

SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOSILIKA DARI TETRAETHYLORTHOSILICATE (TEOS) DENGAN PENAMBAHAN POLIETILEN GLIKOL (PEG) MENGUNAKAN METODE SOL- GEL

by Dwi Rasy Mujiyanti .

Submission date: 18-Aug-2021 12:56PM (UTC+0700)

Submission ID: 1632736263

File name: P3_2019_PROSIDING_SEMIRATA2019_penulis_utama-19-26.pdf (504.12K)

Word count: 2295

Character count: 13859



SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOSILIKA DARI TETRAETHYLORTHOSILICATE (TEOS) DENGAN PENAMBAHAN POLIETILEN GLIKOL (PEG) MENGGUNAKAN METODE SOL-GEL

Dwi Rasy Mujiyanti *
Universitas Lambung
Mangkurat

Ria Shafitri ARH
Universitas Lambung
Mangkurat

Ahmad Budi Junaidi
Universitas Lambung
Mangkurat

ABSTRACT: Study on the synthesis and characterization nanosilica of tetraethylorthosilicate (TEOS) with the addition of polyethylene glycol (PEG) using sol-gel method has been done. Addition of PEG is used as a capping agent that aims to avoid the occurrence of agglomeration. Sol solution was added with PEG-6000 solution with concentration of 10% and 15% (w / v). The mixed solution was evaporation with a temperature of 700C for 48 hours. The obtained crystals were crushed and calcination at 6000C for 2 hours. The resulting product was characterized to determine the effect of PEG-6000 (10%, and 15% (w / v)) variation on the mean particle size, morphology and distrbusi of the resulting nanosilica particles. The results that the typical absorption peak of SiO₂ in all samples was the siloxane group (Si-O-Si) which was the typical peak of TEOS. The resulting morphology is amorph. The average particle size was 55.55 nm for Ns control, Ns-PEG 10% (43.72 nm), and Ns-PEG 15% (52.40 nm) and. The best average size distribution was Ns-PEG 10% with Pdl value of 0, 73 which showed good uniformity and particle size 3,4 d.nm.

KEYWORDS: nanosilica, sol-gel, tetraethylorthosilicate (TEOS), polyethylene glycol (PEG).

* Corresponding Author: 1Program Studi S-1 Kimia FMIPA Universitas Lambung Mangkurat; Jl. A. Yani Km. 35.8 Banjarbaru 70714 Kalimantan Selatan; Email: dmujiyanti@ulm.ac.id

348

PENDAHULUAN

Silika (SiO₂) memegang peranan cukup penting bagi beberapa industri, baik sebagai bahan baku utama maupun sebagai bahan tambahan, misalnya dalam industri semen dan bangunan (beton), kaca lembaran, botol dan pecah-belah, email (enamel), cat, keramik, elektronik, industri ban, industri kosmetik (Wahyudi *et al.*, 2011), industri farmasi, dan aplikasi khusus pada bidang kimia (Nuryono & Narsito, 2005). Perkembangan teknologi mengakibatkan aplikasi penggunaan silika semakin meningkat terutama dalam penggunaan silika pada ukuran partikel yang kecil sampai skala mikron atau bahkan nano.

Salah satu metode yang banyak digunakan dalam mempersiapkan material oksida logam berukuran nano adalah metode sol-gel. Metode ini banyak digunakan untuk pembuatan silika gel karena prosesnya yang cukup sederhana dan memiliki beberapa keunggulan, seperti sintesis yang dapat dilakukan pada suhu rendah, menghasilkan kemurnian tinggi dan juga kinetika reaksi proses dapat dikontrol dengan memvariasikan komposisi dari campuran reaksi (Singh *et al.*, 2011).

Beberapa parameter yang perlu diperhatikan pada sintesis nanosilika dengan metode sol-gel yaitu pengaruh konsentrasi prekursor, konsentrasi katalis, jenis pelarut yang digunakan, dan lama waktu pematangan (*aging*) (Fernandez, 2015). Prekursor silika bisa digunakan dari bahan alam maupun sintetik seperti sekam padi, pasir kuarsa, limbah tebu (*Abu Bagasse*), lumpur, tongkol jagung, *tetramethylorthosilicate* (TMOS), *tetraethylorthosilicate* (TEOS), *orthosilicic acid*, *sodium metasilicate*.

Beberapa peneliti telah mensintesis nanopartikel silika menggunakan metode sol-gel. Konsentrasi dari prekursor (TEOS) dan katalis (amonia, NH_3) berperan penting terhadap pembentukan material dalam skala nano. Ardiansyah (2012) melaporkan bahwa rbandingan molar rasio NH_3/TEOS dapat meningkatkan ukuran nanosilika, dengan molar rasio NH_3/TEOS 0,03; 0,20 dan 0,40 menghasilkan ukuran 13,36; 15,01 dan 50 nm.

Sintesis TEOS dengan katalis NH_3 (dengan berbagai variasi) yang telah dilakukan oleh peneliti sebelumnya menyatakan bahwa masih dihasilkan ukuran nanosilika yang belum seragam, sehingga pada penelitian ini ditambahkan suatu zat yang dapat mengontrol ukuran partikel dalam proses sol-gel. Perdana *et al* (2011), melaporkan bahwa salah satu zat yang dapat dipakai untuk membentuk sekaligus mengontrol ukuran dan struktur pori dari partikel adalah polietilen glikol (PEG). PEG dapat berfungsi sebagai *template*, yang membungkus partikel sehingga tidak terbentuk agregat lebih lanjut, karena PEG dapat menempel pada permukaan partikel dan menutupi ion positif yang bersangkutan untuk bergabung dan membesar. Sehingga penggunaan PEG digunakan untuk memperoleh partikel dengan bentuk bulatan yang seragam.

Berdasarkan uraian ini, pada penelitian ini telah dilakukan sintesis dan karakterisasi nanosilika dari *tetraethylorthosilicate* (TEOS) dengan penambahan polietilen glikol (PEG) menggunakan metode sol-gel yang bertujuan untuk memperoleh data ilmiah berupa pengaruh variasi konsentrasi PEG-6000 (10%, dan 15% (b/v)) terhadap ukuran rata-rata partikel, morfologi dan distribusi partikel nanosilika yang dihasilkan.

METODE PELAKSANAAN

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah peralatan gelas standar laboratorium seperti erlenmeyer, gelas piala, pipet tetes, pipet ukur, gelas arloji,

statif, termometer, hot plate stirrer, pengaduk *magnetic*, krus porselen, furnace, timbangan analitik, desikator dan oven. Karakterisasi produk dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer *Fourier Transform Infrared (FT-IR)* (Bruker Alpha P Spectrometer), *Particle Size Analyzer (PSA)* tipe Zetasizer Ver. 7.01 (Malvern Instrument Ltd., Grovewood, Worcestershire, UK) dan *Scanning Electron Microscopy (SEM)* (JCM-6000).

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Tetraethylorthosilicate* (TEOS) 98% (Merck), amonia (Merck), etanol 90% (Merck), polietilen glikol 6000 (PEG-6000) (Merck), dan akuades.

Sintesis nanopartikel silika dengan metode sol-gel

Larutan TEOS 98% sebanyak 29 mL, air 10 mL dan etanol sebanyak 61 mL dicampur dalam erlenmeyer. Campuran tersebut diaduk menggunakan *stirrer* dengan pemanasan dijaga konstan pada temperatur 50°C selama 5 jam. Penambahan amonia dilakukan secara berkala tetes demi tetes sampai habis dalam waktu 5 jam. Cairan diuapkan pada oven dengan temperatur 70°C selama 24 jam. Setelah itu didinginkan dalam desikator sebelum dikalsinasi pada *furnace*. Serbuk yang telah terbentuk digerus terlebih dahulu sampai halus, kemudian dikalsinasi dalam *furnace* pada temperatur 600°C selama 2 jam sehingga dihasilkan serbuk putih yang halus (Ardiansyah, 2015). Serbuk yang telah terbentuk disimpan di dalam desikator sebelum dikarakterisasi dengan FTIR, SEM dan PSA.

Pembuatan larutan PEG 10% dan 15% (b/v)

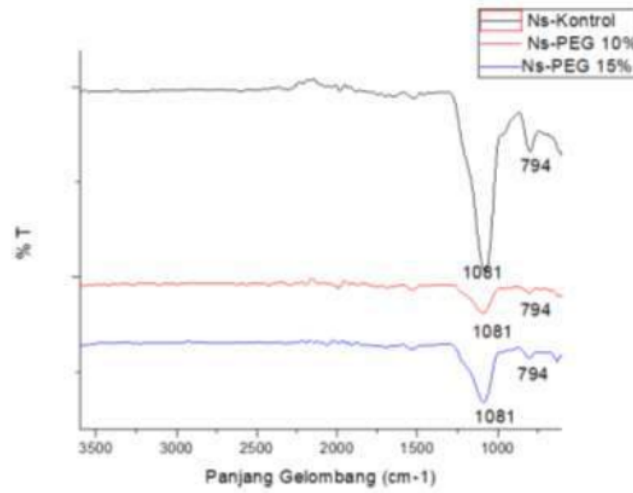
Sebanyak 10,00 gram PEG ditambahkan ke dalam 100 mL akuades. kemudian dipanaskan pada suhu 80°C sambil diaduk sampai homogen ±15 menit (Perdana *et al.*, 2011). Larutan PEG 10% tersebut didinginkan terlebih dahulu sebelum digunakan. Cara yang sama untuk pembuatan PEG 15%.

Sintesis Nanosilika dengan Penambahan PEG

Sintesis nanopartikel silika dengan penambahan PEG pada dasarnya sama dengan sintesis nanosilika sebelumnya, hanya saja pada sintesis ini ditambahkan PEG pada saat larutan telah membentuk sol dengan perbandingan antara PEG dengan sol silika adalah 80:20 dalam 100 mL, campuran diaduk kembali menggunakan *stirrer*. Larutan kemudian diuapkan dalam oven dengan temperatur 70° C selama 24 jam. Kristal yang didapat didinginkan dalam desikator dan digerus sampai halus sebelum dikalsinasi pada temperatur 600° C selama 2 jam. Serbuk yang telah terbentuk disimpan di dalam desikator sebelum dikarakterisasi dengan FTIR, SEM dan PSA.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil dari sintesis silika dengan metode sol-gel dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FT-IR) dilakukan untuk mengidentifikasi gugus fungsi silika hasil sintesis tanpa dan dengan penambahan variasi PEG-6000 (10% dan 15% (b/v)).

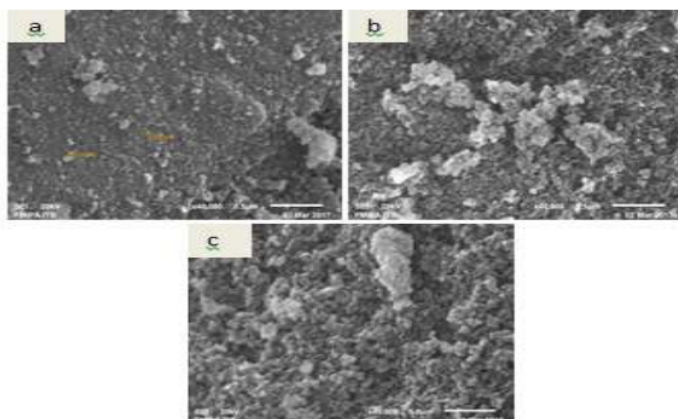


351

Gambar 1. *Spektrum inframerah (a) Sampel Nanosilika (Ns) Kontrol dan (b) Ns-PEG 10% dan (c) Ns-PEG 15%.*

Hasil uji inframerah pada serbuk nanosilika menunjukkan tidak adanya pergeseran pita serapan. Pada serbuk nanosilika yang telah disintesis menggunakan metode sol-gel dengan penambahan dan tanpa penambahan PEG-6000 ini puncak yang muncul merupakan puncak spesifik dari prekursor TEOS, sedangkan puncak PEG-6000 tidak terlihat pada spektrum sampel nanosilika, yang artinya PEG-6000 telah berhasil dihilangkan dengan cara kalsinasi.

¹² Pita serapan pada bilangan gelombang 1081 cm^{-1} merupakan pita serapan dari vibrasi ulur asimetris gugus Si-O dari gugus siloksan (Si-O-Si) dan pada serapan bilangan gelombang 794 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi ulur Si-O dari gugus siloksan (Si-O-Si). Gugus Si-O-Si (siloksan) ini berasal dari hasil reaksi kondensasi, dimana gugus hidroksil dari produk intermediet bereaksi dengan gugus etoksi dari TEOS (hasil kondensasi alkohol atau kondensasi air) yang membentuk jembatan Si-O-Si.



Gambar 2. Hasil Foto SEM sampel nanosilika (a) kontrol, (b) Ns-PEG 10% dan (c) Ns-PEG 15%.

Analisis SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi dan ukuran partikel nanosilika (Ns) hasil sintesis tanpa penambahan dan dengan penambahan variasi PEG-6000. Hasil karakterisasi menggunakan SEM memperlihatkan struktur morfologi nanosilika (Ns) dengan perbesaran 40.000x. Terlihat pada gambar diatas bahwa permukaan sampel tidak merata dan terdiri dari gumpalan (*cluster*), yang mengindikasikan adanya ukuran butir dengan distribusi yang tidak merata pada permukaan. Munasir (2011) melaporkan bahwa jika dilakukan perlakuan panas yang lebih lanjut (kalsinasi) diduga aglomerasi bisa diminimalisir, sehingga ukuran semua partikel lebih homogen dan lebih kecil.

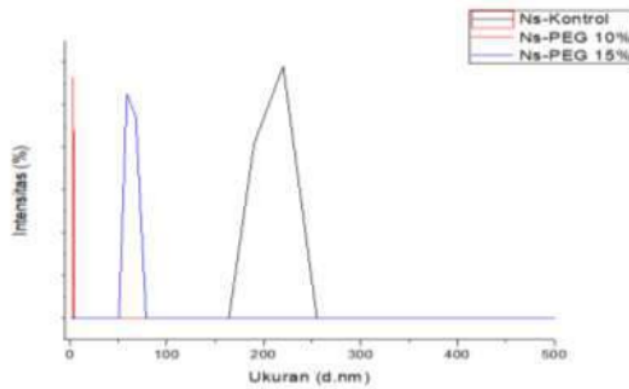
352

Tabel 1. Data hasil perhitungan luas partikel dan diameter rata-rata nanosilika (Ns) sebelum dan sesudah penambahan variasi konsentrasi PEG-6000

No.	Sampel	Luas partikel rata-rata (nm)	Diameter partikel rata-rata (nm)
1.	Ns kontrol	3218,37	55,55
2.	Ns-PEG 10%	1930,34	43,72
3.	Ns-PEG 15%	3102,11	52,40

Hasil pengukuran nanosilika (Ns) pada Tabel 3 menunjukkan bahwa ukuran partikel rata-rata pada sampel nanosilika (Ns) berkisar antara 43,72 nm - 55,55 nm. Hasil pengukuran di atas terlihat bahwa nanosilika yang ditambahkan PEG-6000 memiliki ukuran yang lebih kecil dibandingkan dengan nanosilika tanpa penambahan

PEG-6000. Ukuran rata-rata yang didapat Ns-kontrol adalah 55,55 nm, (Ns)-PEG 10% (43,72 nm) dan (Ns)-PEG 15% (52,40 nm). Dalam sintesis ini PEG berhasil *mengcapping agent* partikel terlihat dari kecilnya ukuran Ns dengan penambahan variasi PEG.



Gambar 3. Grafik hubungan antara ukuran dengan intensitas sampel nanosilika tanpa dan penambahan variasi konsentrasi PEG-6000 (10%, dan 15% (b/v))

Penggunaan PEG-6000 dalam sintesis ini dapat mampu memperoleh nanosilika (Ns) dengan distribusi ukuran yang lebih baik daripada tanpa penambahan PEG-6000 sebagai template. Tabel 2 menunjukkan bahwa distribusi ukuran sampel nanosilika (Ns) dengan penambahan variasi konsentrasi PEG-6000 (10%, dan 15% (b/v)) memiliki ukuran yang lebih kecil dibanding dengan Ns tanpa penambahan PEG-6000, yaitu Ns-kontrol 207,90 nm, Ns-PEG10% 3,40 nm dan Ns-PEG 15% 63,17 nm. Dan terlihat pada Gambar 3 bahwa NS-PEG 10% memiliki peak yang sempit dibanding Ns-kontrol dan Ns-PEG 15% yang menunjukkan distribusi yang lebih seragam.

Tabel 2. Data hasil karakterisasi PSA sampel nanosilika (Ns) sebelum dan sesudah penambahan variasi konsentrasi PEG-6000 (10%, dan 15% (b/v))

No	Sampel	Ukuran (d.nm)	Intensitas (%)	Ukuran rata-rata (d.nm)	St Dev (d.nm)
1.	Ns-Kontrol	190,13	40,9	207,90	14,78
		220,19	59,1		
2.	Ns-PEG 10%	3,12	43,54	3,40	0,24
		3,61	56,46		
		58,77	52,69		
3.	Ns-PEG 15%	68,06	47,31	63,17	4,63

Data di atas juga didukung oleh data hasil indeks polidispersitas (PdI) pada sampel nanosilika yang terlihat pada Tabel 3. Indeks polidispersitas adalah ukuran dari distribusi massa molekul dalam sampel tertentu. Nilai ini menunjukkan hasil perhitungan dari berat rata-rata berat molekul dibagi dengan jumlah rata-rata berat molekul. Nilai PdI yang mendekati nol artinya distribusinya semakin baik (Haryono *et al*, 2012).

Tabel 3. Data indeks polidispersitas (PdI) sampel nanosilika (Ns) sebelum dan sesudah penambahan variasi konsentrasi PEG-6000 (10% dan 15% (b/v))

No.	Sampel	PdI
1.	Ns Kontrol	1,00
2.	Ns+PEG 10%	0,73
3.	Ns+PEG 15%	1,00

Dilihat dari data PdI diatas bahwa Ns-PEG 10% memiliki nilai yang lebih kecil yaitu 0,73 yang artinya distribusinya lebih baik daripada Ns-kontrol dan Ns-PEG 15% dengan nilai PdI 1,00. Hal ini berbanding lurus dengan teori yaitu semakin mendekati nol nilai PdI berarti distribusinya semakin baik dan partikel dapat dikatakan lebih seragam (Haryono, *et al* 2012). Berdasarkan hasil data yang diperoleh, dapat dikatakan bahwa PEG mempengaruhi keseragaman material. Hasil karakterisasi ukuran partikel pada PSA berbeda dengan hasil karakterisasi SEM, dimana pada sampel Ns-PEG 10% ukuran yang didapat lebih kecil dan Ns-kontrol lebih besar. Hal ini dimungkinkan sampel ada yang terlarut dan teraglomerasi pada saat didispersi.

354

17 SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan di atas maka disimpulkan bahwa penambahan PEG pada sintesis nanosilika ini dapat menyeragamkan dan membuat ukuran yang lebih kecil daripada nanosilika tanpa penambahan PEG. Karakterisasi gugus fungsional dengan FTIR menunjukkan bahwa adanya puncak serapan yang khas dari SiO₂ pada semua sampel yaitu gugus siloksan (Si-O-Si) yang merupakan puncak khas dari TEOS. Morfologi dari analisis SEM telah dihasilkan adalah berupa *amorf*. Ukuran rata-rata partikel yaitu Ns control (55,55 nm), Ns-PEG 10% (43,72 nm), dan Ns-PEG 15% (52,40 nm) dan. Distribusi ukuran rata-rata terbaik adalah Ns-PEG 10% dengan nilai PdI 0,73 yang menunjukkan keseragaman yang cukup baik dan ukuran partikel 3,4 d.nm.

REFERENSI

- 1 Ardiansyah, A. 2015. *Sintesis Nanosilika dengan Metode Sol-Gel dan Uji Hidrofobitasnya Pada Cat Akrilik*. Skripsi, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.
- Haryono, A., Witta, K. R., & Sri, B.H. 2012. Preparasi dan Karakterisasi Nanopartikel Aluminium Fosfat. *Jurnal SainsMateri Indonesia*. Vol. 14 No. 1:51-55
- 1 Munasir, Widodo, Triwikantosos, Moch Zainuri, & Darmianto. 2012. Perbandingan Massa Kalium Hidroksida pada Ekstraksi SiO₂ Orde Nano Berbasis Bahan Alam Pasir Kuarsa. *Seminar Nasional Sains dan Pendidikan Sains VII UKSW*. Universitas Kristen Satya Wacana.
- 9 Nuryono, & Narsito. 2005. Pengaruh Konsentrasi Asam Terhadap Karakter Silika Gel Hasil Sintesis dari Natrium Silikat. *Indo. J. Chem.* 05(01), 23 – 30
- 6 Perdana, F. A., M.A. Baqiya, Mashuri, Triwikantoro & Darminto. 2011. Sintesis Nanopartikel Fe₂O₃ Dengan Template PEG-1000 dan karakterisasi sifat Magnetiknya. *Jurnal Material dan Energi Indonesia*. 01(01): 1-6
- 3 Singh, L. P., Agarwal, S. K., Bhattacharyya, S. K., Sharma, U., Ahalawat, S. 2011. Preparation of Silica Nanoparticles and Its Beneficial Role in Cementitious Materials. *Nanomater Nanotechnol.* 1(1)44-51.
- Wahyudi, A., Siti R., Gusti N. A., Hadi P., Sriman., Nuryadi S., Dessy A., Maryono., Arief S., Leni S., & Suheri P. 2011. *Penyiapan Nano Partikel Silika Dari Mineral Silikat Secara Mekanis*. Puslitbang Teknologi Mineral Dan Batubara, Badan Litbang Energi Dan Sumber Daya Mineral Kementerian Energi Dan Sumber Daya Mineral.

SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOSILIKA DARI TETRAETHYLORTHOSILICATE (TEOS) DENGAN PENAMBAHAN POLIETILEN GLIKOL (PEG) MENGGUNAKAN METODE SOL-GEL

ORIGINALITY REPORT

16%

SIMILARITY INDEX

15%

INTERNET SOURCES

6%

PUBLICATIONS

8%

STUDENT PAPERS

PRIMARY SOURCES

1	digilib.unimed.ac.id Internet Source	2%
2	jurnal.batan.go.id Internet Source	1%
3	dl.lib.mrt.ac.lk Internet Source	1%
4	repository.unair.ac.id Internet Source	1%
5	journal.uinjkt.ac.id Internet Source	1%
6	Submitted to Universitas Diponegoro Student Paper	1%
7	idoc.pub Internet Source	1%
8	eprints.ulm.ac.id Internet Source	1%

9	Internet Source	1 %
10	jurnal.uns.ac.id Internet Source	1 %
11	journal.umsida.ac.id Internet Source	1 %
12	Endah Purwanti, Sarah Dampang. "The Effect of Hydrolysis Condition Differences on Isolation Results of Nanocrystalline Cellulose From Corncob", Indo. J. Chem. Res., 2017 Publication	1 %
13	repository.ub.ac.id Internet Source	1 %
14	Submitted to Universitas Negeri Surabaya The State University of Surabaya Student Paper	1 %
15	Submitted to Universitas Negeri Padang Student Paper	1 %
16	ipi.portalgaruda.org Internet Source	<1 %
17	jurnal.stkipbjm.ac.id Internet Source	<1 %
18	digilib.uinsgd.ac.id Internet Source	<1 %

zombiedoc.com

19

Internet Source

<1 %

20

eprints.umm.ac.id

Internet Source

<1 %

21

ijpst.or.id

Internet Source

<1 %

Exclude quotes Off

Exclude matches Off

Exclude bibliography Off