

Sintesis Nanopartikel SiO_2 Menggunakan Metode Sol – Gel dengan Variasi Lama Waktu Kalsinasi

Aditya Wahyu Prasajo^{1,*}, Gerald Adityo Pohan¹

¹ Program Studi Teknik Mesin S1 Institut Teknologi Nasional Malang

Kata kunci

Nanopartikel SiO_2
Sol – Gel
Variasi lama waktu

ABSTRAK

Nanopartikel SiO_2 memiliki peran penting dimasa sekarang ini. Nanopartikel banyak digunakan sebagai *filler*, penyerapan gas yang tepat untuk memperbaiki lingkungan sekitar, serta dapat membantu mempercepat adanya reaksi kimia yang berbeda. Teknik sol-gel merupakan teknik umum untuk membuat nanopartikel silika, yang melibatkan dua reaksi yang terjadi secara bersamaan yaitu, hidrolisis simultan dan reaksi kondensasi logam alkoksida. Kenaikan lama waktu penahanan pada proses kalsinasi dapat mengakibatkan peningkatan pada konsentrasi fase konduktif. Maka dilakukan penelitian pembuatan nanopartikel SiO_2 dengan TEOS sebagai prekursor atau bahan utama, Asam Asetat CH_3COOH dan Aquades sebagai katalisator dan Ethanol sebagai pelarut dan juga pembersih, dan dilakukan pengujian SEM juga FTIR. Penelitian ini dilakukan dengan variasi lama waktu kalsinasi 60 menit, 90 menit dan 120 menit. Maka rata – rata ukuran yang didapatkan dari hasil penelitian pada waktu 60 menit berukuran 46,38 nm, 90 menit berukuran 77,04 nm, 120 menit 84,26 nm.

* Corresponding author:

Aditya Wahyu Prasajo (email: adityaprasajo411@gmail.com)

Diterima: 15 Agustus 2024

Disetujui: 22 September 2024

Dipublikasikan: 31 Oktober 2024

1 Pendahuluan

Nanopartikel SiO_2 memiliki peran penting dimasa sekarang ini. Nanopartikel banyak digunakan sebagai *filler*, penyerapan gas yang tepat untuk memperbaiki lingkungan sekitar, serta dapat membantu mempercepat adanya reaksi kimia yang berbeda [5]. Nanopartikel dapat diartikan partikel padat (partikel dispersi) yang memiliki ukuran 10-1000 nm [7]. Terdapat beberapa macam cara untuk mensintesis nanopartikel SiO_2 .

Ada beberapa metode untuk mensintesis nanopartikel SiO_2 . Terdapat sejumlah metode yang telah disampaikan untuk sintesis nanopartikel SiO_2 , yaitu kondensasi uap kimia, pelepasan busur, reaksi plasma-logam hidrogen, dan pirolisis laser pada fase uap, mikroemulsi, hidrotermal, proses sol – gel [1].

Metode Sol – gel memiliki beberapa keunggulan. Metode Sol – gel memiliki beberapa keunggulan. Keunggulan seperti proses dapat dilakukan suhu rendah, prosesnya yang dapat terbilang relatif mudah, mudah untuk diaplikasikan pada segala kondisi, produk akhir yang dihasilkan memiliki tingkat kehomogenan dan kemurnian yang tinggi. Pada Proses sol – gel memiliki biaya yang tidak mahal dan memiliki produk xerogel silika yang tidak beracun [6].

Pengaruh kalsinasi pada benda uji tergantung pada lama waktu yang dilakukan. Kenaikan lama waktu penahanan pada proses kalsinasi dapat mengakibatkan peningkatan pada konsentrasi fase konduktif [3]. Lama waktu kalsinasi juga dapat mempengaruhi derajat kristalinitas dan ukuran kristal [2]. Lama waktu kalsinasi juga dapat mempengaruhi struktur atau pun bentuk permukaan pada benda uji.

2 Metode Penelitian

Pembuatan spesimen dilakukan menggunakan alat yang meliputi Cawan Krusibel, Gelas Ukur, Pipet, Mortar dan Alu, *Magnetic Stirrer*, *Hot Plate Stirrer*. Serta bahan yang digunakan ialah TEOS (Tetraethyl Orthosilicate) sebagai prekursor, Aquades sebagai pelarut.

Tabel 1 Bahan		
No	BAHAN	Jumlah
1	TEOS	9 ml
2	Asam Asetat	18 ml
3	Aquades	3,1 ml
4	Ethanol 96%	10 ml

Proses pembentukan sol adalah proses dimana pencampuran semua bahan dengan ukuran yang sudah ditentukan. Proses sol juga bisa di sebut dengan proses hidrolisis atau dekomposisi air, Dekomposisi memiliki arti bahwa senyawa yang kompleks berubah menjadi senyawa yang lebih sederhana [10]. Proses ini dilakukan pada Gelas Ukur yang diletakkan diatas *Magnetic Stirrer* dan *Hot Plate Stirrer*, kemudian diputar dengan kecepatan 350 rpm selama 120 menit dengan suhu $\pm 60^{\circ}\text{C}$. Setelah proses ini yang awalnya berbentuk cair yang berubah menjadi padat dan dapat di sebut dengan proses pembentukan gel.

Setelah terbentuknya larutan menjadi gel dilakukannya proses *aging* atau proses penuaan. Proses *aging* adalah tahapan penting pada sintesis silika gel karena mempengaruhi karakteristik silika gel yang meliputi ukuran pori, volume pori dan juga luas permukaan [4]. pada proses ini dilakukan dengan mendinginkan gel selama 1 hari.

Proses *drying* dilakukan untuk mengeringkan gel yang semula masih sedikit basah agar gel menjadi kering. Proses ini dilakukan menggunakan alat yaitu oven listrik dengan suhu $\pm 110^{\circ}\text{C}$ dengan waktu selama 6 jam.



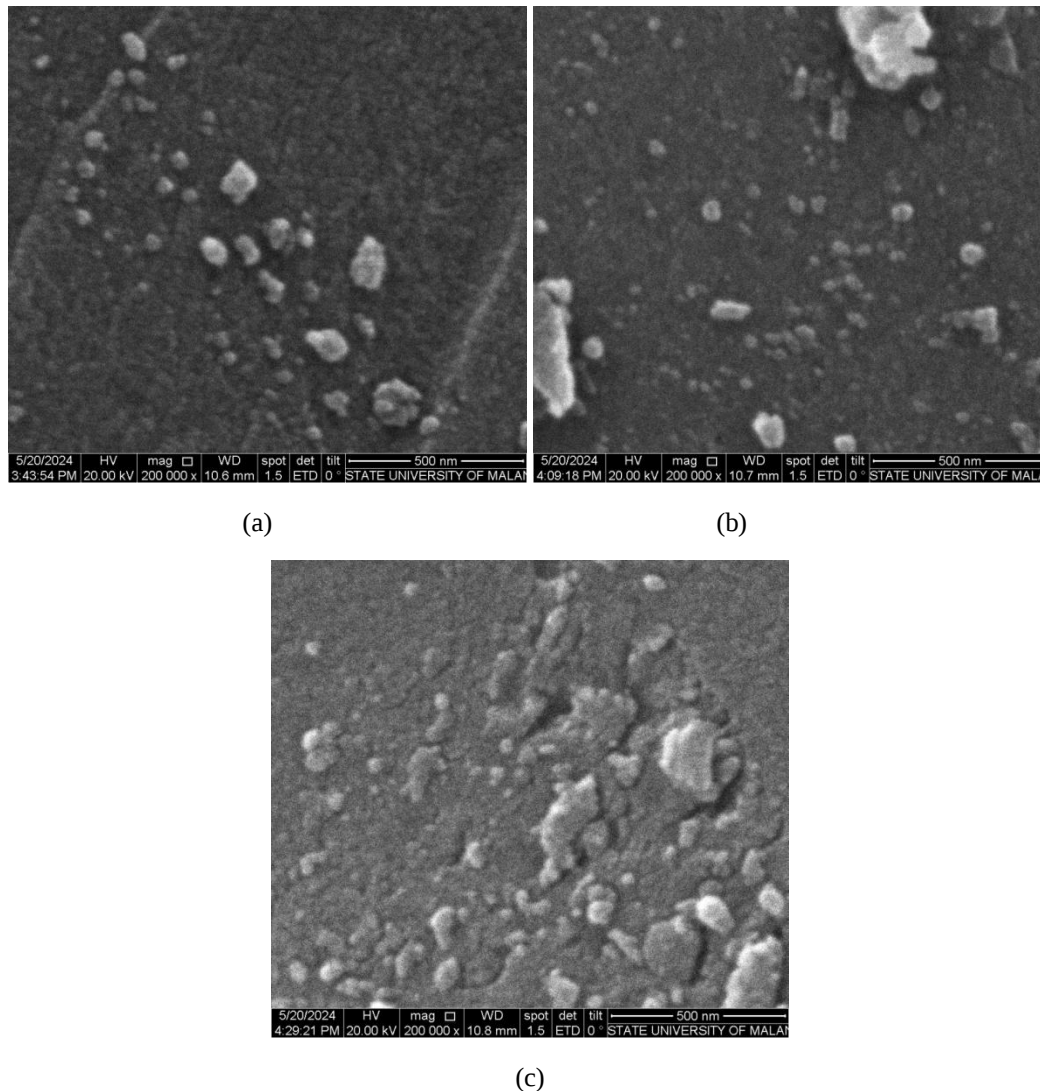
Gambar 1. Proses Sol – Gel

Proses Kalsinasi adalah proses yang dilakukan dengan furnace. Furnace adalah alat yang dapat mengeluarkan panas dengan suhu yang tinggi. Melakukan proses kalsinasi dengan memvariasikan lama waktu tahan sebesar 60 menit, 90 menit, dan juga 120 menit, dengan suhu yang tetap $\pm 600^{\circ}\text{C}$.

3 Hasil dan Pembahasan

3.1 Morfologi partikel

Untuk mengetahui bentuk morfologi pada partikel dilakukan dengan cara melalui pengujian SEM (*Scanning Electron Microscope*). Dengan pembesaran sebesar 200.000x pada pengujian SEM ini maka didapatkan seperti pada gambar 2. Morfologi partikel memiliki bentuk yang berbeda – beda pada setiap hasil variasi lama waktu kalsinasi.



Gambar 2 variasi waktu (a) 60 menit, (b) 90 menit, (c) 120 menit

3.2 Ukuran partikel

Didapatkan bermacam ukuran nanopartikel yang berbeda setelah memvariasikan lama waktu tahan pada proses kalsinasi yakni 60 menit, 90 menit, dan 120 menit. Pada tabel 2 menunjukkan bahwa semakin lama waktu kalsinasi maka ukuran nanopartikel akan semakin besar. Dengan rata – rata hasil partikel 46,38 nm pada waktu 60 menit, 77,04 nm pada waktu 90 menit, dan 84,26 nm pada waktu 120 menit.

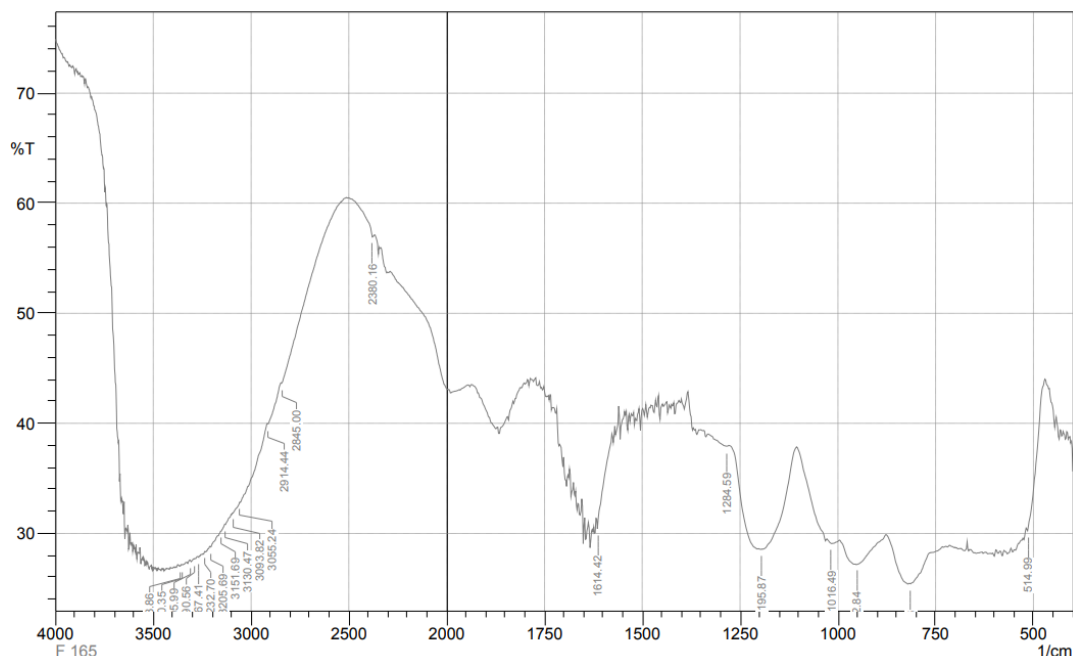
Tabel 2

Partikel	Ukuran Partikel Variasi Waktu		
	60 menit	90 menit	120 menit
1	48,2 nm	64,6 nm	82 nm
2	45,6 nm	59,6 nm	103,9 nm
3	42 nm	119,6 nm	78,9 nm
4	49,3 nm	67,8 nm	91,5 nm

5	46,8 nm	73,6 nm	64 nm
Rata – rata	46,38 nm	77,04 nm	84,26 nm

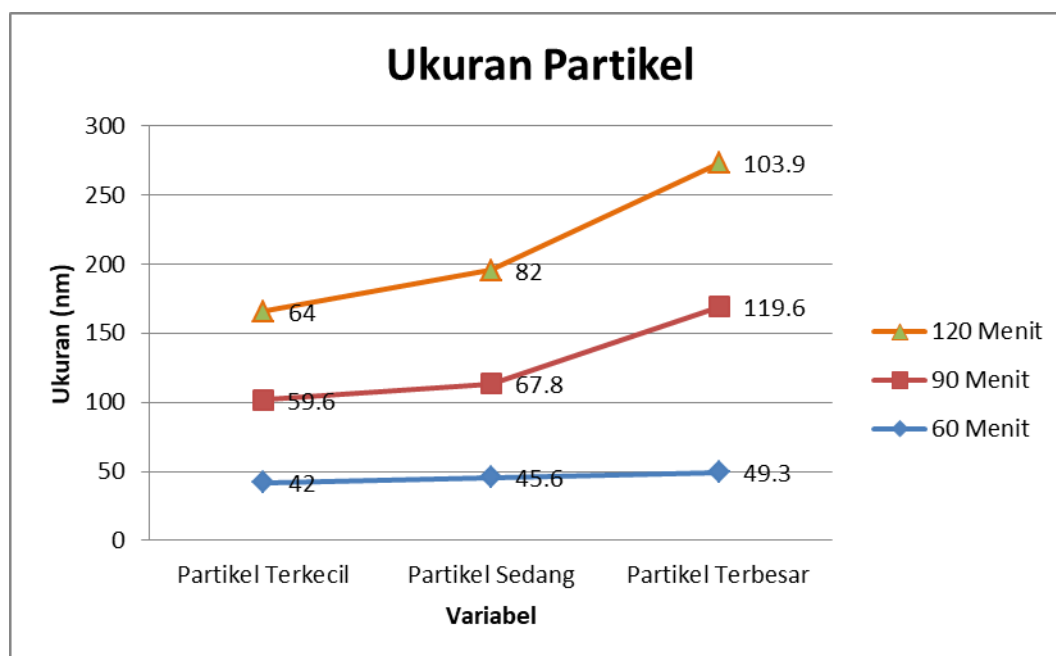
3.3 Hasil FTIR

Untuk mengetahui senyawa yang terdapat pada partikel maka dilakukan pengujian FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*) pada penelitian ini didapatkan grafik FTIR yang dapat di gunakan untuk mengetahui ikatan gugus fungsi yang terdapat pada partikel. Terdapat beberapa puncak gelombang yang dapat digunakan untuk mengetahui ikatan gugus fungsi pada partikel SiO₂



Gambar 3 grafik FTIR

3.4 Pembahasan



Gambar 4 Ukuran partikel terhadap variari waktu kalsinasi

Pada gambar grafik diatas menunjukkan hubungan variasi lama waktu kalsinasi terhadap ukuran nanopartikel. Untuk lama waktu 60 menit rata – rata partikel dapat berukuran sebesar 46,38 nm dengan ukuran partikel terkecil, sedang, dan terbesar secara berurutan adalah 42 nm, 45,6 nm, 49,3 nm. lama waktu 90 menit

rata – rata partikel berukuran sebesar 77,04 nm dengan ukuran partikel terkecil, sedang, dan terbesar secara berurutan adalah 59,6 nm, 67,8 nm, 119,6 nm, dan untuk lama waktu 120 menit rata – rata partikel berukuran sebesar 84,26 nm dengan ukuran partikel terkecil, sedang, dan terbesar secara berurutan adalah 64 nm, 82 nm, 103,9 nm. Maka jika dilihat dari grafik ukuran partikel akan lebih kecil jika waktu kalsinasi yang diberikan lebih sedikit atau lebih cepat, sebaliknya partikel akan lebih besar jika waktu kalsinasi yang diberikan lebih banyak atau lebih lama. Hal ini dapat terjadi karena ketika proses kalsinasi atau proses pemanasan menggunakan furnace, molekul air akan melakukan penguapan dan akan meninggalkan ruang kosong maka partikel akan lebih condong beraglomerasi. [8]. Aglomerasi adalah proses menggumpalnya material halus menjadi material yang lebih besar material halus tersebut saling bergabung [9]. Maka semakin kecil ukuran kristal dapat mempermudah penyebaran komposit dalam campuran cat seperti penelitian yang dilakukan oleh [11].

Untuk hasil FTIR pada titik yang berada di puncak, untuk bagian functional group region puncak gelombang terdapat pada 3363,86 cm⁻¹ sampai 2845 cm⁻¹ maka terdapat gugus senyawa O – H, yang juga merupakan vibrasi ulur dari Si – OH dikarenakan adanya kandungan alkohol. Pada bagian fingerprint region puncak gelombang terdapat pada 1614,42 cm⁻¹ menunjukkan adanya vibrasi tekuk dengan gugus senyawa C = C yang mengandung alkena. Terdapat puncak gelombang pada 1016,49 cm⁻¹ sampai 1195,87 cm⁻¹ terdapat senyawa C – O yang mengandung alkohol. Pada puncak serapan terakhir pada daerah 514,99 cm⁻¹ – 952,8 cm⁻¹ terdapat vibrasi ulur C-H alkena dari Si – H.

4 Kesimpulan

Pada penelitian ini didapatkan partikel berukuran nano yang di variasikan pada waktu tahan proses kalsinasi. Didapatkan morfologi partikel yang memiliki bentuk berbeda – beda, serta ukuran partikel yang juga berbeda – beda. Untuk rata – rata ukuran partikel pada waktukalsinasi selama 60 menit berukuran 46,38 nm, 90 menit berukuran 77,04 nm, 120 menit 84,26 nm. Semakin tinggi waktu tahan yang diberikan pada proses kalsinasi maka akan semakin besar ukuran partikel, hal ini di sebabkan karena terjadinya aglomerasi pada partikel.

5 Referensi

- [1] A. Kargari, A. Tavakoli, M. Sohrabi (2007), Chem . Pap. 61, 151.
- [2] Chabib, M. A. (2017). Pengaruh Lama Kalsinasi pada Sintesis Senyawa Pigmen Hematit (α -Fe₂O₃) dari Limbah Industri Kerajinan Besi dengan Metode Rute Presipitasi-Kalsinasi. *Angewandte Chemie International Edition*, 6(11), 951- 952
- [3] Efhana, D. P., & Zainuri, M. (2014). Pengaruh Variasi Waktu Penahanan Proses Kalsinasi Terhadap Prekursor Bahan Katoda Lithium Ferrophosphate (LFP). *Jurnal Sains dan Seni ITS*, 3(2), B118-B122.
- [4] Letaief, N., Lucas-Girot, A., Qudadesse, H., Meleard, P., Pott, T., Jelassi, J., and DorbezSridi, R. 2014. Effect of Aging Temperature on The Structure, Pore Morphology and Bioactivity of New Sol–Gel Synthesized Bioglass. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 402, 194–199
- [5] Mabena, L.F., Sinha Ray, S., Mhlana, S.D., Coville, N.J., (2011). Nitrogen-doped carbon nanotubes as a metal catalyst support. *Appl. Nanosci.* 1, 67–77
- [6] M. F. Zawrah, A.A. El-Kheshen and H. M.Abd-ElAali. (2009) “Facile and economic synthesis of silica nanoparticles”. *Journal of Ovonic Research*, vol.5, no.5, pp.129-133,
- [7] Mohanraj, V. J. and Y Chen (2006). Nanoparticles. *Tropical Journal of Pharmaceutical Research* 5 : h. 561-573.
- [8] Pambudi, D. R. S., & Zainuri, M. (2016). Pengaruh Waktu Tahan Proses Kalsinasi Prekursor Silika sebagai Material Pelapis Hidrofobik. *Jurnal Sains dan Seni ITS*, 5(2).
- [9] Sharfina, E., Nuryanto, R., & Putra, T. Y. S. P. (2015). Pengaruh Variasi Waktu Milling terhadap Karakter Produk Sintesis LiMn₂O₄ dengan Reaksi Padat Padat. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 18(1), 7-1
- [10] Shih, Y. H., & Lin, C. H. (2012). Effect of particle size of titanium dioxide nanoparticle aggregates on the degradation of one azo dye. *Environmental Science and Pollution Research*, 19, 1652-1658.
- [11] Sulistyono, A., Wahyuni, S., & Kasmui, K. (2018). Sintesis dan Karakterisasi TiO₂ (nanorod)-SiO₂ dan Aplikasinya Dalam Cat Akrilik. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 7(1), 56-63