

SINTESIS LAPISAN HIDROFOBİK BERBASIS TEOS PADA KACA PREPARAT DENGAN MENGGUNAKAN METODE SOL-GEL

Asrifah¹⁾, Z. A Imam Supardi²⁾

Prodi Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya
asrifah.imas@gmail.com

Abstrak

Sintesis silika TMCS, sol-gel, silika aerogel, Sintesis silika aerogel berbasis TEOS (*Tetraethylorthosilicate*) dengan metode sol-gel dengan menambahkan larutan modifikasi permukaan menggunakan n-hexana dan TMCS (*Tetraethylorthosilicate*) dengan tujuan untuk menjadikan sifat hirofobik. Variabel kontrol yang digunakan dalam penelitian ini yaitu konsentrasi TEOS dan NH₃. Sedangkan variabel yang dimanipulasi molaritas ethanol dan volume TMCS untuk modifikasi permukaan. Dan variabel respon diperoleh dari hasil uji karakterisasi. Dari hasil uji tetes diperoleh sudut kontak dari ethanol 1 M dan 2 M dengan penambahan TMCS sebesar 112,5^o dan 110,1^o. Hasil karakterisasi FTIR pada sampel dengan ethanol 1 M pada perendaman TMCS sebanyak 15 mL dan 25 mL muncul panjang gelombang sebesar 848,5 cm⁻¹ dan 964,6 cm⁻¹ ini terbentuk gugus fungsi Si-C. Hal ini menunjukkan bahwa pada daerah ini mengindikasikan bahwa gugus metil telah berikatan dengan struktur silika. Karakterisasi SEM menunjukkan bahwa dengan melalui analisis perhitungan sampel dimana sampel yang menggunakan ethanol 1 M dan perendaman TMCS sebanyak 25 mL diperoleh diameter rata-rata sebesar 2,52971 nm, sedangkan sampel yang menggunakan ethanol 2 M dan perendaman TMCS sebanyak 25 mL berukuran sebesar 0,230225 nm.

Kata kunci : TEOS, TMCS, sol-gel, silika aerogel.

Abstract

Synthesis of silica aerogel based on TEOS (Tetraethylorthosilicate) with the sol-gel method by adding a solution of surface modification using n-hexane and TMCS (Tetraethylorthosilicate) with the aim to make hirofobik properties. The control variables used in this study is the concentration of TEOS and NH₃. While the manipulated variables Ethanol molarity and volume TMCS for surface modification. And the response variables derived from characterization test results. From the test results obtained by the contact angle drops of ethanol 1 M and 2 M with the addition of TMCS 112,5^o and 110,1^o. FTIR characterization results on samples with 1 M in ethanol immersion TMCS as much as 15 mL and 25 mL appear wavelength of 848.5 cm⁻¹ and 964.6 cm⁻¹ is formed of functional groups Si-C. It shows that in this area indicates that the methyl group has been bonded to the silica structure. SEM characterization shows that through the analysis of samples where the sample calculation using ethanol 1 M and soaking TMCS as much as 25 mL gained an average diameter of 2.52971 nm, while the samples using ethanol 2 M and soaking TMCS as much as 25 mL size of 0,230225 nm.

Keyword : TEOS, TMCS, sol-gel, silika aerogel,

PENDAHULUAN

Dengan berkembangnya ilmu pengetahuan saat ini banyak material alam yang dapat dimanfaatkan dalam kehidupan sehari-hari. Salah satunya yaitu silika, dimana senyawa logam oksida yang banyak terdapat di alam namun keberadaannya tidak bebas melainkan terikat dengan senyawa lain baik secara fisik maupun kimia. Silika memiliki sifat hidrofilik atau hidrofobik sesuai dengan struktur atau morfologinya. Salah satu sifat silika yang saat ini terus dikembangkan adalah sifat hidrofobik. Sifat hidrofobik silika yang bergantung pada morfologinya memungkinkan silika untuk dapat digunakan sebagai media pelapis pada kaca sehingga kaca bersifat hidrofobik. Kaca yang bersifat hidrofobik memiliki keuntungan bagi manusia. Manfaat-manfaat yang didapatkan melalui kaca bersifat hidrofobik ini dikarenakan sifat self-cleaning pada lapisan hidrofobik. Pada lapisan kaca yang bersifat hidrofobik tetesan air pada kaca akan membentuk bulatan. Karena sifat self-cleaning kotoran yang ada pada kaca akan hilang terbawa oleh tetesan air yang meluncur dari kaca tersebut. Tetesan air yang berbentuk bulatan pada kaca dapat diketahui

besar sudut antara tetesan air dan permukaan pada suatu garis kontak air agar dapat ditentukan hidrofobitas dari permukaan tersebut. Suatu material dapat bersifat hidrofobik apabila besar sudut hidrofobitasnya > 90^o (Nugroho.2015).

Sintesis silika aerogel berbasis TEOS sebelumnya telah banyak dilakukan dengan metode sol-gel. Sifat hidrofobik (menolak/tidak suka air) yang dimiliki silika sangat bermanfaat bagi kita. Sehingga banyak peneliti yang sudah mengaplikasikan pada kaca dengan memodifikasi permukaan dengan konsentrasi molaritas TMCS.

Silika gel adalah bentuk lain dari silikon dioksida yang dibuat secara sintesis ke dalam bentuk butiran. Strukturnya yang berongga besar menyebabkan silika gel memiliki permukaan yang sangat luas, sehingga silika gel sering digunakan untuk bahan pengering. Silika gel juga banyak digunakan untuk mengurangi kadar uap air di udara dalam kemasan, terutama kemasan barang seperti barang elektronik. Seringkali penggunaan silika gel biasanya bertujuan untuk meminimalisasi resiko

kerusakan produk selama transportasi atau saat penyimpanan yang disebabkan oleh kondensasi air. Silika gel tidak bersifat reaktif terhadap bahan kimia, tidak beracun dan aman digunakan untuk melindungi makanan, obat-obatan, elektronik dan lain-lain. Walaupun dalam keadaan jenuh dengan uap air, silika gel tetap kering jika diamati dengan dilihat ataupun disentuh dan bentuknya tidak berubah. Silika gel tidak berbahaya, tidak mudah terbakar dan tidak reaktif terhadap zat kimia.

Silika gel yang terbentuk dari proses sol-gel, melalui tiga tahapan reaksi kimia yaitu hidrolisis, kondensasi alkohol dan kondensasi air. Dari proses tersebut membentuk hidrogel silika yang nantinya akan diproses lagi dengan memodifikasi permukaan area menggunakan teknik ambient pressure drying (APD) untuk mendapatkan silika aerogel.

Setelah reaksi hidrolisis dan kondensasi, dilanjutkan dengan proses pematangan gel yang terbentuk. Proses ini biasa dinamakan dengan proses aging. Pada proses pematangan ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat dan menyusut apabila di dalam larutan. Pada saat pematangan atau aging merupakan proses yang sangat krusial, dimana pada proses tersebut sangat menentukan diameter partikel gel dari silika. Menurut Djoko Hartanto, dkk (dalam ummah, 2012) menyebutkan semakin lama waktu pematangannya atau agingnya maka semakin kecil diameter partikel yang dihasilkan pada sampel dan sebaliknya semakin sedikit waktu pematangannya atau agingnya maka semakin besar diameter partikel yang dihasilkan.

Silika aerogel merupakan bahan keramik yang sangat porous dan secara kimia yang mempunyai struktur inert. Silika aerogel berupa silika yang dapat dibuat melalui berbagai jenis prekursor seperti natrium silikat, TEOS (*tetraethylorthosilicate*), MTMS (*metiltrimetoksisilana*), TMOS (*tetrametoksisilana*), PEDS (*polietoksidisilosan*), MTES (*metilrietoksisilana*), EDAS (*3-(2-aminoetilamino)propiltrimetoksisilana*), noktilrietoksisilana, dimetildietoksisilana dan PFAS (*perfluoroalkisilana*) (Pierre Alain C dan Arnaud R, 2011).

METODE PENELITIAN

1. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas ukur 50 ml, gelas kimia 250 dan 500 ml, satu set magnetic stirrer, pipet, Stopwatch, spatula, botol *polyethylene*, furnace. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah TEOS (*tetraethylorthosilicate*), ethanol, aquades, NH_3 , dan TMCS (*Tetramethylchlorosilane*).

2. Prosedur penelitian

Pertama menyiapkan dua gelas kimia masing-masing berukuran 250 ml, gelas kimia pertama berisi (30 ml TEOS dan 31 ml ethanol) sedangkan gelas kimia kedua berisi (38 ml aquades dan 3ml tetes NH_3). Larutan dari kedua gelas kimia dicampur dan distirrer tanpa

pemanasan dengan konstan (sampai homogen). Ketika bahan sudah tercampur secara homogen, dipanaskan dengan suhu 60°C dan distirrer kembali selama 90 menit. Selanjutnya didinginkan pada suhu ruang sampai suhunya turun menjadi 33°C , kemudian ditempatkan pada botol PE (*polyethylene*). Botol PE (*polyethylene*) yang mengandung larutan sol gel dimasukkan kedalam furnace selama 120 menit dengan suhu 60°C , kemudian dimatangkan (aging) sampai membentuk gel.

Memotong botol PE (*polyethylene*) dan memindahkan gel kedalam gelas kimia yang berukuran 500 ml, menambahkan 200 ml ethanol dan merendamnya selama 30 menit (untuk menghilangkan katalis), kemudian gel dimasukan kedalam ruang vakum (agar tidak ada pengotor dan gas-gas yang tidak dibutuhkan dapat keluar) sehingga didapatkan gel murni. Kemudian gel yang sudah diperoleh dilapiskan pada kaca preparat dengan metode spin *coating*, setelah itu direndam kembali dengan n-hexana dan TMCS (*tetramethylchlorosilane*) selama 24 jam, kemudian difurnace dengan suhu 600°C selama 24 jam.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil sintesis silika aerogel dengan metode sol-gel pada tekanan ambien dengan memanipulasi molaritas ethanol yaitu, 1 M dan 2 M dengan pemanasan 60°C selama 24 jam diperoleh dua sampel yang mengalami perubahan sifat fisis yang berbeda Massa gel sebelum dan sesudah proses sintesis terjadi perbedaan yang sangat signifikan, disebabkan karena gel sesudah proses sintesis mengalami kondensasi sehingga mengalami pengerutan dan diperoleh massa sesudah proses sintesis sebesar 32,83 gram pada perendaman ethanol 1 M. Sedangkan massa dengan perendaman ethanol 2 M. sebesar 35,15 gram.

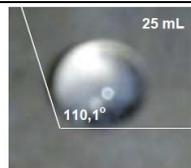
Tabel 1 Perubahan Sifat Fisis Pada Silika Aerogel

Molaritas Ethanol (M)	Suhu ($^\circ\text{C}$)	Waktu (jam)	M_{awal} (gr)	M_{akhir} (gr)	Ket.
1	60	24	40,28	32,83	Putih bening
2	60	24	41,07	35,15	Putih bening

Dari uji tetes kita dapat melihat apakah lapisan silika aerogel sudah menjadi hidrofobik atau hirofilik. Dimana dapat dilihat dari bentuk butiran air yang ditetaskan pada sampel dan mengukur sudut kontak dari air tersebut. Dari hasil inilah kita dapat ketahui sampel

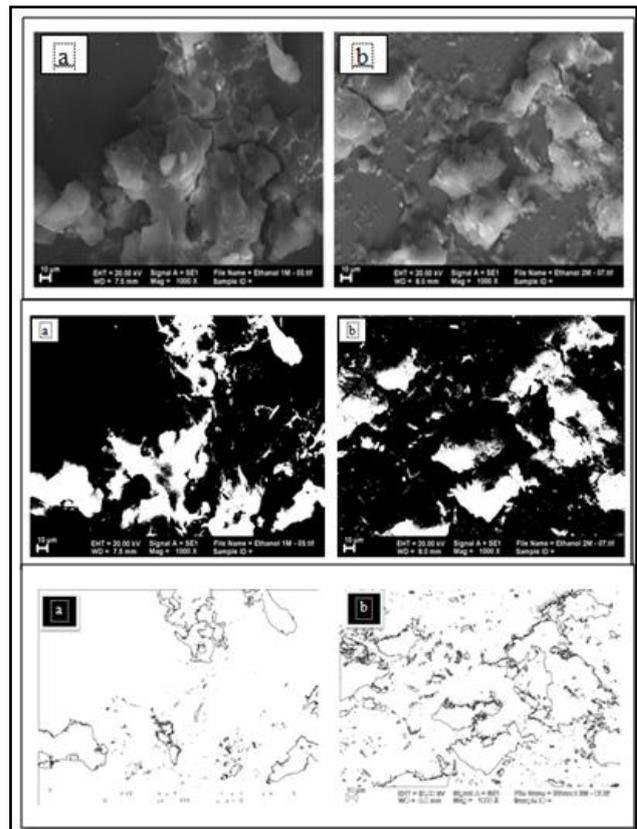
diatas sudah bersifat hidrofobik, karena sudah membentuk sudut $> 90^{\circ}$. Apabila sudut yang terbentuk $< 90^{\circ}$ bersifat hidrofilik.

Tabel 2 Hasil Uji Tetes pada Sampel

Volume TMCS (ml)	Ethanol 1 M	Ethanol 2 M
TMCS 0		
TMCS 15		
TMCS 25		

Pada kaca preparat biasa yang ditetesi air bentuknya tidak bulat dan sudutnya 0° . Dan pada sampel silika aerogel yang menggunakan ethanol 1 M dengan perendaman TMCS 15 mL dan 25 mL didapat sudut kontak sebesar $107,3^{\circ}$ dan $102,5^{\circ}$. Sedangkan pada silika aerogel yang menggunakan ethanol 2 M dengan perendaman TMCS 15 mL dan 25 mL diperoleh sudut sebesar $112,5^{\circ}$ dan $110,1^{\circ}$. Dari hasil inilah dapat kita ketahui bahwa sampel diatas sudah bersifat hidrofobik, karena sudah membentuk sudut $> 90^{\circ}$ (Nugroho.2015). dapat disimpulkan bahwa apabila sudut yang terbentuk $< 90^{\circ}$ bersifat hidrofilik.

Pengujian FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsional pada sampel. Pada rentang bilangan gelombang 1000-1500 muncul penyerapan pada silika yang perendaman larutan pemodifikasi sebanyak 15 mL dan 25 mL menunjukkan terbentuknya gugus siloksan Si-O-Si, hal ini TMCS (*Tetramethylchlorosilane*) dengan gugus hidroksil silika sudah membentuk jembatan siloksan. Muncul penyerapan pada silika dengan perendaman 15 mL TMCS (*Tetramethylchlorosilane*) pada daerah $848,5\text{ cm}^{-1}$ dan pada daerah $964,6\text{ cm}^{-1}$ dengan perendaman sebanyak 25 mL TMCS (*Tetramethylchlorosilane*) menunjukkan terbentuknya gugus Si-C yang mengindikasikan bahwa gugus metil telah terikat dengan struktur silika (Rusdiarso Bambang dkk, 2008).

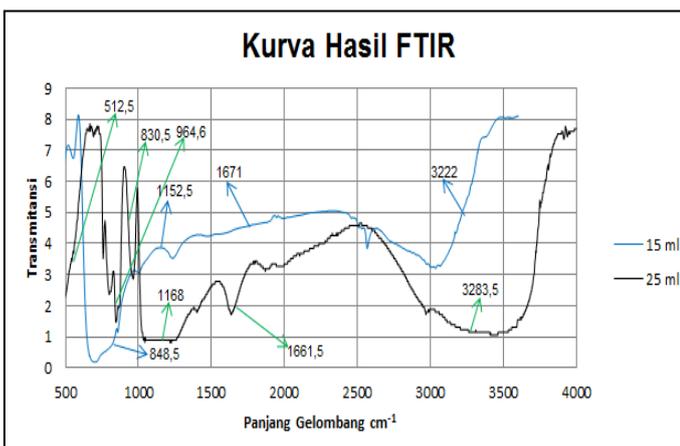


Gambar 2 Morfologi, thresold dan Outline silika aerogel dengan ethanol 1 M dan 2 M TMCS 25 mL

Tabel 3 hasil analisis perhitungan diameter partikel menggunakan software *Image-J*

Variasi	Luas permukaan (nm ²)			Diameter (nm)		
	Min	Mak	Rata-rata	Min	Mak	Rata-rata
Ethanol 1 M	0,008	4651	5,023	0,100	76,972	2,529
Ethanol 2 M	0,008	0,992	0,041	0,100	1,124	0,230

Setelah menggunakan menggunakan software *Image-J* dapat diketahui Luas permukaan dan diameter dari sampel tersebut seperti yang tertera pada Tabel 3 diatas. Dimana dapat diketahui bahwa luas permukaan minimal, maksimal dan rata-rata silika aerogel dengan



Gambar 1 Kurva Hasil Pengujian dengan FTIR

ethanol 1 M dan perendamanan TMCS (*Tetramethylchlorosilane*) sebanyak 25 mL sebesar 0,008 nm², 4651 nm² dan 5,023554 nm². Untuk nilai diameter minimal, maksimal dan rata-rata sebesar 0,100951 nm, 76,97299 nm dan 2,52971 nm. Adapun Nilai untuk luas permukaan minimal, maksimal dan rata-rata silika aerogel dengan ethanol 2 M dan perendamanan TMCS (*Tetramethylchlorosilane*) sebanyak 25 mL sebesar 0,008 nm², 0,992 nm² dan rata-rata sebesar 0,041608 nm². Sedangkan nilai diameter minimal, maksimal dan rata-rata sebesar 2,181,567 nm, 159,249 nm dan rata-rata sebesar 25,365,93 nm.

PENUTUP

Simpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat diketahui bahwa penambahan larutan modifikasi agen sililasi yaitu TMCS (*Tetramethylchlorosilane*) lebih efektif untuk mensintesis silika aerogel menggunakan metode sol-gel dengan pengeringan tekanan ambien. Silika aerogel dengan menggunakan 1 M dengan TMCS 25 mL didapat ukuran 2,52971 nm. Sedangkan pada sampel silika dengan menggunakan 2 M dengan TMCS 25 mL didapat ukuran 0,230225 nm. Menghitung sudut kontak pada lapisan kaca yang sudah dispin *coating* dengan cara meneteskan air pada permukaan kaca.. Dimana sudut yang terbentuk dari ethanol 1 M dan 2 M sebesar 112,5^o dan 110,1^o. Sehingga dapat dikatakan bahwa penambahan larutan agen sililasi dalam hal ini TMCS (*Tetramethylchlorosilane*) berpengaruh terhadap sifat hidrofobik.

Saran

Penggunaan volume TMCS (*Tetramethylchlorosilane*) ditambah untuk menghasilkan sudut kontak yang lebih besar. 2. Untuk mengukur sudut kontak ketika mendokumentasikan hasil tetesan diambil dari posisi samping supaya lebih mudah untuk menghitung sudut tersebut.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kepada pihak yang telah membantu proses penelitian ini. Terima kasih kepada Operator Lab Energi ITS, Operator Lab. Terpadu UNESA . Untuk teman-teman Fisika Material 2012 Uneversitas Negeri Surabaya yang telah banyak membantu dan mendukung penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Benny, F. R. (2012). Sintesis Nanopartikel SiO₂ Menggunakan Metode Sol-Gel dan Aplikasinya Terhadap Aktivitas Stotoksik. jurnal Nanoteknologi
- Dorrcheh, A. S. (2007). Silica Aerogel Synthesis, Properties and Characterization. journal of material processing technology , 10-26
- Hamidah N., Meta F.R., Heru S., Samsudin A., (2012). Pelapisan Hidrofobik pada Kaca Melalui metode Sol -Gel dengan Precursor Waterglass.JURNAL TEKNIK POMITS.1-4.
- Nafikah fifi, r. t. (2013). Pengaruh Temperatur Penggantian Pelarut Terhadap Hidrofobilitas Aerogel Silika. kimia student journal , 112-118.
- Nizar A. 2016. Sintesis Dan Karakterisasi Silika Aerogel Berbasis Teos (Tetraethylorthosilicate) Menggunakan Metode Sol-Gel. Surabaya. 2016.
- .P. H. Tewari, A. J. (1985). Ambient Temperature Supercritical Drying Of Transparent Silica Aerogel . material letters , 363-367.
- Parale, V. G. (2012). Wettability Stufy of Surface Modified Silica Aerogels with Different Silylating Agents. J. Sol-Gel Sci Technol .
- Soleimani D, A. M. (2008). Silica Aerogel; Synthesis Properties And Characterization. journal of materials processing technologi , 10-26.
- Tadjarodia A., Marzieh H., Vahid M., Masoud R., (2013), Synthesis and Characterization of Hydrophobic Silica Aerogel by Two Step(Acid-Base) Sol-Gel Process. Journal of nanostruktire.
- Ummah, I. L. (2012). Sintesis Silika Gel Menggunakan Metode Sol-Gel Dan Aplikasinya Terhadap Absorpsi Kelembaban Udara. 0-216.