrotermal d) Zeolit-Y .....                                     | 38 |
| Gambar 4.2  | Komposit karbon-zeolit .....                                                                                                 | 40 |
| Gambar 4.3  | Difraktogram a) Standar zeolit-Y b) Zeolit-Y hasil sintesis c) Komposit karbon-zeolit.....                                   | 41 |
| Gambar 4.4  | Foto SEM a) Komposit karbon-zeolit b) Zeolit-Y .....                                                                         | 42 |
| Gambar 4.5  | Hasil preparasi membran a) P84/komposit karbon zeolit b) P84 .....                                                           | 45 |
| Gambar 4.6  | Difraktogram a) Komposit karbon-zeolit b) membran P84 c) membran P84/C-Z0,2 d) membran P84/C-Z0,4.....                       | 47 |
| Gambar 4.7  | Foto SEM permukaan membran a) Membran P84 b) Membran P84/C-Z0,2 c) Membran P84/C-Z0,3 d) Membran P84/C-Z0,4 .....            | 49 |
| Gambar 4.8  | Hasil SEM Penampang lintang membran a) P84 b) P84/C-Z0,2 c) P84/C-Z0,3 d) P84/C-Z0,4...                                      | 49 |
| Gambar 4.9  | Hasil SEM Penampang lintang membran a) P84 b) P84/C-Z0,4.....                                                                | 51 |
| Gambar 4.10 | Data hasil AFM membran a) P84 b) P84/C-Z0,2 c) P84/C-Z0,3 d) P84/C-Z0,4.....                                                 | 52 |
| Gambar 4.11 | Kurva TGA membran.....                                                                                                       | 55 |
| Gambar 4.12 | Spektra FTIR a) polimer P84 b) membran P84 c) Membran P84/C-Z0,2 d) Membran P84/C-Z0,2 sesudah uji gas e) Membran P84/C-Z0,4 | 60 |

|                                                               |                                                                          |     |
|---------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------|-----|
| sebelum uji gas f) Membran P84/C-Z0,4 sesudah<br>uji gas..... |                                                                          |     |
| Gambar A.1                                                    | Skema kerja sintesis <i>seed gel</i> .....                               | 77  |
| Gambar A.2                                                    | Skema kerja sintesis <i>feedstock gel</i> .....                          | 78  |
| Gambar A.3                                                    | Skema kerja sintesis overall gel.....                                    | 79  |
| Gambar A.4                                                    | Skema kerja sintesis komposit karbon-zeolit.....                         | 80  |
| Gambar A.5                                                    | Skema kerja preparasi membran .....                                      | 81  |
| Gambar A.6                                                    | Skema kerj uji gas .....                                                 | 82  |
| Gambar C.1                                                    | Difraktogram zeolit-Y .....                                              | 90  |
| Gambar D.1                                                    | Difraktogram standar JCPDS No. 39-1380.....                              | 92  |
| Gambar E.1                                                    | Difraktogram komposit karbon-zeolit.....                                 | 93  |
| Gambar F.1                                                    | Difraktogram membran BTDA-TDI/MDI (P84)                                  | 95  |
| Gambar F.2                                                    | Difraktogram membran BTDA-TDI/MDI<br>(P84)/C-Z0,2 .....                  | 95  |
| Gambar F.3                                                    | Difraktogram membran BTDA-TDI/MDI<br>(P84)/C-Z0,4 .....                  | 96  |
| Gambar G.1                                                    | Spektra FTIR Polimer BTDA-TDI/MDI (P84)...                               | 97  |
| Gambar G.2                                                    | Spektra FTIR Membran BTDA-TDI/MDI<br>(P84).....                          | 98  |
| Gambar G.3                                                    | Spektra FTIR Membran BTDA-TDI/MDI (P84)<br>/C-Z0,2 sebelum uji gas ..... | 99  |
| Gambar G.4                                                    | Spektra FTIR Membran BTDA-TDI/MDI (P84)<br>/C-Z0,2 sesudah uji gas.....  | 100 |
| Gambar G.5                                                    | Spektra FTIR Membran BTDA-TDI/MDI (P84)<br>/C-Z0, 4 sebelum uji gas..... | 101 |
| Gambar G.6                                                    | Spektra FTIR Membran BTDA-TDI/MDI (P84)<br>/C-Z0, 4 sesudah uji gas..... | 102 |
| Gambar H.1                                                    | Termogram membran BTDA-TDI/MDI (P84)...                                  | 103 |
| Gambar H.2                                                    | Termogram membran BTDA-TDI/MDI<br>(P84)/C-Z0,2.....                      | 103 |
| Gambar H.3                                                    | Termogram membran BTDA-TDI/MDI<br>(P84)/C-Z0,3.....                      | 104 |
| Gambar H.4                                                    | Termogram membran BTDA-TDI/MDI<br>(P84)/C-Z0,4.....                      | 104 |

## DAFTAR TABEL

|           |                                                                                                        |     |
|-----------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Tabel 2.1 | Tabel 2.1 Kinerja zeolit dalam adsorpsi gas CO <sub>2</sub> .....                                      | 15  |
| Tabel 2.2 | Data kekasaran permukaan membran .....                                                                 | 24  |
| Tabel 3.1 | Komposisi membran P84/Komposit karbon-zeolit.....                                                      | 32  |
| Tabel 4.1 | Data hasil BET komposit karbon-zeolit.....                                                             | 43  |
| Tabel 4.2 | Ketebalan struktur rapat pada membran .....                                                            | 48  |
| Tabel 4.3 | Parameter kekasaran membran .....                                                                      | 53  |
| Tabel 4.4 | Suhu dekomposisi awal membran.....                                                                     | 55  |
| Tabel 4.5 | Permeabilitas dan selektivitas ideal gas .....                                                         | 57  |
| Tabel C.1 | Data hasil XRD zeolit-Y.....                                                                           | 91  |
| Tabel D.1 | Data standar JCPDS No. 39-1380.....                                                                    | 92  |
| Tabel E.1 | Tabel E.1 Data hasil XRD komposit karbon zeolit.....                                                   | 93  |
| Tabel F.1 | Tabel F.1 Data hasil XRD membran BTDA-TDI/MDI (P84) .....                                              | 95  |
| Tabel F.2 | Perbandingan kapasitas adsorpsi gas CH <sub>4</sub> material hasil sintesis dengan material lainnya... | 69  |
| Tabel 4.8 | Parameter setiap model kinetika adsorpsi .....                                                         | 74  |
| Tabel F.1 | Data hasil XRD Abu Dasar sebelum Pemisahan Fe dan Ca .....                                             | 95  |
| Tabel F.2 | Data hasil XRD membran BTDA-TDI/MDI (P84) /C-Z0,2.....                                                 | 96  |
| Tabel F.3 | Data hasil XRD Padatan Leburan abu dasar dalam atmosfer N <sub>2</sub> .....                           | 96  |
| Tabel G.1 | Data hasil FTIR polimer BTDA-TDI/MDI (P84) .....                                                       | 97  |
| Tabel G.2 | Data hasil FTIR Membran BTDA-TDI/MDI (P84).....                                                        | 98  |
| Tabel G.3 | Data hasil FTIR Membran BTDA-TDI/MDI (P84) /C-Z0,2 sebelum uji gas .....                               | 99  |
| Tabel G.4 | Data hasil FTIR Membran BTDA-TDI/MDI (P84) /C-Z0,2 sesudah uji gas .....                               | 100 |

|           |                                                                           |     |
|-----------|---------------------------------------------------------------------------|-----|
| Tabel G.5 | Data hasil FTIR Membran BTDA-TDI/MDI (P84) /C-Z0, 4 sebelum uji gas ..... | 101 |
| Tabel G.6 | Data hasil FTIR Membran BTDA-TDI/MDI (P84) /C-Z0, 4 sesudah uji gas ..... | 102 |
| Tabel I.1 | Data waktu uji permeabilitas gas Membran BTDA-TDI/MDI (P84)/C-Z0,2 .....  | 105 |
| Tabel I.2 | Data waktu uji permeabilitas gas membran BTDA-TDI/MDI (P84)/C-Z0,3 .....  | 105 |
| Tabel I.3 | Data waktu uji permeabilitas gas membran BTDA-TDI/MDI (P84)/C-Z0,4 .....  | 106 |

## **DAFTAR LAMPIRAN**

|            |                                                 |     |
|------------|-------------------------------------------------|-----|
| Lampiran A | Skema Kerja .....                               | 77  |
| Lampiran B | Perhitungan Formula Zeolit Na-Y.....            | 83  |
| Lampiran C | Hasil XRD Zeolit-Y .....                        | 91  |
| Lampiran D | XRD Standar JCPDS No. 39-1380.....              | 92  |
| Lampiran E | Hasil XRD Komposit Karbon-Zeolit .....          | 93  |
| Lampiran F | Hasil XRD Membran.....                          | 95  |
| Lampiran G | Hasil FTIR Membran .....                        | 97  |
| Lampiran H | Hasil TGA Membran.....                          | 103 |
| Lampiran I | Data Uji Gas.....                               | 105 |
| Lampiran J | Perhitungan Permeabilitas dan Selektivitas..... | 107 |

## **BAB I**

### **PENDAHULUAN**

#### **1.1 Latar Belakang**

Gas alam merupakan bahan baku pengolahan industri kimia. Gas alam diperoleh dari perut bumi yang kandungan terbesarnya (75%-90%) adalah metana ( $\text{CH}_4$ ). Kandungan lain pada gas alam adalah karbon dioksida ( $\text{CO}_2$ ). Karbon dioksida ( $\text{CO}_2$ ) merupakan gas yang merugikan karena bisa menurunkan nilai kalor, membuat aliran gas menjadi asam, dan korosif yang dapat merusak jaringan pipa (Scovazzo dkk., 2004; Luis dkk., 2012), sehingga perlu dilakukan pemisahan gas  $\text{CO}_2$  dengan  $\text{CH}_4$  pada gas alam.

Teknologi membran merupakan salah satu cara yang berpotensi digunakan untuk pemisahan gas. Keunggulan pemisahan gas menggunakan membran antara lain konsep dan operasinya sederhana, tidak melibatkan perubahan fasa dan tambahan bahan kimia, modular sehingga mudah *discale up*, peralatan yang dibutuhkan tidak rumit, ramah lingkungan, mengurangi biaya operasional dan konsumsi energi yang rendah (Wenten dkk., 2010).

Pemisahan gas menggunakan membran tantangannya adalah gas  $\text{CO}_2$  dan  $\text{CH}_4$  memiliki diameter kinetik yang hampir sama yaitu 0,33 nm dan 0,38 nm. Keberhasilan pemisahan gas dengan diameter kinetik yang hampir sama ini sangat ditentukan oleh material membran yang digunakan. Membran yang digunakan untuk pemisahan gas yaitu membran polimer dan membran anorganik. Masing-masing jenis membran ini memiliki kelebihan dan kelemahan. Membran polimer memiliki kelebihan dalam proses pembuatannya yang mudah, geometrinya tersusun rapat, tetapi membran polimer rentan terhadap bahan kimia, tidak stabil

pada suhu yang tinggi dan pH yang ekstrim. Disisi lain, membran anorganik menunjukkan kelebihan yaitu stabilitas termal dan stabilitas kimianya tinggi, kekuatan mekanik yang baik, namun untuk aplikasi yang besar tidak dapat difabrikasi secara ekonomis dan adanya problem keretakan pada fabrikasi (Li dkk., 2008).

Upaya untuk mendapatkan membran pemisahan gas berkinerja tinggi adalah dengan menggabungkan material polimer dan material anorganik, yang disebut dengan membran gabungan atau *mixed matrix membrane*. Pada membran gabungan, material anorganik berperan sebagai pengisi (*filler*) yang menyediakan jalur transport gas melalui mekanisme *molecular sieving*. Mekanisme ini dapat meningkatkan selektivitas pada membran (Zhang dkk., 2013). Selain itu, material pengisi juga membentuk jalur berliku yang lebih panjang pada matriks polimer, sehingga difusi gas melalui matriks polimer menurun, tetapi selektivitasnya tetap baik. Hasil penelitian yang dilakukan oleh Cakal dkk. (2012) membran gabungan polietersulfon/SAPO 34 meningkatkan permeabilitas CO<sub>2</sub> dari 4,45 Barrer menjadi 5,77 Barrer dan permeabilitas CH<sub>4</sub> dari 0,134 Barrer menjadi 0,156 Barrer. Selektivitas CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub> juga meningkat dari 33,2 menjadi 37. Penelitian yang dilakukan oleh Vu dkk. (2003) melakukan preprasi membran gabungan Ultem/*carbon molecular sieve* (CMS). Membran gabungan ini meningkatkan permeabilitas CO<sub>2</sub> dari 1,45 Barrer menjadi 4,48 Barrer dan permeabilitas CH<sub>4</sub> dari 0,037 Barrer menjadi 0,083 Barrer. Selektivitas CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub> juga meningkat dari 38,8 menjadi 53,7.

Pada preparasi membran gabungan harus memperhatikan material polimer dan material pengisi. Polimer yang dipilih pada preparasi membran gabungan adalah *glassy polymer* dikarenakan mobilitas rantai polimer rendah, sehingga celah antar muka dari polimer dan *filler* menjadi selektif (Goh dkk., 2011), bersifat *rigid* (kaku) sehingga menghasilkan selektivitas yang tinggi dalam

aplikasi pemisahan gas (Rezakazemi dkk., 2014). Poliimida dan turunannya merupakan prekursor polimer yang termasuk dalam *glassy polymer*. Poliimida adalah polimer yang paling stabil, memiliki stabilitas termal dan kimia yang baik. Poliimida yang digunakan dalam sintesis membran gabungan antara lain P84 (Ismail dkk., 2015; Favvas dkk., 2008), matrimid, dan ultem (Aroon dkk., 2010). Hasil selektivitas pada membran dengan polimer P84 adalah CO<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> 45-50, He/N<sub>2</sub> 285-300 (Ismail dkk., 2015). Hasil penelitian yang dilakukan Favvas adalah permeabilitas CO<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub> sebesar 2,7 Barrer; 3,55 Barrer, dan selektivitas CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub> 1,31. Pada membran dengan prekursor matrimid dan ultem permeabilitas CO<sub>2</sub> sebesar 12,6 Barrer dan 4,48 Barrer. Berdasarkan hasil penelitian tersebut polimer P84 merupakan *glassy polymer* yang bersifat paling selektif (Ismail dkk., 2015). Komposisi polimer yang digunakan pada penelitian ini adalah 12% berat. Komposisi tersebut berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Zhang dkk. (2013). Komposisi polimer yang semakin tinggi menyebabkan penurunan pori dan permeabilitas gas.

Faktor lain yang mempengaruhi preparasi membran gabungan adalah pemilihan pengisi. Mekanisme transport pada material pengisi ditentukan oleh ukuran partikel, ukuran pori, distribusi pori, dan kesesuaianya dengan polimer yang digunakan (Aroon dkk., 2010). Material anorganik yang menghasilkan transport gas yang efektif adalah material mikro (0,2 μm-5 μm) sampai nanopartikel (0,1 nm), memiliki luas permukaan yang tinggi, distribusi ukuran pori yang sempit (Rezakazemi dkk., 2014). Zeolit-Y memiliki pori 0,74 nm yang bersifat selektif terhadap gas CO<sub>2</sub> dalam aplikasi adsorpsi. Maurin dkk. (2007) melaporkan zeolit-Y memiliki kapasitas adsorpsi terhadap gas CO<sub>2</sub> sebesar 0,45-1,17% berat. Penelitian lain melaporkan kapasitas

adsorpsi CO<sub>2</sub> pada zeolit-Y sebesar 4% berat (Harlick dkk., 2004), sehingga material yang digunakan adalah zeolit-Y. Permasalahan dalam penggunaan zeolit sebagai pengisi dalam matriks polimer adalah adanya keretakan pada membran yang menurunkan selektivitas. Mohamad dkk. (2016) melakukan preparasi membran dengan pengisi zeolit. Pada komposisi pengisi 5% berat membran mengalami keretakan, sehingga selektivitasnya berkurang dari 3,37 menjadi 1,41. Menurut Ismail (2008) zeolit memiliki kompatibilitas yang buruk dengan matriks polimer, sehingga bisa meningkatkan rongga tidak selektif pada antar muka polimer dan pengisi. Berdasarkan permasalahan tersebut zeolit perlu didampingi material lain supaya bersifat kompatibel terhadap matriks polimer. Material lain yang kompatibel terhadap matriks polimer adalah *carbon molecular sieve* (CMS). Ismail dkk. (2009) melakukan preparasi membran dengan pengisi *carbon molecular sieve* (CMS). Komposisi yang digunakan adalah 10, 20, 30, dan 35% berat. Komposisi pengisi yang semakin besar meningkatkan permeabilitas gas O<sub>2</sub> dan N<sub>2</sub>. Selektivitas tertinggi pada komposisi 20% berat pengisi. Pada penelitian ini membran tidak mengalami keretakan walaupun komposisi pengisi besar, karena pengisi CMS bersifat kompatibel terhadap polimer, namun CMS memiliki distribusi pori yang lebar yang dapat menurunkan selektivitas. Zhang dkk. (2006) melaporkan, pada umumnya partikel pengisi yang ditambahkan pada preparasi membran adalah 0,2-0,4% berat. Penelitian yang dilakukan Zulhairun dkk. (2017) melaporkan permeabilitas maksimum gas CO<sub>2</sub> dan CH<sub>4</sub> dengan penambahan pengisi 0,4% berat, sedangkan selektivitas maksimum CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub> pada penambahan pengisi 0,25% berat. Pada komposisi pengisi lebih besar dari 0,4% berat kinerja membran menurun, sehingga pada penelitian ini divariasikan komposisi pengisi 0,2-0,4% berat.

Pengembangan material berpori sebagai pengisi pada membran gabungan adalah dengan mengimpregnasiakan prekursor karbon ke dalam zeolit. Material ini disebut komposit karbon-zeolit. Pada material ini zeolit terlapisi dengan karbon, sehingga diharapkan mampu meningkatkan kompatibilitas material pengisi dengan matriks polimer. Selain itu, komposit karbon-zeolit memiliki karakteristik mikropori, distribusi pori teratur, tahan terhadap suhu tinggi, dan stabilitas kimianya baik (Rostami dkk., 2016), sehingga diharapkan mampu meningkatkan kinerja membran gabungan yang dihasilkan untuk pemisahan gas.

## **1.2 Rumusan Masalah**

Keberhasilan penggunaan material pengisi pada membran gabungan juga ditentukan oleh komposisi material pengisi dan polimer yang digunakan dalam preparasi membran. Penambahan komposisi pengisi yang tidak tepat menyebabkan adanya aglomerasi. Aglomerasi ini dapat menurunkan kinerja membran (Goh dkk., 2011). Sedangkan pada jumlah yang terlalu kecil, efektivitasnya rendah. Oleh karena itu, pada penelitian ini divariasikan komposisi pengisi yang digunakan dalam preparasi membran gabungan. Variasi komposisi pengisi yang digunakan pada penelitian ini adalah 0,2; 0,3; 0,4% berat sesuai dengan penelitian Zhang dkk. (2013) dalam matriks polimer BTDA-TDI/MDI (P84) 12% berat. Membran yang dihasilkan dari variasi tersebut ditentukan kinerja permeabilitas dan selektivitasnya.

## **1.3 Batasan Masalah**

Pada penelitian ini membran gabungan BTDA-TDI/MDI (P84)/komposit karbon-zeolit dipreparasi dengan metode inversi fasa. Variasi jumlah komposit karbon-zeolit yang digunakan

adalah 0,2; 0,3; 0,4% berat. Perbedaan karakteristik membran yang dihasilkan dipelajari melalui karakterisasi menggunakan XRD, SEM, AFM, TGA, dan FTIR. Kinerja membran yang dihasilkan diuji, yaitu permeabilitas dan selektivitas membran.

#### **1. 4 Tujuan**

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan komposisi membran gabungan BTDA-TDI/MDI (P84)/komposit karbon-zeolit dengan variasi jumlah komposit karbon-zeolit, serta menentukan karakteristik membran yang dihasilkan dan kinerja membran yaitu permeabilitas dan selektivitas membran terhadap pemisahan gas CO<sub>2</sub> dan CH<sub>4</sub>.

#### **1.5 Manfaat**

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi pada pengembangan material membran untuk pemisahan gas khususnya untuk pemisahan gas CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub> yang diperlukan pada pemisahan komponen gas alam.

## **BAB II**

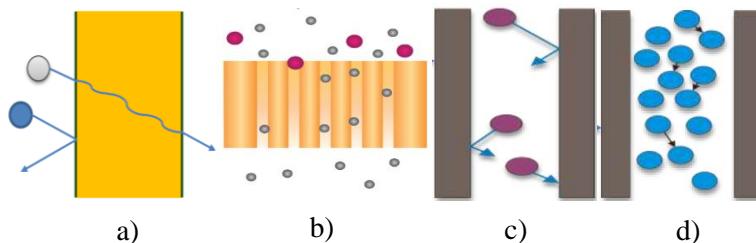
### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Membran Gabungan (Mixed Matrix Membrane)**

Membran gabungan yang terdiri atas material polimer dan pengisi anorganik adalah membran yang banyak diaplikasikan dalam pemisahan gas. Aplikasi ini dikarenakan membran gabungan memiliki kinerja yang baik jika dibandingkan dengan membran polimer (Rezakazemi dkk., 2014). Kinerja membran gabungan ini dipengaruhi oleh adanya struktur yang terdiri atas lapisan rapat (*dense*) dan lapisan berpori. Lapisan rapat (*dense*) merupakan lapisan selektif (*selective layer*). Lapisan berpori berfungsi sebagai lapisan pendukung yang memberikan kekuatan mekanik dan menghilangkan hambatan dari transport gas melalui matriks polimer (Ismail dkk., 2015). Berdasarkan struktur tersebut membran gabungan bisa meningkatkan kinerja pemisahan gas pada membran.

Struktur membran gabungan dengan geometri yang berbeda memungkinkan adanya kombinasi mekanisme transport. Lapisan rapat (*dense*) membran terjadi mekanisme transport *solution diffusion*. Elemen pori pada mekanisme ini berupa ruang kecil antara rantai polimer yang disebabkan gerak termal molekul polimer (Wenten dkk., 2012). Difusi ini terjadi ketika spesi permeat menunjukkan afinitas yang kuat pada permukaan membran (Ismail dkk., 2015). Pada lapisan berpori mekanisme yang terjadi adalah difusi penyaring molekul (*molecular sieving*), difusi Knudsen (*Knudsen diffusion*), difusi viskositas (*viscous flow*). Difusi penyaring molekul (*molecular sieving*) merupakan mekanisme transport yang mendominasi ketika ukuran pori sebanding dengan dimensi molekul, 3-5 Å, molekul yang kecil akan melewati pori sedangkan molekul yang lebih besar

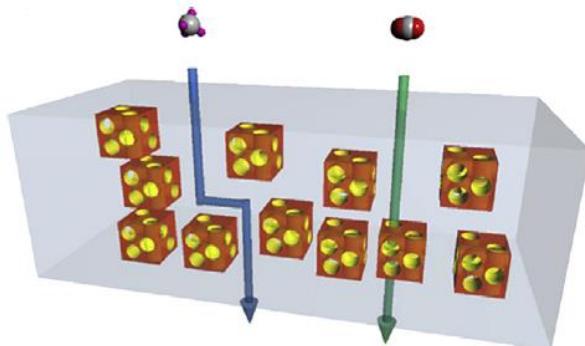
dibandingkan pori akan tertahan (Wenten dkk., 2012). Difusi Knudsen pada umumnya terjadi pada tekanan yang rendah dan ukuran pori 200 Å-20.000 Å (Sakai dkk., 2001). Ketika aliran gas melalui pori-pori dengan ukuran kecil, tumbukan antara dinding pori dan molekul gas lebih sering terjadi dibandingkan tumbukan antar molekul gas itu sendiri (Wenten dkk., 2010). Pada difusi viskositas (*viscous flow*), tumbukan antar molekul gas lebih dominan dibandingkan interaksi antara molekul gas dengan dinding pori. Jenis-jenis mekanisme transport ini bisa ditunjukkan seperti pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Ilustrasi transport a) *Solution Diffusion* b) difusi penyaring molekul (*molecular sieving*) c) difusi Knudsen (*Knudsen diffusion*) d) difusi viskositas (*Viscous Flow*) (Wenten dkk., 2010)

Mekanisme transport pada membran gabungan diilustrasikan pada Gambar 2.2 (Kim dkk., 2013). Pemisahan gas yang dicontohkan adalah CO<sub>2</sub> dan CH<sub>4</sub>. Gas yang melewati matriks polimer (panah biru: CH<sub>4</sub>) mengikuti mekanisme *solution diffusion*. Gas yang melewati material pengisi (Panah hijau: CO<sub>2</sub>) mengikuti mekanisme difusi penyaring molekul (*molecular sieving*), difusi Knudsen (*Knudsen diffusion*), atau difusi viskositas (*viscous flow*). Gas yang memiliki ukuran yang lebih kecil (CO<sub>2</sub>)

dengan bebas melewati material pengisi berpori karena ukuran dari gas tersebut sesuai dengan ukuran pori pada material pengisi. Gas dengan ukuran yang lebih besar ( $\text{CH}_4$ ) akan melewati matriks polimer dengan alur yang lebih panjang sehingga difusinya semakin lambat, namun selektivitasnya tetap terjaga.



Gambar 2.2 Ilustasi mekanisme transport membran gabungan  
(Rezakazemi dkk., 2014)

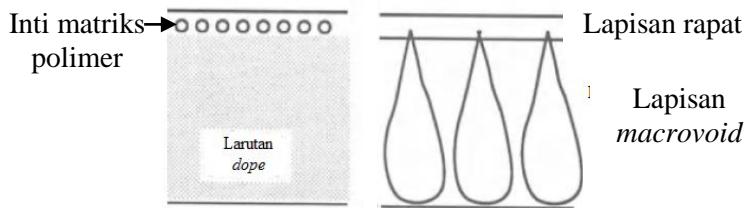
Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Wei dkk. (2010) membran gabungan yang dipreparasi dengan pengisi silika mengikuti mekanisme *solution diffusion* dan difusi Knudsen (*Knudsen diffusion*). Membran ini bisa meningkatkan selektivitas untuk gas  $\text{CO}_2/\text{N}_2$  dan  $\text{CO}_2/\text{CH}_4$  sebesar 20 kali lipat jika dibandingkan dengan membran polimer yang dipreparasi tanpa pengisi.

## 2.2 Preparasi Membran

Dalam preparasi membran, karakteristik modul yang harus dipertimbangkan dalam desain membran adalah luas permukaan yang tinggi kemampuan untuk membentuk membran stabil, kemudahan pembentukan konfigurasi, biaya yang rendah,

kecenderungan *fouling* (penyumbatan) yang rendah, pembersihannya mudah (Saufi dan Ismail, 2004). Membran datar memiliki kelebihan pembuatannya mudah, peralatan yang diperlukan sederhana, biaya yang dibutuhkan murah.

Preparasi membran datar dengan metode inversi fasa. Proses inversi fasa terjadi pembentukan struktur pori asimetris pada membran. Struktur ini terdiri atas lapisan rapat (*dense*) dan lapisan pori yang ditunjukkan pada Gambar 2.3. Pembentukan struktur lapisan rapat (*dense*) dan lapisan pori terjadi saat larutan *dope* direndam ke dalam bak koagulasi, sehingga terjadi pertukaran pelarut ke luar membran dan non pelarut ke dalam membran. Pertukaran pelarut dan non pelarut ini menyebabkan pengendapan polimer, sehingga terdapat dua fasa kaya polimer dan sedikit polimer. Fasa yang kaya polimer akan membentuk matriks membran. Pertukaran pelarut dan non pelarut terdapat dua tipe yaitu *instantaneous demixing* dan *delayed demixing*. *Instantaneous demixing* akan menghasilkan membran berpori sedangkan *delayed demixing* akan menghasilkan membran rapat.

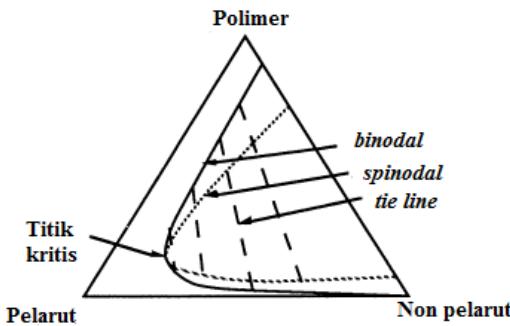


Gambar 2.3 Skema pembentukan lapisan rapat dan *macrovoid* membran gabungan (Mulder dkk., 1996)

Pembentukan *macrovoid* erat hubungannya dengan pertumbuhan inti. Inti yang terdapat pada fasa sedikit polimer akan terjadi pencampuran antara pelarut dan non pelarut. Peningkatan konsentrasi pelarut dapat menyebabkan terjadinya *delayed demixing* dalam skala kecil hal ini menyebabkan terjadinya

kestabilan larutan polimer disekitar inti, sehingga dalam fasa sedikit polimer tidak terbentuk inti baru, akibatnya terjadi pengembangan inti lama menjadi *macrovoid* (Strathmann dkk., 1985).

Preparasi membran dengan metode inversi fasa melibatkan tiga komponen yaitu polimer, pelarut, dan non pelarut yang diagramnya ditunjukkan pada Gambar 2.4.



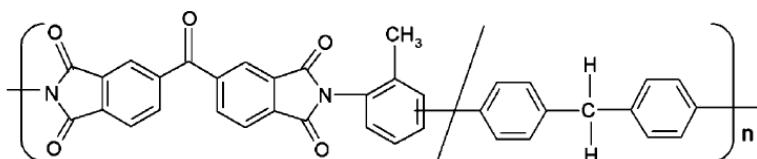
Gambar 2.4 Skema sistem terner dari pelarut, non pelarut, dan polimer (Mulder dkk., 1996)

Sudut dari segitiga menyatakan komponen murni pelarut, non pelarut, dan polimer. Titik yang terletak pada satu sisi segitiga menyatakan campuran dari komponen dua sudut. *Tie line* akan menghubungkan titik-titik pada *binodal*. Komposisi dalam daerah dua fasa terletak pada *tie line* dan akan terpisah menjadi dua fasa yang dinyatakan oleh dua titik perpotongan antara *tie line* dan *binodal*. Satu ujung *tie line* yang kaya polimer dan ujung lain yang sedikit polimer. Garis penghubung antara titik *binodal* menunjukkan keadaan kesetimbangan antara dua fasa yang berbeda. *Spinodal* merupakan daerah dengan campuran yang tidak stabil dan bercampur ke dalam dua fasa yang kaya polimer dan sedikit polimer (Mulder, 1996).

## 2.3 Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Preparasi Membran

### 2.3.1 Polimer

Faktor yang mempengaruhi preparasi membran gabungan adalah pemilihan polimer. Polimer yang dipilih pada preparasi membran gabungan adalah *glassy polymer* dikarenakan mobilitas rantai polimer rendah, sehingga celah antar muka dari polimer dan pengisi menjadi selektif, bersifat *rigid* (kaku) sehingga menghasilkan selektivitas yang tinggi dalam aplikasi pemisahan gas (Rezakazemi dkk., 2014). *Glassy Polymer* yang digunakan untuk preparasi membran gabungan antara lain: polieterimida, polisulfon, selulosa asetat, poliimida dan turunannya (Ismail dkk., 2015). Poliimida adalah polimer yang paling stabil, sifat poliimida adalah kaku, memiliki titik leleh dan temperatur transisi gelas ( $T_g$ ) yang tinggi, memiliki kestabilan termal yang baik. Poliimida yang digunakan dalam preparasi membran gabungan antara lain P84 (Ismail dkk., 2015; Favvas dkk., 2008), matrimid, dan ultem (Aroon dkk., 2010). Hasil selektivitas pada membran dengan polimer P84 adalah  $\text{CO}_2/\text{N}_2$  45-50,  $\text{He}/\text{N}_2$  285-300. Hasil penelitian yang dilakukan Favvas adalah permeabilitas  $\text{CO}_2$ ,  $\text{CH}_4$  sebesar 5,4 Barrer; 7,1 Barrer dan selektivitas  $\text{CO}_2/\text{CH}_4$  1,31. Membran dengan prekursor matrimid dan ultem permeabilitas  $\text{CO}_2$  sebesar 12,6 Barrer dan 4,48 Barrer. Berdasarkan hasil penelitian tersebut polimer P84 merupakan *glassy polymer* yang memiliki selektivitas baik (Ismail dkk., 2015). Struktur dari P84 ditunjukkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Struktur P84 (Tin dkk., 2004)

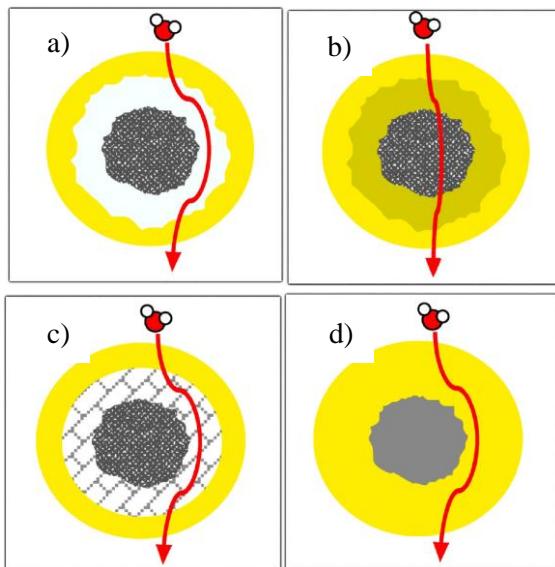
### **2.3.2 Pengisi (*Filler*)**

Tantangan dalam preparasi membran gabungan adalah adanya aglomerasi pada material pengisi anorganik (Zornoza dkk., 2011) dan lemahnya interaksi antara rantai polimer dengan material pengisi anorganik (Zornoza dkk., 2009). Aglomerasi terjadi jika komposisi pengisi telah mencapai nilai yang tinggi. Perlu diperhatikan pemilihan material yang tepat dengan mempertimbangkan gaya adhesi pada antar muka polimer dan pengisi, penyumbatan pada fasa terdispersi. Jika pemilihan material tidak sesuai bisa menyebabkan adanya morfologi yang tidak diinginkan antara polimer dengan pengisi. Gambar 2.6 Merupakan morfologi tidak ideal pada membran gabungan.

Untuk mencegah adanya morfologi yang tidak ideal pada membran gabungan maka pengisi yang digunakan harus memiliki kompatibilitas terhadap matriks polimer dan perlu diperhatikan komposisi penambahannya. Mohamad dkk. (2016) juga melakukan preparasi membran dengan pengisi zeolit. Pada komposisi pengisi 5% berat membran mengalami keretakan, sehingga selektivitasnya berkurang dari 3,37 menjadi 1,41. Penurunan selektivitas dikarenakan adanya rongga tidak selektif pada membran. Ismail dkk. (2008) menyatakan zeolit merupakan pengisi yang tidak kompatibel dengan matriks polimer.

Aroon dkk. (2010) melakukan preparasi membran gabungan poliimida dan *Multi-Walled Carbon Nanotubes* (MWCNTs) sebagai pengisi. Komposisi pengisi sebesar 1% berat. Kinerja membran gabungan ini terbukti bisa meningkatkan selektivitas CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub> dari 10,9 menjadi 17,5. Kiadehi dkk. (2015) melakukan preparasi membran gabungan dengan pengisi *carbon nano fibers* (CNF). Variasi komposisi pengisi sebesar 0,01; 0,1; 1% berat. Kinerja membran terbaik pada komposisi 1% berat dengan

permeabilitas CO<sub>2</sub> sebesar 4,87 Barrer, permeabilitas CH<sub>4</sub> sebesar 0,40 Barrer. Selektivitas CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub> sebesar 12,17.



Gambar 2.6 Morfologi tidak ideal pada membran gabungan a) *Sieve-in-a-cage* b) *Matrix rigidification* c) *Leaky interface* d) *Plugged sieves* (Rezakazemi dkk., 2014)

Berdasarkan pengisi yang sudah pernah dipakai, maka membran gabungan dengan pengisi zeolit memiliki kemampuan *sieving* yang baik tetapi bersifat tidak kompatibel, sedangkan karbon merupakan pengisi yang bersifat kompatibel terhadap matriks polimer. Pengisi karbon memiliki distribusi pori yang lebar, sehingga perlu dilakukan pengembangan material anorganik dengan mengimpregnasikan karbon ke dalam zeolit. Material ini disebut komposit karbon-zeolit.

## 2.4 Zeolit-Y

Zeolit-Y merupakan kristal aluminosilikat yang terdiri dari kesatuan rangka sodalit yang dihubungkan oleh prisma heksagonal. Pori pada zeolit ini tersusun dalam posisi siku-siku satu sama lain. Pori dalam zeolit-Y tersusun atas 12 cincin dan memiliki diameter pori *window* 0,74 nm, rongga dalam zeolit-Y memiliki diameter 1,3 nm (Lassinati dkk., 1999). Zeolit-Y merupakan material yang sesuai untuk aplikasi adsorpsi gas CO<sub>2</sub> jika dibandingkan dengan zeolit lain. Data adsorpsi gas CO<sub>2</sub> dengan material zeolit ditunjukkan pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Kinerja zeolit dalam adsorpsi gas CO<sub>2</sub>

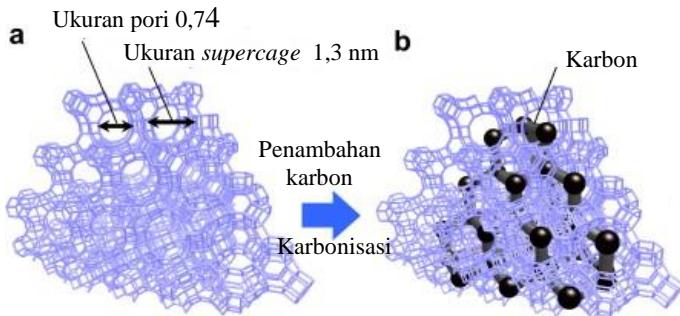
| Zeolit | Kapasitas CO <sub>2</sub><br>(% berat) | Referensi           |
|--------|----------------------------------------|---------------------|
| NaX    | 1,43-2,49                              | Cavenati dkk., 2004 |
| NaY    | 0,45-1,17                              | Maurin dkk., 2007   |
| NaY    | 4                                      | Harlick dkk., 2004  |

## 2.5 Komposit Karbon-Zeolit

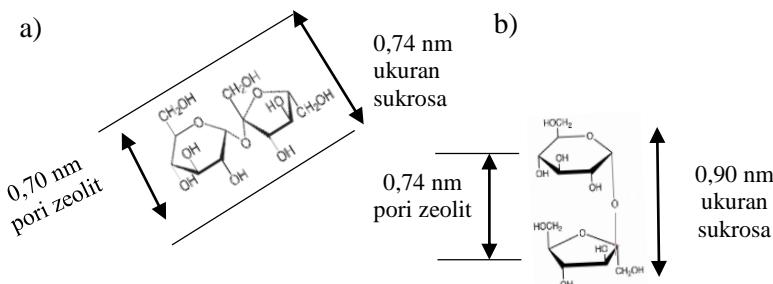
Komposit karbon-zeolit adalah material karbon yang diimpregnasikan ke dalam zeolit. Lapisan luar komposit karbon zeolit terdiri atas karbon yang skema pembentukannya ditunjukkan pada Gambar 2.7 (Sakintuna dan Yurum, 2005). Komposit karbon-zeolit memiliki karakteristik, mikropori, distribusi pori teratur, tahan terhadap suhu tinggi, dan stabilitas kimianya baik.

rekursor karbon yang digunakan dalam sintesis komposit karbon-zeolit syaratnya adalah memiliki ukuran molekul yang sesuai untuk diisikan ke dalam pori zeolit (Sevilla dkk., 2010). Prekursor yang sudah pernah digunakan untuk sintesis material komposit antara lain propilena, asetonitril, etilena, pirol, stirena, butilena, asetilena, furfural alkohol, dan sukrosa. Diantara prekursor tersebut, sukrosa menjadi material yang cocok untuk

sintesis komposit karbon-zeolit. Sukrosa memiliki ukuran 0,70 nm-0,90 nm. Ukuran dari sukrosa tersebut menyebabkan hanya konformasi tertentu yang bisa memasuki pori zeolit (Gambar 2.8).



Gambar 2.7 Skema a) zeolit b) komposit karbon-zeolit (Sakintuna dan Yurum, 2005)



Gambar 2.8 a) Molekul sukrosa yang berhasil masuk ke dalam pori *window* zeolit b) Molekul sukrosa yang tidak berhasil masuk ke dalam pori *window* zeolit (Gunawan dan Widiastuti, 2015).

## 2.6 Kinerja Membran

Terdapat dua parameter utama kinerja membran, yaitu permeabilitas gas dan selektivitas. Permeabilitas gas ( $P$ )

merupakan parameter yang menyatakan kemampuan membran melewaskan suatu komponen tertentu atau merupakan suatu ukuran mudah tidaknya suatu gas melewati membran yang dinyatakan dengan satuan ( $\text{cm}^3(\text{STP})\text{cm. s}^{-1}\cdot\text{cmHg}\cdot\text{cm}^{-2}$ ). Permeabilitas gas dihitung melalui Persamaan 2.1.

$$P = \left( \frac{Q \times l}{\Delta P \times A} \right) \quad (2.1)$$

Dimana, Q adalah laju alir volumetrik gas pada tekanan dan suhu standar ( $\text{cm}^3(\text{STP})/\text{s}$ ),  $l$  adalah tebal lapisan selektif membran (cm),  $\Delta p$  adalah perbedaan tekanan pada *feed* dan sistem (cmHg), A adalah luas area efektif membran ( $\text{cm}^2$ ) (Kusworo dkk., 2008).

Selektivitas menjelaskan perpindahan suatu komponen melewati membran relatif terhadap komponen lainnya. Faktor pemisahan ideal membran ( $\alpha_i$ ) untuk komponen gas A terhadap gas B dinyatakan dengan Persamaan 2.2 sebagai perbandingan permeabilitas gas yaitu:

$$\alpha_i = \frac{P_A}{P_B} \quad (2.2)$$

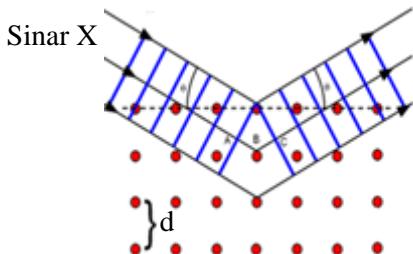
## 2.7 Karakterisasi

### 2.7.1 X-Ray Diffraction (XRD)

*X-Ray Diffraction* (XRD) merupakan karakterisasi yang paling penting dalam menentukan struktur padatan. Tujuan utama dari XRD adalah untuk menentukan fase suatu material dengan cara mencocokkan data  $2\theta$  dan *data base* menggunakan metode *search and match* (Rakhmatullah, 2007).

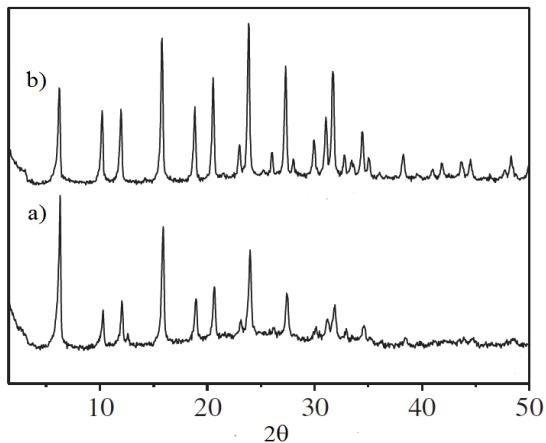
Prinsip kerja XRD adalah sinar X yang ditembakkan mengenai permukaan, ketika sinar X berinteraksi dengan sampel maka akan menghasilkan hamburan cahaya. Sinar X yang dihamburkan oleh material yang mempunyai struktur kristal akan

dihasilkan pola difraksi (Skoog dkk., 2000). Difraksi sinar X oleh kisi kristal ditunjukkan pada Gambar 2.9.

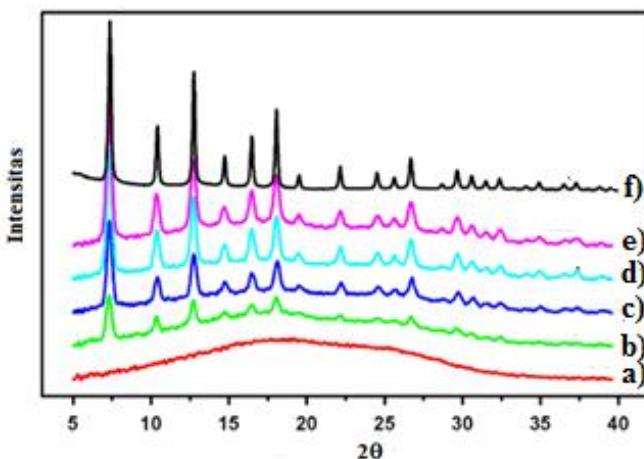


Gambar 2.9 Difraksi sinar-X oleh kisi kristal

Pada penelitian ini instrumen XRD digunakan untuk mengetahui fasa kristal yang terbentuk dari zeolit-Y dan identifikasi struktur kristal dari komposit karbon-zeolit. Pada membran karakterisasi XRD digunakan untuk mengetahui perubahan struktur pada membran. Berdasarkan penelitian yang dilakukan Youn dkk. (2011) didapatkan pola XRD zeolit-Y dan komposit karbon-zeolit yang ditunjukkan pada Gambar 2.10. Difraktogram tersebut menunjukkan adanya puncak-puncak  $2\theta$  yang sesuai untuk zeolit-Y dan difraktogram dari komposit karbon-zeolit. Pada difraktogram Gambar 2.10 b) menunjukkan bahwa pekursor karbon masuk ke dalam pori zeolit-Y dan setelah dikarbonisasi templat zeolit tidak rusak ditunjukkan dengan munculnya puncak khas zeolit-Y tetapi dengan kristalinitas yang menurun. Pada Gambar 2.11 merupakan difraktogram membran gabungan dari polimer P84 dengan pengisi ZIF-90. Membran P84 menunjukkan struktur amorf dan terdapat puncak yang lebar pada  $2\theta = 5^\circ$ - $35^\circ$ . Semakin banyak komposisi ZIF-90 yang ditambahkan, maka kristalinitas membran semakin tinggi (Hua dkk., 2014).



Gambar 2.10 Difraktogram XRD dari a) zeolit-Y b) komposit karbon-zeolit-Y (Youn dkk.,2011)



Gambar 2.11 Difraktogram membran a) P84 b) P84/ZIF 10% c) P84/ZIF 20% d) P84/ZIF 30% e) Membran gabungan f) ZIF-90 (Hua dkk., 2014)

### **2.7.2 Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen (BET)**

Adsorpsi-desorpsi nitrogen merupakan jenis pengukuran fisisorpsi yang bertujuan untuk mengetahui luas permukaan, volume pori, ukuran pori, volume total, rata-rata ukuran pori dan lain-lain. Adsorpsi-desorpsi nitrogen terjadi melalui ikatan yang lemah, karena adanya dipol dari adsorbat non polar (nitrogen) dengan material yang diuji. Kondisi gas nitrogen saat pengukuran ialah 77 K dengan luas area 16,2 Å/molekul nitrogen. Pada kondisi ini gas lebih mudah teradsorp pada permukaan material padatan. Nitrogen sering dipilih sebagai adsorbat pada proses fisisorpsi, karena nitrogen merupakan salah satu jenis gas inert yang tidak bereaksi dengan material uji serta harganya yang relatif murah. Material yang akan diuji *didegassing* terlebih dahulu untuk menghilangkan kontaminan (Sing dan Gregg, 1982).

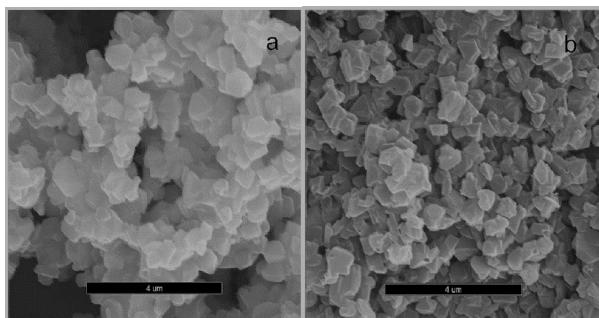
Yang dkk. (2007) melaporkan karakterisasi adsorpsi-desorpsi nitrogen dari komposit karbon-zeolit. Prekursor karbon yang digunakan adalah asetonitril dan jenis zeolit yaitu zeolit  $\beta$ . Luas permukaan komposit sebesar  $3200\text{ m}^2/\text{g}$  dan volume pori  $2,41\text{ cm}^3/\text{g}$ .

### **2.7.3 Scanning Electron Microscopy (SEM)**

*Scanning Electron Microscopy* (SEM) merupakan karakterisasi yang berfungsi menunjukkan morfologi permukaan dan penampang lintang suatu material. Tujuan karakterisasi menggunakan SEM adalah untuk mengamati sifat permukaan material, morfologi, bentuk, ukuran, dan susunan partikel penyusun material yang berada pada permukaan sampel (Prasetyoko dkk., 2016). Keistimewaan SEM adalah dapat mengamati sampel dengan ukuran hingga  $10\text{ }\mu\text{m}$  (West, 1984).

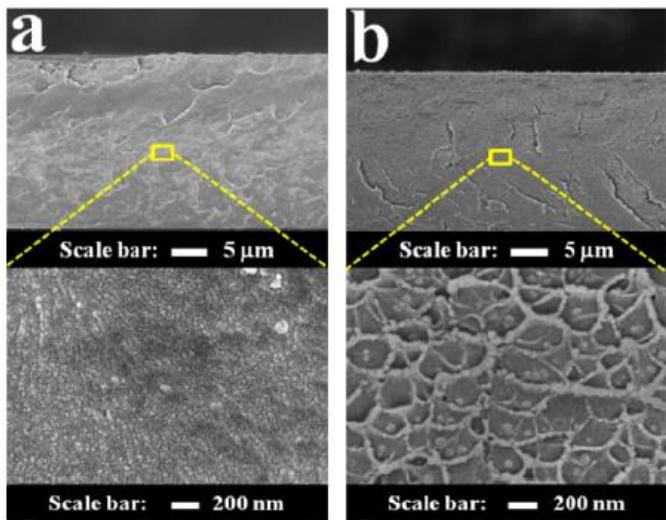
Prinsip kerja SEM yaitu sumber elektron yang berasal dari filamen katoda ditembakkan menuju sampel. Berkas elektron tersebut kemudian difokuskan oleh lensa magnetik, sebelum sampai pada permukaan sampel, lensa magnetik memiliki lensa kondenser yang berfungsi memfokuskan sinar elektron. Berkas elektron kemudian menghasilkan *Back Scattered Electron* (BSE) dan *Secondary Electron* (SE) menuju sampel, dimana SE akan terhubung dengan amplifier yang kemudian dihasilkan gambar pada monitor (Prasetyoko dkk., 2016).

Hasil karakterisasi SEM pada preparasi komposit karbon-zeolit-HY yang dilakukan oleh Chen dkk. (2007) ditunjukkan pada Gambar 2.12. Berdasarkan foto SEM tersebut diketahui bahwa setelah impregnasi karbon ke dalam zeolit, karbon tersebut menempel dibagian luar zeolit atau menyelimuti zeolit.



Gambar 2.12 Hasil SEM a) Zeolit-HY b) Komposit karbon-zeolit (Chen dkk., 2007)

Hasil morfologi permukaan dan tampang lintang membran ditunjukkan pada Gambar 2.13. Morfologi penampang lintang tersebut menunjukkan bahwa dengan adanya penambahan pengisi tidak menyebabkan adanya aglomerasi. Sehingga pengisi dan polimer bersifat kompatibel (Hua dkk., 2014).



Gambar 2.13 Hasil karakterisasi permukaan dan penampang lintang SEM membran a) P84 b) P84/ZIF-90 10% (Hua dkk., 2014)

#### 2.7.4 Atomic Force Microscopy (AFM)

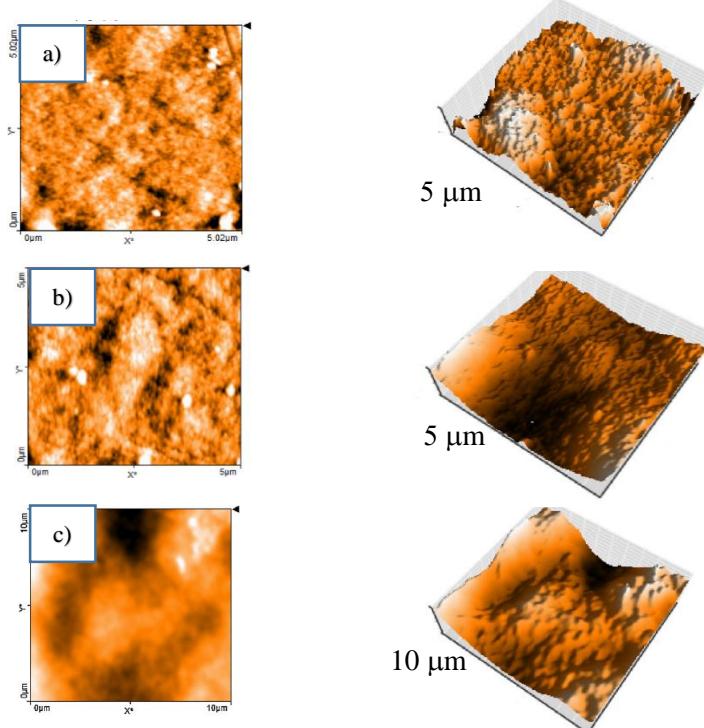
*Atomic Force Microscopy* (AFM) merupakan karakterisasi untuk mengetahui kekasaran pada permukaan. Karakterisasi ini bisa digunakan untuk sampel berupa polimer dan kristal lunak.

Komponen utama AFM adalah penopang (*centiliver*) sebagai tempat menempelnya *probe tip* dan *probe tip* sebagai tempat dimana terjadi kontak dengan sampel. Prinsip kerja dari AFM adalah sinar laser diarahkan pada ujung *centiliver* laser kemudian dipantulkan pada bagian tengah *Photodiode*. Saat tip mendekati permukaan sampel terjadi pergeseran posisi laser yang ditangkap *photodiode*. Gaya yang terjadi antara *probe tip* dan permukaan sampel bisa dituliskan melalui Persamaan 2.3.

$$F = -k x \quad (2.3)$$

$F$  adalah gaya (N),  $k$  adalah konstanta,  $x$  adalah pelengkungan *centiliver* (Humphris dkk, 2005).

Berdasarkan penelitian yang dilakukan Kiadehi dkk. (2015) hasil AFM menunjukkan bahwa semakin banyak penambahan pengisi permukaan membran semakin kasar ditunjukkan pada Gambar 2.14.



Gambar 2.14 Hasil AFM membran gabungan komposisi pengisi  
a) 1% b) 01% c) 0,01% (Kiadehi dkk., 2015)

Data kuantitatif hasil AFM ini berupa  $Ra$  yang menunjukkan kekasaran permukaan dan  $RMS$  (*Root Mean Square*) yang menunjukkan rata-rata kekasaran dasar. Berdasarkan data  $Ra$  dan  $RMS$  semakin banyak komposisi pengisi yang ditambahkan

kekasarannya semakin meningkat. Data kuantitatif ini menunjang hasil foto AFM. Data kuantitatif AFM ditunjukkan pada Tabel 2.1.

Tabel 2.2 Data kekasaran permukaan membran (Kiadehi dkk., 2015)

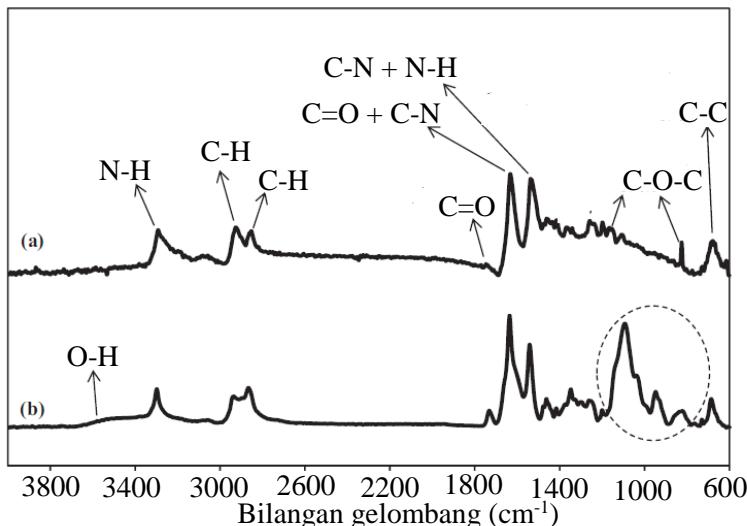
| Komposisi pengisi | Ra (nm) | RMS (nm) |
|-------------------|---------|----------|
| 0,01%             | 1,76    | 2,16     |
| 0,1%              | 2,80    | 3,70     |
| 1%                | 4,00    | 5,48     |

### 2.7.5 Fourier Transform Infrared (FTIR)

*Fourier Transform Infrared* (FTIR) digunakan untuk mengetahui gugus fungsi pada suatu senyawa. Absorpsi IR didasarkan pada energi vibrasi ketika suatu sampel diberikan radiasi IR. Identifikasi bisa dilakukan karena material yang dianalisa memiliki struktur kimia yang memberikan karakteristik vibrasi tertentu yaitu pada daerah sidik jari (Sibilia, 1996).

Penelitian yang dilakukan Zharshenas dkk. (2016) FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi pada membran. Penelitian ini menghasilkan spektra IR yang ditunjukkan pada Gambar 2.15. Pada bilangan gelombang 1104 dan  $830\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus fungsi eter pada PEBAK. Puncak karakteristik PEBAK muncul pada bilangan gelombang  $1630\text{-}1539\text{ cm}^{-1}$  dan  $3293\text{-}3061\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan ikatan amida dan ikatan N-H. Gambar 2.15 b) menunjukkan adanya interaksi antara pengisi zeolit NaX dengan matriks polimer PEBAK dengan munculnya bilangan gelombang  $800\text{-}1200\text{ cm}^{-1}$ . Puncak pada bilangan gelombang  $950\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus fungsi Si-O. Perubahan puncak pada bilangan gelombang  $1104\text{ cm}^{-1}$  dan  $830\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya interaksi pengisi zeolit NaX dengan

gugus eter pada PEBAKX. Bilangan gelombang  $3500\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya ikatan O-H yang terbentuk antara zeolit dan polimer PEBAKX.



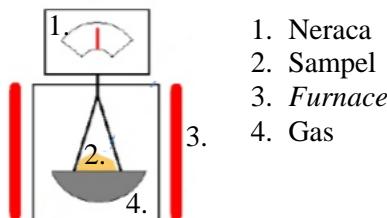
Gambar 2.15 Spektra FT-IR a) membran PEBAKX b) membran PEBAKX/NaX 0,2% berat (Zharshenas dkk.,2016)

### 2.7.6 Thermogravimetric Analysis (TGA)

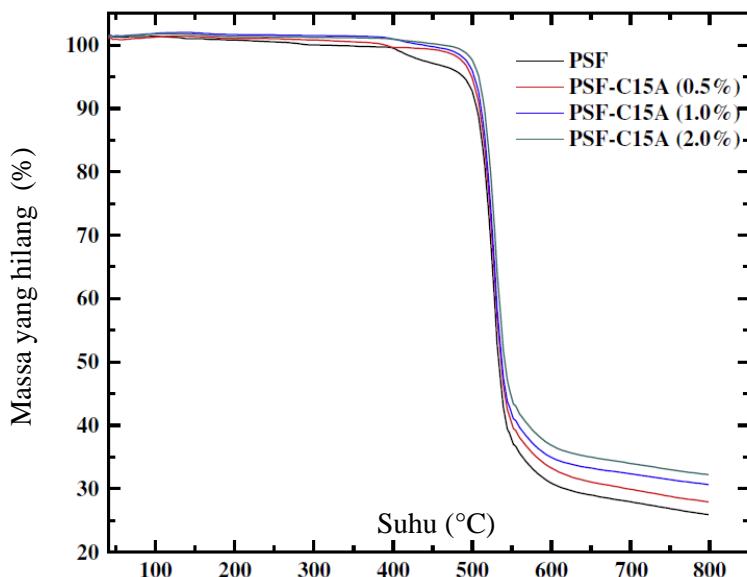
Termogravimetri analisis dilakukan untuk mengetahui kestabilan termal suatu material yang didasarkan pada perubahan massa terhadap fungsi suhu. Perubahan massa tersebut terjadi karena adanya evaporasi pelarut yang tersisa dan dekomposisi material pada suhu tinggi. Teknik ini dapat digunakan untuk menentukan kemurnian sampel, perilaku dekomposisi, degradasi termal, (Prasetyoko dkk., 2016). Skema alat dari TGA ditunjukkan pada Gambar 2.16.

Pada penelitian ini TGA digunakan untuk mengetahui stabilitas termal dari membran. Pada Gambar 2.17 menunjukkan

hasil TGA dari penelitian yang dilakukan oleh Zulhairun dkk. (2014). Analisa ini menunjukkan bahwa membran PSF mengalami degradasi teral pada suhu 312°C. Penambahan pengisi 0,5; 1; 2% berat meningkatkan ketahanan termal sebesar 390°C, 445°C, 468°C. Dekomposisi termal semua sampel terjadi pada suhu 500°C.



Gambar 2.16 Skema alat termogravimetri analisis



Gambar 2.17 Kurva degradasi termal P84 (Zulhairun dkk., 2014)

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Alat dan Bahan**

##### **3.1.1 Alat**

Peralatan yang digunakan untuk sintesis zeolit-Y dan komposit karbon-zeolit adalah neraca analitik, *crusible stainless steel*, reaktor hidrotermal (*autoclave stainless steel*), pompa vakum, oven, *hot plate, furnace*. Peralatan untuk preparasi membran meliputi *glass plate* dan kaca *roller*. Instrumen untuk karakterisasi material hasil sintesis zeolit-Y, komposit karbon-zeolit, dan membran menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) Expert PANalytical, *Scanning Electron Microscopy* (SEM) Zeiss EVO MA 30, adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub> (BET) ASAP 2040, *Thermogravimetric Analyzer* (TGA) Brand-TA instrument TGAQ500, *Atomic Force Microscopy* (AFM) AIST-NT Inc. 329 Bel Marin Keys Blvd Suite 20 USA Novato CA 94949, *Fourier Transform Infrared* (FTIR) Thermo Scientific Nicolet iS10. Skema alat uji permeabilitas gas ditunjukkan pada Gambar 3.1.

##### **3.1.2 Bahan**

Bahan yang digunakan dalam sintesis zeolit-Y meliputi padatan natrium aluminat (NaAlO<sub>2</sub>) (Sigma Aldrich), larutan natrium silikat (NaSiO<sub>3</sub>), pelet NaOH (99% p.a). Bahan yang digunakan dalam sintesis komposit karbon-zeolit meliputi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 98% p.a, sukrosa (98% Fluka), gas N<sub>2</sub> *Ultra High Purity* (UHP) (99,99% N<sub>2</sub>). Bahan yang digunakan dalam preparasi membran meliputi P84 (BTDA-TDI/MDI) HP Polymer GmbH Austria, N-methyl-2-pirrolidone (NMP) RCI LABSCAN LIMITED, aqua DM. Bahan untuk uji permeabilitas gas meliputi gas metana *Ultra*

*High purity* (UHP) (99,99% CH<sub>4</sub>), gas karbon dioksida *Ultra High purity* (UHP) (99,99% CO<sub>2</sub>).

### **3.2 Prosedur**

Prosedur pada penelitian ini meliputi sintesis zeolit-Y, sintesis komposit karbon-zeolit, preparasi membran gabungan BTDA-TDI/MDI (P84)/komposit karbon-zeolit, uji kinerja membran untuk pemisahan gas. Sintesis zeolit-Y dilakukan dengan metode hidrotermal dan karakterisasi dengan XRD dan SEM, sedangkan sintesis komposit karbon-zeolit dilakukan menggunakan metode impregnasi prekursor karbon kedalam struktur zeolit. Metode inversi fasa digunakan untuk preparasi membran gabungan BTDA-TDI/MDI (P84)/komposit karbon-zeolit. Selanjutnya membran dikarakterisasi dan diuji kinerjanya terhadap gas.

#### **3.2.1 Sintesis Zeolit-Y**

Prosedur sintesis zeolit-Y didasarkan pada penelitian yang telah dilakukan oleh Kayadoe (2013) dan Agustina (2013) menggunakan metode hidrotermal. Sintesis zeolit-Y pada metode hidrotermal terdiri atas tiga tahapan yaitu: sintesis *seed gel*, *feedstock gel*, dan *overall gel*.

##### **a. Seed Gel**

Aqua DM sebanyak 23,991 g ditambahkan ke dalam botol polipropilen 50 mL yang berisi 3,469 g natrium hidroksida dan 1,924 g natrium aluminat, diaduk sampai homogen. Natrium silikat sebanyak 17,518 g ditambahkan ke dalam campuran tersebut, selanjutnya diaduk perlahan selama kurang lebih 10 menit. Setelah

pengadukan, botol ditutup dan diperam pada suhu ruang selama 1 hari.

b. *Feedstock Gel*

Aqua DM sebanyak 157,518 g ditambahkan ke dalam botol polipropilen 500 mL berisi 0,100 g natrium hidroksida dan 13,851 g natrium aluminat, diaduk sampai homogen. Natrium silikat sebanyak 107,212 g ditambahkan ke dalam campuran tersebut, dan diaduk dengan kecepatan 600 rpm sampai homogen.

c. *Overall Gel*

*Seed gel* sebanyak 16,500 g ditambahkan ke dalam *feedstock gel* secara perlahan dan diaduk dengan kecepatan 600 rpm selama 20 menit. *Overall gel* dipindahkan ke dalam *autoclave* dan diperam selama 1 hari pada suhu ruang. *Overall gel* dihidrotermal pada suhu 100°C selama 7 jam. Hasil hidrotermal yang terbentuk disaring dengan pompa vakum dan dicuci dengan aqua DM sampai pH dibawah 9. Selanjutnya zeolit-Y dikeringkan pada suhu 110°C selama 12 jam (Robson dan Lillerud, 2001). Zeolit-Y hasil sintesis dikarakterisasi dengan XRD dan SEM sebelum digunakan dalam sintesis komposit karbon-zeolit.

### 3.2.2 Karakterisasi Material Zeolit-Y

#### 3.2.2.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Zeolit-Y dikarakterisasi dengan *X-ray diffraction* (XRD) untuk mengetahui fasa kristal yang terbentuk. Sampel ditumbuk halus. Sampel diletakkan pada sampel *holder* yang telah dibersihkan sebelumnya. Permukaan sampel diratakan. Pengambilan data dilakukan pada sudut  $2\theta$   $5^\circ$ - $50^\circ$ .

### **3.2.2.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)**

Zeolit Y dikarakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui struktur morfologi zeolit-Y. Sampel diletakkan pada sampel *holder*. Sampel dilapisi dengan emas-palladium, selanjutnya, sampel dimasukkan dalam *specimen chamber* untuk dianalisa struktur mikronya.

### **3.2.2.3 Adsorpsi-Desorpsi N<sub>2</sub> (BET)**

Adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub> (BET) dilakukan untuk mengetahui ukuran pori dan luas permukaan zeolit-Y. Sampel untuk karakterisasi adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub>(BET) disiapkan sebanyak 0,1 g. Sampel *didegassing* pada suhu 195°C selama 3 jam dengan aliran gas N<sub>2</sub>. Pengukuran luas permukaan dan pori zeolit-Y dilakukan pada suhu 77 K dalam keadaan vakum.

## **3.2.3 Sintesis Komposit Karbon-Zeolit**

Komposit karbon-zeolit disintesis dengan metode impregnasi sukrosa pada zeolit-Y. Sukrosa berfungsi sebagai sumber karbon. Hasil impregnasi dikarbonisasi pada suhu 800°C. Zeolit-Y yang digunakan adalah hasil sintesis pada bagian **3.2.1**.

### Tahap 1. Impregnasi sukrosa pada zeolit-Y

Zeolit-Y sebanyak 10 g *didegassing* menggunakan *furnace* pada suhu 200°C dan laju kenaikan panas 1°C/menit selama 4 jam. Zeolit-Y didinginkan sampai suhu ruang dengan aliran gas nitrogen. Pada bagian lain, sukrosa ditimbang sebanyak 12,5 g dan dilarutkan ke dalam 50 mL asam sulfat 0,35 M. Pada proses impregnasi, zeolit-Y dimasukkan ke dalam larutan sukrosa asam dan diaduk dengan kecepatan 250 rpm selama 72 jam pada suhu

kamar. Sampel hasil impregnasi disaring untuk mendapatkan padatan yang disebut dengan komposit karbon-zeolit.

## Tahap 2. Karbonisasi

Hasil padatan dari tahap 1 dikarbonisasi pada suhu 800°C selama 4 jam dalam tabung *stainless steel* dengan aliran gas N<sub>2</sub> dengan laju alir 30 cm<sup>3</sup>/menit dan laju kenaikan panas 2°C/menit hingga mencapai suhu 800°C. Material yang dihasilkan disebut komposit karbon-zeolit, yang digunakan sebagai pengisi pada preparasi membran gabungan.

### **3.2.4 Karakterisasi Material Komposit Karbon-Zeolit**

#### **3.2.4.1 X-Ray Diffraction (XRD)**

Komposit karbon-zeolit dikarakterisasi dengan *X-ray diffraction* (XRD) untuk identifikasi struktur kristal hasil sintesis. Prosedur karakterisasi XRD ini sama dengan prosedur karakterisasi XRD untuk zeolit-Y pada bagian **3.2.2.1**.

#### **3.2.4.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)**

Komposit karbon-zeolit dikarakterisasi menggunakan SEM dengan prosedur seperti pada bagian **3.2.2.2** untuk sampel zeolit-Y.

#### **3.2.4.3 Adsorpsi desorpsi N<sub>2</sub> (BET)**

Adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub> untuk sampel komposit karbon-zeolit dilakukan dengan prosedur yang sama pada bagian **3.2.2.3**.

### **3.2.5 Preparasi Membran**

Membran dipreparasi dengan metode inversi fasa, melalui tiga tahapan, yaitu pembuatan larutan *dope*, pencetakan, dan pengeringan. Larutan *dope* dibuat dengan mencampurkan pelarut N-metil-2-pirolidon (NMP) dan pengisi (*filler*) komposit karbon-zeolit serta polimer P84 (BTDA-TDI/MDI). Variasi komposisi pada larutan *dope* ditunjukkan pada Tabel 3.1. Campuran pelarut dan komposit karbon-zeolit disonikasi selama 30 menit. Selanjutnya polimer P84 (BTDA-TDI/MDI) ditambahkan sedikit demi sedikit disertai pengadukan dan pemanasan campuran pada suhu 80°C selama 24 jam sampai diperoleh larutan *dope* yang homogen. Larutan *dope* ini kemudian didiamkan untuk menghilangkan gelembung udara. Larutan *dope* selanjutnya dicetak pada *glass plate* dengan bantuan kaca *roller*. Hasil cetakan membran ini kemudian direndam ke dalam bak koagulasi yang berisi aqua DM sampai membran terkelupas dari plat kaca. Membran kemudian dikeringkan pada suhu ruang, dikarakterisasi dan diuji kinerjanya terhadap gas. Membran yang dihasilkan selanjutnya diberi nama P84/C-Zx yang menunjukkan P84 adalah polimer, C-Z adalah pengisi komposit karbon-zeolit, x adalah komposisi pengisi.

Tabel 3.1 Komposisi membran P84/Komposit karbon-zeolit

| Membran    | Komposisi        |                  |                                  |
|------------|------------------|------------------|----------------------------------|
|            | NMP<br>(% berat) | P84<br>(% berat) | Komposit karbon-zeolit (% berat) |
| P84        | 88               | 12               | 0                                |
| P84/C-Z0,2 | 88               | 12               | 0,2                              |
| P84/C-Z0,3 | 88               | 12               | 0,3                              |
| P84/C-Z0,4 | 88               | 12               | 0,4                              |

### **3.2.6 Karakterisasi Membran**

#### **3.2.6.1 X-ray diffraction (XRD)**

*X-ray diffraction* (XRD) digunakan untuk mengetahui perubahan struktur pada membran. Sampel membran disiapkan dengan ukuran  $1\text{ cm} \times 1\text{ cm}$ . Sampel diletakkan pada *sample holder* kemudian dikarakterisasi dengan sudut  $2\theta 5^\circ\text{-}50^\circ$ .

#### **3.2.6.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)**

*Scanning Electron Microscopy* (SEM) digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan atas dan penampang lintang dari membran gabungan BTDA-TDI/MDI (P84)/komposit karbon-zeolit. Membran disiapkan dengan ukuran  $0,5\text{ cm} \times 0,5\text{ cm}$  untuk karakterisasi morfologi permukaan atas. *Carbon tape* ditempelkan ke permukaan plat SEM, kemudian membran ditempelkan pada plat SEM dengan posisi horizontal. Selain itu, membran disiapkan dengan ukuran  $1\text{ cm} \times 0,5\text{ cm}$  untuk karakterisasi morfologi penampang lintang. Penyiapan sampel membran dilakukan dengan cara memasukkan membran ke dalam nitrogen cair dengan pinset untuk mematahkan membran. Setelah itu, patahan membran diletakkan dengan posisi vertikal pada plat SEM. Membran dilapisi dengan platina selanjutnya, dilakukan karakterisasi SEM.

#### **3.2.6.3 Atomic Force Microscopy (AFM)**

Tingkat kekasaran pada membran dikarakterisasi dengan *Atomic Force Microscopy* (AFM) AIST-NT Inc. 329 Bel Marin Keys Blvd Suite 20 USA Novato CA 94949. Membran disiapkan dengan ukuran  $1\text{ cm} \times 0,5\text{ cm}$ , kemudian diletakkan dengan posisi horizontal pada sampel *holder*. Permukaan membran difoto dengan ukuran  $20\text{ }\mu\text{m} \times 20\text{ }\mu\text{m}$ .

### **3.2.6.4 Thermogravimetric Analysis (TGA)**

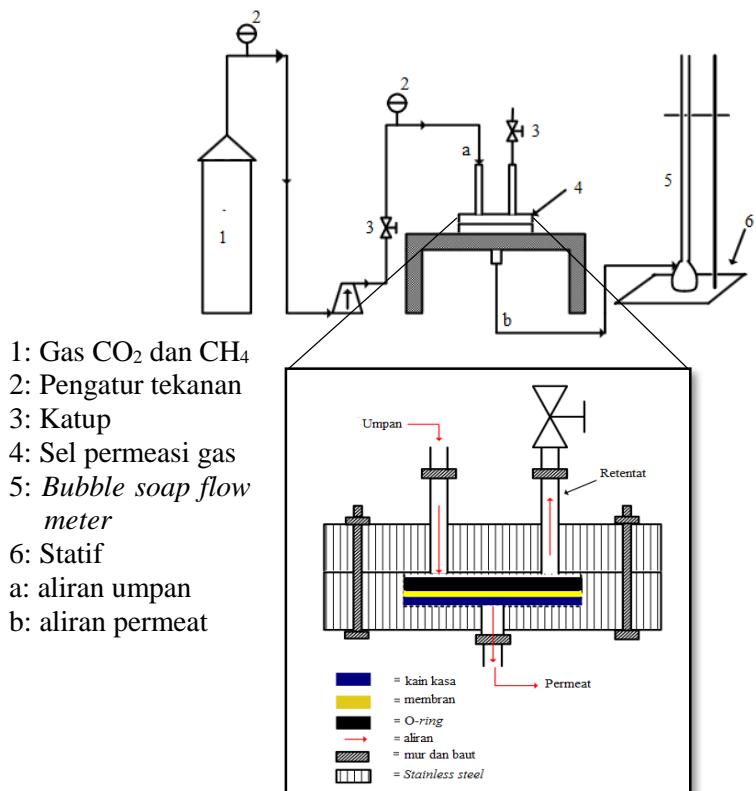
*Thermogravimetric Analysis* (TGA) dilakukan untuk mempelajari stabilitas termal dari membran melalui perubahan massa membran ketika dipanaskan secara kontinyu pada suhu 30°-600°C dengan laju 10°C/menit. Sampel yang dianalisa adalah sampel membran tanpa pengisi komposit karbon-zeolit dan sampel membran dengan pengisi.

### **3.2.6.5 Fourier Transform Infrared (FTIR)**

Analisa *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dilakukan untuk melihat perubahan gugus fungsi yang ada pada membran. Membran dipotong dengan ukuran 2 cm × 4 cm, kemudian membran diletakkan dalam pellet analisis FTIR. membran yang sudah dipreparasi selanjutnya dianalisis untuk mengetahui kandungan gugus fungsinya.

## **3.2.7 Uji Kinerja Membran**

Membran dipotong dengan diameter 5,7 cm berbentuk lingkaran. Membran diuji permeabilitas gas tunggal pada suhu ruang dan tekanan 4 bar. Pengambilan data dilakukan dengan mengukur jumlah waktu yang dibutuhkan gas permeat untuk mencapai volume 10 mL. Volume gas diukur dengan *bubble flow meter* dan pengukuran waktu menggunakan *stopwatch*. Pengambilan data dilakukan sebanyak sepuluh kali. Permeabilitas dan selektivitas gas dihitung menggunakan Persamaan 2.1 dan 2.2. Rangkaian alat pada uji permekibilitas gas tunggal ditunjukkan pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Skema uji permeabilitas gas tunggal

*“Halaman ini sengaa dikosongkan”*

## BAB IV

### PEMBAHASAN

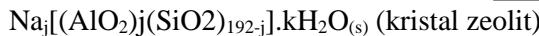
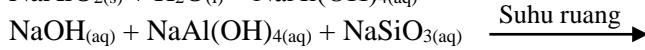
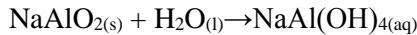
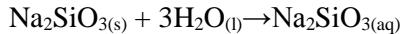
Pada penelitian ini dilakukan sintesis zeolit-Y, komposit karbon-zeolit, dan preparasi membran gabungan BTDA-TDI/MDI (P84)/komposit karbon-zeolit. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan XRD, SEM, BET, TGA, AFM, dan FTIR. Selanjutnya membran gabungan BTDA-TDI/MDI (P84)/komposit karbon-zeolit diuji kinerjanya terhadap gas untuk mengetahui permeabilitas dan selektivitas ideal membran terhadap gas yang diujikan.

#### 4.1 Sintesis Zeolit-Y

Zeolit-Y disintesis melalui beberapa tahap meliputi pembuatan gel, nukleasi, dan kristalisasi (Goncalves dkk., 2008). Proses pembentukan gel terdiri atas tiga tahapan, yaitu sintesis *seed gel*, *feedstock gel*, dan *overall gel*. Gel terbentuk ketika prekursor natrium aluminat ( $\text{NaAlO}_2$ ) sebagai sumber aluminat dan natrium silikat ( $\text{NaSiO}_3$ ) sebagai sumber silikat diaduk sampai homogen. Sintesis *seed gel* dilakukan pemeraman selama satu hari untuk membangun inti kristal dan pertumbuhan kristal zeolit (Ojha dkk., 2004). *Feedstock gel* disintesis dari prekursor yang sama dengan *seed gel*, tetapi jumlahnya lebih banyak dan dibuat tanpa proses pemeraman. *Overall gel* disintesis dengan mencampurkan *seed gel* ke dalam *feedstock gel*. Perbandingan optimum *feedstock gel* dan *seed gel* sebesar 18:1 sesuai dengan prosedur penelitian yang dilakukan oleh Kayadoe (2013). Semakin banyak *feedstock gel* yang ditambahkan akan menghasilkan kristalinitas zeolit-Y yang semakin menurun (Kayadoe, 2013). Pembentukan *seed gel*, *feedstock gel*, dan *overall gel* ditunjukkan pada Gambar 4.1.

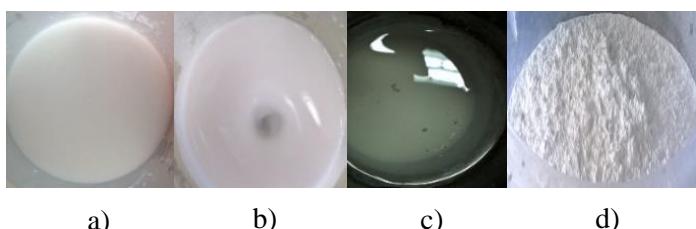
Pembentukan dan pertumbuhan inti sekunder kristal zeolit terjadi ketika *overall gel* diperam pada suhu ruang. Proses

kristalisasi diawali dengan reaksi kondensasi dan polimerisasi membentuk ikatan baru Si-O-Al dan mengalami aglomerasi membentuk partikel kristal zeolit (Hamdan, 1992). Reaksi yang terjadi pada sintesis zeolit-Y adalah sebagai berikut:



(Manurung dkk., 2011)

Hasil dari hidrotermal adalah padatan berwarna putih dan supernatan yang tidak berwarna. Padatan sintesis zeolit-Y hasil proses hidrotermal memiliki nilai derajat keasaman 13 yang menunjukkan bahwa zeolit sudah terbentuk. Sintesis zeolit-Y dilakukan dalam pH basa karena pada pH basa terjadi polimerisasi ion-ion pembentuk zeolit. Spesi aluminat memiliki nilai derajat keasaman maksimum pada pH 9 dan spesi silikat pada pH lebih dari 12. Zeolit-Y dikeringkan pada suhu 110°C untuk menghilangkan air dan didapat serbuk zeolit-Y yang ditunjukkan pada Gambar 4.1 d). Zeolit-Y hasil sintesis selanjutnya digunakan untuk sintesis komposit karbon-zeolit.



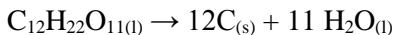
Gambar 4.1 a) *Seed gel* b) *feedstock gel* c) *overall gel* setelah proses hidrotermal d) Zeolit-Y

## 4.2 Sintesis Komposit Karbon-Zeolit

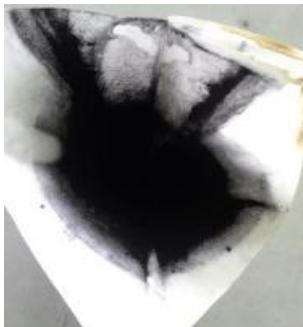
Sintesis komposit karbon-zeolit ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Kayadoe (2013) dengan metode impregnasi sukrosa pada zeolit-Y. Rasio sukrosa : zeolit sebesar 1,25:1.

Proses impregnasi sukrosa ke dalam pori zeolit diawali dengan *degassing* zeolit-Y untuk menghilangkan gas atau pengotor yang mengisi pori dari zeolit. Gas atau pengotor yang sudah hilang ini diharapkan dapat mempermudah masuknya karbon ke dalam pori zeolit-Y. Pada bagian lain sukrosa dilarutkan ke dalam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> encer (0,35 M) untuk mengubah sukrosa menjadi karbon (Yu dkk., 2002). Penggunaan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> encer ini agar larutan sukrosa bisa mengisi seluruh pori zeolit sehingga, dihasilkan karbon dengan karakteristik struktur zeolit-Y. Jika H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang dipakai pekat, pembentukan karbon berlangsung cepat sehingga, tidak memungkinkan pengisian sukrosa ke dalam pori zeolit-Y (Su dkk., 2004).

Karbonisasi dilakukan dengan aliran gas nitrogen untuk mencegah terjadinya pembakaran sempurna. Karbonisasi bertujuan untuk membentuk karbon didalam saluran pori zeolit. Masuknya prekursor karbon ke dalam pori zeolit tergantung pada konformasi prekursor yang ditunjukkan pada Gambar 2.8. Pada proses karbonisasi terjadi perubahan bahan-bahan organik menjadi karbon, hilangnya air, dan bahan yang bersifat volatil. Pembentukan karbon sesuai dengan reaksi karbonisasi berikut.



Hasil dari karbonisasi disebut komposit karbon-zeolit berupa padatan berwarna hitam pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Komposit karbon-zeolit

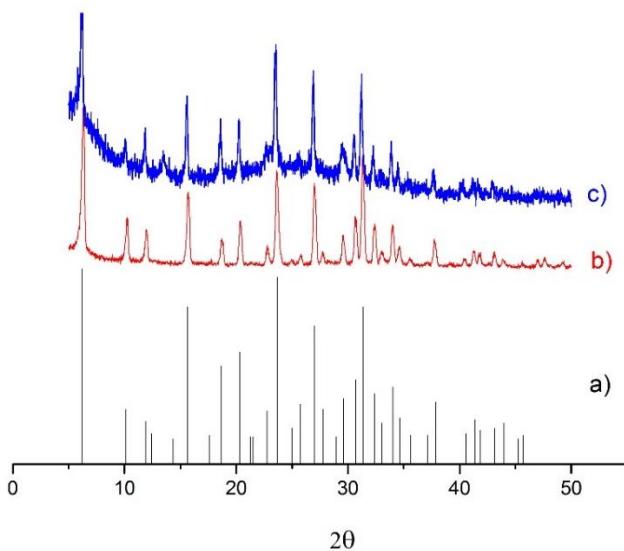
### 4.3 Karakterisasi Zeolit-Y dan Komposit Karbon-Zeolit

Zeolit hasil sintesis dikarakterisasi dengan XRD untuk mengetahui fasa kristal yang terbentuk, dan dicocokkan dengan *Powder Diffraction File* (PDF) yang diperoleh dari *Data Base Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) nomor 39-1380. Zeolit-Y hasil sintesis dan data JCPDS ditunjukkan pada Gambar 4.3 b). Berdasarkan difraktogram yang telah dibandingkan dengan data JCPDS, pola XRD muncul pada  $2\theta$  sebesar  $6,308^\circ$ ,  $10,18^\circ$ ,  $15,77^\circ$ ,  $20,33^\circ$ ,  $24,98^\circ$ ,  $26,98^\circ$ ,  $30,64^\circ$ ,  $31,28^\circ$ ,  $32^\circ$ ,  $32^\circ$ ,  $37,73^\circ$ ,  $41,24^\circ$  menunjukkan zeolit-Y.

Untuk mengetahui morfologi serta bentuk kristal zeolit-Y dilakukan karakterisasi menggunakan *Sanning Electron Microscopy* (SEM). Foto SEM pada zeolit-Y ditunjukkan pada Gambar 4.4. Berdasarkan foto SEM tersebut didapatkan bentuk kristal zeolit-Y berupa oktahedral.

Luas permukaan, ukuran partikel, dan diameter pori dari zeolit-Y diukur dengan adsorpsi-desorpsi  $N_2$  (BET). Hasil pengukuran tersebut ditunjukkan pada Tabel 4.1. Berdasarkan pengukuran BET zeolit-Y memiliki ukuran mikropori dengan luas permukaan sebesar  $678,480 \text{ m}^2/\text{g}$ .

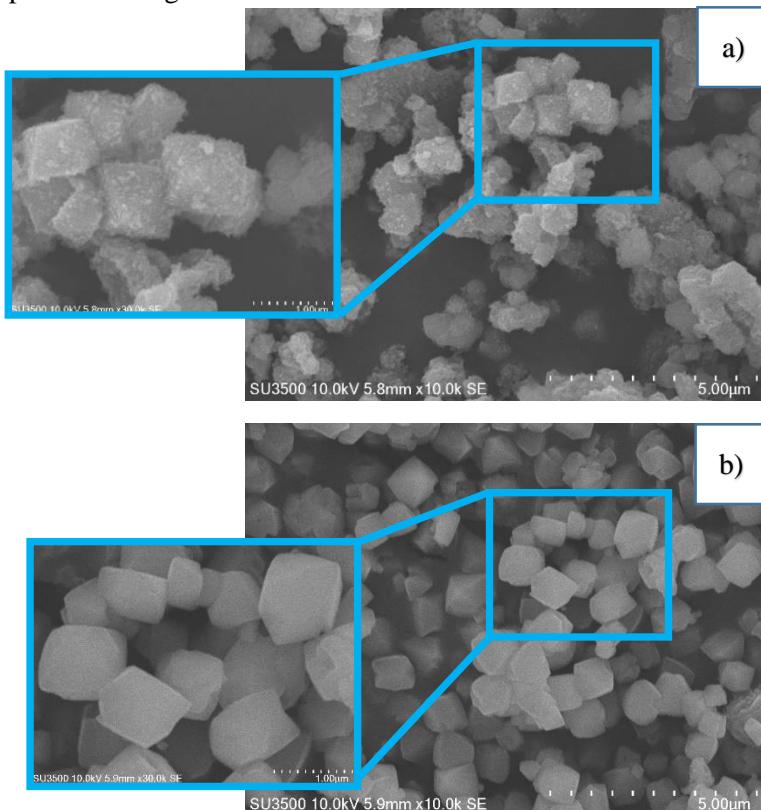
Komposit karbon-zeolit hasil sintesis dikarakterisasi dengan XRD untuk identifikasi struktur kristal material hasil sintesis. Hasil karakterisasi XRD ditunjukkan pada Gambar 4.3 c). Berdasarkan difraktogram komposit karbon-zeolit muncul puncak-puncak dari zeolit-Y yang mengindikasikan bahwa karbon berhasil memasuki pori dari zeolit-Y tanpa merusak struktur kristal dari zeolit-Y. Penurunan intensitas pada difraktogram komposit karbon-zeolit dikarenakan adanya karbon yang menyelimuti zeolit (Konwar dan De, 2013).



Gambar 4.3 Difraktogram a) Standar zeolit-Y b) Zeolit-Y hasil sintesis c) Komposit karbon-zeolit

Morfologi dari komposit karbon-zeolit dikarakterisasi dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Foto SEM dari komposit karbon-zeolit dibandingkan dengan foto SEM dari zeolit-Y pada Gambar 4.4. Berdasarkan foto SEM dari komposit karbon-

zeolit menunjukkan bahwa komposit karbon-zeolit memiliki bentuk partikel yang sama dengan zeolit tetapi, ukuran partikel komposit karbon-zeolit lebih besar jika dibandingkan dengan ukuran partikel zeolit-Y, dikarenakan adanya karbon yang menyelimuti zeolit dan adanya aglomerasi pada karbon (Konwar dan De, 2013). Foto SEM ini juga membuktikan bahwa adanya karbon tidak mengubah struktur zeolit-Y, seperti yang ditunjukkan pada difraktogram XRD.



Gambar 4.4 Foto SEM a) Komposit karbon-zeolit b) Zeolit-Y

Luas permukaan, rata-rata ukuran partikel, diameter pori rata-rata, dan kandungan mikropori dari komposit karbon-zeolit diukur dengan adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub>(BET). Hasil adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub>(BET) ditunjukkan pada Tabel 4.1. Data dari BET menunjukkan bahwa komposit karbon-zeolit memiliki luas permukaan lebih kecil jika dibandingkan dengan zeolit-Y. Luas permukaan yang kecil pada komposit karbon-zeolit disebabkan adanya fasa lain yaitu karbon amorf yang menutupi permukaan zeolit. Menurut Yates (1968), material dari prekursor silika dan alumina jika ditambahkan material lain yang bersifat amorf, menyebabkan luas permukaan menurun karena tertutupnya pori sampai kebagian luar kristal. Kandungan mikropori pada komposit karbon-zeolit lebih rendah jika dibandingkan zeolit-Y. Kandungan mikropori yang lebih rendah ini dipengaruhi adanya material karbon. Karbon memiliki tiga jenis ukuran pori yaitu mikropori, mesopori, dan makropori. Adanya ukuran pori meso pada karbon menyebabkan volume total mikropori menjadi berkurang. Diameter pori rata-rata pada komposit karbon-zeolit lebih besar dibandingkan zeolit-Y. Ukuran diameter pori pada komposit karbon-zeolit ini masih dalam rentang mikropori, sehingga bisa digunakan sebagai pengisi dalam preparasi membran gabungan.

Tabel 4.1 Data hasil BET komposit karbon-zeolit

| Material                      | Luas<br>Permukaan<br>(m <sup>2</sup> /g) | Rata-rata<br>ukuran<br>partikel<br>(nm) | Diameter<br>pori rata-<br>rata (nm) | Kandungan<br>mikropori<br>(%) |
|-------------------------------|------------------------------------------|-----------------------------------------|-------------------------------------|-------------------------------|
| Zeolit-Y                      | 678,480                                  | 9,144                                   | 1,025                               | 91,443                        |
| Komposit<br>karbon-<br>zeolit | 133,293                                  | 45,013                                  | 1,032                               | 72,024                        |

#### **4.4 Preparasi Membran Gabungan BTDA-TDI/MDI (P84)/Komposit Karbon-Zeolit**

Preparasi membran dilakukan menggunakan polimer BTDA-TDI/MDI (P84) dan pengisi komposit karbon-zeolit. Polimer BTDA-TDI/MDI (P84) memiliki wujud serbuk, berwarna kuning dan komposit karbon-zeolit memiliki wujud serbuk, berwarna hitam. Dalam preparasi membran dilakukan variasi komposisi pengisi untuk mengetahui karakteristik membran dan pengaruh terhadap kinerja membran.

Metode yang digunakan dalam preparasi membran adalah metode inversi fasa. Metode inversi fasa melibatkan tiga komponen yaitu polimer, pelarut, dan non pelarut ditunjukkan pada diagram terner pada bagian 2.4. Pada metode ini terjadi pertukaran pelarut dan non pelarut disebabkan perbedaan kelarutan. Ketika non pelarut menggantikan pelarut terjadi pengendapan polimer yang menyebabkan terbentuknya inti fasa polimer. Pada kondisi tersebut akan membentuk matriks polimer berupa lapisan rapat (*dense*) (Strathmann dkk., 1985). Pori terbentuk ketika *demixing*. *Demixing* ada dua, yaitu *instantaneous demixing* dan *delayed demixing*. *Instantaneous demixing* terjadi ketika pertukaran pelarut dan non pelarut berlangsung cepat sehingga, terbentuk struktur pori. *Delayed demixing* terjadi ketika pertukaran pelarut dan non pelarut terjadi lambat sehingga terbentuk struktur rapat (Han dan Nam, 2002).

Hasil preparasi membran polimer BTDA-TDI/MDI (P84) dan membran gabungan BTDA-TDI/MDI (P84)/komposit karbon-zeolit ditunjukkan pada Gambar 4.5. Membran ini disimpan pada tempat yang kering untuk diuji kinerjanya terhadap gas.



Gambar 4.5 Hasil preparasi membran a) P84/komposit karbon zeolit b) P84

#### **4.5 Karakteristik Membran Gabungan BTDA-TDI/MDI (P84)/Komposit Karbon-Zeolit dengan Variasi Komposit**

Membran gabungan BTDA-TDI/MDI (P84)/komposit karbon-zeolit dikarakterisasi dengan *X-ray diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *Atomic Force Microscopy* (AFM), *Thermogravimetric Analysis* (TGA), analisis *Fourier Transform Infrared* (FTIR), dan diuji kinerja membran untuk pemisahan gas.

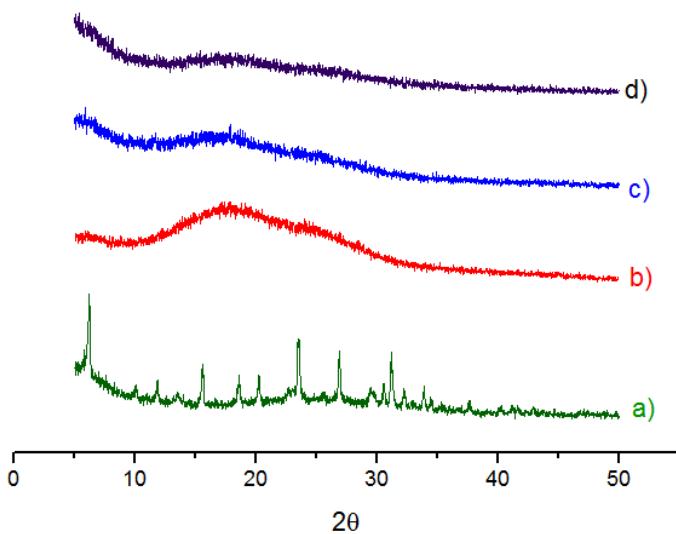
##### **4.5.1 Karakteristik Struktur Membran BTDA-TDI/MDI (P84)/Komposit Karbon-Zeolit dengan Variasi Komposit**

Karakteristik struktur membran gabungan dikarakterisasi dengan *X-Ray Difraction* (XRD). Difraktogram membran dan komposit karbon-zeolit ditunjukkan pada Gambar 4.6. Berdasarkan difraktogram tersebut membran P84 menunjukkan struktur amorf dan terdapat puncak lebar pada sudut  $2\theta$   $10^\circ$ - $35^\circ$  yang sesuai dengan penelitian Yan dkk. (2011). Ketika pengisi ditambahkan ke dalam matriks polimer terjadi perubahan pola

XRD. Penurunan intensitas ini menunjukkan struktur internal semikristal utama P84 berubah (Amooghin dkk., 2015).

Pengisi yang terdispersi ke dalam matriks polimer mengalami perubahan struktur yang ditunjukkan pada Gambar 4.6 a), c), dan d). Pengisi berupa komposit karbon-zeolit awalnya memiliki kristalinitas yang tinggi, setelah terdispersi ke dalam matriks polimer terjadi perubahan pola XRD. Semakin banyak komposisi pengisi yang ditambahkan semakin sempit pelebaran puncak dan intensitas puncak semakin menurun (Nafisi dan Hagg, 2014). Adanya interaksi yang kuat antara polimer dengan pengisi juga bisa menyebabkan berkurangnya kristalinitas dari pengisi komposit karbon-zeolit. Interaksi yang kuat ini menyebabkan matriks polimer menyelimuti pengisi komposit karbon-zeolit dengan baik, sehingga fasa amorf meningkat dan fasa kristalin dari pengisi menurun (Wicaksono, 2012).

Karakterisasi XRD ini sulit untuk membuktikan adanya pengisi karena komposisi pengisi yang ditambahkan ke dalam matriks polimer terlalu sedikit. Sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Dai dkk. (2012) melakukan preparasi membran dengan komposisi pengisi ZIF 13% berat, karakterisasi XRD sulit untuk membuktikan adanya pengisi karena puncak khas dari ZIF tidak muncul. Berbeda dengan penelitian yang dilakukan Hua dkk. (2014), membran dipreparasi menggunakan pengisi ZIF dengan komposisi yang besar yaitu 25% berat dan 17% berat. Pola XRD pada membran menunjukkan semakin banyak penambahan pengisi pada membran menyebabkan kristalinitas dari ZIF semakin tinggi dan semua puncak-puncak khas dari ZIF muncul.



Gambar 4.6 Difraktogram a) Komposit karbon-zeolit b) membran P84 c) membran P84/C-Z0,2 d) membran P84/C-Z0,4

#### 4.5.2 Karakteristik Morfologi Membran Gabungan BTDA-TDI/MDI (P84)/Komposit Karbon-Zeolit dengan Variasi Komposit

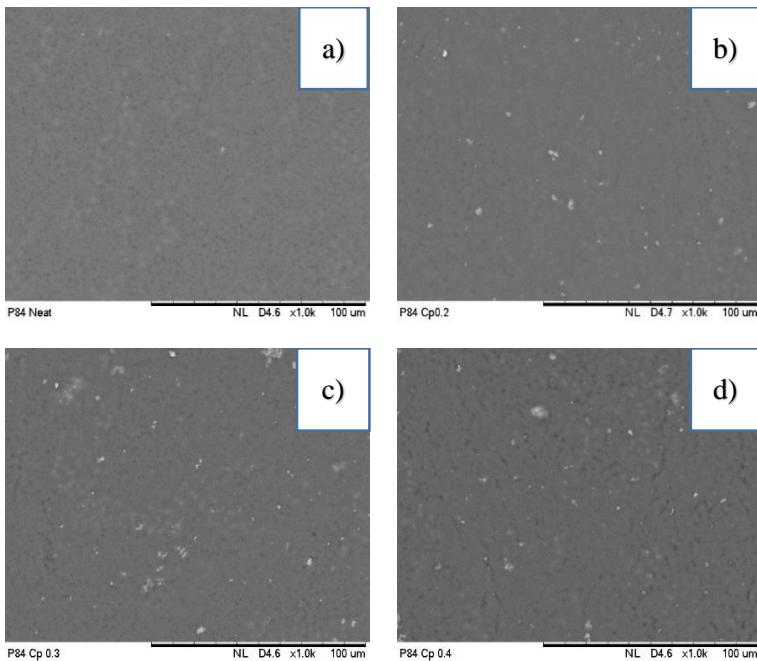
Karakteristik morfologi permukaan membran gabungan dikarakterisasi dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Morfologi permukaan membran ditunjukkan pada Gambar 4.7. Berdasarkan foto SEM tersebut membran P84 memiliki permukaan halus yang ditunjukkan dengan permukaan rapat (*dense*). Morfologi permukaan membran dengan penambahan pengisi memiliki perbedaan dengan membran P84. Perbedaan morfologi ini ditunjukkan dengan adanya *spot* yang berwarna putih. Spot merupakan pengisi yang terdispersi ke dalam matriks polimer.

Komposisi pengisi yang semakin meningkat menyebabkan persebaran spot semakin banyak dan ukuran partikel semakin besar. Ukuran partikel yang semakin besar ini menunjukkan adanya aglomerasi pada pengisi. Pada variasi komposisi pengisi yang paling tinggi yaitu 0,4% berat membentuk agregat yang paling besar karena pengisi mudah tertarik satu sama lain dan berkurangnya gaya adhesi antara pengisi dan polimer. Gaya adhesi disebabkan adanya interaksi antara polimer yang memiliki gugus fungsi dengan afinitas tinggi (karbonil) dan pengisi yang memiliki afinitas lebih rendah (karbon dan silika pada zeolit). Hasil ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Junaidi dkk. (2014).

Foto SEM penampang lintang pada membran ditunjukkan pada Gambar 4.8 dan Gambar 4.9. Berdasarkan foto SEM tersebut membran memiliki struktur rapat (*dense*) pada lapisan atas dan struktur *macrovoid* pada lapisan bawah. Pembentukan lapisan rapat terjadi ketika proses inversi fasa yang dijelaskan pada bagian **4.4**. Struktur rapat pada lapisan atas memiliki ketebalan yang berbeda ditunjukkan pada Tabel 4.2. Ketebalan struktur rapat berkurang seiring dengan bertambahnya komposisi pengisi dikarenakan adanya gaya adhesi yang semakin rendah antara polimer dengan pengisi. Gaya adhesi yang semakin rendah ini menyebabkan adanya aglomerasi pada pengisi, sehingga rongga tidak selektif semakin banyak dan ketebalan struktur rapat semakin berkurang.

Tabel 4.2 Ketebalan struktur rapat pada membran

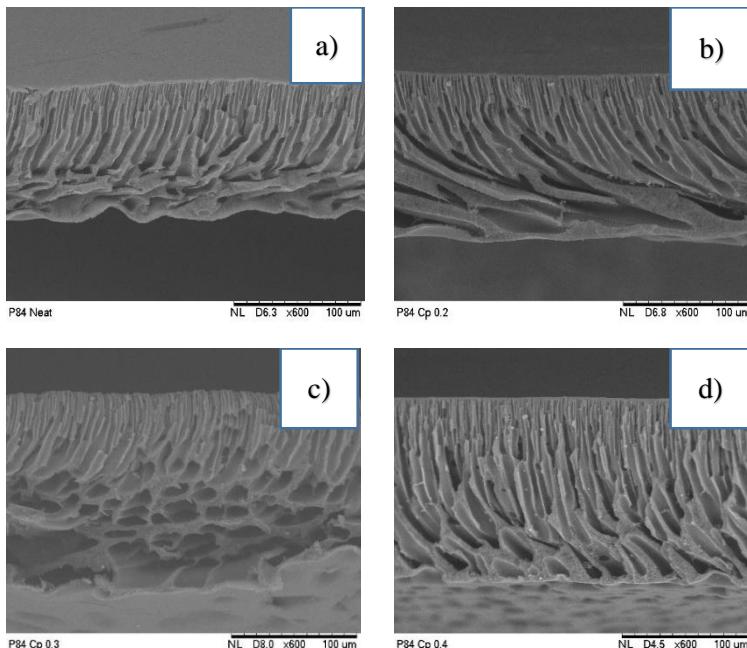
| Membran    | Ketebalan (µm) |
|------------|----------------|
| P84        | 0,891          |
| P84/C-Z0,2 | 1,730          |
| P84/C-Z0,3 | 1,381          |
| P84/C-Z0,4 | 1,056          |



Gambar 4.7 Foto SEM permukaan membran a) Membran P84 b) Membran P84/C-Z0,2 c) Membran P84/C-Z0,3 d) Membran P84/C-Z0,4

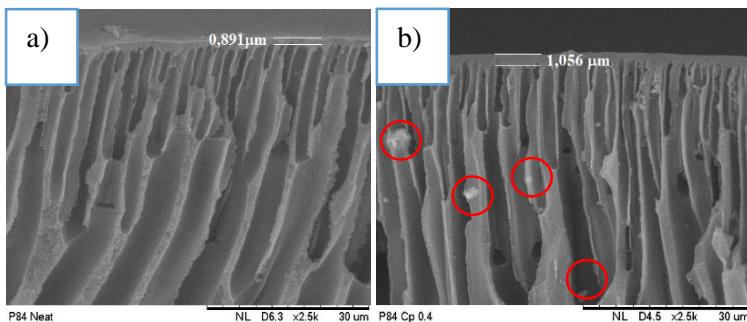
Pada lapisan bawah terbentuk *macrovoid*. *Macrovoid* terbentuk ketika adanya peningkatan pelarut pada fasa sedikit polimer ketika proses inversi fasa. Peningkatan konsentrasi pelarut dapat menyebabkan terjadinya *delayed demixing* dalam skala kecil. *Delayed demixing* menyebabkan terjadinya kestabilan larutan polimer disekitar inti, sehingga dalam fasa sedikit polimer tidak terbentuk inti baru, akibatnya terjadi pengembangan inti lama menjadi *macrovoid* (Strathmann dkk., 1985; Jomekian dkk., 2016). Struktur *macrovoid* ini berupa “*Finger-like*”. Struktur “*Sponge*-

*like*” terjadi ketika pertukaran pelarut dan non pelarut terjadi secara langsung dan cepat. Struktur “*Sponge-like*” ini berada pada lapisan paling bawah (Ismail dkk., 2015).



Gambar 4.8 Hasil SEM Penampang lintang membran a) P84 b) P84/C-Z0,2 c) P84/C-Z0,3 d) P84/C-Z0,4

Penampang lintang pada membran juga menunjukkan persebaran dari pengisi. Berdasarkan Gambar 4.9 pada membran P84 tidak terdapat *spot* sedangkan membran dengan penambahan pengisi terdapat *spot*. Penampang lintang ini mendukung foto SEM pada permukaan membran.

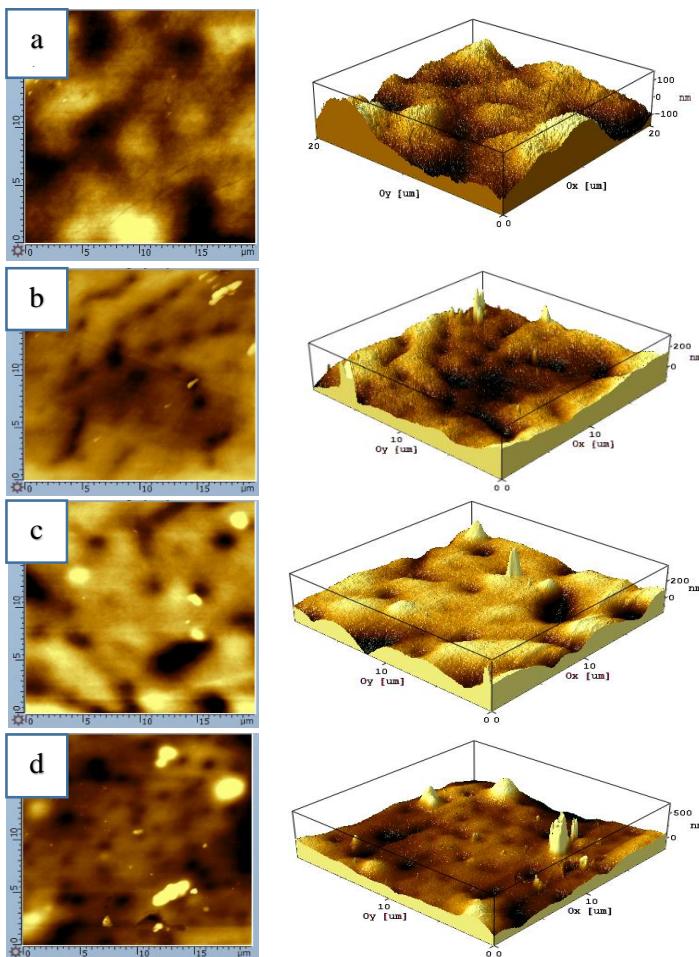


Gambar 4.9 Hasil SEM Penampang lintang membran a) P84 b) P84/C-Z0,4

#### 4.5.3 Karakteristik Kekasaran Membran Gabungan BTDA-TDI/MDI (P84)/Komposit Karbon-Zeolit dengan Variasi Komposit

Karakteristik kekasaran membran dikarakterisasi dengan AFM. Topografi membran ditunjukkan pada Gambar 4.10. Warna cerah pada gambar dua dimensi menunjukkan adanya puncak (poin tinggi), warna gelap menunjukkan lembah atau pori-pori. Topografi membran P84 memiliki tingkat kekasaran yang lebih rendah jika dibandingkan membran dengan penambahan pengisi. Kekasaran permukaan yang meningkat ini disebabkan adanya penambahan pengisi pada membran.

Kekasaran meningkat seiring dengan komposisi pengisi yang semakin banyak. Penambahan pengisi mengganggu matriks polimer dan mengubah struktur antar muka dari matriks polimer dan pengisi. Pengisi yang tersebar ini bisa membentuk aglomerasi yang menyebabkan permukaan menjadi lebih kasar. Hasil dari karakterisasi AFM ini sesuai dengan hasil morfologi permukaan membran dengan SEM.



Gambar 4.10 Foto AFM membran a) P84 b) P84/C-Z0,2 c) P84/C-Z0,3 d) P84/C-Z0,4

Parameter kuantitatif dari karakterisasi AFM adalah kekasaran permukaan (Ra) dan rata-rata kekasaran dasar (RMS) yang ditunjukkan pada Tabel 4.3. Nilai pada tabel tersebut

membuktikan bahwa dengan meningkatnya komposisi pengisi menyebabkan kekasaran membran semakin tinggi. Hasil ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Kiadehi dkk. (2015).

Tabel 4.3 Parameter kekasaran membran

| Membran    | Ra ( $\mu\text{m}$ ) | RMS ( $\mu\text{m}$ ) |
|------------|----------------------|-----------------------|
| P84        | 0,215                | 0,264                 |
| P84/C-Z0,2 | 0,372                | 0,445                 |
| P84/C-Z0,3 | 0,586                | 0,719                 |
| P84/C-Z0,4 | 0,687                | 0,793                 |

#### **4.5.4 Karakteristik Kestabilan Termal Membran Gabungan BTDA-TDI/MDI (P84)/Komposit Karbon-Zeolit dengan Variasi Komposit**

Kestabilan termal membran dianalisis dengan *thermogravimetric analysis* (TGA). Termogram dari membran ditunjukkan pada Gambar 4.11. Berdasarkan termogram tersebut semua membran mengalami tiga tahap penurunan berat. Penurunan berat pertama merupakan penguapan air, penurunan tahap dua merupakan penguapan sisa air dan pelarut NMP yang tidak terganti ketika proses koagulasi, penurunan berat tahap tiga merupakan dekomposisi dari polimer P84.

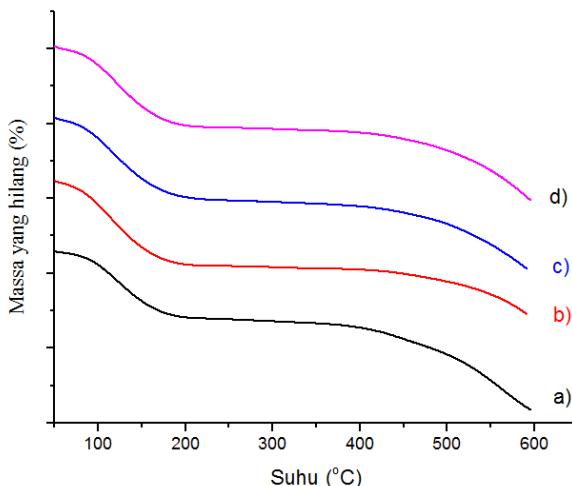
Membran P84 mengalami penurunan sebesar 2% berat sebelum suhu 100°C menunjukkan adanya penguapan air. Penurunan tahap dua sebesar 14% berat pada suhu 100°C sampai 200°C yang menunjukkan penguapan air dan sisa pelarut NMP yang tidak terganti ketika proses koagulasi. Penurunan berat tahap tiga sebesar 13% berat dimulai pada suhu 400°C yang menunjukkan dekomposisi P84.

Membran dengan tambahan pengisi komposit karbon-zeolit mengalami penurunan berat sebesar 2% berat sebelum 100°C

sama seperti membran P84 yang menunjukkan penguapan air. Penurunan tahap dua sebesar 20% berat pada suhu 100°C sampai 205°C menunjukkan penguapan air dan sisa pelarut NMP. Penurunan berat tahap tiga sebesar 7% berat dimulai pada suhu 405°C yang menunjukkan dekomposisi P84. Berdasarkan data termogram semua membran dengan penambahan pengisi memiliki kestabilan termal yang lebih baik dibandingkan membran P84 murni ditunjukkan dengan pergeseran suhu yang lebih tinggi. Hal itu sesuai dengan penelitian Liang dkk. (2012) yang menyatakan sifat termal pengisi anorganik komposit karbon-zeolit yang baik dan ketika dipanaskan saat proses analisis termogravimetri, panas akan lebih terabsorp pada material pengisi sehingga dekomposisi polimer semakin terhambat yang mengakibatkan suhu dekomposisi bergeser semakin tinggi. Penelitian ini sama dengan yang dilaporkan oleh Zulhairun dkk. (2014), penambahan pengisi partikel *clay* sebanyak 0,5% berat meningkatkan stabilitas termal membran dari 312°C menjadi 390°C. Berbeda dengan penelitian yang dilakukan oleh Shen dan Lua (2012) yang melakukan preparasi membran menggunakan polimer P84 dan pengisi silika nanokomposit. Pengisi silika nanokomposit tidak berpengaruh secara signifikan terhadap stabilitas termal membran.

Membran dengan variasi komposisi pengisi mengalami penurunan berat tahap satu dan tahap dua pada suhu yang sama yaitu sebelum suhu 100°C dan suhu 100°C sampai 205°C yang menunjukkan penguapan air dan penguapan sisa air serta pelarut NMP yang tidak terganti ketika proses koagulasi. Perbedaan terjadi pada suhu awal dekomposisi P84 yang ditunjukkan pada Tabel 4.4. Berdasarkan data tersebut semakin banyak komposisi pengisi yang ditambahkan kestabilan termalnya semakin rendah hal ini dikarenakan adanya aglomerasi pada pengisi yang menyebabkan distribusi pada matriks polimer tidak merata dan interaksinya

dengan polimer buruk sehingga terjadi penurunan stabilitas termal (Lopez dkk., 2001). Zulhairun dkk. (2014) melaporkan semakin banyak komposisi pengisi partikel *clay* suhu awal dekomposisi polimer semakin tinggi. Komposisi 0,5; 1; 2% berat mengalami dekomposisi pada suhu 390°C, 445°C, 468°C. Hal ini dikarenakan pada penambahan pengisi yang semakin banyak partikel bisa terdistribusi secara merata sehingga, absorpsi panas oleh pengisi semakin baik, dan dekomposisi polimer semakin terhambat (Zulhairun dkk., 2014).



Gambar 4.11 Kurva TGA membran a) P84 b) P84/C-Z0,2 c)P84/C-Z0,3 d) P84/C-Z0,4

Tabel 4.4 Suhu dekomposisi awal membran

| Membran    | Suhu (°C) |
|------------|-----------|
| P84        | 400       |
| P84/C-Z0,2 | 445       |
| P84/C-Z0,3 | 415       |
| P84/C-Z0,4 | 405       |

#### **4.5.5 Hasil Uji Kinerja Membran Gabungan BTDA-TDI/MDI (P84)/Komposit Karbon-Zeolit untuk Pemisahan Gas**

Membran yang telah dipreparasi diuji kinerjanya terhadap gas CO<sub>2</sub> dan CH<sub>4</sub>. Pengujian terhadap gas didapat data permeabilitas dan selektivitas. Pemilihan gas ini terkait dengan aplikasinya pada pemisahan gas alam. Membran gabungan memiliki kombinasi mekanisme transport yaitu pada lapisan rapat (*dense*) dan pada lapisan berpori. Mekanisme transport secara umum dijelaskan pada bagian 2.1.

Hasil permeabilitas dan selektivitas gas ditunjukkan pada Tabel 4.5. Berdasarkan data tersebut permeabilitas gas CO<sub>2</sub> dan CH<sub>4</sub> meningkat seiring dengan komposisi pengisi yang semakin banyak. Peningkatan permeabilitas ini bisa dijelaskan melalui struktur dari membran. Pada membran dengan komposisi pengisi yang semakin banyak memiliki lapisan rapat yang semakin tipis sehingga gas lebih mudah untuk melewati membran.

Permeabilitas gas CO<sub>2</sub> lebih tinggi jika dibandingkan permeabilitas gas CH<sub>4</sub>. Hasil ini bisa dijelaskan melalui mekanisme transport pada lapisan rapat (*dense*) membran karena lapisan ini merupakan lapisan selektif pada membran yang menentukan kinerja membran. Mekanisme transport pada lapisan rapat (*dense*) adalah *solution diffusion*. Berdasarkan mekanisme *solution diffusion*, difusi gas dalam membran ditentukan oleh kesesuaian interaksi antara matriks polimer dengan gas yang diujikan. Permeabilitas yang tinggi pada CO<sub>2</sub> dipengaruhi oleh kondensabilitas gas. Kondensabilitas gas secara umum dinyatakan dengan suhu kritis. Suhu kritis CO<sub>2</sub> lebih tinggi dibandingkan CH<sub>4</sub> sehingga lebih mudah larut dalam matriks polimer (Bastani dkk., 2013), sedangkan gas yang melewati pengisi mekanisme yang terjadi adalah *molecular sieving*. Difusi gas lebih mudah terjadi pada gas yang memiliki diameter kinetik lebih kecil (Freeman dkk.,

2006). Diameter kinetik dari gas CO<sub>2</sub> dan CH<sub>4</sub> adalah 0,33 nm dan 0,38 nm. Gas CO<sub>2</sub> memiliki diameter kinetik yang lebih kecil sehingga permeabilitas untuk melewati membran juga lebih tinggi.

Tabel 4.5 Permeabilitas dan selektivitas ideal gas

| Membran                              | Permeabilitas (Barrer) |                 | Selektivitas CO <sub>2</sub> /CH <sub>4</sub> |
|--------------------------------------|------------------------|-----------------|-----------------------------------------------|
|                                      | CH <sub>4</sub>        | CO <sub>2</sub> |                                               |
| P84/C-Z0,2                           | 3,541                  | 12,350          | 3,490                                         |
| P84/C-Z0,3                           | 6,027                  | 12,670          | 2,103                                         |
| P84/C-Z0,4                           | 12,680                 | 13,840          | 1,091                                         |
| P84 (Favvas dkk., 2008)              | 3,550                  | 2,700           | 1,315                                         |
| Matrimid/zeolit 4A (Yong dkk., 2001) | 4,254                  | 9,360           | 2,200                                         |
| BNPI/MWCNT (Weng dkk., 2009)         | 0,740                  | 2,180           | 2,945                                         |

Komposisi yang semakin tinggi pada pengisi menyebabkan peningkatan permeabilitas gas. Pengisi yang semakin banyak pada membran mengakibatkan difusi gas yang melewati pori pada pengisi semakin banyak sehingga, permeabilitas gas semakin meningkat. Hasil ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Farnam dkk. (2016), penambahan komposisi pengisi *carbon molecular sieve* (CMS) yang semakin banyak meningkatkan permeabilitas gas.

Selektivitas membran berdasarkan data pada Tabel 4.5 menunjukkan bahwa meningkatnya komposisi pengisi menyebabkan selektivitas membran semakin berkurang. Hasil ini dikarenakan pada komposisi pengisi yang lebih banyak akan menyebabkan terjadinya aglomerasi. Aglomerasi adalah penyebab timbulnya pori yang lebih besar atau pori tidak selektif pada

matriks polimer. Pori yang besar berkontribusi terhadap jalur yang dilalui oleh molekul gas, akibatnya mekanisme transport yang terjadi adalah difusi Knudsen. Keadaan ini berhubungan dengan permeabilitas yang semakin meningkat dan selektivitas yang semakin menurun (Devontaine dkk., 2010). Ketebalan lapisan rapat (*dense*) yang menurun juga mengakibatkan permeabilitas meningkat dan selektivitas menurun (Anadão dkk., 2013).

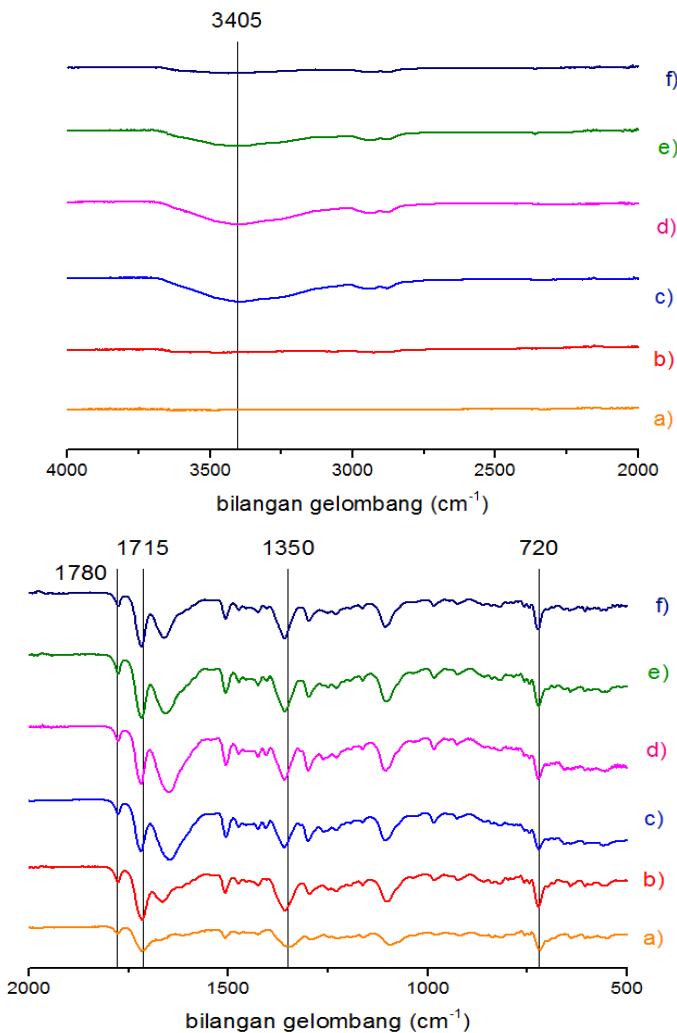
Membran juga dianalisis dengan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) untuk mengetahui interaksi antara polimer BTDA-TDI/MDI (P84), pengisi komposit karbon-zeolit, dan pelarut N-2-metil pirolidon (NMP). Spektra FTIR dari membran sebelum uji gas dibandingkan dengan membran setelah uji gas. Spektra FTIR dari membran ditunjukkan pada Gambar 4.12. Berdasarkan spektra tersebut karakteristik polimer imida muncul pada bilangan gelombang  $720\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan ikatan C=O, serapan  $1780\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan regangan C=O asimetrik, serapan  $1715\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan regangan C=O simetrik, serapan pada bilangan gelombang  $1350\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan regangan C-N (Yan dkk., 2011). Vibrasi C-C pada polimer terdapat pada serapan bilangan gelombang  $900\text{ cm}^{-1}$  sampai  $1000\text{ cm}^{-1}$ .

Polimer yang dipreparasi menjadi membran muncul serapan baru pada bilangan gelombang  $1659\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya C=O amida. Serapan tersebut menunjukkan adanya interaksi antara polimer dengan pelarut. Interaksi antara polimer dan pelarut pada membran P84 juga ditunjukkan dengan adanya pergeseran puncak spektra. Membran P84 dan polimer P84 memiliki perbedaan intensitas spektra dikarenakan atom-atom yang berikatan semakin banyak.

Spektra membran P84 memiliki perbedaan dengan membran gabungan. Serapan bilangan gelombang  $2929\text{ cm}^{-1}$  dan  $3405\text{ cm}^{-1}$  pada membran gabungan yang menunjukkan ikatan C-

H alifatik dan OH dari Si-OH zeolit sebagai pengisi. Gugus fungsi tersebut membuktikan bahwa pengisi komposit karbon-zeolit sudah masuk ke dalam matriks polimer. Hasil ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Ismail dkk. (2008). Perbedaan komposisi pengisi pada membran tidak menyebabkan pergeseran puncak dan tidak muncul puncak baru. Hal ini menunjukkan bahwa perbedaan komposisi pada pengisi tidak menyebabkan perubahan gugus fungsi pada membran.

Spektra FTIR dari membran gabungan dengan pengisi komposit karbon-zeolit sesudah uji gas mengalami penurunan intensitas puncak jika dibandingkan dengan membran sebelum uji gas. Penurunan intensitas ini dikarenakan adanya interaksi dari gas uji ( $\text{CO}_2$  dan  $\text{CH}_4$ ) dengan polimer. Interaksi ini berupa interaksi secara fisik yaitu adsorpsi. Penelitian yang dilakukan Yamazaki dkk. (2000) menunjukkan bahwa adsorpsi  $\text{CO}_2$  dan  $\text{CH}_4$  pada material zeolit terdapat interaksi secara fisik yang berpengaruh pada melemahnya intensitas spektra FTIR. Adanya interaksi yang ditunjukkan dari hasil FTIR ini mendukung hasil permeabilitas gas yang lebih tinggi akibat adanya interaksi dengan pengisi.



Gambar 4.12 Spektra FTIR a) polimer P84 b) membran P84 c)  
Membran P84/C-Z0,2 d) Membran P84/C-Z0,2  
sesudah uji gas e) Membran P84/C-Z0,4 sebelum uji  
gas f) Membran P84/C-Z0,4 sesudah uji gas

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Komposisi maksimum pengisi yang menghasilkan permeabilitas terbaik adalah 0,4% berat, sedangkan selektivitas terbaik pada penambahan pengisi 0,2% berat. Karakteristik membran seiring dengan meningkatnya komposisi yaitu ketahanan termal semakin menurun, kekasaran membran meningkat, lapisan selektif semakin tipis. Permeabilitas CO<sub>2</sub> dengan penambahan pengisi 0,2; 0,3; 0,4% berat adalah 12,350; 12,670; 13,840 Barrer. Permeabilitas CH<sub>4</sub> 3,541; 6,027; 12,680 Barrer. Selektivitas CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub> sebesar 3,490; 2,103; 1,091.

#### **5.2 Saran**

Perlu dilakukan studi lebih lanjut dalam meningkatkan selektivitas membran dengan melapisi permukaan membran dengan polidimetilsilosan (PDMS) untuk mencegah adanya *defect* pada membran.

*“Halaman ini sengaa dikosongkan”*

## DAFTAR PUSTAKA

- Agustina, E. 2013. Karbon Tertemplat Zeolit-Y dengan Aktivasi  $ZnCl_2$  Sebagai Material Penyimpan Hidrogen. Thesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
- Amooghin, A. E., Omidkhah, M., Kargari, A. 2015. The Effects of Amino Silane Grafting on NaY Zeolite-Matrimid 5218 Mixed Matrix Membrane for  $CO_2/CH_4$  Separatio. *Journal of Membrane Science*. Vol. 490, pp. 364-379.
- Anadão, P., Rezende, R., Marcos, N., Antonio, L. 2013. Applied Surface Science Influence of the Clay Content and the Polysulfone Molar Mass on Nanocomposite Membrane Properties. *Application Surface Science*. Vol. 275, pp. 110–120.
- Anggarini, U. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Karbon Tertemplat Zeolit-Y dengan Aktivasi  $K_2CO_3$  sebagai Material Penyimpan Hidrogen. Thesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
- Aroon, M. A., Ismail, A. F., Matsuura, T., Rahmati, M. M. M. 2010. Performance Studies of Mixed Matrix Membranes for Gas Separation. *Review*. Vol. 75, pp. 229-242.
- Bastani, D., Esmaeili, N., Asadollahi, M. 2013. Polymeric Mixed Matrix Membranes Containing Zeolite as a Filler for Gas Separation Application: Review. *Journal of Industrial and Engineering Chemistr*. Vol. 19, pp. 375-393.

Cakal, U., Yilmaz, L., Kalipcilar, H. 2012. Effect of Feed Gas Composition on the Separation of CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub> Mixtures by PES-SAPO 34-HMA Mixed Matrix Membranes. *Journal of Membrane Science*. Vol. 417, pp. 45-51.

Cavenati S., Grande C.A. dan Rodrigues A.E. 2004. Adsorption equilibrium of methane, carbon dioxide, and nitrogen on zeolites 13X at high pressures. *Journal of Chemical Engineering Data*. Vol. 49, pp. 1095–1101.

Chen, L., Singh, R. J., Webley, P. 2007. Synthesis, Characterization and Hydrogen Storage Properties of Microporous Carbons Tempered by Cation Exchanged Forms of Zeolite-Y with Propylene and Butylene as Carbon Precursors. *Microporous and Mesoporous Materials*. Vol. 102, pp. 159-170.

Dai, Y., Johnson, J. R., Karvan, O., Shall, D. S., Koros, W. J. 2012. Ultem/ZIF-8 Mixed Matrix Hollow Fiber Membrane for CO<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> Separation. *Journal of Membrane Science*. Vol. 401, pp. 76-82.

Devontaine, G., Barichard, A., Letaief, S., Feng, C., Matsuura, T., Detellier, C. 2010. Nanoporous Polymer-Clay Hybrid Membranes for Gas Separation. *Journal Colloid Interface Science*. Vol. 343, pp. 622–7.

Farnam, M., Mukhtar, H., Shariff, A. 2016. Analysis of the Influence of CMS Variable Percentages on Pure PES Membrane Gas Separation Performance. *Procedia Engineering*. Vol. 148, pp. 1206-1212.

- Favvas, E. P., Kouvelos, E. P., Romanos, G. E., Pilatos, G. I., Mitropoulos, A. Ch., Kanellopoulos, N. K. 2008. Characterization of Highly Selective Microporous Carbon Hollow Fiber Membranes Prepared from a Commercial Co-Polyimide Precursor. *Journal Porous Materials*. Vol. 15, pp. 625-633.
- Freeman, B., Yampolskii, Y., Pinna, I. 2006. Materials Science of Membranes for Gas and Vapor Separation, John Wiley & Sons: United States.
- Goh, P. S., Ismail, A. F., Sanip, S. M., Ng, B. C., Aziz, M. 2011. Recent Advances of Inorganic Pengisis in Mied Matri Membranes for Gas Separation. *Separation and Purification Technology*. Vol. 81, pp. 245-264.
- Goncalves, Marli, L., Ljubomir, D., Dimitrov, Maura, H. J., Martin, W., Ernesto, A., Urquieta, G. 2008. Synthesis of Mesoporous ZSM-5 by Crystallization of Aged Gels in the Presence of Cetyltrimethyl Ammonium Cations. *Catalysis Today*. Vol. 133, pp. 69-79.
- Gunawan, T., Widiastuti, N. 2015. Adsorpsi-Desorpsi CO<sub>2</sub> pada Material Karbon Tertemplat Zeolit-Y pada Variasi Suhu. Skripsi. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Hamdan, H. 1992. Introduction to Zeolite: Synthesis, Characterization, and Modification. Universiti Teknologi Malaysia, Kuala Lumpur.

Han, J. M. dan Nam, S. T. 2002. Thermodinamic dan Rheological Variation in Polysulfone Solution by PVP and Its Effect in the Preparation of Phase Inversion Membrane. *Journal of Membrane Science*. Vol. 202, pp. 55-61.

Harlick, P.J.E. dan Tezel, F.H. 2004. An Experimental Adsorbent Screening Study for CO<sub>2</sub> Capture from N<sub>2</sub>. *Microporous Mesoporous Material*. Vol. 76, pp. 71–79.

Hua, D., Ong, Y. K., Wang, Y., Yang, T., Chung, T. S. 2014. ZIF-90/P84 Mixed Matrix Membranes for Pervaporation Dehydration of Isopropanol. *Journal of Membrane Science*. Vol. 453, pp. 155-167.

Humphris, A. D. L., Miles, M. J., Hobbs, J. K. 2005. A Mechanical Microscope: High Speed Atomic Force Microscopy. *Applied Physics Letters*, Vol. 86, No. 034106.

Ismail, A. F., Kusworo, T. D., Mustafa, A. 2008. Enhanced Gas Permeation Performance of Polyethersulfone Mied Matrix Hollow Fiber Ameo Silane Agent. *Journal of Membrane Science*. Vol. 319, pp. 306-312.

Ismail, A. F., Rahman, W. R., Aziz, F. 2009. Development of Polysulfone (PSF)-Carbon Molecular Sieve (CMS) Mixed Matrix Membrane for O<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> Gas Separation. *NANO-Science-Technology*, American Institute of Physics 978-0-7354-0637-5109.

Ismail, N. M., Ismail, A. F., Zulhairun, A. K., Nordin, N. A. H. M. 2015. Enhanced Carbon Dioxide Separation by

Polyethersulfone (PES) Mixed Matri Membrane Deposites with Clay. *Journal Polymer Engineering*. Vol. 48, pp. 1-14.

Jomekian, A., Behbahani, R. M., Mohammadi, T., Kargari, A. 2016. CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub> Separation by High Performance Co-Casted ZIF-8/Pebax 1657/PES Mixed Matrix Membrane. *Journal of Membrane Science and Engineering*. Vol. 31, pp. 562-574.

Junaidi, M. N. M., Leo, C. P., Ahmad, A. L., Ahmad, N. A. 2015. Fluorocarbon Functionalized SAPO-34 Zeolite Incorporated in Asymmetric Mied Matri Membranes for Carbon Dioxide Separation in Wet Gases. *Microporous and Mesoporous Material*. Vol. 206, pp. 23-33.

Kayadoe, V. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Karbon Tertemplate Zeolit NaY dengan Prekursor Sukrosa sebagai Material Penyimpan Hidrogen. Thesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

Kiadehi, A. D., Rahimpour, A., ahanshahi, M., Ghoreyshi, A. A. 2015. Novel Carbon Nano-Fibers (CNF)/Polysulfone (PSf) Mixed Matrix Membranes for Gas Separation. *Industrial and Engineering Chemistry*. Vol. 22, pp. 199-207.

Kim, W. G., Lee, J. S., Bucknall, W. J., Koros, W. J., Nair, S. 2013. Nanoporous Layered Silicate AMH-3/Celluluse Acetate Nanocomposite Membranes for Gas Separation. *Journal of Membrane Science*. Vol. 441, pp. 129-136.

- Konwar, R. J. dan De, M. 2013. Effects of Synthesis Parameters on Zeolite Templatated Carbon for Hydrogen Storage Application. *Microporous and Mesoporous Materials*. Vol. 175, pp. 16-24.
- Kusworo, T. D., Ismail, A. F., Mustafa, A., Li, K. 2008. The Effect of Type Zeolite on the Gas Transport Properties of Polyimida-Based Mixed Matri Membranes. *Reactor*. Vol. 2, pp. 68-77.
- Lassinanti, M., Jonas, H., and Johan, S. 1999. Faujasite Type Films Shyntesized By Seeding. *Microporous and Mesoporous Materials*. Vol. 38, pp. 25-34.
- Li, Norman, A. G., Fane, W. S. W., Ho, T., Matsuura. 2008. Advanced Membrane Technology and Application, John Wiley & Sons, Inc, Hoboken: New Jearsey.
- Liang, C. Y., Uchytil, P., Petrychkovych, R., Lay, Y. C., Friess, K., Sipek, M., Reddy, M. M., Suen, S. Y. 2012. A Comparison on Gas Separation Between PES (Polyethersulfone)/MMT (Na-montmorillonite) and PES/TiO<sub>2</sub> Mixed Matrix Membranes. *Separation and Purification Technology*. Vol. 92, pp. 57-63.
- Lopez, D., Ceendoya, I., Torres, F., Tejada, J., Mijangos, C. 2001. Preparation and Characterization of Poly (vinyl Alcohol) Based Magnetic Nanocomposites. 1. Thermal and Mechanical Properties. *Journal of Applied Polymer Science*. Vol. 82, pp. 3215-3222.

- Luis, P., Van G. T., Van D B. B. 2012. Recent Developments in Membrane-Based Technologies for CO<sub>2</sub> Capture. *Progress in Energy and Combustion Science* Vol. 38, pp. 419–448.
- Manurung, T. W., Sunardi, dan Irawa, U. 2011. Kajian Pengaruh Konsentrasi NaOH Terhadap Karakter Zeolit Sintetik dari Kaolin Lokal Kalimantan Selatan. *Sains dan Terapan Kimia*. Vol. 5, pp. 76-83.
- Maurin G., Belmabkhout Y., Pirngruber G., Gaberova L. dan P.L. Llewellyn. 2007. CO<sub>2</sub> adsorption in LiY and NaY at high temperature: molecular simulations compared to experiments, *Adsorption*. Vol. 13, pp. 453–460.
- Mohamad, M. B., Fang, Y. Y., Shariff, A. 2016. Separatin of Carbon Dioxide from Methane Using Polysulfone Membrane Incorporated with Zeolite-T. *Procedia Engineering*. Vol. 148, pp. 621-629.
- Mulder, M. 1996. Basic Principles of Membrane Technology. 2<sup>nd</sup> ed., Kluwer Academic Publisher: Doerdrecht.
- Nafisi, V. dan Hagg, M. B. 2014. Development of Dual Layer of ZIF-8/PEBAX 2533 Mixed Matrix Membrane for CO<sub>2</sub> Captured. *Journal of Membrane Science*. Vol. 459, pp. 244-255.
- Ojha, K., Sig, Y., dan Wha, S.A. 2004. Zeolit From Fly Ash: Synthesis and Characterization, Bull, Mater. *Indian Academy of Sciences*. Vol. 27, pp. 555-564.

Prasetyoko, D., Fansuri, H., Ni'mah, Y. L., Fadlan, A. 2016. Karakterisasi Struktur Padatan. Deepublish: Yogyakarta.

Rakhmatullah, D., Wiradini, G., Ariyanto, N. 2007. Pembuatan Adsorben dari Zeolit Alam dengan Karakteristik Adsorption Properties untuk Kemurnian Bioetanol. FTI. ITB. Bandung.

Rezakazemi, M., Amooghin, A. E., Rahmati, M. M. M., Ismail, A. F., Matsuura, T. 2014. State-of-the-Art Membrane Based CO<sub>2</sub> Separation Using Mixed Matrix Membranes (MMMs): An Overview on Current Status and Future Directions. *Progress in Polymer Science*. Vol. 39, pp. 817-861.

Robson, H. and Lillerud, K. P. 2001. Verified Synthesis of Zeolitic Materials. 2<sup>nd</sup>., Elsevier.

Rostami, M., Mofarahi, M., Karimzadeh, R., Abedi, G. 2016. Preparation and Characterization of Activated Carbon-Zeolite Composite for Gas Adsorption Separation CO<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> System. *Journal of Chemical and Engineering Data*. Vol. 61, pp. 2638-2646

Sakai, G., Matsunaga, N., Shimano, K., Yamazoe, N. 2001. Theory of Gas-Diffusion Controlled Sensitivity for Thin Film Semiconductor Gas Sensors. *Sensors and Actuators B: Chemical*. Vol. 80, pp. 125-131.

Sakintuna, B. dan Yurum, Y. 2005. Templated Porous Carbons : A Review Article. *Industrial and Engineering Chemistry*. Vol. 44, pp. 2893-2902.

- Saufi, S. M. and Ismail, A. F. 2004. Fabrication of Carbon Membranes for Gas Separation. *Review*. Vol. 42, pp. 241-259.
- Scovazzo, P., Kieft, J., Fiinan, D. A., Koval, C., Dubois, D., Noble, R. 2004. Gas Separation Using Non-Hexafluorophosphate ( $\text{PF}_6^-$ )-Anion Supported Ionic Liquid Membranes. *Journal. Membrane of Science*. Vol. 238, pp. 57-63.
- Sevilla M., Alam N. dan Mokaya R. (2010) Enhancement of Hydrogen Storage Capacity of Zeolite-Templated Carbons by Chemical Activation. *Jounal of Physical Chemistry*. Vol. 114, pp. 11314–11319.
- Shen, Y. dan Lua, A. C. 2012. Structural and Transport Properties of BTDA-TDI/MDI Co-Polyimide (P84)-Silica Nanocomposite Membranes for Gas Separation. *Chemical Engineering Journal*. Vol. 188, pp. 199-209.
- Sibilia, P. 1996. Guide to Material Characterization and Chemical Analysis, 2<sup>nd</sup> Edition. John Willey-VCH: New York.
- Sing, S. W. and Gregg, S. J. 1982. Adsorption, Surface Area, and Porosity, Academic Press: New York.
- Skoog, Douglas A., West, Donald M., Holler, F.James., Crouch, Stanley R. 2000. *Fundamental of Analytical Chemistry Ninth Edition*. Belmont, CA : USA.
- Strathmann. H, C.A. Smoolders, M.H.V. Mulder, R.M. Meertens, M.A.M. Beerlage. 1985. Preparation of Polyimides

Ultrafiltration Membranes Part.1 Ternary System. Wiley-Uch: New-York.

Su, F., Zhao, X. S., Ly, L., Zhou, Z. 2004. Synthesis and Characterization of Microporous Carbon Templatd by Ammonium-form Zeolite-Y. *Carbon*. Vol. 42, pp. 2821-2831.

Tin, P. S., Chung, T.-S., Liu, Y. & Wang, R. 2004. Separation of CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub> through carbon molecular sieve membranes derived from P84 polyimide. *Carbon*, Vol. 42, pp. 3123-3131.

Vu, D. Q., Koros, W. J., Miller, S. J. 2003. Mixed Matrix Membranes Using Carbon Molecular Sieves Preparation and Experimental results. *Journal of Membrane Science*. Vol. 211, pp. 311-334.

Wei, L., Hu, N., Zhang, Y. 2010. Synthesis of Polymer Mesoporous Silica Nanocomposite. *Materials*. 3, 4066-4079.

Weng, T. H., Tseng, H. H., Wey, M. Y. 2009. Preparation and Characterization of Multi-Walled Carbon Nanotube/BNPI Nanocomposite Membrane for H<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub> Separation. *International Journal of Hydrogen Energy*. Vol. 34, pp. 8707-8715.

Wenten, I. G., Khoiruddin, Aryanti, P. T. P., Hakim, A. N. 2010. Pengantar Teknologi Membran. Diktat Kuliah. Departemen Teknik Kimia Institut Teknologi Bandung.

- Wenten, I. G., Khoiruddin, Aryanti, P. T. P., Hakim, A. N. 2012. Teori Perpindahan dalam Membran. Diktat Kuliah. Departemen Teknik Kimia Institut Teknologi Bandung.
- West, A.R.1984. Solid State Chemistry and its Applications, Department of Chemistry University of Aberdeen. ISBN 0 471 90377 9, John Wiley & Sons: USA.
- Wicaksono, A. 2012. Sintesis dan Karakterisasi Membran Komposit Polistirena Tersulfonasi dengan Zeolit untuk Aplikasi Membran Polimer Elektrolit. *Skripsi*, FMIPA, Universitas Sebelas Maret.
- Yamazaki, T., Nishimura, H., Ozawa, S. 2000. Adsorption Behavior of Some Gas Molecules Zeolite Pores. *Microporous and Mesoporous Materials*. Vol. 38, pp. 187-196.
- Yan, S., Chen, W., Yang, X., Chen, C., Huang, M., Xu, Z., Kelvin, W. K. Y., Yi, C. 2011. Soluble Polyimides Based on a Novel Pyridine Containing Diamine mp-PAPP and Various Aromatic Dianhidrides. *Original Paper*. Vol. 66, pp. 1191-1206.
- Yang, Z., ia, Y., Mokaya R. 2007. Enhanced Hydrogen Storage Capacity of High Surface Area Zeolite-Like Carbon Materials. *Jurnal of the American Chemical Society*. Vol. 129, pp. 1673-1679.
- Yates, C. J. D. 1968. "Studies on the Surface area of Zeolites, as determined by Physical Adsorption and X-Ray Crystallography". *Canadian Journal of Chemistry*. Vol. 46, pp. 1695-1701.

- Yong, H. H., Park, H. C., Kang, Y. S., Won, J., Kim, W. N. 2001. Zeolite Filled Polyimide Membrane Containing 2,4,6-triaminopyrimidine. *Journal Membrane of Science*. Vol. 188, pp. 151–163.
- Youn, H. K., Kim, J., Chandrasekar, G. A., Jin, H., Ahn, W. S. 2011. High Pressure Carbon Dioxide Adsorption on Nanoporous Carbons Prepared by Zeolite Y Templatting. *Materials Letters*. Vol. 65, pp. 1772-1774.
- Yu, J. S., Kang S., Yoon, S. B., Chai, G. 2002. Fabrication of Ordered Uniform Porous Carbon Networks and Their Application to a Catalyst supporter. *Jornal of the American Chemical Society*. Vol. 124, pp. 9382-9383
- Zarshenas, K., Raisi, A., Aroujalian, A. 2016. Mixed Matrix Membrane of Nano Zeolit NaX /Poly (Ether-Block-Amide) for Gas Separation Applications. *Journal of Membrane Scienxe*. Vol. 510, pp. 270-283.
- Zhang, B., Shi, Y., Wu, Y., Wang, T., Qiu, J. 2013. Towards the Preparation of Ordered Mesoporous Carbon/Carbon Composite Membranes for Gas Separation. *Separation Science and Tehnology*. Vol. 49, pp. 1-27.
- Zornoza, B., Irusta, S., Tellez, C., Coronas, J., 2009. Mesoporous silica sphere- polysulfone mixed matrix membranes for gas separation. *Langmuir*. Vol. 25, pp. 5903-5909.

Zornoza, B., Tellez, C., Coronas, J. 2011. Mixed Matri Membranes Comprising Glassy Polymers and Dispersed Mesoporous Silica Spheres for Gas Separation. *Journal of Membrane Sciences*. Vol. 368, pp. 100-109.

Zulhairun, A. K., Ismail, A. F., Matsuura, T., Abdullah, M. S., Mustafa, A. 2014. Asymmetric Mixed Matrix Membrane Incorporating Organically Modified Clay Particle for Gas Separation. *Chemical Engineering Journal*. Vol. 241, pp. 495-503.

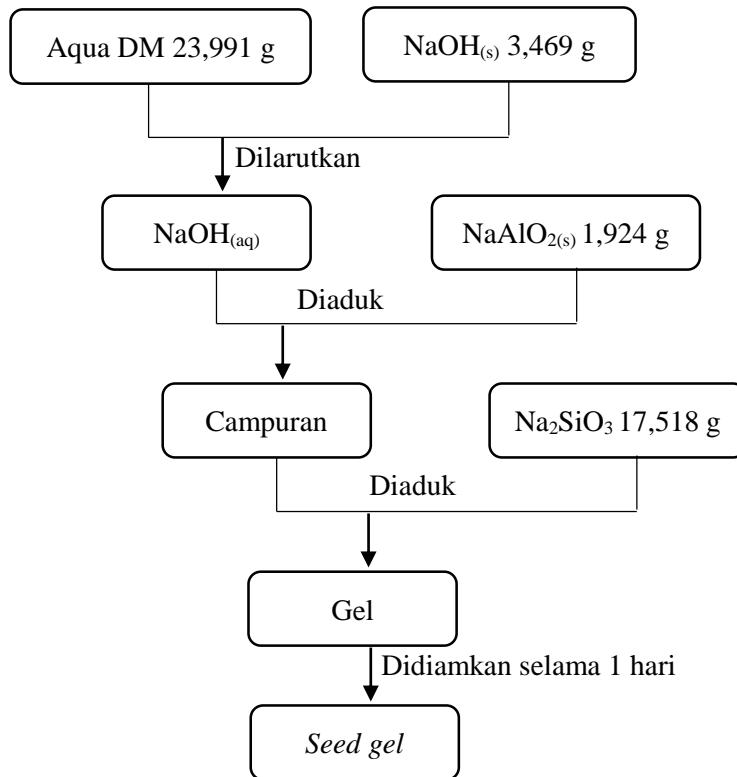
Zulhairun, A. K., Subramaniam, M. N., Alireza, S., Ramli, M. K. N., Krishparao, M., Goh, P. S., Ismail, A. F. 2017. High Flux polysulfone Mixed Matrix Hollow Fiber Membrane Incorporating Mesoporous Titania Nanotubes for Gas Separation. *Separation and Purification Technology*. Vol.17, pp. 1-30.

*“Halam ini sengaja dikosongkan”*

## LAMPIRAN A SKEMA KERJA

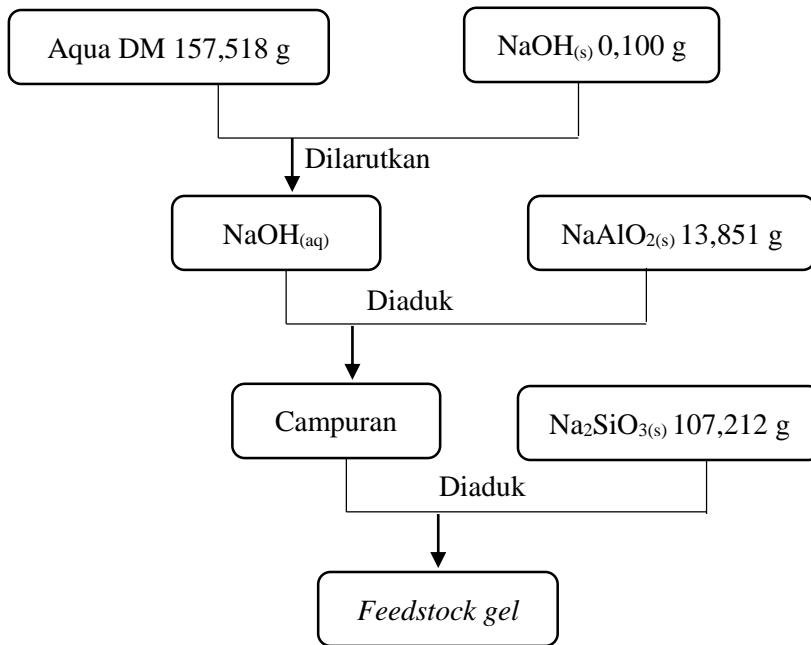
### 1. Sintesis Zeolit-Y

#### A. Sintesis *Seed Gel*



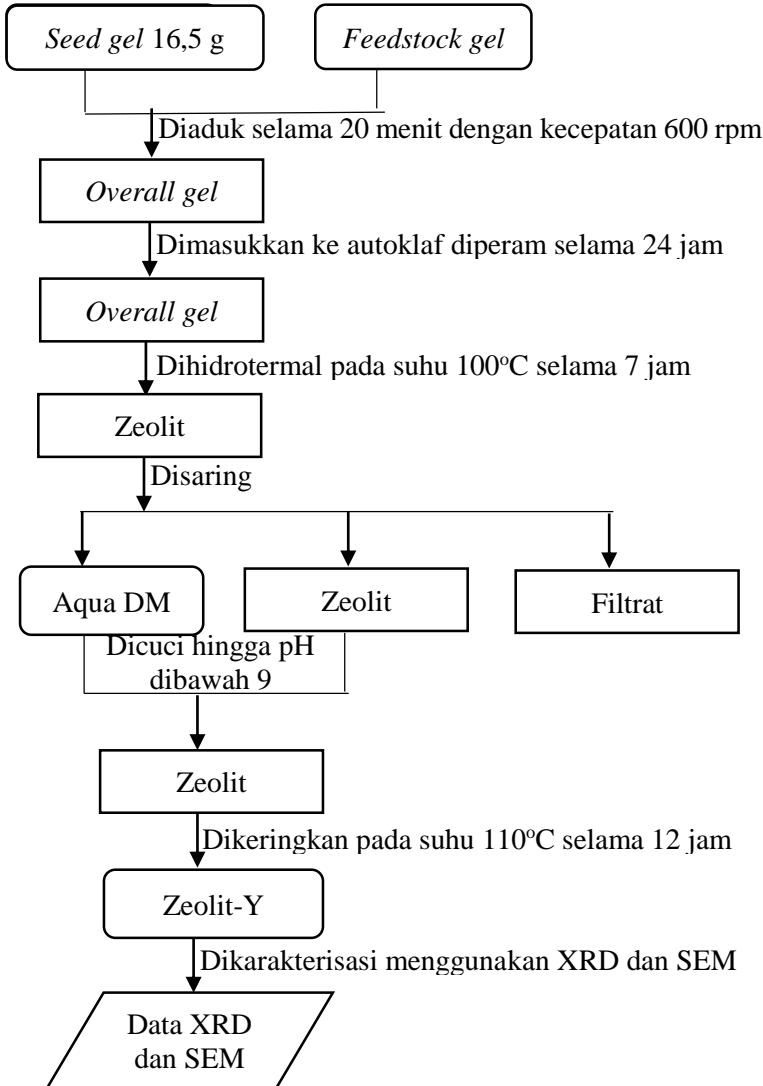
Gambar A.1 Skema kerja sintesis *seed gel*

## B. Sintesis *Feedstock Gel*



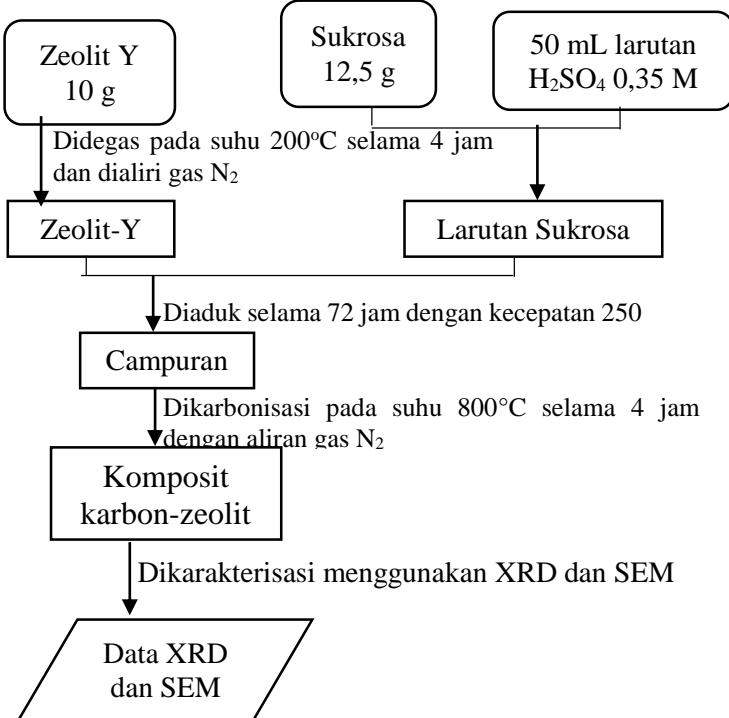
Gambar A.2 Skema kerja sintesis *feedstock gel*

### C. Sintesis *Overall Gel*



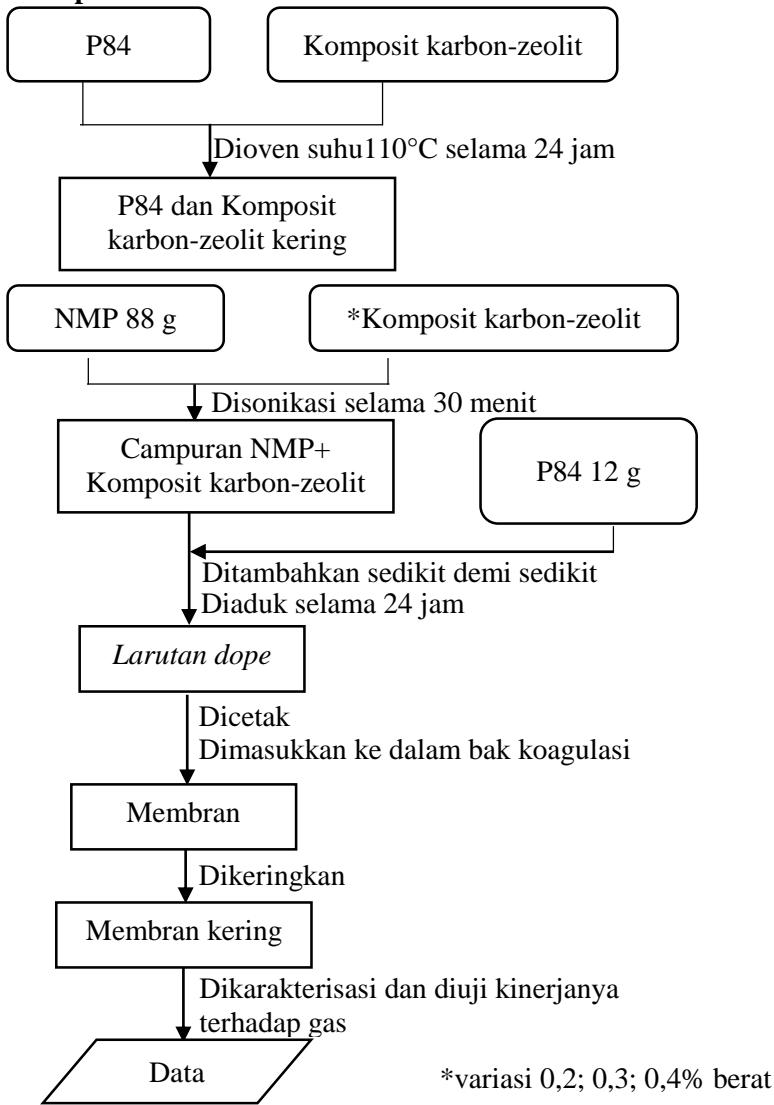
Gambar A.3 Skema kerja sintesis *overall gel*

## 2. Sintesis Komposit Karbon-Zeolit



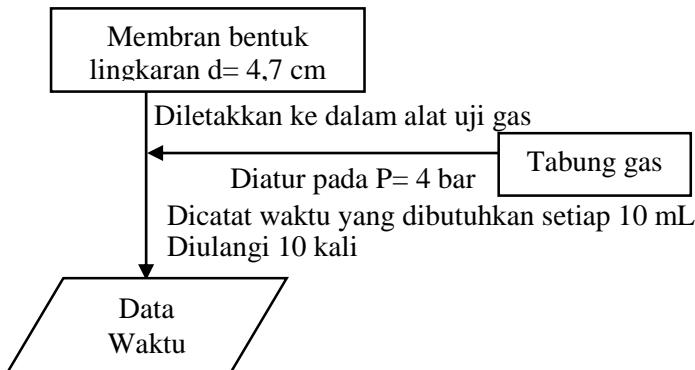
Gambar A.4 Skema kerja sintesis komposit karbon-zeolit

### 3.Preparasi Membran



Gambar A.5 Skema kerja preparasi membran

#### 4. Uji Gas



Gambar A. 6 Skema kerj uji gas

## LAMPIRAN B

### PERHITUNGAN FORMULA ZEOLIT-NaY

#### 1. Prosentasi Komposisi Bahan

a)  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  35,5%

– Perbandingan  $\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 = 1:1$ , Prosentase = 21 - 50%, rata-rata = 35,5%

Sehingga,  $\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 = 17,75\% : 17,75\%$

–  $\text{SiO}_2 = 16-17\%$ , rata-rata = 16,5% ( $\text{Mr} = 60,09 \text{ g/mol}$ )

–  $\text{H}_2\text{O} = 33-63\%$ , rata-rata 48% ( $\text{Mr} = 18 \text{ g/mol}$ )

b)  $\text{NaAlO}_2$

–  $\text{Al}_2\text{O}_3 = 50 - 56\%$ , rata-rata = 53% ( $\text{Mr} = 101,96 \text{ g/mol}$ )

–  $\text{Na}_2\text{O} = 40 - 45\%$ , rata-rata = 42,5% ( $\text{Mr} = 62 \text{ g/mol}$ )

–  $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 0,05\%$

c) NaOH pelet = 99% ( $\text{Mr} = 40 \text{ g/mol}$ )

#### 2. Sintesis Seed Gel

Komposisi molar bahan untuk pembuatan *seed gel*

$\text{Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : \text{SiO}_2 : \text{H}_2\text{O} = 10,67 : 1 : 10 : 180$

a) Massa  $\text{NaAlO}_2$  yang dibutuhkan

$$\begin{aligned}\text{gram Al}_2\text{O}_3 &= n \times \text{Mr} \\ &= 1 \text{ mol} \times 101,96 \text{ g/mol} \\ &= 101,96 \text{ g}\end{aligned}$$

Prosentase  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dalam  $\text{NaAlO}_2$  adalah 53%, maka gram  $\text{NaAlO}_2$  yang harus diambil adalah :

$$\begin{aligned}\text{gram NaAlO}_2 &= \frac{\text{gram Al}_2\text{O}_3}{53\%} \\ &= \frac{101,96 \text{ g}}{53\%}\end{aligned}$$

$$= 192,38 \text{ g}$$

b) Massa  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  yang diperlukan

$$\begin{aligned}\text{gram SiO}_2 &= n \times \text{Mr} \\ &= 10 \text{ mol} \times 60,09 \text{ g/mol} \\ &= 600,90 \text{ g}\end{aligned}$$

Prosentase  $\text{SiO}_2$  dalam  $\text{Na}_2\text{SiO}_3 = 17,75\% + 16,5\% = 34,25\%$ ,  
maka gram  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  yang harus diambil adalah :

$$\begin{aligned}\text{gram Na}_2\text{SiO}_3 &= \frac{\text{gram SiO}_2}{34,25\%} \\ &= \frac{600,90 \text{ g}}{34,25\%} \\ &= 1752,07 \text{ g}\end{aligned}$$

c) Massa  $\text{H}_2\text{O}$  yang diperlukan

$$\begin{aligned}\text{gram H}_2\text{O} &= n \times \text{Mr} \\ &= 180 \text{ mol} \times 18 \text{ g/mol} \\ &= 3240 \text{ g}\end{aligned}$$

Prosentase  $\text{H}_2\text{O}$  dalam  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  adalah 48%

$$\begin{aligned}\text{gram H}_2\text{O} &= 48\% \times \text{gram Na}_2\text{SiO}_3 \\ &= 48\% \times 1752,07 \text{ g} \\ &= 840,99 \text{ g}\end{aligned}$$

Sehingga gram  $\text{H}_2\text{O}$  yang harus diambil adalah :

$$\begin{aligned}\text{gram H}_2\text{O} &= (3240 - 840,99) \text{ g} \\ &= 2399,01 \text{ g}\end{aligned}$$

d) Massa  $\text{NaOH}$  yang diperlukan

Prosentase  $\text{Na}_2\text{O}$  dalam  $\text{NaAlO}_2$  adalah 42,5%

$$\begin{aligned}\text{gram Na}_2\text{O} &= 42,5\% \times \text{gram NaAlO}_2 \\ &= 42,5\% \times 192,38 \text{ g} \\ &= 81,76 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{mol Na}_2\text{O} &= \frac{81,76 \text{ g}}{62 \text{ g/mol}} \\ &= 1,32 \text{ mol}\end{aligned}$$

Prosentase Na<sub>2</sub>O dalam Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> adalah 17,75%

$$\begin{aligned}\text{gram Na}_2\text{O} &= 17,75\% \times \text{gram Na}_2\text{SiO}_3 \\ &= 17,75\% \times 1752,07 \text{ g} \\ &= 310,99 \text{ g} \\ \text{mol Na}_2\text{O} &= \frac{310,99 \text{ g}}{62 \text{ g/mol}} \\ &= 5,02 \text{ g}\end{aligned}$$

Total mol Na<sub>2</sub>O dari NaAlO<sub>2</sub> dan Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> adalah

$$\begin{aligned}&= (1,32 + 5,02) \text{ mol} \\ &= 6,34 \text{ mol}\end{aligned}$$

Maka penambahan mol Na<sub>2</sub>O yang dibutuhkan adalah:

$$\begin{aligned}&= (10,67 - 6,34) \text{ mol} \\ &= 4,33 \text{ mol} \text{ (ditambahkan dari NaOH)}$$

Penambahan NaOH:

$$\begin{aligned}&= 2 \times 4,33 \text{ mol} \\ &= 8,67 \text{ mol}\end{aligned}$$

gram NaOH yang harus ditambahkan:

$$\begin{aligned}&= 8,67 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol} \\ &= 346,82 \text{ g}\end{aligned}$$

Semua massa bahan dalam *seed gel* dibagi dengan 100, sehingga massa bahan untuk pembuatan *seed gel* adalah :

$$\begin{array}{lll} \text{NaAlO}_2 & = 192,38 \text{ g : } 100 & = 1,92 \text{ g} \\ \text{Na}_2\text{SiO}_3 & = 1752,07 \text{ g : } 100 & = 17,52 \text{ g} \\ \text{H}_2\text{O} & = 2399,01 \text{ g : } 100 & = 23,99 \text{ g} \\ \text{NaOH} & = 346,82 \text{ g : } 100 & = 3,47 \text{ g} \\ \text{Massa total teoritis} & & = 46,03 \text{ g} \end{array} +$$

Untuk membuat *overall gel*, massa *seed gel* yang ditambahkan kedalam *feedstock gel* adalah 16,5 g, sehingga komposisi molar masing-masing bahan dalam 16,5 g *seed gel* adalah:

| Bahan                          | mol    | Gram                                                            |
|--------------------------------|--------|-----------------------------------------------------------------|
| Na <sub>2</sub> O              | 0,1067 | $0,1067 \text{ mol} \times 62 \text{ g/mol} = 6,62 \text{ g}$   |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 0,01   | $0,01 \text{ mol} \times 101,96 \text{ g/mol} = 1,02 \text{ g}$ |
| SiO <sub>2</sub>               | 0,1    | $0,1 \text{ mol} \times 60 \text{ g/mol} = 6 \text{ g}$         |
| H <sub>2</sub> O               | 1,8    | $1,8 \text{ mol} \times 18 \text{ g/mol} = 32,4 \text{ g}$      |

Maka mol komponen dalam 16,5 g *seed gel* adalah

$$\begin{aligned}
 \text{Mol Na}_2\text{O} &= (16,5 \text{ g}/46,03 \text{ g}) \times 0,1067 \text{ mol} \\
 &= 0,0382 \text{ mol} \\
 \text{Mol Al}_2\text{O}_3 &= (16,5 \text{ g}/46,03 \text{ g}) \times 0,01 \text{ mol} \\
 &= 0,0036 \text{ mol} \\
 \text{Mol SiO}_2 &= (16,5 \text{ g}/46,03 \text{ g}) \times 0,1 \text{ mol} \\
 &= 0,0358 \text{ mol} \\
 \text{Mol H}_2\text{O} &= (16,5 \text{ g}/46,03 \text{ g}) \times 1,8 \text{ mol} \\
 &= 0,6452 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

### 3. Sintesis *Feedstock Gel*

Perbandingan *feedstock gel* : *seed gel* yang harus ditambahkan untuk membentuk *overall gel* adalah 18 : 1

Rasio perbandingan SiO<sub>2</sub> dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada *feedstock gel* : *seed gel*

$$= (0,0645 + 0,6452) : (0,0036 + 0,0358)$$

$$= 0,7097 : 0,0394$$

$$= 18 : 1$$

| Spesi                                         | Mol Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Mol SiO <sub>2</sub> | Mol H <sub>2</sub> O |
|-----------------------------------------------|------------------------------------|----------------------|----------------------|
| <i>Seed gel</i>                               | 0,0036                             | 0,0358               | 0,6452               |
| <i>Feedstock gel</i>                          | 0,0645                             | 0,6451               | 11,6129              |
| Rasio terhadap Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 1                                  | 10                   | 18                   |

a) Massa NaAlO<sub>2</sub> yang diperlukan

$$\begin{aligned}\text{gram Al}_2\text{O}_3 &= n \times \text{Mr} \\ &= 0,0645 \text{ mol} \times 101,96 \text{ g/mol} \\ &= 6,5777 \text{ g}\end{aligned}$$

Prosentase Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dalam NaAlO<sub>2</sub> adalah 53%, maka gram NaAlO<sub>2</sub> yang harus diambil adalah :

$$\begin{aligned}\text{gram NaAlO}_2 &= \frac{\text{gram Al}_2\text{O}_3}{53\%} \\ &= \frac{6,5777 \text{ g}}{53\%} \\ &= 12,4106 \text{ g}\end{aligned}$$

b) Massa Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> yang diperlukan

$$\begin{aligned}\text{gram SiO}_2 &= n \times \text{Mr} \\ &= 0,6451 \text{ mol} \times 60,09 \text{ g/mol} \\ &= 38,7072 \text{ g}\end{aligned}$$

Prosentase SiO<sub>2</sub> dalam Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> = 17,75% + 16,5% = 34,25%, maka gram Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> yang harus diambil adalah :

$$\begin{aligned}\text{gram Na}_2\text{SiO}_3 &= \frac{\text{gram SiO}_2}{34,25\%} \\ &= \frac{38,7072 \text{ g}}{34,25\%} \\ &= 113,0137 \text{ g}\end{aligned}$$

c) Massa H<sub>2</sub>O yang diperlukan

$$\begin{aligned}\text{gram H}_2\text{O} &= n \times \text{Mr} \\ &= 11,6129 \text{ mol} \times 18 \text{ g/mol} \\ &= 209,0318 \text{ g}\end{aligned}$$

Prosentase H<sub>2</sub>O dalam Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> adalah 48%

$$\begin{aligned}\text{gram H}_2\text{O} &= 48\% \times \text{gram Na}_2\text{SiO}_3 \\ &= 48\% \times 113,0137 \text{ g}\end{aligned}$$

$$= 54,2466 \text{ g}$$

Sehingga gram H<sub>2</sub>O yang harus diambil adalah:

$$\begin{aligned}\text{gram H}_2\text{O} &= (209,0318 - 54,2466) \text{ g} \\ &= 154,7852 \text{ g}\end{aligned}$$

e) Massa NaOH yang diperlukan

Prosentase Na<sub>2</sub>O dalam NaAlO<sub>2</sub> adalah 42,5%

$$\begin{aligned}\text{gram Na}_2\text{O} &= 42,5\% \times \text{gram NaAlO}_2 \\ &= 42,5\% \times 12,4106 \text{ g} \\ &= 5,2745 \text{ g} \\ \text{mol Na}_2\text{O} &= \frac{5,2745 \text{ g}}{62 \text{ g/mol}} \\ &= 0,0851 \text{ mol}\end{aligned}$$

Prosentase Na<sub>2</sub>O dalam Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> adalah 17,75%

$$\begin{aligned}\text{gram Na}_2\text{O} &= 17,75\% \times \text{gram Na}_2\text{SiO}_3 \\ &= 17,75\% \times 113,0137 \text{ g} \\ &= 20,0599 \text{ g} \\ \text{mol Na}_2\text{O} &= \frac{20,0599 \text{ g}}{62 \text{ g/mol}} \\ &= 0,3235 \text{ g}\end{aligned}$$

Total mol Na<sub>2</sub>O dari NaAlO<sub>2</sub> dan Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> adalah

$$\begin{aligned}&= (0,0851 + 0,3235) \text{ mol} \\ &= 0,4086 \text{ mol}\end{aligned}$$

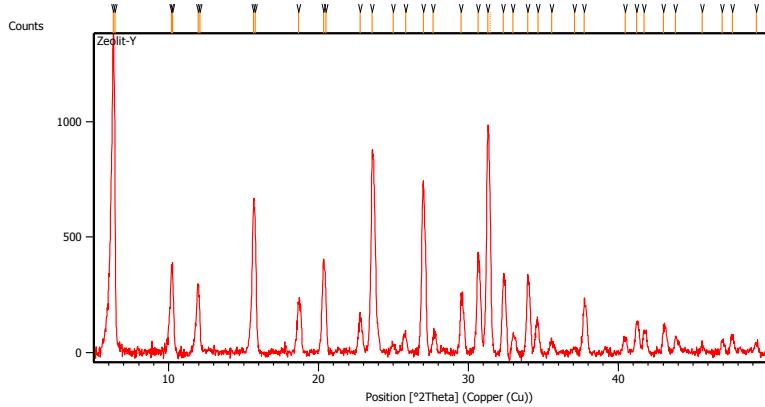
$$\begin{aligned}\text{Rasio Na}_2\text{O : Al}_2\text{O}_3 &= 0,4086 : 0,0645 \\ &= 6,334\end{aligned}$$

Karena rasio Na<sub>2</sub>O 6,334 lebih besar dari perbandingan 4,30 maka jumlah NaOH yang harus ditambahkan adalah 0,1 gram.

Sehingga massa zat yang harus digunakan dalam pembuatan *feedstock gel* dan *seed gel* adalah:

| Spesi                    | NaAlO <sub>2</sub><br>(g) | Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub><br>(g) | H <sub>2</sub> O<br>(g) | NaOH<br>(g) |
|--------------------------|---------------------------|-----------------------------------------|-------------------------|-------------|
| <i>Seed gel</i>          | 1,9238                    | 17,5207                                 | 23,9901                 | 3,4682      |
| <i>Feedstock<br/>gel</i> | 12,4106                   | 113,0137                                | 154,7852                | 0,1         |

**LAMPIRAN C**  
**Hasil XRD Zeolit-Y**



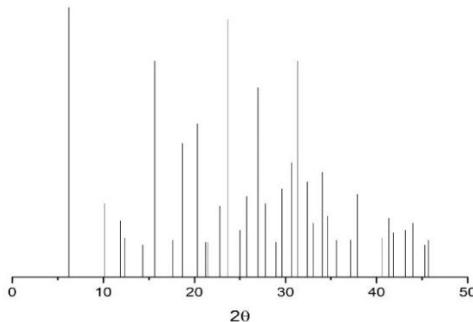
Gambar C.1 Difraktogram zeolit-Y

Tabel C.1 Data hasil XRD zeolit-Y

| Pos.<br>[°2Th.] | Height<br>[cts] | FWHM Left<br>[°2Th.] | d-spacing<br>[Å] | Rel. Int.<br>[%] |
|-----------------|-----------------|----------------------|------------------|------------------|
| 6,3083          | 1379,72         | 0,1171               | 14,01134         | 100,00           |
| 6,4104          | 939,14          | 0,0502               | 13,78842         | 68,07            |
| 10,1864         | 383,23          | 0,0836               | 8,68408          | 27,78            |
| 10,2766         | 355,18          | 0,0669               | 8,60801          | 25,74            |
| 11,9601         | 296,10          | 0,0836               | 7,39991          | 21,46            |
| 12,0714         | 195,75          | 0,0836               | 7,33192          | 14,19            |
| 15,6771         | 671,20          | 0,1338               | 5,65276          | 48,65            |
| 15,7709         | 585,18          | 0,1004               | 5,61935          | 42,41            |
| 18,6798         | 227,34          | 0,2676               | 4,75034          | 16,48            |
| 20,3337         | 411,46          | 0,1004               | 4,36754          | 29,82            |
| 20,5099         | 244,07          | 0,1171               | 4,33042          | 17,69            |
| 22,7824         | 165,52          | 0,1673               | 3,90335          | 12,00            |
| 23,5678         | 799,39          | 0,1673               | 3,77501          | 57,94            |

|         |        |        |         |       |
|---------|--------|--------|---------|-------|
| 24,9808 | 40,81  | 0,2676 | 3,56460 | 2,96  |
| 25,8088 | 92,02  | 0,2342 | 3,45209 | 6,67  |
| 26,9828 | 761,26 | 0,1338 | 3,30450 | 55,18 |
| 27,6639 | 101,85 | 0,1673 | 3,22467 | 7,38  |
| 29,5089 | 263,47 | 0,0502 | 3,02712 | 19,10 |
| 30,6452 | 464,98 | 0,1338 | 2,91742 | 33,70 |
| 31,2822 | 951,43 | 0,2244 | 2,85707 | 68,96 |
| 31,4398 | 742,54 | 0,1224 | 2,85018 | 53,82 |
| 32,3197 | 342,19 | 0,3672 | 2,76769 | 24,80 |
| 32,9629 | 122,62 | 0,2448 | 2,71514 | 8,89  |
| 33,9644 | 371,19 | 0,1632 | 2,63733 | 26,90 |
| 34,6403 | 173,98 | 0,2856 | 2,58741 | 12,61 |
| 35,5696 | 66,30  | 0,4080 | 2,52191 | 4,81  |
| 37,1012 | 35,43  | 0,3264 | 2,42124 | 2,57  |
| 37,7378 | 255,58 | 0,1428 | 2,38185 | 18,52 |
| 40,4638 | 67,96  | 0,3264 | 2,22745 | 4,93  |
| 41,2393 | 141,08 | 0,3264 | 2,18734 | 10,23 |
| 41,7136 | 110,01 | 0,1632 | 2,16356 | 7,97  |
| 43,0202 | 111,79 | 0,3672 | 2,10082 | 8,10  |
| 43,8350 | 74,61  | 0,1632 | 2,06364 | 5,41  |
| 45,6237 | 24,56  | 0,2448 | 1,98681 | 1.78  |
| 46,9508 | 56,45  | 0,3264 | 1,93370 | 4.09  |
| 47,6096 | 71,42  | 0,2448 | 1,90847 | 5.18  |
| 49,2285 | 41,23  | 0,2448 | 1,84943 | 2.99  |

**LAMPIRAN D**  
**XRD Standar JCPDS No. 39-1380**



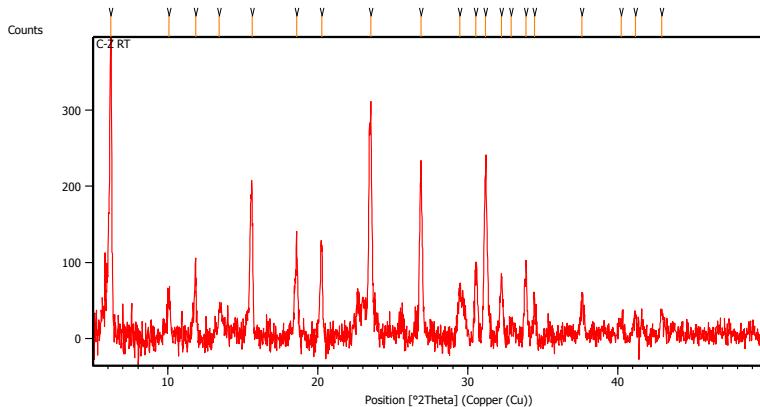
Gambar D.1 Difraktogram standar JCPDS No. 39-1380

Tabel D.1 Data standar JCPDS No. 39-1380

| $2\theta$ | Intensitas | $2\theta$ | Intensitas |
|-----------|------------|-----------|------------|
| 6,184     | 100        | 29,603    | 25         |
| 10,112    | 19         | 30,697    | 36         |
| 11,869    | 12         | 31,36     | 78         |
| 12,386    | 5          | 32,41     | 28         |
| 14,343    | 2          | 33,025    | 11         |
| 15,615    | 78         | 34,033    | 32         |
| 17,582    | 4          | 34,644    | 14         |
| 18,664    | 44         | 35,625    | 4          |
| 20,304    | 52         | 37,151    | 4          |
| 21,237    | 3          | 37,865    | 23         |
| 22,764    | 3          | 40,565    | 5          |
| 23,642    | 18         | 41,342    | 13         |
| 24,997    | 95         | 41,844    | 7          |
| 25,748    | 8          | 43,143    | 8          |
| 26,988    | 22         | 43,959    | 11         |
| 27,768    | 67         | 45,256    | 2          |
| 28,936    | 19         | 45,714    | 4          |

## LAMPIRAN E

### HASIL XRD KOMPOSIT KARBON-ZEOLIT



Gambar E.1 Difraktogram komposit karbon-zeolit

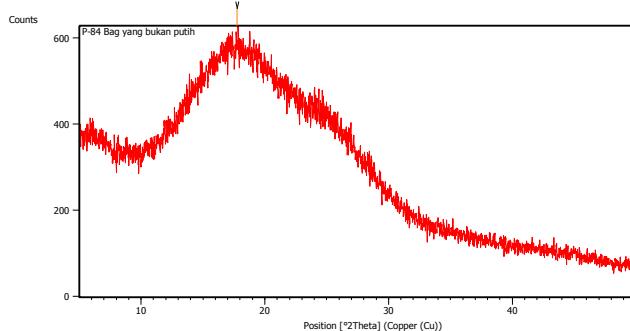
Tabel E.1 Data hasil XRD komposit karbon zeolit

| Pos.<br>[°2Th.] | Height<br>[cts] | FWHM<br>Left<br>[°2Th.] | d-spacing<br>[Å] | Rel. Int.<br>[%] |
|-----------------|-----------------|-------------------------|------------------|------------------|
| 6,2064          | 437,88          | 0,1171                  | 14,24113         | 100,00           |
| 10,0766         | 52,74           | 0,1338                  | 8,77840          | 12,04            |
| 11,8454         | 101,90          | 0,0669                  | 7,47129          | 23,27            |
| 13,4281         | 42,80           | 0,2007                  | 6,59406          | 9,77             |
| 15,6188         | 178,40          | 0,0836                  | 5,67373          | 4074             |
| 18,5851         | 135,92          | 0,0836                  | 4,77432          | 31,04            |
| 20,2623         | 120,02          | 0,1171                  | 4,38277          | 27,41            |
| 23,5500         | 297,16          | 0,0502                  | 3,77782          | 67,86            |
| 26,8767         | 224,70          | 0,1506                  | 3,31730          | 51,32            |
| 29,4584         | 68,42           | 0,3346                  | 3.,03219         | 15,63            |
| 30,5530         | 93,02           | 0,2007                  | 2,92601          | 2124             |
| 31,1765         | 222,51          | 0,1673                  | 2,86890          | 50,82            |
| 32,2664         | 79,09           | 0,1673                  | 2,77444          | 18,06            |

|         |       |        |         |       |
|---------|-------|--------|---------|-------|
| 32,8997 | 18,13 | 0,3346 | 2,72246 | 4,14  |
| 33,8816 | 84,04 | 0,2007 | 2,64578 | 19,19 |
| 34,4472 | 54,24 | 0,1004 | 2,60363 | 12,39 |
| 37,6335 | 56,02 | 0,1004 | 2,39019 | 12,79 |
| 40,2471 | 20,27 | 0,4015 | 2,24080 | 4,63  |
| 41,1821 | 34,37 | 0,2007 | 2,19206 | 7,85  |
| 42,9284 | 34,08 | 0,2676 | 2,10685 | 7,78  |

## LAMPIRAN F HASIL XRD MEMBRAN

### Membran BTDA-TDI/MDI (P84)

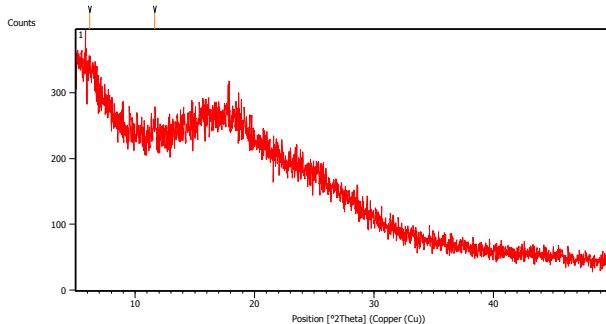


Gambar F.1 Difraktogram membran BTDA-TDI/MDI (P84)

Tabel F.1 Data hasil XRD membran BTDA-TDI/MDI (P84)

| Pos.<br>[ $^{\circ}$ 2Th.] | Height<br>[cts] | FWHM Left<br>[ $^{\circ}$ 2Th.] | d-spacing<br>[Å] | Rel. Int.<br>[%] |
|----------------------------|-----------------|---------------------------------|------------------|------------------|
| 17,7726                    | 10,97           | 0,0900                          | 4,98659          | 100,00           |

### Membran BTDA-TDI/MDI (P84)/C-Z0,2

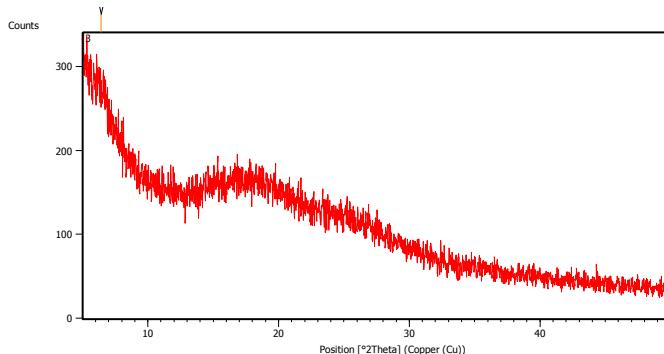


Gambar F.2 Difraktogram membran BTDA-TDI/MDI (P84)/C-Z0,2

Tabel F.2 Data hasil XRD membran BTDA-TDI/MDI (P84) /C-Z0,2

| Pos.<br>[ $^{\circ}$ 2Th.] | Height<br>[cts] | FWHM Left<br>[ $^{\circ}$ 2Th.] | d-spacing<br>[ $\text{\AA}$ ] | Rel. Int.<br>[%] |
|----------------------------|-----------------|---------------------------------|-------------------------------|------------------|
| 6,2041                     | 48,69           | 0,8029                          | 14,24637                      | 100,00           |
| 11,6480                    | 35,37           | 0,2007                          | 7,59743                       | 72,65            |

### Membran BTDA-TDI/MDI (P84)/C-Z0,4



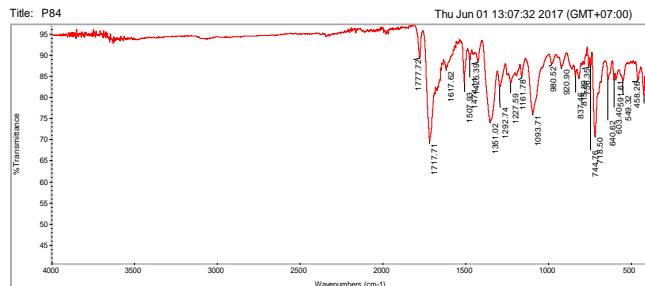
Gambar F.3 Difraktogram membran BTDA-TDI/MDI (P84)/C-Z0,4

Tabel F.3 Data hasil XRD membran BTDA-TDI/MDI (P84)/C-Z0,4

| Pos.<br>[ $^{\circ}$ 2Th.] | Height<br>[cts] | FWHM<br>Left [ $^{\circ}$ 2Th.] | d-spacing<br>[ $\text{\AA}$ ] | Rel. Int.<br>[%] |
|----------------------------|-----------------|---------------------------------|-------------------------------|------------------|
| 6,4225                     | 13,77           | 0,9792                          | 13,75094                      | 100,00           |

## LAMPIRAN G HASIL FTIR MEMBRAN

### Polimer BTDA-TDI/MDI (P84)

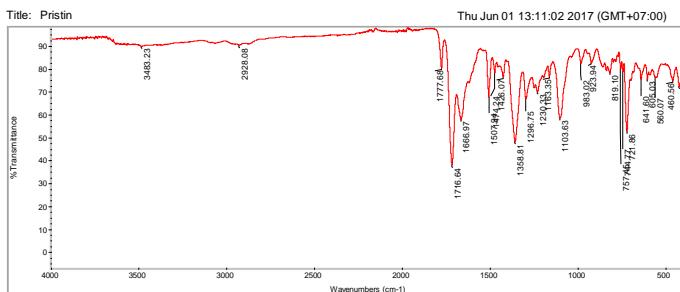


Gambar G.1 Spektra FTIR Polimer BTDA-TDI/MDI (P84)

Tabel G.1 Data hasil FTIR polimer BTDA-TDI/MDI (P84)

| Peak   | Intensity | Peak    | Intensity |
|--------|-----------|---------|-----------|
| 410,75 | 81,919    | 980,52  | 87,736    |
| 423,01 | 80,386    | 1093,71 | 76,061    |
| 458,26 | 83,976    | 1181,78 | 84,670    |
| 549,32 | 83,797    | 1227,50 | 83,417    |
| 591,61 | 84,310    | 1290,74 | 80,379    |
| 603,40 | 83,886    | 1351,02 | 74,173    |
| 640,62 | 84,069    | 1425,39 | 88,384    |
| 718,50 | 70,765    | 1474,11 | 88,744    |
| 744,76 | 87,474    | 1507,93 | 83,297    |
| 756,35 | 87,222    | 1617,62 | 86,588    |
| 815,89 | 84,441    | 1717,71 | 69,389    |
| 837,46 | 85,003    | 1777,72 | 89,309    |
| 920,90 | 87,092    |         |           |

## Membran BTDA-TDI/MDI (P84)

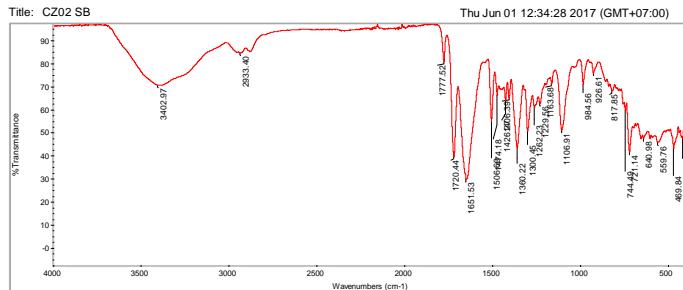


Gambar G.2 Spektra FTIR Membran BTDA-TDI/MDI (P84)

Tabel G.2 Data hasil FTIR Membran BTDA-TDI/MDI (P84)

| Peak    | Intensiv | Peak    | Intensity |
|---------|----------|---------|-----------|
| 424,16  | 72,119   | 1163,65 | 78,451    |
| 460,56  | 74,801   | 1230,33 | 69,806    |
| 560,07  | 76,168   | 1296,75 | 66,749    |
| 605,03  | 75,453   | 1358,81 | 48,016    |
| 641,60  | 75,424   | 1426,07 | 76,327    |
| 721,86  | 52,617   | 1474,24 | 78,121    |
| 744,77  | 78,546   | 1507,94 | 67,467    |
| 757,45  | 79,845   | 1666,97 | 57,836    |
| 819,10  | 78,389   | 1716,64 | 37,713    |
| 923,94  | 82,564   | 1777,68 | 80,118    |
| 983,02  | 82,145   | 2928,08 | 90,135    |
| 1103,63 | 58,401   | 3483,23 | 89,775    |

## Membran BTDA-TDI/MDI (P84)/C-Z0,2 Sebelum Uji Gas

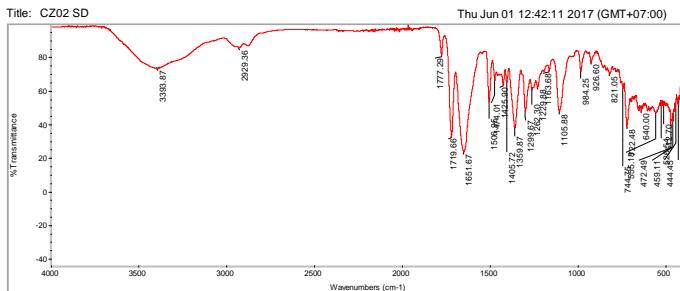


Gambar G. 3 Spektra FTIR Membran BTDA-TDI/MDI (P84) /C-Z0,2 sebelum uji gas

Tabel G.3 Data hasil FTIR Membran BTDA-TDI/MDI (P84) /C-Z0,2 sebelum uji gas

| Peak    | Intensity | Peak    | Intensity |
|---------|-----------|---------|-----------|
| 405,72  | 47,001    | 1262,23 | 60,657    |
| 418,36  | 47,338    | 1300,45 | 50,377    |
| 469,84  | 42,873    | 1360,22 | 43,249    |
| 559,76  | 45,399    | 1406,39 | 64,745    |
| 640,98  | 47,169    | 1426,27 | 63,785    |
| 721,14  | 41,374    | 1474,18 | 65,960    |
| 744,49  | 59,524    | 1506,69 | 54,484    |
| 817,85  | 67,894    | 1651,53 | 29,349    |
| 926,81  | 75,597    | 1720,44 | 39,247    |
| 984,56  | 70,712    | 1777,52 | 80488     |
| 1106,91 | 50,940    | 293340  | 84,346    |
| 1163,68 | 70,869    | 3402,97 | 70,353    |
| 1229,56 | 62,514    |         |           |

## Membran BTDA-TDI/MDI (P84)/C-Z0,2 Sesudah Uji Gas



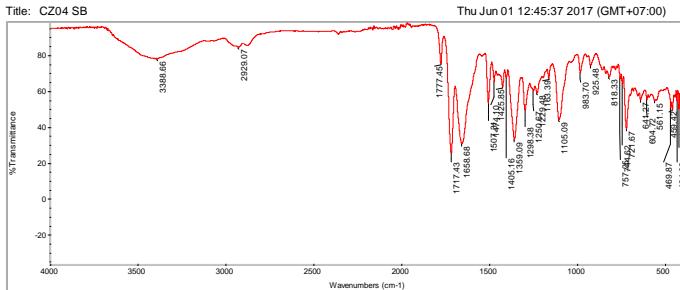
Gambar G.4 Spektra FTIR Membran BTDA-TDI/MDI (P84) /C-Z0,2 sesudah uji gas

Tabel G.4 Data hasil FTIR Membran BTDA-TDI/MDI (P84) /C-Z0,2 sesudah uji gas

| Peak   | Intensity | Peak    | Intensity |
|--------|-----------|---------|-----------|
| 404,13 | 44,775    | 1105,88 | 47,288    |
| 410,31 | 55,666    | 1163,88 | 71,586    |
| 416,97 | 56,584    | 1229,88 | 62,113    |
| 430,16 | 51,505    | 1262,30 | 60,316    |
| 444,45 | 48,571    | 1299,67 | 47,828    |
| 459,11 | 42,085    | 1359,87 | 37,570    |
| 47249  | 39,880    | 1405,72 | 64,753    |
| 51270  | 50,654    | 1425,90 | 63,396    |
| 526,54 | 50,906    | 1474,01 | 66,071    |
| 555,18 | 46,713    | 1506,96 | 53,317    |
| 640,00 | 48,405    | 1651,67 | 23,114    |
| 722,48 | 38,494    | 1719,66 | 32,635    |
| 744,75 | 61,097    | 1777,29 | 80,961    |
| 821,05 | 70,023    | 2929,36 | 85,852    |

|        |        |         |        |
|--------|--------|---------|--------|
| 928,60 | 76,874 | 3393,87 | 73,114 |
| 984,25 | 71,328 |         |        |

### Membran (P84)/C-Z0,4 Sebelum Uji Gas

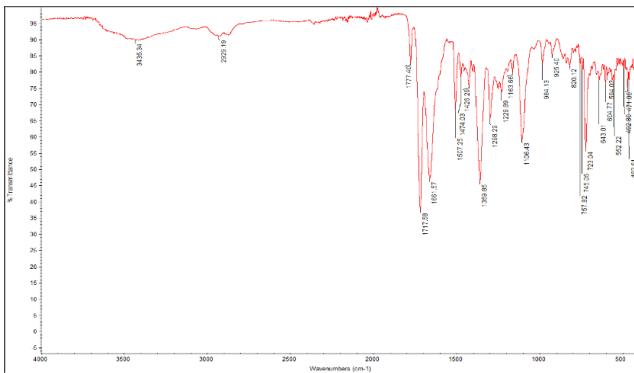


Gambar G.5 Spektra FTIR Membran BTDA-TDI/MDI (P84) /C-Z0,4 sebelum uji gas

Tabel G.5 Data hasil FTIR Membran BTDA-TDI/MDI (P84) /C-Z0,4 sebelum uji gas

| Peak    | Intensity | Peak    | Intensity |
|---------|-----------|---------|-----------|
| 410,06  | 50,440    | 1163,39 | 67,129    |
| 422,32  | 49,811    | 1229,48 | 58,804    |
| 434,02  | 54,396    | 1250,67 | 59,899    |
| 459,42  | 49,703    | 1298,38 | 49,178    |
| 469,87  | 50,725    | 1359,09 | 32,783    |
| 561,15  | 54,360    | 1405,16 | 67,344    |
| 604,72  | 55,080    | 1425,85 | 62,289    |
| 641,27  | 54,870    | 1474,10 | 65,406    |
| 721,67  | 38,793    | 1507,31 | 53,006    |
| 744,62  | 63,795    | 1658,68 | 30,424    |
| 757,25  | 66,470    | 1717,43 | 25,338    |
| 818,33  | 67,866    | 1777,45 | 75,016    |
| 935,48  | 73,970    | 2929,07 | 84,423    |
| 983,70  | 69,978    | 3388,66 | 77,957    |
| 1105,09 | 43887     |         |           |

## Membran (P84)/C-Z0,4 Sesudah Uji Gas



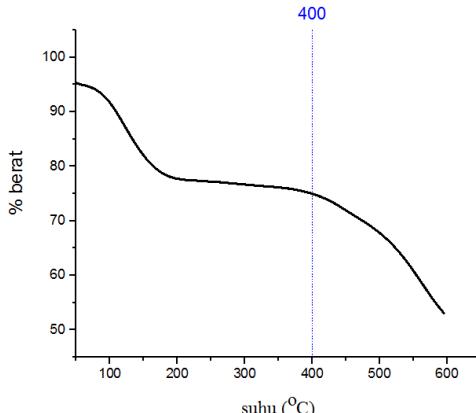
Gambar G.6 Spektra FTIR Membran BTDA-TDI/MDI (P84) /C-Z0,4 sesudah uji gas

Tabel G.6 Data hasil FTIR Membran BTDA-TDI/MDI (P84) /C-Z0,4 sesudah uji gas

| Peak   | Intensity | Peak    | Intensity |
|--------|-----------|---------|-----------|
| 462,61 | 77,485    | 1163,66 | 79,755    |
| 492,80 | 81,372    | 1229,89 | 77,742    |
| 552,82 | 77,320    | 1298,29 | 65,842    |
| 594,03 | 78,736    | 1359,85 | 46,365    |
| 604,77 | 76,347    | 1426,29 | 75,807    |
| 643,01 | 71,448    | 1474,03 | 78,279    |
| 723,04 | 56,560    | 1507,25 | 68,210    |
| 745,05 | 80,632    | 1661,57 | 47,105    |
| 753,82 | 84,015    | 1717,58 | 37,451    |
| 820,12 | 82,103    | 1777,40 | 82,777    |
| 925,40 | 85,351    | 2929,19 | 90,888    |
| 984,13 | 82,786    | 3435,34 | 39,806    |

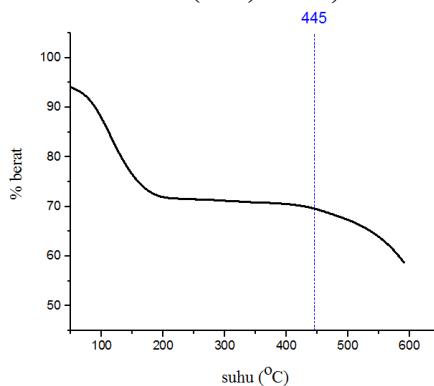
## LAMPIRAN H HASIL TGA MEMBRAN

### Membran BTDA-TDI/MDI (P84)



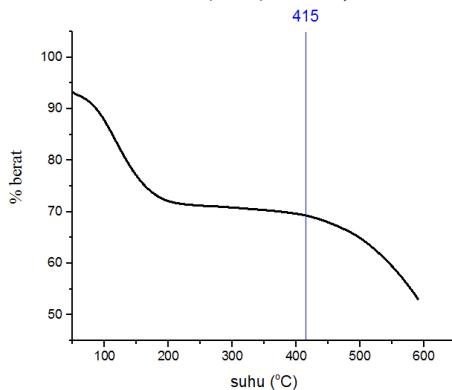
Gambar H.1 Termogram membran BTDA-TDI/MDI (P84)

### Membran BTDA-TDI/MDI (P84)/C-Z0,2



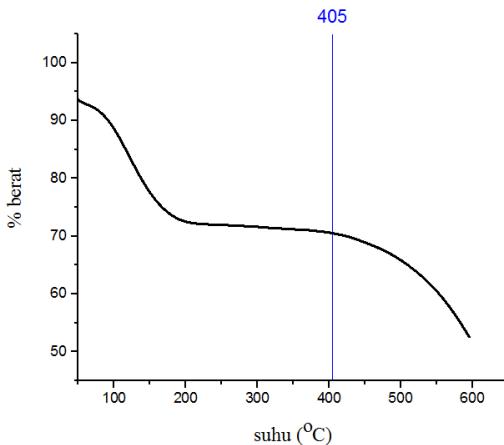
Gambar H.2 Termogram membran BTDA-TDI/MDI (P84)/C-Z0,2

### **Membran BTDA-TDI/MDI (P84)/C-Z0,3**



Gambar H.3 Termogram membran BTDA-TDI/MDI (P84)/C-Z0,3

### **Membran BTDA-TDI/MDI (P84)/C-Z0,4**



Gambar H.4 Termogram membran BTDA-TDI/MDI (P84)/C-Z0,4

## **LAMPIRAN I** **DATA UJI GAS**

### **Membran BTDA-TDI/MDI (P84)/C-Z0,2**

Tabel I.1 Data waktu uji permeabilitas gas Membran BTDA-TDI/MDI (P84)/C-Z0,2

| CO <sub>2</sub> | CH <sub>4</sub> | Waktu (s) | Volume (mL) |
|-----------------|-----------------|-----------|-------------|
|                 |                 |           |             |
| 101,30          | 353,70          |           | 1           |
| 101,20          | 353,50          |           | 1           |
| 101,50          | 353,40          |           | 1           |
| 101,30          | 353,40          |           | 1           |
| 101,30          | 353,30          |           | 1           |
| 101,10          | 353,20          |           | 1           |
| 101,20          | 353,30          |           | 1           |
| 101,10          | 353,30          |           | 1           |
| 101,10          | 353,20          |           | 1           |
| 101,30          | 353,00          |           | 1           |

### **Membran BTDA-TDI/MDI (P84)/C-Z0,3**

Tabel I.2 Data waktu uji permeabilitas gas membran BTDA-TDI/MDI (P84)/C-Z0,3

| CO <sub>2</sub> | CH <sub>4</sub> | Waktu (s) | Volume (mL) |
|-----------------|-----------------|-----------|-------------|
|                 |                 |           |             |
| 78,85           | 166,10          |           | 1           |
| 78,88           | 165,79          |           | 1           |
| 78,86           | 165,73          |           | 1           |
| 78,86           | 165,58          |           | 1           |
| 78,80           | 165,68          |           | 1           |
| 78,78           | 165,55          |           | 1           |
| 78,79           | 165,78          |           | 1           |
| 78,70           | 165,52          |           | 1           |

|       |        |   |
|-------|--------|---|
| 78,75 | 165,61 | 1 |
| 78,78 | 165,60 | 1 |

### Membran BTDA-TDI/MDI (P84)/C-Z0,4

Tabel I.3 Data waktu uji permeabilitas gas membran BTDA-TDI/MDI (P84)/C-Z0,4

| Waktu (s)       |                 | Volume (mL) |
|-----------------|-----------------|-------------|
| CO <sub>2</sub> | CH <sub>4</sub> |             |
| 55,18           | 60,19           | 1           |
| 55,15           | 60,19           | 1           |
| 55,16           | 60,17           | 1           |
| 55,16           | 60,21           | 1           |
| 55,18           | 60,21           | 1           |
| 55,20           | 60,21           | 1           |
| 55,20           | 60,21           | 1           |
| 55,20           | 60,21           | 1           |
| 55,18           | 60,20           | 1           |
| 55,20           | 60,16           | 1           |

## LAMPIRAN J

### PERHITUNGAN PERMEABILITAS DAN SELEKTIVITAS

#### **Membran BTDA-TDI/MDI (P84)/C-Z0,2**

Diketahui:

$$\Delta P = 1 \text{ bar} = 1 \text{ bar} \times 75,0025 \text{ cmHg/bar} = 75,0025 \text{ cmHg}$$

$$T = 30^\circ\text{C} = 30 + 273 = 303 \text{ K}$$

$$\text{Tebal membran } (l) = 1,730 \mu\text{m} = 1,730 \times 10^{-4} \text{ cm}$$

$$D \text{ membran} = 4,6 \text{ cm}$$

$$A \text{ membran} = 16,619 \text{ cm}^2$$

$$V = 1 \text{ mL}$$

$$\text{Waktu rata-rata (t) CO}_2 = 101,24 \text{ s}$$

$$\text{Waktu rata-rata (t) CH}_4 = 353,33 \text{ s}$$

Kondisi Percobaan (1) :

$$\text{Tekanan atmosfer} = 1 \text{ atm}$$

$$\text{Suhu} = 30^\circ\text{C}$$

$$= 30 + 273 = 303 \text{ K}$$

Kondisi STP (1) :

$$\text{Tekanan} = 1 \text{ atm}$$

$$\text{Suhu} = 0^\circ\text{C}$$

$$= 0 + 273 = 273 \text{ K}$$

Konversi volume gas permeat ke volume pada kondisi STP

Persamaan gas ideal :

$$\frac{P_1 V_1}{n_1 R T_1} = \frac{P_2 V_2}{n_2 R T_2} \text{ karena } n_1 = n_2, P_1 = P_2, R \text{ konstan}$$

maka persamaan menjadi :

$$\frac{V_1}{T_1} = \frac{V_2}{T_2}$$

$$V_2 = V_1 \times \frac{T_2}{T_1}$$

$$V_2 = 1 \text{ mL} \times \frac{273}{303}$$

$$V_2 = 0,9009 \text{ mL} = 0,9009 \text{ cm}^3$$

Perhitungan Permeabilitas :

$$P_{CO_2} = \left( \frac{Q \times 1}{\Delta P \times A} \right)$$

$$P_{CO_2} = \left( \frac{V \times 1}{t \times \Delta P \times A} \right)$$

$$P_{CO_2} = \left( \frac{0,9009 \text{ cm}^3 \times 1,73 \times 10^{-4} \text{ cm}}{101,24 \text{ s} \times 75,002 \text{ cmHg} \times 16,619 \text{ cm}^2} \right)$$

$$P_{CO_2} = 1,235 \cdot 10^{-9} \frac{cm^3(STP)cm}{s.cmHg.cm^2}$$

$$P_{CO_2} = 12,350 \text{ Barrer}$$

$$P_{CH_4} = \left( \frac{Q \times l}{\Delta P \times A} \right)$$

$$P_{CH_4} = \left( \frac{V \times l}{t \times \Delta P \times A} \right)$$

$$P_{CH_4} = \left( \frac{0,9009 \text{ cm}^3 \times 1,73 \times 10^{-4} \text{ cm}}{353,33 \text{ s} \times 75,002 \text{ cmHg} \times 16,619 \text{ cm}^2} \right)$$

$$P_{CH_4} = 3,541 \cdot 10^{-10} \frac{cm^3(STP)cm}{s.cmHg.cm^2}$$

$$P_{CH_4} = 3,541 \text{ Barrer}$$

Perhitungan Selektivitas :

$$\alpha = \frac{CO_2}{CH_4} = \frac{12,35 \text{ Barrer}}{3,541 \text{ Barrer}} = 3,490$$

### Membran BTDA-TDI/MDI (P84)/C-Z0,3

Diketahui:

$$\Delta P = 1 \text{ bar} = 1 \text{ bar} \times 75,0025 \text{ cmHg/bar} = 75,0025 \text{ cmHg}$$

$$T = 30^\circ C = 30 + 273 = 303 \text{ K}$$

$$\text{Tebal membran (l)} = 1,381 \mu\text{m} = 1,381 \times 10^{-4} \text{ cm}$$

$$D \text{ membran} = 4,6 \text{ cm}$$

$$A \text{ membran} = 16,619 \text{ cm}^2$$

$$V = 1 \text{ mL}$$

$$\text{Waktu rata-rata (t)} CO_2 = 78,80 \text{ s}$$

$$\text{Waktu rata-rata (t)} CH_4 = 165,69 \text{ s}$$

Kondisi Percobaan (1) :

$$\text{Tekanan atmosfer} = 1 \text{ atm}$$

$$\text{Suhu} = 30^\circ C$$

$$= 30 + 273 = 303 \text{ K}$$

Kondisi STP (1) :

$$\text{Tekanan} = 1 \text{ atm}$$

$$\text{Suhu} = 0^\circ C$$

$$= 0 + 273 = 273 \text{ K}$$

Konversi volume gas permeat ke volume pada kondisi STP

Persamaan gas ideal :

$$\frac{P_1 V_1}{n_1 R T_1} = \frac{P_2 V_2}{n_2 R T_2} \text{ karena } n_1 = n_2, P_1 = P_2, R \text{ konstan}$$

maka persamaan menjadi :

$$\frac{V_1}{T_1} = \frac{V_2}{T_2}$$

$$V_2 = V_1 \times \frac{T_2}{T_1}$$

$$V_2 = 1 \text{ mL} \times \frac{273}{303}$$

$$V_2 = 0,9009 \text{ mL} = 0,9009 \text{ cm}^3$$

Perhitungan Permeabilitas :

$$P_{CO_2} = \left( \frac{Q \times l}{\Delta P \times A} \right)$$

$$P_{CO_2} = \left( \frac{V \times l}{t \times \Delta P \times A} \right)$$

$$P_{CO_2} = \left( \frac{0,9009 \text{ cm}^3 \times 1,381 \times 10^{-4} \text{ cm}}{78,80 \text{ s} \times 75,002 \text{ cmHg} \times 16,619 \text{ cm}^2} \right)$$

$$P_{CO_2} = 1,267 \cdot 10^{-9} \frac{\text{cm}^3(\text{STP})\text{cm}}{\text{s.cmHg.cm}^2}$$

$$P_{CO_2} = 12,670 \text{ Barrer}$$

$$P_{CH_4} = \left( \frac{Q \times l}{\Delta P \times A} \right)$$

$$P_{CH_4} = \left( \frac{V \times l}{t \times \Delta P \times A} \right)$$

$$P_{CH_4} = \left( \frac{0,9009 \text{ cm}^3 \times 1,381 \times 10^{-4} \text{ cm}}{165,69 \text{ s} \times 75,002 \text{ cmHg} \times 16,619 \text{ cm}^2} \right)$$

$$P_{CH_4} = 6,027 \cdot 10^{-10} \frac{\text{cm}^3(\text{STP})\text{cm}}{\text{s.cmHg.cm}^2}$$

$$P_{CH_4} = 6,027 \text{ Barrer}$$

Perhitungan Selektivitas :

$$\alpha = \frac{CO_2}{CH_4} = \frac{12,670 \text{ Barrer}}{6,027 \text{ Barrer}} = 2,103$$

### Membran BTDA-TDI/MDI (P84)/C-Z0,4

Diketahui:

$$\Delta P = 1 \text{ bar} = 1 \text{ bar} \times 75,0025 \text{ cmHg/bar} = 75,0025 \text{ cmHg}$$

$$T = 30^\circ C = 30 + 273 = 303 \text{ K}$$

$$\text{Tebal membran } (l) = 1,056 \mu\text{m} = 1,056 \times 10^{-4} \text{ cm}$$

$$D \text{ membran} = 4,6 \text{ cm}$$

$$A \text{ membran} = 16,619 \text{ cm}^2$$

$$V = 1 \text{ mL}$$

$$\text{Waktu rata-rata (t) CO}_2 = 55,181 \text{ s}$$

$$\text{Waktu rata-rata (t) CH}_4 = 60,196 \text{ s}$$

Kondisi Percobaan (1) :

Tekanan atmosfer = 1 atm

Suhu = 30°C

$$= 30 + 273 = 303 \text{ K}$$

Kondisi STP (1) :

Tekanan = 1 atm

Suhu = 0°C

$$= 0 + 273 = 273 \text{ K}$$

Konversi volume gas permeat ke volume pada kondisi STP

Persamaan gas ideal :

$$\frac{P_1 V_1}{n_1 R T_1} = \frac{P_2 V_2}{n_2 R T_2} \text{ karena } n_1 = n_2, P_1 = P_2, R \text{ konstan}$$

maka persamaan menjadi :

$$\frac{V_1}{T_1} = \frac{V_2}{T_2}$$

$$V_2 = V_1 \times \frac{T_2}{T_1}$$

$$V_2 = 1 \text{ mL} \times \frac{273}{303}$$

$$V_2 = 0,9009 \text{ mL} = 0,9009 \text{ cm}^3$$

Perhitungan Permeabilitas :

$$P_{CO_2} = \left( \frac{Q \times l}{\Delta P \times A} \right)$$

$$P_{CO_2} = \left( \frac{V \times l}{t \times \Delta P \times A} \right)$$

$$P_{CO_2} = \left( \frac{0,9009 \text{ cm}^3 \times 1,056 \times 10^{-4} \text{ cm}}{55,181 \text{ s} \times 75,002 \text{ cmHg} \times 16,619 \text{ cm}^2} \right)$$

$$P_{CO_2} = 1,384 \cdot 10^{-9} \frac{\text{cm}^3(\text{STP})\text{cm}}{\text{s.cmHg.cm}^2}$$

$$P_{CO_2} = 13,84 \text{ Barrer}$$

$$P_{CH_4} = \left( \frac{Q \times l}{\Delta P \times A} \right)$$

$$P_{CH_4} = \left( \frac{V \times l}{t \times \Delta P \times A} \right)$$

$$P_{CH_4} = \left( \frac{0,9009 \text{ cm}^3 \times 1,056 \times 10^{-4} \text{ cm}}{60,196 \text{ s} \times 75,002 \text{ cmHg} \times 16,619 \text{ cm}^2} \right)$$

$$P_{CH_4} = 1,268 \cdot 10^{-9} \frac{\text{cm}^3(\text{STP})\text{cm}}{\text{s.cmHg.cm}^2}$$

$$P_{CH_4} = 12,68 \text{ Barrer}$$

Perhitungan Selektivitas :

$$\alpha = \frac{CO_2}{CH_4} = \frac{13,840 \text{ Barrer}}{12,680 \text{ Barrer}} = 1,091$$

*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*

## **BIODATA PENULIS**



Penulis bernama Retno Puji Rahayu, dilahirkan di Tulungagung, 18 Agustus 1994. Penulis merupakan anak pertama dari dua bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan di SDN 1 Karangrejo (2001-2006), SMPN 2 Tulungagung (2007-2010), dan SMAN 1 Kedungwaru (2011-2013). Penulis diterima di jurusan kimia FMIPA-ITS melalui jalur SNMPTN undangan pada tahun 2013 dan terdaftar dengan NRP 1413 100 005. Selama menempuh pendidikan penulis pernah melakukan kerja prakter di PT Garam (Persero). Penulis mengambil bidang minat Kimia Material dan Energi di bawah bimbingan Nurul Widiastuti, Ph. D.

Penulis dapat dihubungi melalui:

Email: [retnopujirahayu8@gmail.com](mailto:retnopujirahayu8@gmail.com)

Nomor Telepon: (+62) 89521786949

*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*