



## SINTESIS NANOSILIKA DENGAN METODE SOL-GEL DAN UJI HIDROFOBISITASNYA PADA CAT AKRILIK

**Arie Ardiansyah\*) dan Sri Wahyuni**

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang

Gedung D6 Kampus Sekaran Gunungpati Telp. (024)8508112 Semarang 50229

### Info Artikel

Sejarah Artikel:  
Diterima September 2015  
Disetujui Oktober 2015  
Dipublikasikan November 2015

Kata kunci:  
nanosilika  
sol-gel  
hidrofobisitas  
cat akrilik

### Abstrak

Nanosilika merupakan salah satu nanomaterial yang pemanfaatannya sangat luas karena beberapa kekhasan yang dimilikinya. Metode sol-gel merupakan alternatif yang baik untuk sintesis nanosilika, karena mampu menyesuaikan struktur geometri dan ukuran partikel.  $\text{NH}_3$  sebagai katalis digunakan untuk menghasilkan nanopartikel silika sferik yang halus, seragam, dan homogen. Konsentrasi katalis ( $\text{NH}_3$ ) sangat berpengaruh terhadap ukuran partikel nanosilika. Hasil sintesis nanosilika dengan metode sol-gel dengan variasi molar rasio  $\text{NH}_3/\text{TEOS}$  0,03; 0,20; dan 0,40 menunjukkan semakin tinggi konsentrasi katalis, semakin meningkatkan ukuran partikelnya. Nanopartikel yang disintesis dikarakterisasi dengan TEM, kemudian uji hidrofobisitas dilakukan pada aplikasi nanosilika yang dicampurkan dengan cat akrilik dengan pengukuran sudut kontak. Ukuran partikel yang dihasilkan adalah 13,36; 15,01; dan 50 nm. Pengukuran sudut kontak pada cat akrilik tanpa tambahan dan dengan tambahan nanosilika menunjukkan hasil yang semakin meningkat dengan variasi jumlah cat. Hasil pengukuran sudut kontak adalah 29,98; 45,18; 55,83; 66,73 dan 95,63° pada perbandingan nanosilika:cat adalah 1:10, 1:20, 1:30, dan 1:50.

### Abstract

Nanosilica were represented as one of the most widespread nanomaterials in use because they have several features. The sol-gel method is a good alternative for silica nanoparticle synthesis, being able to adjust the particles geometry and size.  $\text{NH}_3$  as catalyst used to produce spherical silica nanoparticle which is smooth, uniform, and homogen. Catalyst concentration most influent to the silica particle size. Result of the nanosilica synthesis with sol-gel method variate on molar ratio  $\text{NH}_3/\text{TEOS}$  at 0.03, 0.20, and 0.40 show that more high catalyst concentration increase size particle. Synthetic nanoparticle characherized by TEM then hydrophobicity analyzed applied on acrylic paint measuring contact angle. The results showed particle size are 13.36, 15.01, and 50 nm. The result of contact angle test are 29.98, 45.18, 55.83, 66.73 and 95.63° with ratio nanosilica:paint are 1:10, 1:20, 1:30, and 1:50.

## Pendahuluan

Nanoteknologi saat ini berkembang begitu pesat di semua bidang vital 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. Sifat fisika, kimia, dan biologis skala nano berbeda dari sifat atom dan molekul dalam material yang besar. Oleh karena itu, hal tersebut memberikan kesempatan untuk mengembangkan kelas baru pada kemajuan material yang memenuhi tuntutan aplikasi berteknologi tinggi (Rahman & Padavettan; 2012).

Nanopartikel silika mewakili salah satu dari nanomaterial yang tersebar luas dalam penggunaannya karena beberapa kekhasan yang mereka miliki, diantaranya: (1) mudah dalam preparasi melalui reaksi hidrolisis-kondensasi dari prekursor yang relatif murah seperti *tetraethyl orthosilicate* (TEOS) dengan menggunakan katalis asam atau basa, (2) memungkinkan dimodifikasi permukaan dengan variasi senyawa organosilikon, (3) biokompatibel tanpa menunjukkan adanya gejala keracunan (Jung, *et al.*; 2012). Penggunaan PVA lebih dimanfaatkan sebagai perekat bahan tekstil. PVA yang diproduksi saat ini banyak digunakan sebagai bahan koloid dalam pengemulsi polimer (Apriyanto; 2007). Larutan sol-gel PVA dan TEOS dapat dibuat dengan peleburan TEOS dan asam dalam larutan PVA. Partikel-partikel sintetik perkembangannya bisa lebih dari satu dekade, terutama pemanfaatannya dalam pengemasan makanan dan aplikasi pada bidang pengobatan serta memiliki kekurangan mengandung logam berat dan partikel yang beracun. Metode sol-gel merupakan alternatif yang baik untuk sintesis nanopartikel silika, karena mampu menyesuaikan struktur geometri dan ukuran partikel (Bracho, *et al.*; 2012).

Dengan metode sol-gel dapat dihasilkan partikel silika dengan diameter antara 100 nm sampai  $\mu\text{m}$  dengan preparasi yang mudah (Tadanaga, *et al.*; 2013). Gugus silanol, Si-OH, pada permukaan silika dapat dengan mudah dimodifikasi menjadi beberapa variasi gugus fungsi dengan perlakuan menggunakan senyawa *organotrialkoxysilane* ( $\text{RSi}(\text{OR}')_3$ ) atau *methallylsilane* bersama dengan katalis (Yeon; 2008). Sol-gel memberikan alternatif yang menarik untuk penelitian-penelitian mengenai hibrida organik-anorganik. Sol-gel memerlukan campuran antara prekursor logam alkoksida dan air.

Reaksi hidrolisis dan kondensasi adalah dasar untuk memproduksi jaringan anorganik sampai bercampurnya polimer dengan katalis asam atau basa. Sifat komposit organik-anorganik dihasilkan dari saling mempengaruhinya unsur-unsur utama dan sangat dipengaruhi oleh rangkaian perubahan komponen (ukuran dan bentuk) dan juga interval dari interaksinya (Bandyopadhyay, *et al.*; 2006).

Penelitian ini untuk mengetahui pengaruh perbandingan molar rasio  $\text{NH}_3/\text{TEOS}$  terhadap ukuran nanosilika, hasil karakterisasi nanosilika yang disintesis dengan metode sol-gel yang dikombinasikan dengan PVA, dan mengetahui hasil uji hidrofobisitas nanosilika pada aplikasi cat akrilik.

## Metode Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian adalah neraca analitik *AL20U Mettler Toledo*, dan untuk karakterisasi digunakan *Transmission Electron Microscopy (TEM) Shimadzu CTLA-4. Tetraethylorthosilicate* (TEOS), amonia, etanol, aquades, *polyvinylalcohol* (PVA) dengan *grade pro analyst* buatan *Merck*, dan cat akrilik warna putih (*Panatex*).

Sintesis nanopartikel silika dengan metode sol-gel dilakukan dengan larutan TEOS sebanyak 29,13 mL, air 9,5 mL dan etanol sebanyak 61,38 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 (Bracho, *et al.*; 2012). 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 TEM (Jafarzadeh, *et al.*; 2009).

Hasil sintesis nanosilika yang menunjukkan hasil paling bagus dari penelitian disintesis kembali dengan penambahan PVA pada saat larutan telah membentuk sol dengan perbandingan antara PVA dengan sol silika adalah 80:20, campuran di *stirrer* kembali. Larutan kemudian diuapkan dalam oven dengan temperatur 55°C selama 24 jam. Setelah itu didinginkan dalam desikator sebelum dikalsinasi pada *furnace*. Serbuk ditumbuk terlebih

dahulu, kemudian di *furnace* dengan temperatur 600°C selama 3 jam, terbentuklah serbuk yang halus untuk aplikasi pada cat akrilik.

Ukuran partikel dan morfologi dari nanopartikel silika yang telah disintesis, dikarakterisasi dengan TEM, begitu juga hasil sintesis nanosilika. Pada TEM, sampel yang sangat tipis atau lembut ditembak dengan berkas elektron yang berenergi tinggi. Berkas elektron dapat menembus bagian yang lunak dari sampel tetapi ditahan oleh bagian keras sampel (seperti partikel). Detektor yang berada belakang sampel menangkap berkas elektron yang lolos dari bagian lunak sampel. Akibatnya detektor menangkap bayangan yang bentuknya sama dengan bentuk bagian keras sampel (bentuk partikel).

Penambahan nanosilika ke dalam cat akrilik dilakukan dengan 1 g nanosilika ditambahkan 10 g cat dan 1 mL air, kemudian diaduk menggunakan *stirrer* selama 15 menit agar homogen. Penambahan cat divariasi dengan 20, 30, dan 50 g dengan jumlah air sebanyak 10% dari berat cat.

Pengukuran sudut kontak digunakan untuk mengetahui hidrofobitas cat akrilik yang telah dicampur dengan nanosilika, yaitu dengan menggunakan metode tetesan air pada permukaan yang telah dilapisi cat. Cat akrilik yang telah ditambahkan nanosilika dioleskan ke plafon pada bagian yang halus sebagai pengganti tembok. Air ditetaskan ke permukaan plafon yang dilapisi cat, kemudian difoto menggunakan kamera dengan lensa makro dari arah samping.

Pengukuran sudutnya menggunakan aplikasi *corel draw* dengan menarik garis antara permukaan plafon dengan tetes air bagian terluar. Sifat dari sudut kontak dapat diklasifikasikan menjadi tiga yaitu sudut kontak kurang dari 90° dan lebih dari 0° disebut basah sebagian, sudut kontak lebih 90° dapat disebut tidak basah (hidrofob), dan sudut kontak sama dengan nol (0°) maka dapat disebut basah sempurna (hidrofil).

### Hasil dan Pembahasan

Hasil sintesis dari ketiga variasi yang dilakukan menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi  $\text{NH}_3$ , semakin halus serbuk yang dihasilkan. Pada hasil karakterisasi TEM menunjukkan ukuran semakin meningkat dari 13,36; 15,01; dan 50 nm. Serbuk yang kasar terjadi karena katalis terlalu sedikit sehingga reaksi hidrolisis dan kondensasi terjadi sangat

cepat.

Hasil sintesis dengan molar rasio  $\text{NH}_3/\text{TEOS}$  0,20 adalah hasil terbaik yang diperoleh, yaitu dengan hasil karakterisasi TEM menunjukkan bahwa nanosilika yang dihasilkan merupakan serbuk yang sempurna dengan tidak menghasilkan serbuk silika yang terlalu rapat atau hanya menghasilkan agregat saja dengan ukuran partikel adalah 15,01 nm. Sedangkan untuk hasil sintesis dengan molar rasio  $\text{NH}_3/\text{TEOS}$  0,40 hasilnya menunjukkan bahwa nanosilika yang terbentuk adalah agregat saja. Menurut Venkatathri (2007) dengan memvariasi konsentrasi prekursor dan katalis yang digunakan, mampu menghasilkan ukuran partikel yang beragam. Konsentrasi katalis sangat berpengaruh terhadap ukuran partikel dari silika. Pada saat konsentrasi amonia dinaikkan, maka kecepatan hidrolisis dan kondensasi juga menjadi cepat, sehingga produk intermediet yang dihasilkan semakin tinggi (Ibrahim, *et al.*; 2010).

Pada sintesis nanosilika digunakan hasil terbaik dari sintesis nanosilika pada penelitian di atas yaitu nanosilika dengan molar rasio  $\text{NH}_3/\text{TEOS}$  0,20. Perbandingan untuk 100 mL larutan campuran silika:PVA adalah 20:80. Proses pembentukan nanonya sama, hanya saja pada saat kondisi silika telah membentuk sol ditambahkan larutan PVA sebagai stabilisator. Proses pembentukan selanjutnya sama yaitu diuapkan pelarutnya, kemudian dikalsinasi.

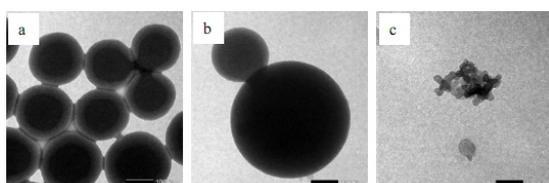
Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa nanosilika yang terbentuk sama dengan nanosilika yang sebelumnya disintesis. Bentuk serbuknya sempurna dengan struktur yang tidak jauh beda dengan ukuran partikel 18,63 nm. Penambahan PVA sebagai stabilisator untuk mencegah terjadinya aglomerasi nanopartikel silika. Gugus silanol pada permukaan silika mampu mengurangi kelarutan PVA dengan menghasilkan interaksi intermolekuler yang kuat. Secara umum, PVA digunakan untuk meningkatkan daya ikat silika (Pirzada, *et al.*; 2012). 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 (Handaya, *et al.*; 2011).

Hasil sintesis kemudian dikarakterisasi untuk mengetahui ukuran partikel dan morfologinya menggunakan TEM. Hasil karakterisasi seperti ditunjukkan pada Tabel 1. Hasil sintesis

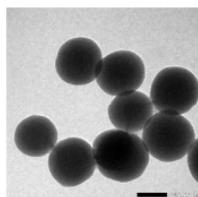
nanosilika dengan molar rasio terkecil menghasilkan struktur kristal yang sangat rapat. Struktur kristal molar rasio 0,20 menunjukkan struktur kristal yang sangat bagus dengan sedikit agregat. Struktur kristal nanosilika dengan molar rasio 0,40 menunjukkan hasil yang terbentuk adalah agregat karena terjadi aglomerasi. Hasil karakterisasi nanosilika ditunjukkan pada Gambar 1. dan hasil karakterisasi TEM nanosilika dengan penambahan PVA ditunjukkan pada Gambar 2.

**Tabel 1.** Ukuran nanosilika hasil analisis TEM

Molar ratio $\text{NH}_3/\text{TEOS}$	Stabilisator	Ukuran (nm)
0,03	-	13,36
0,20	-	15,01
	PVA	18,63
0,40	-	50,00



**Gambar 1.** Hasil karakterisasi TEM nanosilika dengan variasi molar rasio  $\text{NH}_3/\text{TEOS}$  a) 0,03 b) 0,20 c) 0,40



**Gambar 2.** Hasil karakterisasi TEM nanosilika dengan penambahan PVA

Penambahan nanosilika pada cat akrilik dilakukan dengan serbuk nanosilika ditambah cat dengan perbandingan 1:10, 1:20, 1:30, dan 1:50 dalam gram, kemudian ditambah air sebanyak 10% dari massa cat sesuai dengan petunjuk penggunaan cat agar cat tidak terlalu kental. Campuran cat kemudian diaduk dengan *stirrer* agar campuran homogen. Kemudian cat yang sudah tercampur dilapiskan pada plafon sebagai pengganti permukaan tembok.

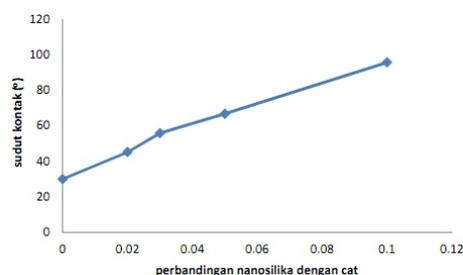
Cat dengan perbandingan semakin banyak catnya semakin halus permukaannya pada plafon, karena jumlah cat yang banyak mengakibatkan nanosilika tercampur cukup merata, sedangkan dengan perbandingan cat yang sedikit permukaan lebih kasar karena kehomogenan cat dan nanosilika tidak terlalu bagus.

Penentuan sudut kontak ( $\theta$ ) dilakukan dengan metode tetesan (*droplet*) air pada permukaan yang dilapisi dengan cat akrilik yang telah dicampur nanosilika dengan variasi perbandingan antara nanosilika:cat yaitu 1:20, 1:30, dan 1:50 dalam gram. Pengukuran sudut

kontak juga dilakukan pada permukaan dengan pelapisan cat tanpa tambahan apapun sebagai perbandingan dengan cat hasil penambahan nanosilika. Permukaan cat dengan perbandingan paling kecil terlihat kasar karena kehomogenan yang tidak bagus, tetapi pengukuran sudut kontak menunjukkan hasil yang bagus dengan didapat sudut kontak yang lebih besar dari sampel yang lain. Hal tersebut terjadi karena adanya nanosilika yang terdapat dalam cat cukup banyak sehingga daya tolak terhadap air besar atau dapat dikatakan hidrofob. Hasil pengukuran sudut dengan perbandingan nanosilika:cat pada 1:20 lebih besar dari 1:30, perbandingan 1:30 lebih besar dari 1:50, dan keseluruhan sampel memiliki sudut kontak yang lebih besar dari cat biasa. Dapat dikatakan bahwa penambahan nanosilika berpengaruh terhadap hidrofobitas cat akrilik. Hasil pengukuran sudut kontak ditunjukkan pada Tabel 2. dan Gambar 3.

**Tabel 2.** Hasil pengukuran sudut kontak nanosilika:cat akrilik

Sampel	Sudut kontak ( $\theta$ ) rata-rata
Cat biasa	29,98°
1:10	95,63°
1:20	66,73°
1:30	55,83°
1:50	45,18°



**Gambar 3.** Pengaruh perbandingan nanosilika dengan cat terhadap sudut kontak

### Simpulan

Penambahan jumlah katalis dalam sintesis nanosilika berpengaruh terhadap morfologi hasil sintesis, yaitu dengan molar rasio  $\text{NH}_3/\text{TEOS}$  0,03; 0,20; dan 0,40 menghasilkan serbuk yang semakin halus atau dapat dikatakan hasil sintesis meningkat dengan ukuran 13,36; 15,01; dan 50 nm. Penambahan PVA membuat hasil sintesis tidak terjadi aglomerasi serta ukuran yang tidak berbeda dengan hasil sintesis terbaik pada ukuran 18,63 nm. Hasil pengukuran sudut kontak menunjukkan bahwa semakin banyak jumlah nanosilika dalam cat akrilik membuat hidrofobitas semakin meningkat dari cat yang tanpa penambahan nanosilika yaitu dari 29,95° menjadi 45,18°, 55,83°, 66,73°, dan 95,63°.

**Daftar Pustaka**

- Apriyanto, J. 2007. *Karakteristik Biofilm dari Bahan Dasar Polivinil Alkohol (PVOH) dan Kitosan*. Skripsi. Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan IPB. Bogor
- Bandyopadhyay, A., M.D. Sarkar, & A.K. Bhowmick. 2006. Structure-property Relationship in Sol-Gel Derived Polymer/Silica Hybrid Nanocomposites Prepared at Various pH. *Journal of Materials Science*, 41: 5981-5993
- Bracho, D., V.N. Dougnac, H. Palza, & R. Quijada. 2012. Functionalization of Silica Nanoparticles for Polypropylene Nanocomposite Applications. *Journal of Nanomaterials*, article ID 263915: 1-8
- 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*
- Ibrahim, I.A.M., A.A.F., Zikry, M.A. Sharaf. 2010. Preparation of Spherical Silica Nanoparticles: Stober Silica. *Journal of American Science*, 6: 985-989
- Jafarzadeh, M., I.A. Rahman, & C.S. Sipaut. 2009. Synthesis of Silica Nanoparticles by Modified Sol-gel Process: The effect of Mixing Modes of The Reactants and Drying Techniques. *Journal of Sol-Gel Science Technology*, 50: 328-336
- Jung, H.S., D.S. Moon, & J.K. Lee. 2012. Quantitative Analysis And Efficient Surface Modification of Silica Nanoparticles. *Journal of Nanomaterials*, 1-8
- 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: 5834-5844
- Rahman, I.A., & V. Padavettan. 2012. Synthesis of Silica Nanoparticles by Sol-Gel: Size-Dependent Properties, Surface Modification, and Applications in Silica-Polymer Nanocomposites In Review. *Journal of Nanomaterials*, 1-15
- Tadanaga, K., K. Morita, K. Mori, & M. Tatsumisago. 2013. Synthesis of Monodispered Silica Nanoparticles with High Concentration by the Stöber Process. *Journal of Sol-Gel Science Technology*, 73: 65-69
- Venkatathri, N. 2007. Preparation of Silica Nanoparticle Through Coating with Octyldecyltrimethoxy Silane. *Indian Journal of Chemistry*, 46 A:1955-1958.
- Yeon, Y.R. 2008. Sc(OTf)<sub>3</sub> Mediated Silylation of Hydroxy Functional Groups on a Solid Surface: a Catalytic Grafting Method Operating at Room Temperature. *Angewandte Chemie*, 47(1): 109-112