

KARAKTERISASI DAN KAJIAN AWAL DIFUSI LARUTAN BERWARNA DALAM SILIKA SOL-GEL BERPORI SECARA SPEKTROFOTOMETRI SINAR TAMPAK

Wiwin Puspita Hadi, S.Si., M.Pd

Program Studi Pendidikan IPA, FIP, Universitas Trunojoyo Madura
Bangkalan, 69162, Indonesia
Email: w_puspitahadi@yahoo.co.id

Abstrak

Silika sol-gel yang berupa material *rigid*, tidak berwarna, dan berpori terbentuk melalui reaksi hidrolisis dan dilanjutkan polimerisasi kondensasi pada senyawa *tetraethoxysilane* (TEOS). Silika sol-gel banyak dimanfaatkan untuk berbagai keperluan misalnya sebagai sensor yaitu menempatkan suatu senyawa dengan memanfaatkan porositas silika sol-gel melalui metode adsorpsi. Adsorpsi yang terjadi diasumsikan tidak permanen dan dapat mengalami desorpsi. Penelitian ini bertujuan mengetahui difusi larutan berwarna pada silika sol-gel dengan berbagai variasi perlakuan saat proses pembentukan silika sol-gel. Penelitian ini bersifat eksperimental dengan menggunakan senyawa TEOS (*tetraethoxysilane*) yang direaksikan dengan H₂O, metanol, dan HCl untuk menghasilkan silika sol-gel dan silika sol-gel yang mengandung *o*-fenantrolina. Faktor pertama yang diteliti adalah penurunan berat silika sol-gel dari awal terbentuknya larutan sampai menjadi suatu material gelas pada berbagai perlakuan, meliputi perbedaan kadar air yang dinyatakan dengan *R ratio* dan lama pengadukan. Tahap selanjutnya adalah mengetahui adsorpsi larutan berwarna melalui pengukuran absorbansi dengan menggunakan spektroskopik Genesys untuk berbagai variasi waktu dan perlakuan silika sol gel. Tahap terakhir adalah mengetahui adsorpsi silika sol-gel yang telah ditambah ligan *o*-fenantrolina terhadap ion besi(II). Usia silika sol-gel yang digunakan adalah 30 hari. Hasil penelitian yang diperoleh adalah: (1) semakin besar kadar air dan lama waktu pengadukan maka laju penurunan berat silika sol-gel semakin besar; (2) dengan meningkatnya kadar air dalam silika sol-gel maka *R ratio* semakin besar sehingga laju difusi larutan berwarna semakin cepat; (3) semakin besar lama waktu pengadukan pada proses pembentukan silika sol-gel maka laju difusi larutan berwarna pada silika sol-gel semakin kecil; (4) laju difusi larutan berwarna HCl ditambah indikator metil merah pada silika sol-gel lebih cepat daripada senyawa kompleks tris(*o*-fenantrolina-*N,N'*)besi(II) sulfat.

Kata kunci: difusi, silika sol-gel, larutan berwarna

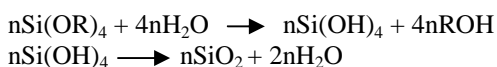
Abstract

Sol-gel silica in the form of rigid material, colorless, and porous formed through hydrolysis and condensation polymerization is continued in the compound tetraethoxysilane (TEOS). Silica sol-gel widely used for various purposes eg as a sensor that is placing a compound by utilizing the porosity of the silica sol-gel through adsorption methods. Adsorption occurs is assumed to be permanent and can undergo desorption. This study aims to determine the color of the solution diffusion in silica sol-gel with a variety of treatments during the process of forming silica sol-gel. This study was an experimental study with the compound TEOS (tetraethoxysilane) is reacted with H₂O, methanol, and HCl to produce silica sol-gel and silica sol-gel containing o-fenantrolina. The first factor studied were weight silica sol-gel solution from initial formation to be a glass material on a variety of treatments, including differences in water content represented by R ratio, and long agitation. The next stage was to determine the color of the solution adsorption by measuring the absorbance using Genesys spektronik for a wide variety of time and treatment of silica sol gel. The last stage was to determine the adsorption of silica sol-gel has been added ligand o-fenantrolina to iron (II). Age silica sol-gel used is 30 days. The results obtained are: (1) the greater the moisture content and the duration of stirring, the rate of weight loss of silica sol-gel getting bigger; (2) with increased moisture content in silica sol-gel, the R ratio greater so that the rate of diffusion of colored solutions more quickly; (3) the greater the length of time of stirring in the formation of silica sol-gel, the rate of diffusion of colored solution on silica sol-gel getting smaller; (4) the rate of diffusion of colored solution of HCl plus methyl red indicator on silica sol-gel faster than the complex compound tris (o-fenantrolina-N, N ') iron (II) sulfate.

Key words: diffusion, sol-gel silica, colored solution

Pendahuluan

Studi silika sol-gel sangat berkembang pada tahun terakhir ini. Sejumlah penelitian memfokuskan pada pembentukan silika dari suatu senyawa silikon alkoksida (Colby *et al.*, 1986:37). Senyawa silikon alkoksida dapat mengalami proses sol-gel dan untuk membentuk suatu material gelas melalui reaksi hidrolisis logam alkoksida dilanjutkan dengan proses polimerisasi kondensasi untuk menghasilkan gel yang *rigid* berpori dan tidak berwarna. Yamane *et al.* (1984:13) menyatakan sampai saat ini tahapan sistematis dalam reaksi ini masih sering dibicarakan tetapi secara singkat dapat diasumsikan sebagai berikut:



Hasil akhir adalah SiO_2 yang merupakan material gel tidak berwarna dan berpori, banyak dimanfaatkan untuk berbagai keperluan aplikatif, misalnya sensor. Untuk tujuan pemanfaatan ini diperlukan studi yang mendasar mengenai sifat-sifat fisika dan kimia silika sol-gel seperti penelitian yang telah dilakukan oleh Wonorahardjo *et al.* pada tahun 2000 yang berjudul *²H NMR Relaxation Monitoring of Gelation in Tetramethoxysilane Sol Gels*. Penelitian lanjutan yang dapat dilakukan untuk mempelajari karakteristik gerakan molekul dalam silika sol-gel yang diharapkan dapat dikembangkan ke aplikasi lebih lanjut yaitu untuk menempatkan (*entrapment*) suatu senyawa dengan memanfaatkan porositas dari silika sol-gel dengan metode adsorpsi.

Porositas silika sol-gel berubah sesuai waktu. Silika sol-gel mempunyai pori-pori besar dan setelah terjadi reaksi

polimerisasi kondensasi ukuran pori-pori mengecil. Porositas atau ukuran pori-pori mempengaruhi adsorpsi dan desorpsi. Apabila pori-pori sol-gel besar maka akan mempermudah terjadinya adsorpsi dan diikuti dengan desorpsi yang cepat karena ruang untuk terjadinya interaksi dan pergerakan molekul dari larutan semakin besar.

Kadar air mempengaruhi struktur dan perbedaan tingkat porositas silika sol-gel. Pengaruh kadar air dinyatakan dengan perbandingan mol H_2O dan mol senyawa alkoksida logam yang di penelitian ini menggunakan TEOS (*tetraethoxysilane*) yang disebut *R ratio* = $\frac{\text{mol H}_2\text{O}}{\text{mol TEOS}}$. Semakin besar kadar H_2O yang ditandai dengan *R ratio* yang semakin besar maka reaksi hidrolisis berlangsung lebih cepat dan reaksi polimerisasi kondensasi lebih lambat (Orcel *et al.*, 1988:223). Hench & West (1990:45) menyatakan berdasarkan hasil kerja yang dilakukan oleh Orcel *et al.* bahwa tingkat kecepatan hidrolisis dan polimerisasi kondensasi menentukan distribusi ukuran pori yang dimanfaatkan untuk adsorpsi.

Adsorpsi merupakan kecenderungan suatu zat padat untuk menyerap atau menarik molekul- molekul gas atau larutan pada permukaannya. Adsorpsi dapat dibagi menjadi dua macam yaitu adsorpsi fisik dan adsorpsi kimia. Adsorpsi fisik interaksinya dipengaruhi oleh gaya van der Waals dan bersifat reversibel sehingga mudah untuk mengalami desorpsi. Banyak penelitian yang dilakukan untuk membuktikan terjadinya desorpsi salah satunya yang dilakukan oleh Rusdi tahun 2004 dengan media sekam padi untuk menyerap ion logam Cd^{2+} yang menunjukkan terjadinya penurunan konsentrasi ion logam Cd^{2+} pada rentang waktu tertentu. Penelitian yang dilakukan oleh Andriani (2002) dan Damayanti (2002) dengan adsorben

sekam padi dan karbon aktif juga menunjukkan gejala ion logam teradsorpsi yaitu ion logam Cr^{3+} dan Pb^{2+} dalam air tidak menunjukkan kenaikan secara linear jika jumlah ion bertambah bahkan menunjukkan gejala penurunan.

Pada penelitian ini akan dipelajari bagaimana sistem difusi larutan berwarna pada sistem silika sol-gel dengan metode adsorpsi berdasarkan sifat fisik silika sol-gel yang tidak berwarna dan berpori sehingga dapat diamati terjadinya perubahan warna pada silika tersebut dengan spektrofotometer UV-VIS

Metode Penelitian

Penelitian ini bersifat eksperimental dengan menggunakan senyawa TEOS (*tetraethoxysilane*) yang direaksikan dengan H_2O , metanol, dan HCl untuk menghasilkan suatu media berpori yang berupa material gelas (sol-gel). Bahan ini juga digunakan membuat sol-gel yang mengandung *o*-fenantrolina. Hal-hal yang diteliti dalam penelitian ini adalah karakter silika sol-gel TEOS sebagai adsorben larutan berwarna yaitu HCl ditambah indikator metil merah dan ion besi(II) yang dikompleks dengan ligan *o*-fenantrolina.

Faktor pertama yang diteliti adalah penurunan berat silika sol-gel dari awal terbentuknya larutan sampai menjadi suatu material gelas pada berbagai perlakuan yang meliputi perbedaan *R ratio* (kadar air) dan lama proses pengadukan. Tahap selanjutnya adalah mengetahui adsorpsi terhadap larutan berwarna melalui pengukuran absorbansi dengan menggunakan spektronik Genesys pada berbagai perbedaan *R ratio* dan lama pengadukan. Tahap terakhir adalah mengetahui adsorpsi silika sol-gel yang telah ditambah ligan *o*-fenantrolina terhadap ion besi(II). Usia silika sol-gel yang digunakan sebagai adsorben adalah 30 hari.

Pada penelitian ini dilakukan pembuatan adsorben yaitu silika sol-gel menggunakan senyawa TEOS (*tetraethoxysilane*) yang direaksikan dengan H_2O , metanol dan ditambahkan HCl sebagai katalis. Selain itu, membuat silika sol-gel yang ditambah ligan *o*-fenantrolina.

Tahapan-tahapan dalam penelitian yang dilakukan antara lain:

(1) Pembuatan media berpori silika sol gel TEOS ditambahkan H_2O , metanol, dan HCl dengan perbandingan mol tertentu lalu diaduk dengan *magnetic stirrer* sampai larutan homogen kemudian dimasukkan dalam botol-botol kecil dengan volume tertentu lalu ditutup dengan aluminium foil dan dibiarkan pada suhu kamar sampai terbentuk silika sol gel yang berupa material gelas yang merupakan media berpori yang diinginkan. Silika sol gel ini dibuat dengan berbagai variasi volume H_2O dan lama pengadukan.

(2) Pembuatan media berpori silika sol gel yang mengandung ligan *o*-fenantrolina TEOS ditambahkan H_2O , metanol, HCl, dan *o*-fenantrolina dengan perbandingan mol tertentu lalu diaduk dengan *magnetik stirrer* sampai larutan homogen kemudian dimasukkan dalam botol-botol kecil dengan volume tertentu lalu ditutup dengan aluminium foil dan dibiarkan pada suhu kamar sampai terbentuk silika sol gel yang berupa material gelas yang merupakan media berpori yang diinginkan.

(3) Pembuatan larutan berwarna Larutan berwarna yang digunakan dibuat dari larutan HCl 1 M ditambah beberapa indikator metil merah lalu diukur adsorbansinya.

(4) Mengukur penurunan berat silika sol gel.

Silika sol gel dicatat penurunan beratnya mulai dari awal terbentuknya larutan sampai membentuk material gelas yang stabil.

(5) Menentukan panjang gelombang maksimum untuk pengukuran absorbansi silika sol gel berwarna

Silika sol gel yang dicelupkan pada larutan berwarna selama ± 4 menit diukur absorbansi maksimumnya pada berbagai panjang gelombang untuk memperoleh panjang gelombang maksimum. Panjang gelombang maksimum yang digunakan untuk pengukuran absorbansi silika sol-gel berwarna.

(6) Mengukur absorbansi silika sol gel yang telah dicelup dengan larutan berwarna

Silika sol gel dengan perbedaan R *ratio* dan lama pengadukan digunakan untuk mengadsorpsi larutan berwarna. Silika sol-gel dicelupkan dalam larutan berwarna dan setiap 20 detik diangkat dari larutan berwarna dan diukur absorbansinya dengan spektrometri UV-Vis pada panjang gelombang maksimum yang diperoleh pada percobaan 5.

(7) Menentukan panjang gelombang maksimum untuk pengukuran absorbansi silika sol-gel yang mengadsorpsi larutan besi(II)

Silika sol-gel yang mengandung ligan *o*-fenantrolina dicelupkan pada larutan besi(II) selama lima menit kemudian ditentukan absorbansi maksimum pada berbagai panjang gelombang sehingga diperoleh panjang gelombang maksimum.

(8) Mengukur absorbansi silika sol gel yang ditambah *o*-fenantrolina yang digunakan untuk mengadsorpsi larutan ion besi(II)

Silika sol gel yang ditambah *o*-fenantrolina dicelupkan pada larutan besi(II) dan setiap satu menit diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum yang diperoleh dari percobaan 8.

Hasil Penelitian dan Pembahasan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan diperoleh hasil dan pembahasan sebagai berikut

(1) Pengamatan Sifat Fisik Silika Sol-Gel

Berdasarkan hasil percobaan pembuatan silika sol-gel diperoleh hasil telah terjadi perubahan bentuk dari larutan (sol) menjadi suatu padatan (gel) yang transparan. Gel ini semakin lama ukurannya semakin mengecil sehingga diketahui adanya penurunan berat akibat proses polimerisasi kondensasi yang melepaskan H₂O yang menyebabkan gel menjadi semakin keras sampai membentuk suatu material serupa gelas. Proses polimerisasi kondensasi yang berlangsung secara kontinyu menyebabkan terjadi pengecilan pori yang dapat memperlambat laju difusi larutan.

Silika sol-gel merupakan suatu zat padat yang tidak berwarna dan berpori. Silika sol-gel dibuat dengan mencampur TEOS dan air tetapi kedua larutan ini tidak bercampur sempurna sehingga untuk mengalami reaksi hidrolisis ditambahkan suatu pelarut yaitu metanol dan agar proses hidrolisis berlangsung cepat ditambahkan katalis HCl. Setelah diaduk larutan menjadi bening yang selanjutnya terjadi reaksi polimerisasi kondensasi yang berlangsung secara kontinyu untuk membentuk silika sol-gel.

Berdasarkan hasil penelitian dan pengamatan diperoleh tingkat transparansi dari silika sol-gel berbeda untuk berbagai perlakuan. Untuk silika sol-gel yang dibuat dengan perbandingan mol pereaksi sama tetapi dengan variasi lama pengadukan diperoleh hasil untuk silika sol-gel dengan lama pengadukan 30 menit kurang transparan dibandingkan silika sol-gel dengan lama pengadukan 2,5 jam. Perbedaan transparansi ini karena pada pengadukan selama 30 menit larutan belum bercampur secara homogen (larutan masih keruh) sehingga reaksi hidrolisis yang terjadi kurang sempurna yang mengakibatkan silika sol-gel yang terbentuk keruh. Pada percobaan pembuatan silika sol-gel diperoleh hasil adanya silika sol-gel yang pecah.

Pecahnya silika sol-gel disebabkan oleh berbagai faktor diantaranya adalah menurut Garino (1987:497) bahwa pada proses pembentukan silika sol-gel, larutan (sol) berubah menjadi suatu padatan (gel) sebelum semua pelarut mengalami penguapan sehingga masih ada pelarut yang mengisi pori-pori. Proses menghilangkan pelarut pada pori-pori ini yang menghasilkan adanya tegangan kapiler pada pori gel yang menyebabkan terjadinya retakan pada silika sol-gel. Hench & West (1990:35) menyatakan bahwa masalah utama pada pembentukan silika sol-gel adalah adanya pecah pada silika yang terbentuk karena terjadi penyusutan yang besar (*the large shrinkage*) ketika larutan yang ada di pori-pori gel dihilangkan. Dwivedi (1986:373) menyatakan pecahnya silika sol-gel tergantung pada *thickness sensitivity of cracking* yang dipengaruhi oleh perbedaan ketebalan silika sol-gel. Faktor eksternal juga menjadi penyebab retaknya silika sol-gel yaitu adanya getaran atau guncangan dari lingkungan pada saat proses polimerisasi kondensasi.

Silika sol-gel mempunyai pori-pori yang diisi dengan larutan yang sebagian besar adalah H₂O dan dengan adanya proses polimerisasi kondensasi cairannya menguap sehingga pori-pori mengecil tetapi karena tidak dilakukan proses pengeringan gel sampai di atas suhu kamar maka pada silika sol-gel tersebut masih terdapat gugus-gugus hidroksil dan masih ada ikatan hidrogen. Adanya gugus-gugus hidroksil dan ikatan hidrogen dapat mempengaruhi besarnya difusi larutan berwarna yang dimasukkan ke dalam silika sol-gel.

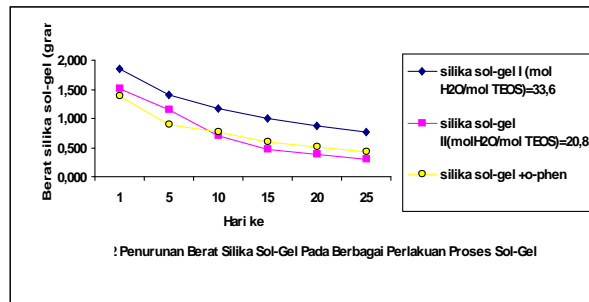
(2) Pengukuran Penurunan Berat Silika Sol-Gel dengan Variasi R *Ratio* dan Lama Pengadukan.

Data pengukuran berat silika sol-gel dengan variasi R *ratio* dan lama pengadukan ditunjukkan pada Tabel 1

Tabel 1. Data Pengukuran Berat Silika Sol-Gel dengan Variasi R *Ratio* dan Lama Pengadukan

Hari	Berat silika sol-gel I (gram) R ratio = 33,6 Lama pengadukan 30 menit	Berat silika sol-gel II (gram) R ratio = 20,8 Lama pengadukan 3,5 jam	Berat silika sol-gel + o-phen (gram) R ratio = 33,6 Lama pengadukan 4 jam
1	1,846	1,518	1,387
5	1,407	1,141	0,885
10	1,176	0,701	0,758
15	0,996	0,465	0,587
20	0,868	0,391	0,505
25	0,762	0,296	0,420

Dari Tabel 1 diperoleh grafik penurunan berat silika sol-gel dengan variasi R *ratio*, lama pengadukan dan adanya penambahan ligan *o*-fenantrolina ditunjukkan pada Gambar 1



Silika sol-gel terbentuk melalui suatu proses sol-gel yang secara visual dapat diamati terjadinya peningkatan viskositas larutan yang akhirnya terjadi perubahan larutan (sol) menjadi suatu padatan (gel). Perubahan wujud larutan menjadi padatan ini dapat ditentukan waktunya yang disebut *gelation time* (t gel) dan instrumentasi yang dapat digunakan untuk mengukur t gel salah satunya adalah *Ubbelonde Viscometer* (Orgaz & Rawson, 1986:58). Perubahan wujud ini terjadi karena adanya pembentukan struktur polimer dari adanya reaksi polimerisasi kondensasi, struktur polimer ini membentuk suatu jaringan 3 dimensi berpori. Pembentukan struktur polimer yang merupakan suatu jaringan terus berlangsung sehingga ukuran pori-pori semakin kecil sehingga larutan yang ada jumlahnya semakin berkurang yang

mengakibatkan adanya penurunan berat silika sol-gel selain itu juga terjadi perubahan densitas, volume dan struktur yang karena terbatasnya instrumentasi perubahan itu belum bisa diukur. Penurunan berat silika sol-gel ditandai dengan semakin kecil ukuran silika sol-gel.

Hench & West (1990:56) menyatakan bahwa permukaan area pada mulanya sebagian besar berisi air pada pori-porinya. Apabila air bebas ini mengalami penguapan dan reaksi polimerisasi kondensasi terus berlangsung maka jaringan padat (struktur polimer) terus terbentuk sehingga wilayah yang berisi air (pori) semakin berkurang sedangkan area padat semakin bertambah. Hasil akhir berupa kuarsa SiO_2 yang tidak berwarna dan berpori yang terus mengalami penurunan berat. Analog dengan hal tersebut maka untuk semua silika sol-gel pada 5 hari pertama terjadi penurunan berat yang cukup besar hal ini karena pada saat itu ukuran pori-pori cukup besar dan terisi banyak larutan dan penguapan berlangsung lebih cepat. Pada tahap awal pengurangan volume gel adalah setara dengan cairan yang hilang karena adanya penguapan dan pada tahap selanjutnya kecepatan pelepasan air semakin berkurang karena pada saat itu reaksi polimerisasi kondensasi terus terbentuk yang meningkatkan jaringan polimer sehingga pori-pori semakin mengecil.

Hench & West (1990:58) menunjukkan bahwa air yang ada pada pori-pori silika sol-gel terdapat dalam dua bentuk yaitu sebagai air bebas yang berada pada permukaan pori-pori silika sol-gel yang disebut air fisorpsi dan gugus-gugus hidroksil yang menempel pada permukaan pori silika sol-gel yang disebut air kemisorpsi. Analog maka pada pengurangan berat silika sol-gel, air fisorpsi lebih mudah menguap daripada air kemisorpsi.

Strawbridge *et al.* (1985:150) menunjukkan adanya pengaruh *R ratio* pada pembentukan silika sol-gel yaitu pada *R ratio* = 2 (*low water content*) diperoleh hasil reaksi hidrolisis yang terjadi tidak sempurna dan menghasilkan rantai polimer dengan *cross link* yang lemah. Untuk *R ratio* = 4 sampai 10 (*intermediet water content*) yang pada sistem ini sudah membentuk reaksi hidrolisis yang lebih sempurna dan dilanjutkan dengan polimerisasi kondensasi yang pada awalnya membentuk rantai polimer yang linear tetapi selanjutnya polimer dengan *cross link* yang lebih kuat. Pada *R ratio* = 25 sampai 50 (*high water content*) reaksi hidrolisis berlangsung lebih sempurna dan memberikan polimer yang meruah. Analog dengan Strawbridge *et al* pada *R ratio* 33,6 termasuk *high water content* sehingga pada sistem ini reaksi hidrolisis sempurna dan dilanjutkan dengan polimerisasi kondensasi membentuk struktur polimer yang meruah sehingga analog dengan keadaan ini area SiO_2 lebih besar daripada pori yang berisi pelarut antara lain air maupun metanol. Pada silika sol-gel tipe ini cepat diperoleh penurunan berat yang lebih besar pada lima hari pertama. Untuk silika sol-gel dengan *R ratio* = 20,8 yang termasuk *intermediet water content* reaksi hidrolisis terjadi sempurna tetapi reaksi polimerisasi kondensasi lebih lambat sehingga polimer yang terbentuk butuh waktu yang lebih lama untuk mencapai struktur polimer dengan *cross link* yang kuat dan lebih meruah.

Dunn & Zink (1997:2282) menyatakan penambahan sejumlah kecil konsentrasi molekul-molekul organik pada sistem silika sol-gel sedikit berpengaruh pada proses pembentukan jaringan polimer. Molekul organik tersebut cenderung berada pada pori-pori daripada menjadi bagian struktur polimer SiO_2 . Analog hal tersebut pada sistem

silika sol-gel bahwa ligan *o*-fenantrolina yang ditambahkan sebagian besar berada pada pori-pori. Adanya ligan *o*-fenantrolina menghambat proses penguapan pelarut karena adanya interaksi antara *o*-fenantrolina dengan pelarut.

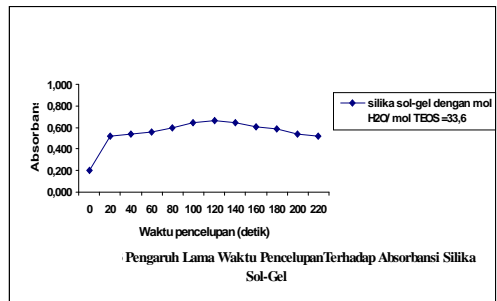
(3) Difusi Larutan Berwarna HCl Ditambah Indikator Metil Merah pada Silika Sol-Gel yang Mempunyai R Ratio 33,6 dan Lama Pengadukan 2,5 Jam pada Berbagai Variasi Waktu Pencelupan

Data pengukuran absorbansi silika sol-gel dengan R ratio 33,6 dan lama pengadukan 2,5 jam yang dicelup pada larutan berwarna ditunjukkan pada Tabel 2

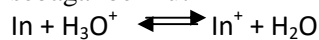
Tabel 2 Data pengukuran absorbansi silika sol-gel dengan R ratio 33,6 dan lama pengadukan 2,5 jam yang dicelup pada larutan berwarna

Waktu (detik)	Absorbansi (A)
0	0,198
20	0,521
40	0,535
60	0,560
80	0,596
100	0,640
120	0,660
140	0,642
160	0,610
180	0,590
200	0,540
220	0,538

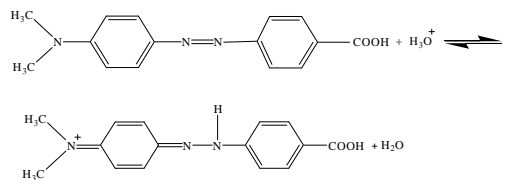
Dari Tabel 2 diperoleh grafik absorbansi silika sol-gel yang dicelup dalam larutan berwarna dengan variasi waktu yang ditunjukkan pada Gambar 2



Silika sol-gel merupakan suatu media berpori yang pada pori-porinya terdapat cairan yaitu H₂O dan metanol. Metanol mempunyai tingkat volatilitas yang lebih besar daripada H₂O sehingga metanol lebih cepat menguap sehingga sebagian besar pori-pori diisi H₂O yang juga berinteraksi dengan gugus silanol yang ada pada permukaan pori. Larutan berwarna pada percobaan ini menggunakan HCl yang ditambahkan beberapa tetes indikator metil merah membentuk suatu larutan berwarna merah muda. Day & Underwood (1980:142) menyatakan bahwa secara sederhana persamaan reaksi diasumsikan terjadi sebagai berikut



Metil merah adalah asam *p*-dimetilaminoazobenzenakarboxilat dengan rumus molekul (CH₃)₂NC₆H₄NNC₆H₄COOH. Sehingga persamaan reaksinya adalah



Pada sistem adsorpsi menunjukkan bahwa hubungan antara adsorpsi dengan sifat dan keadaan adsorben adalah linear. Analog dengan hal tersebut maka seharusnya jika luas permukaan bertambah besar maka jumlah adsorbat semakin bertambah sampai titik jenuh. Penambahan adsorbat tidak akan

berpengaruh pada tingkat absorbansi silika sol-gel sehingga apabila permukaan adsorben telah jenuh maka tingkat absorbansi silika sol-gel akan konstan.

Hasil pengamatan tidak sesuai dengan asumsi yang telah diuraikan. Pada Gambar 4.3 dapat dilihat bahwa absorbansi silika sol-gel terus meningkat sampai mencapai nilai absorbansi maksimum pada detik ke 120. Adanya penambahan waktu pencelupan justru terjadi penurunan nilai absorbansi. Penurunan absorbansi menunjukkan adanya peristiwa desorpsi pada silika sol-gel (*leaching*) dan menunjukkan adsorpsi tidak permanen.

Kimmich (2002:235) menyatakan adanya anomali sifat transportasi molekul pada suatu media berpori dapat terjadi karena adanya keterbatasan geometri, penangkapan molekul yang reversibel, adanya kompetisi antar molekul dan interaksi adsorbat dengan permukaan adsorben. Difusi larutan berwarna yang terdiri dari HCl dan indikator menyebabkan terjadinya kompetisi antara H₂O, HCl dan molekul indikator metil merah (asam *p*-dimetilaminoazobenzenakarboksilat).

Lanjut Kimmich (2002) bahwa molekul akan terserap di permukaan adsorben untuk sementara sebelum dilontarkan kembali ke dalam larutan dan akan kembali ke permukaan dengan orientasi baru (mekanisme *Reorientation Mediated by Translation Displacement*, RMTD). Kehadiran molekul indikator metil merah dengan keseimbangan adsorpsi dan desorpsi tertentu akan terhalangi oleh dinamika molekul air yang juga mempunyai keseimbangan adsorpsi-desorpsi tersendiri. Adanya atom N dan O yang ada pada metil merah juga memiliki potensi untuk membentuk ikatan hidrogen dengan gugus silanol yang ada pada permukaan pori.

4. Difusi Larutan Berwarna pada Silika Sol-Gel yang Mempunyai R Ratio 33,6

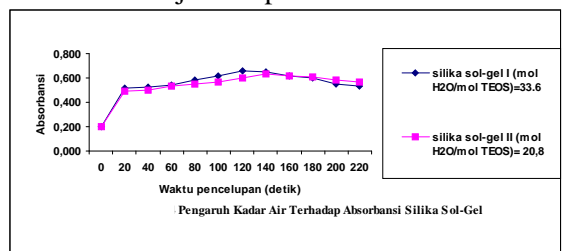
dan 20,8 dengan Lama Pengadukan 30 menit pada Berbagai Variasi Waktu Pencelupan

Data pengukuran absorbansi silika sol-gel dengan R ratio 33,6 dan 20,8 serta lama pengadukan 30 menit pada berbagai variasi waktu pencelupan ditunjukkan pada Tabel 3

Tabel 3. Data pengukuran absorbansi silika sol-gel dengan R ratio 33,6 dan 20,8 serta lama pengadukan 30 menit pada berbagai variasi waktu pencelupan

Waktu (detik)	Absorbansi silika sol-gel (A) R ratio = 33,6	Absorbansi silika sol-gel (A) R ratio = 20,8
0	0,202	0,203
20	0,518	0,490
40	0,528	0,502
60	0,545	0,531
80	0,585	0,549
100	0,618	0,570
120	0,658	0,598
140	0,651	0,630
160	0,620	0,619
180	0,597	0,605
200	0,547	0,581
220	0,531	0,570

Dari Tabel 3 dapat diperoleh grafik absorbansi silika sol-gel dengan R ratio 33,6 dan 20,8 serta lama pengadukan 30 menit yang dicelupkan dalam larutan berwarna ditunjukkan pada Gambar 3



Perbedaan kadar air mempengaruhi struktur silika sol-gel dan terjadi perbedaan tingkat porositas dari kedua senyawa tersebut. Orcei *et al.* (1988:223) menyatakan bentuk dan ukuran polimer ditentukan oleh konstanta kecepatan reaksi hidrolisis dan polimerisasi kondensasi. Brinker *et al.* (1982:47) menyatakan bahwa pada reaksi hidrolisis yang cepat dan reaksi kondensasi lambat menghasilkan struktur polimer yang linear

dengan sedikit cabang sedangkan apabila reaksi hidrolisis berlangsung lambat dan reaksi kondensasinya cepat menghasilkan struktur polimer yang lebih besar dan bercabang.

Hench & West (1990:37) bahwa banyak faktor yang mempengaruhi konstanta kecepatan hidrolisis (k_H) dan konstanta kecepatan reaksi polimerisasi kondensasi (k_C) antara lain adalah suhu, sifat dan konsentrasi larutan elektrolit (katalis asam atau basa), sifat pelarut, jenis senyawa alkoksida logam, tekanan, dan perbandingan mol H_2O dengan mol alkoksida logam (TEOS).

Pada penelitian ini akan dilihat pengaruh kadar H_2O yang dihubungkan dengan perbandingan mol H_2O /mol TEOS. Semakin besar kadar H_2O yang ditandai dengan *R ratio* yang semakin besar nilai k_H bertambah karena kadar air yang semakin besar sehingga reaksi hidrolisis berlangsung lebih cepat dan reaksi polimerisasi kondensasi berlangsung lambat sehingga struktur polimer yang dihasilkan linear dengan sedikit cabang. Hench & West (1990:45) menyatakan bahwa tingkat kecepatan hidrolisis dan polimerisasi kondensasi menentukan distribusi ukuran pori. Iler (1979:518) menyatakan semakin besar kadar air maka ukuran pori semakin besar Hasil penelitian yang telah dilakukan diperoleh hasil bahwa tingkat absorpsi untuk silika sol-gel dengan *R ratio* 33,6 lebih besar daripada silika sol-gel dengan *R ratio* 20,8 dan waktu absorpsi maksimum untuk untuk silika sol-gel dengan *R ratio* 20,8 yaitu terjadi pada detik ke 140 dibandingkan silika sol-gel dengan *R ratio* 33,6 yang terjadi pada detik ke 120. Hal ini terjadi karena adanya perbedaan distribusi ukuran pori.pada silika sol-gel dengan *R ratio* lebih besar ukuran porinya lebih besar sehingga lebih mudah untuk mengadsorpsi larutan berwarna tetapi juga lebih mudah untuk mendesorpsi larutan berwarna tersebut

karena pada pori yang lebih besar molekul pada larutan berwarna lebih mudah bergerak dan halangan difusi larutan lebih kecil.

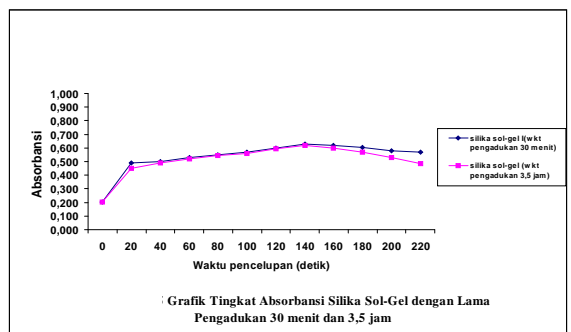
5. Pengaruh Lama Pengadukan terhadap Absorbansi Silika Sol-Gel yang Dichelupkan dalam Larutan Berwarna HCl Ditambah Indikator Metil Merah

Data pengukuran absorpsi silika sol-gel yang mempunyai *R ratio* 20,8 dengan variasi lama pengadukan yaitu 30 menit dan 3,5 jam ditunjukkan pada Tabel 4

Tabel 4 Data pengukuran absorpsi silika sol-gel yang mempunyai *R ratio* 20,8 dengan variasi lama pengadukan yaitu 30 menit dan 3,5 jam

Waktu (detik)	Absorbansi silika sol-gel I (A) Lama pengadukan 30 menit	Absorbansi silika sol-gel II (A) Lama pengadukan 3,5 jam
0	0,203	0,201
20	0,490	0,450
40	0,502	0,490
60	0,531	0,521
80	0,549	0,545
100	0,570	0,560
120	0,598	0,595
140	0,630	0,620
160	0,619	0,599
180	0,605	0,570
200	0,581	0,530
220	0,579	0,529

Dari Tabel 4 diperoleh grafik absorpsi silika sol-gel dengan *R ratio* 20,8 dan variasi lama pengadukan ditunjukkan pada Gambar 4



Gambar 4 Tingkat Absorbansi Silika

Pengadukan pada proses sol-gel bertujuan untuk mempercepat terjadinya reaksi hidrolisis dan polimerisasi

kondensasi. Apabila pengadukan tidak sempurna maka reaksi hidrolisis yang terjadi juga tidak akan sempurna sehingga akan mempengaruhi reaksi hidrolisis. Secara visual adanya reaksi yang kurang sempurna dapat dilihat terbentuknya silika sol-gel yang kurang transparan sebagai akibat terbentuknya struktur polimer yang kurang sempurna sehingga pori-pori yang terbentuk tidak homogen. Dari Gambar 4 dapat dilihat bahwa tingkat absorbansi silika sol-gel dengan lama pengadukan 30 menit, sebelum dicelupkan ke dalam larutan berwarna lebih besar daripada silika sol-gel dengan lama pengadukan 3,5 jam sehingga silika sol-gel dengan waktu pengadukan yang lebih lama tingkat transparansinya lebih besar karena reaksi hidrolisis yang terjadi lebih sempurna

Proses sol-gel mempengaruhi struktur dan distribusi pori. Pada silika sol-gel dengan waktu pengadukan lebih lama ukuran pori-porinya lebih homogen dapat dilihat dari tingkat absorbansi untuk silika sol-gel dengan lama pengadukan 30 menit tingkat absorbansinya lebih tinggi karena larutan berwarna lebih cepat terdifusi.

6. Absorbansi Silika Sol-Gel terhadap Larutan Ion Kompleks $[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{2+}$

Silika sol-gel yang diberi ligan *o*-fenantrolina yang digunakan untuk membentuk senyawa kompleks dengan ion Fe^{2+} merupakan contoh aplikasi sensor.

Data pengukuran absorbansi silika sol-gel yang mengandung ligan *o*-fenantrolina yang dicelupkan pada larutan besi(II) ditunjukkan pada Tabel 5

Tabel 5. Data pengukuran absorbansi silika sol-gel yang mengandung ligan *o*-fenantrolina yang dicelupkan pada larutan besi(II)

Waktu (menit)	Absorbansi silika sol-gel (A)
0	0,195
1	0,200
2	0,397
3	0,468
4	0,595
5	0,683
6	0,845
7	0,842
8	0,840
9	0,839
10	0,837
11	0,837
12	0,835

Dari Tabel 5 diperoleh grafik absorbansi silika sol-gel yang mengandung ligan *o*-fenantrolina yang dicelupkan pada larutan besi(II) ditunjukkan pada Gambar 5

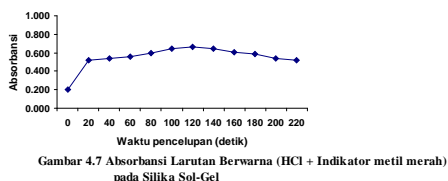
Dari Tabel 5 diperoleh grafik absorbansi silika sol-gel yang mengandung ligan *o*-fenantrolina yang dicelupkan pada larutan besi(II) ditunjukkan pada Gambar 5

Dunn & Zink (1997:2282) menyatakan bahwa penambahan sejumlah kecil konsentrasi molekul organik pada sistem silika sol-gel sedikit berpengaruh pada pembentukan proses pembentukan silika sol-gel dan cenderung untuk berada pada pori-pori daripada menjadi bagian dari struktur polimer. Analog dengan ini maka adanya penambahan ligan *o*-fenantrolina hanya sedikit berpengaruh pada proses sol-gel dan ligan ini dan ligan ini sebagian besar berada pada pori-pori daripada menjadi bagian dari struktur polimer.

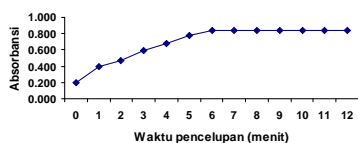
Senyawa kompleks dibentuk dari gabungan antara asam lewis yang berupa atom atau ion logam dan basa lewis yang berupa molekul netral atau ion negatif yang disebut ligan. Pada sistem silika sol-gel yang diberi reseptor *o*-fenantrolina membentuk senyawa kompleks antara ion Fe^{2+} dengan ligan *o*-fenantrolina sehingga terjadi perubahan warna silika sol-gel yang menunjukkan kadar ion Fe^{2+} yang

teradsorpsi. Perubahan warna dapat dianalisa dengan mengukur tingkat adsorbansinya. Pada Gambar 5 tampak pada menit ke 1 sampai ke 5 terjadi peningkatan nilai absorbansi sampai mencapai absorbansi maksimum yaitu pada menit ke 6 kemudian terjadi sedikit penurunan tingkat absorbansi sampai didapatkan nilai absorbansinya cenderung konstan. Hal ini karena pada pori-pori terbentuk senyawa kompleks tris(*o*-fenantrolina-*N,N'*)besi(II) sulfat yang mempunyai tingkat kestabilan yang cukup tinggi sehingga penurunan absorbansi hanya sedikit dan cenderung konstan.

Berdasarkan penelitian yang dilakukan diperoleh hasil bahwa laju difusi larutan berwarna yaitu HCl ditambah indikator metil merah lebih cepat daripada difusi larutan senyawa kompleks tris(*o*-fenantrolina-*N,N'*)besi(II) sulfat pada silika sol-gel dengan R *ratio* = 33,6 dan usia 30 hari. Perbedaan kecepatan difusi dapat dilihat pada Gambar 6 dan Gambar 6 sebagai berikut



Gambar 4.7 Absorbansi Larutan Berwarna (HCl + Indikator metil merah) pada Silika Sol-Gel



Gambar 4.8 Grafik Absorbansi Silika Sol-Gel terhadap Senyawa Kompleks tris(*o*-fenantrolina-*N,N'*)besi(II) sulfat

Perbedaan laju difusi tersebut kemungkinan disebabkan oleh:

1. Terjadinya ikatan hidrogen antara molekul metil merah dengan permukaan pori-pori silika sol-gel. Ikatan hidrogen

terjadi antara atom H atau O yang terdapat pada metil merah dengan atom H atau O yang terdapat pada gugus silanol yang ada pada permukaan pori-pori. Senyawa kompleks tris(*o*-fenantrolina-*N,N'*)besi(II) sulfat tidak terjadi ikatan hidrogen dengan gugus silanol yang ada pada permukaan pori.

2. Adanya perbedaan ukuran molekul. Senyawa kompleks tris(*o*-fenantrolina-*N,N'*)besi(II) sulfat mempunyai ukuran molekul yang lebih besar daripada senyawa metil merah sehingga laju difusi metil merah pada silika sol-gel lebih cepat.

3. Adanya perbedaan berat molekul.

Senyawa kompleks tris(*o*-fenantrolina-*N,N'*)besi(II) sulfat mempunyai berat molekul yang lebih besar daripada senyawa metil merah sehingga laju difusi metil merah pada silika sol-gel lebih cepat.

Kesimpulan dan Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan diperoleh kesimpulan sebagai berikut: 1) Adanya kadar air dan lama pengadukan yang semakin besar maka laju penurunan berat silika sol-gel semakin besar; 2) Semakin besar kadar air dalam silika; 3) sol-gel maka R *ratio* semakin besar sehingga laju difusi larutan berwarna semakin cepat; 4) Semakin besar lama waktu pengadukan maka laju difusi larutan berwarna pada silika sol-gel semakin kecil; dan 4) Laju difusi larutan berwarna HCl ditambah indikator metil merah pada silika sol-gel lebih besar daripada senyawa kompleks tris(*o*-fenantrolina *N,N'*)besi(II) sulfat.

Daftar Pustaka

Alberty, R.A. 1987. *Kimia Fisika Jilid I*. Terjemahan oleh Dr. N.M Surdia. Jakarta: Penerbit Erlangga.

- Adamson, A.W. 1990. *Physical Chemistry of Surfaces*. Canada: John Wiley & Sons.
- Brinker, C.J., Keefer, K.D., Schefer, D.W., & Ashley, C.S. 1982. Science of Ceramics Chemical Processing. *Journal of Non Crystalline Solids*, 47: 48-57.
- Colby, M.W., Osaka, A., & Machenzie, J.D. 1982. Effects of Temperature on Formation of Silica Gel. *Journal of Non Crystalline Solids*, 82: 37-41.
- Day, R.A., & Underwood, A.L. 1980. *Analisa Kimia Kuantitatif*. Terjemahan oleh R. Soendoro. 1988. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Dunn, B., & Zink, J.I. 1997. Probes of Pore Environment and Molecule Matrix Interaction in Sol Gel Materials. *Chemical Material*, 9(11): 2280-2291.
- Dwivedi, R.K.J. 1986. Cracking in Silika. *Chemical Material Science*, 5: 373.
- Effendy. 1998. *Kimia Koordinasi I: Ligan, Tatanama, Isomerisasi Senyawa Koordinasi, dan Teori Ikatan Valensi*. Malang: Kimia FMIPA UM.
- Fifield, F.W., & Kealey, D. 1995. *Principles and Practice of Analytical Chemistry fourth edition*. London: Blackie Academic & Professional
- Garvey, G. J., & Smith, B. E. 1990. Base Catalyzed Silica Gels : Structure and Chemistry. *Material Research Society*, 180: 223-228.
- Garino, T.J. 1987. The Cracking of Sol-Gels Films During Drying. *Journal of Non Crystalline Solids*, 8: 480-500.
- Hench, L. L., & West, J. K. 1990. The Sol-Gel Process. *Chemical Reviews*, Vol 90: 33-72.
- Ibnu, S. 1993. *Kinetika Kimia*. Malang: IKIP Malang.
- Iler, R.K. 1979. *The Chemistry of Silica*. New York: John Wiley & Sons.
- Kaufman, V.R., & Advir, D. 1988. Water Consumption During the Early of the Sol Gel Tetramethylorthosilicate Polymerization as Probed by Ecixited State Proton Transfer. *Journal of Non Crystalline Solids*, 271: 137-146.
- Khopkar, S.M. 1985. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Terjemahan oleh A.Saptorahardjo. 1990. Jakarta: UI Press.
- Kimmich, R. 2002. Strange Kinetics, Porous Media, and NMR. *Chemical Physics*, 284: 253-285.
- Orcel, G., Hench, L.L., Artaki, I., Jones, J., & Zerda, T.W. 1988. In Better Ceramics Through Chemistry. *Journal of Non Crystalline Solids*, 105: 223-250.
- Orgaz, F., & Rawson, H. 1986. Characterization of Various Stage of The Sol-Gel Process. *Journal of Non Crystalline Solids*, 82: 57-68.
- Pope, E.J.S., & Mackenzie, J.D. 1986. Sol Gel Processing of Silica (The Role of The Catalyst). *Journal of Non Crystalline Solids*, 87: 185-198.

- Prassas, M. & Hench, L.L. 1984. *In Ultrastructure Processing of Ceramics, Glasses, and Composites*; Hench, L.L., Ulrich, D. R., Eds.; Wiley: New York. Page 100.
- Sakka, S., & Kamiya, K. 1980. Glasses From Metal Alkoolates. *Journal of Non Crystalline Solids*, 42: 405-422
- Shiver, D.F., Atkins, P.W. 1998. *Inorganic Chemistry 3.0* (online), ([http:// www. chem. ox.ac. uk/](http://www.chem.ox.ac.uk/) Inorganic Chemistry, diakses 10 Juni 2004).
- Skogg, D., & West, D. 1980. *Principles of Instrumental Analysis 2rd edition*. Tokyo: Hold Saunders.
- Skoog, D., West, D., & Holler, J. 1990. *Analytical Chemistry an Introduction*. Florida: Saunders College and Publishing.
- Strawbridge, I., Craievich, A.F., & James, P.F. 1985. The Effect of The H₂O/TEOS Ratio on The Structure of Gels Derived by The Acid Catalyst Hidrolysis of Tetraethoxysilane). *Journal of Non Crystalline Solids*, 72: 139-157.
- Triyono. 1996. *Kimia Fisika Dasar-Dasar Kinetika dan Katalisis*. Yogyakarta: Depdikbud.
- Wonorahardjo, S., Ball, G. E., Hook, J., & Moran, G. 2000. ²H NMR Relaxation Monitoring of Gelation in Tetramethoxysilane Sol Gels. *Journal of Non Crystalline Solids*, 127: 137-146.
- Wonorahardjo, S. 2002. *Studi Dinamika dengan Relaksasi Difusi NMR*. Makalah disajikan dalam Seminar Nasional Kimia, Himpunan Kimia Indonesia di Bandung, 18-29 Mei.
- Wolfbeis, O.S., Reisfeld, R., & Oehme, I. 1996. Sol-Gels and Chemical Sensors. *Structure and Bonding*, 85: 52-94.
- Yamane, M., Inoue, S., & Yasumori, A. 1984. Sol Gel Transition in The Hidrolysis of Silicon Methoxide. *Journal of Non Crystalline Solids*, 63: 13-21.