Jurnal Kimia Andalas, ISSN 0853-8018
Volume 3, Nomor 2, Tahun 1997 (122-130)

PENGARUH pH PADA PEMBENTUKAN SILIKA GEL MELALUI PROSES SOL-GEL

Novesar Jamarun*, Wan Ahmad Kamil Mahmood**dan Ismail Abd Rahman**

* *Jurusan kimia FMIPA Universitas Andalas Padang, Indonesia.*
** *Pusat Pengajian Sains Kimia, Universiti Sains Malaysia,11800 Pulau pinang.*

(Diterima 22 Juli 1997, disetujui 30 Juli 1997)

ABSTRACT

The formation of silica gel through sol-gel process has been studied at room temperature. The volume ratio of TEOS : H_2O : HCl (0,1M) is 1,0 : 2,0 : 0,3. From the studies, the optimum pH for the formation of silica gel is between pH 4 to pH 5. The silica was characterized by thermogravimetry analysis (TGA), Scanning electron microscope (SEM) and the Fourier transformation infra-red (FT-IR). It was observed that the surface of silica gel prepared at pH 4 – 5 was homogen and without cract even after drying for 10 days at 40 °C

ABSTRAK

Penelitian pengaruh pH terhadap pembentukkan silika gel melalui proses sol-gel telah dilakukan pada temperatur kamar. Nisbah volume TEOS : H_2O : HCL (0,1M) yang digunakan adalah 1,0 : 2,0 : 0,3. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pH yang optimum untuk menghasilkan gel silika adalah pH 4-5. Gel silika yang dihasilkan diidentifikasi secara termogravimetri (TGA). Scanning electron microscope (SEM) dan transformasi fourier infra merah (FT-IR).. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pada pH 4-5 didapati permukaan gel silika adalah homogen, dan gel yang diperoleh tidak terjadi sembarang kecacatan dengan pengeringan 40 °C selama 10 hari.

PENDAHULUAN

Proses sol-gel merupakan suatu metoda yang digunakan untuk menghasilkan bahan-bahan keramik inorganik melalui reaksi kimia didalam suatu larutan pada temperatur rendah. Proses ini dapat menghasilkan suatu bahan berupa seramik, fiber, komposit yang mempunyai kristal halus, tingkat kemurnian yang tinggi serta homogen.[1-2].

Proses sol-gel bangkit kembali semenjak dua dekade terdahulu. Namun perkembangan sol-gel meningkat dengan pesat semenjak Dislich pada tahun 1971 berhasil menyediakan gelas borosilikat pada temperatur rendah dengan menggunakan logam alkoksida. Semenjak itu penyediaan bahan-bahan keramik dan gelas mendapat perhatian untuk dikembangkan dengan proses sol-gel [4-6].

Proses pembentukan silika gel melalui proses sol-gel sangatlah dipengaruhi oleh komposisi logam alkoksida, pelarut, air, pH dan suhu. Keberhasilan proses sol-gel sangat tergantung kepada kesempurnaan dari pada hidrolisis dan kondensasi. Proses hidrolisis dan kondensasi yang berlaku pada tetraetoksiortosilane dalam proses sol-gel adalah sebagai berikut [7-11].

1. Hidrolisis

$$Si(OC_2H_5)_4 + H_2O \longrightarrow (C_2H_5O)_3Si - OH + C_2H_5OH$$

2. Kondensasi

   Proses kondensasi dapat dua cara yaitu kondensasi dengan menghasilkan alkohol dan air.

   a. Kondensasi menghasilkan alkohol

$$(C_2H_5O)_3Si - OC_2H_5 + (C_2H_5O)_3Si - OH \longrightarrow \equiv Si - O - Si \equiv + C_2H_5OH$$

   b. Kondensasi menghasilkan air

$$\equiv Si - OH + \equiv Si - OH \longrightarrow \equiv Si - O - Si \equiv + HOH$$

Walaupun proses sol-gel mudah untuk dilaksanakan, akan tetapi terdapat beberapa permasalahan dalam menghasilkan produk akhir yang harus menjadi perhatian disaat proses berlangsung yaitu sukar untuk mendapatkan sampel atau produk yang bebas dari pada pecahan pada waktu pengeringan, hal ini disebabkan oleh struktur intekritinya. Proses pengeringan yang dilakukan dengan terlalu cepat akan menghasilkan produk akhir dalam bentuk serbuk atau serpihan kecil.[12-13].

Untuk mengatasi perolehan bebas dari pecahan, beberapa peneliti telah melakukan beberapa teknik untuk mengurangi terjadinya pecahan tersebut. Namun semua teknik tersebut akan membutuhkan biaya dan waktu

tambahan untuk melaksnakannya.[14-15]. Dalam penyelidikan ini, perhatian lebih ditujukan untuk menghasilkan gel silika yang bebas dari pecahan dengan melakukan beberapa pH dan dengan katalisator HCl dan NH_4OH.

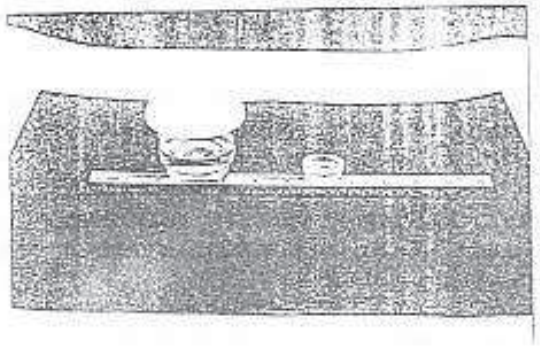
PELAKSANAAN PENELITIAN

Tetraetoksiortosilan dicampur dengan air suling dan HCl (0,1 M) dengan perbandingan volume 1 : 2 : 0,3 didalam sebuah erlenmeyer. Kemudian dilakukan pengacauan dengan menggunakan pengaduk magnit selama 25 menit. Campuran tersebut dipindahkan kedalam wadah politilen masing-masing sebanyak 50 ml. Kemudian ditetapkan pH nya dari pH 1 sampai dengan pH 10. Untuk penyelaras pH digunakan HCl atau NH_4OH. Wadah ditutup dan dilobangi pada penutupnya kemudian disimpan ditempat yang gelap. Gel yang terbentuk dikeringkan dikeringkan didalam oven pada suhu 40°C selama 10 hari. Gel silika yang terbentuk dicirikan dengan termogravimetri (TGA) dan scanning elektron mikroskop (SEM). Dan transformasi fourier infra merah (FT-IR).

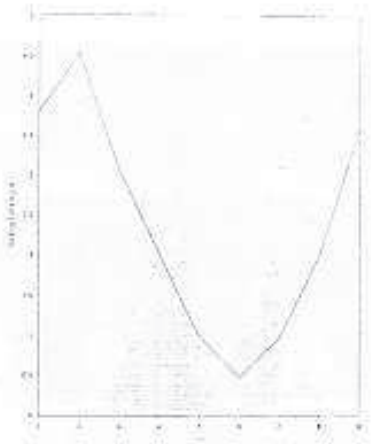
HASIL DAN DISKUSI.

Pengaruh pH terhadap waktu pembentukan gel

Proses pembentukan gel-silika dengan proses sol-gel dan proses pengeringan yang dilakukan pada temperatur 45°C, hasil gel kering yang diperoleh dan gel basah yang masih berada didalam wadah polietilen dapat dilihat pada Gambar.1. Sedangkan pengaruh pH terhadap rupa bentuk gel silika yang telah dikeringkan pada temperatur 40°C dapat dilihat pada Gambar 2.



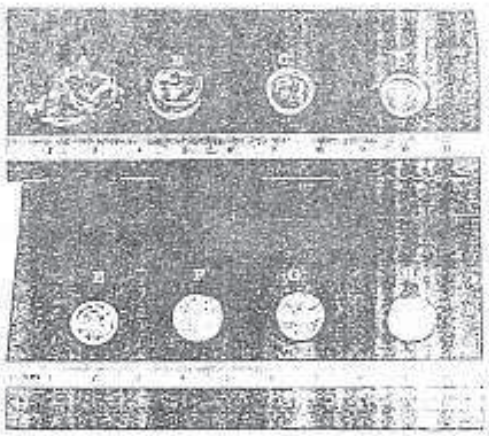
Gambar 1. Gel basah dan gel kering yang dipersiapkan dengan proses sol-gel



Gambar 2. Pengaruh pH terhadap waktu pembentukan gel

Dari pada Gambar 2 kelihatan, bahwagel yangdihasilkan pada pH1-9 mempunyai bentuk yang berbeda, dimana pada pH < 4 diperoleh gel yang transparan akan tetapi pada pengeringan didapatkan gel pecah menjadi pecahan-pecahan kecil.Sedangkan pada pH 4-5 gel yang diperoleh masih transparan dan pengeringan pada suhu 40°C tidak diperolehi sembarang kecacatan. Sedangkan pada pH > 5 diperolehi gel silika yang opaque dan pada pengeringan diperolehi gel silika dengan pecahan yang lebih kecil. Adanya keretakan pada gel tersebut adalah disebabkan oleh struktur integriti dari gel yang dihasilkan tidak sama.

Hasil penelitian pengaruh pH terhadap waktu pembentukan gel (gelling time) silika dapat dilihat pada Gambar 3. Pada gambar 3 kelihatan bahwa gel silika terbentuk sangat lama pada pH 2 dan > 8. Hal ini berarti bahwa larutan silika sangat stabil pada pH tersebut diatas. Sedangkan gel silika lebih cepat terbentuk pada pH 4, 5 dan 6. Menurut Brinker et al (6) , pada PH < 2 merupakan titik isoelektrik dari larutan silika, dimana pada titik iso elektri tersebut, mobilitas listrik dari silika adalah nol, dan daerahnya merupakan daerah yang meta stabil, sehingga pembentukan gel membutuhkan waktu yang lama. Disamping itu juga pada pH < 2 kecepatan terbentuknya polimerisasi dari silika adalah seimbang dengan pembentukan H+. Pada pH 2 sampai 6 yang berada diatas IEP, kecepatan kondensasi adalah seimbang dengan pembentukan OH^-, sehingga pembentukan gel akan lebih cepat, sedangkan pada pH > 7 polimerisasi atau kondensasi akan terjadi bersamaan dngan mekanisme nukleofilik, dimana pada pH ini pertumbuhan awal monomer akan lebih cepat dari pada agregasi molekul dan yang akan terbentuk lebih cepat hanya partikel kecil, sehingga pembentukan gel akan diperlukan waktu yang lebih lama.



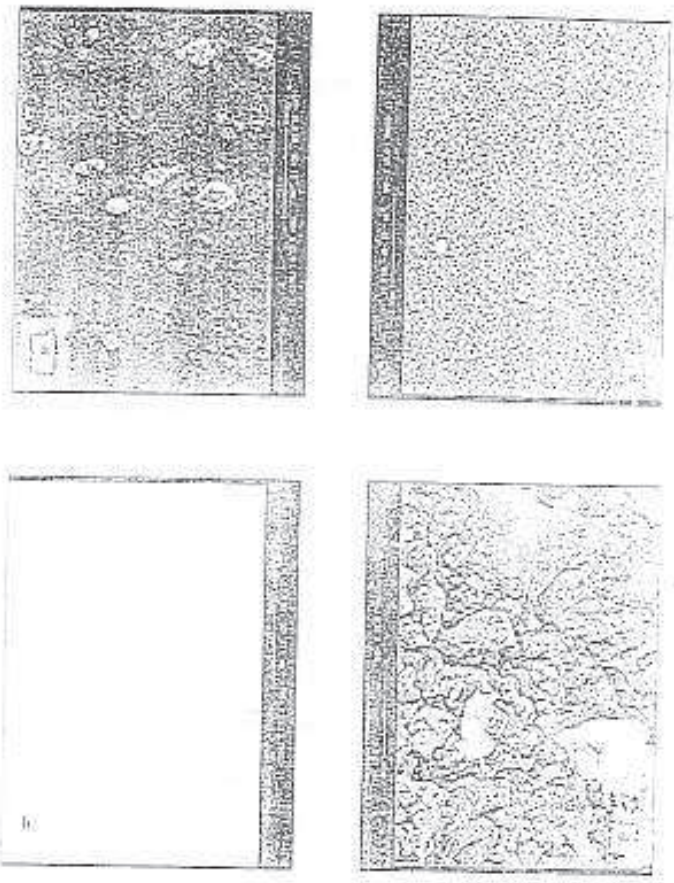
Gambar 3. Gel kering yang dihasilkan pada berbagai pH. A = pH 2 , B = pH 3, C = pH 4, D = pH 5, E = pH 6, F = pH 7, G = pH 8, H = pH 9

Pengukuran SEM , TGA. dan FT-IR

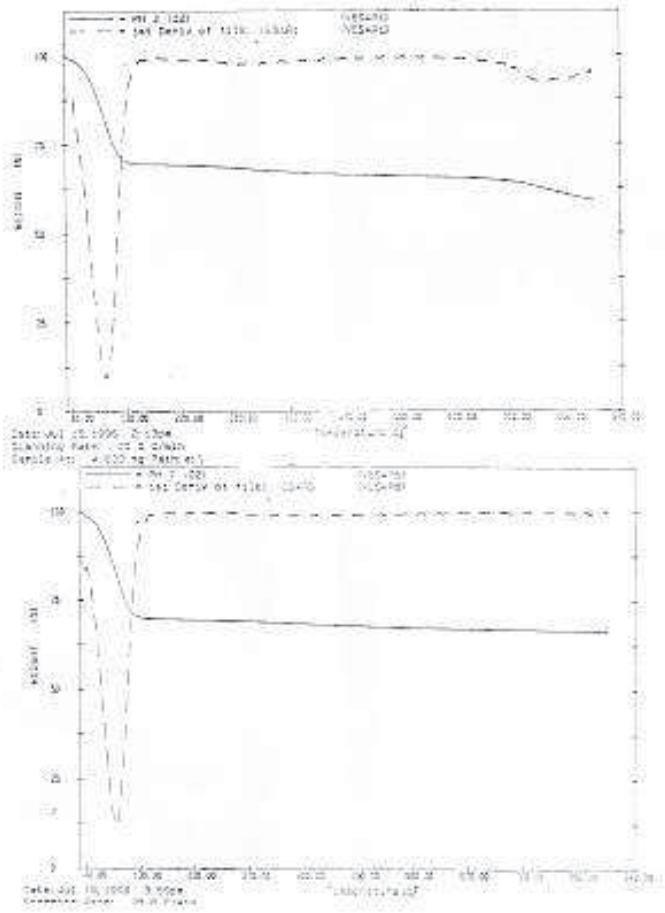
Hasil pengukuran gel silika yang telah dikeringkan pada temperatur 40° Cdengan SEM dapat dilihat pada Gambar4. Dari Gambar 4 kelihatan bahwa terdapat perbedaan struktur permukaan dari gel yang dihasilkan pada suasana asam, netral maupun dalam suasana basa. Pada pH sangat asam kelihatan bahwa fracture permukaan tidak homogen, begitu juga pada pH yang sangat basa, hal ini disebabkan oleh pertumbuhan monomer yang lebih cepat apabila dibandingkan denganpembentukan agregat. Fracture permukaan kelihatan sangat homogen pada pH 5, dimana tidak kelihatan sembarang kecacatan.

Hasil pengukuran dengan TGA dapat dilihat pada Gambar 5. Dari hasil pengukuran tersebut tidak kelihatan sembarang perubahan yang diperoleh terhadap kandungan silika, hal ini berarti bahwa pada pengeringan 40°C semua proses pengeringan pelarut dengan berbagai pH memeperlihatkan kel;akuan yang sama.

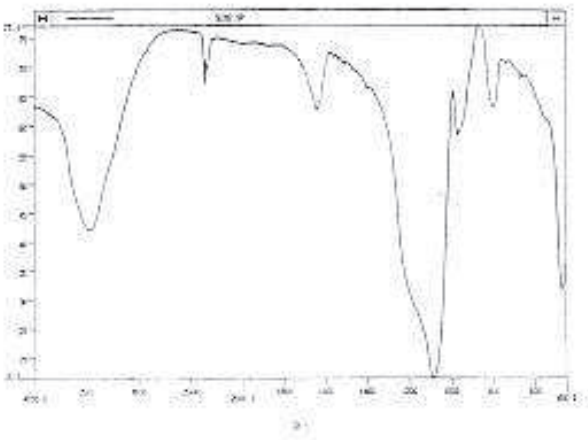
Pengukuran dengan FT-IR berfungsi untuk melihat apakah pada pengeringan 40° C terjadi perubahan gugus fungsi yang ada pada soilika. Hasil pengukuran dengan FT-IR pada suasana asam, basa, maupun netral dapat dilihat pada Gambar 6. Dari Gambar 6 kelihatan bahwa penyerapan IR terjadai pada 803 cm^{-1} merupakan puncak Si-O-Si, 942 cm^{-1} adalah puncak Si-OH streching, 1065 cm^{-1} adalah puncak dari Si-O- Streching,1600 cm^{-1} dan 3400 cm^{-1} adalah puncak OH dari pelarut dan tidak terjadi sembarang perubahan dengan adanya perubahan pH. Hal ini berarti bahwa gugus yang terbentuk dengan perubahan pH adalah sama.



Gambar 4. Hasil SEM dari silika gel kering pada berbagai pH. a. pH 3, b = pH 5, c = pH 7 dan d = pH 9



Gambar 5. Hasil Pengukuran TGA silika gel pada pH 3 dan pH 7



Gambar 6. Hasil Pengukuran FT-IR terhadap silika gel

KESIMPULAN

Gel silika telah disediakan melalui proses hidrolisis dan kondensasi tetraetoksiortosilane pada berbagai pH. Dari hasil eksperimen diperoleh bahwa gel yang baik diperoleh pada pH 4-5, dimana pada pH ini didapati gel yang bebas dari pecahan dan mempunyai fracture permukaan yang homogen. Kemudain ujian dengan menggunakan TGA dan FT-IR tidak memberikan sembarang perbedaan dengan adanya perbedaan pH.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya pada Universiti sains malaysia yang telah membantu demi terlaksananya penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

1. Jack Wenzel . *J.Non Cryst.Solids*. 73, 693. (1985).
2. Patrick J and C. Sanches. *J.Mater.Chem*. 6 .4. 511. (1996).
3. Sakka,S. *J.of sol-gel Scence and technology*. 3, 69-81 (1994).
4. Schmidt,H. *J. Non-Cryst.Solid*.100, 51-64 (1988).
5. Mackenzie,J.D. in : *Ultrastructure Processing of Ceramics, Glasses and composites*. eds. L.L. Hench and D.R.Ulrich. Wiley, Newyork,1984, p.15.
6. Brinker C.J. and G.W. Scherer . *Sol-gel science . the physics and chemistry of sol-gel processing*, Akademic press, Newyork, 1990,p.908.
7. Nagomi.M and Moriya Y . *J.non-Cryst. Solid*, 37,191-200, (1980)
8. G.M.Pajonk, A. Venkateswara Rao, B.M. sawant, N.N.Parvathy. *J.Non.Cryst .Solids*,209.40-50 (1997).
9. Anand Agarwal, M, Tomozawa. *J.Non Cryst.Solids*. 209. 167-174. (1997).
10. T.Kawaguchi, H.Hishikura, J.Iura and Y.Kohubu, *J.Non Cryst Solids*. 63, 61-69 (1984).
11. M.Nogami, *J. Non Cryst Solids*. 69 415-423 (1985).
12. R. Puyane, P.F.James and H. Rawson, *J.Non Cryst Solids*. 41, 105-115 (1980).
13. Mackenzie J.D. *J.Non. Cryst .Solids*. 48 1-10 (1982)
14. James.P.F. *J.Non.Cryst.Solids*. 100.93-114 (1988).
15. Klein.LC. and G.J. Garvey.in : *Better ceramics Through Chemistry*. eds. C.J.Brinker, D.E.Clark and D.R.Ulrich. North holland newyork,1984.