FABRIKASI PENYANGGA MEMBRAN KERAMIK LORONG JAMAK BERBAHAN ALUMINA-KAOLIN UNTUK MIKROFILTRASI

*Fabrication Support Membrane Ceramics Kaolin Alumina
For Microfiltration*

Ria Julyana Manullang^{*)}, Dede Taufik^{*)}, Karlina Noordiningsih^{*)} dan Hernawan^{*)}

^{*)}kontributor utama

Balai Besar Keramik
Jl. Ahmad Yani no. 392 Bandung

e-mail: ria_julyana@yahoo.com

Naskah masuk: 2 Desember 2019, Revisi: 5 Februari 2020, Diterima: 17 Februari 2020

ABSTRAK

Fabrikasi penyangga membran lorong jamak untuk miktofiltrasi dengan bahan alumina dan kaolin menggunakan metode ekstrusi telah dilakukan. Bahan utama yang digunakan adalah alumina dan kaolin dengan menambahkan bahan imbuhan seperti CMC (*Carboxymethyl cellulose*), metosel, *corn starch* dan aquades untuk menghasilkan massa keramik plastis. Pengujian keplastisan dilakukan sebagai petunjuk awal dilakukannya proses ekstrusi. Geometri sepanjang cetakan merupakan salah satu faktor penting dalam fabrikasi penyangga membran. Hasil difraksi sinar X untuk komposisi alumina 55% dan kaolin 45% menunjukkan mulai ada perubahan mineralogi pada suhu pembakaran 1250 °C. Hasil uji SEM menunjukkan adanya orientasi butiran pada arah tertentu akibat proses ekstrusi. Diameter pori berada pada rentang 6,5 mikron hingga 12 mikron. Pori yang terbentuk berasal dari *poreformer* (*starch*) yang terbakar.

Kata Kunci: penyangga membran, lorong jamak, ekstrusi, alumina, kaolin

ABSTRACT

The fabrication of multichannel membrane supports for microfiltration using alumina and kaolin materials by the extrusion method has been done. The main materials used are alumina and kaolin by adding additive materials such as CMC (*Carboxymethyl cellulose*), methocel, *corn starch* and aquadest to produce plastic ceramic masses. Plasticity testing was done as an initial guide to the extrusion process. Geometry along the mold is one of the important factors in the fabrication of membrane supports. The results of X-ray diffraction for 55% alumina composition and 45% kaolin showed mineralogic changes starting at a firing temperature of 1250 °C. SEM results showed the orientation of the grains in a certain direction due to the

extrusion process. The pore diameter is in the range of 6.5 microns to 12 microns. The formed pore originates from a burned poreformer (starch).

Keywords: *membrane support, multichannel, extrusion, alumina, kaolin*

I. PENDAHULUAN

Penggunaan membran sebagai alat pemisah yang selektif telah banyak diaplikasikan di industri. Menurut *Global Market Insight* membran keramik memiliki potensi pasar yang baik di masa depan. Hal ini karena membran keramik memiliki beberapa kelebihan dibandingkan membran polimer ataupun logam, antara lain mampu bertahan pada suhu relatif tinggi, mampu bertahan pada kondisi lingkungan asam/basa yang tinggi, memiliki kuat mekanis tinggi, ketahanan abrasi. Berdasarkan studi oleh institusi yang sama pertumbuhan permintaan pasar antara 2015 dan 2020 mencapai 11,7% pertahun dan diproyeksikan mencapai USD \$ 5.1 milyar sebelum tahun 2020 dengan ASEAN menjadi pasar yang menjanjikan [1].

Membran keramik telah banyak dimanfaatkan oleh industri makanan dan minuman [2-6], industri farmasi [7-8], industri pengolahan air dan air limbah [9]. Aplikasi membran keramik yang terbesar sementara ini adalah

pada industri pengolahan air dan air buangan (pada 2014 lebih dari 55%), diikuti industri farmasi dengan kecenderungan yang terus meningkat. Aplikasi di industri makanan dan minuman diramalkan juga akan berkembang secara signifikan, seperti untuk sterilisasi susu dan *whey*, penjernihan jus buah dan bir, pemisahan dan fraksinasi *ingredient* susu, pemekatan jus, penghilangan air produk, pemurnian air minum, desalinasi *whey*. Kebutuhan membran untuk industri di Indonesia masih mengandalkan produk membran dari luar negeri karena belum adanya industri dalam negeri yang memproduksi membran keramik. Hal ini sangat disayangkan mengingat Indonesia memiliki sumber bahan baku seperti kaolin yang dapat digunakan untuk pembuatan membran.

Di pasaran bentuk membran keramik bervariasi seperti cakram, lembaran dan tubular. Bentuk tubular dapat berupa lorong tunggal atau lorong jamak [10]. Bentuk membran

lorong jamak memiliki luas permukaan untuk pemisahan lebih besar dibandingkan dengan membran lorong tunggal. Membran lorong jamak biasanya berbentuk asimetrik yang tersusun dari beberapa lapisan seperti lapisan penyangga dan lapisan tipis [11]. Lapisan tipis berfungsi sebagai pemisah dan lapisan penyangga berfungsi untuk memberikan kuat mekanik pada sistem membran.

Sebagian besar penyangga membran keramik komersil terbuat dari alumina dengan ukuran pori sebesar 20 – 40 μm . Biaya produksi dengan menggunakan bahan alumina cukup mahal. Untuk menurunkan biaya produksi digunakan bahan baku yang lebih murah dan mampu menurunkan suhu pembakaran [11-16]. Beberapa penelitian mengarahkan pada pemanfaatan mineral alam atau setidaknya mengurangi bahan sintesis dengan menambahkan bahan yang lebih murah seperti bahan alam kaolin [16]. Harga kaolin jauh lebih murah daripada alumina. Suhu kematangan kaolin yang berkisar pada suhu pembakaran 1250°C memberikan keuntungan berupa penghematan energi.

Metode yang memungkinkan digunakan untuk proses pembentukan

penyangga membran bentuk lorong jamak adalah metode ekstrusi dengan massa berbentuk pasta. Pada penelitian ini telah dilakukan pembuatan membran keramik lorong jamak menggunakan bahan alumina dan kaolin dari Belitung dengan metode ekstrusi. Pengaturan plastisitas massa dilakukan untuk mendapatkan karakteristik massa yang dapat dibentuk secara ekstrusi.

II. METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian dilakukan di laboratorium Balai Besar Keramik Bandung menggunakan bahan utama berupa alumina dan kaolin serta penambahan bahan aditif *CMC* sebagai *plastisizer*, metosel sebagai *binder*, dan *corn starch* sebagai pembentuk pori (*poreformer*). Alumina yang digunakan berasal dari produk Alteo dengan spesifikasi untuk pembuatan keramik *porous* (AC 34), ukuran partikel $D_{50} = 5,5 \mu\text{m}$. Kaolin yang digunakan berasal dari Belitung dengan ukuran partikel lolos ayakan 200 mesh. Bahan imbuhan merupakan serbuk yang sebelum pengerjaan dilarutkan dahulu di dalam air. Air yang digunakan merupakan air demineral (*aquadest*) untuk menghindari masuknya pengotor dalam proses yang dapat

mengganggu kinerja imbuhan dan juga mutu produk akhir.

Secara garis besar, pembuatan penyangga membran keramik lorong jamak digambarkan secara skematis pada Gambar 1.

Gambar 1. Proses Pembentukan penyangga membran keramik dengan proses ekstrusi

Bahan imbuhan dilarutkan ke dalam air dan diaduk hingga terlarut. Larutan tersebut selanjutnya dicampurkan pada campuran tepung alumina dengan kaolin sehingga terbentuk pasta. Pasta dihomogenisasi dengan pengulekan menggunakan *extruder* dan apabila telah homogen dan *ekstrudable*, selanjutnya diperam selama 12 jam untuk mendapatkan massa yang benar-benar homogen.

Sebagian campuran diuji keplastisan dan konsistensinya dengan uji *Pfefferkorn*.

Pembentukan dilakukan dengan melewati pasta pada *die* yang didesain sedemikian rupa sehingga produk yang dihasilkan berbentuk silinder dengan beberapa lorong di dalamnya. Produk mentah harus bebas retak (*crack free*). Produk retak akan analisa dan diverifikasi serta evaluasi untuk mengidentifikasi penyebabnya. Faktor-faktor penyebab yang signifikan akan mendapatkan prioritas penyelesaian. Identifikasi dilakukan dengan salah satu variabel parameter dibuat tetap sementara lainnya divariasikan. Faktor tersebut telah ditetapkan secara umum yakni komposisi, kadar bahan imbuhan, kadar air pembentuk, pengeringan, konfigurasi *die*, dan parameter operasional alat.

Produk hasil ekstruksi selanjutnya dikeringkan alami dan diamati apakah terjadi keretakan selama proses pengeringan. Selanjutnya produk kering dibakar di dalam tungku untuk berbagai suhu di atas 950 °C. Hasil bakaran diamati ada tidaknya keretakan atau penjarangan keretakan. Analisis X-RD (*X-Ray Diffraction*) dan SEM (*Scanning Electron Microscope*) dilakukan untuk mengetahui mineral

yang terbentuk dan morfologi dari membran keramik. Produk akhir yang bebas retak selanjutnya akan disiapkan untuk proses pelapisan pada kegiatan penelitian dan pengembangan berikutnya.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Rancangan Komposisi dan Hasil Uji *Pfefferkorn*

Alumina digunakan adalah produk Alteo sementara kaolin Belitung digunakan berupa tepung lolos 200 mesh dengan komposisi kimia sebagaimana Tabel 1.

Tabel 1 Komposisi oksida kaolin Belitung

Oksida	Persen Berat
SiO ₂	54,14
Al ₂ O ₃	24,62
MgO	0,30
CaO	0,67
Fe ₂ O ₃	0,75
TiO ₂	0,15
K ₂ O	0,63
Na ₂ O	0,43
HP	13,31

Komposisi dirancang dengan basis perhitungan 100 kg Kaolin. Kaolin mengandung 54,14% berat silika dan 24,62% berat alumina ini adalah kadar silika & alumina pada lempung kaolin murni. Silika bebas ini harus

direaksikan dengan alumina untuk menghasilkan mulit sehingga perlu ditambahkan alumina dengan perbandingan tertentu.

Karakteristik rheologi pasta merupakan salah satu parameter penting yang harus diperhatikan dalam proses ekstruksi. Uji plastisitas menggunakan uji *Pfefferkorn* dilakukan untuk mengukur kemungkinan massa pasta dapat dibentuk secara ekstruksi dengan hasil tercantum pada Tabel 4.2.

Hasil uji menunjukkan untuk komposisi berat kaolin terhadap berat alumina 45:55 mengalami retak sementara dua komposisi lainnya tidak mengalami. Berdasarkan angka keplastisan, komposisi berat kaolin terhadap berat alumina 55 : 45 dipilih untuk dikembangkan pada penelitian pembuatan membran.

Tabel 2. Nilai keplastisan untuk beberapa komposisi

Komposisi	Persen air pembentukan	Angka plastis
Kaolin/Alumina 55/45	36,25	2,35
	36,38	2,67
	37,45	3,08
Kaolin/Alumina 45/55	38,06	3,08
	37,96	2,50
	35,58	2,11
Kaolin/Alumina/ Clay 45/50/5	36,48	1,82
	37,08	1,90
	37,90	2,22

3.2 Proses Ekstrusi

Komposisi massa yang ditentukan berdasarkan hasil uji *Pfefferkorn* selanjutnya dimasukkan ke dalam *extruder* untuk proses ekstrusi. Hasil awal menunjukkan produk hasil ekstrusi selalu retak. Pengubahan bahan imbuhan tidak memberikan hasil yang memuaskan. Pemecahan masalah selanjutnya difokuskan pada modifikasi geometri membran. Analisis dan bahasan untuk menyelesaikan mencakup sistem, geometri awal dan usulan modifikasi geometri cetakan (*die*). Gambar 2 menunjukkan bagian dari *extruder*, pembentuk silinder, pembentuk lorong jamak. Analisis awal akan dipusatkan pada bagian pembentuk silinder yang di dalamnya dipasang pembentuk lorong jamak.

Gambar 2. Bagian dari *extruder*, pembentuk silinder dan pembentuk lorong jamak

L_1 , L_2 dan L_3 merupakan pelat baja yang berfungsi untuk pemegang batang

silinder pejal, yang dipasang secara konsentris. Pelat L_1 , L_2 dan L_3 menyebabkan pembagian aliran massa plastis yang mengalir ke dalam silinder.

Modifikasi awal dalam rangka menghindari retak adalah membuat pelat penopang setipis mungkin untuk mengurangi tahanan, menghindari terjadinya laminasi, dan memaksimalkan volum massa masuk ke bagian pembentuk silinder. Namun hasil modifikasi tersebut tidak memuaskan yaitu produk retak baik secara radial, tangensial maupun aksial. Produk yang retak disajikan dalam Gambar 3.

Gambar 3. Retak arah radial dan tangensial

Penyebab terjadinya retak pada arah tangensial dan radial yang diikuti aksial berkaitan dengan pelat sesuai Gambar 4. Retak masih terjadi meskipun komposisi massa telah diubah untuk mengubah plastisitas. Hal ini mengindikasikan plastisitas massa

bukan faktor signifikan. Analisis mengarah pada faktor geometri cetakan. Meski diameter mulut pembentuk silinder (D_4) dibuat lebih kecil daripada diameter bagian dalam silinder (D_3) ternyata tidak dapat menyatu kembali belahan massa ketika keluar mulut cetakan.

Berdasarkan analisis lebih lanjut berkaitan dengan arah retakan maka dilakukan modifikasi sepanjang cetakan. Modifikasi dimensi geometri sepanjang cetakan dengan mengubah diameter $D_2 < D_3$ menjadi $D_2 = D_3$ dan $D_2 > D_3$ sebagaimana dengan Gambar 5 dan Gambar 6.

Hasil percobaan pembentukan modifikasi geometri diameter dengan mengubah $D_2 = D_3$ menghasilkan produk penyangga membran tanpa retak, sehingga disimpulkan bahwa terjadinya retakan akibat dari ukuran geometri di dalam cetakan yaitu $D_2 < D_3$. Dengan diameter $D_2 = D_3$, pergerakan massa ke arah radial dan tangensial untuk memenuhi isi cetakan dapat dicegah agar tidak menyebabkan laminasi yang menjadi awal retakan tidak saja arah radial dan tangensial tetapi juga arah aksial (memanjang arah aliran).

Gambar 4. Geometri cetakan dan retakan produk

Gambar 5. Geometri cetakan $D_2 = D_3$ dan produk

Gambar 6. Geometri cetakan $D_2 > D_3$ dan produk

3.3 Proses Pengeringan dan Pembakaran

Penyangga membran menunjukkan bentuk relatif tidak berubah dan tidak terlihat retakan, dari bentuk mentah, kering hingga hasil bakarannya. Hal ini mengindikasikan bahwa tidak terjadi retakan awal yang seringkali merambat ketika dilakukan proses berikutnya akibat perubahan dimensi yang menghasilkan stress di dalam produk. Ekstruksi menghasilkan orientasi butiran yang seragam dengan luas permukaan butiran searah aliran, sehingga menjadikan

arah perubahan dimensi lebih teratur dan homogen. Dengan demikian, retakan yang terjadi akibat perubahan dimensi dapat diakomodasi sehingga tidak terjadi tegangan lokal yang berlebihan yang akan berujung pada pembentukan retakan awal. Produk penyangga membrane keramik hasil pembakaran 950 dan 1250 °C dapat dilihat pada Gambar 7.

Gambar 7. Prototip penyangga membran hasil pembakaran (a) 950°C; (b) 1250°C

3.4 Hasil Uji XRD dan SEM

Difraksi X-ray menunjukkan muncul puncak mulit sementara puncak kaolin menghilang pada suhu 1250 °C (Gambar 8). Silika yang berasal dari bahan baku maupun dari dekomposisi kaolin tidak teramati pada difraktogram tersebut karena kemungkinan kadar silika sangat rendah atau silika bereaksi dengan bahan fluks membentuk fasa gelas.

Gambar 9 menunjukkan morfologi hasil SEM (*Scanning electron microscope*) yang secara jelas berbeda untuk suhu pembakaran 1250 °C, 1050 °C dan 950 °C . Struktur hasil bakaran 1250 °C seolah membentuk jaring kontinyu dengan pori. Pori yang terbentuk berasal dari *poreformer (starch)* yang terbakar. Diameter pori berada pada rentang 6,5 mikron hingga 12 mikron.

Gambar 8. Hasil difraksi sinar X dari campuran 55% Alumina – 45% Kaolin pada berbagai suhu

Measuremet Length Result

Gambar 11. Hasil SEM dari Produk bakar (a) 950 °C, (b) 1050 °C, (c) 1250 °C

Ukuran rata-rata pori relatif sama untuk berbagai suhu namun terlihat terjadinya sedikit pengurangan ukuran pori dengan meningkatnya suhu pembakaran. Retakan di sekitar pori tidak tampak. Hal ini mengindikasikan tekanan yang timbul disebabkan oleh dekomposisi *poreformer* dapat diakomodir sehingga tidak menyebabkan eksese tekanan yang dapat mengakibatkan retakan.

IV. KESIMPULAN

Pengujian plastisitas dengan *Pfefferkorn* dapat digunakan untuk optimasi keplastisan dan sebagai penunjuk awal fabrikasi penyangga membran keramik bentuk lorong jamak dengan cara ekstruksi. Geometri

sepanjang cetakan menjadi salah satu yang menentukan keberhasilan fabrikasi penyangga membran. Diameter yang sama pada sepanjang cetakan pembentuk lorong jamak menghasilkan produk mentah tanpa retak. Produk cetakan yang tanpa retak menghasilkan produk pengeringan dan pembakaran tanpa retak (*free cracks*). Hasil difraksi sinar X untuk komposisi alumina 55% dan kaolin 45% menunjukkan mulai ada perubahan mineralogi pada suhu pembakaran 1250 °C. Hasil SEM menunjukkan adanya orientasi butiran pada arah tertentu akibat proses ekstruksi, terbentuknya pori dengan diameter rata-rata 6,5 hingga 12 mikron akibat aditif (*starch*) yang terpirolisis.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Global Insight Market, Ceramic Membrane Market Size, Industry Analysis Report, Regional Outlook(U.S., Canada, Germany, UK, France, Spain, Italy, Japan, India, China, Australia, Brazil, Mexico, Saudi Arabia, South Africa), *Application Development Potential, Price Trends, Competitive Market Share & Forecast*, 2018 – 2025
- [2] Dhineshkumar V, Ramasamy D Review on membrane technology applications in food and dairy processing, *Journal of Applied Biotechnology & Bioengineering*, Volume 3 Issue 5 , (2017)
- [3] Daniele Mancinelli and Cynthia Hallé, Nano-Filtration and Ultra-Filtration Ceramic Membranes for Food Processing: A Mini Review, *J Membra Sci Technol*, 5:2, (2015)
- [4] Andrea Hinkova, Zdenek Bubní'k, Pavel Kadlec, Jaroslav Pridal, Potentials of separation membranes in the sugar industry, *Separation and Purification Technology* 26 , 101–110, (2002)
- [5] Zita Šereš, Julianna Gyura, Mirjana Djurić, Gyula Vatai, Matild Eszterle, The Application of Membrane Separation Processes as Environmental Friendly Methods in the Beet Sugar Production, *Environmental Technologies: New Developments*
- [6] Priscilla dos Santos Gaschi, Paola dos Santos Gaschi, Sueli Tereza Davantel de Barros and Nehemias Curvelo Pereira, Pretreatment with ceramic membrane microfiltration in the clarification process of sugarcane juice by ultrafiltration, *Acta Scientiarum. Technology Maringá*, vol. 36, no 2, 303-336, (2014)
- [7] Stefan Duscher, Ceramic Membranes in Chemical and Pharmaceutical Applications, *Ceramic Applications* 1 (2013)
- [8] Manohar, Characterization and Development of Membran, *International Journal of Modern Engineering Research (IJMER)* Vol.2, Issue.4, 1492-1506, (2012)
- [9] Seyed Mohsen Samaei, Shirley Gato-Trinidad, Ali Altaee, The Application Of Pressure-Driven Ceramic Membrane Technology For The Treatment Of Industrial Wastewaters – A Review, *Separation and Purification*

- Technology*, Vol 200, 198-220, (2018)
- [10] Sh. K. Amin, H. A. M. Abdallah, M. H. Roushdy S. A. El-Sherbiny, An Overview of Production and Development of Ceramic Membranes, *International Journal of Applied Engineering Research* Vol11, No. 12, 7708-7721, (2016)
- [11] Peng Wua, Yuezhong Xua , Zhenxing Huangb and Jiachao Zhang. A Review Of Preparation Techniques Of Porous Ceramic Membranes, *Journal of Ceramic Processing Research*. Vol. 16, No. 1, 102-106, (2015)
- [12] F. Bouzeraraa, A. Harabib, S. Condomc, Porous Ceramic Membranes Prepared From Kaolin, *Desalination and Water Treatment*, 12, 415–419 , (2009)
- [13] Purushotaman Monash, Gobat Pugazenthi, Pichiah Saravanan, Various Fabrication Methods Of Porous Ceramic Supports For Membrane Application, *Degruyter*, *Rev Chem Eng* 29(5), 357-383 (2013)
- [14] Pengmeng Fana, B, Kunfan Zhenb, Zhongyang Zanc, Zhang Chaob, Zhang Jianb, Junzhang Yun, A Preparation And Development Of Porous Ceramic Membrane Supports Fabricated By Extrusion Technique, *Chemical Engineering transactions*, Vol. 55, (2016)
- [15] Charusporn Mongkolkachit, Suda Wanakitti and Pavadee Aungkavattana, Investigation of Extruded Porous Alumina for High Temperature Construction, *Journal of Metals, Materials and Minerals*, Vol.20 No.3, 123-125, (2010)
- [16] Sandeep Sarkara, Sibdas Bandyopadhyaya, Andre Larbot, Sophie Cerneaux, New Clay–Alumina Porous Capillary Supports For Filtration Application, *Journal of Membrane Science*, 130– 136 (2012)