

## EFFECT OF DUAL CATALYST ADDITION IN SILICA-CARBON XEROGEL AS ORGANO SILICA MEMBRANES COATING MATERIALS

Muthia Elma\*, Adhe Paramita, Anna Sumardi

<sup>1</sup>Program Studi Teknik Kimia Universitas Lambung Mangkurat  
Jl. A. Yani Km. 36, Banjarbaru, Kalimantan Selatan 70714 Indonesia

\*E-mail corresponding author: melma@ulm.ac.id

ARTICLE INFO	ABSTRACT
<p>Article history: Received: 01-09-2018 Received in revised form: 17-09-2018 Accepted: 27-09-2018 Published: 07-10-2018</p> <p>Keywords: Ammonia Citric acid Silica-carbon thin film Xerogel</p>	<p>Sol-gel process is a process of polymerization of chemical compounds (precursor) through hydrolysis and condensation in solution at low temperature. The pH precursor value can affect the solubility of the precursor and the soluble ion ratio of the ion. Fundamentally a sol solution having a pH at &gt;7 would have a macroscopic morphology whereas at pH &lt;7 has microscopic morphology. The purpose of this study was to determine the optimum conditions of the thin film produced from the sol-gel process to later be applied as a coating on the organo-silica membrane for saltwater desalination process. The method used in this research is sol-gel using two catalyst (base and organic acid), with ratio 1 : 38 : X : 5 : Y (molar ratio). X:Y is citric acid (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>):ammonia(NH<sub>3</sub>). Comparison molar ratio of citric acid : ammonia are 0.01 : (0.01; 0.0015; 0.001) and 0.001 : (0.01; 0.0015; 0.001) at 0°C. It will be characterized using FTIR test. The results of this study showed that the lower the molar catalyst ratio of citric acid, it be the higher the pH and the larger the pore size. In samples yielding a pH ranging from 5,32-8,56. At pH acid produces silanol (2.0) and siloxane (7.4) while at alkaline pH produces silanol (1.7) and siloxane (6.2). So, the optimum sols as the thin films produced are pH 6.0 which has silanol (1.0) and siloxane (4.7). The optimum xerogel calcination is present at 175°C condensation temperature, it's because of the remaining carbon bond content of silica carbon structure C=C-H (alkena) at peak 3750cm<sup>-1</sup>. Carbon bonds on the membrane can make the membrane stable.</p>

### PENGARUH PENAMBAHAN DUAL KATALIS PADA SILICA-CARBON XEROGEL SEBAGAI MATERIAL PELAPIS ORGANO SILICA MEMBRANES

**Abstrak-** Proses sol-gel adalah proses polimerisasi senyawa kimia (precursor) melalui reaksi hidrolisis dan kondensasi dalam larutan pada suhu rendah. Nilai pH mempengaruhi daya larut precursor dan rasio konfigurasi ion yang dapat larut dan mengendap. Secara fundamental larutan sol yang memiliki pH > 7 akan memiliki morfologi makroskopik sedangkan pH < 7 memiliki morfologi mikroskopik. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk menentukan kondisi optimum dari thin film yang dihasilkan dari proses sol-gel yang nantinya bisa diaplikasikan sebagai pelapis pada membrane organo-silica untuk proses desalinasi air asin. Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah sol-gel menggunakan dua katalis (basa dan asam organik), dengan perbandingan 1:38:X:5:Y (molar rasio). Dimana X:Y adalah asam sitrat (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>):ammonia (NH<sub>3</sub>). Perbandingan molar rasio katalis asam sitrat:ammonia yaitu 0.01 : (0.01; 0.0015; 0.001) dan 0.001 : (0.01; 0.0015; 0.001) dengan suhu proses 0°C. Hasilnya dikarakterisasi menggunakan uji FTIR. Hasil penelitian ini menunjukkan semakin rendah katalis molar rasio asam sitrat maka pH yang didapatkan semakin tinggi dan ukuran pori-pori semakin besar. Sampel menghasilkan pH berkisar 5,32-8,56. Pada pH asam menghasilkan silanol (2.0) dan siloxane (7.4) sedangkan pada pH basa menghasilkan silanol (1.7) dan siloxane (6.2). Jadi, sols optimum sebagai thin film yang dihasilkan adalah pada pH 6.0 yang memiliki silanol (1.0) dan siloxane (4.7) dengan kalsinasi xerogel yang optimum terdapat pada suhu kalsinasi 175°C, karena adanya kandungan ikatan karbon yaitu struktur C=C-H (alkena) pada peak 3750cm<sup>-1</sup>. Ikatan karbon pada membran dapat membuat membran stabil.

**Kata kunci:** ammonia, citric acid, silica-carbon thin film, xerogel

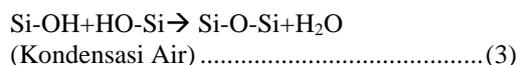
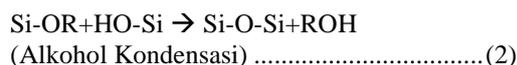
## PENDAHULUAN

Lapisan tipis atau *thin film* merupakan lapisan yang digunakan untuk melapisi permukaan membran. *Thin film* didapatkan dari sol yang dilapiskan pada substrat dengan menggunakan berbagai metode sehingga didapatkan lapisan dengan ketebalan yang rendah dan kehomogenan yang tinggi. Sol ini diperoleh dengan menggunakan salah satu metode seperti proses sol-gel. Proses sol-gel adalah proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah, dalam proses tersebut terjadi perubahan fase dari suspensi koloid (sol) membentuk fase cair kontinu (gel). Tahapan proses sol-gel meliputi hidrolisis, kondensasi, pematangan (*aging*) dan pengeringan (Wiyono, 2015). Katalis yang umum digunakan dalam reaksi pembentukan gel adalah asam-asam anorganik, seperti: HCl, HNO<sub>3</sub> dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Disamping itu, asam-asam organik juga dapat digunakan sebagai katalis pembentukan gel dan sifat fisik gel Menurut (Singh et al., 2011) reaksi hidrolisis dan kondensasi terjadi dengan cepat seiring meningkatnya konsentrasi dari *ammonia*, sehingga nukleasi berlangsung dengan singkat yang berakibatkan ukuran partikel silika relatif lebih besar.

Selama dekade terakhir, perbaikan besar dalam hidrostabilitas membran silika telah dilaporkan dengan pengenalan organik template ke dalam matriks silika (Raman and Brinker, 1995) (Xomeritakis et al., 2003) (Giessler and J.C. Diniz da Costa, 2001) melalui metode sol-gel. Oleh karena itu adanya bagian karbon ke dalam kerangka silika memberikan sifat hidrofobik dan mencegahnya silika terlarut di bawah gangguan hidrolitik. Beberapa kelompok memodifikasi templat karbon silika menggunakan *Pluronic triblock copolymers* (Ladewig et al., 2011) dan surfactants (Duke et al., 2007) (Duke et al.) (Wijaya et al., 2009) (Duke et al., 2006) sebagai membran pengayak molekul dalam desalinasi. Menurut (Elma et al., 2015a) membran yang dibuat dengan menggunakan metode sol gel dengan 2 proses menggunakan *tetraetil orthosilicate* (TEOS) sebagai prekursor silika dan kopolimer triblock dari *Pluronic P123* sebagai templatnya agen menghasilkan membran kualitas tinggi dan stabil selama pengujian hingga 250 jam (Elma et al., 2015a). Salah satu alternatif untuk menghasilkan membrane kualitas dengan adanya ikatan karbon itu maka dibuatlah metode sol gel dengan katalisa citric acid yang menghasilkan ikatan carbon yang di perlukan sehingga biaya yang diperlukan tidak besar.

TEOS merupakan senyawa dengan wujud cairan tidak. Dalam proses sol-gel menggunakan precursor TEOS, melibatkan hidrolisis dan reaksi kondensasi dari alkoksida logam yang akan

membentuk jaringan. Dalam reaksi hidrolisis, kelompok alkoksida (OR, di mana R adalah gugus alkil, C<sub>x</sub>H<sub>2x+1</sub>) diganti dengan kelompok hidroksil (OH). Gugus silanol (Si-OH) yang kemudian terlibat dalam reaksi memproduksi obligasi kondensasi siloxane (Si-O-Si), alkohol (R-OH) dan air. Adapun persamaan dari reaksi hidrolisis (1) dan kondensasi (2) dan (3) sebagai berikut:



Struktur mikro dari lapisan silika ditentukan oleh reaktivitas dan ukuran precursor serta pemilihan yang tepat konsentrasi precursor, air, alkohol dan katalis. Dalam kasus alkoksida silikon, kondisi asam biasanya menghasilkan sols dengan struktur fraktal seperti yang telah terbukti lebih menguntungkan bagi pembentukan silika mikro dengan ukuran pori yang lebih kecil. Sebaliknya, kondisi dasar sebaliknya akan mendukung produksi struktur fraktal bercabang dan atau partikel koloid. Hal ini menyebabkan produksi jaringan dengan ukuran pori yang lebih besar dan umumnya tidak digunakan sebagai membran silika *sieving* molekul (Elma et al., 2012).

## METODE PENELITIAN

### Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan untuk penelitian ini adalah botol *reagen*, *hot plate*, *stirrer*, *oven*, *furnace*, thermometer, pH meter, gelas beker (500 mL dan 250 mL), gelas ukur (250 mL dan 100 mL), botol sampel, pipet, corong, neraca analitik, wadah, statif dan klem. Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah TEOS (*tetra ethyl orthosilicate*), etanol 96%, *citric acid* (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>), akuades dan NH<sub>3</sub> (*ammonia*) dengan perbandingan molar rasio nya yaitu 1 : 38 : X : 5 : Y. X adalah variasi konsentrasi citric acid (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>) dan Y adalah variasi konsentrasi NH<sub>3</sub> (*ammonia*). Perbandingan molarrasio katalis asam organik atau *citric acid:ammonia* yaitu 0.01 : (0.01; 0.0015; 0.001) dan 0.001 : (0.01; 0.0015; 0.001).

### Pembuatan Larutan NH<sub>3</sub>

Larutan ammonia (NH<sub>3</sub>) pekat 25% sebanyak 0,378 mL dilarutkan dengan etanol 50 mL untuk menghasilkan larutan 0,01 N. Kemudian larutan diencerkan dengan etanol dilabu reaksi 250 mL hingga tanda tera. Larutan NH<sub>3</sub> dengan

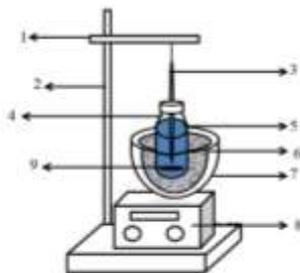
konsentrasi molar rasio 0,01; 0,0015 dan 0,001 yang digunakan sebanyak 141,127 mL. Prosedur diatas diulangi untuk menghasilkan konsentrasi dengan molar rasio  $\text{NH}_3$  0,0015 dan 0,001.

**Pretreatment Prekursor TEOS**

Etanol 96% (Et-OH) sebanyak 20 mL ditambahkan ke dalam botol reagen kemudian didinginkan sampai suhu 0°C. Larutan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 250 rpm selama 5 menit. Selanjutnya TEOS dimasukkan sebanyak 18,66 g ke dalam botol reagen secara perlahan dan diaduk selama 5 menit.

**Pembuatan Sol Gel**

Larutan campuran Et-OH+TEOS yang dilakukan pengadukan selama 5 menit pada suhu proses 0°C ditambahkan *citric acid* ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ ) dan dilakukan proses pengadukan selama 1 jam menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 250 rpm. Setelah 1 jam, larutan ditambahkan larutan *ammonia* ( $\text{NH}_3$ ). Larutan campuran etanol, TEOS, *citric acid* ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ ) dan *ammonia* ( $\text{NH}_3$ ) kemudian direflux selama 2 jam pada suhu 0°C serta dilakukan pengadukan dengan kecepatan 250 rpm. Setelah 2 jam, kemudian dicek pH-nya dengan menggunakan pH meter. *Silica sol* yang dihasilkan dibuat dalam variasi perbandingan molar rasio *citric acid* ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ ) : *ammonia* ( $\text{NH}_3$ ) yaitu 0.01 : (0.01; 0.0015; 0.001) dan 0.001 : (0.01; 0.0015; 0.001) untuk mengetahui karakterisasi *silica sols* yang dihasilkan.



**Gambar 1.** Rangkaian Alat Proses Sol Gel  
Keterangan:

- |                 |                            |
|-----------------|----------------------------|
| 1. Klem         | 6. Es batu                 |
| 2. Statif       | 7. Wadah                   |
| 3. Termometer   | 8. <i>Magnetic Stirrer</i> |
| 4. Botol Reagen | 9. <i>Stirrer</i>          |
| 5. Larutan      |                            |

**Pembuatan Xerogel**

**Tabel 1.** Wavelength peak FTIR (*Fourier Transform Infrared*)

*Silica sol* dioven pada suhu 60°C selama 24 jam sampai terbentuk padatan seperti kaca. Kemudian padatan tersebut digerus sampai menjadi bubuk yang homogen. Bubuk yang homogen kemudian dikalsinasi pada suhu 175°C, 250°C dan 600°C selama 1 jam. Hasil kalsinasi ini kemudian dikarakterisasi dengan uji FTIR.

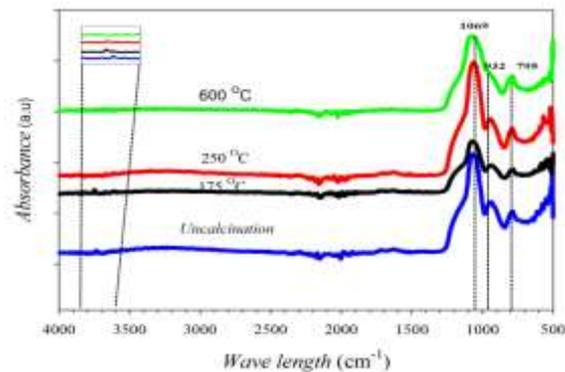
**Karakterisasi Xerogel**

Karakterisasi *silica sol* dilakukan untuk mengetahui sifat fisik dan kimia dari *silica* yang dihasilkan. Karakterisasi yang dilakukan adalah:

- FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) digunakan untuk mengetahui gugus fungsi senyawa.

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

Karakteristik menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) ini merupakan metode yang mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada daerah panjang gelombang tertentu. Uji FTIR ini bertujuan untuk mencari gugus fungsi *siloxane* (Si-O-Si), Silanol (Si-OH) dan *Silica Carbon* (Si-C). Berikut **Gambar 2** Hasil Uji FTIR berdasarkan suhu kalsinasi 175°C, 250°C dan 600 °C :



**Gambar 2.** Hasil Uji FTIR pada Suhu Kalsinasi 175°C, 250°C dan 600 °C

Berdasarkan Gambar 2 menunjukkan karakteristik dengan *peak siloxane* (Si-OH), silanol (Si-OH) dan karbon (Si-C) secara berurutan terdapat pada panjang gelombang yaitu 1074  $\text{cm}^{-1}$ , 952  $\text{cm}^{-1}$  dan 799  $\text{cm}^{-1}$ . Hal ini sesuai dengan teori. Menurut (Elma et al., 2015b) panjang gelombang *peak siloxae* (Si-O-Si) dan silanol (Si-OH) secara berurutan terdapat pada 1060  $\text{cm}^{-1}$  dan 940  $\text{cm}^{-1}$ . Berikut Tabel 1 Wavelength peak FTIR (*Fourier Transform Infra Red*):

Wave number (1/cm)	Assignment	dec-Si NP samples dispersed in			
		Hexane	Rthanol	Butanol	Decanol
3100	C=C-H Stretch	yes/ weak	no	no	yes/ weak
2900-300	C-C-H Stretch	yes	yes	yes	yes
1650	C=C Stretch	yes/ weak	no	no	yes/ weak
1460	C-H methyl scissor	yes	yes	yes	yes
1375	C-H methyl rock	yes/ weak	yes/ weak	yes/ weak	yes/ weak
1260	Si-C	yes	yes	yes	yes
1000-1100	Si-O-Si (TO/LO modes)	yes/ very weak	yes	yes/ weak	yes/ weak
990	C=C-H viny oop <sup>b</sup> bend	yes	no	yes/ weak	yes
915	C=C-H viny oop <sup>b</sup> bend	yes	no	yes/ weak	yes
800	Si-C	yes	yes	yes	yes
740	long chain methyl rock	yes/ very weak	yes/ very weak	yes/ very weak	yes/ very weak

<sup>a</sup>TO= transverse optical, LO = longitudinal optical, oop<sup>b</sup> = out-of-plane

Berdasarkan Tabel 1 pada *peak* panjang gelombang 3750 cm<sup>-1</sup> adalah vibrasi gugus fungsi karbon C=C-H (alkena). Kesimpulannya bahwa ikatan C=C-H terlihat pada *Uncalcination*, sebaliknya pada suhu 175 °C ikatan C=C-H mulai berkurang dan pada suhu 600 °C ikatan C=C-H tidak terlihat. Ini membuktikan bahwa ikatan C=C-H akan terdekomposisi pada suhu tinggi (>600 °C), hal ini sesuai dengan teori menurut (Sobiesiak, 2012) pada suhu 175 °C ikatan karbon belum terdekomposisi namun pada suhu di atas 500 °C ikatan karbon sudah terdekomposisi. Oleh karena itu pada Gambar 2 ikatan karbon C=C-H (alkena) mulai berkurang ketika suhu kalsinasi semakin meningkat menuju ke suhu 600°C yang ditunjukkan *peak* pada 3750 cm<sup>-1</sup> yang semakin menghilang.

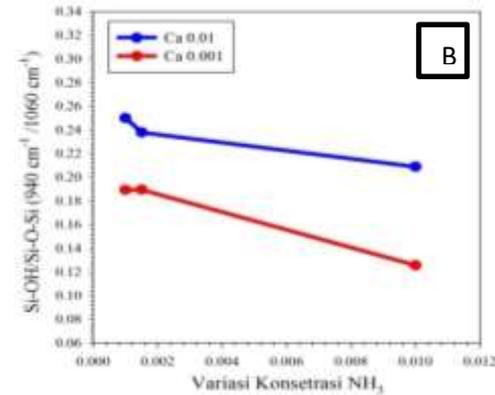
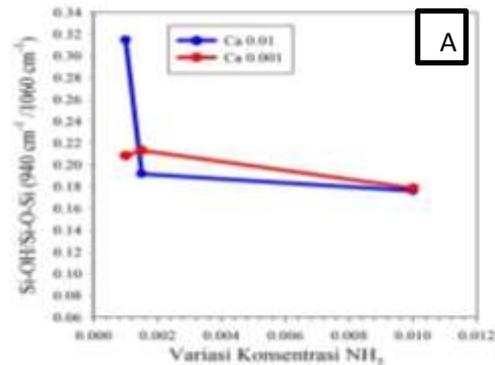
**Tabel 2** *Peak* Panjang Gelombang pada Suhu Kalsinasi 175 °C, 250°C dan 600 °C

pH	Puncak Gelombang (cm <sup>-1</sup> )								
	Kalsinasi 175°C			Kalsinasi 250°C			Kalsinasi 600°C		
	Siloxane	Silanol	Silica Karbon	Siloxane	Silanol	Silica Karbon	Siloxane	Silanol	Silica Karbon
6,04	1067	923	807	1062	933	792	1069	932	795
5,69	1068	929	797	1062	935	793	1070	938	809
5,32	1056	920	801	1063	937	798	1070	935	811
8,56	1064	940	805	1070	928	794	1066	945	809
7,04	1058	934	805	1060	932	802	1062	937	811
6,95	1061	931	804	1060	922	787	1067	934	809

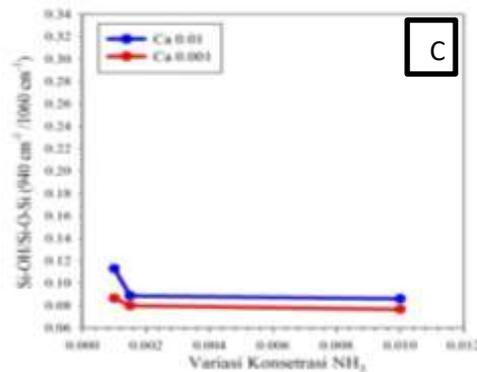
Dari Tabel 2, hasil *deconvolution* silanol per *siloxane* pada suhu kalsinasi 175°C, 250°C dan 600°C berdasarkan luas area dengan menggunakan aplikasi *fiyik software* dapat digambarkan hubungannya sebagai berikut:

**Tabel 3.** Luas Daerah (Aplikasi *Fityk Software*) Silanol Versus *Siloxane*

Citric acid	Ammonia	pH	Luas Area (Aplikasi Fityk Software)									
			Kalsinasi 175°			Kalsinasi 250°			Kalsinasi 600°			
			Silanol	Siloxane	Silanol per Siloxane	Silanol	Siloxane	Silanol per Siloxane	Silanol	Siloxane	Silanol per Siloxane	
C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub>	NH <sub>3</sub>	0,01	6,04	0,477	2,710	0,176	2,232	10,688	0,065	0,897	10,430	0,086
		0,0015	5,69	0,428	2,233	0,192	1,173	4,934	0,086	1,039	11,702	0,089
		0,001	5,32	0,955	3,034	0,315	2,113	8,453	0,104	0,637	5,637	0,113
0,001		0,01	8,56	0,727	4,071	0,179	0,595	4,740	0,044	0,700	9,136	0,077
		0,0015	7,04	1,199	5,624	0,213	0,825	4,356	0,038	0,864	10,820	0,080
		0,001	6,95	1,362	6,535	0,208	0,566	2,990	0,032	1,077	12,454	0,087



**Gambar 3** Hubungan antara Variasi Ammonia (NH<sub>3</sub>) dengan Silanol per *Siloxane*

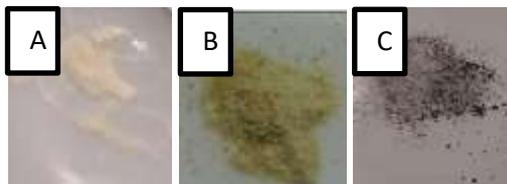


**Gambar 3** Hubungan antara Variasi Ammonia (NH<sub>3</sub>) dengan Silanol per *Siloxane* Kalsinasi (a)175 °C, (b) 250°C dan (c) 600 °C

Pada Gambar 3 yaitu pada suhu kalsinasi 175°C, 250°C dan 600°C menunjukkan bahwa pH

mempengaruhi hasil silanol versus *siloxane* yang dihasilkan menurun ketika pH dinaikkan atau menuju ke molar rasio  $\text{NH}_3$  0,01 namun pada pH 7,04 pada konsentrasi *citric acid* 0,001 dengan molar rasio  $\text{NH}_3$  0,0015 pada suhu kalsinasi 175°C grafik mengalami kenaikan lalu disusul dengan penurunan kembali hingga minimum yang diamati pada pH 8,56. Perilaku ini dapat dijelaskan berdasarkan pada pH-dependensi dari hidrolisis, kondensasi dan reaksi polimerisasi untuk TEOS. Sistem ini seperti yang telah dilaporkan secara luas oleh (C.J and Scherer, 1990). Hasil ini jelas menunjukkan bahwa konsentrasi silanol terendah, atau juga konsentrasi jembatan siloxane tertinggi, dicapai dengan xerogels yang dikalsinasi yang disiapkan dengan pH 5,32 dan 6,04 pada molar rasio *citric acid* : *ammonia* secara berturut turut yaitu 0.01 : (0.01; 0.001) dan pH 6,95-8,56 dengan molar rasio 0.001 : (0.01; 0.0015; 0.001).

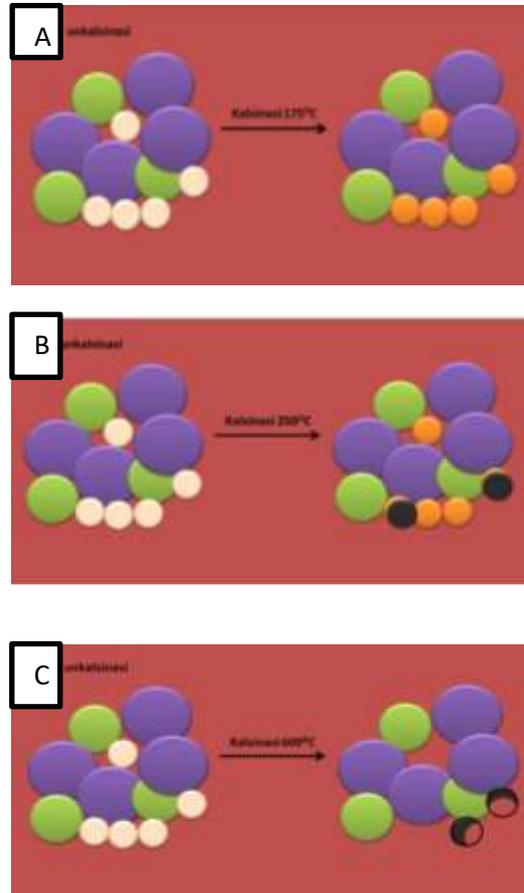
*Trend line* yang terjadi dengan konsentrasi *citric acid* 0.001 pada suhu kalsinasi 175°C mengalami penurunan nilai *siloxane*, ini disebabkan di atas pH 7, polimerisasi biasanya terjadi melalui pematangan Ostwald (Elma et al., 2013). Partikel tumbuh lebih cepat di bawah kondisi refluks dan polimer silang yang lemah terbentuk pada tahap hidrolisis pertama cenderung dilarutkan dan kemudian menetap di tempat yang lebih tebal, karena ini diamati dengan cepat. Oleh karena itu, rasio silanol / *siloxane* yang diamati meningkat pada pH 5.69. Pada **Gambar 3** seharusnya diatas pH 7, *siloxane* yang terbentuk seharusnya semakin tinggi dikarenakan deprotonasi silanol yang semakin tinggi seperti yang dilaporkan oleh Elma dkk (2013). Error ini disebabkan saat kalibrasi pengujian FTIR. Kalsinasi juga mempengaruhi bentuk fisik dari serbuk xerogel. Adapun hasil dari serbuk *xerogel* yang dikalsinasi sebagai berikut:



**Gambar 4** Serbuk *Xerogel* pada kalsinasi (A) 175 °C, (B) 250°C dan (B) 600 °C

Berdasarkan **Gambar 4** bahwa terjadi perubahan warna pada bubuk *xerogel*. Pada **Gambar 4A** menunjukkan *xerogel* masih berwarna putih ke kuningan hal ini dikarenakan ikatan karbon yang terdapat dalam *xerogel* belum terdekomposisi. Pada **Gambar 4C** menunjukkan *xerogel* berwarna putih kehitaman hal ini dikarenakan ikatan karbon yang terdapat dalam *xerogel* telah terdekomposisi. Terdekomposisinya karbon ini terjadi karena senyawa *citric acid* terdekomposisi pada suhu

175°C. Berikut **Gambar 5** mengenai pengaruh suhu kalsinasi terhadap ukuran pori-pori yang terbentuk:



Keterangan:



**Gambar 5** Pengaruh suhu kalsinasi pada suhu (A)175°C, (B)250°C dan (B) 600 °C terhadap ukuran pori-pori yang terbentuk.

Pada **Gambar 5** menunjukkan bahwa pada suhu kalsinasi 600 °C mengakibatkan pori-pori *xerogel* lebih besar dibandingkan suhu 175 °C. Hal ini sesuai dengan teori (Arlofa, 2016) bahwa temperatur tinggi mengakibatkan rusaknya struktur karbon, dengan tergerusnya struktur tersebut

menyebabkan terbentuknya lubang pori-pori yang terlalu besar. Oleh karena itu kalsinasi yang terbaik yaitu pada suhu kalsinasi 175 hal ini karena ikatan karbon diperlukan. Menurut (Elma et al., 2015a), membran silika P123 yang dikalsinasi dalam vakum menghasilkan membran kualitas tinggi oleh metode bebas interlayer. Membran stabil selama pengujian hingga 250 jam dibawah perbedaan suhu dan konsentrasi garam, selalu memberikan penolakan garam yang sangat tinggi 499,5%. Oleh karena itu ikatan karbon sangat diperlukan. Karbon yang dihasilkan dari katalis *citric acid* ini diharapkan mampu mengurangi biaya produksi, hal ini karena *Pluronic triblock copolymer P123* sebagai *carbon template* pada penggunaan *membrane* harga produksinya lebih mahal.

## KESIMPULAN

Proses sol-gel adalah proses perubahan fase dari suspensi koloid (sol) membentuk fase cair kontinu (gel). Semakin rendah konsentrasi *citric acid* maka didapatkan pH semakin tinggi. Kosentrasi *citric acid* 0,01N dengan variasi  $\text{NH}_3$  (0,01; 0,0015; 0,001) mendapatkan pH secara berurutan yaitu 6,04; 5,69; 5,32 sedangkan pada kosentrasi *citric acid* lebih rendah (0,001N) dengan variasi  $\text{NH}_3$  (0,01; 0,0015; 0,001) yang sama didapatkan nilai pH yaitu 8,56; 7,04; 6,95. Ukuran pori-pori silanol dan *siloxane* dapat dilihat dari *deconvolution* silanol dan *siloxane* yang terbentuk. Pada sampel yang menghasilkan pH berkisar 5-8 pada kalsinasi 175°C, 250°C dan 600°C menunjukkan ukuran pori-pori mesoporous dapat digunakan untuk desalinasi tetapi pada pH 7,04 pada kalsinasi 175°C yaitu menuju ke mikroporous, seharusnya diatas pH 7, *siloxane* yang terbentuk seharusnya semakin tinggi dikarenakan deprotonasi silanol yang semakin besar. Kalsinasi xerogel yang optimum terdapat pada xerogel pada suhu kalsinasi 175°C, hal ini ditunjukkan dengan adanya kandungan ikatan karbon yang masih tersisa pada struktur silika carbon hal ini di buktikan oleh hasil FTIR pada panjang gelombang 800  $\text{cm}^{-1}$  dan memiliki ikatan carbon C=C-H pada panjang gelombang 3750  $\text{cm}^{-1}$ , dimana struktur ikatannya kuat sehingga dalam pengaplikasiannya membran yang memiliki ikatan karbon lebih stabil.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Direktorat Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat Kementerian Riset Teknologi Dan Pendidikan Tinggi melalui Hibah Pasca Doktor tahun 2017-2018.

## DAFTAR PUSTAKA

- ARLOFA, N. 2016. *Kondisi Optimum Konsentrasi Aktivator dan Suhu Kalsinasi Karbon Aktif Kulit Durian sebagai Biosorben pada Zat Warna Tekstil*.
- C.J, B. & SCHERER, G. W. 1990. *Sol Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol Gel Processing*, Boston, MA, USA., Academic Press
- DUKE, M. C., COSTA, J. C. D. D. & D.D. DO, P. G. G., G.Q. LU 2006. Hydrothermally robust molecular sieve silica for wet gas separation. *Adv. Funct. Mater*, 16, 1215-1220.
- DUKE, M. C., COSTA, J. C. D. D., G.Q. LU, M. P. & GRAY, P. Carbonised template molecular sieve silica membranes in fuel processing systems: permeation, hydrostability and regeneration. *Journal Membrane Science*, 241, 325-333.
- DUKE, M. C., MEE, S. & COSTA, J. C. D. D. 2007. Performance of porous inorganic membranes in non-osmotic desalination. *Water Res*, 41, 3998-4004.
- ELMA, M., WANG, D. K., YACOU, C. & COSTA, J. C. D. D. 2015a. Interlayer-free P123 carbonised template silica membranes for desalination with reduced salt concentration polarisation. *Journal of Membrane Science*, 475, 376-383.
- ELMA, M., WANG, D. K., YACOU, C., MOTUZAS, J. & COSTA, J. C. D. D. 2015b. High performance interlayer-free mesoporous cobalt oxide silica membranes for desalination applications. *Desalination*, 365, 308-315.
- ELMA, M., YACAU, C., COSTA, J. C. D. D. & K.WANG, D. 2013. *Performance and Long Term Stability of Mesoporous Silica Membranes for Desalination*. *Membranes*, 3, 136-150.
- ELMA, M., YACOU, C., WANG, D. K. & \*, S. S. A. J. C. D. D. C. 2012. Microporous Silica Based Membranes for Desalination. *Water*, 4, 629-649.
- GISSLER, S. & J.C. DINIZ DA COSTA, G. Q. L. 2001. Hydrophobicity of templated silica xerogels for molecular sieving applications. *Journal Nanoscience Nanotechnology*, 2001, 331-336.
- LADEWIG, B. P., TAN, Y. H., LIN, C. X. C., LADEWIG, K., COSTA, J. C. D. D. & SMART, S. 2011. Preparation, characterization and performance of templated silica membranes in non-osmotic desalination. *materials*, 4, 845-856.
- RAMAN, N. K. & BRINKER, C. J. 1995. Organic 'template' approach to molecular sieving

- silica membranes. *Journal of Membrane Science*, 105, 273-279.
- SINGH, L. P., AGARWAL, S. K., BHATTACHARYYA, S. K., SHARMA, U. & AHALAWAT, S. 2011. Preparation of Nanoparticles and Its Beneficial Role in Cementitious Materials. *Nanomaterials and Nanotechnology*. 1(1), 44-51.
- SOBIESIAK, M. 2012. *Thermal Properties of Nanoporous Carbons Prepared by a Template Method Using Different Polymeric and Organic Precursors*. *New Carbon Materials* 5, 337-343.
- WIJAYA, S., DUKE, M. C. & COSTA, J. C. D. D. 2009. Carbonised template silica membranes for desalination. *Desalination*, 236, 291-298.
- WIYONO, E. 2015. *PENGARUH JENIS PREKURSOR DAN SUHU KALSINASI TERHADAP KARAKTERISTIK KOMPOSIT TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> DAN APLIKASINYA DALAM DEGRADASI RHODAMIN B*. Sarjana Sains, UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG.
- XOMERITAKIS, G., NAIK, S., BRAUNBARTH, C. M., CORNELIUS, C. J., PARDEY, R. & BRINKER, C. J. 2003. Organic-templated silica membranes: I. Gas and vapor transport properties. *Journal of Membrane Science*, 215, 225-233.