

THE PERFORMANCE OF ORGANO SILICA MEMBRANE USING SOL-GEL METHODS

Muthia Elma*, Dewi Rahmawati Suparsih, Syarifah Annahdliyah
Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Lambung Mangkurat
Jl. A. Yani Km. 36, Banjarbaru, Kalimantan Selatan Indonesia 70714

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

ARTICLE INFO	ABSTRACT
<p><i>Article history:</i> Received: 19-02-2019 Received in revised form: 27-02-2019 Accepted: 28-03-2019 Published: 22-04-2019</p> <p><i>Keywords:</i> Peat water Membrane Water flux Salt rejection</p>	<p><i>Clean water is needed to fulfill the need of daily. Unfortunately, the availability of clean water in South Kalimantan becomes one of the problems. Difficulty to get clean water caused by water condition which is mostly salty water. Salt peat water is water that is intruded by sea water during the dry season. This causes the peat water to have a high degree of salinity. One technology that can be used to overcome this clean water crisis is by using membrane technology. The membrane is a porous, thin film that serves to separate particles of molecular size in a solution. The purpose of this study was to determine the performance of organo silica membrane with sol gel method with reflux temperature 50 °C. This study used artificial brackish water (0.3% NaCl) as feed water. The membranes used were made using sol gel method to be dipcoated and calcined at 200 °C and 600 °C. The value of flux membrane with temperature calcination 600 °C equal to 0,6212 kg m⁻² h⁻¹ and salt rejection value equal to 99,37067% while on membrane with calcination temperature 200 °C flux value equal to 0,5950 kg m⁻² h⁻¹ and salt rejection value equal to 99,45831%. The results of this study indicate that at the time of membrane with a temperature of calcination of 600 °C has a better performance compared to the temperature of 200 °C caused by the larger pore size occurs in the calcined membrane at a temperature of 200 °C.</i></p>

PERFORMASI ORGANO SILICA MEMBRANE MENGGUNAKAN METODE SOL-GEL

Abstrak-Air bersih adalah air sehat yang digunakan untuk memenuhi kebutuhan manusia sehari-hari. Namun pada saat ini ketersediaan air bersih di Kalimantan Selatan menjadi salah satu masalah. Kesulitan mendapatkan air bersih disebabkan kondisi air di Kalimantan Selatan yang sebagian besar berupa air gambut asin. Air gambut asin merupakan air yang terintrusi oleh air laut saat musim kemarau. Hal ini menyebabkan air gambut ini memiliki tingkat keasinan yang tinggi. Salah satu teknologi yang dapat digunakan untuk mengatasi krisis air bersih ini adalah dengan menggunakan teknologi membran. Membran adalah suatu media berpori, berbentuk film tipis yang berfungsi untuk memisahkan partikel dengan ukuran molekuler dalam suatu larutan. Tujuan penelitian ini adalah untuk menentukan performansi organo silica membrane dengan metode sol gel dengan suhu refluks 50 °C. Penelitian ini menggunakan artificial brackish water (0,3% NaCl) sebagai air umpan. Membran yang digunakan ini dibuat menggunakan metode sol gel akan di-dipcoating dan dilakukan kalsinasi pada suhu 200 °C dan 600 °C. Nilai flux membran dengan suhu kalsinasi 600 °C sebesar 0,6212 kgm⁻²h⁻¹ dan nilai salt rejection sebesar 99,37067 % sedangkan pada membran dengan suhu kalsinasi 200 °C nilai flux sebesar 0,5950 kgm⁻²h⁻¹ dan nilai salt rejection sebesar 99,45831 %. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa pada saat membran dengan suhu kalsinasi 600 °C mempunyai performansi yang lebih baik dibandingkan dengan suhu 200 °C yang disebabkan oleh ukuran pori-pori yang semakin besar terjadi pada membran yang dikalsinasi pada suhu 200 °C.

Kata kunci : Air gambut, membran, water flux, salt rejection

PENDAHULUAN

Air merupakan sumber energi bagi makhluk hidup terutama manusia. Kalimantan Selatan sebagai daerah seribu sungai menyimpan potensi yang sangat besar bagi ketersediaan air. Pada saat musim kemarau ketersediaan air bersih mulai berkurang. Sehingga diperlukan pengolahan untuk menanggulangi permasalahan tersebut. Desalinasi merupakan suatu proses penyaringan untuk mendapatkan air bersih. Desalinasi air dapat dilakukan dengan proses pemisahan membran seperti pervaporasi. Pervaporasi dengan proses berbasis membran melibatkan campuran cairan dimana pemisahan dua atau lebih komponen terjadi di seluruh permukaan membran kedalam suatu media vakum (McKean 2012). Teknologi membran salah satu metode yang sudah banyak digunakan dalam proses pengolahan air. Membran merupakan suatu alat pemisah yang bersifat semi permeable yang digunakan untuk memisahkan zat dalam 2 fase tertentu. Salah satunya yang paling banyak digunakan adalah membran silika. Membran berbasis silika memiliki keuntungan seperti pori, ukuran, morfologi dan selektivitas yang lebih tinggi (Elma et al. 2013). 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). Menurut (Elma et al. 2015a) proses sol-gel dalam pembuatan membran silika untuk desalinasi menawarkan keuntungan yaitu pengaturan morfologi dan ukuran pori-pori. Katalis asam sitrat pada membran silika akan menghasilkan pH yang rendah, selain itu penggunaan katalis asam ini juga bertujuan untuk menghasilkan ukuran pori yang mikro (Elma et al. 2015a). Katalis asam sitrat merupakan salah satu jenis katalis organik. Pada penelitian ini akan dilihat performansi dari membran silika dengan menggunakan metode sol gel dalam proses desalinasi dari air *artificial brackish water*.

METODE PENELITIAN

Pembuatan Silica Sol-Gel

Pertama yaitu menimbang TEOS sebanyak 18,66 gram dan asam sitrat 0.1 M sebanyak 8,0699 gram. Selanjutnya memasukkan 20 mL EtOH kedalam botol reagen. Kemudian me-*reflux* EtOH selama 5 menit pada suhu 0 °C. Setelah 5 menit, meneteskan sedikit demi sedikit larutan TEOS, dan me-*reflux* larutan selama 5 menit pada suhu 0 °C. kemudian, meneteskan sedikit demi sedikit larutan asam sitrat dan me-*reflux* larutan selama 1 jam pada suhu 50 °C. Setelah larutan dipanaskan pada suhu 50 °C selama 1 jam, setelah itu meneteskan sedikit demi

sedikit EtOH sebanyak 140,96 mL, dan me-*reflux* kembali *sol-gel* silika selama 2 jam, kemudian mendinginkannya pada suhu ruangan. Setelah dingin, mengukur pH *sol-gel* silika yang terbentuk.

Membrane Support Dipcoating

Menuangkan 25 mL *silica sol-gel* ke dalam tabung *centrifuge*, kemudian meletakkan di atas erlenmeyer. Menjepit *membrane support* pada alat *dipcoater*. Mengatur *dipcoater* pada kecepatan *up-down* 5 cm/s dengan waktu rendam selama 2 menit. Menyalakan *dipcoater*, kemudian memulai *dipcoating* pada *membrane support* ke dalam *silica sol-gel*. Mengkalsinasi *membrane support* yang telah di-*dipcoating* dengan *silica sol-gel* pada suhu 200 °C selama 1 jam. *Membrane support* terlapis pada suhu ruangan didinginkan. Mengulangi langkah-langkah tersebut sebanyak 4 kali. Lalu mengulangi semua langkah untuk suhu kalsinasi 600 °C.



Gambar 1. Rangkaian Alat Dipcoating

Karakterisasi Membran Silika

Karakterisasi membran silika dilakukan untuk mengetahui sifat fisik dan kimia dari alumina yang dihasilkan. Karakterisasi yang dilakukan adalah:

- SEM (*Scanning Electron Microscopy*) yaitu untuk mengetahui morfologi: struktur permukaan dan ketebalan membran silika suhu kalsinasi 200 °C dan 600 °C.
- FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) digunakan untuk mengetahui gugus fungsi pada silika sol.

Desalinasi Membran Menggunakan Proses Pervaporasi

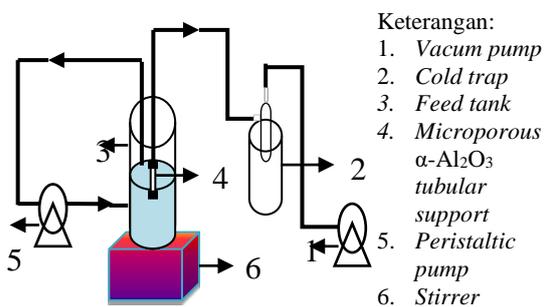
Langkah pertama yaitu menyiapkan sampel air artifisial pada 0,3%. Kemudian memasukkan ke dalam tangki umpan. Kemudian menimbang *coldtrap* awal dan merangkai alat pervaporasi seperti pada Gambar 1. Memulai pervaporasi pada membran 4 *layer* suhu kalsinasi 200 °C selama 20 menit. Langkah selanjutnya yaitu menghitung massa *coldtrap* akhir dan mengukur konduktivitas menggunakan *conductivity meter*. Kemudian menghitung *water flux* dan *salt rejection*. Adapun perhitungan *water flux* yaitu dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$R = \frac{(C_f - C_p)}{C_f} \times 100\% \quad (1)$$

Sedangkan rumus perhitungan *rejection* yaitu :

$$F = \frac{m}{(A \times \Delta t)} \quad (2)$$

Keterangan: m : massa permeate (kg)
 A : Luas Permukaan Membran (m²)
 T : Waktu (Jam)
 Cp : Konduktivitas Permeate
 Cf : Konduktivitas Feed



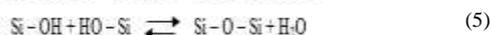
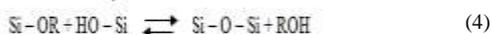
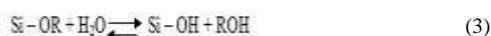
Gambar 2. Rangkaian Alat Pervaporasi

Keterangan:
 1. Vacuum pump
 2. Cold trap
 3. Feed tank
 4. Microporous $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ tubular support
 5. Peristaltic pump
 6. Stirrer

HASIL DAN PEMBAHASAN

Silica Sol

Proses pembuatan membran dengan metode sol-gel yaitu dengan menggunakan *precursor* TEOS (*Tetraethyl orthosilicate*) dalam etanol dengan bantuan katalis asam lemah yaitu asam sitrat. Katalis asam sitrat pada membran silika akan menghasilkan pH yang rendah, selain itu penggunaan katalis asam ini juga bertujuan untuk menghasilkan ukuran pori yang mikro. Pada pembuatan silika sol, akan terjadi proses yaitu hidrolisis, kondensasi alkohol dan kondensasi air. Berikut reaksi yang terjadi dalam proses sol-gel :

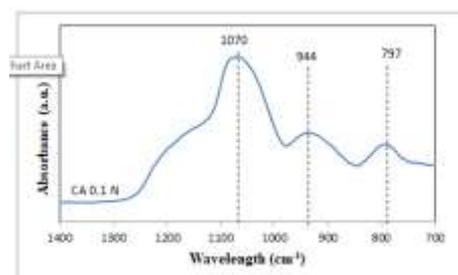


Pada *reflux* pertama (persamaan 1.1), terjadi pembentukan silanol (Si – OH) pada kondisi asam. Proses hidrolisis terjadi ketika *precursor* TEOS dilarutkan ke dalam larutan etanol dan akan terhidrolisis dengan penambahan air dan katalis asam sitrat. Hidrolisis ini akan menggantikan gugus alkoksi (-OR) dengan gugus hidroksi (-OH) menjadi gugus silanol (Si – OH). Pada *reflux* kedua (persamaan 1.2), terjadi proses kondensasi alkohol dalam pembentukan *siloxane* (Si – O – Si). Proses kondensasi terjadi karena hasil dari reaksi hidrolisis yaitu gugus silanol (Si – OH) akan

bereaksi dengan TEOS dan dibantu katalis asam sitrat. Sehingga terjadi kondensasi alkohol dan menghasilkan *siloxane* dan sisanya akan membentuk alkohol. Reaksi selanjutnya (persamaan 1.3) adalah kondensasi air, dimana silika sol yang dihasilkan memiliki nilai pH 4. Hal ini dikarenakan katalis yang digunakan adalah asam lemah yaitu asam sitrat. Pada percobaan dengan pH 4 ini menghasilkan pori-pori membran yang *mesoporous*. Menurut penelitian (Elma et al. 2013) pada pH rendah, kandungan silanol lebih banyak dibandingkan *siloxane*, sehingga mengakibatkan pori-pori membran yang lebih kecil. Pada penelitian ini, dihasilkan *silica sol* yang bening dan tidak terlalu *viscous*, sehingga dapat digunakan untuk melapisi membran *support*.

Karakterisasi Xerogel

Pengamatan interaksi molekul atau karakteristik dapat diketahui dengan menggunakan uji FTIR (*Fourier Transform Infra Red*). Pada metode ini akan diamati panjang gelombang dari gugus silanol dan gugus *siloxane*. Uji FTIR ini bertujuan untuk mencari gugus fungsi *siloxane* (Si-O-Si) dan silanol (Si-OH). Berikut ini merupakan grafik FTIR :



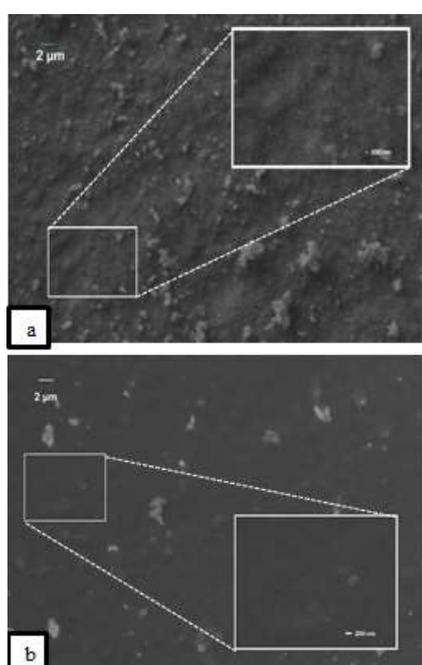
Gambar 3. Analisa FTIR

Berdasarkan Gambar 3 terdapat beberapa puncak yang menandakan adanya gugus *siloxane* (Si – O – Si) pada panjang gelombang 1070 cm⁻¹ dan 797 cm⁻¹. Kemudian ditemukan puncak yang lain yang merupakan gugus silanol (Si – OH) pada panjang gelombang 944 cm⁻¹. Hal ini sesuai menurut (Elma et al. 2015a) untuk gugus silanol berada pada rasio area 940 cm⁻¹ dan gugus *siloxane* berada pada panjang gelombang 1060 cm⁻¹. Dari gambar 3 dapat dilihat bahwa *siloxane* yang dihasilkan pada silika sol lebih banyak daripada silanol. Semakin banyak gugus silanol akan menyebabkan ukuran pori pada membran menjadi kecil (*microporous*), gugus silanol ini digunakan menghalangi partikel garam yang akan melewati membran. Sedangkan semakin banyak gugus *siloxane* yang memiliki ukuran pori yang lebih besar (*mesoporous*), yang dapat menyangga dan memperkuat struktur dari membran. Perpaduan antara silanol dan *siloxane* ini

mengakibatkan membran menjadi semakin memiliki performa yang baik yaitu untuk menghasilkan nilai *water flux* yang jauh lebih rendah tapi dengan volume pori yang rendah dan ketahanan transportasi yang tinggi namun memiliki nilai *salt rejection* yang sangat baik (Elma et al. 2015b).

Morfologi Membran

Morfologi membran merupakan suatu cara untuk dapat mengetahui ketebalan pada membran. Pengamatan morfologi ini dapat dilakukan dengan menggunakan uji scanning electron microscope (SEM). Berikut ini merupakan hasil analisa SEM pada Gambar 4:



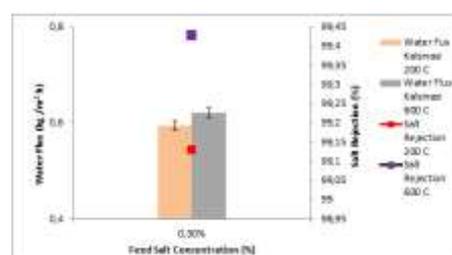
Gambar 4. Analisa SEM pada Membran Silika, a) Membran Silika Kalsinasi 200 °C, b) Membran Silika Kalsinasi 600 °C

Pada Gambar 4 dapat dilihat bahwa sol telah meresap ke dalam pori-pori membran selama proses *dip-coating* dan membentuk lapisan atau *layer*. Proses kalsinasi menyebabkan lapisan ini menjadi lebih kuat melekat pada membran. Ketebalan membran silika kalsinasi 200 °C diperkirakan ~791,8 nm pada Gambar 4a dan pada membran silika kalsinasi 600 °C diperkirakan ~782,0 nm pada Gambar 4b. Pada membran suhu kalsinasi 200 °C memiliki area permukaan yang lebih kasar jika dibandingkan dengan membran kalsinasi 600 °C, begitu juga dengan ketebalan dari lapisan *thin layer* juga memiliki ketebalan yang lebih besar. Hal ini disebabkan karena menurut (Wang et al. 2016) dengan meningkatnya temperatur dan waktu mengakibatkan karbon yang ada dalam membran mengalami penurunan

konsentrasi atau terdekomposisi, sehingga pada suhu tinggi dapat dilihat permukaan membran menjadi lebih tipis dan lebih halus. Selain itu teruapkannya pelarut yaitu etanol juga menyebabkan permukaan membran silika kalsinasi 600 °C lebih halus dibandingkan dengan membran kalsinasi 200 °C.

Performansi Membran

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kemampuan membran dalam proses desalinasi. Performa membran silika dapat dilihat dari nilai *water flux* dan *salt rejection* yang diperoleh. Semakin tinggi nilai *water flux* dan *salt rejection* maka performa membran juga tinggi. Berikut ini merupakan gambar menunjukkan nilai *water flux* dan *salt rejection* pada membran suhu kalsinasi 200 °C dan 600 °C:



Gambar 5. Hubungan antara *Water flux* dan *Salt rejection* terhadap *Feed Salt Concentration* yang berbeda pada Membran Suhu Kalsinasi 200 °C dan 600 °C

Berdasarkan Gambar 5 dapat dilihat bahwa penelitian menggunakan membran pada suhu kalsinasi 200 °C dan 600 °C, dan dengan konsentrasi umpan 0,3% NaCl (*brackish*) pada suhu ruangan. Dari penelitian untuk membran silika dengan suhu kalsinasi 200 °C diperoleh nilai *water flux* sebesar 0,5950 $\text{kgm}^{-2}\text{h}^{-1}$ dan *salt rejection* sebesar 99,1284 %. Sedangkan untuk membran silika suhu kalsinasi 600 °C diperoleh nilai *water flux* sebesar 0,6212 $\text{kgm}^{-2}\text{h}^{-1}$ dan *salt rejection* sebesar 99,4271 %. Dari hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi membran, maka *water flux* dan *salt rejection* yang dihasilkan akan semakin tinggi. Hal ini dikarenakan menurut (Diana et al. 2018) pada membran silika kalsinasi 600 °C struktur gabungan silika lebih kuat yang dibuktikan dengan keramik yang melapisi membran sepenuhnya, sehingga seluruh permukaan pori-pori tertutupi. Suhu kalsinasi yang semakin tinggi akan menyebabkan teruapkannya partikel-partikel pelarut dan karbon pada lapisan membran yang terdekomposisi sehingga menyisakan ruang-ruang kosong dan menyebabkan nilai *water flux* dan *salt rejection* menjadi semakin tinggi dibandingkan dengan

membran suhu kalsinasi 200 °C (Wang et al. 2016).

Faktor yang mempengaruhi *water flux* dan *salt rejection* yaitu suhu kalsinasi membran. Semakin tinggi suhu kalsinasi, maka nilai *water flux* dan *salt rejection* akan semakin tinggi. Pada membran silika suhu kalsinasi 200 °C, nilai *water flux* dan nilai *salt rejection* yang dihasilkan lebih rendah, dibandingkan dengan membran silika suhu kalsinasi 600 °C yang memiliki nilai *water flux* yang dan nilai *salt rejection* yang tinggi. Selain itu menurut (Elma et al. 2015a) konsentrasi *feed* juga ikut mempengaruhi *water flux* dan *salt rejection* yang dihasilkan, dimana semakin tinggi konsentrasi *feed*, maka nilai *water flux* dan *salt rejection* akan rendah.

KESIMPULAN

Kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini adalah proses pembuatan membran silika untuk desalinasi dengan metode sol-gel memiliki beberapa keuntungan yaitu pengaturan morfologi dan ukuran pori-pori pada membran. Pada membran silika suhu kalsinasi 200 °C, nilai *water flux* dan nilai *salt rejection* yang dihasilkan lebih rendah, dibandingkan dengan membran silika suhu kalsinasi 600 °C yang memiliki nilai *water flux* yang dan nilai *salt rejection* yang tinggi. Gugus *siloxane* (Si – O – Si) dapat dilihat pada panjang gelombang 1070 cm^{-1} dan 797 cm^{-1} . Kemudian ditemukan puncak gugus silanol (Si – OH) pada panjang gelombang 944 cm^{-1} . Ketebalan membran silika kalsinasi 200 °C diperkirakan ~791,8 nm dan pada membran silika kalsinasi 600 °C diperkirakan ~782,0 nm. Membran silika dengan suhu kalsinasi 200 °C diperoleh nilai *water flux* sebesar 0.5950 $\text{kgm}^{-2}\text{h}^{-1}$ dan *salt rejection* sebesar 99.12848 %. Sedangkan untuk membran silika suhu kalsinasi 600 °C diperoleh nilai *water flux* sebesar 0,6212 $\text{kgm}^{-2}\text{h}^{-1}$ dan *salt rejection* sebesar 99.42716 %.

UCAPAN TERIMA KASIH

Peneliti mengucapkan terimakasih kepada Direktorat Penelitian dan Pengabdian Masyarakat Kementerian Riset Teknologi dan Pendidikan Tinggi melalui Hibah Pasca Doctor tahun 2017/2018.

DAFTAR SIMBOL

Berikut daftar simbol yang kami gunakan:

R : *water flux*

F : *salt rejection*

m : *massa permeate* (kg)

A : Luas Permukaan Membran (m^2)

t : Waktu (Jam)

Cp : Konduktivitas *Permeate*

Cf : Konduktivitas *Feed*

DAFTAR PUSTAKA

- DIANA, F., N. AMYRA ZULIANEY KAHLIB, M. HUSAINI MOHD RAFI, M. MEL, Z. AHMAD AZHAR, N. A. HASSAN, AND A. LAILA. 2018. *Effect of Calcination Temperature on the Silica Ceramic Membrane Synthesized via Sol-gel Dip-Coating Method*. Vol. 1.
- ELMA, M., D. K. WANG, C. YACOU, AND J. C. DINIZ DA COSTA. 2015a. Interlayer-free P123 carbonised template silica membranes for desalination with reduced salt concentration polarisation. *Journal of Membrane Science* 475:376-383.
- ELMA, M., D. K. WANG, C. YACOU, J. MOTUZAS, AND J. C. DINIZ DA COSTA. 2015b. High performance interlayer-free mesoporous cobalt oxide silica membranes for desalination applications. *Desalination* 365:308-315.
- ELMA, M., C. YACOU, J. DINIZ DA COSTA, AND D. WANG. 2013. Performance and Long Term Stability of Mesoporous Silica Membranes for Desalination. *Membranes* 3 (3):136.
- FAURE, J., R. DREVET, A. LEMELLE, N. BEN JABER, A. TARA, H. EL BTAOURI, AND H. BENHAYOUNE. 2015. A new sol-gel synthesis of 45S5 bioactive glass using an organic acid as catalyst. *Materials Science and Engineering: C* 47:407-412.
- MCKEEN, L. W. 2012. 4 - Markets and Applications for Films, Containers, and Membranes. In *Permeability Properties of Plastics and Elastomers (Third Edition)*. Oxford: William Andrew Publishing, 59-75.
- SONG, Q., X. OU, L. WANG, G. LIANG, AND Z. WANG. 2011. Effect of pH value on particle morphology and electrochemical properties of LiFePO_4 by hydrothermal method. *Materials Research Bulletin* 46 (9):1398-1402.
- WANG, D. K., M. ELMA, J. MOTUZAS, W.-C. HOU, D. R. SCHMEDA-LOPEZ, T. ZHANG, AND X. ZHANG. 2016. Physicochemical and photocatalytic properties of carbonaceous char and titania composite hollow fibers for wastewater treatment. *Carbon* 109:182-191.