

PENGEMBANGAN METODE PENGIKATAN GUGUS EPOKSIDA PADA SILIKA GEL UNTUK MENINGKATKAN EFISIENSI

Choiril Azmiyawati

Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Diponegoro Semarang 50275

ABSTRAK

Pengikatan gugus epoksida pada silika gel G telah dilakukan. Pengikatan ini dilakukan dengan cara mereaksikan silika gel G dan γ -GPS pada konsentrasi dan waktu kontak yang bervariasi. Variasi konsentrasi γ -GPS yang dilakukan adalah 5%, 10%, dan 15%. Variasi waktu kontak antara silika gel dengan γ -GPS adalah 1, 2, dan 8 hari. Diperoleh bahwa semakin besar konsentrasi dan waktu kontak, semakin banyak gugus epoksida yang terikat pada silika gel. Meskipun demikian, efisiensi terbesar yaitu 0,614% terjadi pada konsentrasi γ -GPS 5% dengan waktu kontak 8 hari.

Kata kunci: epoksida, γ -GPS, silika gel, efisiensi.

METHODE DEVELOPMENT OF EPOXIDE GROUP BINDING ON SILICA GEL TO INCREASE EFFICIENCY

ABSTRACT

It has been done the bonding oxyrane group on silica gel G. This bonding has done by reaction of silica gel G with γ -GPS at various concentration and contact time. The various concentration were 5%, 10%, and 15%. The various contact time between silica gel and oxyrane group were 1,2, and 8 days. The result show that increase concentration and contact time, increasing the bonding oxyrane group, too. Eventhought, most efficient was 0,614% at concentration γ -GPS 5% with contact time 8 days.

Key words: oxirane, silica gel, γ -GPS, efficiency.

PENDAHULUAN

Sintesis material yang mampu mengikat ion logam, baik melalui adsorpsi maupun pertukaran ion telah banyak dilakukan selama tigapuluh tahun terakhir. Secara umum, material ini dapat dibuat melalui pengikatan suatu senyawa yang memiliki sisi aktif pada permukaan padatan pendukung seperti silika gel, zeolit, dan lempung. Pengikatan ini dapat dilakukan secara langsung maupun tidak langsung. Pengikatan secara langsung misalnya pernah dilakukan oleh Terrada (1983), Vierra dkk. (1999), dan Airoidi (2001).

Terrada (1983) pernah melakukan impregnasi senyawa organik pada permukaan silika gel. Senyawa organik yang digunakan adalah 2-merkaptobenzotiazol, 2-merkaptobenzimidazol, dan 2,3-dimerkapto-1,3,4-tiadiazol. Viera dkk. (1999) telah melakukan modifikasi permukaan silika gel dengan gugus merkapto. Silika gel termodifikasi gugus merkapto ini diinteraksikan dengan kation raksa, perak, seng, dan tembaga untuk penentuan termokimianya. Penelitian ini

dilanjutkan oleh Airoidi dan Arakaki (2001) dengan mengimobilisasi etilensulfida pada permukaan silika melalui proses sol-gel.

Pengikatan secara tidak langsung pernah dilakukan oleh Chang dkk. (1976), Lessi (19996), dan Azmiyawati (2004). Chang (1976) menggunakan suatu senyawa epoksida (oksirana), yaitu γ -glisidoksipropiltrimetoksisilan yang disingkat γ -GPS sebagai senyawa penghubung. Senyawa γ -GPS diikatkan pada padatan pendukung CPG (*controlled porosity glass*). Senyawa yang terbentuk diikatkan dengan senyawa organik yang dapat digunakan sebagai fasa diam dalam kromatografi. Material ini dapat digunakan sebagai penukar ion yang memiliki sifat hidrofobik dan hidrofilik, tahan terhadap fasa gerak dengan kecepatan tinggi, dan memiliki porositas yang cukup untuk memisahkan biopolimer.

Lessi dkk. (1996) melakukan impregnasi 2,5-merkaptobenzotiazol dengan senyawa penghubung 3-kloropropiltrimetoksisilan. Silika

gel yang termodifikasi dapat mengadsorpsi ion-ion logam Hg, Fe, Cd, Cu, Zn, Ni, Pb, dan Co. Akan tetapi, ion logam yang paling banyak teradsorpsi adalah Hg, Cd, dan Pb.

Azmiyawati (2004) melakukan impregnasi gugus sulfonat pada silika gel melalui senyawa penghubung γ -GPS pada konsentrasi larutan γ -GPS 10%. Silika sulfonat yang terbentuk mampu meningkatkan adsorpsi ion logam Mg.

Dari beberapa penelitian di atas, terlihat bahwa modifikasi padatan pendukung ini secara umum dapat meningkatkan kemampuan adsorpsi maupun pertukaran ion. Akan tetapi, metode pengikatan secara tidak langsung dapat meningkatkan kemampuan adsorpsi lebih besar daripada metode pengikatan secara langsung. Oleh karena itu, metode yang akan dikembangkan di sini bertujuan untuk menentukan kondisi optimum pengikatan senyawa perantara pada metode tidak langsung.

Silika gel yang mengikat gugus epoksida telah digunakan sebagai senyawa perantara dalam pembuatan silika sulfonat (Azmiyawati, 2004). Selama ini, konsentrasi γ -GPS dan waktu kontak antara silika gel sebagai padatan pendukung dan γ -GPS sebagai senyawa penghubung belum ditentukan secara tepat. Akan tetapi, dari beberapa penelitian yang pernah dilakukan oleh Chang (1976), konsentrasi γ -GPS yang digunakan sebesar 5% dan Azmiyawati (2004) menggunakan γ -GPS dengan konsentrasi 10%. Dengan mengetahui konsentrasi γ -GPS dan waktu kontak antara silika gel dengan γ -GPS dapat ditentukan kondisi yang paling efisien dalam pengikatan gugus epoksi.

METODE PENELITIAN

Pengikatan gugus epoksida pada silika gel dilakukan melalui empat langkah kerja berikut. Silika gel diaktivasi dengan dengan cara dipanaskan pada suhu 110°C selama 24 jam. Telah dilakukan tiga macam variasi konsentrasi γ -GPS dalam larutan sililasi, yaitu 5%, 10%, dan 15%. Pengikatan gugus epoksida pada silika gel teraktivasi dilakukan dengan mencampurkan γ -

GPS dan silika gel pada kondisi vakum dengan waktu kontak selama 1 hari, 2 hari, dan 8 hari untuk masing-masing konsentrasi. Silika epoksida yang diperoleh kemudian ditentukan kandungan gugus epoksida yang terikat dengan cara mereaksikan silika epoksida tersebut dengan natrium tiosulfat. Senyawa yang diperoleh dititrasi dengan HCl

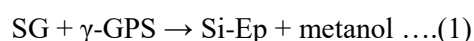
HASIL DAN PEMBAHASAN

Modifikasi permukaan silika gel secara kimia telah banyak digunakan dan merupakan suatu metode yang tepat untuk menggabungkan silika gel dengan molekul organik. Silika gel adalah senyawa yang menarik karena tidak mengembang (*swell*) bila dikenai air serta memiliki kekuatan mekanik dan stabilitas yang baik. Di antara padatan pendukung lain, silika gel yang tertempel organosilan lebih luas digunakan dalam berbagai teknologi, misalnya dalam kromatografi lapis tipis, adsorpsi ion logam, dan senyawa antara dalam pembuatan silika sulfonat dan silika tiazol.

Dalam penelitian ini telah dilakukan variasi konsentrasi γ -GPS dan waktu kontak antara silika gel dengan γ -GPS. Variasi konsentrasi γ -GPS dilakukan pada konsentrasi 5%, 10%, dan 15%. Kondisi maksimum konsentrasi sebesar 15% dipilih berdasarkan penelitian yang pernah dilakukan oleh Chang (1976) bahwa pada konsentrasi yang lebih besar, kemungkinan yang terbentuk bukan silika epoksi (Si-Ep) melainkan polimer dari γ -GPS.

Waktu kontak antara silika gel dengan γ -GPS adalah 1 hari, 2 hari, dan 8 hari, dengan alasan pada waktu kontak 1 hari diharapkan reaksi paling banyak terjadi. Penambahan waktu kontak 1 hari dan 7 hari untuk mengetahui seberapa besar pengaruh penambahan waktu terhadap pengikatan gugus epoksi.

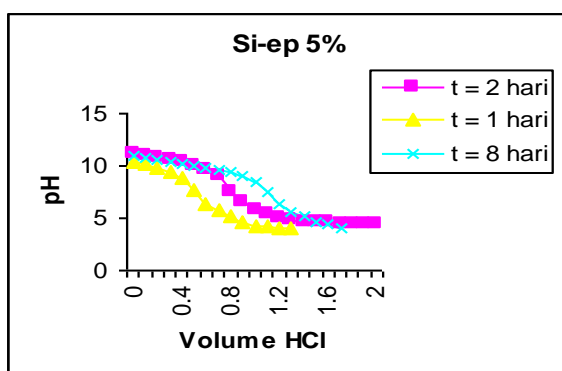
Pengikatan gugus epoksida ke permukaan silika gel mengikuti persamaan berikut.



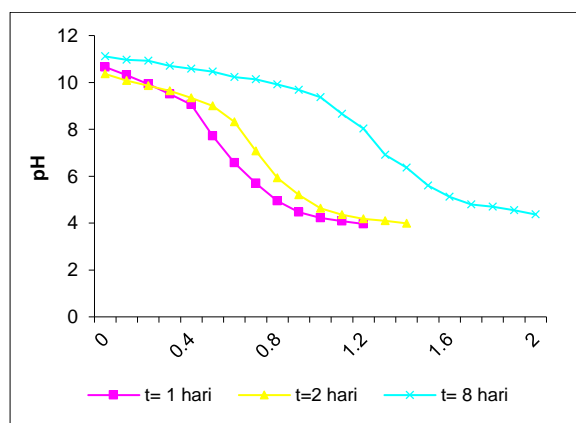
Proton pada gugus silanol dari silika gel akan dilepaskan untuk membentuk ikatan antara Si dari silika gel dengan dengan O⁻ gugus metoksi dari γ -GPS. Produk yang diperoleh berupa silika gel yang mengikat gugus epoksida dengan produk samping metanol. Silika gel yang mengikat gugus epoksida dengan konsentrasi 5%, 10%, dan 15% disebut Si-ep 5%, Si-ep 10%, dan Si-ep 15%.

Penentuan gugus epoksi yang terikat pada silika gel didasarkan pada pemikiran berikut.

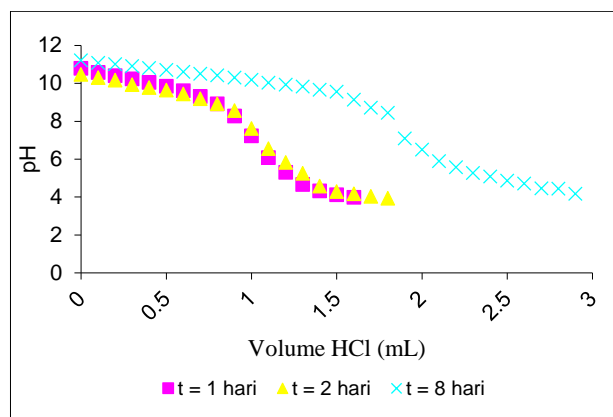
Penambahan natrium tiosulfat dan HCl akan membuka gugus epoksi dan menghasilkan ion hidroksil. Ion hidroksi ini yang dititrasi dengan HCl. Banyaknya HCl yang digunakan untuk titrasi akan sebanding dengan jumlah ion hidroksil yang dihasilkan. Terbentuknya ion hidroksil ditandai dengan pH awal titrasi yang cukup tinggi. Hasil titrasi untuk masing-masing konsentrasi dan waktu kontak disajikan dalam Gambar 1, Gambar 2, dan Gambar 3.



Gambar 1. Kurva titrasi silika epoksi 5% pada waktu kontak (a) 1 hari, (b) 2 hari, dan (c) 8 hari.



Gambar 2. Kurva titrasi silika epoksi 10% pada waktu kontak (a) 1 hari, (b) 2 hari, dan (c) 8 hari.



Gambar 3. Kurva titrasi silika epoksi 15 % pada waktu kontak (a) 1 hari, (b) 2 hari, dan (c) 8 hari.

Perhitungan berdasarkan kurva titrasi menunjukkan bahwa kandungan gugus epoksida yang terikat pada silika gel menunjukkan data sebagai berikut.

Pada konsentrasi 5%, peningkatan waktu kontak antara silika gel dengan γ -GPS akan sesuai dengan bertambahnya jumlah gugus epoksi yang terikat. Dari Tabel 1 terlihat bahwa jumlah gugus epoksi yang terikat pada Si-ep dengan waktu kontak 8 hari memiliki efisiensi paling besar dibandingkan Si-ep dengan waktu kontak 2 hari dan 1 hari.

Tabel 1. Jumlah gugus epoksi yang terikat pada Si-ep 5%.

Waktu (hari)	Jumlah gugus epoksi terikat (μmol)	Gugus silanol tersubstitusi (%)	Efisiensi (%)
1	180,9	13,60	0,362
2	213,68	16,07	0,427
8	307,05	23,09	0,614

Sedikitnya gugus silanol yang dapat tersubstitusi oleh gugus epoksida dapat dipahami karena tidak semua gugus silanol dapat tersubstitusi. Kondisi ini dimungkinkan karena adanya gugus silanol yang tersembunyi dalam pori-pori. Meskipun demikian hasil penelitian ini cukup

menggembirakan karena reaksi berlangsung dalam medium air. Sedangkan untuk penempelan gugus epoksida pada silika gel dengan media bebas air pernah dilakukan oleh Nuryono (2001) diperoleh bahwa pada konsentrasi 5%, gugus silanol yang dapat tersubstitusi oleh gugus epoksi sebanyak 33,75%. Azmiyawati (2004) pernah melakukan pengikatan gugus epoksi dengan kondisi yang sama dan waktu kontak 30 menit diperoleh bahwa gugus silanol yang dapat tersubstitusi oleh gugus epoksi sebesar 15,9447%.

Jumlah gugus epoksi yang terikat pada permukaan silika gel untuk Si-Ep 10% lebih banyak daripada Si-Ep 5%, seperti ditunjukkan dalam Tabel 2 berikut.

Tabel 2. Jumlah gugus epoksi yang terikat pada Si-Ep 10%.

Waktu (hari)	Jumlah gugus epoksi terikat (μmol)	Gugus silanol tersubstitusi (%)	Efisiensi (%)
1	144,60	10,872	0,145
2	194,87	14,652	0,195
8	333,90	25,105	0,334

Peningkatan jumlah gugus epoksida yang terikat dengan bertambahnya waktu kontak dapat dipahami. Semakin lama waktu kontak, reaksi yang berlangsung juga semakin banyak sehingga pada $t=8$ hari diperoleh jumlah gugus epoksida yang terikat paling banyak.

Tabel 3. Jumlah gugus epoksi yang terikat pada Si-Ep 15%.

Waktu (hari)	Jumlah gugus epoksi terikat (μmol)	Gugus silanol tersubstitusi (%)	Efisiensi (%)
1	279	20,977	0,186
2	279	20,977	0,186
8	486	36,541	0,324

Demikian juga untuk Si-Ep 15%, jumlah gugus epoksida yang terikat pada permukaan silika gel

semakin meningkat dengan bertambahnya waktu kontak. Data yang diperoleh untuk Si-Ep 15% dinyatakan pada Tabel 3.

Dari ketiga tabel dapat dilihat bahwa pada Si-Ep 15% dengan waktu kontak 8 hari memiliki jumlah silanol tersubstitusi paling besar, yaitu 36,541%. Akan tetapi, harga ini tidak sebanding dengan efisiensinya. Harga efisiensi dihitung berdasarkan jumlah gugus epoksida yang terikat dibagi dengan jumlah gugus epoksida yang ada dalam larutan untuk masing-masing konsentrasi γ -GPS, kemudian dikalikan 100%.

Harga efisiensi terbesar justru terjadi pada Si-Ep 5% dan waktu kontak 8 hari, yaitu sebesar 0,614%, hampir dua kali lipat dari efisiensi γ -GPS 15% dengan waktu kontak yang sama.

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian diperoleh kesimpulan sebagai berikut.

1. Semakin besar konsentrasi γ -glisidoksi propiltri-metoksisilan, gugus epoksida yang terikat semakin banyak. Semakin lama waktu kontak antara silika gel dengan larutan γ -GPS, gugus epoksida yang terikat semakin banyak.
2. Efisiensi terbesar terjadi pada konsentrasi Si-Ep 5% dengan waktu kontak 8 hari.

DAFTAR PUSTAKA

- Airoldi, C., and Arakaki, I.N. H., 2001, Immobilization of ethylenesulfide on silica surface through sol-gel process and some thermodynamic data of divalent cation interaction, *Polihedron* 20:929-936.
- Azmiyawati, C., 2004, Modifikasi Silika Gel dengan Gugus Sulfonat untuk Meningkatkan Kapasitas Adsorpsi Mg(II), *Jurnal Kuimia Sains dan Aplikasi*, Vol. VII, No. 1 April 2004.
- Chang, S. H., Gooding, K.M. and Regnier, F.E., 1976, Use of Oxirane in the preparation of Bonded phase Supports, *Journal Paper No. 6022 from the Purdue University Agricultural Experiment Station, West Lafayette, Ind 47907 (U.S.A)*.

- Lessi, P., Filho, N. L. D., Moreira, J. C., and Campos, J. T. S., 1996, Sorption and Preconcentration of Metal Ions on Silica Gel Modified with 2,5-dimercapto-1,3,4-thiadiazole, *Anal. Chim. Acta*, 327: 183-190.
- Nuryono, 2001, Sintesis Silika Termodifikasi Eter-Mahkota 15C5 da 18C5 Sebagai Fasa Diam pada Kromatografi Ion, Seminar Nasional Kimia IX, *Kimia anorganik dalam Pemanfaatan Sumber Daya Alam Indonesia*, Yogyakarta 21 Mei 2001.
- Terada, K., Matsumoto, K., dan Kimuro, H., 1983, Sorption of Copper(II) by Some Complexing Agents Loaded on Various Supports, *Anal. Chim. Acta*, vol 153: 237-247.
- Vieira, E. F. S., Cestari, A. R., Simoni, J. de A., and Airoldi, C., 1999, Use of Calorimetric Titration to Determine Thermochemical Data for Interaction of Cations with Mercapto-Modified Silica Gel, *Therm. Act.*, 328: 247-252.