

Sintesis Nanopartikel Silika Menggunakan Metode Sol-Gel

Synthesis Of Silica Nanoparticles With Sol-Gel Method

Galuh Budiharti

Program Studi Fisika, FMIPA, Unesa, galuhbudiharti@gmail.com

Dr.Zainul Arifin Imam Supardi, M. Si.

Program Studi Fisika, FMIPA, Unesa, anduro_k29@yahoo.com

Abstrak

Penelitian ini mensintesis silika menjadi ukuran nanopartikel supaya bahan dapat diaplikasikan pada sela dan pori di ukuran terkecil. Bahan yang digunakan adalah TEOS (*Tetraethylorthosilicate*) sebagai prekursor, NH_3 sebagai katalis dan aquades sebagai pelarut, dengan metode Sol-Gel. Dalam penelitian ini molaritas TEOS dan NH_3 sebagai variabel manipulasi, sehingga diharapkan hasil dari penelitian ini, silika berukuran nanopartikel dalam bentuk serbuk yang berwarna putih. Uji karakterisasi menggunakan XRD dan SEM-EDS. Hasil XRD menunjukkan silika memiliki fase amorf pada posisi 2θ dalam sampel (a) $2\theta = 22^\circ$, sampel (b) $2\theta = 31^\circ$, dan pada sampel (c) $2\theta = 22^\circ$. Hasil SEM – EDS menunjukkan partikel silika pada skala nanometer untuk molaritas TEOS terkecil (34,4 – 67,1 nm), hal tersebut dipengaruhi oleh perbedaan molaritas TEOS yang mempengaruhi waktu *ageing*. Saat konsentrasi TEOS meningkat, maka hydrolysis dan kondensasi menjadi lebih cepat.

Kata kunci : Amorf, Sol-gel, Sintesis, SiO_2 , nanopartikel Silika gel.

Abstract

This research is aimed to synthesis silica into nanoparticle size, this material is synthesized into nanoparticle size in order to be applied in smallest space and pore. Material used in this research was TEOS (Tetraethylorthosilicate) as precursor, NH_3 as catalyst, and aquades as solvent. This research used Sol-Gel method. TEOS and ammonia molarity was used as manipulation. Hopefully, white powder of nanoparticle silica will be resulted from this research. Characterization test is using XRD and SEM-EDS. XRD result showed that silica has amorf phase in sample (a) $2\theta = 22^\circ$, sample (b) $2\theta = 31^\circ$, and (c) $2\theta = 22^\circ$. SEM-EDS result showed that silica particle was in nanometer scale for smallest TEOS molarity, it was influenced by TEOS molarity that influenced ageing time. While concentration of TEOS increase, hydrolysis and condensation became faster.

Keywords: amorf, sol-gel, synthesis, SiO_2 , silica gel nanoparticle.

PENDAHULUAN

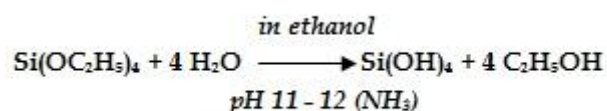
Nanoteknologi telah banyak digunakan dalam berbagai macam bidang. Pada tahun 2006, lebih dari 300 buah produk komersial tersedia di pasaran yang diklaim bahwa terjadinya peningkatan sifat-sifatnya dikarenakan adanya peran nanomaterial didalamnya. Sehingga, salah satu bidang yang menarik minat banyak peneliti adalah pengembangan metode sintesis nanomaterial. Nanomaterial dapat terjadi secara alamiah ataupun melalui proses sintesis oleh manusia. Sintesis nanomaterial bermakna pembuatan partikel dengan ukuran yang kurang dari 100 nm dan sekaligus mengubah sifat atau fungsinya. Pada umumnya nanopartikel dapat memiliki sifat atau fungsi yang berbeda dari material sejenis dalam ukuran besar (*bulk*) (Abdullah, 2008).

Salah satu material yang banyak disintesis menjadi berukuran nano adalah SiO_2 . Hal ini dikarenakan nanopartikel SiO_2 amorf, memiliki sifat optik yang sangat

penting untuk aplikasi, misalnya pembuatan nanokomposit ZnO-Silika untuk lampu hemat energi LED, karena material silika transparan pada daerah cahaya tampak.

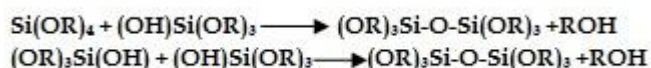
Sintesis silika gel menggunakan metode sol-gel merupakan suatu proses sintesis yang cukup sederhana dan dilakukan pada temperatur rendah. Dengan metode sol-gel didapatkan hasil sintesis silika gel yang memiliki kemurnian yang tinggi dibandingkan dengan metode-metode lainnya.

Tahapan metode sol-gel yang pertama adalah hidrolisis.



Pada tahap pertama logam prekursor (alkoksida) dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi asam, basa, atau netral sehingga menghasilkan sol koloid. Kecepatan hidrolisis dari TEOS tergantung pada konsentrasi TEOS dan amonia (NH_3). Dimana dengan meningkatnya konsentrasi TEOS didalam sistem, maka molekul H_2O akan mengalami disosiasi menghasilkan tingginya jumlah ion hidroksida yang akan mengikat atom Si. Sehingga kecepatan reaksi hidrolisis akan meningkat

Setelah mengalami reaksi hidrolisis, maka reaksi kondensasi akan berlangsung. Produk dari reaksi hidrolisis tersebut sangat berperan dalam proses reaksi kondensasi.



Pada tahapan kondensasi gugus hidroksil dari produk intermediet, $[(\text{OH})_x\text{Si(OR)}_{4-x}]$ akan bereaksi dengan gugus etoksi dari TEOS yang lain pada kondensasi alkohol atau dengan gugus hidroksil dari produk intermediet yang lainnya pada kondensasi air untuk membentuk jembatan Si-O-Si.

Setelah reaksi hidrolisis dan kondensasi, dilanjutkan dengan proses pematangan gel yang terbentuk. Proses ini lebih dikenal dengan proses *ageing*. Pada proses pematangan ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat, dan menyusut di dalam larutan. Batas waktu ageing adalah ketika silika (sol) sudah sepenuhnya membentuk jaringan gel yang lebih kaku dan kuat. Kurang lebih 16 hari pada konsentrasi TEOS 4,75 molar.

METODE

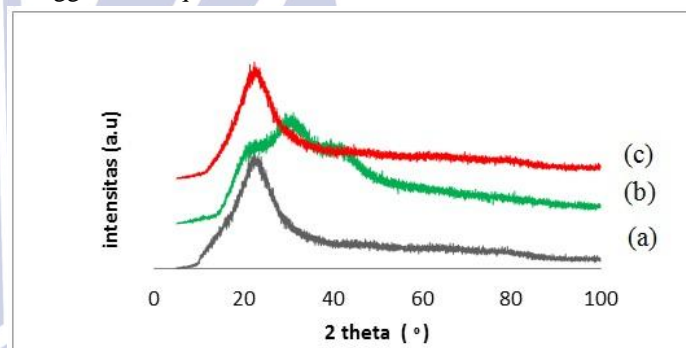
Menyiapkan dua gelas kimia yang berukuran 250 ml, gelas pertama diisi dengan (5 ml NH_3 dan 38 ml aquades) stiring dengan tangan, lalu menambahkan 31 mL $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$. Dan kelas kedua diisi dengan 30 mL TEOS. Larutan dari kedua gelas dicampur dan distiring dengan konstan tanpa pemanasan (sampai homogen). Ketika bahan sudah tercampur atau homogen, dipanaskan dengan suhu 60°C dan distiring kembali selama 90 menit. Setelah proses pemanasan sudah selesai, didinginkan pada suhu ruang sampai suhunya turun menjadi 33°C , kemudian ditempatkan pada botol PE (*polyethylene*). Meletakkan botol PE (*polyethylene*) yang mengandung larutan sol gel ke dalam furnace selama 120 menit dengan suhu 60°C , kemudian dimatangkan (*ageing*) sampai membentuk gel.

Botol PE (*polyethylene*) dipotong dan memindahkan gel ke dalam gelas kimia yang berukuran 500 ml, menambahkan 200 ml ethanol dan merendamnya selama 30 menit (untuk menghilangkan katalis), kemudian gel

dimasukan ke dalam ruang vakum (agar tidak ada pengotor dan gas-gas yang tidak dibutuhkan dapat keluar, sehingga didapatkan gel murni). Gel murni yang sudah diperoleh ditempatkan pada furnace dengan suhu 100°C selama 48 jam (dua malam). Setelah proses pemanasan, kemudian dihaluskan sehingga berubah menjadi serbuk. Serbuk yang dihasilkan dipanaskan kembali pada suhu 80°C dengan memvariasi lama waktu pemanasan yaitu 2 jam meletakkan sampel ke dalam gelas untuk dilakukan analisis selanjutnya. Analisis selanjutnya yaitu dengan melakukan karakterisasi (SEM-EDS dan XRD)

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil dari sintesis silika dengan metode sol-gel sampel dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan untuk mengidentifikasi struktur kristal dari partikel silika hasil sintesis, dengan menggunakan rentang sudut 2θ antara 10° sampai 90° . Variasi konsentrasi TEOS yang digunakan adalah 2,34 M, 1,86 M dan 1,1 M, menggunakan katalis *ammonia* (NH_3) yang konsentrasinya dikontrol sebesar 0,2 M serta menggunakan aquades 1 M.



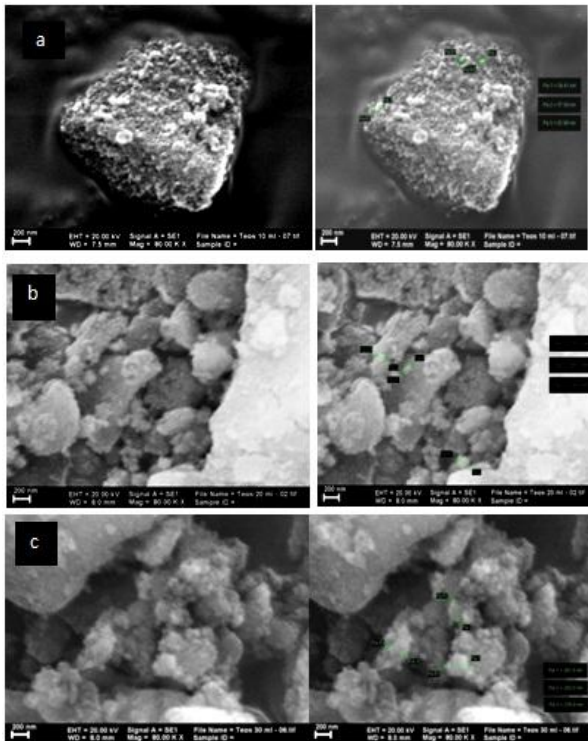
Gambar 4.1 Hasil karakterisasi XRD silika gel

Pada Gambar 4.1 merupakan pola difraksi yang dihasilkan pada sampel silika hasil sintesis dengan variasi konsentrasi TEOS 2,34 M, 1,86 M dan 1,1 M. Pada gambar tersebut diketahui puncak amorf pada sampel (a) $2\theta = 22^\circ$, sampel (b) $2\theta = 31^\circ$, dan pada sampel (c) $2\theta = 22^\circ$. Puncak yang dihasilkan ini sama dengan pola difraksi puncak amorf yang dihasilkan pada penelitian-penelitian sebelumnya yaitu $2\theta = 23^\circ$ penelitian Martinez et al (2006), pada sudut $2\theta = 21,8^\circ$ hasil penelitian S. Musić et al (2011). Berdasarkan pola difraksi yang dihasilkan sampel silika gel hasil sintesis menggunakan metode sol-gel, dapat diindikasikan bahwa puncak pada sudut 2θ tidak jauh berbeda dengan penelitian-penelitian sebelumnya. Namun pada sampel (b), terdapat pola difraksi berbeda yaitu pada $2\theta = 31^\circ$, hal ini disebabkan proses ageing belum sempurna. Hal tersebut diketahui pada saat proses *vacuum filtration* ada cairan sol yang tersaring. Pelarut (H_2O) dan katalis (NH_3) saling menonjol dan membentuk tiga puncak pada 25° ; 31° ; 42° . Dapat diindikasikan bahwa silika gel yang dihasilkan memiliki struktur kristal parsial atau semikristalin yang diidentifikasi dari posisi puncak dari pola difraksi yang dihasilkan, namun pada dasarnya

struktur kristal dari silika dilihat secara keseluruhan adalah tergolong amorf.

Hasil karakterisasi SEM –EDS pada permukaan SiO₂

Hasil sintesis silika dengan metode sol-gel dengan TEOS sebagai prekursor dan ammonia sebagai katalis. Bentuk morfologi yang di hasilkan dari silika gel terlihat seperti pada gambar 4.2.



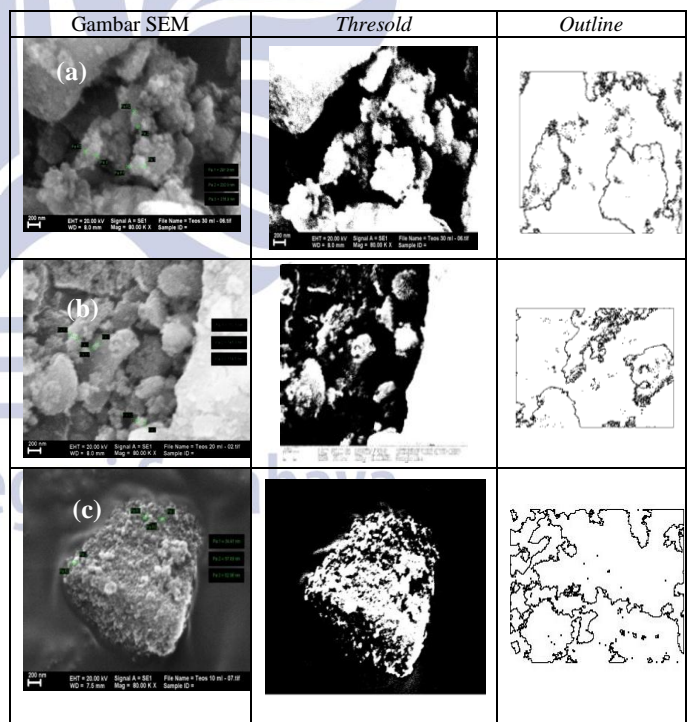
Gambar 4.2. Hasil karakterisasi SEM –EDS silika gel dengan variasi konsentrasi

Pada gambar 4.2 terlihat bahwa permukaan pada sampel 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. Pada hasil SEM-EDS dengan pembesaran 80kX sampel (a) menunjukkan memiliki gumpalan-gumpalan yang lebih kecil yaitu 34,4 - 67,1 nm, berbeda dengan sampel b dan c yang memiliki ukuran gumpalan-gumpalan yang lebih besar dari 100 nm yaitu 110,3 - 145,3 nm dan 216,9 - 291,9 nm. 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.

Perbedaan yang terlihat pada Tabel 4.1 terdapat perbedaan ukuran partikel silika. Hal tersebut dipengaruhi oleh variasi konsentrasi TEOS, dimana konsentrasi katalis dikontrol dengan NH₃ 0,2 M yang digunakan pada proses sintesis. Waktu pada proses ageing memiliki perbedaan. Hal ini disebabkan perbedaan konsentrasi prekursor, karena semakin besar konsentrasi prekursor maka proses hidrolisis dan kondensasi berlangsung menjadi cepat, sehingga produk

intermediet yang dihasilkan semakin tinggi. Hal tersebut menyebabkan titik jenuh cepat dicapai. Dengan demikian maka periode ageing akan berlangsung dengan singkat, mengakibatkan total bilangan nukleasi yang terbentuk juga berkurang, yang mengakibatkan terbentuknya ukuran partikel yang lebih besar (Ibrahim et al, 2010). Sehingga pada konsentrasi TEOS 1,10M mengalami waktu ageing paling lama, dikarenakan dan memiliki ukuran partikel silika terkecil, sedangkan pada konsentrasi TEOS 2,34 M dengan waktu ageing paling cepat memiliki ukuran terbesar. Hal itu waktu ageing sangat berpengaruh terhadap ukuran partikel yang akan dihasilkan, dimana semakin lama waktu ageing yang digunakan maka akan semakin kecil ukuran partikel yang dihasilkan, begitu juga sebaliknya jika semakin sedikit waktu ageing yang digunakan maka akan semakin besar ukuran partikel yang dihasilkan (Djoko Hartanto, dkk 2011).

Konsentrasi (M) TEOS : NH ₃	Suhu pemanasan (°C)	Waktu ageing (Hari)	Ukuran Partikel (nm)
TEOS 2,34 M : NH ₃ 0,2 M	80°	63	216,9 – 291,9
TEOS 1,86 M : NH ₃ 0,2 M	80°	90	110,3 - 145,3
TEOS 1,10 M : NH ₃ 0,2 M	80°	134	34,4 – 67,1



Gambar 4.3 Analisis hasil SEM dengan software Image-J

Gambar 4.3 merupakan hasil analisis gambar SEM silika gel menggunakan software Image-J, untuk mempermudah menentukan ukuran partikel rata-ratanya. Gambar SEM yang digunakan memiliki perbesaran 80kX. Partikel silika diasumsikan sebagai material padat

yang memiliki bentuk partikel seperti bola atau *spherical*, sehingga untuk menentukan diameter silika menggunakan rumus luas permukaan bola. Pada tabel 4.2 diameter dari silika hasil sintesis dengan menggunakan metode sol-gel pada sampel (c) konsentrasi TEOS 1,10 M memiliki pola gumpalan pada *outline* yang paling kecil, dan pada konsentrasi TEOS 2,34 M (a) memiliki pola gumpalan pada *outline* paling besar.

Tabel 4.2 Hasil analisis silika menggunakan *software Image-J*

Silika	Luas (nm)			Diameter (nm)		
	Min	Mean	Maks	Min	Mean	Maks
TEOS 1,10 M	1,00	37,05	73,10	1,13	6,87	9,65
TEOS 1,86 M	1,00	83,49	165,97	1,13	10,31	14,54
TEOS 2,34 M	1,00	187,83	374,66	1,13	15,47	21,85

Sehingga berdasarkan analisis yang dilakukan dari hasil SEM maupun *software Image-J*, maka dapat diambil kesimpulan bahwa ukuran partikel pada silika gel konsentrasi 2,34 M, 1,86 M dan 1,10 M memiliki ukuran partikel yang tidak seragam karena konsentrasi TEOS mempengaruhi waktu *ageing*. Ukuran partikel silika kurang dari 100 nm didapatkan pada konsentrasi TEOS paling kecil yaitu rata-rata 6,87 nm.

PENUTUP

Simpulan

Simpulan dari penelitian dengan judul “Sintesis Nanopartikel Silika dengan Metode Sol- gel” dengan variasi konsentrasi TEOS adalah sebagai berikut :

1. Sintesis silika menggunakan metode sol-gel dengan TEOS sebagai prekursor dan ammonia sebagai katalis menghasilkan silika berorde nano. Sintesis nano silika tersebut lebih efektif karena prekursor dan bahan lain yang digunakan relatif murah dan menggunakan suhu rendah.
2. Nanosilika yang dihasilkan pada proses sintesis menggunakan TEOS 2,34 M memiliki ukuran partikel 216,9 – 291,9 nm, TEOS 1,86 M berukuran 110,3 – 145,3 nm, dan TEOS 1,10 M memiliki ukuran 34,4 – 67,1 nm. Jadi semakin kecil konsentrasi TEOS maka ukuran partikel silika semakin kecil. Sedangkan struktur silika yang dihasilkan berdasarkan analisis XRD memiliki fasa amorf yang memiliki posisi puncak 2 θ pada konsentrasi TEOS 2,34 M, TEOS 1,86 M, dan TEOS 1,10 M masing-masing 22°, 31°, dan 22°.

Saran

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari penelitian ini, berikut adalah berbagai saran dari penulis yang perlu

diperhatikan. Pada saat proses pematangan dalam keadaan vakum dan suhu tetap sampai pembentukan gel dan pada proses pengenceran menggunakan labu ukur.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim. (2008). *Scanning Electron Microscopy*.<http://materialcerdas.wordpress.com/tiori-dasar/scanning-electron-microscopy>. [Online] diakses tanggal 4 Januari 2014.
- Beganskiene, A. Sirutkaitis, V., Kurtinaitiene, M., Juskenas, R., Kareiva, A., (2004.). *FT-IR TEM and NMR Investigation of Stober Silica Nanoparticles*. Material Science (Medziagotyra), Vol. 10 No. 4, pp.287-290.
- Buckley, A. M., & Greenblatt, M. J. (1994). *Sol-Gel Preparation of Silica Gels*. 71(7). 599.
- Chrusciel, J. Slusarski, L., (2003). *Synthesis of Nanosilica by the Sol-Gel Method and its Activity Toward Polymers*. Material Science, Vol. 21 No. 4.
- Djoko Hartanto, Tri Esti Purbaningias, Hamzah Fansuri, Didik Prasetyoko, (2011). *Karakterisasi Struktur Pori dan Morfologi*
- Ibrahim, I. A. M., Zikry, A. A. F., Sharaf, M. A.,(2010). *Preparation of Spherical Silica Nanoparticles : Stober Silica*. *Journal of American Science*, Vol.6 No.11. pp.985-989.
- Martinez, J. R., Palomares, S., Ortega-Zarzosa, G., Ruiz, F., Chumakov, Y. (2006). *Rietveld refinement of amorphous SiO₂ prepared via sol-gel method*. Mater. Lett., 60, p. 3526 46.
- M. Hilmy Alfaruqi,(2008). *Pengaruh Konsentrasi Hidrogen Dalam Pembuatan SiO₂*. Jakarta: FT UI.
- S. Musić, N. Filipović-Vinceković and L. Sekovanić. (2011). *Precipitation Of Amorphous SiO₂ Particles And Their Properties*. Brazilian Journal of Chemical Engineering ISSN 0104-6632, Printed in Brazil.
- Stoeber, W. Fink, A. (1968). *Controlled Growth of Monodisperse Silica Spheres in the Micron Size Range*. *Journal of Colloid and Interface Science*. Vol.26 pp 69-68.
- ZSM-2 Mesopori yang Disintesis dengan Variasi Waktu *Aging*. Jurnal ILMU DASAR, Vol. 12 No. 1, Januari 2011 : 80-90 ITS Surabaya.
- Zawrah, M. F., El-Kheshen, A. A., Abd-El-All, H.,(2009). *Facile and Economic Synthesis of Silica Nanoparticles*. *Journal of Ovonic Research*, Vol.5 No.5. pp 129-133.