

## Pengaruh Katalis Terhadap Pembentukan Struktur Komposit Silika-Titania-ENR 50 Melalui Proses Sol-Gel

Rahmayeni, Suci Ramadani, Novesar J  
Jurusan Kimia FMIPA Univ. Andalas

### Abstrak

Telah dilakukan penelitian tentang pengaruh katalis terhadap pembentukan komposit silika-titania-ENR 50 yang dibuat dengan proses sol gel. Komposit dibuat dengan menggunakan bahan dasar tetraktoksiosilana (TEOS), titaniumpropoksida (TiOPr) dan ENR 50 dengan katalis asam klorida, sulfat, nitrat dan asetat. Analisis secara konvensional memperlihatkan komposit yang dibuat dengan katalis asam nitrat lebih homogen dan tidak pecah. Hasil ini ditunjang oleh analisis yang dilakukan dengan SEM. Sedangkan analisis dengan FT-IR memperlihatkan katalis tidak berpengaruh terhadap struktur komposit yang terbentuk. Analisa dengan spektroskopi uv-vis memperlihatkan komposit menyerap pada daerah sinar tampak dan tidak menyerap pada daerah uv

### Abstract

The effect of catalyst on structure formation of silica-titania-ENR 50 composite prepared by sol gel process has been investigated. The composite prepared using tetraethoxyortosilane (TEOS) and titaniumpropoxide (TiOPr) as precursor and chloride acid, sulphuric acid, nitric acid and acetic acid as catalyst. The homogenous and no crack composite could be produced using nitric acid catalyst showed in SEM analysis. FT-IR spectrum show that the catalyst has no effect on composite structure and uv-vis spectrum showed the absorption of composite in uv area.

### PENDAHULUAN

Sejalan dengan semakin berkembangnya teknologi maka kebutuhan akan material-material yang dapat menunjang kemajuan teknologi juga semakin meningkat. Komposit merupakan salah satu material yang sangat dibutuhkan saat ini. Komposit merupakan suatu bahan multifasa yang memberikan sifat-sifat gabungan dari bahan penyusunnya. Material komposit sering digunakan sebagai bahan dasar semi konduktor, bahan dasar keramik, katalis, pelapis, bahan dasar pembuat berbagai perangkat elektronik dan lain-lain. Mutu suatu komposit sangat ditentukan oleh sifat-sifat yang dimiliki oleh komposit tersebut. Ada beberapa sifat yang dapat dijadikan parameter dalam mengukur sifat komposit antar lain sifat listrik, mekanik optik, magnet, elastisitas, kimia dan fisika. (Richardson 1987, Judeinstein, 1996)

Komposit dapat dibuat melalui penggabungan berbagai bahan dasar seperti oksida logam dengan oksida logam, oksida logam dengan bahan organik seperti karet alam atau oksida logam-oksida logam dengan karet alam dan lain-lain. Dari penggabungan ini akan didapat suatu material yang memiliki sifat yang lebih unggul dari bahan dasarnya seperti

transparan, dapat menyerap sinar uv dan cukup elastis atau tidak mudah retak sehingga dapat dipakai sebagai pelapis bahan yang lain, keramik atau untuk keperluan yang lain.

Salah satu metoda yang dapat digunakan untuk menghasilkan komposit adalah melalui proses sol-gel. Proses ini dapat didefinisikan sebagai suatu proses pembentukan bahan anorganik pada temperatur rendah yang melibatkan dua reaksi penting yaitu hidrolisis dari logam alkoksida kemudian dilanjutkan dengan kondensasi. Proses ini juga dapat digunakan untuk pembuatan kaca keramik dan polimer. Dibanding dengan proses konvensional (sistem pemanasan pada suhu tinggi) proses sol-gel mempunyai beberapa keunggulan diantaranya mampu menghasilkan bahan dengan sifat-sifat struktur mikro yang bervariasi, homogen, tingkat kemurnian yang tinggi (kandungan benda asing yang rendah) serta suhu prosesnya relatif rendah (Thomas, 1988, dan Rahmayeni, Jamarun, 2002).

Pembuatan komposit dengan proses sol-gel dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya senyawa logam yang digunakan (bahan dasar), katalis, pelarut, suhu dan aditif. Pelarut digunakan untuk melarutkan bahan dasar agar didapat bahan yang lebih homogen. Sifat-sifat pelarut yang berperan dalam proses sol-gel adalah kepolaran, momen dipol dan keadaan proton. Pelarut yang lebih polar sering digunakan karena dapat melarutkan berbagai macam senyawa silikat. Pelarut yang biasanya digunakan dalam reaksi pembentukan gel adalah alkohol. Ini disebabkan karena alkohol memiliki tekanan uap yang tinggi pada temperatur kamar. Pelarut ini akan menguap pada saat proses pembentukan gel. (Schmidt 1988, Jamarun ). Katalis dapat mempengaruhi kecepatan reaksi hidrolisis dan kondensasi, mempercepat waktu pembentukan gel dan mempengaruhi mikrostruktur serta kemurnian komposit. Katalis yang digunakan dapat berupa asam (organik atau anorganik) atau basa. (Schmidt 1988, Jamarun ).

Penggunaan tiga bahan dasar dalam pembuatan komposit dengan proses sol-gel dapat dilakukan dengan melibatkan dua oksida logam dan bahan organik seperti silika-titania dan epoksida karet alam. Epoksida karet alam sendiri mempunyai sifat-sifat yang menarik antara lain memiliki densitas yang rendah, kekenyalan yang tinggi, kekuatan yang besar, tahan lama, kedap gas, dan tahan minyak. Penggabungan epoksida karet alam ini dengan material yang lain seperti titania, silika atau zirkonia diharapkan akan menghasilkan suatu material komposit yang mempunyai sifat yang lebih baik (elastis dan tidak mudah rapuh serta transparan) sehingga dapat digunakan untuk pelapis atupun sebagai bahan penunjang piranti elektronik dan lain-lain.

Komposit silika-titania-epoksida karet alam dapat dibuat dengan mereaksikan tetraetoksi ortosilana (TEOS) dengan titanium propoksida (TiPr) dan epoksida karet alam (ENR-50) dengan proses sol-gel. Campuran diaduk selama beberapa jam pada suhu tertentu kemudian dikeringkan pada suhu kamar dan dilanjutkan dengan pengeringan menggunakan oven. Untuk mendapatkan hasil yang maksimal maka semua faktor yang mempengaruhi terhadap hasil yang didapatkan harus diperhatikan selama proses pembuatan.

Katalisator juga memegang peranan penting dalam pembentukan struktur komposit. Tanpa katalis maka pembentukan komposit berlangsung lama dan hasil yang didapatkan tidak begitu baik. Untuk itu maka dilakukan penelitian tentang pengaruh katalis terhadap pembentukan komposit yang berasal dari tiga material yaitu silika, titania dan epoksida karet alam. Katalis yang akan dipakai adalah katalisator asam anorganik seperti asam klorida, asam sulfat dan asam nitrat. Karakterisasi dari sample komposit yang dihasilkan dilakukan dengan peralatan TGA-DTA, SEM, FTIR dan Uv-vis.

## METODE PENELITIAN

### Alat dan Bahan

- Alat yang digunakan adalah hotplate, magnetik stirer, kondensor, oven, peralatan gelas. Scanning Elektron Microscop (SEM), Fourier Transform Infra Red (FT-IR), UV-Vis spektroskopi
- Bahan Kimia yang digunakan adalah Tetraetoksiortosilana (TEOS), Titanium Propoksida (TiOPr), ENR-50 (Epoxide Natural Rubber), HCl, HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, CH<sub>3</sub>COOH, Isopropanol, Toluena, akuades

### Metodologi

Dalam penelitian ini pembuatan komposit silika-titania-ENR 50 dilakukan dengan proses sol-gel. Bahan dasar yang digunakan adalah tetraetoksi ortosilana (TEOS) sebagai bahan dasar silika, titanium propoksida (TiOPr) sebagai bahan dasar titanium dan epoksida karet alam (ENR 50).

Pada awal pengerjaan dibuat larutan A yang merupakan campuran dari alkohol, air dan asam kemudian dimasukkan 5,91 ml TEOS kedalam larutan ini sambil diaduk. Dalam hal ini jenis asam dan konsentrasinya divariasikan. Kemudian dilakukan pemanasan pada temperatur 60 °C selama dua jam sambil dilakukan pengadukan dengan stirrer. Sementara itu larutan titanium disiapkan dengan menambahkan 0,96 ml TiOPr ke dalam 20 ml isopropanol dan diaduk. Larutan TiOPr ini kemudian ditambahkan ke dalam larutan TEOS sambil diaduk pada temperatur 60 °C selama dua jam.

Campuran larutan TEOS dan TiOPr lalu ditambahkan ke dalam ENR 50 yang sebelumnya telah dilarutkan dengan toluena dan diaduk. Pengadukan dilanjutkan sampai 6 jam pada suhu 60 °C. Setelah itu campuran yang sudah diaduk dipindahkan ke cawan petri lalu ditutup dan dikeringkan pada suhu kamar. Sampel yang sudah kering merupakan komposit yang siap dikarakterisasi.

Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan peralatan SEM untuk melihat khomogenan dari permukaan sampel, uv-vis untuk melihat ketransparanan sampel dan FTIR untuk melihat gugus fungsi yang terdapat dalam sampel.

## HASIL DAN DISKUSI

Pengaruh katalis terhadap waktu pembentukan gel dapat dilihat pada Tabel 1. Dalam tabel terlihat perbedaan katalis yang digunakan akan menyebabkan perbedaan waktu pembentukan gel. Waktu pembentukan gel adalah 9 hari untuk asam klorida, 11 hari untuk asam sulfat, asam nitrat 12 hari dan 14 hari untuk asam asetat

Tabel 1. Pengaruh katalis terhadap waktu pembentukan gel Silika-Titania-ENR 50

Jenis Katalis	Waktu pembentukan
HCl	9 Hari
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	11 Hari
HNO <sub>3</sub>	12 Hari
CH <sub>3</sub> COOH	14 Hari

Waktu pembentukan gel dengan menggunakan katalis asam klorida lebih cepat dibandingkan katalis asam yang lainnya, ini disebabkan karena asam klorida lebih mampu melakukan proses hidrolisis dan kondensasi. Perbedaan ini disebabkan karena kecepatan pelepasan  $H^+$  dari masing-masing asam berbeda-beda, sedangkan kecepatan pelepasan  $H^+$  akan mempengaruhi kecepatan dan kesempurnaan hidrolisis TEOS, semakin cepat proton terbentuk, hidrolisis TEOS akan berlangsung lebih cepat sehingga secara tidak langsung akan mempercepat proses kondensasi, akibatnya gel cepat terbentuk.<sup>3</sup>

Kecepatan proses hidrolisis dan kondensasi harus berjalan seimbang sehingga polimerisasi dalam jaringan juga berjalan sempurna. Hal ini sangat mempengaruhi terhadap pembentukan gel dalam menghasilkan mikrostruktur yang homogen.<sup>3</sup>

Pengamatan secara visual, pengaruh katalis asam terhadap sifat fisik komposit silika-titania-ENR 50 ditunjukkan pada Tabel 2

Tabel 2. Sifat Komposit Silika-Titania-ENR 50 pada berbagai katalis

Jenis Katalis	Keadaan Sifat Fisik Komposit
HCl	Tidak pecah/utuh, buram
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Sedikit pecah,transparan berwarna keorangean
HNO <sub>3</sub>	Tidak pecah/utuh, transparan
CH <sub>3</sub> COOH	Tidak pecah/utuh, agak transparan

Secara umum komposit dengan katalis asam berbentuk transparan, hanya tingkat ketransparanannya yang berbeda. Hasil ini sesuai dengan yang disampaikan Klein bahwa katalis asam mampu menghasilkan gel yang transparan. Disamping itu secara umum komposit yang dihasilkan juga utuh/tidak pecah, kecuali untuk komposit dengan katalis asam sulfat yang sedikit pecah pada bagian ujungnya, keretakan terjadi akibat pelepasan air dan pelarut. Bahan-bahan tersebut akan berpindah dari dalam gel kepermukaan gel sehingga akan menutupi pori, penutupan pori tersebut akan menyebabkan terperangkapnya senyawa-senyawa yang mudah menguap sehingga menghalanginya untuk lepas, ini menyebabkan pori-pori mengalami pengembangan yang serius sehingga mengakibatkan keretakan.

Hasil analisis pengaruh katalis terhadap berat komposit silika-titania-ENR 50 yang dihasilkan ditunjukkan pada Tabel 3.

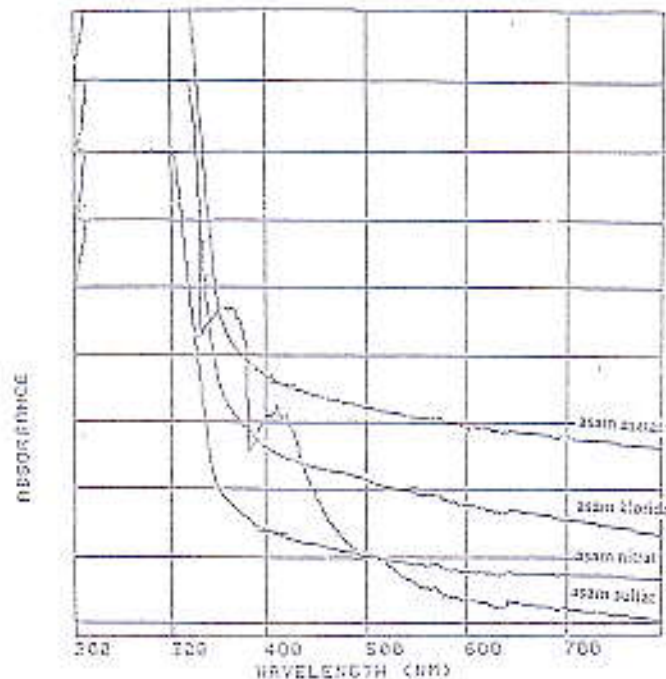
Tabel 3. Pengaruh katalis terhadap berat komposit Silika-Titania-ENR 50

Jenis Katalis	Berat komposit (gram)
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	2,284
HCl	2,117
HNO <sub>3</sub>	2,514
CH <sub>3</sub> COOH	2,429

Dalam tabel terlihat perbedaan katalis akan memberikan perbedaan berat gel yang dihasilkan namun perbedaannya tidak begitu signifikan. Komposit dengan katalis asam nitrat memberikan berat yang relatif besar dibandingkan komposit dengan katalis asam lainnya. Hal ini disebabkan karena proses hidrolisis dan kondensasi dengan menggunakan katalis asam nitrat lebih sempurna terjadi sehingga komposit yang terbentuk lebih banyak dan lebih homogen.

### Analisis dengan Spektroskopi UV-Vis

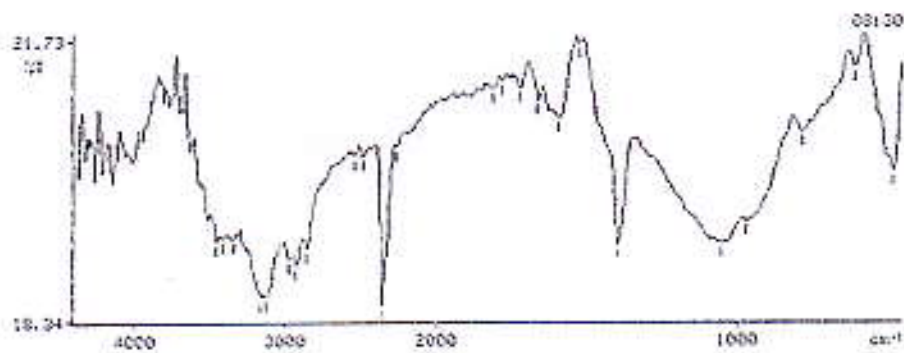
Analisis Spektroskopi UV-Vis digunakan untuk melihat sifat optik bahan, yaitu penyerapan sinar UV-Vis oleh komposit Silika-Titania-ENR 50 pada panjang gelombang 200 nm – 800 nm. Hasil pengaruh katalis asam terhadap penyerapan sinar UV dan sinar tampak secara umum dapat dilihat pada gambar 1. Secara umum komposit melakukan penyerapan yang kuat pada daerah uv dan tidak menyerap pada daerah sinar tampak, kecuali untuk katalis asam sulfat. Dengan katalis asam sulfat komposit menyerap pada daerah uv dan juga menyerap pada daerah sinar tampak pada panjang gelombang 400 dan 600 nm. Ini disebabkan karena komposit yang dihasilkan dengan katalis asam sulfat agak berwarna orange.



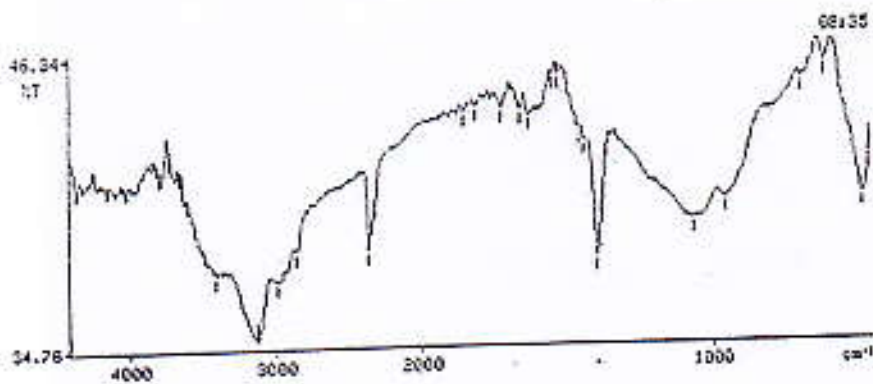
Gambar 1. Spektrum UV dan sinar tampak komposit

### Analisis dengan FT-IR

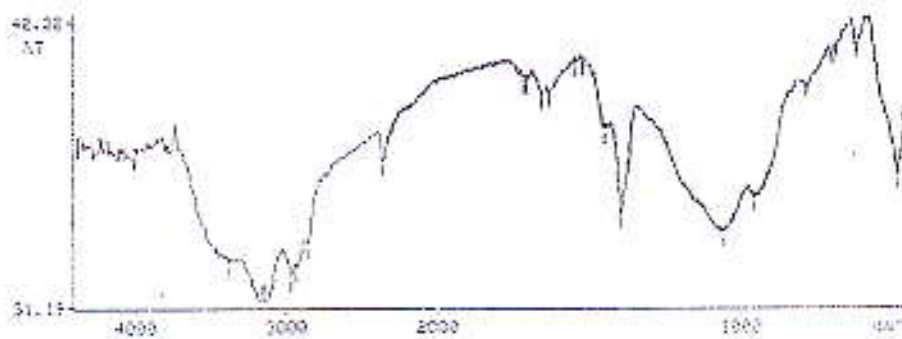
Analisis dengan FT-IR (gambar 2) memperlihatkan puncak-puncak serapan komposit antar lain pada  $3459,8\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan puncak OH yang berasal dari air ataupun sisa pelarut, puncak  $2978\text{ cm}^{-1}$  merupakan puncak dari C-C dan C-H. Puncak  $1055\text{ cm}^{-1}$  dan  $973\text{ cm}^{-1}$  merupakan puncak dari Si-O-Si, Si-O-Ti dimana puncak yang tajam adalah puncak Si-O-Ti dan puncak yang lemah adalah puncak Si-O-Si. Menurut Wellbroek kedua puncak ini sangat sukar untuk diidentifikasi penyerapannya sama yaitu pada  $920 - 1100\text{ cm}^{-1}$ , perbedaan puncak ini hanya dilihat dari ketajamannya.



Gambar 2. Spektrum FT-IR komposit dengan katalis asam klorida



Gambar 3. Spektrum serapan FT-IR dari komposit dengan katalis asam nitrat



Gambar 4. Spektrum serapan FT-IR dari komposit dengan katalis asam asetat

Puncak lain yang muncul adalah pada  $2966,2\text{ cm}^{-1}$  yang cukup lebar merupakan puncak C-C dan C-H,  $1061,1\text{ cm}^{-1}$  dan  $955,3\text{ cm}^{-1}$  adalah puncak lebar Si-O-Si dan Ti-O-Ti.<sup>8</sup> Pada gambar 3 puncak yang muncul antara lain pada  $2989,7\text{ cm}^{-1}$  merupakan puncak C-C dan C-H, Si-O-Si pada  $1067,0\text{ cm}^{-1}$  dan puncak pada  $955,3\text{ cm}^{-1}$  merupakan Ti-O-Ti. Dari spektrum-spektrum yang muncul terlihat bahwa perbedaan katalis tidak menyebabkan terjadinya perubahan gugus fungsi dari komposit yang dihasilkan dan juga katalis yang digunakan tidak muncul dalam spektrum ini.

### Analisis dengan SEM

Analisis Mikrostruktur dilakukan dengan SEM, analisis SEM bertujuan untuk melihat morfologi dan kecacatan permukaan sampel komposit yang dihasilkan. Perbesaran sampel dilakukan pada 1000 X. Analisis SEM hanya dilakukan terhadap sampel dengan penampakan terbaik yaitu komposit dengan katalis asam nitrat. Hasil analisis SEM ditunjukkan pada gambar 2.



Gambar 5. Foto SEM permukaan komposit Silika-Titania-ENR 50 dengan katalis asam nitrat pada perbesaran 1000 X

Analisis SEM memperlihatkan tekstur permukaan komposit yang diperoleh terdapat titik-titik yang diperkirakan merupakan partikel silika dan titania yang tersebar didalam komposit dengan berbagai ukuran.

Menurut Brinker (1990) terdapatnya struktur bervariasi pada gel-gel yang dibuat dengan cara hidrolisis yang berlangsung cepat dan lambat kemudian akan mempengaruhi proses pengeringan yang mempengaruhi mikrostruktur komposit seperti terjadinya penciutan dan noda pada permukaan.<sup>18</sup>

## KESIMPULAN DAN SARAN

### 1 Kesimpulan

Hasil analisis pengaruh katalis terhadap pembentukan komposit Silika-Titania-ENR 50 dengan metoda sol-gel dapat disimpulkan bahwa pengamatan visual komposit dengan katalis asam nitrat memberikan hasil komposit yang terbaik dengan terbentuknya komposit yang transparan dan utuh. Hasil analisis Spektroskopi UV-Vis menunjukkan komposit yang dihasilkan menyerap pada daerah UV dan transparan pada sinar tampak. Hasil pengukuran FT-IR memperlihatkan perbedaan jenis katalis asam yang digunakan tidak menyebabkan terjadinya perubahan gugus fungsi dari komposit yang dihasilkan. Analisis SEM memperlihatkan terdapatnya bintik-bintik pada permukaan komposit yang diperkirakan merupakan partikel silika atau titania serta pengaruh katalis asam mempengaruhi kecepatan pembentukan gel, berat gel serta sifat fisik dari komposit yang dihasilkan seperti ketransparanan dan pecah/tidak pecah.

### 2 Saran

Dari penelitian yang telah dilakukan, disarankan agar pada penelitian selanjutnya juga dipelajari pengaruh konsentrasi katalis asam anorganik terhadap pembentukan komposit Silika-Titania-ENR 50 melalui proses Sol-Gel.

### Daftar Pustaka

1. Jamarun N., Pengaruh pH pada pembentukan komposit silika karet alam melalui proses sol-gel, *J. MIPA*, 10, 2, 2001 hal. 85-86
1. Judeinstein P., C. Sanchez, Hybrid organic-inorganic materials : A Land of Multidisciplinary, *J. Material Chem.*, 1996
2. Kamil Mahmood W.A., Organic-Inorganic Composite derived from Incorporation of titanium oxide in LNR by sol-gel process, 1996
3. Lok K. H., M. Kamil , Organic-Inorganic Composit from Natural rubber and titanium alcoxide via sol-gel process: preparation and characterization, 1998
4. Miranda S.,C.J Sernaa, J.MFF. Navarro, *J. of Non Crystalline Solids* , 100, 1988, 31-50
5. Novesar J, Rahmayeni, Julisa Irtina, "Pengaruh waktu pengadukan terhadap pembuatan komposit silica-zirkonia dengan porses sol-gel", Poster presentasi pada seminar Asian Confrence 2002 Kimia FMIPA Unand
6. Novesar J, Rahmayeni, Sri Hidayati," Pengaruh katalis terhadap pembentukan material silica-titania melalui proses sol gel"; *J. Kimia Andalas*, Vol. 8 , No. 2, 2002, hal 6-10
7. Rahmayeni, Novesar J., Devy V.," Pengaruh polietilen glikol terhadap pembentukan tepung titania dengan proses sol-gel", *J. Kimia Andalas*, vol 8,1,2002, 1-4
8. Richarson T., *Composite : A desing guide*, 1987, Industrial Press Inc. New York.
9. Schmidt, H. J., Chemistry of Material Preparation by the sol-gel process, *J. Non. Crys. Solid*, 1988, 100 , 51- 64.
10. Thomas I., *Sol-gel Technology for thin films, fibers, preforms, electronics and specialty shape*, Klein L. Ed., Noyes Pub., USA, 19988