

**LAPORAN PENELITIAN DIPA
FMIPA UNLAM TAHUN 2017**



**STUDI AWAL PEMBUATAN MIKROSILIKA MELALUI TEKNIK
SOL-GEL DENGAN PENAMBAHAN POLIVINIL ALKOHOL (PVA)
SEBAGAI FILTER LIMBAH CAIR SASIRANGAN**

Oleh

**Dwi Rasy Mujiyanti, S.Si, M.Si (Ketua)
Dahlana Ariyani, S.Si, M.S (Anggota)**

**Biaya oleh DIPA-PBNP FMIPA UNLAM Tahun 2017
Sesuai dengan Surat Keputusan Dekan FMIPA UNLAM
Nomor : 081/UN8.1.28/SP/2017**

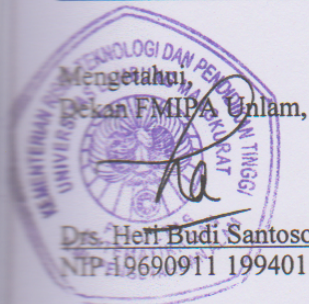
**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMBUNG MANGKURAT
BANJARBARU
2017**

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN PENELITIAN DIPA FMIPA UNLAM TA 2017

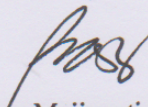
1. Judul Penelitian : Studi Awal Pembuatan Mikrosilika Melalui Teknik Sol-Gel dengan Penambahan Polivinil Alkohol (PVA) sebagai Filter Limbah Cair Sasirangan
2. Ketua Peneliti
- a. Nama Lengkap : Dwi Rasy Mujiyanti, S.Si, M.Si
 - b. Jenis Kelamin : Perempuan
 - c. NIP : 198105162008012023
 - d. Disiplin Ilmu : Kimia Anorganik
 - e. Pangkat/Golongan : Penata Tk I /IIIc
 - f. Jabatan : Lektor
 - g. Fakultas/Prodi : MIPA/Kimia
 - h. Alamat : Jl. A.Yani Km.36 Banjarbaru
 - i. Telp/Fax/Email : 0511-4773112
 - j. Alamat Rumah : Jl. Kuranji Komplek Nusantara Griya Permai Blok D No.17, Kel. Guntung Manggis, Kec. Landasan Ulin, Kota Banjarbaru, Kalimantan Selatan, 70721
 - k. Telp/fax/E-mail : 081348475671/drmujiyanti@unlam.ac.id
3. Jumlah Tim Peneliti : 1 (satu) orang
- a. Nama Anggota I : Dahlena Ariyani, S.Si, M.S
4. Lokasi Penelitian : Laboratorium Dasar FMIPA UNLAM Banjarbaru
5. Waktu Penelitian : 5 (lima) bulan
6. Biaya Yang Disetujui : Rp. 3.000.000,00 (Tiga Juta Rupiah)
7. Sumber Dana : DIPA FMIPA Unlam

Banjarbaru, 09 Oktober 2017



Drs. Heri Budi Santoso, M.Si
NIP. 19690911 199401 1 006

Ketua Peneliti,


Dwi Rasy Mujiyanti, S.Si, M.Si
NIP. 19810516 200801 2 023



Menyetujui,
Ketua LPPM Unlam
Prof. Dr. M. Arief Soendjoto, M.Sc
NIP. 19600623 198801 1 001

RINGKASAN

Nanosilika (nS) disintesis menggunakan metode sol-gel, dengan tetraetilortosilikat (TEOS) sebagai prekursor, amonia (NH_3) sebagai katalis basa, air sebagai penghidrolisis dan etanol sebagai pelarut. Polivinil alkohol ditambahkan pada larutan sol, berfungsi sebagai *capping agent*. Tujuan penelitian ini adalah mengetahui gugus fungsional, ukuran rata-rata partikel, morfologi dan distribusi ukuran partikel nanosilika dari TEOS dengan penambahan variasi konsentrasi PVA dan tanpa penambahan variasi konsentrasi PVA. Gugus fungsional dianalisis menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Ukuran rata-rata partikel dan morfologi partikel dianalisis menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Nanosilika dari prekursor TEOS menggunakan metode sol-gel berhasil disintesis dengan ditandai terdeteksinya puncak khas dari SiO_2 pada semua sampel yaitu Si-O-Si (siloksan) dan Si-O. Ukuran rata-rata partikel nS kontrol (55,55 nm), nS+PVA 5% (39,22 nm), nS+PVA 10% (41,13 nm), dan nS+PVA 15% (40,26 nm). Morfologi yang diperoleh berbentuk seperti *amorf*.

Kata Kunci: nanosilika, TEOS, PVA, metode sol-gel

1.1 Perumusan Masalah	4
1.2 Tujuan Penelitian	4
1.3 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Nanoteknologi	5
2.2 Nanopartikel Silika	5
2.3 Sumber Silika	6
2.4 <i>Tetraethylorthosilicate</i> (TEOS)	6
2.5 Proses Metode Sol-Gel	8
2.6 Polivinil Alkohol (PVA)	11
2.7 Karakterisasi	12
2.7.1 <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR)	12
2.7.2 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	13
BAB III METODE PENELITIAN	15
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	15
3.1.1 Alat	15
3.1.2 Bahan	15
3.2 Prosedur Kerja	15
3.2.1 Sintesis Partikel Silika Dengan Metode Sol-gel	15
3.2.2 Pembuatan PVA 10% (b/v)	16

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Nanoteknologi saat ini begitu pesat berkembang di semua bidang ilmu pengetahuan dan teknologi seperti elektronik, penerbangan, pertahanan, kedokteran, dan kesehatan. Hal tersebut berkaitan dengan model, sintesis, karakterisasi, serta aplikasi material dan peralatan dalam skala nanometer. Nanopartikel silika mewakili salah satu dari nanomaterial yang memiliki beberapa kekhasan diantaranya, pertama karena mudah dalam preparasi khususnya dalam reaksi hidrolisis-kondensasi dari prekursor seperti *tetraethylorthosilicate* (TEOS) dengan menggunakan katalis asam atau basa dan yang kedua memungkinkan dimodifikasi permukaan dengan variasi senyawa organosilikon (Ardiansyah, 2015). Silika (SiO_2) memiliki kestabilan yang bagus, iner secara kimia, bersifat biokompatibel yang mampu bekerja selaras dengan sistem kerja tubuh, dan membentuk sperik tunggal (Yuan *et al*, 2010).

Metode sol-gel telah banyak digunakan untuk persiapan nanopartikel karena memiliki beberapa keunggulan seperti sintesis 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). Pembuatan silika gel melalui proses sol-gel melibatkan proses hidrolisis dan kondensasi dari turunan alkoksi silikon seperti tetraetil ortosilikat (TEOS) dan tetrametil ortosilikat (TMOS) (Nuryono & Narsito, 2005).

Beberapa peneliti melaporkan bahwa telah berhasil mensintesis nanopartikel silika menggunakan metoda sol-gel. Dimana konsentrasi dari prekursor (TEOS) dan

katalis (amonia, NH_3) berperan penting terhadap pembentukan material dalam skala nano, diantaranya Budiharti (2015) mensintesis nanosilika dengan bahan TEOS sebagai prekursor, NH_3 sebagai katalis dan akuades sebagai pelarut, menggunakan metode sol-gel. Hasil penelitian menunjukkan ukuran partikel pada silika gel dengan konsentrasi TEOS 2,34 M (216,9–291,9 nm), TEOS 1,86 M (110,3–145,3 nm) dan TEOS 1,10 M (34,4-67,1 nm). Ibrahim *et al* (2010) mensintesis nanosilika menggunakan TEOS dengan katalis NH_3 , ukuran partikel silika pada konsentrasi TEOS 0,2 M (50 nm) dan TEOS 0,4 M (65 nm). Ukuran partikel silika dengan konsentrasi NH_3 0,11 M (55 nm) dan NH_3 0,3 M (130 nm). Ardiansyah (2015) melaporkan bahwa molar rasio NH_3/TEOS 0,03; 0,20; dan 0,40 menghasilkan serbuk dengan ukuran 13,36; 15,01; dan 50 nm. Semakin besar konsentrasi prekursor dan konsentrasi katalis, maka akan menghasilkan ukuran partikel yang semakin besar, disebabkan semakin cepatnya reaksi hidrolisis dan kondensasi yang berlangsung.

Sintesis yang dilakukan oleh Budiharti (2015) menghasilkan permukaan sampel yang tidak merata dan terdiri dari gumpalan–gumpalan (*cluster*), yang mengindikasikan adanya ukuran butir yang cukup beragam dengan distribusi yang tidak merata pada permukaan sampel silika. Hal tersebut disebabkan adanya perbedaan konsentrasi TEOS yang memengaruhi kecepatan proses hidrolisis dan kondensasi. Sehingga waktu ageing yang ditempuh memiliki perbedaan pada masing-masing konsentrasi TEOS. Hal ini menyebabkan ukuran butir silika beragam dan terdapat ukuran gumpalan-gumpalan yang lebih besar dari 100 nm.

Penelitian Ardiansyah (2015) pada nanosilika dengan molar rasio NH_3/TEOS 0,20 dilakukan penambahan PVA dengan perbandingan untuk 100 mL larutan

campuran silika:PVA adalah 20:80, dihasilkan nanosilika dengan ukuran partikel sebesar 18,63 nm. Secara umum, penambahan PVA digunakan untuk meningkatkan daya ikat silika (Pirzada *et al*, 2012), PVA merupakan agen stabilisator yang efektif dan dapat mencegah aglomerasi nanopartikel silika karena PVA yang cenderung bermuatan negatif teradsorpsi oleh nano partikel silika, sehingga menimbulkan gaya tolak-menolak diantara partikel silika (Handaya *et al*, 2011).

Mengacu pada renstra Universitas Lambung Mangkurat yaitu Lahan basah, dilakukan penelitian yang berkaitan material maju yang dapat diaplikasikan sebagai adsorben limbah cair sasirangan yang masih menjadi kendala dalam lingkungan sekitar Kalimantan Selatan khususnya daerah penghasil kain khas tersebut, daerah Gambut. Hal ini bersinergi sangat baik dan mendukung peta jalan penelitian di Unlam khususnya dalam arah pengembangan Unlam terutama untuk periode tahun 2015-2019, yakni tersedianya sumber daya unggul dalam bidang lingkungan lahan basah.

Berdasarkan latar belakang di atas sintesis nanosilika dari TEOS dengan katalis NH_3 (dengan berbagai variasi) masih dihasilkan ukuran nanosilika yang belum seragam, maka dari itu penelitian ini ditambahkan suatu zat yang dapat membentuk dan mengontrol ukuran patikel dalam proses sol-gel yaitu PVA dengan berbagai variasi untuk mengetahui perbandingan larutan campuran silika:PVA yang menghasilkan ukuran nanosilika yang seragam dan mengkarakterisasi dengan peralatan *infrared spectroscopy* (IR) dan *scanning electron microscope* (SEM) agar diketahui pengaruh variasi konsentrasi PVA terhadap ukuran partikel, morfologi, dan keberadaan gugus fungsionalnya.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan uraian di atas, dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut yaitu, bagaimana perbandingan ukuran nanosilika dari TEOS terhadap pengaruh penambahan variasi konsentrasi PVA dan tanpa penambahan PVA.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah mengetahui ukuran partikel, morfologi, dan keberadaan gugus fungsional nanosilika dari TEOS dengan penambahan variasi konsentrasi PVA dan tanpa penambahan PVA.

1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini bermanfaat untuk memberikan informasi ilmiah mengenai pengaruh penambahan variasi konsentrasi PVA terhadap ukuran nanosilika TEOS.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Nanoteknologi

Nanoteknologi adalah ilmu dan rekayasa dalam penciptaan material, struktur fungsional, maupun piranti dalam skala nanometer. Dalam terminologi ilmiah, nano berarti 10^{-9} meter. Salah satu riset nanoteknologi adalah nanopartikel. Nanopartikel yaitu partikel dengan diameter kurang dari 100 nm (Abdullah, 2009).

2.2 Nanopartikel silika

Nanopartikel silika memiliki beberapa sifat diantaranya, luas permukaan besar, ketahanan panas yang baik, kekuatan mekanik yang tinggi, dan inert (Arif, 2011). Nanopartikel memiliki beberapa kegunaan dalam berbagai bidang, yaitu:

Tabel 1. Aplikasi nanopartikel diberbagai bidang

Bidang	Kegunaan	Keterangan
Kesehatan	<ul style="list-style-type: none"> - Pengembangan obat-obatan dengan ukuran bulir (<i>grain</i>) beberapa nanometer hingga dapat melarut dengan cepat dan bereaksi lebih cepat dalam tubuh. - Pengembangan obat pintar (<i>smart</i>) yang bisa mencari sel-sel tumor dalam tubuh dan langsung mematikan sel tersebut tanpa mengganggu sel-sel normal. - Tablet dan pengkapsulan nanopartikel - Inhaler - Kosmetik 	Pengkapsulan: Nano (1nm-1 μ m) Mikro (1 μ m-1mm) Makro >1mm
Militer	“Baju perang” mengandung enzim yang dapat mendeteksi dan mengurai komponen biologis dan kimiawi yang berbahaya, mengandung biosensor untuk memonitor kesehatan dan mengandung silikon karbida sebagai material kuat untuk perlindungan fisik.	
Lingkungan	Penggunaan partikel skala nanometer hingga dapat menghancurkan polutan organik di air dan udara.	
Elektronik	Pengembangan piranti (<i>device</i>) ukuran nanometer.	

Energi	Pembuatan sel surya yang lebih efisien.
Kimia	- Pengembangan katalis yang lebih efisien. - Baterai kualitas lebih baik.
Kedokteran	- Pengembangan peralatan baru pendeksi sel-sel kanker berdasarkan interaksi antar kanker dengan partikel berukuran nanometer.

(Abdullah, 2009).

Sintesis nanosilika dapat dilakukan dengan 2 metode pendekatan utama, yaitu: *top-down* dan *bottom-up*. *Top-down* dilakukan dengan mengurangi dimensi dari ukuran aslinya dengan memanfaatkan teknik reduksi (pendekatan fisik). *Bottom-up* atau pendekatan kimia melibatkan rute umum yang digunakan untuk memproduksi nanopartikel silika dari skala atom atau molekul (Ardiansyah, 2015).

2.3 Sumber Silika

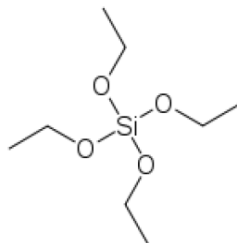
Salah satu material yang banyak disintesis menjadi berukuran nano adalah Silika (SiO_2). Hal ini dikarenakan nanopartikel Silika (SiO_2) amorf, memiliki sifat optik (Budiharti, 2015), sifat magnetik, sifat termoelektrik, sifat listrik, dan sifat kimia (Abdullah, 2009) yang sangat penting untuk aplikasi. Silika (SiO_2) dapat diperoleh dari mineral, nabati dan sintesis. Silika mineral adalah senyawa yang banyak ditemui dalam bahan tambang/galian seperti pasir kuarsa, granit, dan *feldspar* yang mengandung kristal-kristal silika. Silika mineral biasanya diperoleh melalui proses penambangan kemudian dilakukan proses pencucian untuk membuang pengotor dan dipisahkan serta dikeringkan kembali sehingga diperoleh kadar silika yang lebih besar bergantung dengan keadaan tempat penambangan. Silika sintesis didapatkan menggunakan bahan *fumed* silika, *tetraethylorthosilicate* (TEOS) dan *tetramethylorthosilicate* (TMOS) dapat menggunakan metode pelelehan. Proses

pelelehan dimulai dengan pemanasan dan kristalisasi yang disesuaikan dengan mineral tersebut (Pahlepi, 2013).

2.4 *Tetraethylorthosilicate (TEOS)*

TEOS merupakan bahan utama dalam pembuatan nanopartikel silika, yang dalam sintesis akan dikontrol reaksi hidrolisis dan kondensasinya dengan proses Stober, dimana penelitian Stober menggunakan alkohol/air untuk mengontrol hidrolisis dan kondensasi. Reaksi hidrolisis dan kondensasi dikatalis menggunakan amonia. Dalam preparasi nanopartikel silika, kecepatan dan tingkat hidrolisis TEOS sangat dipengaruhi oleh kondisi reaksi, sehingga perlu adanya penambahan surfaktan kationik untuk mengontrol ukuran partikel silika pada skala nano (Ardiansyah, 2015).

Konsentrasi prekursor (TEOS) sangat berpengaruh terhadap ukuran partikel dari silika. Ukuran partikel meningkat seiring kenaikan konsentrasi TEOS dimana konsentrasi amonia dan air adalah konstan. TEOS merupakan bahan yang sering digunakan karena merupakan logam alkoksida yang dapat mempermudah kondisi reaksi. Struktur TEOS ditampilkan pada Gambar 1:



Gambar 1. Struktur Kimia *Tetraethylorthosilicate*

Secara umum TEOS digunakan sebagai sebagai prekursor dan amonia sebagai katalis dalam proses sintesis nanosilika. Selama proses hidrolisis, gugus etoksi TEOS

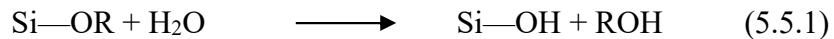
bereaksi dengan molekul air membentuk intermediet $[\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_{4-x}(\text{OH})_x]$ dengan substitusi gugus hidroksil (Ardiansyah, 2015).

2.5 Proses Metode Sol-Gel

Sol-gel merupakan salah satu metode yang paling banyak digunakan dalam mempersiapkan material oksida logam berukuran nano. Sol merupakan suatu partikel halus yang terdispersi dalam suatu fasa cair membentuk koloid sedangkan gel merupakan padatan yang tersusun dari fasa cair dan padat dimana kedua fasa ini saling terdispersi dan memiliki struktur jaringan internal. Proses sol-gel sendiri didefinisikan sebagai proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah. Dalam proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair kontinyu (gel) (Alfaruqi, 2008).

Proses sol-gel telah banyak diaplikasikan secara luas. Sebagian besar produk sol-gel adalah bahan keramik dan gelas dalam berbagai bentuk seperti bubuk *ultrafine* atau *spherical*, lapisan film tipis, serat keramik, membran inorganik mikropori, gelas dan keramik monolitik, dan bahan *aerogel* berpori (Alfaruqi, 2008).

Prekursor yang digunakan pada umumnya ialah logam inorganik yang dikelilingi oleh ligan yang reaktif seperti logam alkoksida ($\text{M}(\text{OR})_z$), dimana R menunjukkan grup alkil ($\text{C}_n\text{H}_{2n+1}$). Logam alkoksida banyak digunakan karena sifatnya yang mudah bereaksi dengan air diantaranya ialah *Tetrametoksisilan* (TMOS), *Tetraetoksisilan* (TEOS) dan alkoksida lainnya seperti aluminat, titanat, borat, dan lain-lain. Pada jenis alkoksi silikon, reaksi yang umum terjadi yaitu :



Proses sol-gel terbagi ke dalam 4 tahap, yaitu hidrolisis, kondensasi, pematangan atau *aging*, dan kalsinasi (Alfaruqi, 2008).

A. Hidrolisis

Pada tahap pertama logam prekursor (alkoksida) dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi asam, netral atau basa menghasilkan sol koloid. Hidrolisis menggantikan ligan (–OR) dengan gugus hidroksil (–OH) dengan reaksi sebagai berikut :



Faktor yang berpengaruh terhadap proses hidrolisis adalah rasio air/prekursor dan jenis katalis hidrolisis yang digunakan. Peningkatan rasio pelarut/prekursor akan meningkatkan reaksi hidrolisis. Reaksi berlangsung cepat sehingga waktu gelasi lebih cepat. Katalis yang digunakan pada proses hidrolisis adalah jenis katalis asam atau katalis basa, namun proses hidrolisis juga dapat berlangsung tanpa menggunakan katalis. Dengan adanya katalis maka proses hidrolisis akan berlangsung lebih cepat dan konversi menjadi lebih tinggi (Alfaruqi, 2008).

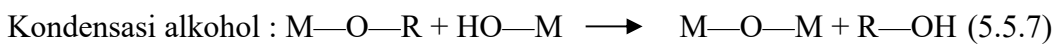
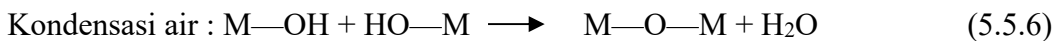
Reaksi hidrolisis akan selesai saat semua grup (O–CH₂CH₃) digantikan dengan golongan (–OH). Reaksi hidrolisis menghasilkan sol yang terdiri dari Si(OH)₄ dan CH₃CH₂OH. Reaksi hidrolisis tersebut dapat dilihat pada persamaan 5.5.5



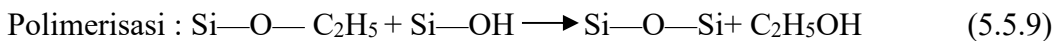
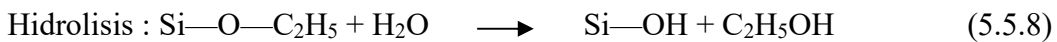
(Alfaruqi, 2008)

B. Kondensasi

Pada tahapan ini terjadi proses transisi dari sol menjadi gel. Reaksi kondensasi melibatkan ligan hidroksil untuk menghasilkan polimer dengan ikatan M-O-M. Pada berbagai kasus, reaksi ini juga menghasilkan produk samping berupa air atau alkohol dengan persamaan reaksi secara umum adalah :



Dari reaksi umum di atas, reaksi yang terjadi jika menggunakan prekursor TEOS sebagai berikut :



(Alfaruqi, 2008).

C. Pematangan (*Aging*)

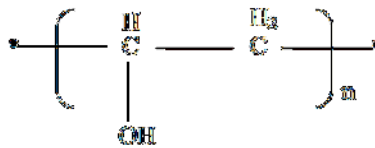
Setelah reaksi hidrolisis dan kondensasi, dilanjutkan dengan proses pematangan *gel* yang terbentuk. Proses ini lebih dikenal dengan nama proses *aging*. Pada proses pematangan ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan *gel* yang lebih kaku, kuat dan menyusut didalam larutan (Alfaruqi, 2008).

D. Pengeringan (Kalsinasi)

Tahap terakhir ialah proses penguapan larutan dan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol-gel yang memiliki luas permukaan yang tinggi. Kalsinasi berguna untuk melepaskan template yang digunakan saat proses sol-gel (Alfaruqi, 2008).

2.6 Polivinil Alkohol (PVA)

Polivinil alkohol (PVA) merupakan suatu kopolimer vinil alkohol yang tersusun dari komonomer unit vinil seperti *ethylene* atau *propylene*. Polivinil alkohol dihasilkan melalui proses hidrolisis (saponifikasi) dari vinil polimer asetat.



Gambar 2. Struktur Kimia Polivinil Alkohol

Sintesis polivinil alkohol secara komersial melalui hidrolisis. Polivinil alkohol tidak bisa dibuat secara langsung karena polivinil alkohol merupakan bentuk enol yang tidak stabil dari asetaldehid. Polivinil alkohol dihasilkan melalui hidrolisis dari polivinil asetat dengan menggunakan metanol (Ardiansyah, 2015).

Sifat PVA yang larut air dan biodegradabel dimanfaatkan sebagai pengemas material. Penggunaan utama PVA adalah sebagai agen perekat atau stabilisator suatu sistem yang terurai. Penambahan PVA sebagai agen perekat atau stabilisator mencegah terjadinya aglomerasi nanopartikel silika. Gugus silanol pada permukaan silika mampu mengurangi kelarutan PVA dengan menghasilkan interaksi intermolekuler yang kuat. Secara umum, PVA digunakan untuk meningkatkan daya ikat silika. PVA merupakan agen stabilisator yang sangat efektif dan dapat mencegah aglomerasi nano partikel silika karena PVA yang cenderung bermuatan negatif teradsorpsi oleh nano partikel silika, sehingga menimbulkan gaya tolak-menolak diantara partikel silika dan mencegah terjadinya proses aglomerasi (Ardiansyah, 2015).

2.7 Karakterisasi

2.7.1 *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Spektroskopi inframerah merupakan suatu metode analisis yang sangat berguna untuk identifikasi gugus fungsi pada suatu molekul yang mempunyai spektrum absorpsi berupa alur %T sebagai fungsi gelombang dalam μm atau cm^{-1} . Metode ini telah digunakan secara luas untuk pencirian bahan-bahan humat dan telah terbukti berguna dan dapat mengidentifikasi tiga fraksi senyawa humat yang berbeda, seperti asam fulvat, humin, asam humat.

Secara sederhana prosedur operasionalnya adalah sebagai berikut : Cahaya dari sumber dipisahkan menjadi dua berkas yang sama. Salah satunya dilewatkan melalui kompartemen sampel dan yang lain bertindak sebagai berkas pembanding. Kedua berkas kemudian dicerminkan ke *chopper* yang memiliki penggalan cermin yang berputar. Ketika *chopper* berputar maka berkas sampel dan referensi akan dipantulkan terarah ke kisi monokromator, kemudian secara perlahan masing-masing frekuensi individu dikirim ke detektor (Arya, 2006).

Ketika sampel telah menyerap cahaya dengan frekuensi tertentu, detektor akan menerima arahan dari *chopper* masing-masing sebuah berkas dengan intensitas kuat dari berkas referensi dan intensitas lemah dari sampel. Hal ini menyebabkan amplifier menerima sinyal yang tidak berimbang sehingga akan digabungkan dengan sebuah *servomotor* yang akan mengatur tuas optik untuk mengarahkan berkas referensi sampai akhirnya detektor menerima cahaya dengan intensitas yang sama dari berkas sampel dan referensi. Hasil sinyal dari detektor dikenal sebagai interferogram yang disimpan dalam *memory 1* dan berisi semua informasi yang

diperlukan untuk menyusun kembali spektrum lewat proses matematika yang dikenal dengan *Fourier transformation* (Arya, 2006).

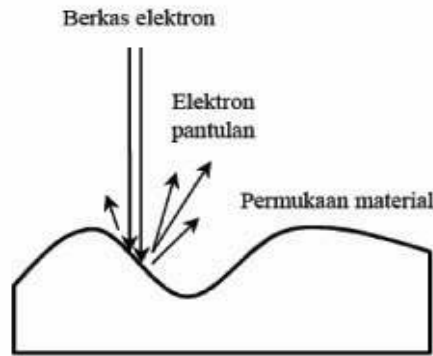
2.7.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar profil permukaan benda. SEM sangat cocok digunakan dalam situasi yang membutuhkan pengamatan permukaan kasar dengan pembesaran berkisar antara 20 kali sampai 500.000 kali (Anggraeni, 2008). Analisis dengan SEM pada dasarnya merupakan pemeriksaan dan data analisis permukaan. Tampilan yang diperoleh adalah data dari permukaan yang tebalnya sekitar 20 μ m dari permukaan (Siswosuwarno, 1996).

Prinsip kerja SEM adalah menembakkan permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi seperti diilustrasikan pada gambar 3. Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Tetapi ada satu arah di mana berkas dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Detektor di dalam SEM mendeteksi elektron yang dipantulkan dan menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut memberi informasi profil permukaan benda seperti seberapa landai dan ke mana arah kemiringan (Abdullah & Khairurrijal, 2009).

Pada saat dilakukan pengamatan, lokasi permukaan benda yang ditembak dengan berkas elektron di-scan ke seluruh area daerah pengamatan. Kita dapat membatasi lokasi pengamatan dengan melakukan *zoom-in* atau *zoom-out*. Berdasarkan arah pantulan berkas pada berbagai titik pengamatan maka profil

permukaan benda dapat dibangun menggunakan program pengolahan gambar yang ada dalam komputer (Abdullah & Khairurrijal, 2009).



Gambar 3. Dalam SEM berkas elektron berenergi tinggi mengenai permukaan material. Elektron pantulan dan elektron sekunder dipancarkan kembali dengan sudut yang bergantung pada profil permukaan material.

Masrukan *et al.* (1999) menyatakan bahwa sinyal yang keluar dari detektor berpengaruh terhadap intensitas cahaya di dalam tabung monitor, karena jumlah cahaya yang dipancarkan oleh monitor sebanding dengan jumlah elektron yang berinteraksi dengan sampel. Apabila jumlah elektron yang dipancarkan semakin banyak maka gambar yang dihasilkan semakin terang dan demikian sebaliknya. Syarat agar SEM dapat menghasilkan citra yang tajam adalah permukaan benda harus bersifat sebagai pemantul elektron atau dapat melepaskan elektron sekunder ketika ditembak dengan berkas elektron. Material yang memiliki sifat demikian adalah logam. Jika permukaan logam diamati di bawah SEM maka profil permukaan akan tampak dengan jelas. Agar profil permukaan bukan logam dapat diamati dengan jelas dengan SEM maka permukaan material tersebut harus dilapisi dengan logam (Abdullah & Khairurrijal, 2009).

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian dilakukan di Laboratorium Dasar Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Lambung Mangkurat Banjarbaru bulan Maret-Juli 2016, sedangkan beberapa analisis sampel dilakukan di Laboratorium LPPM-ITS (Analisis FTIR) dan Pusat Penelitian Pengembangan Geologi dan Kelautan Bandung (Analisis SEM).

3.1.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi alat-alat gelas standar merk Pyrex, neraca analitik OHAUS model Galaxy TM 160, oven merk Memmert, hot plate merk Cimarec, pengaduk magnetik, desikator, termometer, *furnance*, Spektrofotometer inframerah (Shimadzu FTIR-8201 PC, Jepang) dan SEM JEOL JSM-6360LA.

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi *Tetraethylorthosilicate* (TEOS) 99% (Merck), Amonia (NH₃) 25% (Merck), etanol 98% (Merck), PVA (polivinil alkohol), dan akuades.

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Sintesis Partikel Silika Dengan Metode Sol-gel

Sintesis partikel silika dengan metode sol-gel menggunakan larutan TEOS sebanyak 29,1 mL, air 9,52 mL dan etanol sebanyak 61,3 mL dicampur dalam erlenmeyer. Campuran tersebut diaduk menggunakan *stirrer* dengan pemanasan

dijaga konstan pada temperatur 50°C selama 5 jam. Penambahan amonia 0,20 M (46,4 mL) dilakukan secara berkala tetes demi tetes sampai habis dalam waktu 5 jam. Cairan diuapkan pada oven dengan temperatur 55°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 3 jam sehingga dihasilkan serbuk putih yang halus. Serbuk yang telah terbentuk disimpan di dalam desikator sebelum dikarakterisasi dengan FTIR dan SEM (Ardiansyah, 2015).

3.2.2 Pembuatan PVA 10% (b/v)

Sebanyak 10,00 gram PVA ditambahkan kedalam 100 mL akuades. Kemudian dipanaskan pada suhu 80°C sambil diaduk sampai homogen ±15 menit. Larutan PVA 10% tersebut didinginkan terlebih dahulu sebelum digunakan (Sagita, 2014).

3.2.3 Sintesis Nanosilika dengan Penambahan PVA

Sintesis nanosilika dilakukan dengan penambahan PVA pada saat larutan telah membentuk sol dengan perbandingan antara PVA dengan sol silika adalah 80:20, campuran distirrer kembali. Larutan kemudian diuapkan dalam oven dengan temperatur 55°C selama 24 jam. Setelah itu didinginkan dalam desikator sebelum dikalsinasi pada *furnace*. Serbuk dihaluskan terlebih dahulu, kemudian dikalsinasi pada temperatur 600°C selama 3 jam sehingga dihasilkan serbuk putih yang halus. Serbuk yang telah terbentuk disimpan di dalam desikator sebelum dikarakterisasi dengan FTIR dan SEM (Ardiansyah, 2015).

3.2.4 Karakterisasi

3.2.4.1 Analisis SEM

Karakterisasi SEM dilakukan menggunakan SEM JEOL JSM-6360. Sampel membran dipotong kemudian direkatkan pada kepingan spesimen holder dan *disputtering* menggunakan mesin ion sputter JFC-1100. Lapis tipis yang diberikan dalam proses *sputtering* adalah lapis emas-paladium. Selanjutnya sampel siap dikarakterisasi. Pengambilan gambar permukaan sampel dilakukan pada perbesaran 10000x dan 20000x,

3.2.4.2 Analisis Data

Ukuran puncak (*peak*) data FTIR menggambarkan jumlah atau intensitas senyawa yang terdapat didalam sampel. FTIR menghasilkan data berupa grafik intensitas dan frekuensi. Intensitas menunjukkan tingkatan jumlah senyawa sedangkan frekuensi menunjukkan jenis senyawa yang terdapat dalam sebuah sampel. Foto SEM yang diperoleh digunakan untuk mengetahui morfologi nanosilika TEOS

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Sintesis Nanosilika (nS) dengan Metode Sol-Gel

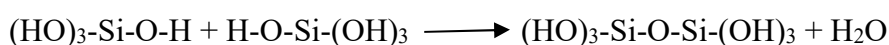
Metode yang digunakan dalam mensintesis nS adalah metode sol-gel. Metode sol-gel ada empat tahapan, yaitu hidrolisis, kondensasi, pematangan, dan pengeringan. Tahapan pertama yaitu hidrolisis, dimana pada proses hidrolisis logam prekursor (alkoksida) dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi asam, basa atau netral menghasilkan sol koloid (Ibrahim, 2010). Larutan TEOS digunakan sebagai prekursor dalam mensintesis nS. Air berfungsi sebagai penghidrolisis, etanol berfungsi sebagai pelarut, dan amonia berfungsi sebagai katalis basa. Adapun, reaksi yang terjadi pada proses hidrolisis yaitu:



(Beganskiene *et al.*, 2004).

Pada saat reaksi hidrolisis berlangsung, gugus etoksi (-OC₂H₅) pada TEOS akan digantikan oleh gugus-gugus hidroksil (-OH). Kecepatan hidrolisis tergantung pada konsentrasi TEOS, H₂O dan NH₃. Peningkatan konsentrasi NH₃ di dalam sistem, maka molekul H₂O akan mengalami disosiasi, sehingga ion OH⁻ mudah menyerang atom Si (Beganskiene *et al.*, 2004). Ion OH⁻ (dari H₂O) akan menggantikan gugus etoksi pada TEOS, sedangkan ion H⁺ akan membentuk ikatan kovalen koordinasi dengan NH₃, sehingga NH₃ menjadi NH₄⁺.

Tahapan kedua yaitu proses kondensasi dengan reaksi berikut ini:



(Bryaskova, 2010).

Gugus hidroksil (-OH) dari produk akan bereaksi membentuk jembatan Si-O-Si.

Proses selanjutnya adalah pematangan gel yang terbentuk. Pada proses pematangan reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat, dan menyusut di dalam larutan. Tahapan terakhir adalah proses penguapan larutan dan cairan yang tidak diinginkan seperti etanol, untuk mendapatkan struktur sol-gel yang memiliki luas permukaan yang tinggi. Proses pematangan gel dan penguapan larutan terjadi pada saat campuran larutan sol diuapkan pada oven dengan temperatur 70°C selama 48 jam, setelah itu didinginkan dalam desikator sebelum dikalsinasi pada *furnace*.

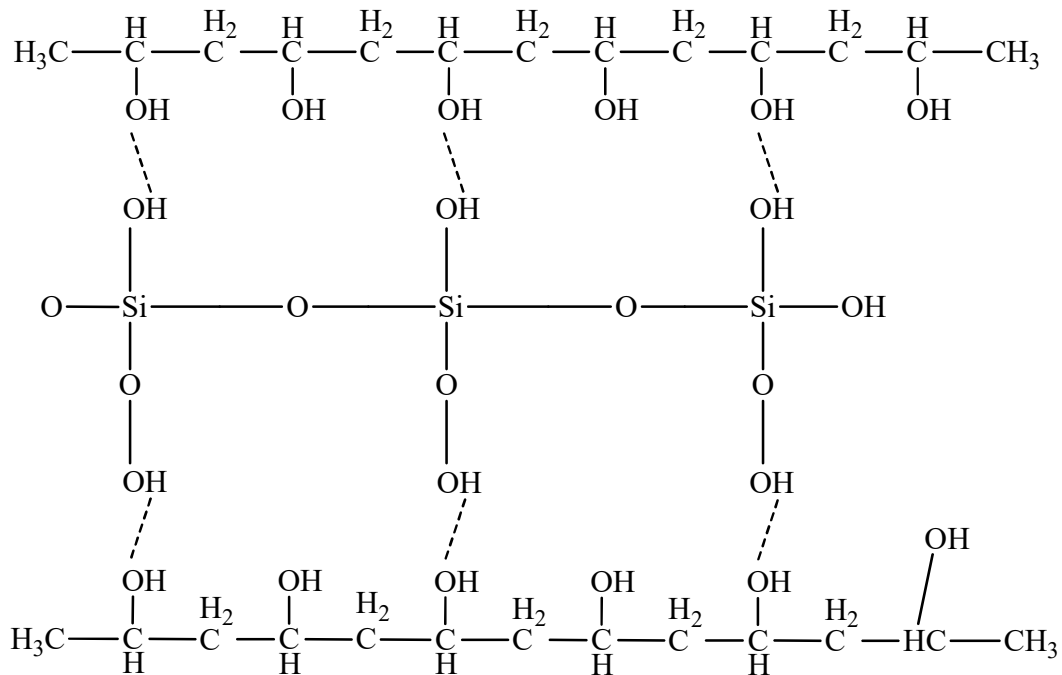


Gambar 5. Serbuk hasil sintesis nanosilika

Serbuk yang telah terbentuk digerus terlebih dahulu, kemudian dikalsinasi dalam *furnace* pada temperatur 600°C selama 2 jam sehingga dihasilkan serbuk yang halus. Serbuk yang telah terbentuk disimpan di dalam desikator sebelum dikarakterisasi dengan dengan FTIR, SEM dan PSA.

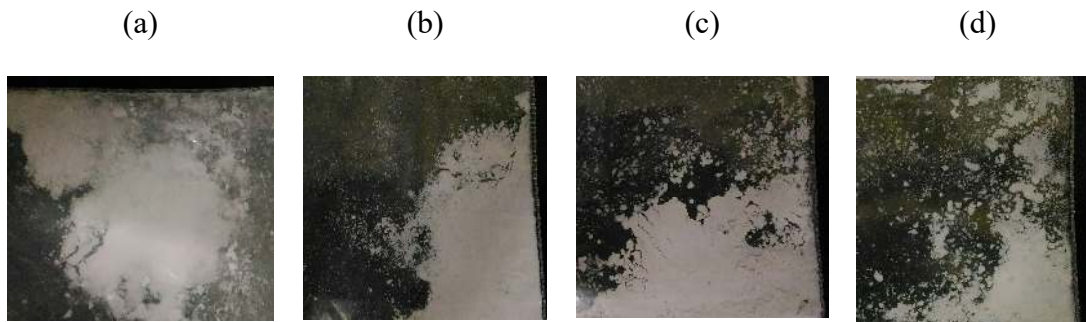
4.2 Hasil Sintesis Nanosilika (nS) dengan Penambahan Variasi PVA Menggunakan Metode Sol-Gel

Sintesis nanosilika dengan penambahan PVA dilakukan pada saat larutan menjadi sol. Perbandingan yang digunakan antara PVA:sol silika adalah 80:20 dalam 100 mL campuran. Sebanyak 80 mL larutan sol dimasukkan ke dalam erlenmeyer, kemudian ditambahkan 20 mL larutan PVA, dilakukan pengadukan agar larutan menjadi homogen. Larutan PVA yang digunakan mempunyai variasi konsentrasi yaitu 5%, 10% dan 15% b/v. Setelah sol silika dan larutan PVA dicampurkan, kemudian diuapkan dalam oven dengan temperatur 70°C selama 48 jam, setelah itu didinginkan dalam desikator sebelum dikalsinasi pada *furnace*. Serbuk dihaluskan, kemudian dikalsinasi pada temperatur 600°C selama 2 jam. Larutan PVA berfungsi sebagai *capping agent*, menghindari terjadinya penggumpalan antara partikel satu dengan partikel yang lain Interaksi yang terjadi antara silika dengan PVA:



Gambar 6. Interaksi antara PVA dan silika

Proses kalsinasi dimaksudkan untuk menghilangkan senyawa organik yang masih ada dalam serbuk nanosilika, seperti PVA. Serbuk yang telah terbentuk disimpan di dalam desikator sebelum dikarakterisasi FTIR, SEM dan PSA. Gambar 7 merupakan serbuk hasil dari proses kalsinasi.



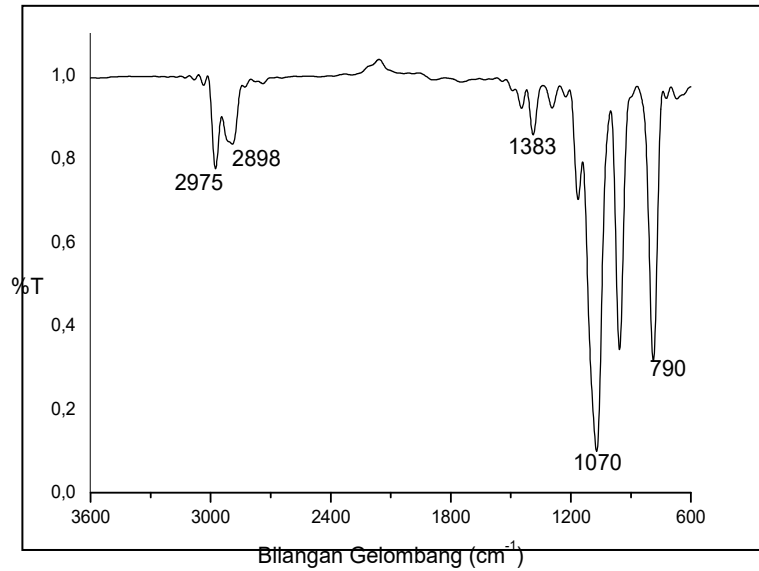
Gambar 7. Serbuk hasil setelah difurnace, (a). nS kontrol, (b). nS+PVA 5%,
(c). nS+PVA 10%, (d). nS+PVA 15%

Berdasarkan Gambar (7a) serbuk yang dihasilkan berwarna putih. Gambar (7b) sampel dengan penambahan PVA 5% menghasilkan serbuk berwarna abu-abu, tetapi intensitas warna abu-abunya masih rendah, gambar (7c) dengan penambahan PVA 10% warna serbuk yang dihasilkan semakin abu-abu, sedangkan gambar (7d) dengan penambahan PVA 15% warna abu-abu semakin pekat. Menurut Sukmawati (2015), peningkatan konsentrasi PVA dapat meningkatkan jumlah PVA yang menempel di permukaan partikel.

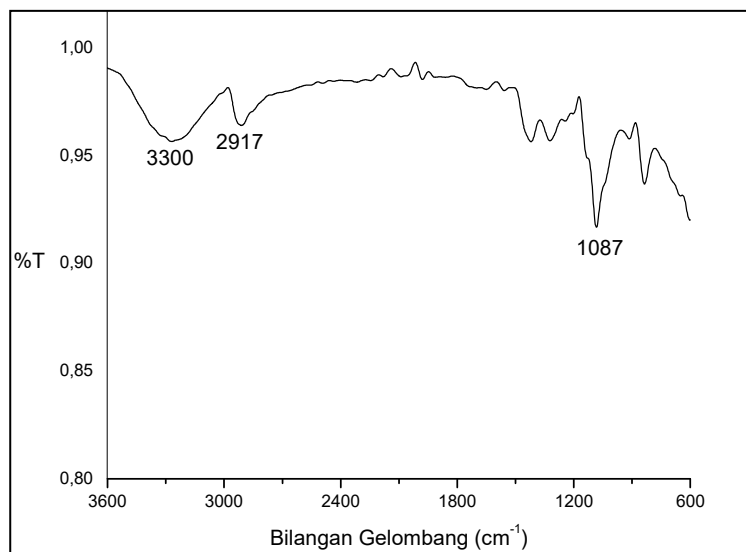
4.3 Analisis Gugus Fungsional

Analisis gugus fungsional menggunakan spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FT-IR). Karakterisasi dilakukan pada sampel nanosilika (nS) kontrol dan nanosilika (nS) dengan penambahan PVA, adapun PVA yang digunakan variasi 5%,

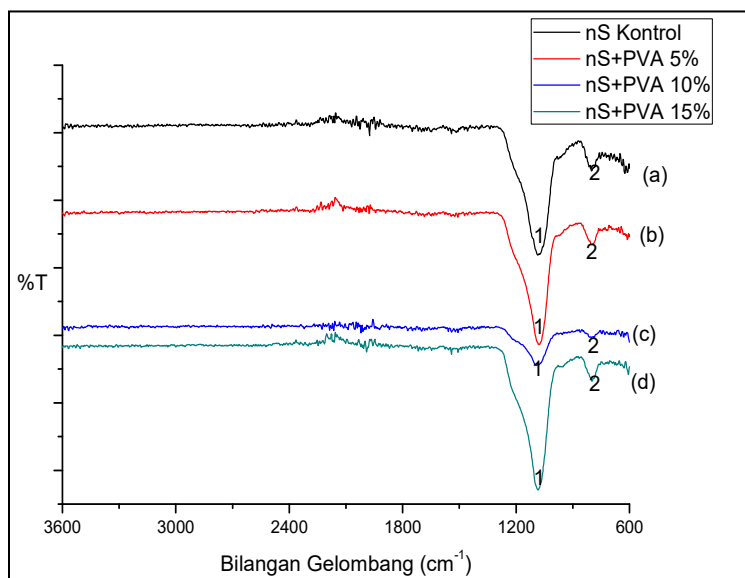
10%, dan 15% b/v. Gambar 8 dan 9 merupakan spektrum FT-IR dari TEOS dan PVA pada kisaran bilangan gelombang 3600-600 cm^{-1} .



Gambar 8. Spektra FT-IR untuk sampel TEOS



Gambar 9. Spektra FT-IR untuk sampel PVA



Gambar 10. Spektra FT-IR untuk sampel (a) nS kontrol, (b) nS+PVA 5%,
(c) nS+PVA 10%, (d) nS+PVA 15%

Gambar 10 merupakan spektra gabungan dari keempat sampel.

Prekursor TEOS terdeteksi lima gugus fungsi yang khas yaitu Si-O ulur, alkil *stretching*, *stretching vibrasi* C-O, C-H *stretching* (CH₂), dan C-H *bending* (CH₃), sedangkan PVA sebagai *capping agent* memiliki tiga gugus fungsi yang khas yaitu -OH *stretching*, alkil *stretching*, dan *stretching vibrasi* C-O. Hal ini berkesuaian dengan struktur kimia dari TEOS dan PVA. Pada keempat sampel (nS kontrol, nS+PVA 5%, nS+PVA 10%, dan nS+PVA 15%) masing-masing sampel hanya ada dua gugus fungsi yang khas yaitu gugus fungsi Si-O-Si (siloksan) dan Si-O ulur.

Gugus fungsi Si-O-Si (siloksan) terdeteksi pada bilangan gelombang 1080-1200 cm⁻¹. Gugus Si-O-Si adalah hasil dari reaksi kondensasi. Pada tahapan kondensasi, gugus hidroksil dari produk intermediet, [(OH)_xSi(OR)_{4-x}] akan bereaksi dengan gugus etoksi dari TEOS yang lain (kondensasi alkohol) atau dengan gugus

hidroksil dari produk intermediet yang lainnya (kondensasi air) untuk membentuk jembatan Si-O-Si (Ibrahim *et al*, 2010).

Proses kalsinasi berhasil menghilangkan senyawa organik yaitu PVA sebagai *capping agent*, keberhasilan tersebut ditandai dengan tidak munculnya gugus fungsi khas dari PVA pada keempat sampel. Gugus fungsi khas dari TEOS juga tidak terdeteksi pada keempat sampel kecuali gugus fungsi Si-O ulur. Gugus fungsi TEOS yaitu alkil *stretching*, *stretching vibrasi* C-O, C-H *stretching* (CH₂), dan C-H *bending* (CH₃) pada saat sintesis akan digantikan oleh OH (proses hidrolisis). Saat reaksi hidrolisis berlangsung, gugus etoksi (-OC₂H₅) pada TEOS akan digantikan oleh gugus-gugus hidroksil (-OH), kemudian pada tahap kedua yaitu reaksi kondensasi gugus hidroksil (-OH) dari produk (hasil proses hidrolisis) akan bereaksi membentuk jembatan Si-O-Si.

Gugus fungsi yang muncul adalah Si-O-Si (siloksan), Si-O yang merupakan hasil reaksi dari hidrolisis dan kondensasi. Ketajaman dari suatu spektrum berbeda-beda dari keempat sampel, sampel nS+PVA 5% spektrumnya lebih tajam dari spektrum nS kontrol dan nS variasi PVA lainnya. Spektrum khas dari SiO₂ terdeteksi pada semua sampel. Sehingga dapat disimpulkan bahwa nanosilika berhasil disintesis dari prekursor TEOS dengan menggunakan metode sol-gel.

4.4 Analisis Ukuran Partikel dan Morfologi Partikel

Ukuran partikel dan morfologi partikel dianalisis menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Hasil foto karakterisasi SEM berupa gambar selanjutnya diolah menggunakan *software ImageJ* sehingga dapat diketahui luas area partikel (lampiran 5).

Tabel 3. Hasil data SEM

Nama Sampel	Luas Area Rata-Rata	Diameter Rata-Rata (nm)
Ns Kontrol	3218,38	55,55
Ns+PVA 5%	1721,76	39,22
Ns+PVA 10%	1819,88	41,13
Ns+PVA 15%	1770,66	40,26

Dari foto hasil SEM kemudian diambil data secara acak masing-masing 30 data luas area, dimana data tersebut diambil dari yang kecil, sedang sampai besar. Data tersebut didapatkan ukuran rata-rata partikel nS kontrol (55,55 nm), nS+PVA 5% (39,22 nm), nS+PVA 10% (41,13 nm), dan nS+PVA 15% (40,26 nm). Ukuran rata-rata partikel mengalami penurunan (tidak signifikan) dilihat dari sampel silika tanpa penambahan PVA nilainya lebih besar dari ketiga sampel yang lainnya, itu artinya penambahan variasi konsentrasi PVA berpengaruh terhadap ukuran rata-rata partikel.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan maka dapat ditarik beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Penambahan PVA sebagai *capping agent* berpengaruh terhadap ukuran dan distribusi partikel.
2. Sintesis nanosilika dengan prekursor TEOS menggunakan metode sol-gel berhasil, ditandai dengan tidak terdeteksinya gugus fungsi PVA dan terdeteksinya puncak khas dari SiO₂ pada semua sampel yaitu Si-O-Si (siloksan) dan Si-O ulur.
3. Sampel nS+PVA 5% memiliki ukuran rata-rata lebih kecil dan distribusi ukuran yang sempit dari sampel yang lain, sehingga sampel nS+PVA 5% terbaik dari sampel yang lain.

5.2 Saran

Penelitian selanjutnya diperlukan kajian pengaplikasian nanosilika dalam penggunaan sebagai filter air gambut untuk melihat performa dari material yang disintesis pada studi awal tersebut.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. 2009. *Pengantar Nanosains*. ITB: Bandung.
- Afos, F. T., H. Suyani & Deswati. 2014. Optimasi Penentuan Fe(III), Co(II) DAN Cr(III) Secara Simultan Dengan Voltammetri Striping Adsorptif (AdSV) Menggunakan Kalkon Sebagai Pengompleks. *Jurnal Kimia Unand* 3(4):1-9.
- Alfaruqi, M. H. 2008. *Pengaruh Konsentrasi Hidrogen Klorida (HCl) dan Temperatur Perlakuan Hidrotermal Terhadap Kristalinitas Material Mesopori Silika SBA-15*. Skripsi Departemen Teknik Metalurgi dan Material Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
- 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.
- Arif, M. F. 2011. *Sintesis Dan Karakterisasi Nanosilika Dari Abu Sekam Padi Dengan Proses Sol-Gel*. Skripsi Program Studi Kimia Fakultas MIPA Universitas Lambung Mangkurat.
- Beganskiene, A., V. Sirutkaitis, M. Kurtinaitiene, R. Juskenas, & A. Kareiva. 2004. FT-IR, TEM and NMR Investigations of Ströber Silica Nanoparticles. *Material Science (Medziagotyra)* 10(4):287-290.
- Bryaskova, R., D. Pencheva, G. M. Kale, U. Lad & T. Kantardjiev. 2010. Synthesis, Characterisation and Antibacterial Activity of PVA/TEOS/Ag-Np Hybrid Thin Films. *Journal of Colloid and Interface Science* 349:77–85.
- Budiharti, G. 2015. Sintesis Nanopartikel Silika Menggunakan Metode Sol-Gel. Program Studi Fisika, FMIPA, Unesa. *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia*. 04(03):22-25.
- Handaya A., J. A. Laksmono & A. Haryanto. 2011. Preparasi Koloid Nanosilver Menggunakan Stabilizer Polivinil Alkohol dan Aplikasinya Sebagai Antibakteri pada Bakteri *S. aureus* dan *E. coli*. *Jurnal Kimia Indonesia*. 12(3):202-208.
- Ibrahim, I. A. M., A. A. F. Zikry & M. A. Sharaf. 2010. Preparation of Spherical silica Nanoparticles: Ströber Silica. *Journal of American Science*. 6(11):985-989.
- Irani, M., A. R. Keshtkar & M. A. Moosavian. 2012. Removal Of Cadmium From Aqueous Solution Using Mesoporous PVA/TEOS/APTES Composite Nanofiber Prepared By Sol-Gel/Electrospinning. *Chemical Engineering Journal* 200(202):192–201.

- Jarvenin G. 2013. *Precipitation and crystallization processes*. Los Alamos National Laboratory.
- Joshi, M., A. Bhattacharyya & S. W. Ali. 2008. Characterization Techniques for Nanotechnology Applications in Textiles. *Indian Journal of Fibre & Textile Research* (33):304-317.
- Malvern Instruments Limited. 2012. *A Basic Guide to Particle Characterization*. Malvern Instruments Worldwide, UK.
- Meliyana, L. 2015. *Preparasi Katalis CaO/SiO₂ dari CaCO₃ dan Sekam Padi dengan Metode Sol Gel untuk Pengolahan Minyak Nabati Menjadi Biodiesel*. Skripsi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
- Nikmatin, S., S. Purwanto & A. Maddu. 2012. Analisis Struktur Selulosa Kulit Rotan Sebagai *Filler* Bionanokomposit Dengan Difraksi Sinar-X. *Jurnal Sains Materi Indonesia Indonesian Journal of Materials Science*. 13(2):97-102.
- Nuryono & Narsito. 2005. Pengaruh Konsentrasi Asam Terhadap Karakter Silica Gel Hasil Sintesis Dari Natrium Silikat. *Indo. J. Chem.* 5(1):23-30.
- Pahlepi, R. 2013. *Pengaruh Penambahan Komposisi MgO Pada SiO₂ Terhadap Karakteristik Komposit MgO-SiO₂ Berbasis Silika Sekam Padi*. Skripsi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
- Pirzada, T., S. A. Arvidson, C. D. Saquing, S. S. Shah & S. A. Khan. 2012. Hybrid Silica-PVA Nanofibers via Sol-Gel Electrospinning. *Langmuir*. 28(13)5834-5844.
- Rawle, A. 2010. *Basic principles of particle Size analysis. Technical paper of Malvern instruments*. Worcestershire, United Kingdom.
- Rubio, F., J. Rubio, & J. L. Oteo. 1998. A FT-IR Study Of The Hydrolysis Of Tetraethylthosilicate (TEOS). *Spectroscopy letters*. 31(1)199-219.
- Saputra, A. H., A. Haryono, J. A. Laksmono, & M. H. Anshari. 2010. Preparasi Koloid *Nanosilver* Dengan Berbagai Jenis Reduktor Sebagai Bahan Anti Bakteri. *Jurnal Sains Materi Indonesia* 12: 202-208.
- Sagita, G. E. 2014. *Pengaruh Penambahan Silika Gel Dal Poli(Vinil Alkohol) Terhadap Kemampuan Beads Kitosan Terikat-Silang Glutaraldehida Dalam Mengabsorpsi Asam Humat*. Skripsi Jurusan Kimia Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lambung Mangkurat: Banjarbaru.

- Singh, L. P., S. K. Agarwal, S. K. Bhattacharyya, U. Sharma & S. Ahalawat. 2011. Preparation of Silica Nanoparticles and Its Beneficial Role in Cementitious Materials. *Nanomater Nanotechno*. 1(1)44-51.
- Sukmawati, A., R. Yuliani, A. S. Wahyuni & Lisdayani. 2015. Formulasi Dan Evaluasi Mikropartikel Dexamethasone Lepas Lambat Dengan Matriks Ethyl Cellulose (EC). Fakultas Farmasi, Universitas Muhammadiyah Surakarta. *University Research Colloquium*.
- Trisko, N., I. Hastiawan, & D. R. Eddy. 2013. Penentuan Kadar Silika Dari Pasir Limbah Pertambangan Dan Pemanfaatan Pasir Limbah Sebagai Bahan Pengisi Bata Beton. *Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi Nuklir* (190-196).
- Wahyudi, A. 2015. *Kajian Sintesis Nanopartikel Perak Pada Komposit Kitosan Dan Polietilena Glikol : Efek Jenis Agen Pereduksi Organik*. Skripsi Jurusan Kimia Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lambung Mangkurat: Banjarbaru.
- Yuan, H., F. Gao, Z. Zhang, L. Miao, R. Yu, H. Zhao & M. Lan. 2010. Study of Controllable Preparation of Silica Nanoparticles with Multi-sized and Their Size-dependent Cytotoxicity in Pheochromocytoma Cells and Human Embryonic Kidney Cells. *Journal of Health Science*. 56(6):632-640.

Lampiran 3: Dokumentasi Penelitian

1). 29 mL TEOS + 10 mL Air + 61 mL etanol (diaduk menggunakan *magnetic stirrer*)



2). Proses penambahan amonia (36 mL) tetes demi tetes kedalam campuran, diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 5 jam, pada suhu 50°C



3). Evaporasi pelarut pada suhu 70°C selama 48 jam



4). Setelah 48 jam, dimasukkan ke dalam desikator sebelum dikalsinasi



5). Kristal yang terbentuk



6). Kristal digerus (serbuk)



7). Hasil (serbuk putih) setelah kalsinasi (nS kontrol)



1). Pembuatan Larutan PVA 5, 10, dan 15% b/b (80°C, ±15 menit)



2). 20 mL sol ditambahkan 80 mL larutan PVA, di aduk menggunakan *magnetic stirrer*



3). Evaporasi pelarut pada suhu 70°C selama 48 jam



4). Setelah 48 jam, dimasukkan ke dalam desikator sebelum dikalsinasi



5). Kristal yang terbentuk



6). Kristal digerus (serbuk)



7). Hasil setelah kalsinasi

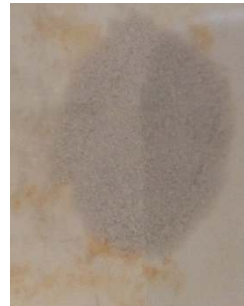
nS + PVA 5%



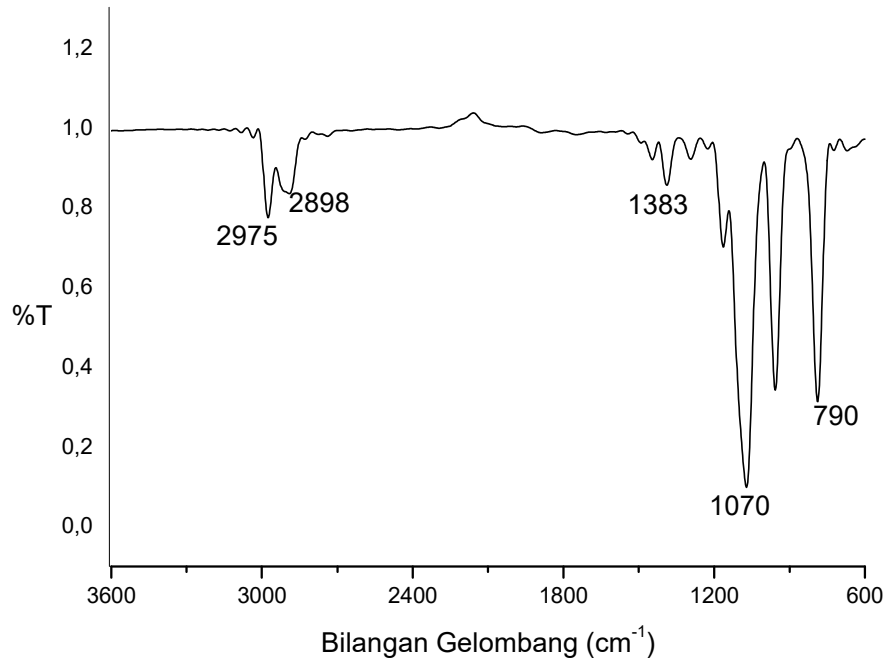
nS + PVA 10%



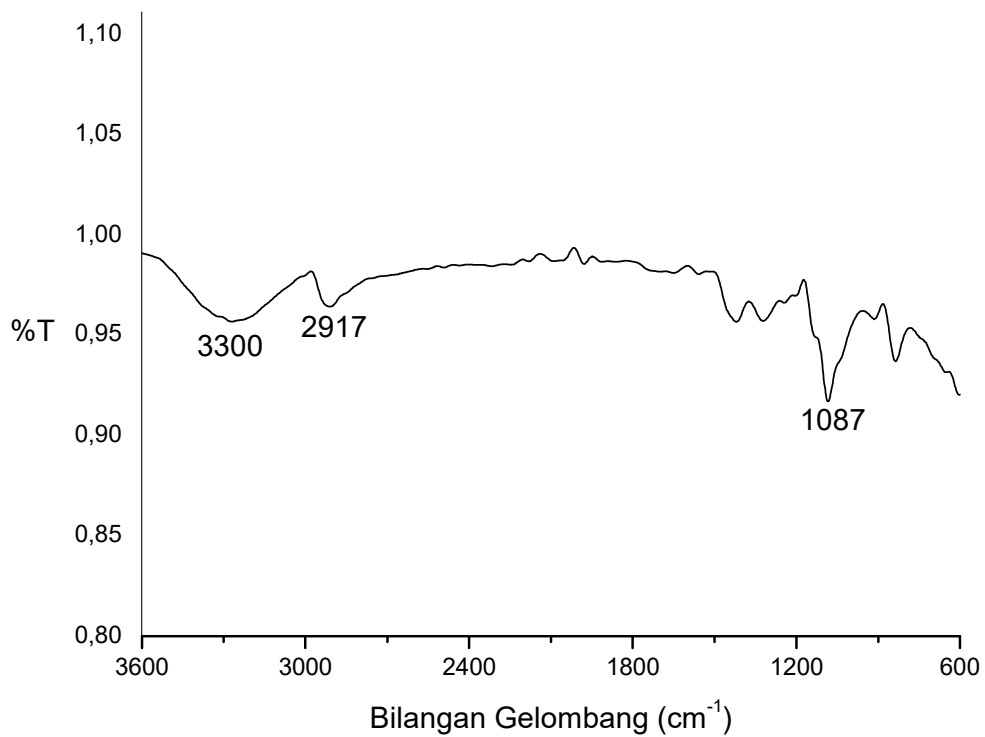
nS + PVA 15%



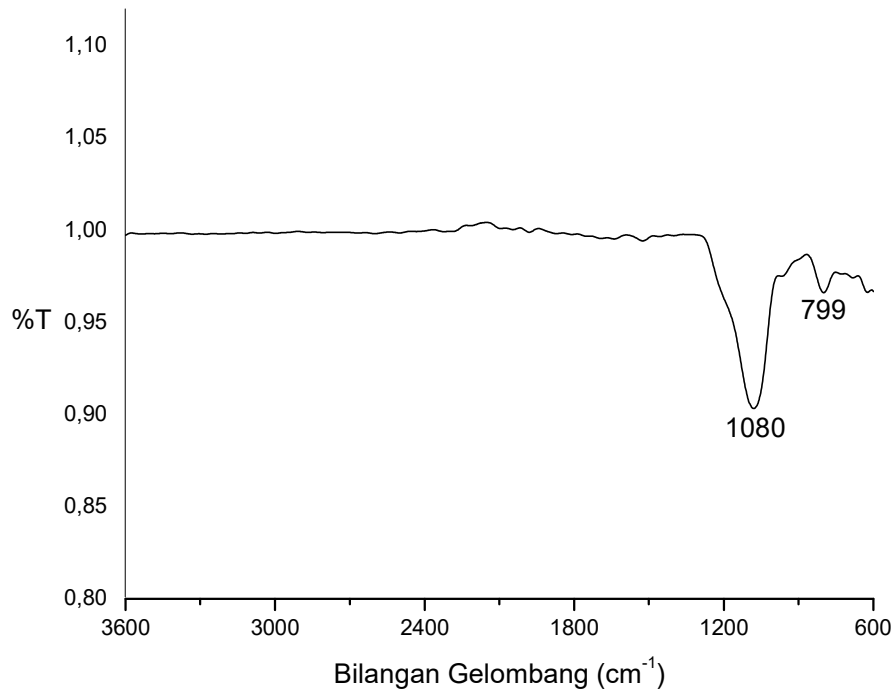
**Lampiran 4: HASIL FTIR
TEOS**



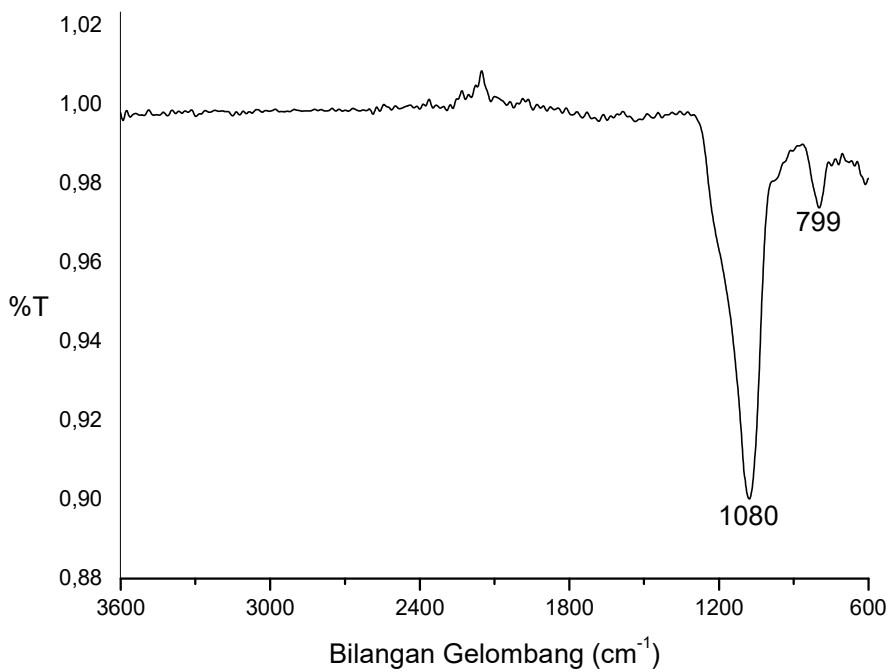
PVA



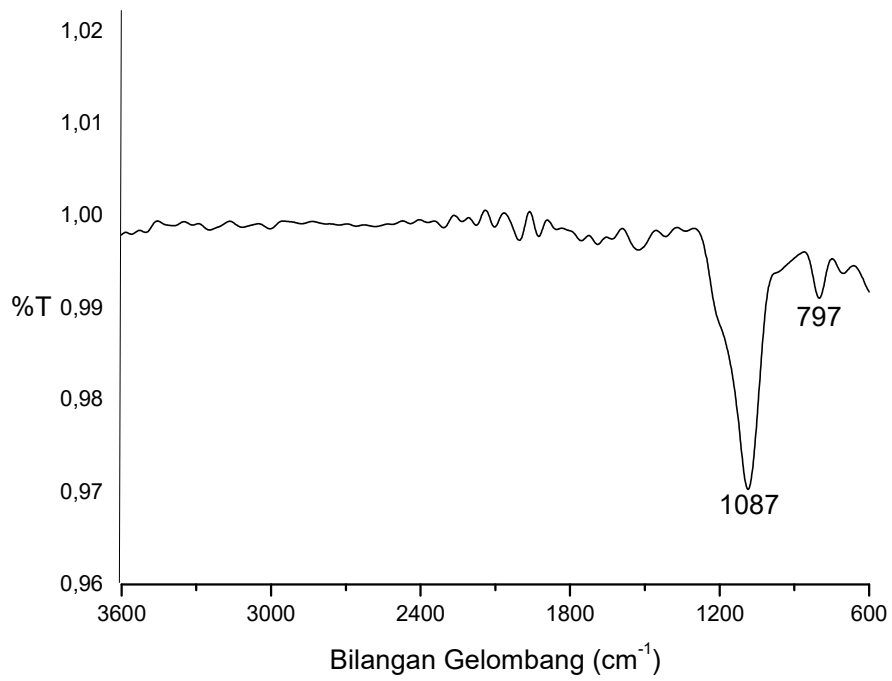
nS Kontrol



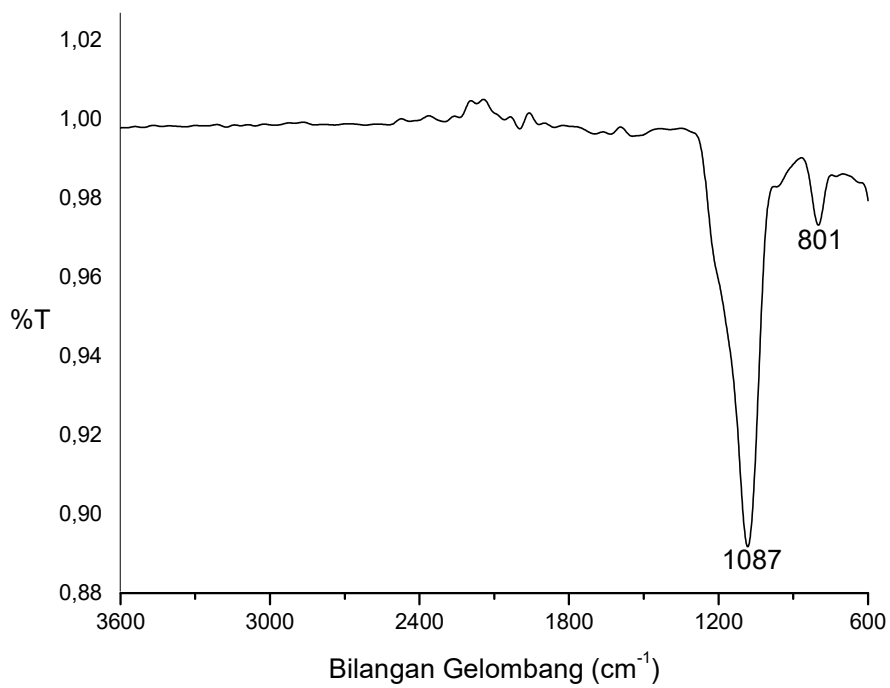
nS+PVA 5%



nS+PVA 10%

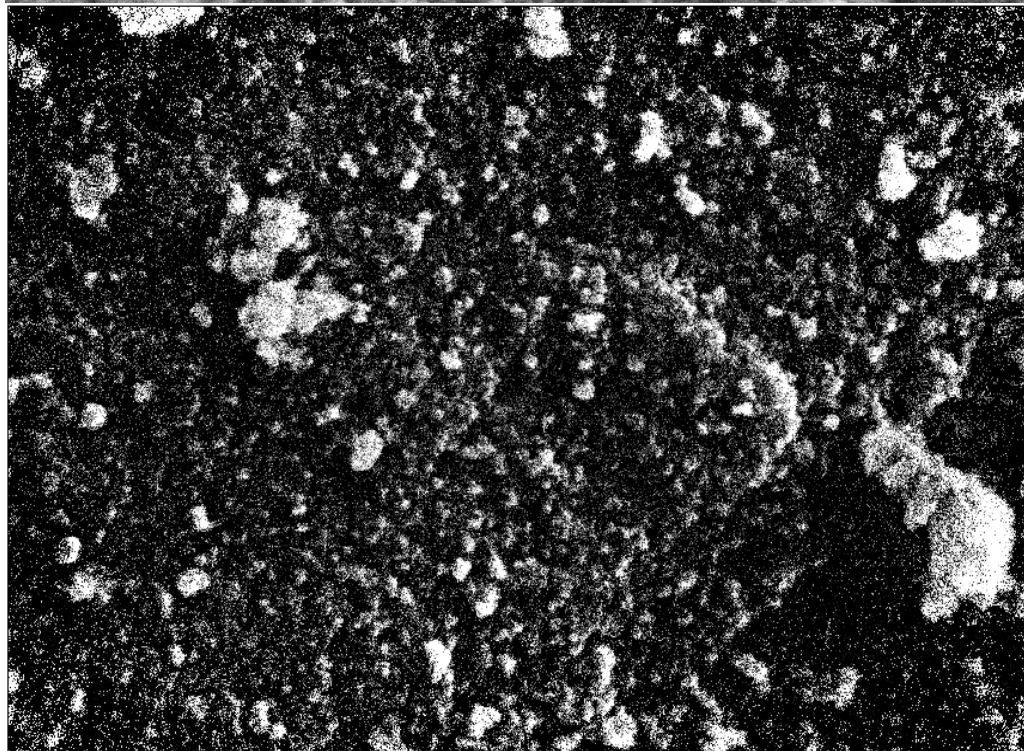
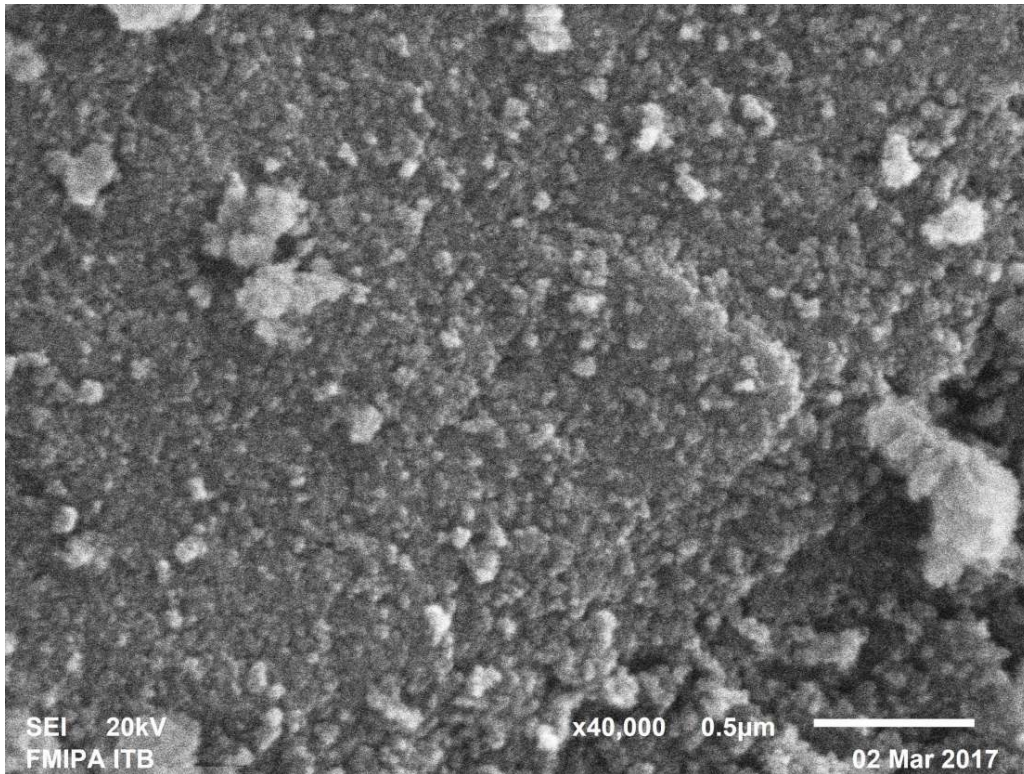


nS+PVA 15%



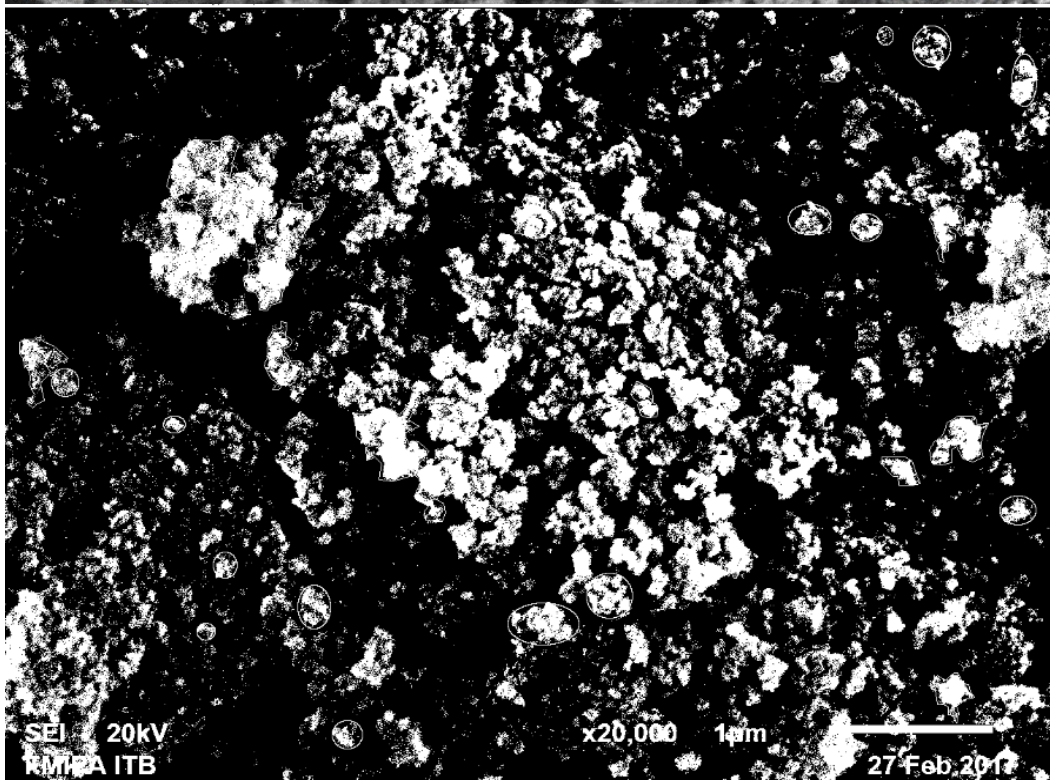
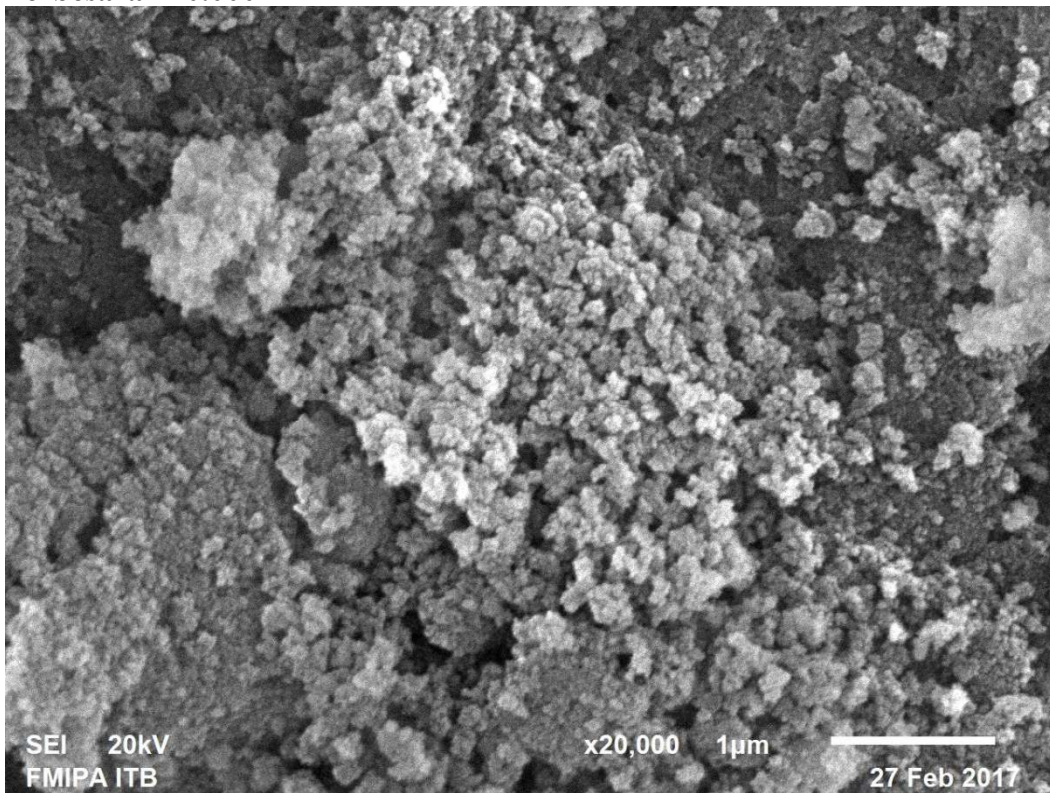
Lampiran 5: HASIL SEM

**1. Ns Kontrol
Perbesaran 40.000x**

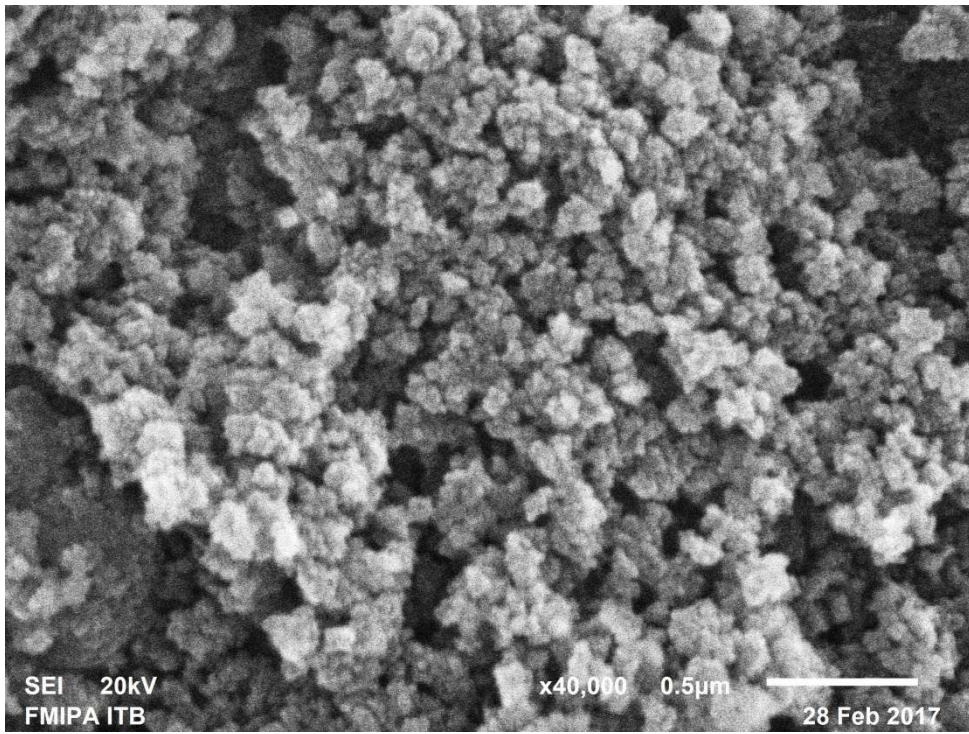


2. Ns+PVA 5%

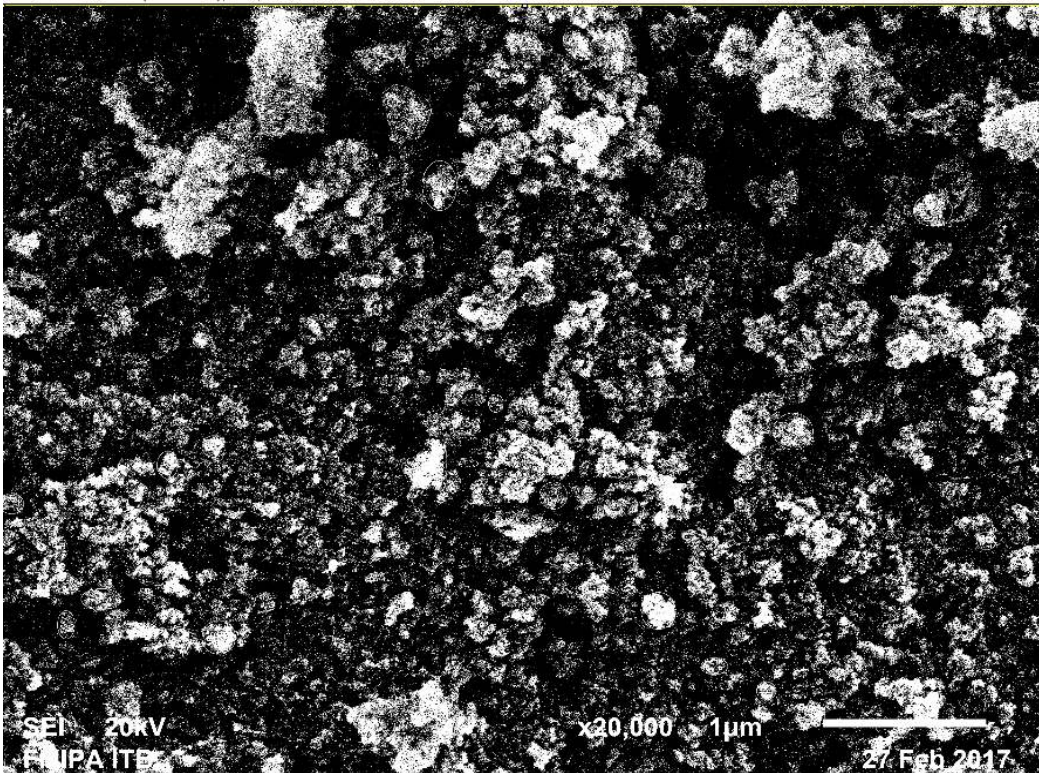
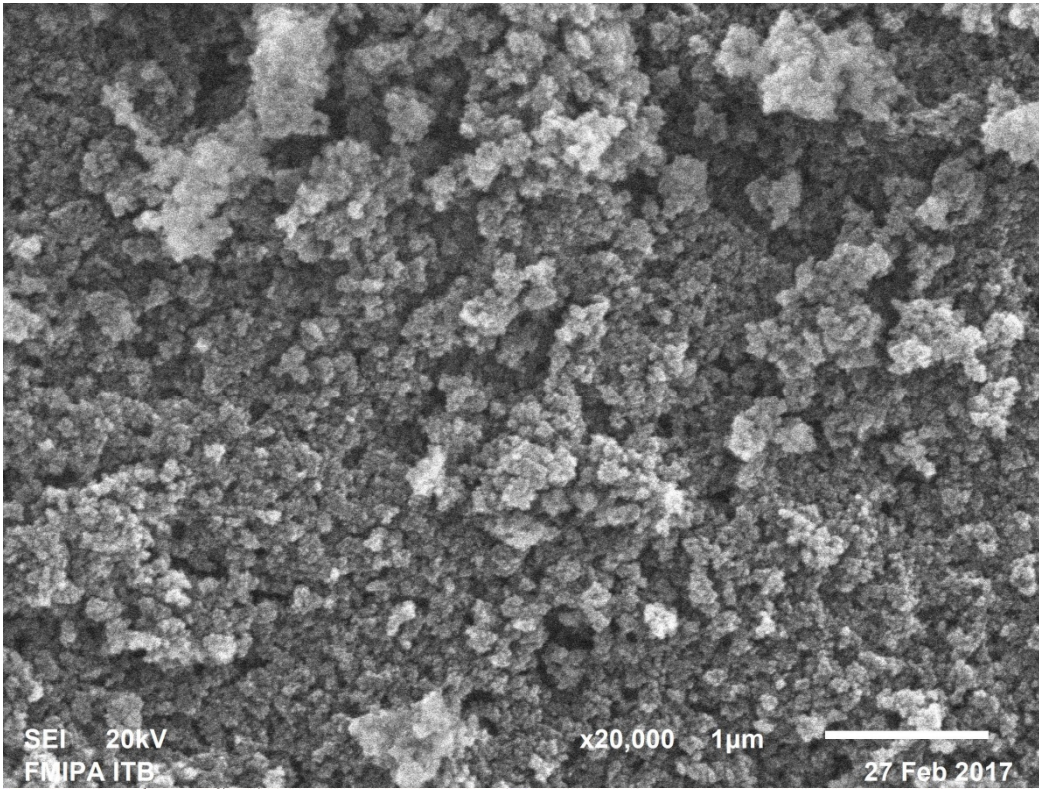
Perbesaran 20.000x



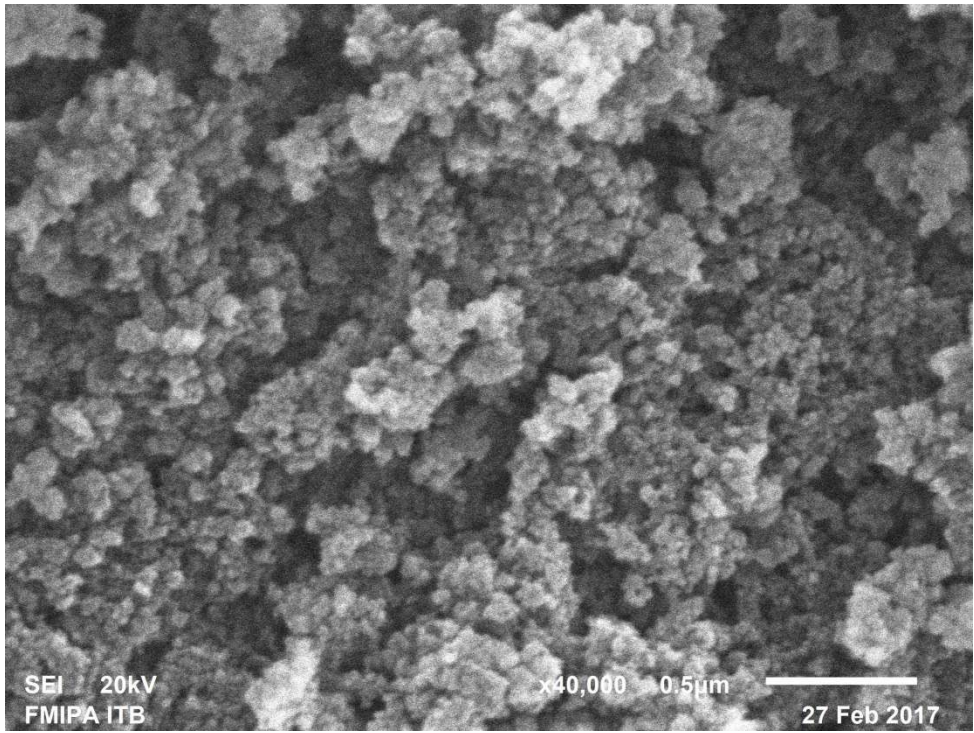
Perbesaran 40.000x



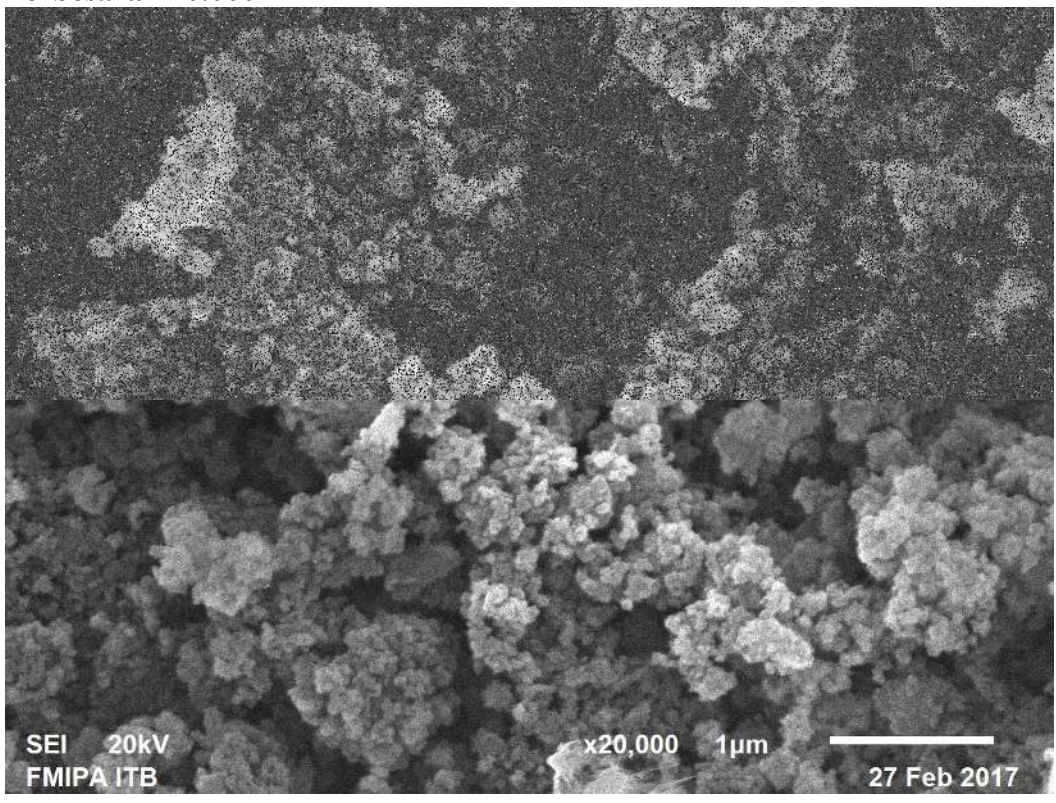
3. Ns+PVA 10%
Perbesaran 20.000x

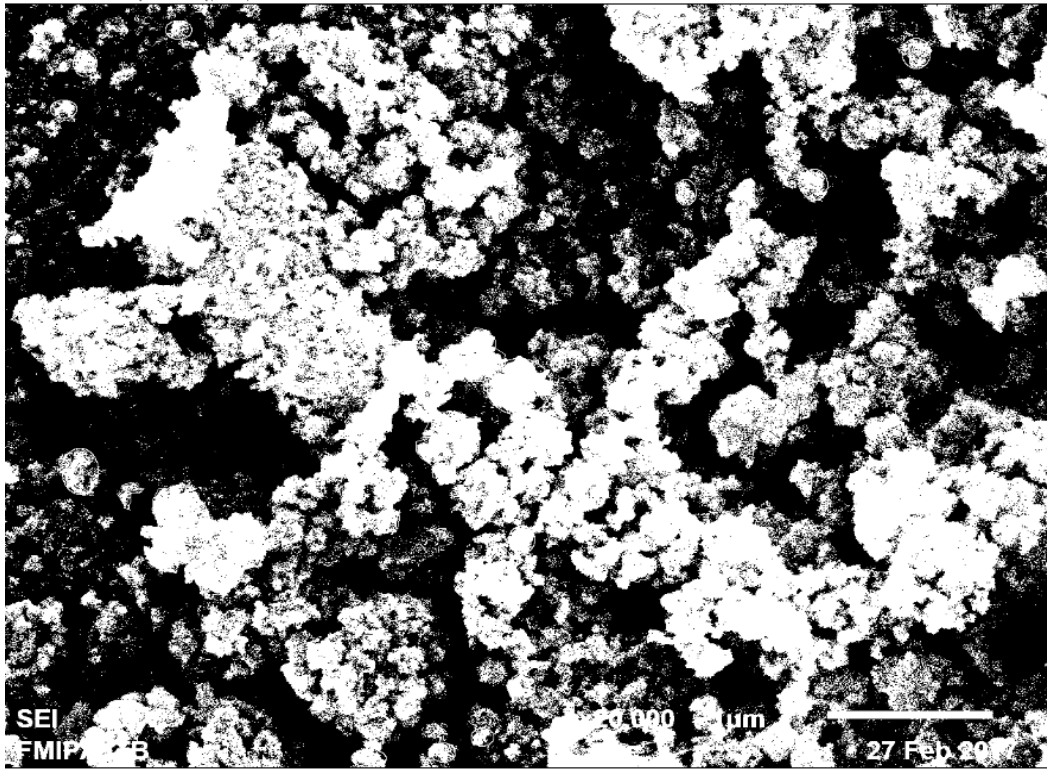


Perbesaran 40.000x



4. Ns+PVA 15%
Perbesaran 20.000x





Perbesaran 40.000x

