

PENGARUH PELARUT TERHADAP PEMBENTUKAN KOMPOSIT SILIKA TITANIA MELALUI PROSES SOL GEL.

Yulizar Yusuf, Novesar Jamarun, Zilfa
Jurusan Kimia FMIPA Unand

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian untuk mempelajari pengaruh pelarut dalam pembentukan komposit silika - titania melalui proses sol -gel. Pelarut yang digunakan adalah metanol, etanol, propanol dan butanol. Dari hasil penelitian didapatkan bahwa gel dengan menggunakan pelarut metanol dan etanol memberikan hasil yang terbaik dibandingkan pelarut propanol dan butanol.

Gel terbaik yang diperoleh diidentifikasi dengan Spektrofotometer infra merah, Scanning Electron Microscop (SEM) dan Spektrometer sinar -X. Dari hasil pengukuran spektrum infra merah didapat bahwa perbedaan pelarut tidak mempengaruhi struktur dari komposit yang dihasilkan. Analisis dengan SEM memperlihatkan bahwa gel dengan menggunakan pelarut metanol dan etanol mempunyai kehomogenan yang sama. Dan hasil pengukuran sinar-X didapat bahwa komposit yang terbentuk bersifat amorf.

ABSTRACT

Research on the effect of solvent on formation of silica-titania composite through sol-gel process has been done. Methanol, ethanol, propanol and butanol were used as solvent. The research result showed that the finest composite gived methanol and ethanol as solvent compare propanol and buthanol as solvent.

The finest composites obtained from methanol and ethanol as solvent was identified using Infra Red Spectrophotometer, Scanning Electron Microscope (SEM) and X-Ray Diffraction Spectrometer. The infra red spectra showed that variety of solvent have no impact on gel structure. As indicated by Scanning Electron Microscope, composites showed the same homogenous surface. X-Ray Diffraction showed that composite have amorphous phase.

PENDAHULUAN

Salah satu proses kimia yang berkembang pesat dalam pembuatan bahan baru saat ini adalah proses sol gel. Proses sol gel merupakan suatu proses pembentukan bahan-bahan anorganik pada temperatur rendah yang melibatkan dua reaksi penting yaitu hidrolisis dari logam alkoksida kemudian dilanjutkan dengan kondensasi untuk menghasilkan logam oksida. Penggunaan proses sol gel sangat luas terutama pada bidang keramik dan komposit. Hal ini disebabkan karena proses sol gel dapat menghasilkan bahan yang berukuran halus, seragam, homogen serta mempunyai kemurnian yang tinggi.

Proses sol gel yang dilakukan pada penelitian ini digunakan untuk menghasilkan komposit silika-titania, dengan menggunakan prekursor TEOS (tetraetoksi ortosilana) dan TiPr (titanium propoksida). Komposit yang dihasilkan diharapkan mempunyai sifat-sifat yang istimewa yang merupakan perpaduan antara sifat silika dan titania. Salah satunya yaitu mempunyai indeks bias yang tinggi.

Proses sol gel dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya adalah prekursor, katalis, pelarut dan suhu. Masing-masingnya mempengaruhi kemurnian serta kehomogenan dari komposit yang dihasilkan. Apabila proses sol-gel dibandingkan dengan proses tradisional maka proses tradisional mempunyai beberapa kelemahan antara lain; bahan yang dihasilkan mempunyai mikrostruktur yang kurang homogen, kandungan benda asing yang tinggi dan harus dikerjakan pada suhu yang relatif tinggi.

Untuk mencapai kehomogenan bahan dasar dan air pada reaksi hidrolisis digunakan suatu pelarut yang dapat melarutkan kedua bahan tersebut selain itu pelarut juga digunakan untuk mengontrol konsentrasi logam alkoksida agar tidak terlalu pekat. Pelarut yang digunakan disini adalah alkohol karena alkohol mempunyai tekanan uap yang relatif tinggi pada suhu kamar.

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh pelarut dalam menghasilkan komposit silika - titania dimana pelarut yang berbeda dapat memberikan pengaruh tertentu terhadap bentuk, berat, dan waktu pembentukan gel. Pelarut yang digunakan adalah metanol, etanol, propanol dan butanol. Tingkat keretakan dari gel silika titania dilakukan secara visual dan mikrostrukturnya diamati dengan menggunakan scanning elektron mikroskop (SEM), sedangkan untuk mengetahui perubahan gugus fungsi yang terjadi pada

proses hidrolisis dan kondensasi TEOS dan TiPr dilakukan dengan spektrofotometri infra merah. Untuk mengetahui perubahan fasa dari komposit yang didapat digunakan difraksi sinar-X.

METODA

Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan adalah seperangkat kondensor dengan labu didih, hot plate stirer (Fison), oven vakum, termometer, furnace listrik (Galenkamp) serta peralatan gelas lainnya. Bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah tetraetoksi orto silana (TEOS, merck), titanium propoksida (TiPr, Fluka), (metanol, etanol, propanol, butanol) (merck, pa), asam klorida (HCl merck, 37 %), akuades.

Cara Kerja

TEOS sebanyak 5,5 g dimasukkan ke dalam 10 mL larutan A (larutan A merupakan campuran alkohol, air, HCl) dimana alkoholnya divariasikan. Kemudian dipanaskan pada temperatur 60°C selama dua jam sambil dilakukan pengadukan. Pada bagian lain, larutan titanium disiapkan dengan menambahkan 1,0 g TiPr ke dalam 20 mL alkohol (alkoholnya divariasikan), larutan TiPr dimasukkan ke dalam campuran larutan A dan TEOS yang berada dalam labu didih. Pengadukan dilanjutkan selama 2 jam. Campuran tersebut dipindahkan dari labu didih ke dalam gelas piala dan gelas piala ditutup pada bahagian atasnya, lalu dibiarkan pada temperatur kamar sampai terbentuk gel basah. Setelah gel basah memisah dari dinding gelas piala dilanjutkan pengeringan dalam oven vakum.

Waktu pembentukan gel dilakukan pada saat terbentuknya gel basah yaitu sewaktu gel menjadi kaku pada saat wadah sampel dimiringkan. Gel basah yang telah memisah dari dinding gelas piala dikeringkan selama 24 jam pada oven vakum, selanjutnya ditimbang dengan neraca analitik dan didapatkan berat gel. Setelah itu dilakukan identifikasi dengan menggunakan spektrofotometri infra merah, SEM dan difraksi sinar-X.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil pengamatan yang telah dilakukan secara visual terhadap gel silika titania dengan menggunakan beberapa pelarut dapat dilihat pada Tabel 1 dibawah ini.

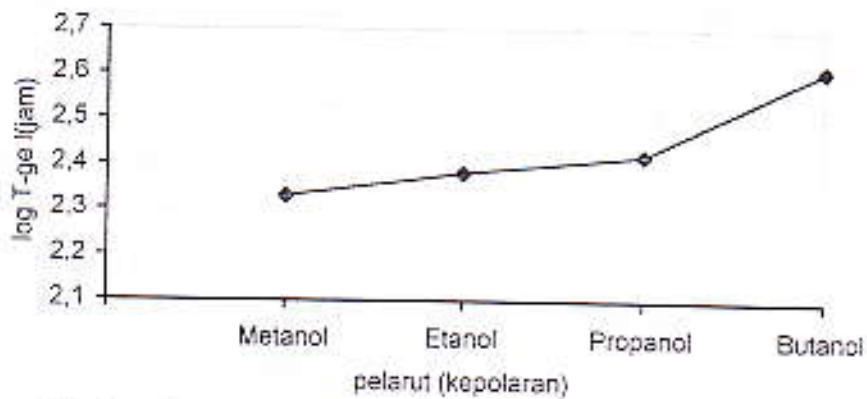
Tabel 1. Pengaruh pelarut terhadap bentuk gel

Pelarut	Bentuk
Metanol	Pecah, transparan
Etanol	Sedikit pecah, transparan
Propanol	Hancur, sedikit transparan
Butanol	Hancur, opak

Tabel 1 menunjukkan bahwa secara umum gel kering yang dihasilkan dengan menggunakan pelarut yang berbeda memiliki bentuk yang transparan dan pecah. Untuk gel kering yang sedikit pecah adalah gel yang menggunakan pelarut etanol sedangkan gel dengan pelarut metanol, propanol dan butanol hasilnya hancur. Hal ini menunjukkan pelarut etanol dapat menghomogenkan campuran bahan dasar yaitu TEOS dan air karena kepolarannya yang hampir sama sehingga proses hidrolisis dan kondensasi berjalan dengan sempurna. Untuk gel dengan pelarut metanol hasilnya tidak jauh berbeda dengan gel yang menggunakan pelarut etanol karena kepolaran metanol dan etanol tidak jauh berbeda sehingga metanol juga dapat menghomogenkan campuran TEOS dan air akan tetapi karena metanol mempunyai titik didih yang lebih rendah dari etanol sehingga lebih cepat menguap daripada etanol oleh karena itulah hasilnya pecah.

Sedangkan gel yang menggunakan pelarut propanol dan butanol hasilnya hancur dan opak hal ini disebabkan propanol dan butanol tidak dapat menghomogenkan campuran TEOS dan air karena kepolarannya yang jauh berbeda dengan TEOS sehingga proses hidrolisis dan kondensasi tidak berjalan dengan sempurna. Selain itu sewaktu pembentukan gel terjadi kompetisi antara gel dengan pengendapan. Jika gel terbentuk sebelum terjadinya pengendapan, maka komposit yang dihasilkan adalah transparan tetapi bila gel terbentuk setelah terjadinya pengendapan maka komposit yang dihasilkan akan berbentuk opak dan sangat mudah pecah. Salah satu kelemahan dari proses sol gel adalah penyusutan yang besar sehingga sukar untuk mendapatkan bahan yang bebas dari keretakan, keretakan itu terjadi akibat pelepasan air dan pelarut. Bahan-bahan tersebut akan berpindah dari dalam gel ke permukaan gel sehingga akan menutupi pori.

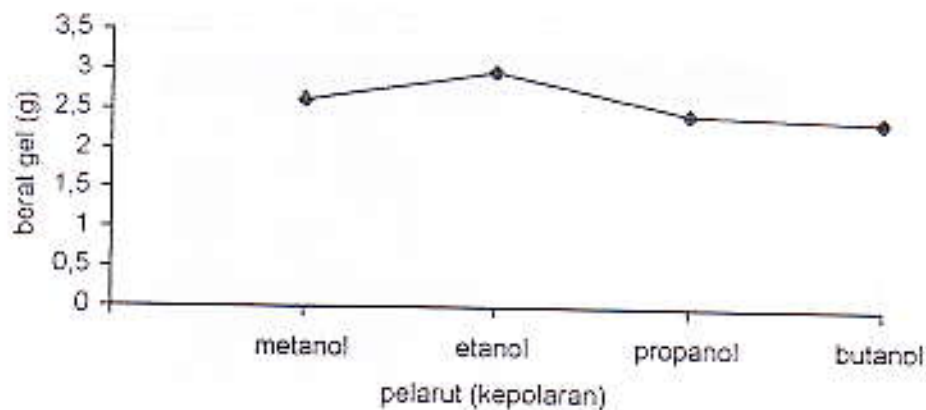
Penutupan pori –pori tersebut akan memerangkap benda asing dan senyawa-senyawa yang mudah menguap dan menghalanginya untuk lepas. Ini akan menyebabkan pori-pori menggebu sehingga menyebabkan keretakan. Sedangkan pengaruh pelarut terhadap waktu pembentukan gel dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Pengaruh pelarut terhadap waktu pembentukan gel

Gambar 1 memperlihatkan bahwa semakin panjang rantai karbon dari pelarut maka waktu pembentukan gel semakin lama karena pelarut semakin nonpolar. Jadi pelarut metanol memberikan waktu pembentukan gel tercepat karena rantai karbonnya paling pendek sedangkan butanol memberikan waktu pembentukan gel paling lama karena rantai karbonnya paling panjang, dimana jika semakin panjang rantai karbon suatu alkohol maka sifatnya semakin non polar dan titik didihnya semakin tinggi sehingga penguapan pelarut semakin lama terjadi dan waktu pembentukan gelpun semakin lama.

Hasil analisis pengaruh pelarut terhadap berat gel yang dihasilkan ditunjukkan pada Gambar 2.

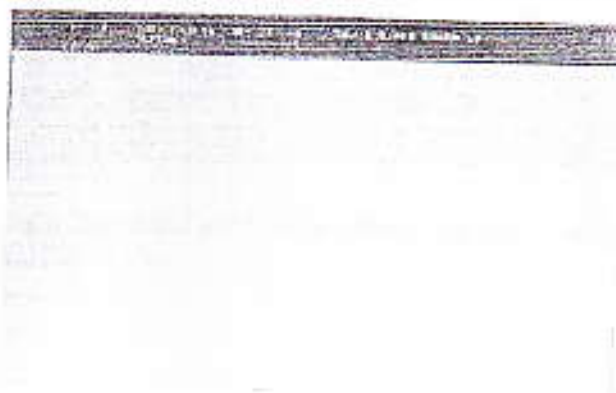


Gambar 2. Pengaruh pelarut terhadap berat gel

Gambar 2 memperlihatkan bahwa dengan pelarut yang berbeda akan memberikan berat yang berbeda pula, dimana pelarut etanol memberikan berat yang lebih besar dibandingkan pelarut yang lainnya. Hal ini disebabkan karena proses hidrolisis dan kondensasi menggunakan pelarut etanol lebih sempurna terjadi sehingga gel yang terbentuk lebih banyak dan lebih homogen.

Dari hasil pengamatan didapatkan gel dengan pelarut etanol dan metanol memberikan hasil secara visual terbaik yaitu sedikit pecah, transparan dan hasilnya relatif banyak bila dibandingkan dengan gel yang menggunakan pelarut propanol dan butanol yang hancur dan opak. Oleh karena itu untuk identifikasi hanya untuk kedua pelarut itu.

Hasil analisis SEM terhadap sampel ditunjukkan pada Gambar 3 dan Gambar 4. Berdasarkan foto SEM itu, maka jelas terlihat bahwa mikrostrukturnya sama-sama baik. Hal ini disebabkan karena pertumbuhan partikel gel silika-titania dengan pelarut metanol dan etanol berlangsung sempurna dan mempunyai bentuk yang seragam sehingga pada saat proses kondensasi dan polimerisasi dari partikel silika-titania dapat menghasilkan bentuk gel silika-titania yang lebih homogen.

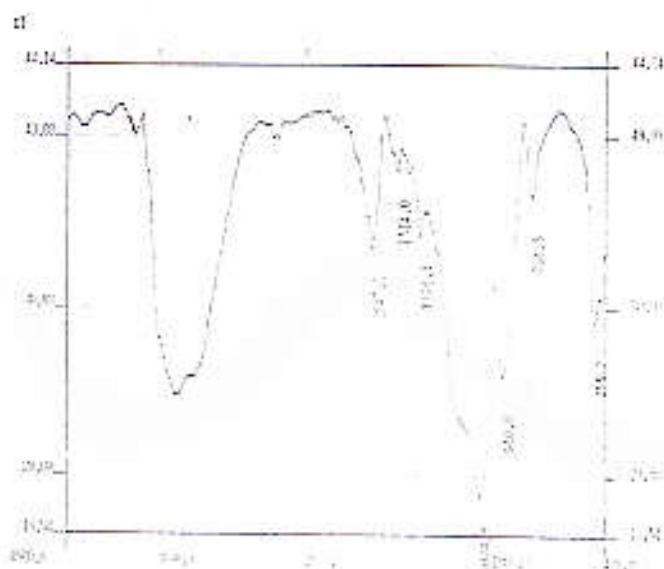


Gambar 3. Foto permukaan dari gel silika-titania dengan menggunakan pelarut metanol dan pembesaran 40.000 kali

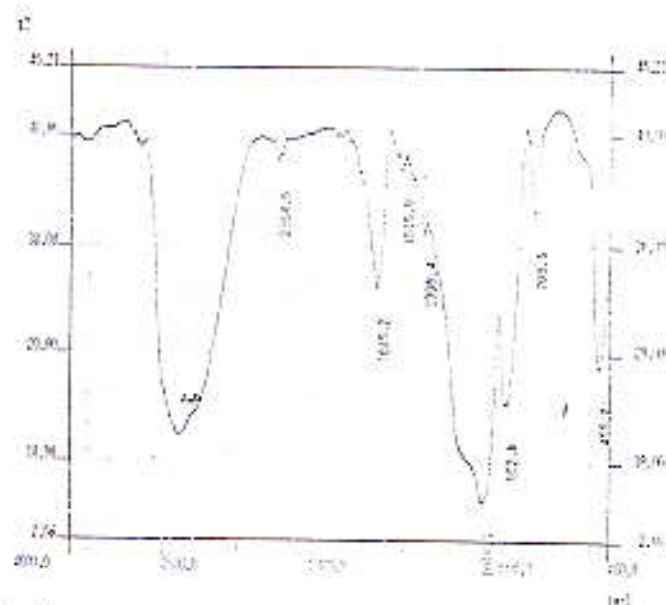


Gambar 4. Foto permukaan dari gel silika-titania dengan menggunakan pelarut etanol dan pembesaran 40.000 kali

Pengukuran spektrum infra merah digunakan untuk melihat perubahan gugus fungsi yang terjadi selama proses hidrolisis dan kondensasi pada komposit silika titania dengan adanya perbedaan pelarut. Dari hasil pengamatan secara visual maka gel yang terbentuk dengan menggunakan pelarut metanol dan etanol merupakan gel terbaik. Oleh karena itu pengukuran spektrum infra merah hanya dilakukan untuk gel yang menggunakan pelarut metanol dan etanol saja. Hasil pengukuran spektrum infra merah komposit silika-titania dengan menggunakan pelarut metanol dan etanol ditunjukkan oleh Gambar 5 dan 6.



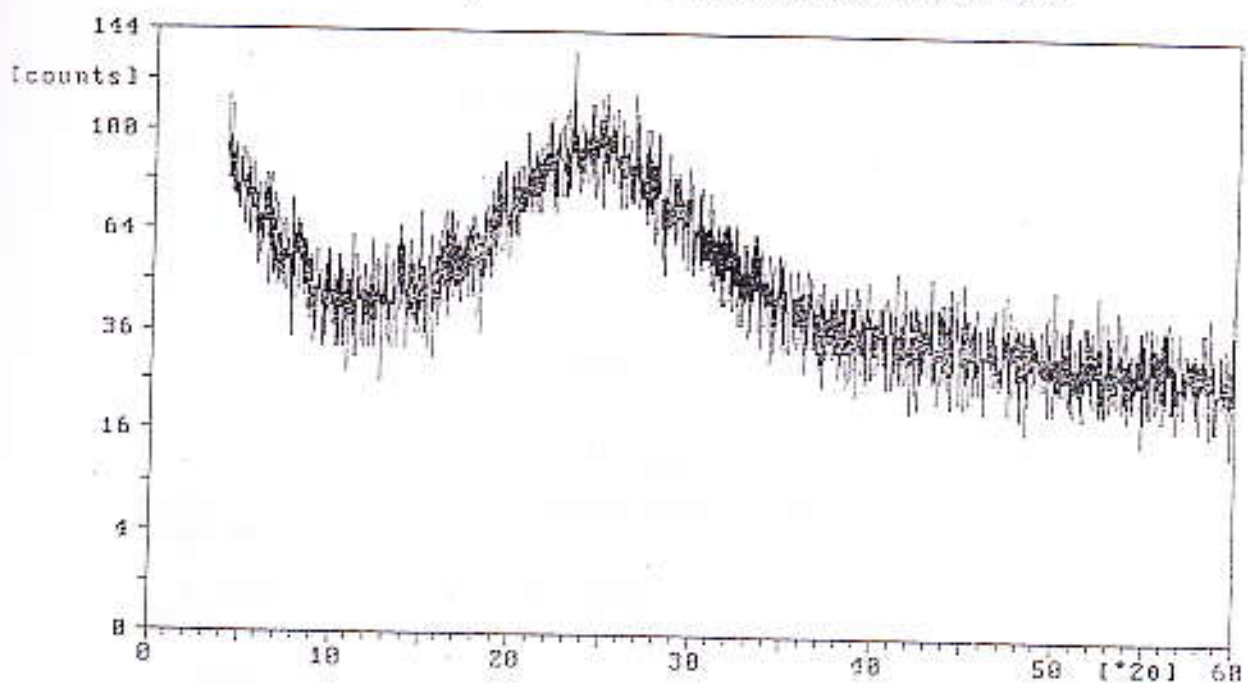
Gambar 5. Spektrum IR dari gel silika-titania dengan menggunakan pelarut metanol



Gambar 6. Spektrum IR dari gel silika-titania dengan menggunakan pelarut etanol

Gambar 5 dan 6 memperlihatkan bahwa dengan adanya perbedaan pelarut terhadap komposit silika titania tidak terjadi perubahan gugus fungsi. Hasil spektrum dengan spektroskopi infra merah memperlihatkan beberapa pita serapan pada daerah $790\text{-}800\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus Si-O-Si, pita serapan pada $950\text{-}965\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya ikatan Ti-O-Ti dan regangan SiOH, pita serapan pada daerah $920\text{-}1100\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya ikatan gugus Si-O-Ti, pita serapan pada daerah $1300\text{-}1500\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi metil atau etil, pita serapan pada $1630\text{-}1642\text{ cm}^{-1}$ dan $3390\text{-}3457\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus OH baik yang berasal dari air maupun sisa pelarut.

Hasil analisis XRD pada komposit silika-titania ditunjukkan oleh Gambar 7.



Gambar 7. Spektrum XRD dari gel silika titania setelah difurnace pada suhu 900°C dengan menggunakan pelarut etanol

Gambar 7 memperlihatkan bahwa gel silika-titania yang dihasilkan bersifat amorf karena tidak didapatinya puncak yang tajam. Hal itu sama dengan yang telah dilaporkan oleh peneliti sebelumnya dimana komposit silika titania yang dipanaskan pada suhu yang kurang dari 1200°C akan bersifat amorf.

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian pengaruh pelarut terhadap pembentukan komposit silika-titania melalui proses sol-gel dapat disimpulkan :

1. Pelarut etanol memberikan hasil komposit yang terbaik dengan bentuk gel yang transparan, sedikit pecah dan berat yang lebih besar dari pelarut yang lainnya.
2. Hasil analisis foto SEM terlihat bahwa komposit dengan pelarut etanol dan metanol mempunyai mikrostruktur yang homogen, akan tetapi ditinjau dari segi toksisitasnya maka pelarut etanol lebih baik digunakan daripada pelarut metanol.
3. Hasil pengukuran spektrum infra merah memperlihatkan tidak terjadi perubahan gugus fungsi dengan adanya perbedaan pelarut.
4. Dari pengukuran XRD didapat bahwa komposit yang dihasilkan bersifat amorf.

DAFTAR PUSTAKA

1. N. Jamarun , W. A. Kamil, I. A. Rahman, Pembuatan Komposit Silika Titania Karet Alam Terepoksida-50 (ENR 50) Melalui Proses Sol Gel, *J. Kimia Andalas*. Vol 6 , no 1.
2. C. J. Brinker and G.W. Scherer, Sol-gel Science, *The Physics and Chemistry of Sol-gel Processing*, Academic Press, New York 1950. pp. 103-110.
3. N. Jamarun dan Y. Yusuf, Pengenalan Teknologi Sol-Gel, *Wawasan Keilmuan untuk Meningkatkan Kualitas Pembangunan Bangsa Indonesia*, Prosiding Seminar PPI-USM, PPI Universiti Sains Malaysia, Pulau Pinang Malaysia 1997. hal. 221-224.
4. Y. Lirong and Y. Guoxing , TiO₂ Monolithic Glass Formation from Sol-Gel, *J. Non. Cryst. Solid*, 309-315.
5. J.D. Mackenzie and D.R. Ulrich, *Ultrastructure Processing of Advanced Ceramics*, Wiley, New York 1984. pp. 15-17.
6. N. Jamarun , *Diktat Proses Sol-Gel*, Universitas Andalas, Padang 2001.