

SINTESIS DAN KARAKTERISASI KOMPOSIT $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ UNTUK APLIKASI SIFAT HIDROFOBIA PADA KACA

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ COMPOSITE FOR APPLICATION OF HYDROPHOBIC PROPERTIES ON GLASS

Miftahussyahro dan Dina Kartika Maharani*

Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences
State University of Surabaya

Jl. Ketintang, Surabaya (60231), Telp. 031-8298761

*Corresponding author, email: dinakartika@unesa.ac.id

Abstrak. Sintesis dan karakterisasi komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ telah dilakukan pada penelitian ini. Tujuan dari penelitian ini untuk mendapatkan komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ sebagai sifat hidrofobik pada kaca. Sintesis komposit dilakukan dengan metode sol gel menggunakan TEOS dan TBT sebagai prekursor. Komposit yang telah dibuat dilapiskan pada kaca menggunakan metode hapusan. Pada penelitian ini, kaca yang telah terlapisi komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ dikalsinasi dalam berbagai suhu yakni 300°C , 400°C , 450°C , dan 500°C . Sifat hidrofobik diukur berdasarkan sudut kontak antara permukaan kaca dengan air melalui uji tetesan. Diharapkan nilai sudut kontak variasi kalsinasi yakni 300°C , 400°C , 450°C , dan 500°C berturut-turut $94,1^\circ$, $96,8^\circ$, $97,1^\circ$, dan $104,5^\circ$. Sifat hidrofobik kaca terlapisi komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ memberikan hasil terbaik pada suhu kalsinasi 500°C . Hal ini menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi maka semakin besar nilai sudut kontak yang dihasilkan, sehingga sifat hidrofobik semakin besar.

Kata kunci: komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$, hidrofobik, sudut kontak

Abstract. Synthesis and characterization of $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ composites was carried out in this study. The purpose of this study was to obtain $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ composites as hydrophobic properties on glass. Composite synthesis was carried out by the sol gel method using TEOS and TBT as precursors. Composites that have been made are coated on the glass using the smear method. In this research, glass coated with $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ composites was calcined in various temperatures, namely 300°C , 400°C , 450°C , and 500°C . Hydrophobic properties are measured based on the contact angle between the glass surface and water through a droplet test. The result contact angle values of calcination variations are 300°C , 400°C , 450°C , and 500°C respectively 94.1° , 96.8° , 97.1° , and 104.5° . The hydrophobic nature of glass coated with $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ composites gives the best results at calcination temperatures of 500°C . This shows that the higher the calcination temperature, the greater the contact angle value produced, so that the greater the hydrophobic nature.

Keywords: $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ composite, hydrophobic, contact angle

PENDAHULUAN

Penggunaan kaca pada bangunan memiliki beberapa fungsi, tidak hanya untuk memperindah properti tetapi juga berfungsi sebagai alternatif penghematan energi karena dapat membantu pencahayaan bangunan tersebut [1]. Penggunaan material kaca ini, selain mempunyai kelebihan, juga mempunyai kekurangan yakni mudah terkontaminasi kotoran yang dapat menyebabkan kaca menjadi buram [2].

Kaca yang buram akan menyebabkan kurangnya pencahayaan pada ruangan sehingga kaca tersebut harus selalu dalam keadaan bersih,

namun letak kaca yang sulit dijangkau pada gedung bertingkat menyebabkan sulitnya proses pembersihan sehingga penggunaan kaca yang diharapkan memiliki sifat hidrofobik [3].

Komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ dapat dibuat dengan metode sol gel. Proses sol-gel dapat didefinisikan sebagai proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah, dimana dalam proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair kontinyu (gel). Metoda sol gel memiliki beberapa keuntungan, seperti tingkat stabilitas termal yang baik, stabilitas mekanik

yang tinggi, daya tahan pelarut yang baik, dan modifikasi permukaan dapat dilakukan dengan berbagai kemungkinan [4]. Penelitian sebelumnya mengatakan bahwa metode yang tepat digunakan dalam sintesis TiO_2 termodifikasi silika adalah metode sol gel dengan prekursor alkoksida logam [5].

Berdasarkan informasi tersebut, maka pada penelitian ini akan dibuat material hidrofobik dari lapisan nanopartikel TiO_2 yang dimodifikasi dengan SiO_2 pada permukaan kaca. Kaca yang telah terlapis kemudian di kalsinasi dengan berbagai suhu yakni $300\text{ }^\circ\text{C}$, $400\text{ }^\circ\text{C}$, $450\text{ }^\circ\text{C}$, dan $500\text{ }^\circ\text{C}$ kemudian selanjutnya di uji sifat hidrofobiknya melalui uji tetes air pada permukaan kaca dan diperoleh sudut kontak.

METODE PENELITIAN

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam sintesis dan karakterisasi komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ pada kaca meliputi kaca, titanium butoksida (TBT, Sigma Aldrich 98%), *Tetraethyl orthosilicate* (TEOS, Sigma Aldrich, 98%), aquades, etanol (Merck, 99,0%), asam klorida (HCl, Merck, 37%) dan *methyl orange*.

Alat

Alat-alat yang digunakan dalam sintesis dan karakterisasi komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ pada kaca meliputi gelas kimia, gelas ukur, tabung reaksi, *stirrer* magnetik, spatula, pipet tetes, pipet volum, pro pipet, dan kamera.

Prosedur Penelitian

Pembuatan Sol TiO_2

TBT sebanyak 5 mL ditambah 20 mL etanol dalam gelas kimia kemudian distirer selama 30 menit pada suhu ruang dengan kecepatan 300 rpm. Setelah itu, larutan ditambah tetes demi tetes (1 tetes/detik) campuran (0,26 mL aquades + 3,4 mL asam asetat + 5 mL etanol) dengan kecepatan pengadukan 500 rpm. Selanjutnya distirer selama 1 jam pada suhu ruang dengan kecepatan 500 rpm kemudian dibiarkan pada kondisi ambien selama 24 jam sehingga terbentuk sol TiO_2 .

Pembuatan Sol SiO_2

Sintesis silika menggunakan metode sol-gel diawali dengan *Tetraethyl orthosilicate* (TEOS)

sebanyak 5 ml dicampur dengan etanol 5 ml dan dimasukkan ke dalam gelas beker lalu distirrer selama 10 menit dalam temperatur ruang pada kecepatan 300 rpm dan terbentuklah larutan TEOS. Selanjutnya, diukur aquades sebanyak 10 ml dan ditetesi dengan HCl 0,1 M sebanyak 3-4 tetes lalu diaduk sehingga menjadi larutan HCl. Setelah itu, dituang larutan HCl ke dalam larutan TEOS lalu distirrer selama 5 menit dalam temperatur ruang dengan kecepatan 300 rpm. Selanjutnya, larutan dipanaskan dalam temperatur $60\text{ }^\circ\text{C}$ selama 1,5 jam dan distirrer dengan kecepatan 500 rpm. Setelah 1,5 jam, larutan didinginkan sampai menjadi gel.

Sintesis Komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$

Sintesis komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ dilakukan di mana sol TiO_2 dan sol SiO_2 dicampurkan. Campuran kemudian distirer sampai larutan jernih dan homogen hingga terbentuk sol $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$.

Tahap Pelapisan Komposit pada Kaca

Kaca dilapisi dengan sol SiO_2 menggunakan metode hapusan. Pelapisan kaca dilakukan dengan cara meneteskan larutan SiO_2 sebanyak 0,5 mL tetes pada permukaan kaca dengan posisi agak menepi. Kaca diletakkan dengan posisi miring, menggeser ke arah berlawanan setipis mungkin lalu dikeringkan dengan oven agar lapisan menempel sempurna pada permukaan kaca. kaca terlapis sol kemudian ditanur selama 2 jam pada suhu $300\text{ }^\circ\text{C}$, $400\text{ }^\circ\text{C}$, $450\text{ }^\circ\text{C}$, dan $500\text{ }^\circ\text{C}$.

Uji Kemampuan Hidrofobik pada Kaca

Kaca terlapis sol SiO_2 dengan cara ditetesi air menggunakan mikropipet sebanyak 1 tetes pada ketinggian $\pm 10\text{ cm}$. Hasil dari uji tetes pada permukaan kaca kemudian difoto menggunakan kamera *canon Ixus 230HS* dan dihitung besar sudut kontak menggunakan aplikasi *autocad* [6].

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan Sol TiO_2

Sintesis dilakukan dengan menggunakan komposisi optimal yang telah dilaporkan oleh [7], yakni dengan campuran TBT, etanol, aquades, dan asam asetat. TBT dan etanol dimasukkan ke dalam gelas kimia kemudian distirrer selama 30 menit. Selanjutnya, ditambahkan larutan campuran yang terdiri atas aquades, asam asetat,

dan etanol dengan perbandingan larutan 0,26 mL : 3,4 mL : 5 mL tetes demi tetes (1 tetes/detik) kemudian *sistirrer* selama 1 jam agar tercampur merata dan didapat sol berwarna kuning jernih. Penambahan etanol dan asam berupa asam asetat berfungsi untuk pembentukan TiO_2 dari prekursor TBT. TBT akan larut dan terhidrolisis dengan penambahan etanol pada suasana asam. Etanol dipilih sebagai pelarut dikarenakan TBT memiliki kelarutan yang kecil terhadap etanol sehingga padatan oksida terbentuk secara lambat. Jika pelarut yang digunakan yakni air, maka TBT akan larut dan terbentuk padatan oksida sehingga tidak terbentuk sol. Selanjutnya, penambahan asam asetat berfungsi sebagai katalis untuk mempercepat terjadinya hidrolisis.

Pada tahap hidrolisis, reaksi berlangsung dengan cepat di mana terjadi pergantian gugus alkoksida dengan gugus hidroksil secara nukleofilik. Hal ini disebabkan karena kondisi asam memungkinkan muatan negatif alkoksida terprotonasi oleh H^+ dan mengakibatkan muatannya lebih positif. Muatan gugus alkoksida yang lebih positif tersebut menyebabkan ion logam Ti menolak gugus alkoksida dan cenderung berikatan dengan gugus $-\text{OH}$ menghasilkan $\text{Ti}(\text{OH})_4$ [8].

Tahapan selanjutnya yakni pendiaman sol selama 24 jam. Pada pendiaman tersebut terjadi proses kedua yakni kondensasi di mana sol akan membentuk senyawa anorganik yang saling berikatan dalam fasa gel.

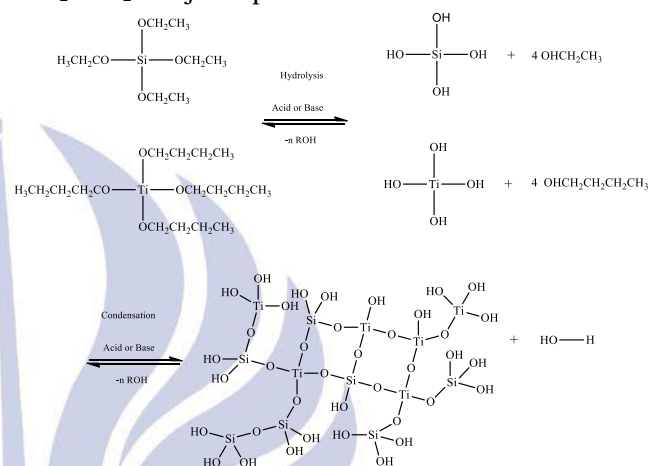
Pembuatan Sol SiO_2

Sintesis nano partikel SiO_2 menggunakan metode sol-gel dimana *Tetraethyl orthosilicate* (TEOS) digunakan sebagai prekursor. Pada metode sol-gel, terjadi proses hidrolisis pada TEOS yang terlarut dalam etanol. Proses tersebut menghasilkan sol. Pembuatan sol dilakukan pada temperatur 60°C dengan tujuan untuk mempercepat proses hidrolisis tanpa menghilangkan pelarut (etanol) di dalamnya.

Setelah terbentuk sol, maka proses menuju bentuk gel terjadi pada tahap kondensasi. Gel basah akan diperoleh dari proses pematangan selama 24 jam. Gel basah tersebut memiliki jaringan SiO_2 yang dikelilingi oleh pori-pori yang berisi Et-OH (etanol) dan H_2O .

Sintesis $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$

Pembuatan komposit $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ dilakukan dengan variasi perbandingan volume sol TiO_2 dan SiO_2 yakni 1:1. Campuran kedua sol tersebut kemudian *distirrer* dengan kecepatan 500 rpm dan pada suhu ruang selama 10 menit untuk mendapatkan campuran sol $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$. Sol yang sudah bercampur kemudian dibiarkan selama 24 jam untuk proses *aging*. Proses sol gel komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ disajikan pada Gambar 1.



Berdasarkan hasil yang telah dilakukan menunjukkan bahwa komposit $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ telah terbentuk dengan adanya ikatan Ti-O-Si .

Pelapisan Kaca dengan Komposit

Langkah yang dilakukan yaitu menyiapkan kaca dengan ukuran 3 x 5 cm yang sudah dipreparasi sebelumnya. Pelapisan kaca dilakukan dengan cara meneteskan sol $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ sebanyak 0,5 mL pada permukaan kaca dengan posisi agak miring. Kemudian meletakkan kaca yang satu dengan posisi miring, menggeser ke arah berlawanan setipis mungkin lalu dikeringkan agar lapisan menempel pada permukaan kaca. Pergeseran dilakukan dengan hati-hati agar lapisan terlapisi secara merata.

Kaca terlapisi komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ yang telah kering kemudian dikalsinasi selama 2 jam dengan variasi yaitu 300°C , 400°C , 450°C , dan 500°C . Tujuan kalsinasi yaitu untuk memperkuat struktur dari permukaan material, membentuk oksida, menghilangkan kandungan air dan untuk menghilangkan pengotor-pengotor organik [9]. Kaca yang telah dikalsinasi pada suhu tinggi agar memberikan sifat hidrofobik yang tinggi. Kaca yang telah terlapisi sol

selanjutnya digunakan untuk uji sifat hidrofobik [10].





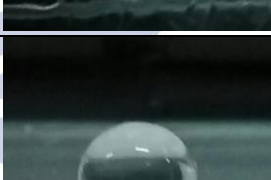
Uji Kemampuan Sifat Hidrofobik pada Kaca terlapisi nanosol

Sifat hidrofobik dapat diuji dengan mengukur sudut kontak pada permukaan kaca yang terlapisi material. Hidrofobitas suatu permukaan dapat ditentukan berdasarkan besarnya sudut kontak air (*water contact angle*), yaitu besarnya sudut kontak yang terjadi antara tetesan air dengan suatu permukaan yang terlapisi material pada suatu garis kontak [11].

Pengujian sifat hidrofobik dilakukan dengan cara meletakkan sampel diatas kertas gelap dan diatur keseimbangan antara posisi hirosontal dan vertikal. Langkah selanjutnya disiapkan alat pengujian seperti mikropipet ukuran 0,1 mL dan kamera yang digunakan untuk pemotretan. Sampel yang telah disiapkan dalam keadaan seimbang lalu ditetesi air sebanyak 1 tetes dengan ketinggian ± 5 cm. Teknik yang digunakan yaitu metode *drop stasis*.

Hasil dari uji tetes pada permukaan kaca kemudian diamati dan difoto menggunakan kamera *Canon Ixus 230HS* yang telah diatur perbesaran dan diatur auto fokusnya. Pada saat pemotretan dilakukan 1 menit setelah tetesan komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ diatas permukaan kaca. Pemotretan sampel dilakukan dengan cara mengambil sudut yang tegak lurus dengan permukaan kaca agar sudut kontak antara sol (tetesan) dan permukaan kaca mudah untuk diamati dan dihitung sudut kontakannya. Gambar yang dihasilkan dari masing-masing sudut kontak pada permukaan kaca, maka dihitung sudut kontak dengan aplikasi *autocad*. Sebelum dihitung nilai sudut kontak maka dibuat garis singgung terlebih dahulu pada sisi kiri dan sisi kanan dari tetesan sol dengan menggunakan aplikasi *paint*. Hasil sudut kontak dari komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil sudut kontak air dengan permukaan kaca.

Jenis kaca	Sifat Hidrofobik	Sudut Kontak
Kaca tanpa lapisan		0°
Kaca terlapisi komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ suhu 300°C		94,1°
Kaca terlapisi komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ suhu 400°C		96,8°
Kaca terlapisi komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ suhu 450°C		97,1°
Kaca terlapisi komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ suhu 500°C		104,5°

Berdasarkan Tabel 1. hasil sudut kontak dapat dilihat bahwa kaca terlapisi komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ dengan variasi kalsinasi mmemberikan nilai sudut kontak yang berbeda. Hasil dari uji tetes dari kaca tanpa lapisan menunjukkan bahwa kaca tanpa lapisan memiliki sudut kontak 0°. Hal ini ditandai dengan sudut yang terbentuk pada permukaan kaca melebar sehingga tidak dapat diukur nilai sudut kontakannya

Sudut kontak yang disebabkan oleh kontak air pada suatu permukaan material lebih dari 90°, maka permukaan material tersebut bersifat hidrofobik [12]. Jika suatu sudut kontak air telah melebihi 150°, maka permukaan material tersebut bersifat superhidrofobik [13]. Sifat hidrofobik pada permukaan kaca yang terlapisi komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ dengan variasi 300

$^{\circ}\text{C}$, 400°C , 450°C , dan 500°C berturut-turut sebesar $94,1^{\circ}$, $96,8^{\circ}$, $97,1^{\circ}$, dan $104,5^{\circ}$. Sifat hidrofobik pada permukaan kaca terlapisi komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ disebabkan oleh adanya ikatan Ti-O-Si, hal ini yang menyebabkan permukaan kaca bersifat hidrofobik. Sifat hidrofobik terjadi pada saat tidak adanya penyinaran UV atau dalam keadaan gelap dan bersifat hidrofilik pada saat adanya sinar UV, sehingga ikatan yang terjadi yaitu Ti-O-Si (hidrofobik) dan dapat berubah menjadi hidrofilik jika disinari oleh UV yang membentuk ikatan Si-OH atau Ti-OH.

Hasil sudut kontak yang dihasilkan dipengaruhi oleh adanya suhu pemanasan kaca. Semakin tinggi suhu pemanasan, maka semakin besar nilai sudut kontak yang dihasilkan sehingga semakin bersifat hidrofobik [14]. Menurut penelitian yang telah dilakukan Rohmah & Zainuri (2016), Kaca yang telah dikalsinasi pada suhu tinggi agar memberikan sifat hidrofobik yang tinggi. Pada penelitian ini permukaan kaca terlapisi komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ dengan suhu kalsinasi 500°C memberikan sifat hidrofobik paling tinggi yang ditandai dengan nilai sudut kontak yaitu sebesar $104,5^{\circ}$.

SIMPULAN

Komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ berhasil dibuat dari TBT dan TEOS sebagai prekursor dengan menggunakan metode sol gel. Permukaan kaca terlapisi komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ dapat memberikan sifat hidrofobik yang ditandai dengan nilai sudut kontak melebihi 90°C . Sifat hidrofobik kaca terlapisi komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ dengan variasi kalsinasi menunjukkan hasil sudut kontak berbeda. Semakin tinggi suhu kalsinasi maka nilai sudut kontak yang dihasilkan semakin tinggi, sehingga pada suhu 500°C permukaan kaca komposit $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ memberikan sifat hidrofobik paling tinggi.

DAFTAR PUSTAKA

1. Dahlan, Dahyunir dan Sari, Anggi Pravita. 2013. Analisis Sifat Hidrofobik Dan Sifat Optik Lapisan Tipis TiO_2 , 163–166.
2. Siregar., A.M., Harahap, M. H., Ritongan, W. 2011. Preparasi dan Karakterisasi Lapisan Tipis TiO_2 pada Permukaan Logam dan Kaca menggunakan Metode Sol-Gel. *Jurnal Penelitian Sainika*. Vol 11 No 2. ISBN 1412-2995.
3. Eddy, Diana Rakhmawati., Lestari, M.W., Hastiawan, I., Noviyanti, A. R. 2016. Sintesis Partikel Nano Titanium Dioksida Pada Kain Katun Dan Aplikasinya Sebagai Material *Self-Cleaning*. *Chimica et Natura Acta Vol. 4 No. 3*, 130-137.
4. Arief, Setiadi. 2011. *Sintesis Nanopartikel*. Tesis Magister. Universitas Andalas, Padang.
5. Rissa, L. V, dan Priatmoko, S. 2012. Silika Secara Sol Gel Sebagai Bahan Antifogging, 35(1).
6. Jung, H.S., Moon, D.S, Lee, J.K. 2012. Quantitative Analysis And Efficient Surface Modification Of Silica Nanoparticles. *Journal of Nanomaterials*, vol 2012: 1-8.
7. Tian, Jianto., Chen, Lijuan., Yin, Yangsheng., Wang, Xin., dan Dai, Jinhui. 2009 . Photocatalyst of TiO_2/ZnO Nano Composite Film: Preparation, Characterization, and Photodegradation Activity Of Methyl Orange. *Surface and Coating Technology*, 204(1-2), 205-214.
8. Yuniarto, Angga Dwi. 2017. Aktivitas Self-Cleaning Pada Kain Katun Terlapisi Nano Partikel TiO_2 dengan Binder Asam Oksalat. *Skripsi*. Surabaya: Kimia FMIPA UNESA.
9. Ruksudjarit, A., Pengpat, K., Rujijanagul, G., Tunkasiri, T. 2008. Synthesis and Characterization of Nanocrystalline Hydroxyapatite from Natural Bovine Bone, *Current applied physics*, Vol. 8 (3), pp. 270-272.
10. Rohmah, Roihatur & Zainuri, Mochamad. 2016. Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi SiO_2 terhadap Sifat Kebasahan pada Permukaan Hidrofobik. *Jurnal Sains dan Seni ITS* Vol. 5 No. 2, 2337-3520.
11. Mahltig, B., Bottcher, H., & Helfried, H. 2005. Funtionalization of Textiles by Inorganic Sol-Gel Coating. *J. Mater. Chem.* Vol.15, 4385-4398.
12. Feng *etal*. 2002.Expressionof p53, inducible nitric oxide synthase and vascular endothelium growt factor in gastric cancerous lesions : corelation whith clinical features. *BMC Cancer* 20: 2-8.

13. Nakajima, M., Kawakatsu, T., Tragardh, G., Tragardh, Ch., Oda, N., Yonemoto, T., 2001. The Effect of The Hydrophobicity of Microchannels and Components in Water and Oil Phases on Droplet Formation in Microchannel Water-in-Oil Emulsification, *Colloids and Surface A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 179, 29-37.
14. Maharani, D. K., Kartini, I., Aprilita, N. H. 2010. Nanosilica-Chitosan Composite Coating on Cotton Fabrics. *AIP Conference Proceedings* 1284, 87.

