



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

skripsi

disajikan sebagai salah satu syarat  
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains  
Program Studi Kimia

oleh

Arie Ardiansyah

4311409038

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG  
2015**

## PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa skripsi ini bukan hasil plagiat, dan apabila dikemudian hari terbukti terdapat plagiat dalam skripsi ini, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai ketentuan perundang-undangan. Adapun kesamaan isi itu sudah mengikuti kaidah pengutipan yang benar.



Semarang, 23 Februari 2015

Arie Ardiansyah  
4311409038

## **PERSETUJUAN PEMBIMBING**

Skripsi ini telah disetujui oleh pembimbing untuk diajukan ke Sidang Panitia Ujian Skripsi Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.

Semarang, 23 Februari 2015

Pembimbing



Ir. Sri Wahyuni, M.Si.  
NIP 196512281991022001

## PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul

**Sintesis Nanosilika dengan Metode Sol-gel dan Uji Hidrofobitasnya pada  
Cat Akrilik**

disusun oleh


Nama : Arie Ardiansyah

NIM : 4311409038

telah dipertahankan di hadapan Panitia Ujian Skripsi FMIPA UNNES pada tanggal 2  
Maret 2015.




Panitia:  
Ketua

  
Prof. Dr. Wiyanto, M.Si.  
NIP 196310121988031001

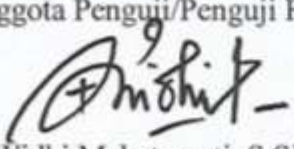
Sekretaris

  
Dra. Woro Sumarni, M.Si.  
NIP 196507231993032001


Ketua Penguji

  
Ella Kusumastuti, S.Si., M.Si.  
NIP 198212142009122004

Anggota Penguji/Penguji Pendamping

  
F. Widhi Mahatmanti, S.Si., M.Si.  
NIP 196912171997022001

Anggota Penguji/Pembimbing

  
Ir. Sri Wahyuni, M.Si.  
NIP 196512281991022001

## **PERSEMBAHAN**

Untuk Ayah dan Ibuku tersayang

Kakakku Chandra Setiawan

Adik-adikku Dewi, Aji, Winda, Heksa

Fika, Antik, Dewangga, Hani, Aulia,

Ika, Makhmud, Noviana, Farisya

## **MOTTO**

Ambil sebuah keputusan dan jangan pernah menyesalinya.

Barangsiapa mencintai karena Allah, membenci karena Allah, memberi karena Allah,  
dan menahan pemberian karena Allah, berarti imannya telah sempurna.

## **PRAKATA**

Segala puji bagi Alloh, Rabb semesta alam yang telah melimpahkan berbagai kenikmatan ilmu bagi seluruh manusia bahkan sampai dengan pengetahuan tentang partikel-partikel terkecil skala nanometer sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “Sintesis Nanosilika dengan Metode Sol-gel dan Uji Hidrofobitasnya pada Cat Akrilik”. Penulis sampaikan ucapan terima kasih kepada berbagai pihak yang telah membantu dalam proses penyusunan skripsi ini. Penulis sampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang, Prof. Dr. Wiyanto, M. Si.
2. Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang, Dra. Woro Sumarni, M. Si.
3. Ibu Ir. Sri Wahyuni, M. Si. sebagai dosen pembimbing yang telah memberikan arahan, motivasi, dan bimbingan dalam proses mengerjakan skripsi
4. Ibu Ella Kusumastuti, S. Si., M. Si. sebagai penguji yang telah memberikan masukan sampai menyelesaikan skripsi ini
5. Ibu F. Widhi Mahatmanti, S. Si., M. Si. sebagai penguji yang telah memberikan masukan sampai menyelesaikan skripsi ini
6. Sahabat-sahabat terbaik selama menempuh kuliah, Fika, Antik, Dewangga, dan Hani

7. Semua pihak yang telah membantu dan memberi motivasi dalam penyelesaian skripsi ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca dan semua pihak yang membutuhkan dikemudian hari.

Semarang, 23 Februari 2015

Penulis



## ABSTRAK

Ardiansyah, Arie. 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. Pembimbing Ir. Sri Wahyuni, M. Si.

Kata kunci: nanosilika, sol-gel, hidrofobitas, cat akrilik

Nanopartikel silika merupakan salah satu nanomaterial yang pemanfaatannya sangat luas karena beberapa kekhasan yang dimilikinya. Metode sol-gel merupakan alternatif yang baik untuk sintesis nanopartikel silika, karena mampu menyesuaikan struktur geometri dan ukuran partikel. Reaksi hidrolisis dan kondensasi adalah dasar untuk memproduksi jaringan anorganik sampai bercampurnya polimer dengan katalis asam atau basa.  $\text{NH}_3$  sebagai katalis digunakan untuk menghasilkan nanopartikel silika sferik yang halus, seragam, dan homogen dengan ukuran dari 20 sampai 100 nm. Konsentrasi katalis ( $\text{NH}_3$ ) sangat berpengaruh terhadap ukuran partikel silika. 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  $\text{NH}_3$ , semakin meningkatkan ukuran partikelnya. Nanopartikel hasil sintesis dikarakterisasi dengan TEM, kemudian uji hidrofobitas dilakukan pada aplikasi nanosilika yang dicampurkan dengan cat akrilik dengan pengukuran sudut kontak. Ukuran rata-rata partikel yang dihasilkan adalah 13,36 nm, 15,01 nm, dan 50 nm. Penambahan PVA pada sintesis nanosilika menyebabkan nanosilika tidak terjadi aglomerasi. 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 rata-rata adalah  $29,98^\circ$ ,  $45,18^\circ$ ,  $55,83^\circ$ , dan  $66,73^\circ$  dan  $95,63^\circ$ . Sudut kontak tersebut menunjukkan hidrofobitas cat yang meningkat dengan perbandingan nanosilika:cat pada 1:10, 1:20, 1:30, dan 1:50.

## ABSTRACT

Ardiansyah, Arie. 2015. Nanosilica Synthesis With Sol-gel Method and Hydrophobicity Test at Acrylic Paint. Final Project, Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, State University of Semarang. Main Supervisor Ir. Sri Wahyuni, M.Si.

Keywords: nanosilica, sol-gel, hydrophobicity, acrylic paint

Silica nanoparticles 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. Hydrolysis and condensation reaction are base method to produce inorganic bond to mixed polymer with acid or base catalyst.  $\text{NH}_3$  as catalyst used to produce spherical silica nanoparticle which is smooth, uniform, and homogen from 20 to 100 nm. Catalyst concentration most influent to the silica particle size. The result of nanosilica synthesis with sol-gel method variate on molar ratio  $\text{NH}_3/\text{TEOS}$  at 0.03, 0.20, and 0.40 showed that more high catalyst concentration increase size particle. Synthetic nanoparticle characterized by TEM then hydrophobicity analyzed applied on acrylic paint measuring contact angle. The results showed particle size are 13.36 nm, 15.01 nm, and 50 nm. Addition of PVA on the nanosilica didn't cause an occurred of agglomeration. Measurement of contact angle on acrylic paint without an addition and with the addition nanosilica has shown more increasing result of the variaton number of paint. The result of contact angle test are  $29.98^\circ$ ,  $45.18^\circ$ ,  $55.83^\circ$ ,  $66.73^\circ$ , and  $95.63^\circ$ . The result shows that the hydrophobicity of paint was increase with ratio nanosilica:paint are 1:10, 1:20, 1:30, and 1:50.

# DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
PERNYATAAN.....	ii
PERSETUJUAN PEMBIMBING.....	iii
PENGESAHAN.....	iv
PERSEMBAHAN.....	v
MOTTO.....	vi
PRAKATA.....	vii
ABSTRAK.....	ix
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xiii
DAFTAR TABEL.....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1    Latar Belakang.....	1
1.2    Rumusan Masalah.....	4
1.3    Tujuan Penelitian.....	4
1.4    Manfaat Penelitian.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1    Nanopartikel Silika.....	5
2.2    Tetraethylorthosilicate sebagai Prekursor Nanosilika.....	6
2.3    Metode Sol-gel.....	7
2.4    Polivinil Alkohol.....	9

2.5	NH <sub>3</sub> Sebagai Katalis.....	10
2.6	Karakterisasi.....	11
2.6.1	Analisis Ukuran Nanosilika dengan Transmission Electron Microscopy.....	11
2.6.2	Analisis Hidrofobisitas dengan Sudut Kontak.....	12
BAB III METODE PENELITIAN.....		14
3.1	Lokasi Penelitian.....	14
3.2	Variabel Penelitian.....	14
3.3	Alat dan Bahan.....	15
3.4	Prosedur Penelitian.....	16
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....		19
4.1	Sintesis Nanosilika.....	19
4.1.1	Sintesis Nanopartikel Silika Dengan Metode Sol-gel.....	19
4.1.2	Sintesis Nanosilika Dengan Penambahan PVA.....	21
4.2	Karakterisasi Nanosilika.....	22
4.2.1	Penentuan Ukuran Partikel dan Morfologi Nanosilika dengan TEM.....	22
4.3	Aplikasi Nanosilika Pada Cat Akrilik.....	25
4.3.1	Penambahan Nanosilika pada Cat Akrilik.....	25
4.3.2	Pengukuran Sudut Kontak.....	26
BAB V PENUTUP.....		29
5.1	Kesimpulan.....	29
5.2	Saran.....	30
DAFTAR PUSTAKA.....		31
LAMPIRAN.....		35

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1 Struktur Kimia <i>Tetraethylorthosilicate</i> .....	7
2.2 Struktur Kimia Polivinil Alkohol.....	10
2.3 Ilustrasi Sudut Kontak yang Terbentuk Antara Cairan dan Padatan.....	13
4.1 a) Hasil Sintesis Nanosilika Molar Rasio $\text{NH}_3/\text{TEOS}$ 0,20	
b) Hasil Sintesis Nanosilika.....	22
4.2 Hasil Karakterisasi TEM Nanosilika Dengan Variasi Molar Rasio $\text{NH}_3/\text{TEOS}$	
a) 0,03 b) 0,20 c) 0,40.....	22
4.3 Hasil Karakterisasi TEM Nanosilika dengan Penambahan PVA.....	23
4.4 Grafik Peningkatan Ukuran Rata-rata Partikel Silika.....	24
4.5 Grafik Peningkatan Sudut Kontak.....	27

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
4.1 Ukuran Nanosilika Hasil Analisis dengan TEM.....	23
4.2 Ukuran Nanosilika-PVA Hasil Analisis dengan TEM.....	23
4.3 Hasil Pengukuran Sudut Kontak Nanosilika:cat akrilik.....	26

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran		Halaman
1	Skema Kerja.....	35
2	Perhitungan.....	37
3	Gambar Karakterisasi Nanosilika menggunakan TEM.....	40
4	Gambar Uji Sudut Kontak.....	42
5	Tabel Hasil Pengukuran Sudut Kontak.....	47

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1. Latar Belakang**

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).

Nanoteknologi dan teknik nano ada untuk menghasilkan karya ilmiah yang signifikan dan perkembangan teknologi dalam bidang yang bermacam-macam termasuk dalam dunia kedokteran dan fisiologi. Nanoteknologi memiliki dampak potensial langsung yang berasal dari skala spasial dan temporal dengan mempertimbangkan: material-material dan segala perlengkapan pada skala nanometer untuk memanipulasi kontrol pada molekul pemilih individu dan atom dalam penyusunan menjadi bentuk substrat makroskopik (Silva, 2004).

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).

Polivinil alkohol (PVA) merupakan salah satu jenis bahan polimer yang relatif murah dan tidak toksik. PVA juga merupakan polimer sintetik yang menarik karena sifatnya yang larut dalam air dan biokompatibel, dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan hidrogel sebagai matriks untuk mengendalikan pelepasan obat sebelum obat tersebut dilepaskan kembali (Rahman & Sumaryanto, 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.

Mekanisme metode sol-gel menggunakan silane organik sebagai prekursor, diawali dengan hidrolisis gugus fungsi, dilanjutkan dengan kondensasi gugus silanol. Mekanisme ini tentu saja lebih rumit dan mengandung reaksi paralel seperti kondensasi gugus organik dari prekursor. Pada kondisi awal, gugus hidroksil berperan sebagai katalis. Dengan mengontrol pH reaksi, memungkinkan untuk mengontrol ukuran partikel yang memiliki angka relatif pada saat hidrolisis dan kondensasi terjadi. Pada pH tinggi, kondensasi memiliki laju yang sangat cepat dibandingkan hidrolisis, inti yang lebih sedikit akan terbentuk dan reaksi akan lebih mudah terjadi penambahan monomer ke partikel yang lebih besar (Brinker & Scherer, 1990).

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 *methallysilane* 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).

Pada sintesis nanosilika dengan metode sol-gel beberapa parameter reaksi yang perlu diperhatikan, yaitu: pengaruh konsentrasi prekursor, konsentrasi katalis, jenis pelarut yang digunakan, dan lama waktu pematangan/*aging*. Berdasarkan latar belakang di atas, maka perlu diteliti tentang pengaruh konsentrasi katalis yang digunakan terhadap karakteristik hasil sintesis nanosilika dan pengaruh penambahannya pada cat akrilik dengan uji hidrofobisitas.

## **1.2. Rumusan Masalah**

Dalam penelitian ini dirumuskan permasalahan sebagai berikut:

- a. Bagaimana pengaruh perbandingan molar rasio  $\text{NH}_3/\text{TEOS}$  terhadap ukuran nanosilika?
- b. Bagaimana ukuran nanosilika yang disintesis dengan penambahan PVA?
- c. Bagaimana hasil uji hidrofobitas nanosilika pada aplikasi cat akrilik?

## **1.3. Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah:

- a. Mengetahui pengaruh perbandingan molar rasio  $\text{NH}_3/\text{TEOS}$  terhadap ukuran nanosilika
- b. Mengetahui hasil karakterisasi nanosilika yang disintesis dengan metode sol-gel yang dikombinasikan dengan PVA
- c. Mengetahui hasil uji hidrofobitas nanosilika pada aplikasi cat akrilik.

## **1.4. Manfaat Penelitian**

Manfaat dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

- a. Pengembangan nanosilika pada aplikasi nyata dalam kehidupan sehari-hari
- b. Aplikasi nanosilika pada cat akrilik menjadi bersifat hidrofob atau tahan terhadap air.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1. Nanopartikel Silika**

Nanopartikel silika merupakan silika yang dibuat dalam skala nano ( $10^{-9}$  m) yang saat ini penggunaannya pada bidang industri semakin meningkat. Kondisi ukuran partikel bahan baku yang diperkecil membuat produk memiliki sifat berbeda yang dapat meningkatkan kualitas. Pemanfaatan silika yang paling banyak digunakan dan komersial adalah sebagai bahan utama industri gelas dan kaca serta sebagai bahan baku pembuatan sel surya. Silika digunakan sebagai *filler* dalam pembuatan produk karet ban kendaraan untuk meningkatkan kinerja ban pada kondisi basah dan menambah keawetan ban serta mengurangi dampak gesekan antara jalan dengan permukaan ban (Siswanto *et al*, 2012).

Nanopartikel silika memiliki kestabilan yang baik, inert secara kimia, bersifat biokompatibel yang mampu bekerja selaras dengan sistem kerja tubuh, dan membentuk sperik tunggal (Fernandez, 2012). Nanopartikel silika telah terbukti penting dalam beberapa aplikasi bioteknologi dan biomedis seperti biosensor, pembawa obat, pelindung sel, agen pembeda pada *Magnetic Resonance Imaging* (MRI) dan ultrasound, dan alat terapi pada sistem pelepasan obat atau enzim (Neethirajen *et al*, 2009).

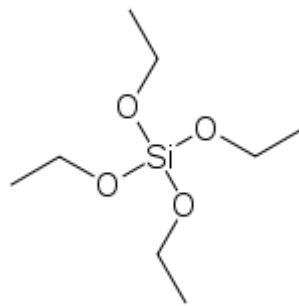
Sintesis nanosilika dapat dilakukan dengan 2 metode pendekatan utama, yaitu: *top-down* dan *bottom-up*. *Top-down* ditandai dengan mengurangi dimensi

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. Beberapa metode yang banyak digunakan untuk mensintesis nanopartikel silika diantaranya sol-gel, mikroemulsi terbalik dan sintesis api. Sol-gel secara luas digunakan untuk memproduksi silika murni karena kemampuannya untuk mengontrol ukuran partikel, distribusi ukuran dan morfologi melalui pemantauan sistematis parameter reaksi (Rahman & Padavettan, 2012). Sintesis nanopartikel silika menjadi penelitian yang sangat menarik perhatian dikarenakan potensinya dalam berbagai aplikasi di industri (peralatan elektronik, isolator, katalis, dll.) dan farmasi (enkapsulasi enzim, pengantar obat, dan penanda sel) (Jafarzadeh *et al*, 2009).

## **2.2. Tetraethylorthosilicate sebagai Prekursor Nanosilika**

*Tetraethylorthosilicate* (TEOS) merupakan bahan yang umumnya menggunakan logam alkoksida untuk mempermudah kondisi pada reaksi sol-gel. TEOS merupakan bahan utama dalam pembuatan nanopartikel silika, yang dalam sintesis akan dikontrol reaksi hidrolisis dan kondensasinya dengan proses Stöber dimana penelitian Stöber menggunakan alkohol/air untuk mengontrol hidrolisis dan kondensasi dari TEOS. Reaksi hidrolisis dan kondensasi dari TEOS dikatalis menggunakan amonia (Arjasa & Raharjo, 2012). 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 (Singh *et al*, 2011)

Konsentrasi prekursor (TEOS) sangat berpengaruh terhadap ukuran partikel dari silika. Ukuran partikel meningkat seiring kenaikan konsentrasi TEOS dimana konsentrasi amonia dan air adalah konstan (Fernandez, 2012). TEOS merupakan bahan yang sering digunakan karena merupakan logam alkoksida yang dapat mempermudah kondisi reaksi (Bandyopadhyay *et al*, 2006). Struktur TEOS ditampilkan pada Gambar 2.1



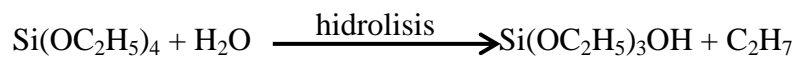
Gambar 2.1. Struktur Kimia *Tetraethylorthosilicate* (Xiao *et al*, 2011)

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 (Ibrahim *et al*, 2010).

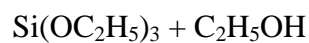
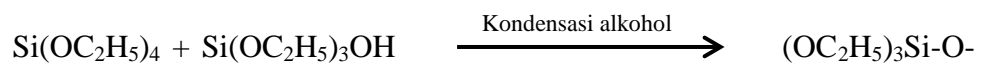
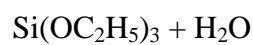
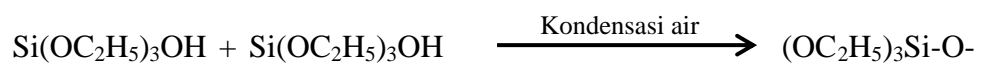
### 2.3. Metode Sol-gel

Metode preparasi yang sering digunakan pada sintesis nanomaterial berlapis dan berpori adalah metode sol-gel, interkalasi dan inklusi. Metode sol-gel adalah metode preparasi padatan dengan teknik temperatur rendah yang melibatkan transisi dari suatu sistem dengan partikel-partikel mikroskopik yang terdispersi dalam suatu cairan (sol) menjadi material makroskopik (gel) yang

mengandung cairan. Pada saat cairan menguap maka yang tertinggal adalah material keras seperti gelas. Sol-gel merupakan material amorf dan tidak memiliki dimensi pori yang seragam. Sintesis sol-gel umumnya meloalui tahap-tahap hidrolisis dan kondensasi (Wijaya, 2010). Reaksi hidrolisis:



reaksi kondensasi:



Hidrolisis molekul TEOS membentuk gugus silanol, sedangkan kondensasi antara gugus silanol dan gugus ethoxy membuat jembatan siloxane (Si-O-Si) yang membentuk silika seutuhnya (Rahman & Padavettan, 2012). Reaksi kondensasi berlangsung sangat cepat, sulit untuk dikendalikan dan reaksinya membentuk jaringan dimensi tiga atau partikel dengan ikatan tunggal. Kondensasi air berlangsung lebih cepat dibandingkan kondensasi alkohol (Arjasa & Raharjo, 2012).

Teknik sol-gel banyak dimanfaatkan untuk proses sintesis material, terutama memperlihatkan kemampuan, versatilitas, kemurnian, homogenitas, dan modifikasi sifat material dengan mengubah parameter sintesisnya (Zawrah *et al*, 2009). Penelitian tentang sol-gel yang telah ada menunjukkan bahwa proses sol-gel tidak hanya menghasilkan material yang homogen, tetapi juga sol-gel dapat

digunakan untuk sintesis berbagai macam material campuran antara organik dan anorganik (Bandyopadhyay *et al*, 2005)

Kondisi yang ringan ditawarkan proses sol-gel dengan membiarkan penggabungan prekursor polimer organik matrik membentuk materi hibrid. Tetapi sifat sukar larut, kehomogenan larutan polimer hanya dapat dihasilkan dengan menggunakan polimer tertentu saja. Kekurangan lain dari proses sol-gel terjadinya penyusutan dari xerogel karena berkurangnya pelarut, air eksek, dan pelepasan alkohol selama proses pengeringan (Hsu *et al*, 2001).

## **2.4. Polivinil Alkohol**

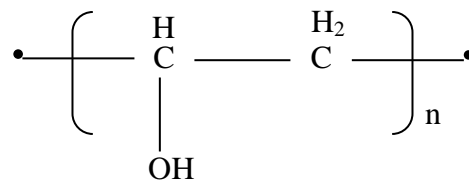
Polivinil alkohol (PVA) merupakan suatu kopolimer vinil alkohol yang tersusun dari komonomer unit vinil seperti ethylene atau propylene. Polivinil alkohol dihasilkan melalui proses hidrolisis (saponifikasi) dari vinil polimer asetat. Sintesis polivinil alkohol secara komersial melalui hidrolisis. Polivinil alkohol tidak bisa dibuat secara langsung karena polivinil alkohol merupakan bentuk enol yang tidak stabil dari asetildehida. Polivinil alkohol dihasilkan melalui hidrolisis dari polivinil asetat dengan menggunakan metanol (Sheftel, 2000).

Polimer mempunyai banyak kelas, akan tetapi polivinil alkohol adalah yang paling banyak dieksplorasi. Hal tersebut dikarenakan polivinil alkohol biokompetibel dan juga biodegradabel dengan tidak menunjukkan sifat toksik. PVA gel stabil dan memiliki kekuatan mekanis yang baik. Kebanyakan PVA sebagai polimer basa dapat dengan mudah diserang oleh gugus OH yang secara



alami dapat berinteraksi dengan *nanofiller* seperti silika. Terkadang, sifat biokompatibelnya dapat digunakan untuk mempercepat interaksinya (Bhunia *et al*, 2011).

Dalam struktur PVA, ikatan hidrogen intermolekuler dan intra molekuler berperan sangat penting, ketika menyediakan spektrum yang lebar untuk aplikasinya. Penggunaan utama PVA adalah sebagai agen perekat atau stabilisator suatu sistem yang terurai. Sifatnya yang larut air dan biodegradabel dimanfaatkan sebagai pengemas material (Tomar *et al*, 2014).



Gambar 2.2 Struktur kimia polivinil alkohol (Liu, 2005)

PVA tersusun dari rantai gugus hidroksil yang berikatan dengan molekul air atau biomolekul (Tunç, 2011), dapat larut dalam air, memiliki kemampuan menyerap air yang tinggi, dan tersebar luas dalam industri dan aplikasi pada pertanian. Sifat yang mudah didegradasi sering digunakan sebagai campuran (Chai *et al*, 2012).

## 2.5. NH<sub>3</sub> sebagai Katalis

Amonia digunakan untuk mengkatalisis reaksi hidrolisis dalam keadaan basa. NH<sub>3</sub> digunakan untuk menghasilkan nanopartikel silika sferik yang halus, seragam, dan homogen dengan ukuran dari 20 sampai 100 nm. Amonia bekerja

sebagai katalis basa dalam reaksi hidrolisis. Konsentrasi katalis ( $\text{NH}_3$ ) sangat berpengaruh terhadap ukuran partikel silika. Ukuran partikel silika meningkat seiring kenaikan konsentrasi katalis yang digunakan, dimana konsentrasi TEOS dan air adalah konstan. Pada saat konsentrasi amonia dinaikkan, maka kecepatan hidrolisis dan kondensasi juga menjadi cepat, sehingga produk intermediet yang dihasilkan semakin tinggi (Ibrahim *et al*, 2010).

Parameter reaksi yang perlu diperhatikan dalam sintesis nanopartikel silika adalah amonia dan kandungan air pada ukuran partikel dan penyebarannya. Untuk mengontrol ukuran partikel dapat melalui tipe reaktor dan variasi konsentrasi amonia, air dan pelarut (Venkatathri, 2007).

## **2.6. Karakterisasi**

### **2.6.1 Analisis Ukuran Nanosilika dengan Transmission Electron Microscopy**

*Transmission Electron Microscope* (TEM) merupakan suatu teknik mikroskopi yang bekerja dengan prinsip menembakkan elektron ke lapisan tipis sampel, yang selanjutnya informasi tentang komposisi struktur dalam sampel tersebut dapat terdeteksi dari analisis sifat tumbukan, pantulan maupun fase sinar elektron yang menembus lapisan tipis tersebut. Sifat pantulan sinar elektron tersebut juga bisa diketahui struktur kristal maupun arah dari struktur kristal tersebut. Bahkan dengan analisis lebih detail, bisa diketahui deretan struktur atom dan ada tidaknya cacat (*defect*) pada struktur tersebut. Sampel harus ditipiskan sampai ketebalan lebih tipis dari 100 nanometer untuk observasi menggunakan

TEM. Obyek yang tidak dapat ditipiskan sampai order tersebut sulit diproses oleh TEM. Aplikasi utama TEM adalah analisis mikrostruktur, identifikasi kecacatan, analisis interfasa, struktur kristal, tatanan atom pada kristal, serta analisis elemental skala nanometer sama seperti SEM.

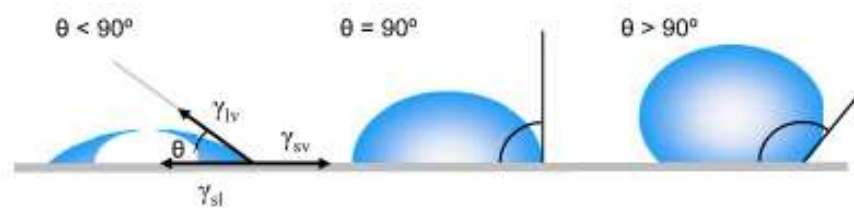
TEM juga digunakan untuk mengkarakterisasi suatu material, biasanya untuk material berukuran nanometer dengan resolusi yang amat tinggi. Informasi mengenai morfologi, struktur kristal, cacat, fasa kristal, komposisi dan mikrostruktur secara magnetik dapat diperoleh dengan mengombinasikan antara *electron-optical imaging*, *electron diffraction* dan kemampuan dari *small probe* (pendeteksian ukuran kecil). Semua informasi itu sangat bergantung pada kemampuan sampel untuk ditembus *electron gun*. Oleh karena itu, diperlukan sampel yang sangat tipis. Material yang akan diteliti menggunakan TEM tidak ada batasannya selama spesimen itu masih tipis (Albar, 2010).

### **2.6.2 Analisis Hidrofobitas dengan Pengukuran Sudut Kontak**

Sudut kontak ( $\theta$ ) merupakan ukuran kuantitatif dari basahnya suatu padatan oleh zat cair atau juga dapat didefinisikan sebagai sudut geometris yang dibentuk oleh zat cair pada tiga batas fase dimana zat cair, gas dan padat saling memotong. Pengukuran sudut kontak pada suatu bidang dilakukan untuk mengetahui sifat permukaan bahan hidrofob atau hidrofil.

Sudut kontak yang terbentuk antara cairan dan permukaan dapat diilustrasikan pada Gambar 2.2. Sudut kontak  $<90^\circ$  menunjukkan bahwa permukaan hidrofil dengan tetesan cairan yang melebar pada permukaan,

sedangkan sudut kontak  $>90^\circ$  berarti permukaan hidrofob dengan cairan yang menempel pada permukaan sedikit dan membentuk tetesan yang teratur. Untuk basah sempurna adalah ketika sudut kontak  $0^\circ$ , tetesan berbentuk datar. Untuk superhidrofob, sudut kontak  $>150^\circ$  dengan menunjukkan hampir tidak ada kontak antara tetesan air dan permukaan atau disebut dengan “efek lotus” (Yuan & Lee, 2013).



Gambar 2.3 Ilustrasi sudut kontak yang terbentuk antara cairan dan padatan ( Yuan & Lee, 2013)

Sudut kontak superhidrofob dapat terjadi karena 2 faktor utama, Yaitu: (1) perubahan geometri permukaan dari permukaan yang halus menjadi permukaan yang kasar dan (2) sifat hidrofob dari permukaan yang kasar. Agen hidrofob (organosilane) dapat disiapkan dengan melarutkan surfaktan non-ionik yang didispersi dengan menggunakan ultrasonikasi (Pipatchanchai & Srikulkit, 2007). Pengamatan sudut kontak dapat dilakukan menggunakan *charge-coupled device* (CCD) camera dengan air yang diteteskan di atas permukaan sampel atau metode *droplet* (Seo *et al*, 2012).

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Lokasi Penelitian**

Penelitian dilakukan di laboratorium Kimia Fisika dan Kimia Organik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang. Karakterisasi sampel dilakukan di laboratorium Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Gajah Mada Yogyakarta.

#### **3.2 Variabel Penelitian**

##### **3.2.1 Variabel Bebas**

Variabel bebas yaitu variabel yang akan diselidiki pengaruhnya terhadap variabel terikat. Variabel bebas pada penelitian ini adalah: (1) molar rasio  $\text{NH}_3/\text{TEOS}$  dalam sintesis nanosilika yaitu 0,03; 0,20; dan 0,40, (2) rasio nanosilika:cat akrilik yaitu 1:10, 1:20, 1:30, dan 1:50.

##### **3.2.2 Variabel Terikat**

Variabel terikat adalah variabel yang menjadi titik pusat penelitian. Dalam penelitian ini adalah karakteristik nanosilika yang meliputi ukuran partikel dan struktur kristal serta hasil analisis uji hidrofobitas.

### 3.2.3 Variabel Terkendali

Variabel terkontrol adalah variabel yang dijaga atau dikendalikan agar selalu konstan. Variabel terkontrol dalam penelitian ini adalah waktu reaksi silika sebelum menjadi sol yaitu selama 5 jam pada temperatur 50°C, dan penetesan NH<sub>3</sub> habis dalam 5 jam.

## 3.3 Alat dan Bahan

### 3.3.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas (pyrex), termometer, pipet tetes, hot plate stirrer (IKAMAG), magnet stirrer, krus porselen, furnace (Barnstead Thermolyne 1400), timbangan analitik (AL20U), desikator, oven (Mettler), plafon sebagai alas pelapisan cat, kamera digital (Canon 1100D) dan untuk karakterisasi digunakan *Transmission Electron Microscopy* (TEM) (JEOL JEM-1400).

### 3.3.2 Bahan

*Tetraethylorthosilicate* (TEOS) 99% (Merck), Amonia (NH<sub>3</sub>) 25% (Merck), etanol 98% (Merck), aquades, *Polyvinylalcohol* (PVA), dan cat akrilik warna putih (Panatex).

### **3.4 Prosedur Penelitian**

#### **3.4.1 Sintesis Nanopartikel Silika Dengan Metode Sol-gel**

Sintesis nanopartikel silika dengan metode sol-gel menggunakan 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).

#### **3.4.2 Sintesis Nanosilika dengan Penambahan PVA**

Hasil sintesis nanosilika yang menunjukkan hasil paling bagus dari sintesis nanosilika disintesis kembali dengan penambahan PVA pada saat larutan telah membentuk sol dengan perbandingan antara PVA dengan sol silika adalah 80:20, campuran distirrer kembali (Rahman & Sumaryanto, 2012). 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,

terbentuklah serbuk yang halus untuk aplikasi pada cat akrilik (Jafarzadeh *et al*, 2009).

### **3.4.3 Penentuan Ukuran Partikel dan Morfologi Nanopartikel Silika dengan TEM**

Ukuran partikel dan morfologi dari nanopartikel silika yang telah disintesis, dikarakterisasi dengan *Transmission Electron Microscopy* (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).

### **3.4.4 Penambahan Nanosilika pada Cat Akrilik**

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



### 3.4.5 Pengukuran Sudut Kontak

Pengukuran sudut kontak digunakan untuk mengetahui hidrofobisitas cat akrilik yang telah dicampur dengan nanosilika-PVA, yaitu dengan menggunakan metode tetesan air pada permukaan yang telah dilapisi cat. Cat akrilik yang telah ditambahkan nanosilika-PVA dioleskan ke plafon pada bagian yang halus sebagai pengganti tembok. Air diteteskan ke permukaan plafon yang dilapisi cat, kemudian difoto menggunakan kamera DLSR Canon 1100D dengan lensa makro dari arah samping dalam ruangan dengan pencahayaan yang cukup.

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  $90^\circ$  dan lebih dari  $0^\circ$  disebut basah sebagian, sudut kontak lebih  $90^\circ$  dapat disebut tidak basah (hidrofob), dan sudut kontak sama dengan nol ( $0^\circ$ ) maka dapat disebut basah sempurna (hidrofil) (Vifta, 2012).

## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **5.1 Kesimpulan**

Dari hasil penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan, dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Pengaruh perbandingan molar rasio  $\text{NH}_3/\text{TEOS}$  terhadap ukuran nanosilika adalah meningkatkan ukuran nanosilika, yaitu dengan molar rasio  $\text{NH}_3/\text{TEOS}$  0,03; 0,20; dan 0,40 menghasilkan serbuk yang semakin halus atau dapat dikatakan ukuran meningkat yaitu 13,36; 15,01 dan 50 nm.
2. Ukuran nanosilika yang disintesis dengan penambahan PVA adalah 18,63 nm, penambahan PVA pada sintesis nanosilika mencegah terjadinya aglomerasi.
3. Hasil uji hidrofobisitas nanosilika pada aplikasi cat akrilik menunjukkan bahwa semakin banyak jumlah nanosilika dalam cat akrilik membuat hidrofobisitas semakin meningkat dibandingkan dengan cat yang tanpa penambahan nanosilika yaitu dari  $29,95^\circ$  menjadi  $45,18^\circ$ ;  $55,83^\circ$ ;  $66,73^\circ$ ; dan  $95,63^\circ$  dengan perbandingan nanosilika:cat pada 1:50, 1:30, 1:20, dan 1:10 dalam gram.

## 5.2 Saran

Pengembangan penelitian terhadap nanosilika semakin pesat, sehingga perlu adanya penelitian yang lebih mutakhir terkait proses sintesis ataupun aplikasinya pada kehidupan sehari-hari. Pada aplikasi cat akrilik perlu diteliti lebih lanjut agar hasil uji hidrofobitasnya dapat memenuhi standar dikatakan hidrofob yaitu sudut kontak  $>90^\circ$ .

## DAFTAR PUSTAKA

- Albar, M.E. 2010. *Transmission Electron Microscopy (TEM)*. Review Assignment. Yogyakarta: Department of Metallurgical and Material Engineering Gajah Mada University.
- Apriyanto, J. 2007. *Karakteristik Biofilm Dari Bahan Dasar Polivinil Alkohol (PVOH) dan Kitosan*. Skripsi. Bogor: Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan IPB.
- Arjasa, O.P. & J. Raharjo. 2012. Facile One Pot Synthesis Of Highly Monodisperse Silica Nanoparticles In Water Based Medium. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, Vol. 14: 34-39.
- Bandyopadhyay, A., M. D. Sarkar, & A. K. Bhowmick. 2005. Poly(Vinyl Alcohol)/Silica Hybrid Nanocomposites By Sol-Gel Technique: Synthesis And Properties. *Journal of Materials Science* Vol. 40:5233-5241.
- Bhunia, T., D. Chattopadhyay, & A. Bandyopadhyay. 2011. Gel Viscosity Influenced By Nanosilica Phase Morphology In High And Low Molecular Weights Pva-Ex-Situ Silica Hybrids. *Journal of Sol-Gel Science Technology*, Vol. 59:260-268.
- Bracho, D., V.N. Dougnac, H. Palza, & R. Quijada. 2012. Functionalization of Silica Nanoparticles for Polypropylene Nanocomposite Applications. *Journal of Nanomaterials*, Vol. 2012, article ID 263915:1-8.
- Brinker, C.J., & G.W. Scherer. 1990. *Sol-gel science: The Physics and Chemistry of Sol-gel Processing*. USA: Academic Press.
- Chai, W.L., J.D. Chow, & C.C. Chen. 2012. Effects Of Modified Starch And Different Molecular Weight Polyninyl Alcohols On Biodegradable Characteristics Of Polyvinyl Alcohol/Starch Blend. *Journal of Polymer Environment*, Vol. 20:550-564.
- Fernandez, B. R. 2012. *Sintesis Nanopartikel SiO<sub>2</sub> Menggunakan Metoda Sol-gel Dan Aplikasinya Terhadap Aktifitas Sitotoksik Sel Dalam Review Jurnal Nanoteknologi*. Review Jurnal Nanoteknologi. Padang: Jurusan Kimia, Program Pascasarjana Universitas Andalas.

- 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*.
- Hsu, Y., K. Lin, L. Hung, C. Hua, & C. Hsieh. 2001. Properties of PVA-PSA Hybrid Materials Prepared Through the Incorporation of Polysilicic Acid (PSA) into Polyvinyl Alcohol. *Journal of Polymer Research*, Vol. 8:125-132.
- Ibrahim, I.A.M., A.A.F., Zikry, M.A. Sharaf. 2010. Preparation of Spherical Silica Nanoparticles: Stober Silica. *Journal Of American Science*, Vol 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*, Vol. 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*, Vol. 2012:1-8.
- Liu, L., Y. Niu, X. Zhu, X. Sun, G. Wang, & Z. Jiang. 2005. Micelle-like Particles Based On Self-Assembly Of Rod-Like FPEEK And Coil-like PVA. *Colloid And Polymer Sciene*, Vol. 1007:1-10.
- Pipatchanchai, T. & K. Srikulkit. 2007. Hydrophobicity Modification Of Woven Cotton Fabric By Hydrophobicity Fumed Silica Coating. *Journal Of Sol-gel Sciences Technology*, Vol 44:119-123.
- Pirzada, T., S.A. Arvidson, C.D. Saquing, S.S. Shah, & S.A. Khan. 2012. Hybrid Silica-PVA Nanofibers via Sol-Gel Electrospinning. *Langmuir*, Vol. 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*, Vol. 2012: 1-15.
- Rahman, M. A. & Sumaryanto. 2012. *Aplikasi Reaktor Sistem Sinambung dan Teknologi Membran pada Produksi enzim Amilase oleh Bacillus subtilis*. Jakarta: Fakultas Farmasi Universitas Pancasila.
- Seo, Y., N. Oshikawa, T. Miyake, T. Sakoda, & T. Anjiki. 2012. Characteristics Of Hydrophobicity Loss On Silicone Rubber Surface During A

- Dynamic Drop Test With Direct Current Voltage Application. *Nanoscale Research Letters*, Vol. 7:1-4.
- Sheftel, V. O. 2000. Indirect Food Additives and Polymer: Migration and Toxicology. *Lewis Publisher* hal: 736-737, 1167-1169.
- Silva, G.A. 2004. Introduction To Nanotechnology And Its Application To Medicine. *Surgical Neurology*, Vol. 61:216-220.
- Singh, L.P., S.K. Bhattacharyya, G. Mishra, S. Ahalawat. 2011. Functional Role of Cationic Surfactant to Control The Nano Size of Silica Powder. *Application Nanoscience*, Vol. 1:117-122.
- Siswanto, M. Hamzah, Mahendra, & Fausiah. 2012. Perekayasaan Nanosilika Berbahan Baku Silika Lokal Sebagai Filler Kompon Karet Rubber Air Bag Peluncur Kapal Dari Galangan. *Prosiding InSINas 2012*. Jakarta: Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi.
- 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*, Vol. 73:65-69.
- Tomar, P.A., S.M. Yadav, G.R. Gupta. 2014. The Thermal Gravimetric Studies for Polymer Samples of Polyvinyl Chloride (PVC) and Polyvinyl Alcohol (PVA) Obtained by Treatment with Ionic Liquid [bmim]Br. *Polymer Bull*, Vol. 71:1349-1358.
- Tunç, T., H. Uslu, S. Altındal. 2011. Preparation and Dielectric Properties of Polyvinyl Alcohol (Co, Zn Acetate) Fiber/n-Si and Polyvinyl Alcohol (Ni, Zn Acetate)/n-Si Schottky Diodes. *Fibers and Polymers*, Vol. 12 No 7:886-892.
- Venkatathri, N. 2007. Preparation of Silica Nanoparticle Through Coating With Octyldecyltrimethoxy Silane. *Indian Journal of Chemistry*, Vol. 46 A:1955-1958.
- Vifta, R.L. 2012. *Sintesis Lapis Tipis Berbasis Nanopartikel TiO<sub>2</sub> Termodifikasi Silika Secara Sol-gel Sebagai Bahan Antifogging*. Skripsi. Semarang: FMIPA Universitas Negeri Semarang
- Wijaya, K. 2010. *Nanomaterial Berlapis Dan Berpori: Sintesis, Karakterisasi Dan Perannya Sebagai Material Multi Fungsi*. Yogyakarta: UGM.
- Xiao, Bo, Y. Zhang, X. Zhang, H. Lv, L. Yan, B. Jiang. 2011. Focus On Moisture-resistance And Hydrophobicity of SiO<sub>2</sub> Antireflective Film

Improved by Poly(isopropylene oxide) Glyceroether. *Journal of Science Technology* Vol 60:11-16.

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*, Vol 47, No 1: 109-112.

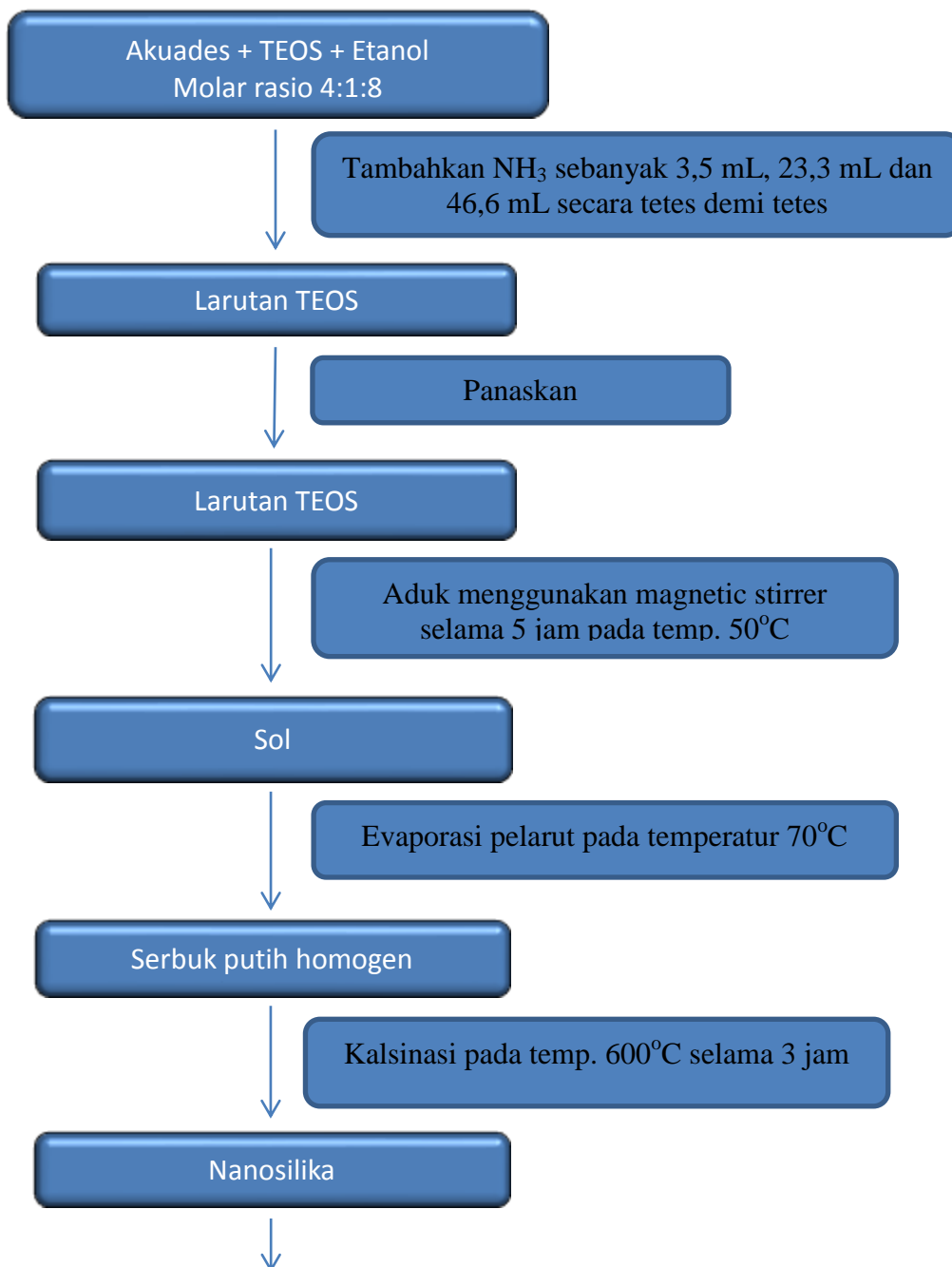
Yuan, Y., T.R. Lee. 2013. *Contact Angle and Wetting Properties*. USA: Department of Chemistry, University of Houston.

Zawrah , M. F., A. A. El-Kheshen, & H. M. Abd-El-Aal. 2009. Facile and Economic Synthesis of Silica Nanoparticles. *Journal of Ovonic Research*, Vol. 5, No. 5: 129-133.

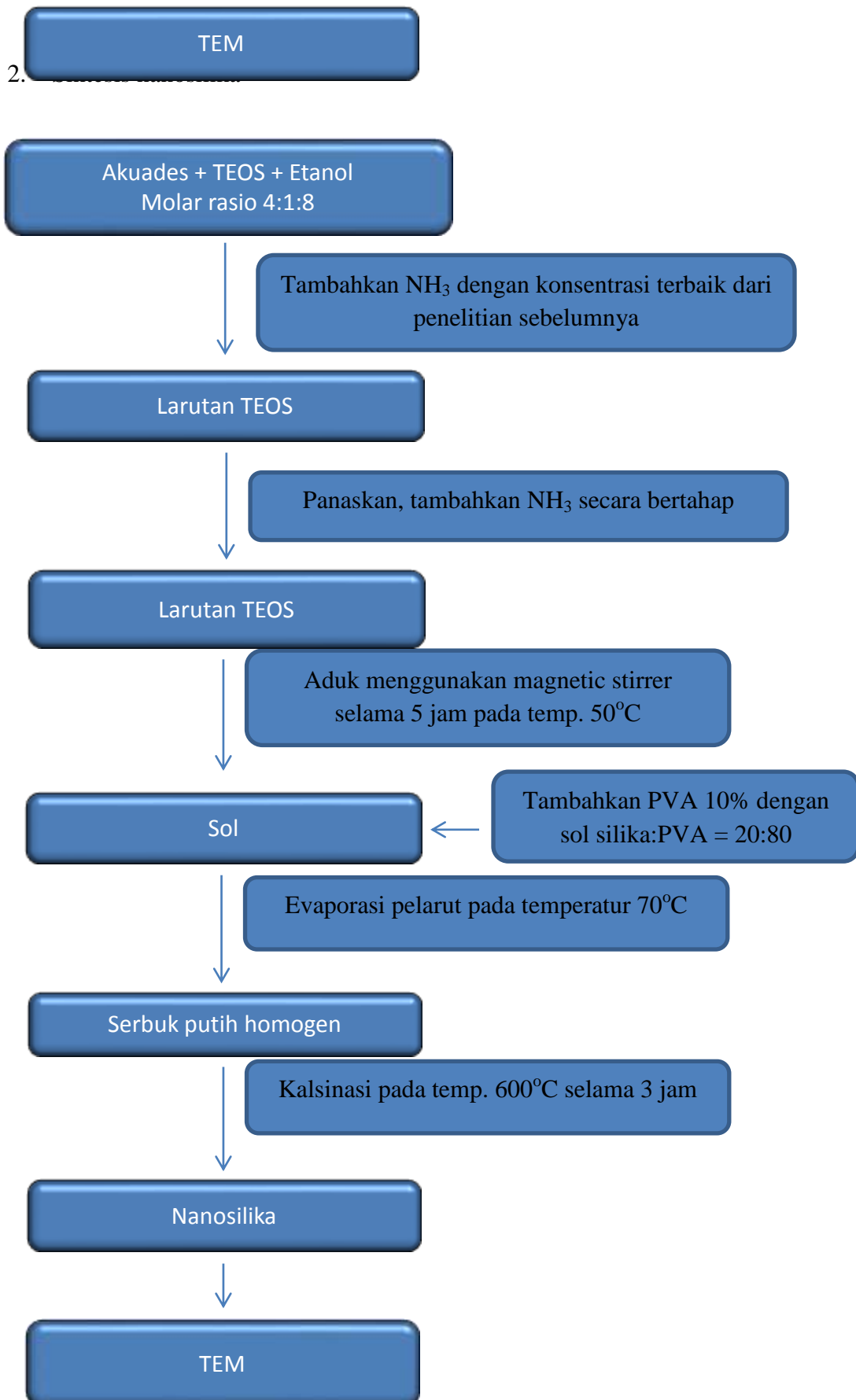
## LAMPIRAN

### Lampiran 1: Skema Kerja

#### 1. Sintesis Nanosilika dengan metode sol-gel







## Lampiran 2: Perhitungan

Molar rasio Air:TEOS:Etanol adalah 4:1:8 dengan TEOS 98 % dan etanol 90%. Amonia yang digunakan adalah  $\text{NH}_3$  25 %.

- a. Menentukan volume air

Misal, mol air = 1 mol

$$\text{mol} = \frac{m}{Mr}$$

$$1 = \frac{m}{18}$$

$$m = 18 \text{ gr}$$

$$\rho = \frac{m}{V}$$

$$100 = \frac{18}{V}$$

$$V = 0,18 \text{ ml}$$

- b. Menentukan volume TEOS 98 %

Misal mol TEOS =  $\frac{1}{4}$  mol

$$\text{mol} = \frac{m}{Mr}$$

$$\frac{1}{4} = \frac{m}{208}$$

$$m = 52 \text{ gr}$$

$$\rho = \frac{m}{V}$$

$$94 \text{ g/mL} = \frac{52}{V}$$

$$V = 0,55 \text{ ml}$$

- c. Menentukan volume etanol 90 %

Misal mol etanol = 2 mol

$$mol = \frac{m}{Mr}$$

$$2 = \frac{m}{46}$$

$$m = 92 \text{ gr}$$

$$\rho = \frac{m}{V}$$

$$78,93 = \frac{92}{V}$$

$$V = 1,16 \text{ ml}$$

Volume campuran dari larutan di atas adalah 1,89mL. Untuk membuat 100 mL campuran larutan, maka:

$$\text{Volume air} = \frac{0,18}{1,89} = 0,095$$

$$0,095 \times 100 = 9,5 \text{ mL}$$

$$\text{Volume TEOS} = \frac{0,553}{1,89} = 0,29$$

$$0,29 \times 100 = 29 \text{ mL}$$

$$\text{Volume etanol} = \frac{1,16}{1,89} = 0,61$$

$$0,61 \times 100 = 61 \text{ mL}$$

Volume yang digunakan dalam penelitian adalah:

1. Air = 9,5 mL,
2. TEOS = 29 mL, dan
3. Etanol = 61 mL

- d. Menentukan volume  $\text{NH}_3$  25% dengan molar rasio  $\text{NH}_3/\text{TEOS}$  pada 0,03, 0,20, dan 0,40

Untuk molar rasio  $\text{NH}_3/\text{TEOS}$  0,03

$$\frac{\text{NH}_3}{\text{TEOS}} = \frac{0,03}{0,125}$$

$$\frac{\text{NH}_3}{29} = \frac{0,03}{0,125}$$
$$\text{NH}_3 = 6,96 \text{ mL}$$

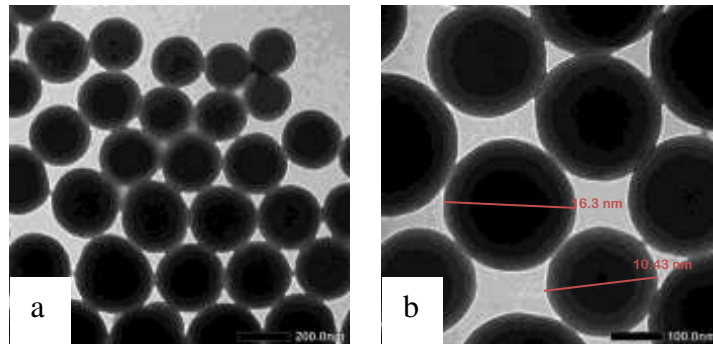
Untuk molar rasio  $\text{NH}_3/\text{TEOS}$  0,20

$$\frac{\text{NH}_3}{\text{TEOS}} = \frac{0,20}{0,125}$$
$$\frac{\text{NH}_3}{29} = \frac{0,20}{0,125}$$
$$\text{NH}_3 = 46,4 \text{ mL}$$

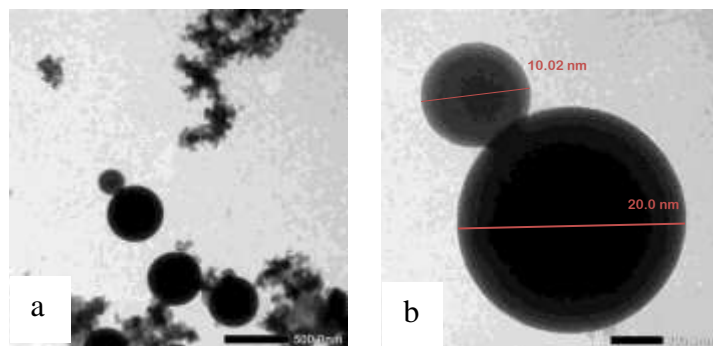
Untuk molar rasio  $\text{NH}_3/\text{TEOS}$  0,40

$$\frac{\text{NH}_3}{\text{TEOS}} = \frac{0,40}{0,125}$$
$$\frac{\text{NH}_3}{29} = \frac{0,40}{0,125}$$
$$\text{NH}_3 = 92,8 \text{ mL}$$

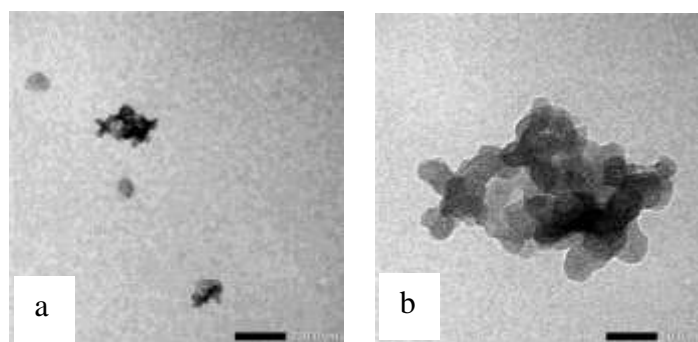
### Lampiran 3: Gambar Karakterisasi Nanosilika menggunakan TEM



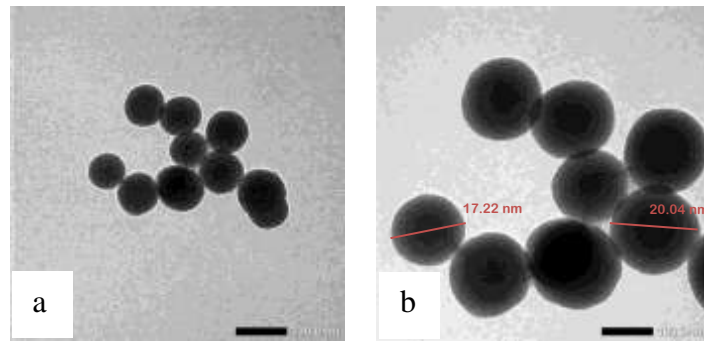
Hasil foto TEM Nanosilika dengan molar rasio  $\text{NH}_3/\text{TEOS}$  0,03 pada pembesaran a) 20.000x dan b) 40.000x



Hasil foto TEM Nanosilika dengan molar rasio  $\text{NH}_3/\text{TEOS}$  0,20 pada pembesaran a) 10.000x dan b) 40.000x



Hasil foto TEM Nanosilika dengan molar rasio  $\text{NH}_3/\text{TEOS}$  0,40 pada pembesaran a) 20.000x dan b) 80.000x



Hasil foto TEM Nanosilika-PVA pada pembesaran a) 20.000x dan b) 40.000x

#### Lampiran 4: Gambar Uji Sudut Kontak

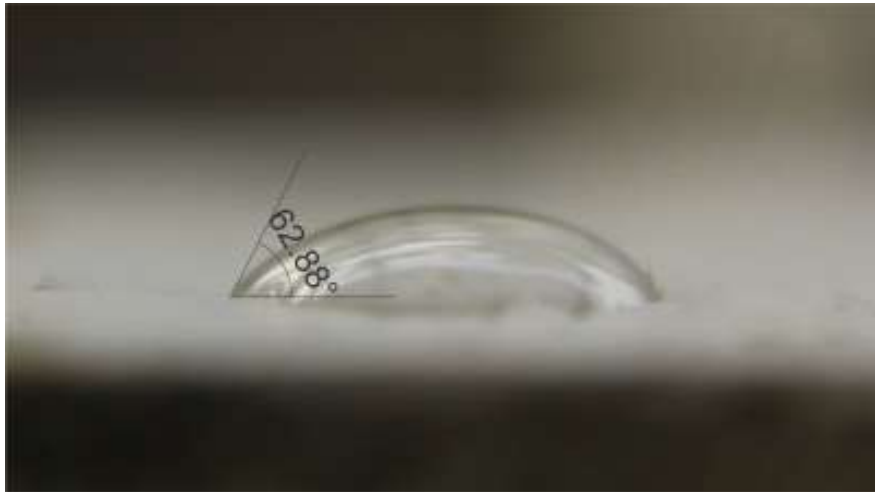


Hasil Foto Uji Sudut Kontak di 3 Titik pada Cat Tanpa Tambahan



Hasil Foto Uji Sudut Kontak di 3 Titik pada Silika-PVA:Cat Akrilik 1:10

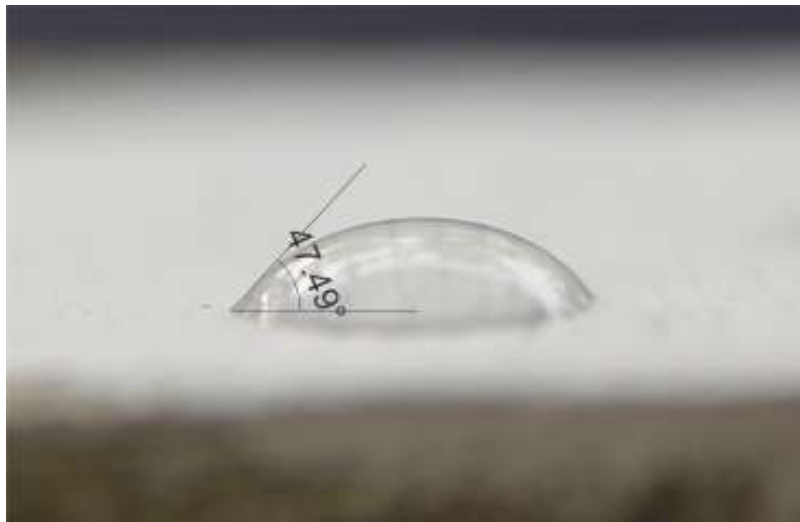
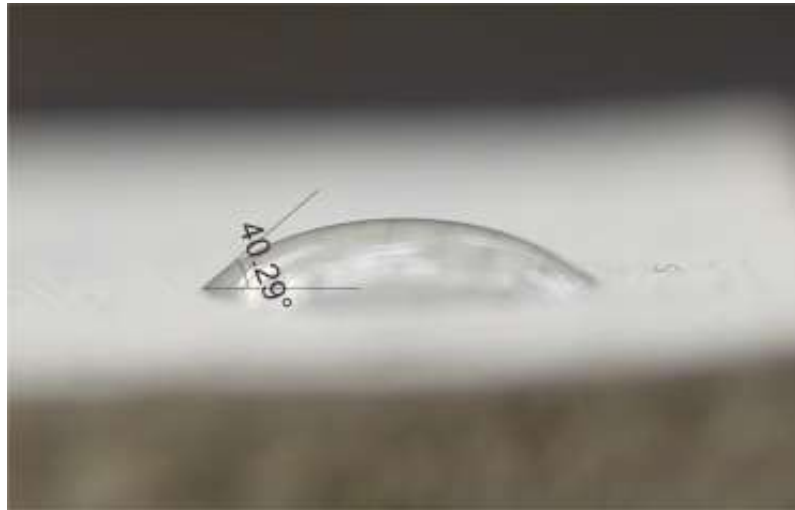




Hasil Foto Uji Sudut Kontak di 3 Titik pada Silika-PVA:Cat Akrilik 1:20



Hasil Foto Uji Sudut Kontak di 3 Titik pada Silika-PVA:Cat Akrilik 1:30



Hasil Foto Uji Sudut Kontak di 3 Titik pada Silika-PVA:Cat Akrilik 1:50

**Lampiran 5: Tabel hasil pengukuran sudut kontak**

Sampel	Sudut kontak ( $\theta$ ) 1	Sudut kontak ( $\theta$ ) 2	Sudut kontak ( $\theta$ ) 3
Cat biasa	29.43°	30.26°	30.26°
1:10	95.30°	95.94°	95.65°
1:20	62.88°	68.66°	68.65°
1:30	46.81°	60.18°	60.52°
1:50	40.29°	47.49°	47.78°