

PEMBUATAN SILICA THIN FILM SEBAGAI PELAPIS MEMBRAN DARI PREKURSOR TEOS (TETRA ETHYL ORTOSILICATE)

Silica Thin Film from TEOS Precursor (Tetra Ethyl Ortosilicate) applied for Membrane Coatings

Muthia Elma*, Zaini Lambri Assyaifi, Hairullah

Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik

Universitas Lambung Mangkurat

Jl. A. Yani Km. 36 Banjarbaru 70714, Kalimantan Selatan

*email: melma@unlam.ac.id

Abstrak. Membran adalah lapisan tipis semipermeabel yang berfungsi sebagai alat pemisah berdasarkan sifat fisiknya. Salah satu jenis membran adalah membran berbahan dasar silika yang menawarkan selektivitas yang lebih tinggi dalam proses desalinasi air. Tetapi, membran ini juga memiliki kelemahan dalam hydro-stability yang pada akhirnya akan mempengaruhi hasil akhir air desalinasi. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui poses pembuatan silika gel dengan proses sol-gel serta dapat membuat *silica thin film* (pH sol 1-9) dengan menggunakan prekursor TEOS yang digunakan sebagai layer pada proses desalinasi air. Metode yang dilakukan yaitu pembuatan sol-gel dengan menggunakan prekursor TEOS, etanol, HNO_3 dan NH_3 dengan metode *two-step acid-base catalysed* pada temperatur 50°C selama 3 jam. Kemudian dilakukan pembuatan xerogel dengan menggunakan suhu 60°C selama 2 jam dan diujikan menggunakan FTIR. Berdasarkan uji FTIR didapatkan bahwa terdapat beberapa *peak* (puncak) pada panjang gelombang 1084, 962 dan 800 cm^{-1} pada sol-gel dengan pH 6. *Siloxane* groups ini bisa dilihat pada panjang gelombang 1084 cm^{-1} dan 800 cm^{-1} sedangkan pada puncak 962 cm^{-1} menunjukkan bahwa gugus *silanol*-nya. Sehingga, membran *silica thin film* pH 6 menunjukkan kecenderungan untuk membentuk bahan mikro dan mesopori yang baik dalam memisahkan kadar garam dalam larutan umpan dibandingkan dengan pH yang lain.

Kata kunci: membran, silica sol, TEOS, xerogel

Abstract. Membrane layer is a semipermeable material that serves as a separator based on its physical properties. One type of this material is a silica-based membrane that offers higher selectivity in the desalination process of water. However, this membrane also has a weakness in hydro-stability that will ultimately affect the final desalination water results. The aim of this research is to know silica gel fabrication using sol-gel process and under various pH from 1 to 9. The precursor used was TEOS which is then applied as a layer on top of membrane support for water desalination process. The method employed TEOS as a precursor, ethanol, HNO_3 and NH_3 with a two-step acid-base catalysed sol gel process method at 50°C for 3 hours. In order to characterize this thin film, the silica sol was dried at 60°C for 2 hours and characterized using FTIR. It was found that there are several peaks at wavelength 1084, 962 and 800 cm^{-1} on sol-gel with pH 6. Siloxane groups can be seen at wavelengths 1084 cm^{-1} and 800 cm^{-1} while silanol group at peak 962 cm^{-1} . Thus, the silica thin film membrane pH 6 shows a tendency to form a good micro and mesoporous material applied in separating salt content in the feed solution compared to the other sols.

Keywords: membrane, silica sol, TEOS, xerogel

PENDAHULUAN

Membran adalah lapisan tipis semipermeabel yang berfungsi sebagai alat pemisah berdasarkan sifat fisiknya (Redjeki, 2011). Menurut Riani (2014) teknologi membran sendiri mempunyai beberapa keunggulan yaitu proses pemisahannya berlangsung pada suhu kamar (1), dapat dilakukan secara kontinu (2), sifatnya bervariasi (3), dapat diatur sesuai kebutuhan (4), dan ramah lingkungan (5). Saat ini, ada dua jenis membran silika anorganik banyak diteliti untuk desalinasi, yaitu zeolit dan membran silika. Membran zeolit telah terbukti efektif tetapi stabilitas jangka panjang masih perlu ditingkatkan. Sedangkan membran silika memiliki sifat penyaringan molekul yang sangat baik dengan proses sederhana melalui pengolahan sol-gel. Selain itu, membran berbahan dasar silika merupakan pilihan yang menarik untuk proses desalinasi air karena ukuran pori-pori dan morfologinya yang menawarkan selektivitas yang lebih tinggi dalam proses desalinasi air. Tetapi, membran ini juga memiliki kelemahan dalam *hydro-stability* yang pada akhirnya akan mempengaruhi hasil akhir air desalinasi (Elma, Yacou, Wang, Smart, & Diniz da Costa, 2012).

Penelitian ini dilakukan dengan memodifikasi proses sol-gel dengan sintesis sol dua langkah untuk mengurangi jumlah gugus silanol. Dimana, langkah pertama dengan katalis asam untuk pembentukan gel dan sols dengan struktur ukuran pori yang kecil sedangkan langkah kedua, modifikasi pH menggunakan amonia dasar (katalis basa) untuk mendukung kondensasi silanol ke jembatan siloxane (Si-O-Si) yang dikenal untuk meningkatkan *hydro-stability* di membran silika. Sehingga penelitian ini bertujuan untuk meningkatkan *hydro-stability* dan sifat membran berbahan dasar silika melalui pembuatan *silica sol* sebagai lapisan *thin film* dalam aplikasinya untuk proses desalinasi air serta mengkarakterisasi *thin film* yang optimum untuk digunakan.

METODE PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Operasi Teknik Kimia dan Laboratorium Teknologi Proses Program Studi Teknik Kimia Universitas Lambung Mangkurat, yang terdiri dari beberapa proses yaitu proses pembuatan silika sol dan karakterisasi xerogel.

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. Sedangkan bahan yang digunakan TEOS (99%), Et-OH (99%), 0.0008 M HNO₃, NH₃ (25%) dan akuades.

Variabel Proses

Variabel penelitian yang akan digunakan terdiri dari dua variabel yaitu variabel tetap meliputi volume TEOS, etanol, dan akuades serta rasio mol TEOS:EtOH:HNO₃:H₂O yang digunakan 1 : 38 : 0,00078 : 5 dan untuk variabel bebas yang digunakan adalah variasi konsentrasi katalis NH₃ yang digunakan.

Pembuatan Larutan HNO₃ dan NH₃

HNO₃ murni diambil sebanyak 0,343 mL dan diencerkan dengan akuades sebanyak 50 mL. Kemudian larutan HNO₃ pengenceran, diambil sebanyak 1,75 mL dan diencerkan kembali dengan akuades sebanyak 50 mL serta ditimbang larutan

sebesar 8,0699 g. Sedangkan larutan NH_3 dibuat dengan berbagai variasi konsentrasi dengan mengencerkannya dengan akuades.

Pretreatment TEOS sebelum Proses Sol Gel

Et-OH sebanyak 20 mL ditambahkan kedalam labu leher tiga serta didinginkan sampai suhu 0°C dan sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 250 rpm selama 5 menit. Kemudian dimasukkan TEOS sebanyak 18,66 g kedalam labu leher tiga secara perlahan dan didiamkan selama 5 menit sambil diaduk. Setelah itu didiamkan selama 5 menit. Setelah 5 menit, campuran TEOS dan etanol ditetesi dengan HNO_3 dengan konsentrasi yang telah ditentukan.

Proses Pembuatan Sol Gel

Campuran TEOS, etanol dan HNO_3 kemudian direflux selama 1 jam pada suhu 50°C serta dilakukan pengadukan dengan kecepatan 250 rpm. Setelah direflux 1 jam, kemudian ditetesi dengan larutan NH_3 , kemudian direflux kembali selama 2 jam pada suhu 50°C . Selesai 2 jam, kemudian dicek berapa pH-nya dengan pH meter. Silika sol yang dihasilkan dibuat dalam variasi pH antara 1-9 yang bertujuan untuk mengetahui karakterisasi membran silika.

Pembuatan Xerogel dan Kalsinasi

Silika sol dioven pada suhu 50°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 600°C selama 1 jam menggunakan metode RTP (*Rapid Thermal Processing*). Hasil kalsinasi ini kemudian dikarakterisasi dengan uji FTIR.

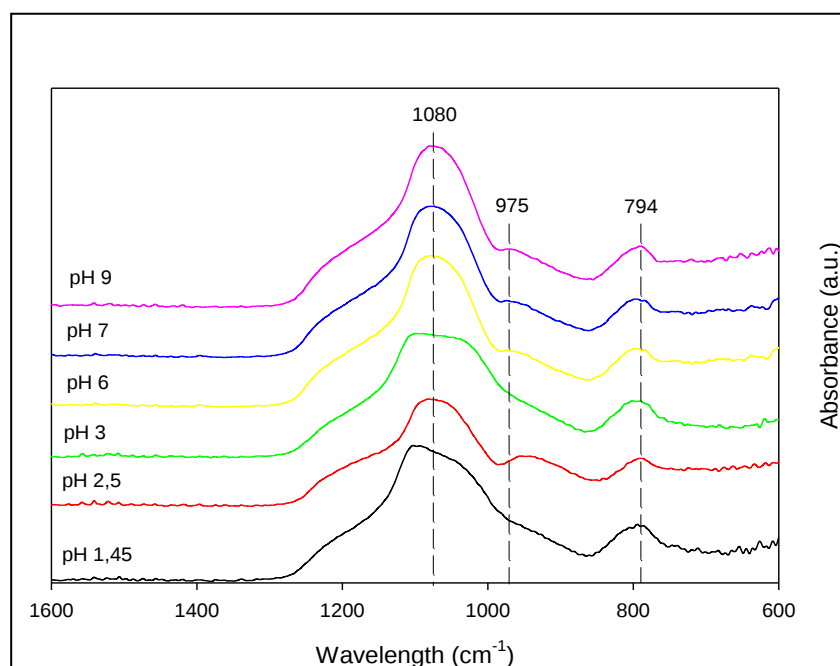
Karakterisasi Xerogel

Karakterisasi xerogel dilakukan untuk mengetahui sifat fisik dan kimia dari silika yang dihasilkan. Karakterisasi yang dilakukan adalah FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) digunakan untuk mengetahui gugus fungsi senyawa.

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini menggunakan metode sol gel dalam proses memodifikasi ukuran pori membran dan struktur morfologinya. Salah satu alasan utama menggunakan metode sol-gel ini disebabkan karena proses ini merupakan cara yang paling efektif dan paling sederhana serta biaya yang masih relatif murah dibandingkan dengan metode lainnya (Purnomo, 2013). Silika sol yang dibuat menggunakan metode sol-gel dimodifikasi pH-nya dengan mengatur konsentrasi katalis HNO_3 dan NH_3 yang ditambahkan sehingga didapatkan silika sol dengan variasi pH dari 1,45 sampai 9 yang kemudian dibuat menjadi xerogel.

Spektrum FTIR dari sampel xerogel yang dikalsinasi pada Gambar 1 menunjukkan pita getaran yang sangat mirip di wilayah $1600\text{-}600\text{ cm}^{-1}$ untuk semua sampel terlepas dari pH mereka. Puncak-puncak pada panjang gelombang 1092,9; 1080,7; 1088,8; 1084; 1076,6 dan $1076,6\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan siloxane (Si-O-Si) grup. Sedangkan puncak pada panjang gelombang 982,8; 954,3; 978,7; 962; 974,6 dan $974,6\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi gugus silanol (Si-OH). Adapun hasil analisa didapatkan spektrum FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) dari xerogel silika yang dikalsinasi pada suhu 600°C menggunakan metode RTP (*Rapid Thermal Processing*) selama 1 jam tanpa menggunakan ramping (*cooling rates*) dapat dilihat pada Gambar 1 berikut:



Gambar 1. Spektrum FTIR xerogel pada berbagai pH

Berdasarkan Gambar 1, spektrum FTIR dilihat bahwa terdapat beberapa peak (puncak) pada membran dengan berbagai pH. Puncak ini merupakan hasil vibrasi dari bonding (ikatan) antara Si-O-Si (siloxane groups) dan Si-O-H (silanol groups). Data-data puncak pada berbagai panjang gelombang membran silika dapat dilihat pada tabel berikut.

Tabel 1. Data-Data Puncak Gelombang pada Berbagai pH

pH	Puncak Gelombang (cm ⁻¹)	
	Siloxane	Silanol
1,45	1092,9	982,8
2,5	1080,7	954,3
3	1088,8	978,7
6	1084	962
7	1076,6	974,6
9	1076,6	974,6

Penggunaan silika sol pH 6, menurut Elma dkk (2013) pada pH tersebut menunjukkan bahwa konsentrasi silanol rendah dan konsentrasi siloxane tinggi dibandingkan pada *range* pH 6-9. Selain itu, sol gel pH 6 menunjukkan kecenderungan untuk membentuk bahan mikro dan mesopori yang baik dalam memisahkan kadar garam dalam larutan umpan. Siloxane groups ini bisa dilihat pada panjang gelombang 1084 cm⁻¹ sedangkan pada puncak 962 cm⁻¹ menunjukkan bahwa gugus silanolnya. Hasil inilah yang mejadi acuan sebagai pembuatan membran berbasis silika, karena menunjukkan bahwa konsentrasi silanol terendah dan jembatan konsentrasi siloxane yang tinggi sehingga dapat dijadikan perbandingan pada membran dengan berbagai pH. Selain itu, spesies silanol di pH 6 ini diharapkan semua

terdeprotonasinya berpartisipasi dalam reaksi polikondensasi yang menghasilkan konsentrasi yang kental (misalnya, jembatan siloxane).

Silika sol dengan pH 1,45 menunjukkan konsentrasi silanol dan siloxane tinggi sehingga membran yang menggunakan silika sol pH 1,45 air yang melewati porinya akan semakin rendah sehingga *water flux*-nya kecil karena porinya semakin kecil. Hal ini hampir menyerupai dengan silika sol pada pH 3 sehingga membran silika dengan silika sol pH 1,45 dan pH 3 sama-sama menunjukkan konsentrasi silanol dan siloxane-nya tinggi sehingga menyebabkan *water flux*-nya kecil sehingga tidak cocok untuk diaplikasikan ke membran karena *water flux*-nya terlalu kecil walaupun *salt rejection*-nya besar. Sedangkan pada silika sol dengan pH 2,5 menunjukkan konsentrasi silanol rendah dan siloxane-nya tinggi sehingga jika diterapkan ke membran tidak bagus dalam proses pemisahan karena air yang melewati pori-pori semakin banyak sehingga *water flux*-nya besar tetapi *salt rejection*-nya kecil sehingga tidak cocok diaplikasikan ke membran.

Kemudian pada silika sol dengan pH 7 dan 9 menunjukkan konsentrasi siloxane-nya rendah dan silanol-nya tinggi tetapi air yang melewati pori-pori membran sangat banyak sehingga *water flux*-nya besar. Tetapi, *salt rejection* atau kemampuan penyaringan garamnya sangat rendah sehingga air hasil desalinasinya masih banyak terkandung garam. Sehingga silika sol yang paling cocok untuk diterapkan ke membran adalah silika sol dengan pH 6 karena konsentrasi siloxane-nya tinggi dan konsentrasi silanol-nya rendah dan berada di pertengahan konsentrasi siloxane dan silanol yang lebih cenderung membentuk mesopori yang baik dalam memisahkan kadar garam dalam larutan umpan sehingga tidak cenderung membentuk mikropori atau makropori tetapi cenderung membentuk mesopori sehingga cocok untuk diaplikasikan ke membran.

SIMPULAN

Silika sol dengan pH 1,45 dan 3 cenderung untuk membentuk mikropori sedangkan silika sol dengan pH 7 dan 9 cenderung membentuk makropori sehingga tidak cocok untuk diaplikasikan ke membran. Membran dengan silika sol pH 6 cenderung membentuk mesopori yang baik dalam memisahkan garam dalam larutan umpan. Siloxane groups ini bisa dilihat pada panjang gelombang 1084 cm^{-1} sedangkan pada puncak 962 cm^{-1} menunjukkan bahwa gugus silanolnya. Sehingga silika sol dengan pH 6 cocok untuk diaplikasikan ke membran karena kemampuan pemisahannya yang cukup baik.

DAFTAR RUJUKAN

- Elma, M., Yacou, C., Diniz da Costa, J. C., & Wang, D. K. (2013). Performance and long term stability of mesoporous silica membranes for desalination. *Membranes*, 3(3), 136-150.
- Elma, M., Yacou, C., Wang, D. K., Smart, S., & Diniz da Costa, J. C. (2012). Microporous silica based membranes for desalination. *Water*, 4(3), 629-649.
- Purnomo, P. (2013). Sintesis $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ menggunakan metode sol gel.
- Redjeki, S. (2011). Proses Desalinasi dengan Membran: Direktorat Penelitian Dan Pengabdian Kepada Masyarakat (DP2M). Yogyakarta.
- Riani, P. (2014). Preparasi dan Karakterisasi Membran Polisulfon dengan Pengisi Mikrobentonit Sebagai Penyaring Air Gambut.