

SINTESIS DAN KARAKTERISASI TiO₂ UNTUK APLIKASI SIFAT HIDROFOBİK PADA KACA

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF TiO₂ FOR APPLICATIONS OF HYDROFOBIC PROPERTIES IN GLASS

Qurrotul A'yun 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. Kaca merupakan salah satu material yang mudah buram saat terkena air hujan sehingga, dibutuhkan sifat hidrofobik (anti air) pada kaca. Sifat hidrofobik kaca diperoleh dengan cara melapisi kaca dengan sol TiO₂. Pada penelitian ini sol TiO₂ disintesis menggunakan metode sol gel. Sol hasil sintesis dilapiskan pada kaca dengan metode hapusan. Kaca terlapisi komposit TiO₂ dipanaskan selama dengan variasi suhu pemanasan yaitu 300 °C, 400 °C, 500 °C, dan 600 °C. Sifat hidrofobik kaca diukur dari besarnya nilai sudut kontak antara permukaan kaca dengan air melalui uji tetes. Hasil uji tetes menunjukkan bahwa ukuran sudut kontak kaca meningkat seiring dengan meningkatnya suhu pemanasan. Kaca terlapisi sol TiO₂ dengan suhu pemanasan sebesar 600 °C memiliki sifat hidrofobik terbaik dengan nilai sudut kontak sebesar 105,7°.

Kata kunci: Sol TiO₂, hidrofobik, sudut kontak

Abstract. Glass is one of the materials that is easily opaque when exposed to rain so, hydrophobic (waterproof) properties are needed on the glass. The hydrophobic nature of glass is obtained by coating the glass with TiO₂ soles. In this study, TiO₂ soles were synthesized using the sol gel method. The synthesized sol is superimposed on the glass by the smear method. The glass coated with TiO₂ composite was heated during with variations in heating temperature of 300 °C, 400 °C, 500 °C, and 600 °C. The hydrophobic nature of glass is measured by the magnitude of the contact angle between the surface of the glass and water through a drip test. The drops test results show that the size of the glass contact angle increases with increasing heating temperature. TiO₂ insulated glass coated with heating temperature of 600 °C has the best hydrophobic properties with a contact angle value of 105.7°.

Keywords: TiO₂ soles, hydrophobic, contact angle

PENDAHULUAN

Penggunaan kaca pada gedung bertingkat menyebabkan kaca mudah terkena air hujan. Jika air ini mengering maka akan menimbulkan bekas sehingga kaca menjadi buram. Kaca yang buram akan menyebabkan kurangnya pencahayaan pada ruangan, namun letak kaca yang sulit dijangkau pada gedung bertingkat menyebabkan sulitnya proses pembersihan sehingga diperlukan suatu nilai tambah baru pada kaca yang dapat mempermudah proses pembersihan kaca pada gedung bertingkat. Berdasarkan alasan tersebut maka perlu dikembangkan material pelapis kaca yang memiliki sifat anti air (hidrofobik) [1].

Sifat hidrofobik adalah sifat fisik dari suatu molekul yang ditolak dari massa air [2]. Sifat hidrofobik dipengaruhi oleh ukuran sudut kontak air dengan lapisan material. Jika ukuran sudut kontak air melebihi 90° maka permukaan material tersebut disebut dengan permukaan hidrofobik. Ukuran sudut kontak ini dapat dipengaruhi oleh komposisi material yang digunakan, rasio molar bahan dan suhu pemanasan [3].

Salah satu material yang dapat memberikan sifat hidrofobik pada kaca adalah TiO₂. Proses fotokatalisis menjadikan TiO₂ berperilaku ampifilik yaitu hidrofobik saat gelap (tanpa sinar UV) dan hidrofilik saat terang (terdapat sinar UV). Sifat ampifilik dari TiO₂ terjadi karena

adanya sinar UV yang mengenai TiO_2 yang melapisi kaca. Sinar UV yang mengenai TiO_2 mengakibatkan transisi elektron (e^-) dari pita valensi ke pita konduksi. Transisi elektron ini menghasilkan kekosongan (h^+) pada pita valensi dan elektron (e^-) pada pita konduksi. Elektron tersebut selanjutnya mereduksi Ti^{4+} menjadi Ti^{3+} , sedangkan kekosongan (h^+) akan mengoksidasi O^{2-} menjadi O_2 menghasilkan kekosongan oksigen dipermukaan. Kekosongan oksigen tersebut, diisi oleh molekul air yang berikatan dengan Ti^{3+} dan selanjutnya terurai menjadi hidroksida di permukaan. Pada keadaan ini kaca terlapis TiO_2 bersifat hidrofilik. Hidroksida ini selanjutnya mengalami kondensasi dengan melepaskan air membentuk ikatan Ti-O-Ti yang bersifat hidrofobik (anti air) [4].

Sifat hidrofobik dari material TiO_2 dapat dipengaruhi oleh komposisi material yang melapisi kaca [5] ukuran partikel material [6], suhu pemanasan kaca [7]. Semakin tinggi suhu pemanasan sampel maka sifat hidrofobik permukaan semakin baik, hal ini yang ditandai dengan semakin besarnya ukuran sudut kontak.

Pada penelitian ini proses pembuatan nanopartikel TiO_2 dilakukan dengan menggunakan metode sol gel [8]. Pada metode sol gel terjadi 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) [9]. Keuntungan metode sol-gel untuk sintesis partikel nano logam oksida antara lain dapat membentuk lapisan oksida transparan yang menempel sempurna, sehingga distribusi ukuran partikel seragam serta luas permukaan yang besar [10]. Sol TiO_2 pada kaca akan terlapis dengan baik membentuk lapis tipis/transparan jika digunakan metode sol gel, hal ini terjadi karena pada metode sol gel, partikel anorganik yang terbentuk akan berukuran kurang dari 100 nm, sehingga akan melapisi kaca dengan baik [11].

Berdasarkan informasi tersebut, maka pada penelitian ini akan dibuat material hidrofobik dari lapisan nanopartikel TiO_2 pada permukaan kaca. Kaca terlapis komposit TiO_2 akan dipaaskan dengan beberapa suhu yang berbeda yaitu 300 °C,

400 °C, 500 °C, dan 600 °C. Pada penelitian ini aktivitas hidrofobik didapat dari pengukuran sudut kontak antara air dengan permukaan kaca terlapis komposit TiO_2 .

METODE PENELITIAN

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kaca dengan ketebalan 0,5 cm, tetrabutyl titanat (TBT) Sigma-Aldrich 98%, aquades, etanol absolut Sigma-Aldrich 99,5%, asam asetat glasial Merck.

Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu gelas kimia, gelas ukur, pengaduk magnetik, spatula, pipet tetes, pipet volume, pro pipet, mikro pipet, buret, termometer, stirrer, oven dan tanur.

Prosedur Penelitian

Pembuatan sol TiO_2

TBT (tetrabutyl titanat) ditambah etanol kemudian distirer selama 30 menit. Larutan kemudian ditambah tetes demi tetes (1 tetes/detik) larutan campuran (aquades + asam asetat glasial + etanol) dengan pengadukan kuat. Larutan distirer selama 1 jam sehingga terbentuk sol TiO_2 berwarna kuning muda.

Preparasi Kaca

Kaca dengan ketebalan 0,5 cm dan berukuran 5 cm x 3 cm dicuci dengan aquades lalu diangin-anginkan. Kaca kemudian dicuci dengan etanol dan dibilas menggunakan aquades kembali sampai bersih. Kaca kemudian dikeringkan pada suhu 70°C dalam oven selama 15 menit.

Pelapisan sol TiO_2 pada Kaca

Kaca ditetesi 0,5 mL sol TiO_2 agak posisi agak ke tepi. Selanjutnya diletakkan kaca lain dengan posisi miring dan menggeser ke arah berlawanan setipis mungkin. Kaca yang telah dilapisi komposit lalu dipanaskan pada suhu 300 °C, 400 °C, 500 °C dan 600 °C selama 2 jam.

Pengujian sifat hidrofobik kaca terlapis TiO_2 dengan uji tetes

Air ditetaskan dari mikropipet ke permukaan kaca kemudian dibiarkan selama 2 menit. Tetesan air pada kaca kemudian difoto dengan kamera Canon Ixus 230HS. Hasil

pemotretan tersebut kemudian diberi garis singgung antara kaca dengan air menggunakan paint. Gambar tersebut selanjutnya diukur sudut kontak antara air dengan permukaan kaca menggunakan aplikasi *autocad* [12].

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis Sol TiO₂

Sintesis TiO₂ dilakukan dengan metode sol-gel menggunakan Tetrabutyl Titanate (TBT) sebagai prekursor dan etanol absolut sebagai pelarut. TBT sebanyak 5 mL dimasukkan dalam gelas kimia kemudian ditambahkan etanol dengan 20 mL. TBT yang telah dilarutkan dalam etanol p.a tersebut distirer selama 30 menit pada suhu ruang dengan kecepatan 500 rpm dan didapatkan larutan jernih berwarna kuning muda. Larutan selanjutnya ditambahkan katalis dari campuran asam asetat glasial, aquades dan etanol p.a tetes demi tetes (± 1 tetes/detik) dengan pengadukan kuat menggunakan stirrer dengan kecepatan 650 rpm. Larutan sol selanjutnya distirer kembali selama 1 jam dan dihasilkan sol jernih berwarna kuning muda [13]. Sol TiO₂ hasil sintesis disajikan pada Gambar 1.

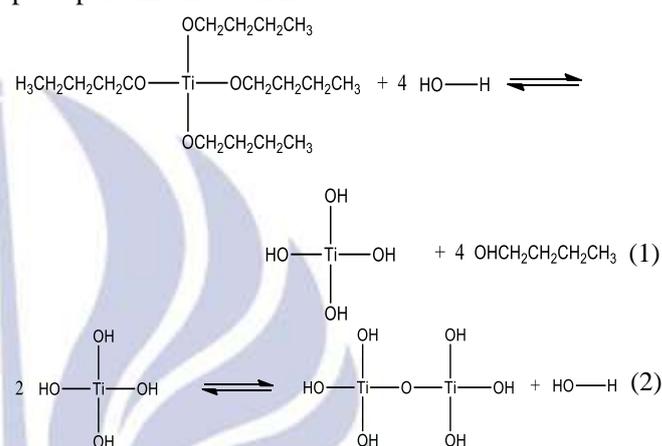


Gambar 1. Sol TiO₂ hasil sintesis

Stirrer digunakan agar sol TiO₂ terbentuk secara sempurna dan mencegah penggumpalan partikel sehingga partikel yang dihasilkan akan berukuran seragam [14]. Penggunaan suhu ruang bertujuan agar sol yang dihasilkan akan berbentuk gel [15]. Larutan campuran dari etanol, aquades dan asam asetat glasial yang ditambahkan pada sintesis ini membantu proses pembentukan TiO₂. Etanol akan melarutkan TBT dan penambahan sedikit aquades akan menghidrolisis TBT dalam suasana asam. Asam yang digunakan adalah asam asetat glasial yang berfungsi sebagai katalis yang mempercepat terjadinya reaksi hidrolisis. Pemilihan pelarut etanol pada penelitian ini bertujuan untuk memperlambat proses pembentukan padatan oksida karena etanol

memiliki tingkat kelarutan yang kecil terhadap TBT [16].

Sol TiO₂ yang terbentuk kemudian dibiarkan selama 24 jam. Pada tahap pendiaman tersebut terjadi proses kondensasi dimana sol akan membentuk senyawa anorganik yang saling berhubungan dalam fase gel. Tahapan kondensasi tersebut akan menghasilkan pembentukan TiO₂.xH₂O. Reaksi sintesis TiO₂ dengan prekursor *Tetrabutyl Titanate* (TBT) disajikan pada persamaan 1 dan 2.



Preparasi Kaca

Pada tahap preparasi, kaca dibersihkan untuk menghilangkan kotoran yang menempel pada permukaan kaca. Kaca yang sudah dipotong dicuci dengan menggunakan aquades lalu dikeringkan pada suhu ruang. Kaca yang telah kering kemudian dicuci kembali dengan menggunakan etanol lalu dikeringkan kembali dalam oven pada suhu 70°C. Penggunaan oven pada suhu ini bertujuan agar etanol tersebut menguap bersamaan dengan kotoran yang menempel pada kaca.

Pencucian kaca dengan etanol dan air juga berfungsi untuk menghilangkan pengotor seperti lemak yang menempel pada kaca karena rantai alkil yang bersifat non polar pada etanol dapat mengikat lemak yang memiliki sifat yang sama yaitu non polar, sedangkan gugus polar etanol akan larut dengan air sehingga permukaan kaca akan bersih dari kotoran. Kaca yang telah kering kemudian diangkat dari oven dan siap digunakan untuk pelapisan sol [17].

Pelapisan Sol TiO₂ pada Kaca

Pada tahap pelapisan permukaan kaca dengan sol dilakukan dengan menggunakan metode hapusan. Pelapisan kaca dilakukan

dengan cara meneteskan $\pm 0,5$ mL sol TiO_2 pada kaca dengan posisi agak ketepi, kemudian meletakkan kaca yang lain dengan posisi miring, menggeser ke arah berlawanan setipis mungkin lalu dikeringkan agar lapisan menempel pada kaca. Penggeseran kaca dilakukan dengan kecepatan yang kontinyu agar kaca terlapisi secara merata. Kaca terlapisi sol TiO_2 disajikan pada Gambar 2.



Gambar 2. Kaca terlapisi sol TiO_2

Kaca terlapisi sol yang telah kering kemudian dikalsinasi selama 2 jam dengan variasi suhu yaitu 300°C , 400°C , 500°C dan 600°C . Pemanasan ini bertujuan untuk menghilangkan kotoran dan membentuk fasa kristal dari sol pada permukaan kaca. Variasi suhu dibatasi pada suhu 600°C karena pada suhu diatas 600°C , kaca terlapisi TiO_2 akan menghitam sehingga mengurangi nilai hidrofobik dari kaca yang dilapisinya [18]. Kaca yang telah dikalsinasi tersebut kemudian diambil dan siap digunakan untuk uji sifat hidrofobiknya. Pengambilan kaca setelah dikalsinasi dilakukan pada suhu ruang, karena pengambilan kaca hasil kalsinasi secara langsung dapat menyebabkan *thermal shock* [19].

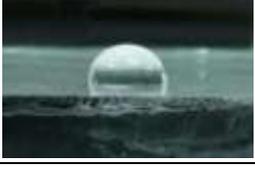
Sifat Hidrofobik Kaca terlapisi Sol TiO_2

Sifat hidrofobik suatu permukaan dapat ditentukan berdasarkan besarnya sudut kontak air. Pengukuran sudut kontak ini dilakukan dengan cara uji tetes air pada permukaan kaca. Uji tetes dilakukan dengan meletakkan kaca pada plat sandaran atau alas yang dapat diatur keseimbangan posisi horisontal dan ketinggiannya secara tepat. Sampel yang telah dalam kondisi kesetimbangan kemudian ditetesi air dari mikro pipet ke permukaan kaca uji sebanyak $0,1$ mL dengan ketinggian ± 10 cm. Uji tetes dilakukan pada tempat yang mendapatkan penerangan secara tidak langsung agar tidak terjadi penguapan akibat panas yang ditimbulkan oleh

lampu. Hasil dari uji tetes tersebut kemudian diamati dan difoto dengan menggunakan kamera Canon Ixus 230HS. Waktu pemotretan dilakukan 2 menit setelah meneteskan air pada permukaan specimen uji.

Gambar dari pemotretan ini kemudian dianalisis dengan menggunakan aplikasi untuk mengukur sudut kontak antara air dan permukaan kaca. Pengukuran sudut kontak ini dilakukan dengan cara membuat garis singgung pada sisi kiri dan sisi kanan dari tetesan air tersebut salah satunya dengan menggunakan aplikasi *paint*. Foto yang telah diberi garis singgung kemudian dihitung sudut kontak dengan menggunakan aplikasi *autocad*.

Tabel 1. Hasil sudut kontak air dengan permukaan kaca

Jenis kaca	Sifat Hidrofobik	Sudut Kontak
Kaca tanpa lapisan		0°
Kaca terlapisi sol TiO_2 suhu 300°C		$92,5^\circ$
Kaca terlapisi sol TiO_2 suhu 400°C		$94,2^\circ$
Kaca terlapisi sol TiO_2 suhu 500°C		$102,2^\circ$
Kaca terlapisi sol TiO_2 suhu 600°C		$105,7^\circ$

Hasil uji tetes dari kaca tanpa lapisan menunjukkan bahwa kaca tidak memiliki sudut kontak karena saat kaca ditetesi air bentuknya tidak bulat dan sudutnya 0° . Sudut 0°

menunjukkan bahwa kaca tanpa pelapisan sol TiO₂ tidak bersifat hidrofobik karena masih banyaknya interaksi air dengan permukaan kaca. Hasil uji tetes pada kaca terlapisi sol TiO₂ dengan beberapa variasi suhu pemanasan menunjukkan bahwa pada kaca terlapisi TiO₂ menghasilkan sudut kontak dengan nilai yang lebih besar dibandingkan dengan nilai sudut kontak yang dihasilkan oleh kaca tanpa lapisan. Kaca terlapisi sol TiO₂ dengan suhu pemanasan 300 °C menghasilkan nilai sudut kontak sebesar 92,5°, pemanasan 400 °C menghasilkan nilai sudut kontak sebesar 94,2°, pemanasan 500 °C menghasilkan nilai sudut kontak sebesar 102,2° dan pada pemanasan 600 °C menghasilkan nilai sudut kontak sebesar 105,7°. Nilai sudut kontak ini sudah melebihi 90° sehingga kaca yang dihasilkan sudah bersifat hidrofobik.

Besar kecilnya nilai sifat hidrofobik dari suatu permukaan dipengaruhi oleh suhu pemanasan kaca. Semakin tinggi suhu pemanasan kaca maka morfologi lapisan TiO₂ akan semakin baik, hal tersebut juga meningkatkan sifat hidrofobitas permukaan yang ditandai dengan semakin besarnya ukuran sudut kontak [20]. Hal ini terjadi karena struktur lapisan TiO₂ pada permukaan kaca mengalami perubahan saat dilakukan proses perlakuan panas. Struktur terbaik didapat dari sampel yang mengalami pemanasan lebih tinggi yakni 600°C dimana TiO₂ terdistribusi secara merata di seluruh permukaan sampel yang ditandai dengan ukuran sudut kontak yang paling tinggi [21].

SIMPULAN

Sol TiO₂ dapat dibuat dari sintesis dengan metode sol gel menggunakan TBT sebagai prekursor. Sol TiO₂ dapat memberikan sifat hidrofobik pada kaca yang dilapisinya. Analisis sifat hidrofobik kaca terlapisi komposit menunjukkan bahwa suhu pemanasan mempengaruhi nilai sudut kontak saat kaca ditetesi dengan air. Semakin besar suhu pemanasan maka semakin besar nilai sudut kontak sehingga sifat hidrofobiknya semakin besar.

DAFTAR PUSTAKA

- Putri, T.A., Ratnawulan., & Ramli. 2018. Sintesis Lapisan Hydrophobic Nanokomposit Mangan Oksida/Polystyrene (MnO₂/PS) untuk Aplikasi Self-Cleaning. *Pillar of Physic.* Vol. 11., No. 2. Hal: 1-8.
- Mukti, K. H., Hastiawan, I., Rakhmawati, D., & Noviyanti, A. R. 2013. Preparasi Fotokatalis Barium Bismut Titanat Terprotonasi (Hbbt) Untuk Fotodegradasi Metilen Biru. *Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi Nuklir PTNBR – BATAN Bandung.*
- Pravita S, Anggi, dan Dahlan, Dahyunir. 2013 . Sintesis Lapisan TiO₂ Menggunakan Prekursor TiCl₄ untuk Aplikasi Kaca Self Cleaning dan Anti Fogging . *Jurnal Fisika Unand* Vol. 2, No. 2, ISSN 2302-8491.
- Sutrisno, Hari. 2009. Tinjauan Mikrostruktur Kereaktifan Anatas Dan Rutil Sebagai Material Superfotohidrofil Permukaan. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Yogyakarta.*
- Wijesena, R. N., Tissera, N. D., Perere, R., Silva, K.M.N., & Amaratunga, G.A.J. 2015. Slightly Carbomethylated Cotton Supported TiO₂ nanoparticle as Self-Cleaning Fabric. *J. Mol. Catal.* Vol. 389 Hal: 107-114.
- Moradi, S., Azar, P. A., Farshid, S. R., Khorrami, S. A., & Givianrad, M. H. 2012. The Effect of Different molar ratios of ZnO on characterization and photocatalytic activity of TiO₂/ZnO nanocomposite. *Journal Saudi Chemical Society.* Vol. 20 Hal: 373-378.
- Dahlan, D. & Pravita, A. 2013. Analisis Sifat Hidrofobik dan Sifat Optik Lapisan Tipis TiO₂. *Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung.*
- Yamashita, H., Kawasaki, S., Ichihashi, Y., Harada, M., Takeuchi, m., & Anpo, M. 1998. Characterization of Titanium-Silicon Binary Oxide Catalysts Prepared by the Sol-Gel Method and Their Photocatalytic Reactivity for the Liquid-Phase Oxidation of 1-Octanol. *Journal of Physical Chemistry B.*, 102 5870-5875.
- Brinker, C. J. & Scherer, G. W. 1990. Sol-gel Science. *The Physics and Chemistry of Sol-gel Processing.* San Diego : Academic Press.

10. Maharani, D. K., Kartini, I., Aprilita, N. H. 2010. Nanosilica-Chitosan Composite Coating on Cotton Fabrics. *AIP Conference Proceedings* 1284, 87.
11. Mahltig, B., Bottcher, H., & Helfried, H. 2005. Funtionalization of Textiles by Inorganic Sol-Gel Coating. *J. Mater. Chem.* Vol.15, 4385-4398.
12. Hamidah, N., Rizkiana, M. F., Setyawan, H., & Affandi, S. 2012. Pelapisan Hidrofobik pada Kaca melalui Metode Sol-Gel dengan Prekursor Waterglass. *Jurnal Teknik Pomits ITS.* Vol. 1, No. 1. Hal 1-4.
13. Tian, J., Chen, L., Yin, Y., Wang, X., Dai, J., Zhu, Z., Liu, X., & Wu, P. 2009. Photocatalyst of TiO₂/ZnO Nano Composite Film: Preparation, Characterization, and Photodegradation Activity Of Methyl Orange. *Surface and Coating Technology,* Vol. 204 No. 1, 205-214.
14. Lim, C. S., Ryu, J. H., Kim, D. H., Cho, S. Y., & Oh, W. C. 2010. Reaction Morphology and The Effec of pH on The Preparation of TiO₂ Nanoparticles by a Sol Gel Method. *Journal of Ceramic Processing Research.* Vol. 11 No. 6.
15. Lestari, Diah. 2011. Preparasi Nanokomposit TiO₂/ZnO dengan Metode Sonokimia serta Uji Aktivasnya untuk Fotodegradasi Fenol. *Skripsi.* Kimia FMIPA UNNES.
16. Alawiyah, S.T. 2018. Sintesis dan Aplikasi TiO₂-Asam Sitrat sebagai Agen Self-Cleaning pada Kain Katun. *Skripsi.* Surabaya: Universitas Negeri Surabaya.
17. Yunianto, Angga Dwi. 2017. Aktivitas Self-Cleaning Pada Kain Katun Terlapisi Nano Partikel TiO₂ dengan Binder Asam Oksalat. *Skripsi.* Surabaya: Kimia FMIPA UNESA.
18. Siregar., A. M., Harahap, M. H., & Ritongan, W. 2011. Preparasi dan Karakterisasi Lapisan Tipis TiO₂ pada Permukaan Logam dan Kaca menggunakan Metode Sol-Gel. *Jurnal Penelitian Saintika.* Vol. 11 No 2. ISBN 1412-2995.
19. Pataya, S. A., Gareso, P. L. & Juarlin, E. 2016. Karakterisasi Lapis Tipis Titanium Dioksida (TiO₂) yag Ditumbuhkan dengan Metode Spin Cating di atas Substrat Kaca.
20. Maulidya, D. 2012. Pengaruh Temperatur Terhadap Morfologi Lapisan Hidrofobik TiO₂ pada Substrat Kaca yang ditumbuhkan dengan Metode Dip-coating. *Skripsi.* Medan: FMIPA Universitas Negeri Medan.
21. Siregar., A. M., Harahap, M. H., & Ritongan, W. 2011. Preparasi dan Karakterisasi Lapisan Tipis TiO₂ pada Permukaan Logam dan Kaca menggunakan Metode Sol-Gel. *Jurnal Penelitian Saintika.* Vol. 11 No 2. ISBN 1412-2995.