PENGARUH ASAM-ASAM ORGANIK TERHADAP PEMBENTUKAN GEL SILIKA MELALUI PROSES SOL-GEL

Emriadi, Yeni Stiadi, Syamsul Bachrie, dan Novesar Jamarun
Jurusan Kimia, Universitas Andalas, Limau Manis, Padang.

INTISARI

Pengaruh asam-asam organik pada pembentukan gel silika melalui proses sol-gel telah dipelajari. Perbandingan volume $Si(OC_2H_5)_4$: H_2O : Asam Organik (asam format, asetat, dan propionat dengan konsentrasi 0,1 M) yang digunakan adalah 1 : 2 : 0,3. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pH optimum untuk menghasilkan gel silika adalah pada pH 5 untuk masing-masing asam organik tersebut. Gel silika yang dihasilkan dengan asam asetat pada pH 5 lebih homogen dan tidak mengalami keretakan pada pengeringan 40 °C selama 10 hari.

ABSTRACT

The effect of organic acids on formation of silica gels by sol-gel process had been studied. The volume ratio of $Si(OC_2H_5)_4$: H_2O : organic acids (formic, acetic, and propionic acid with concentration of 0,1 M) was 1,0 : 2,0 : 0,3, respectively. The result showed that the optimum pH was 5. The silica gels were characterized by using scanning electron microscopy and infrared spectrometry. It was observed that on pH 5 using acetic acid, the surface of silica gels were homogeneous and no cracking that happened after drying at 40 °C during 10 days.

PENDAHULUAN

Perkembangan teknik sol-gel telah meningkat dengan pesat setelah Dislich pada tahun 1971 berhasil membuat gelas borosilikat pada temperatur rendah menggunakan logam alkoksida. Semenjak itu penyediaan bahan-bahan keramik dan kaca mendapat perhatian yang besar untuk dikembangkan melalui proses sol-gel.[1,2]

Proses sol-gel merupakan suatu metoda yang dapat digunakan untuk menghasilkan bahan-bahan keramik anorganik melalui reaksi kimia di dalam suatu larutan pada temperatur rendah. Reaksi ini dapat menghasilkan suatu bahan dasar pada pembuatan keramik, fiber atau suatu komposit yang lainnya. Produk yang dihasilkan dengan metoda ini mempunyai struktur kristal yang halus dengan tingkat kemurnian yang tinggi, homogen dan tahan temperatur tinggi.[2,3]

Bahan dasar yang dihasilkan dengan proses sol-gel ini dapat berupa gel silika. Untuk menghasilkan gel silika dengan tingkat kemurnian yang tinggi dan homogen sangat bergantung pada kesempurnaan reaksi hidrolisis dan kondensasi dari tetraetoksiortosilan (TEOS). Proses hidrolisis TEOS akan memakan waktu yang cukup lama jika tidak digunakan suatu katalis. Selain itu jenis katalis yang digunakan akan mempengaruhi tingkat pertumbuhan partikel silika sehingga pada saat proses kondensasi dan polimerisasi akan berpengaruh terhadap bentuk mikrostruktur dan kemohogenan dari gel silika yang dihasilkan. Variasi pH dan jenis asam yang digunakan juga akan mempengaruhi keretakan gel silika setelah pengeringan pada temperatur 40 °C selama 10 hari.[1,2,4]

Dalam penelitian ini dilakukan kajian tentang pembentukan gel silika dari TEOS dengan menvariasikan asam organik yang digunakan, yakni asam format, asam asetat, dan asam proponat. Asam organik ini berfungsi sebagai katalis dan pengatur pH. Tingkat keretakan dari gel silika dilakukan secara visual dan mikrostrukturnya diamati dengan menggunakan elektron mikroskop scanning (SEM), sedangkan untuk mengetahui perubahan gugus fungsi yang terjadi pada proses hidrolisis dan kondensasi TEOS dilakukan dengan spektrofotometri inframerah.

METODA

Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah pH meter model 80, neraca digital (mettler PM 400), magnetik stirer (fuses F6.3A), stopwatch (sekonda), wadah plastik.
Bahan yang digunakan adalah ammonium hidaksida (E. Merck, Darmstadt), asam format (Wako Pure, Ind. Ltd), asam asetat (Wako Pure, Ind. Ltd), asam propionat (Wako Pure, Ind. Ltd), tetraetoksiortosilan (Merck-Seuchardt) dan aquades.

Cara Kerja

Tetraetoksiortosilan (TEOS) dicampur dengan aquades dan salah satu asam organik yang digunakan (asam format 0,1 M ; asam asetat 0,1 M ; asam propionat 0,1 M) dengan perbandingan volume 1 : 2 : 0,3 di dalam erlenmeyer. Kemudian masing-masing campuran tersebut diaduk dengan megnet stirer sampai proses hidrolisis berlangsung sempurna. Masing-masing larutan tersebut dipindahkan ke dalam wadah polietilen sebanyak 30 ml. Nilai pH diatur dengan penambahan asam organik atau larutan amonium.

Waktu pembentukan gel silika dilakukan pada saat akan mengental. Pada saat gel mulai terbentuk tersebut dicatat sebagai waktu pembentukan gel silika. Penyusutan berat gel silika dilakukan dengan cara membandingkan berat gel silika pada saat masih basah dan berat gel silika setelah proses pengeringan.

Gel silika yang telah dikeringkan pada suhu 40 °C selama 10 hari kemudian dilakukan identifikasi dengan menggunakan spektrofotometri inframerah dan SEM.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar 1 menunjukan pengaruh pH dari beberapa asam organik terhadap waktu pembentukan gel silika. Pembentukan gel pada pH kecil dari 4 dan pada pH yang lebih besar dari 8 akan lebih lambat, sedangkan pada pH 5 hingga pH 8 waktu pembentukan gel akan lebih cepat. Hal ini disebabkan oleh karena pada daerah pH antara 0 sampai 4 merupakan daerah metastabil. Pada daerah pH ini laju polimerisasi silika sebanding dengan pembentukan ion hidrogen. Laju polimerisasi tersebut ditentukan oleh pembentukan ion silikonium dari silanol seperti reaksi (1) dan (2) berikut [2] :

$$\equiv Si\text{-}OH + H_3O^+ \longrightarrow \equiv Si^+ + 2H_2O \quad (1)$$

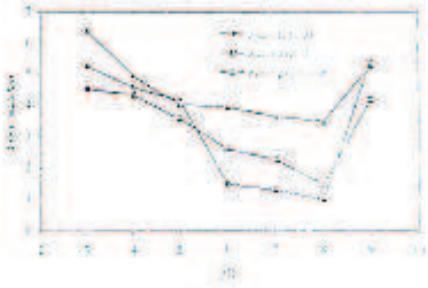
$$\equiv Si^+ + HO\text{-}Si \equiv \longrightarrow \equiv Si\text{-}O\text{-}Si \equiv + H^+ \quad (2)$$

Dengan terbentuknya ion silikonium maka silika akan larut di dalam mediumnya, sehingga proses polimerisasi akan berlangsung lambat. Disamping itu rendahnya laju pembentukan gel pada daeah di bawah 4 disebabkan oleh pada daerah pH antara 1 sampai 3 merupakan daerah pH isoelektrik. Pada pH tersebut mobilitas listrik dari partikel silika adalah nol.

Pada pH 4 sampai 8 laju kondensasi sebanding dengan konsentrasi ion hidroksida, sehingga waktu pembentukan gel akan menjadi lebih cepat. Pada pH yang lebih besar dari 8, proses polimerisasi atau kondensasi yang terjadi akan mengikuti mekanisme reaksi nukleofilik. Ion hidroksida ini bertindak sebagai nukleofil kuat, sedangkan pelarut air kurang bersifat nukleofil karena air dapat membentuk ikatan hidrogen dengan SiO^- seperti reaksi (3) dan (4) [2].

$$\equiv Si\text{-}OH + OH^- \longrightarrow \equiv SiO^- + H_2O \quad (3)$$

$$\equiv SiO^- + HO\text{-}Si \equiv \longrightarrow \equiv Si\text{-}O\text{-}Si \equiv + OH^- \quad (4)$$



Gambar 1. Pengaruh pH asam format, asetat, dan propionat terhadap pembentukan gel silika

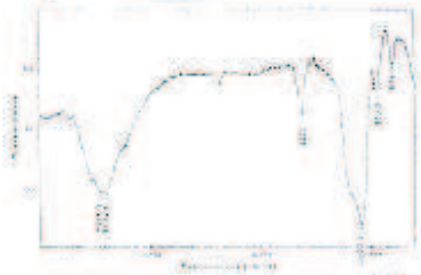
Dari Gambar 1 juga terlihat bahwa dengan adanya perbedaan katalis asam organik yang digunakan menyebabkan perbedaan waktu pembentukan gel silika.Hal ini terjadi karena adanya perbedaan efek induksi dari katalis tersebut. Efek induksi yang ditimbulkan tersebut akan mempengaruhi proses kondensasi. Asam format memberikan efek induksi yang lebih kecil dari asam asetat dan propionat, karena struktur molekul asam format lebih sederhana.

Tabel 1. Persen berat (g) rata-rata penyusutan dan keadaan gel silika dengan menggunakan asam format, asetat, dan propionat sebagai katalis setelah pengeringan pada temperatur 40 ^{o}C selama 10 hari.

pH	% Berat (g) penyusutan gel	Keadaan gel
3	77	retak
4	74	utuh
5	72	utuh
6	81	retak
7	83	pecah
8	84	pecah
9	86	pecah

Dari Tabel 1 dapat dilihat bahwa pada pH 4 dan pH 5 penyusutan gel silka yang dihasilkan sekitar 72 % dan 74 %, lebih kecil dari pada pH yang lain. Hal ini disebabkan oleh proses polimerisasi dan kondensasi pada pH ini lebih sempurna dibandingkan dengan yang lain, sehingga gel silika yang terbentuk akan lebih besar. Disamping itu, jumlah molekul air yang terperangkap dalam jaringan polimer lebih sedikit karena penambahan amonium hidroksida pada larutan sebanding dengan konsentrasi OH^{-}. Berbeda dengan pada pH lebih kecil dari 4 dan lebih besar dari 6 terjadi penyusutan yang lebih besar, sehingga menyebabkan gel silika menjadi retak dan terfragmentasi.

Dari hasil pengamatan maka daerah pH yang menghasilkan gel yang terbaik adalah pada pH 5 untuk ketiga asam organik. Oleh karena itu pengukuran spektrum infra merah hanya dilakukan pada pH tersebut. Spektrum infra merah dari gel silika menggunakan ketiga asam organik pada pH 5 dan setelah pengeringan pada 40 ^{o}C selama 10 hari dapat dilihat pada Gambar 2.

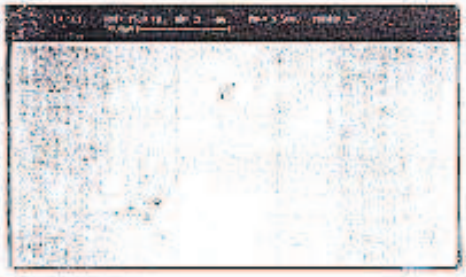


Gambar 2. Spektrum inframerah dari gel silika menggunakan asam pada pH 5

Gambar 2 memperlihatkan spektrum infra merah gel silika dengan asam asetat sebagai katalis yang merupakan salah contoh spektrum yang diperoleh. Dari spektrum infra merah untuk ketiga asam organik yang digunakan terlihat bahwa penyerapan infra merah terjadi pada daerah 800 - 806 cm^{-1} yang merupakan puncak dari Si-O-Si, pada daerah 939-968 cm^{-1} adalah puncak dari Si-OH. Daerah 1081 - 1100 cm^{-1} merupakan puncak dari Si-O, sedangkan pada daerah 1621-1640 cm^{-1} adalah puncak dari gugus OH dari pelarut yang digunakan.

Dari Gambar 2 terlihat bahwa ketiga katalis yang digunakan tidak mempengaruhi spektrum infra merah yang dihasilkan. Hal ini berarti bahwa gugus fungsi yang terbentuk adalah sama. Selain itu, terlihat bahwa puncak spektrum dari katalis yang digunakan tidak terlihat. Hal ini menunjukan bahwa katalis asam yang digunakan tidak terperangkap dalam jaringan polimer dan diperkirakan katalis tersebut hilang selama proses pengeringan.

(a)



(b)

(c)

Gambar 3. Foto permukaan gel silika dengan menggunakan (a) asam format; (b) asam asetat; (c) asam propionat pada pH 5

Gambar 3 adalah hasil pemotretan mikroskop elektron dari gel silika yang dihasilkan dengan proses sol-gel. Dari gambar terlihat bahwa gel silika yang terbentuk menggunakan katalis asam asetat pada pH 5 memupunyai bentuk mikrostruktur dan permukaan yang lebih homogen dibandingkan dengan menggunakan asam formar dan asam propionat.

KESIMPULAN

Dari hasil pengamatan dan pengukuran yang dilakukan dapat diambil kesimpulan :

1. Berdasarkan tingkat kehomogenan, tingkat penyusutan gel yang kecil, dan keadaan gel silika yang tidak mengalami keretakan setelah proses pengeringan maka gel silika yang terbaik dihasilkan berada pada pH 5, yaitu untuk ketiga asam organik yang digunakan.
2. Laju hidrolisis dan kondensasi dari larutan silika adalah asam format > asam asetat > asam propionat.
3. Dari spektrum infra merah tidak terlihat adanya perubahan gugus fungsi akibat perlakuan perubahan pH larutan.

DAFTAR PUSTAKA

1. Schmidt, H. J., J. Non-Crystal. Solids, 100, 1988, 51-64.

2. Brinker, J., and Scherer., Sol-Gel Science, the physics and chemistry of sol-gel procesing, Academic Press. New York, 1990, pp 908-945.

3. Rawson, H., P.F. James, and R.J. Puyane, J. Non-Crystal. Solids, 41, 1980, 105-115.

4. Nagomi, M., and Y. Moriya, J. Non-Crystal Solids, 37, 1980, 191-200.