

AKTIVITAS *SELF CLEANING* PADA KAIN KATUN TERLAPISI TiO₂ DENGAN BINDER ASAM OKSALAT

SELF CLEANING ACTIVITIES ON COTTON FABRIC COATED TiO₂ WITH BINDER OXALIC ACID

Angga Dwi Yuniarto* dan Dina Kartika Maharani

Departement of Chemistry, Faculty of Matematics and Natural Sciences

State University of Surabaya

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

*Corresponding author, email : yuniartoangga5@gmail.com

Abstrak. Tujuan penelitian ini untuk mengetahui aktivitas *self cleaning* pada kain katun yang terlapisi TiO₂ dengan binder asam oksalat. Kain katun dilapisi binder asam oksalat dengan variasi konsentrasi 25%, 30%, 35%, dan 40%. Kain yang telah terlapisi binder asam oksalat kemudian dilapisi dengan TiO₂ menggunakan metode *pad-dry-cure*. Karakterisasi kain terlapisi TiO₂ dan binder asam oksalat menggunakan SEM-EDX serta pengujian aktivitas *self cleaning* menggunakan uji ketahanan warna. Pengujian aktivitas *self cleaning* terbaik dihasilkan pada kain terlapisi TiO₂ menggunakan binder asam oksalat 25% dengan aktivitas *self cleaning* 10,7. Hasil tersebut juga didukung dengan data SEM dimana ditunjukkan morfologi kain yang terlapisi partikel Ti yang seragam dan hasil EDX menunjukkan lebih banyak Ti yang teremban pada kain dari pada tanpa menggunakan binder.

Kata Kunci : *self cleaning*, binder asam oksalat, TiO₂

Abstract. The purpose of this research is to know *self cleaning* activity on TiO₂ coated cotton fabric with oxalic acid binder. Cotton fabric coated oxalic acid binder with variation concentration 25%, 30%, 35%, and 40%. The coated fabric of the oxalic acid binder is then coated with TiO₂ using a *pad-dry-cure* method. Characterization of TiO₂ coated fabrics and oxalic acid binder using SEM-EDX as well as *self cleaning* activity test using color aging test. Testing of the best *self-cleaning* activity produced on TiO₂ coated fabrics using 25% oxalic acid binder with *self-cleaning* activity 10.7. The results are also supported by SEM data which shows the morphology of fabric coated with good Ti particles and EDX results show more Ti bonded to the fabric than without binders.

Keywords: *self cleaning*, binder oxalic acid, TiO₂

PENDAHULUAN

Peningkatan populasi manusia yang semakin pesat menjadi peluang bagi para pengusaha tekstil untuk dapat menghasilkan tekstil yang memiliki kemampuan tambahan terlepas dari kegunaan utamanya atau biasa disebut tekstil multifungsi. Kemampuan multifungsi tersebut meliputi tekstil yang anti air, anti bakteri, anti UV, *self-cleaning*, anti api bahkan anti peluru. Kemampuan multifungsi tersebut dapat dihasilkan oleh para produsen melalui proses penambahan material baru baik

pada tekstil yang telah jadi atau tekstil awal yang masih berupa serat [1].

Salah satu tekstil multifungsi yang banyak diminati oleh peneliti adalah sifat *self-cleaning*. Tekstil yang memiliki sifat *self-cleaning* akhir 2017 ini banyak dikembangkan oleh para peneliti karena aktivitas manusia pada era globalisasi yang cenderung sibuk dan lebih memilih hal yang praktis. Aktivitas *self-cleaning* akan menyingkat waktu pencucian karena kotoran sudah didegradasi oleh bantuan matahari sebelum pencucian dilakukan. Selain itu alasan lain banyak dikembangkan karena

iklim dan letak geografis Indonesia yang cenderung mempunyai intensitas matahari yang cukup untuk mengaktifkan sifat degradasi dari *self-cleaning*.

Kemampuan *self-cleaning* tersebut dapat diwujudkan dengan melakukan modifikasi tekstil melalui pelapisan senyawa oksidalogam [2]. Sebuah solusi yang umum digunakan untuk mewujudkan tujuan tersebut dengan memodifikasi permukaan tekstil menggunakan nano partikel fotokatalitik seperti TiO₂. Jenis tekstil yang digunakan dalam penelitian ini yaitu katun. Kain katun digunakan karena mempunyai karakteristik yang baik untuk bahan pakaian yaitu dapat diregenerasi, biodegradabel, lembut, nyaman, hangat, dan higroskopis [3].

Metode pelapisan nano TiO₂ pada kain yang banyak digunakan oleh penelitian sebelumnya pada dasarnya memiliki kelemahan yaitu penggunaan TiO₂ serbuk yang kurang efisien disebabkan karena turunnya aktivitas TiO₂ [4]. Turunya aktivitas dan konsentrasi ini dipengaruhi oleh ukuran partikel TiO₂ yang besar jika dalam bentuk serbuk. Untuk mengatasi permasalahan tersebut, sebagian besar peneliti semikonduktor fotokatalis membuat lapisan tipis semikonduktor dengan menggunakan metode seperti teknik sol gel [5].

Pelapisan nano partikel TiO₂ pada kain katun masih mempunyai masalah yaitu kurang kuat atau stabilnya ikatan TiO₂ pada kain, maka dari itu perlu ditambahkan senyawa pengikat atau *binder*. Kain katun merupakan selulosa yang memiliki gugus -OH yang tinggi. Gugus -OH ini yang akan menghubungkan TiO₂ dan selulosa melalui suatu binder atau pengikat. Gugus alkohol mengarah pada pembentukan ikatan kovalen sebagai akibat dari reaksi esterifikasi gugus karboksilat [6]. Pada reaksi esterifikasi terjadi apabila gugus hidroksil dari alkohol akan bereaksi dengan senyawa asam karboksilat menghasilkan ester. Karimi *et al.*, (2010) telah berhasil melakukan pelapisan nano TiO₂ pada kain katun dengan binder asam suksinat [7]. Pada penelitian ini senyawa yang digunakan sebagai *binder* yaitu asam oksalat yang memiliki dua gugus karboksilat yang

digunakan untuk menjembatani selulosa pada kain dengan TiO₂.

Berdasarkan uraian di atas, perlu dilakukan pembuatan nano partikel TiO₂ dengan asam oksalat sebagai *binder* akan dilapiskan pada serat kain katun. Pelapisan asam oksalat akan dilakukan dengan beberapa konsentrasi yaitu 25 g/L, 30 g/L, 35 g/L, dan 40 g/L. Dalam penelitian ini karakterisasi kimia partikel nano TiO₂ akan diuji menggunakan instrumen *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Fourier Transform Infra Red* (FT-IR). Uji karakterisasi morfologi permukaan kain dan untuk mendapatkan kadar unsur Ti yang terlapsi nano TiO₂ dengan *binder* asam oksalat melalui instrumen yaitu *Scanning Elektron Microscopy* (SEM-EDX) serta aktivitas *self cleaning* didapat dengan uji ketahanan warna.

METODE PENELITIAN

Alat

Alat – alat yang digunakan, yaitu berupa gelas kimia, gelas ukur, labu ukur, pipet tetes, *magnetic stirrer*, cawan porselen, botol plastik, mortar dan alu, ayakan 60 mesh, alat destruksi, desikator, Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah pipet, gelas beker, gelas ukur, *Hot plate stirrer*, pengaduk magnet, spatula, kaca arloji, neraca analitik, peralatan gelas, gunting, ultrasonik (220V, 800 W, 40 kHz, Turkey). Oven (*Binder, Germani*). Lampu UV-A (15 W, Philips, Belgium), *scanning electron microscopy* (SEM-EDX, Philips XL30; *Germany*), *Fourier Transform Infrared Spektrophotometer* (Shimadzu 8021), indikator pH universal, *X-Ray Diffraction* (Shimadzu XRD 6000).

Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kain katun 100% berwarna putih, asam oksalat PA dan natrium hipoposfit dari *Merck Chemical Co., Germany*. Titanium tetraisopropoksida (TTIP) 97% (Sigma-Aldrich), HCl 0,1 M, aquades, Etanol 96% (Merck), noda pewarna makanan Ponceau 4R.

PROSEDUR PENELITIAN**a. Pembuatan Nano Partikel TiO₂**

Pembuatan nano partikel TiO₂ dilakukan dengan metode sol-gel menggunakan TTIP sebagai prekursor, etanol p.a dan HCl 0,1 M. Komposisi volumenya adalah 97 mL etanol p.a, HCl 0,1 M 2 mL dan 0,35 mL TTIP. Etanol dan HCl dimasukkan ke dalam gelas kimia, kemudian ditambah dengan TTIP tetes demi tetes dan dilakukan di dalam ultrasonik. Selanjutnya di ultrasonik selama 4 jam kemudian dibiarkan pada kondisi ambien selama 24 jam. Setelah dipeptisasi selama 24 jam, sol-gel dikeringkan dengan suhu 110°C hingga mengubah fasa sol-gel menjadi serbuk. Serbuk yang terbentuk dikarakterisasi dengan FTIR dan XRD.

b. Tahap Pelapisan Kain Katun Terlapis Asam Oksalat

Menyiapkan larutan dengan konsentrasi asam oksalat yang berbeda yaitu 25 g/L, 30 g/L, 35 g/L, dan 40 g/L. Asam oksalat dimasukkan ke dalam gelas kimia, kemudian ditambah dengan NaH₂PO₂ sebagai katalis sebanyak 18 g/L. Kain katun selanjutnya direndam dalam campuran dan dilakukan ultrasonik selama 30 menit pada suhu 30-40 °C. Kain katun diangin anginkan selama 15 menit [8].

c. Tahap Pelapisan Kain Katun Terlapis TiO₂

Hasil pembuatan nanosol digunakan untuk melapisi kain katun. Sebelumnya larutan nano partikel TiO₂ diultrasonifikasi selama 30 menit. Kain katun yang sudah terlapis oleh asam oksalat dicelupkan dengan waktu

25 detik [9]. Setelah itu kain dioven pada suhu 80°C selama 5 menit kemudian pada suhu 140 °C selama 3 menit hingga nano partikel TiO₂ benar-benar terikat pada kain [10]. Kain terlapis kemudian dianalisis menggunakan SEM-EDX

d. Pengujian Aktivitas Self Cleaning

Uji *self-cleaning* pada kain katun dilakukan dengan meneteskan noda pewarna makanan Ponceau 4R 10 mg/L dengan jarak 1 cm di atas kain dan dikeringkan pada suhu kamar. Untuk menguji kemampuan sinar UV dalam mendegradasi noda, sampel diradiasi dengan lampu UV 15 Watt, dapat dilakukan dengan menggunakan lampu laminar selama 5 jam. Total perbedaan warna sebelum dan sesudah diradiasi dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer reflektansi. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan sistem ruang warna CIE Lab 1970. Contoh uji diukur reflektansinya (% R) pada panjang gelombang 400 – 700 nm dengan selang 20 nm sehingga dapat ditentukan panjang gelombang maksimum dengan nilai % R terendah, dan nilai reflektansinya dikonversikan menjadi nilai ketuaan warna (K/S) berdasarkan persamaan Kubelka-Munk sebagai berikut :

$$K/S = \frac{(1 - R)^2}{2R}$$

Keterangan :

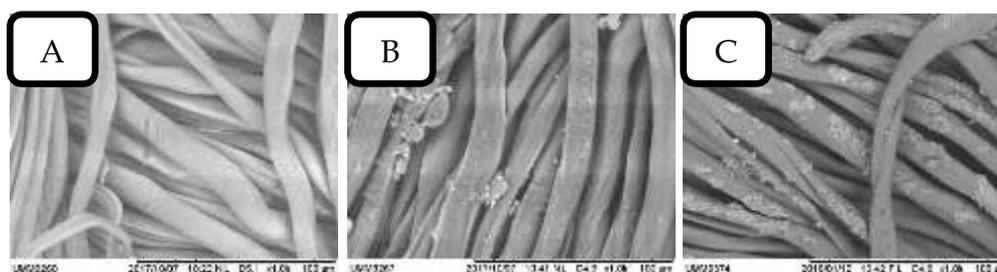
K : Koefisien penyerapan cahaya

S : Koefisien penghamburan cahaya

R : % reflektansi

Tabel 1. Hasil Uji Ketuaan Warna

Jenis Kain	Nilai ketuaan warna (K/S)
Kain kontrol	41,00
Kain TiO ₂ tanpa <i>binder</i>	31,00
Kain TiO ₂ dengan <i>binder</i> 25%	30,30
Kain TiO ₂ dengan <i>binder</i> 30%	31,00
Kain TiO ₂ dengan <i>binder</i> 35%	34,20
Kain TiO ₂ dengan <i>binder</i> 40%	34,00



Gambar 1. Hasil SEM kain perbesaran 1000x (A) Kontrol (B) terlapis TiO₂ tanpa *binder* asam oksalat (C) terlapis TiO₂ dengan *binder* asam oksalat 25%

Tabel 2. Hasil EDX Kain Terlapis TiO₂ dan Kain Terlapis TiO₂ dengan *Binder* Asam Oksalat 25%

Unsur	Kain TiO ₂		Kain TiO ₂ -Oksalat 25%	
	Wt%	At%	Wt%	At%
C K	35,05	44,17	32,16	41,27
O K	56,20	53,17	55,72	53,69
CoL	06,43	01,65	06,39	01,67
NaK	-	-	03,73	02,50
SiK	01,21	00,65	00,65	00,35
P K	-	-	00,46	00,23
TiK	00,36	00,15	00,90	00,29

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada bagian ini, akan dijelaskan terkait hasil sintesis TiO₂ beserta karakterisasinya dan hasil uji aktivitas *self cleaning* kain terlapis TiO₂ dengan *binder* asam oksalat.

a. Hasil Sintesis Nano TiO₂

Hasil spektra FTIR sintesis nano TiO₂ menunjukkan serapan pada bilangan gelombang 3358 cm⁻¹ dimana pada serapan tersebut merupakan daerah gugus fungsi Ti-OH ulur. Selain itu muncul serapan pada bilangan gelombang 1629,9 cm⁻¹ dimana pada serapan tersebut merupakan daerah gugus fungsi -OH tekuk dari Ti-OH. Serapan pada 1634 cm⁻¹ merupakan vibrasi tekuk -OH yang berasal Ti-OH [11]. Pada spektra FTIR hasil sintesis

muncul serapan pada bilangan gelombang 596,02 cm⁻¹ dimana pada rentang pita 618,1 - 405,9 cm⁻¹ merupakan vibrasi O-Ti-O [12]. Selain data FTIR juga didukung hasil XRD sampel. Dari data XRD sampel memiliki fasa anatase karena celah sudut yang didapat sesuai data JCPDS anatase dengan nomor 21-1272 dengan intensitas sampel tertinggi 100% berada pada sudut $2\theta = 25,5136$ dan intensitas 24,94% berada pada sudut $2\theta = 53,9816$. Hasil fasa yang terbentuk sudah sesuai dengan yang diinginkan yaitu anatase. Dari data XRD yang diperoleh dihitung ukuran kristal dengan menggunakan persamaan Scherrer, yaitu:

$$D = \frac{0,9 \lambda}{\beta \cos \theta}$$

Keterangan:

D = ukuran kristal
 λ = panjang gelombang berkas sinar X
 (1,54056 Å)
 β = FWHM (*full width half maximum*)/intensitas dalam radian
 θ = besar sudut dari puncak dengan intensitas tinggi

Dari hasil perhitungan yang dilakukan pada intensitas tertinggi 100% didapat ukuran kristal sebesar 10,12 nm. Hasil sintesis dengan metode sol-gel yang diperoleh dapat dikatakan berhasil dan sesuai teori dimana metode tersebut dapat menghasilkan serbuk metal oksida dengan ukuran nanopartikel [13].

b. Hasil Uji Aktivitas *Self Cleaning*

Untuk melihat kemampuan degradasi warna noda atau *self cleaning* perlu dikoversi dengan cara nilai K/S dari kain kontrol dikurangi nilai K/S kain yang terlapisi. Kain kontrol merupakan kain katun tanpa dilapisi TiO₂ ataupun *binder* asam oksalat tetapi tetap diberi perlakuan yang sama yaitu diberi dua tetes noda Ponceau 4R dan diradiasi dengan UV 15 Watt selama 5 jam. Tidak adanya unsur TiO₂ pada kain kontrol maka nilai K/S yang didapat merupakan ketuaan warna yang hanya dipengaruhi oleh degradasi lampu UV, dengan diketahuinya pengaruh lampu UV terhadap nilai K/S maka dapat dijadikan pengurang pada kain katun yang telah dilapisi TiO₂ ataupun *binder* dengan berbagai konsentrasi. Aktivitas *self cleaning* tertinggi sebesar 10,7 dihasilkan oleh kain katun terlapisi TiO₂ dengan *binder* asam oksalat 25%. Penambahan *binder* terbukti dapat meningkatkan kemampuan *self cleaning* dari kain katun terlapisi TiO₂. Meningkatnya kemampuan *self cleaning* ini disebabkan jumlah nano TiO₂ yang teremban dalam kain meningkat dengan adanya *binder* asam oksalat. Akan tetapi saat konsentrasi *binder* dinaikkan

kemampuan *self cleaning*nya cenderung menurun.

Turunnya kemampuan *self cleaning* ini

dapat terjadi karena dengan naiknya konsentrasi *binder* diatas 25% ketersediaan gugus-OH menjadi lebih banyak. Banyaknya gugus-OH tersebut menyebabkan Ti yang berinteraksi lebih banyak dan akan teremban pada kain lebih banyak pula. Ketika Ti yang teremban banyak, hal ini akan menyebabkan terjadinya agregasi dari partikel nano Ti dan kemudian mengurangi efisiensi kerja fotokatalisnya karena luas permukaannya turun [8].

c. Karakterisasi Kain Terlapis TiO₂ dengan *Binder* Asam Oksalat

Berdasarkan Gambar 1 dapat dilihat morfologi permukaan dari ketiga sampel kain, dimana pada gambar (A) kain kontrol menunjukkan serat kain yang teratur. Pada gambar (B) dan (C) menunjukkan serat kain yang berhasil dilapisi dengan partikel nano TiO₂, hal ini dapat dilihat dengan membandingkan gambar (A) dimana pada gambar (A) kain bersih tanpa ada partikel yang teremban. Pada gambar (B) dan (C) dapat dilihat terdapat perbedaan pada jumlah partikel nano TiO₂ yang teremban, dimana pada gambar (C) serat kain hampir seluruhnya terlapis partikel nano TiO₂ sedangkan pada gambar (B) hanya sebagian yang terlapis. Hal ini menegaskan pengaruh penambahan *binder* asam oksalat dapat meningkatkan partikel nano TiO₂ yang teremban dengan interaksi elektrostatis antara anion karboksilat dari asam oksalat dengan Ti⁺ dari TiO₂ dalam kondisi asam. Banyaknya Ti teremban pada kain katun juga didukung dari hasil EDX yang dapat dilihat pada dan Tabel 2. dimana unsur Ti yang teremban pada kain TiO₂ tanpa *binder* memiliki persen berat 0,36% sedangkan pada kain TiO₂ dengan *binder* memiliki persen berat 0,9%. Hal ini mendukung data SEM dan membuktikan bahwa *binder* memang dapat meningkatkan jumlah Ti yang teremban

dengan interaksi elektrostatis antara anion karboksilat dari asam oksalat dengan Ti^{+} dari TiO_2 dalam kondisi asam.

SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan, maka dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

1. Hasil karakterisasi kimia sintesis nano partikel TiO_2 menunjukkan bahwa terdapat beberapa serapan khas TiO_2 yaitu pada bilangan gelombang 3354 cm^{-1} ; $1629,9\text{ cm}^{-1}$; $1421,58\text{ cm}^{-1}$; dan $596,02\text{ cm}^{-1}$ serta karakterisasi fisika sintesis nano partikel TiO_2 menunjukkan terbentuknya kristal anatase dengan intensitas 100% pada sudut $2\theta = 25,5136$ dengan ukuran kristal 10,12 nm.
2. Hasil uji aktivitas *self cleaning* kain katun yang terlapis TiO_2 dengan *binder* asam oksalat 25% memiliki aktivitas *self cleaning* lebih baik dari pada kain katun terlapis TiO_2 tanpa menggunakan *binder*.
3. Hasil analisis morfologi permukaan kain dengan SEM menunjukkan bahwa menggunakan *binder* asam oksalat dengan konsentrasi 25% telah berhasil melapisi kain katun lebih baik dari pada tanpa menggunakan *binder*.

DAFTAR PUSTAKA

1. Lu YH, Lin H, Chen YY, Wang C, HuaYR. 2007. Structure and performance of bombyx mori silk modified with nano- TiO_2 and chitosan. *Fibers and Polimers*. 8(1): 1-6.
2. Rilda, Yetria., Fadhli, Syukri, Admin Alif, Hermansyah Aziz, Sheela Chandren, Hadi Nur : Self-Cleaning TiO_2 - SiO_2 Clusters on Cotton Textile Prepared by Dip- Spin Coating Process. *Journal Technology and Engineering*. 2016.
3. Eddy, D. R., Lestari, M. W., Hestiawan, I., Noviyanti, A. R. 2016. Sintesis Partikel Nano Titanium Dioksida pada Kain Katun dan Aplikasinya Sebagai Material Self-Cleaning. *Chemica et Natura Acta*. Vol. 4 No.3: 130-137.
4. Tian, J., Chen, L., Yin, Y., Wang, X., Dai, J., Zhu, Z., Liu, X., Pingwei, W. 2009. Photocatalyst Of TiO_2/ZnO Nano Composite Film: Preparation, Characterization, and Photodegradation Activity Of Methyl Orange. *Surface and Coatings Technology*, 204(1-2), 205-214.
5. Nasr, C., Vinodgopal., K., Fisher, L., Hotchandani, S., Chattopadhyay, A. K., and Kamat, P.V. 1999. Environmental Photochemistry on Semiconductor Surface. Visible Light Induced Degradation of a Textile Diazo Dye, Naphthol Blue Black on TiO_2 Nanoparticles, *J. Phys. Chem.* 100, 8436-8442.
6. Meilert KT, Laub D, Kiwi J. Photocatalytic self-cleaning of modified cotton textiles by TiO_2 clusters attached by chemical spacers. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical* 2005; 237: 101-108
7. Karimi, Loghan, Mohammad Mirjalilii, M. Esmail Yazdanshenas, Ali Nazari :Effect of Nano TiO_2 on self Cleaning Property of Cross Linking Cotton Fabric with Succinic Acid Under UV Irradiation. Textile Department, Islamic Azad University, Yazd Branch, Yazd, Iran.
8. Hashemikia, H and Montazer, M. 2012. Sodium hypophosphite and nano TiO_2 inorganic catalysts along with citric acid on textile producing multi-functional properties. *Elsevier*.
9. Mahltig, B., Bottcher, H., and Helfried, H., 2005, Functionalization of Textiles by Inorganic Sol-Gel Coatings, *J. Mater. Chem.*, 15, 4385-4398.
10. Maharani, Dina Kartika., Rusmini., Dwiningsih, Kusumawati. 2013. Pemanfaat Potensi Alam Kitosan Berpadu Material Nano SiO_2/Al_2O_3 Sebagai Agen Fiksasi Zat Warna

Dalam Upaya Mengurangi Limbah Zat Warna Industri Batik dan Tekstil. Laporan Penelitian Hibah Bersaing. Surabaya: Universitas Negeri Surabaya.

11. Yusefa, Dian. 2014. Pembuatan Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ dengan Pengaruh Suhu Kalsinasi untuk Proses Fotodegradasi Zat Warna Rhodamin-B. UNESA. *Skripsi*.
12. Rilda, Yetri., Muthia R.S., dan Syukri. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Nanokristal $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2\text{/Kitosan}$: Efek Temperatur Kalsinasi dan Surfaktan CTABr. *Journal Kimia Unand*.
13. Lim, C., Jeong H. R, Do H. K., Song Y. C. dan Won C. O. 2010. Reaction Morphology and The Effect of pH on The Preparation of TiO_2 Nanoparticles by a Sol-Gel Method. *Journal of Ceramic Processing Research*, Vol. 11 No. 6.

