

SINTESIS DAN KARAKTERISASI SiO_2 UNTUK APLIKASI SIFAT HIDROFOBİK PADA KACA

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF SiO_2 FOR APPLICATION OF HYDROFOBİK PROPERTIES IN GLASS

*Agustin Windayani Putri 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. Penelitian ini bertujuan untuk sintesis SiO_2 sebagai aplikasi sifat hidrofobik pada kaca. SiO_2 memiliki sifat hidrofobik yang dapat digunakan sebagai agen self cleaning. Sifat hidrofobik pada kaca dibuat dengan metode sol-gel dan pelapisan pada kaca menggunakan metode hapusan. Pada penelitian ini kaca yang telah terlapis oleh SiO_2 dipanaskan dengan variasi kalsinasi yaitu sebesar 300 °C, 400 °C, 500 °C, dan 600 °C. Sifat hidrofobik pada kaca diukur besarnya nilai sudut kontak antara permukaan kaca dengan air melalui uji tetes. Hasil uji tetes kaca terlapis SiO_2 variasi kalsinasi 300 °C, 400 °C, 500 °C, dan 600 °C memiliki nilai sudut kontak berturut-turut sebesar 93,3°, 94,3°, 103,3° dan 109,9°. Sifat hidrofobik kaca terlapis SiO_2 memberikan hasil terbaik pada kalsinasi 600 °C. Hal ini menunjukkan bahwa semakin besar suhu kalsinasi maka semakin besar nilai sudut kontak yang dihasilkan.

Kata kunci : Sol TiO_2 , hidrofobik, sudut kontak

Abstract. synthesize SiO_2 as an application of hydrophobic properties on glass. SiO_2 has hydrophobic properties which can be used as self cleaning agents. The hydrophobic nature of the glass is made by the sol-gel method and coating on the glass using the smear method. In this study the glass coated with SiO_2 was heated with calcination variations of 300 °C, 400 °C, 500 °C, and 600 °C. The hydrophobic nature of the glass is measured by the value of the contact angle between the surface of the glass and water through a drip test. The test results of SiO_2 coated glass drops calcined variations of 300 °C, 400 °C, 500 °C and 600 °C have contact angle values of 93.3 °, 94.3 °, 103.3 ° and 109.9 °. The hydrophobic nature of SiO_2 coated glass gives the best results at calcination of 600 °C. This shows that the greater the calcination temperature, the greater the contact angle value produced.

Keywords: SiO_2 soles, hydrophobic, contact angle.

PENDAHULUAN

Kaca merupakan suatu material yang penggunaannya sangatlah luas yaitu sebagai konstruksi bangunan, industri otomotif, peralatan biomedis dan panel surya [1]. Maraknya penggunaan kaca pada gedung bertingkat mendorong kebutuhan terhadap self cleaning juga meningkat. Aplikasi kaca self cleaning pada gedung bertingkat dapat lebih mudah untuk dibersihkan, sehingga pada saat hujan kotoran yang menempel pada kaca dapat cepat hilang terbawa oleh tetesan-tesan air hujan. Dalam hal ini kaca juga memiliki sifat hidrofobik.

Sifat Hidrofobik merupakan suatu fisik dari suatu molekul yang ditolak oleh massa air

(tidak suka air) [2]. Sifat self cleaning pada suatu permukaan memiliki dua mekanisme, yaitu permukaan bersifat hidrofilik dan hidrofobik. Kaca self cleaning dengan permukaan hidrofilik dapat terjadi apabila terdapat penyinaran UV (keadaan terang) sedangkan permukaan hidrofobik terjadi pada saat tidak adanya penyinaran matahari (keadaan gelap). Hidrofobisitas suatu permukaan dapat dihitung menggunakan sudut kontak air (water contact angle), yaitu suatu garis sudut yang terjadi antara tetesan air dengan permukaan suatu benda pada garis kontak [3]. Sudut kontak air jika melebihi 90°, maka permukaan material tersebut memiliki sifat hidrofobik [4]. Jika sudut lebih dari 150°,

maka permukaan material tersebut bersifat superhidrofobik [4]. Salah satu material yang memiliki sifat hidrofobik adalah nano partikel SiO_2 yaitu sebagai salah satu *self cleaning* pada kaca.

Menurut penelitian yang dilakukan oleh Sinko (2010), menyatakan bahwa silika merupakan bahan baku silika aerogel, yang memiliki ukuran pori-pori kurang dari 50 nm, memiliki luas 1000 m^2/g , konduktivitas termal rendah ($\sim 0,05 \text{ W/m}$), massa jenis dan memiliki konstanta dielektrik yang rendah. Silika aerogel juga memiliki kemampuan memisahkan bahan organik dan air secara absorpsi [5]. Selain itu, silika memiliki kekhasan diantaranya, yaitu preparasi mudah melalui rekasi hidrolisis-kondensasi dari prekursor yang relatif murah dan mudah didapat seperti TEOS (*tetraethyl orthosilicate*) dengan katalis asam atau basa, permukaan mudah dimodifikasi dengan variasi senyawa organosilikon, biokompatibel tanpa adanya gejala keracunan [6].

Menurut penelitian yang dilakukan oleh Rohmah & Zainuri (2016), menyatakan bahwa permukaan kaca yang telah dilapisi oleh komposit PDMS/ SiO_2 menghasilkan permukaan hidrofobik dengan sudut kontak air $148,26^\circ$. Dalam pembuatannya menggunakan metode sol gel, mekanisme metode sol gel pada SiO_2 , yaitu menggunakan silane organik sebagai prekursor, diawali dengan hidrolisis gugus fungsi, lalu mengalami kondensasi gugus silanol. Pada kondisi awal, gugus OH sebagai katalis. Dalam reaksi pH perlu dikontrol, agar ukuran partikel juga terkontrol sehingga memiliki angka relatif pada saat hidrolisis dan kondensasi terjadi [7]

Pada paparan latar belakang diatas, pada penelitian ini akan dilakukan pembuatan material bersifat hidrofobik dari lapisan SiO_2 dengan metode sol gel. Keuntungan metode sol-gel untuk sintesis partikel nano logam oksida antara lain dapat membentuk lapisan oksida transparan yang menempel sempurna pada kaca, sehingga distribusi ukuran partikel seragam serta luas permukaan yang besar [8]. Pada penelitian ini dilakukan pembuatan sifat hidrofobik permukaan kaca terlapis SiO_2 dengan variasi kalsinasi, yaitu 300°C , 400°C , 500°C , dan 600°C . Penelitian

ini diharapkan mampu menghasilkan sifat hidrofobik yang baik pada kaca terlapis SiO_2 dengan ditandai uji sudut kontak air.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat dan Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kaca dengan ukuran 5 cm x 3 cm dengan ketebalan 0,5 cm, *tetraethyl orthosilicate* (TEOS) *absolute*, etanol 99 %, aquades, dan HCl 0,1 M. Alat yang digunakan yaitu gelas kimia, gelas ukur, termometer, kaca arloji, neraca analitik, stirer, pengaduk kaca, tanur, mikropipet, pipet tetes, dan kamera.

Prosedur penelitian

a. Sintesis nanosol SiO_2

Nanosol SiO_2 dibuat dengan cara mencampurkan TEOS 5 mL dan etanol 5 mL lalu distirer selama 10 menit pada suhu ruang, Lalu ditambahkan larutan campuran (aquades + HCl 0,1 M) tetes demi tetes. distirer selama 5 menit pada suhu ruang. Selanjutnya larutan campuran tersebut distirer selama 1,5 jam pada suhu 60°C .

b. Preparasi Kaca

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

c. Tahap pelapisan sol SiO_2 dengan 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°C , 400°C , 500°C dan 600°C .

d. Uji kemampuan hidrofobik kaca setelah pelapisan

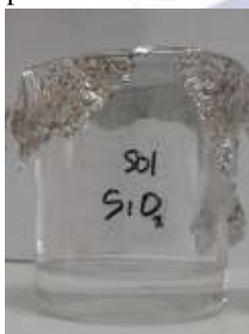
Kaca terlapis sol SiO_2 dengan cara ditetesi air menggunakan mikropipet sebanyak 1 tetes pada ketinggian ± 10 cm. Hasil dari uji

tetes pada permukaan kaca kemudian difoto menggunakan kamera *canon Ixus 230HS* dan dihitung besar sudut kontak menggunakan aplikasi *autocad* [9].

HASIL PEMBAHASAN

Sintesis nano sol

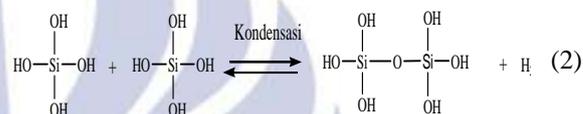
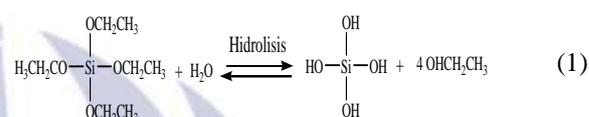
Pada proses pembuatan sintesis sol SiO_2 dapat dilakukan dengan menggunakan prekursor *Tetraethyl orthosilicate* (TEOS) melalui metode sol-gel. Proses pembuatan sol SiO_2 menggunakan bahan yang meliputi *Tetraethyl orthosilicate* (TEOS), etanol p.a, HCl 0,1 M, dan aquades. Sintesis SiO_2 dilakukan dengan mencampurkan *Tetraethyl orthosilicate* (TEOS) dengan larutan etanol p.a lalu distirer selama 10 menit dalam suhu ruang. Langkah selanjutnya yaitu membuat larutan campuran meliputi aquades dan larutan HCl 0,1 M yang digunakan sebagai katalis. Larutan campuran tersebut, dimasukkan ke dalam larutan TEOS tetes demi tetes lalu distirer selama 5 menit dalam suhu ruang dengan kecepatan konstan. Larutan yang telah distirer 5 menit lalu larutan dipanaskan dalam temperatur 60°C selama 1,5 jam dan distirer dengan kecepatan konstan. Larutan yang telah distirer 1,5 jam, kemudian didinginkan sampai menjadi gel dan dihasilkan larutan tidak berwarna. Hasil sintesis SiO_2 disajikan pada Gambar 1.



Gambar 1. Sol SiO_2 hasil sintesis

Pada sintesis sol SiO_2 , *Tetraethyl Orthosilicate* (TEOS) digunakan sebagai prekursor dan larutan HCl 0,1 M sebagai katalis dalam proses sintesis nanosilika. Pada tahapan hidrolisis, gugus etoksi TEOS bereaksi dengan molekul air membentuk intermediet $[\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4 \cdot \text{x} (\text{OH})_x]$ dengan substitusi gugus hidroksil [10]. Proses pembentukan sol SiO_2 dilakukan pada suhu 60°C dengan tujuan untuk mempercepat proses hidrolisis pada tahap selanjutnya tahapan

kondensasi yaitu terbentuknya sol menjadi gel. Terbentuknya sol gel memiliki jaringan SiO_2 yang dikelilingi oleh pori-pori yang berisi EtOH (etanol) dan H_2O . Molekul-molekul yang telah mengalami kondensasi akan saling bergabung dan menghasilkan molekul gel yang memiliki kerapatan massa yang besar dan akan menghasilkan kristal logam oksida $\text{SiO}_{2\text{x}} \cdot \text{H}_2\text{O}$. Pada reaksi pembuatan sintesis SiO_2 dari prekursor TEOS melalui proses hidrolisis dan kondensasi. Proses sol gel SiO_2 disajikan pada persamaan 1 dan 2.



Preparasi Kaca

Pada penelitian ini kaca yang digunakan pada proses pelapisan nanokomposit pada kaca yaitu kaca transparan yang memiliki ukuran 3×5 cm dengan ketebalan 0,5 cm. Kaca yang sudah dipotong dengan ukuran 3×5 cm, kemudian dicuci dengan aquades lalu dikeringkan pada suhu ruang. Kaca yang telah kering dicuci kembali dengan larutan etanol teknis lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 90°C .

Tujuan dari preparasi kaca yaitu untuk membersihkan kaca dari kotoran yang menempel agar menghasilkan kaca yang bersih. Penggunaan aquades yaitu untuk membersihkan kaca dari kotoran-kotoran agar tidak mengganggu proses pelapisan pada permukaan kaca. Selain aquades, proses pencucian kaca menggunakan larutan etanol yang berfungsi untuk menghilangkan pengotor seperti bekas kotoran hasil pemotongan kaca serta untuk mensterilkan permukaan kaca dari bakteri yang dapat mengganggu proses pelapisan. Tujuan dioven yaitu untuk menguapkan etanol dan membersihkan kotoran yang menempel pada permukaan kaca [11].

Pelapisan Sol SiO₂ pada kaca

Pada penelitian ini pelapisan sol SiO₂ pada kaca dilakukan menggunakan metode sol gel. Langkah yang dilakukan yaitu menyiapkan kaca dengan ukuran 3 x 5 cm yang sudah dipreparasi sebelumnya. Pelapisan kaca dilakukan dengan cara meneteskan sol SiO₂ sebanyak 0,5 mL pada permukaan kaca dengan posisi agak menepi. 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. Teknik metode hapusan disajikan pada Gambar 2.



Gambar 2. Teknik pelapisan dengan metode hapusan.

Kaca terlapisi sol SiO₂ yang telah kering kemudian dikalsinasi selama 2 jam dengan variasi yaitu 300 °C, 400 °C, 500 °C dan 600 °C. Tujuan kalsinasi yaitu untuk memperkuat struktur dari permukaan material, membentuk oksida, menghilangkan kandungan air dan untuk menghilangkan pengotor-pengotor organik [12]. Kaca yang telah dikalsinasi pada suhu tinggi agar memberikan sifat hidrofobik yang tinggi. Kaca yang telah terlapisi sol selanjutnya digunakan untuk uji sifat hidrofobik [13].

Uji Kemampuan Sifat Hidrofobik pada Kaca terlapisi nanosol

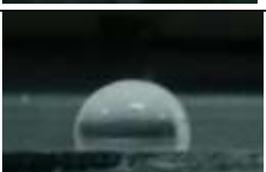
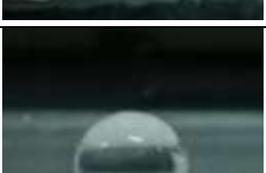
Sifat hidrofobik dapat diuji dengan mengukur sudut kontak pada permukaan kaca yang terlapisi material. Hidrofobisitas suatu permukaan dapat ditentukan berdasarkan besarnya sudut kontak air (*water contact angle*), yaitu besarnya sudut kontak yang terjadi antara tetesan air dengan suatu permukaan yang terlapisi material pada suatu garis kontak [14].

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. 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 sol SiO₂ 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 sol SiO ₂ suhu 300 °C		93,3°
Kaca terlapisi sol SiO ₂ suhu 400 °C		94,3°
Kaca terlapisi sol SiO ₂ suhu 500 °C		103,3°
Kaca terlapisi sol SiO ₂ suhu 600 °C		109,9°

Berdasarkan Tabel 1. hasil sudut kontak dapat dilihat bahwa kaca terlapsi sol SiO₂ 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 kontakny

Sudut kontak yang disebabkan oleh kontak air pada suatu permukaan material lebih dari 90°, maka permukaan material tersebut bersifat hidrofobik [4]. Jika suatu sudut kontak air telah melebihi 150°, maka permukaan material tersebut bersifat superhidrofobik [15]. Sifat hidrofobik pada permukaan kaca yang terlapsi SiO₂ dengan variasi 300 °C, 400 °C, 500 °C dan 600 °C berturut-turut sebesar 93,3°, 94,3°, 102,3°, dan 109,9°. Sifat hidrofobik pada permukaan kaca terlapsi SiO₂ disebabkan oleh adanya ikatan Si-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 Si-O-Si (hidrofobik) dan dapat berubah menjadi hidrofilik jika disinari oleh UV yang membentuk ikatan Si-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 [16]. 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 terlapsi SiO₂ dengan suhu kalsinasi 600°C memberikan sifat hidrofobik paling tinggi yang ditandai dengan nilai sudut kontak yaitu sebesar 109,9°.

SIMPULAN DAN SARAN

Simpulan

Sol SiO₂ telah berhasil dibuat dari TEOS sebagai prekursor dengan menggunakan metode sol gel. Permukaan kaca terlapsi sol SiO₂ dapat

memberikan sifat hidrofobik yang ditandai dengan nilai sudut kontak melebihi 90°C. Sifat hidrofobik kaca terlapsi SiO₂ dengan variasi kalsinasi menunjukkan hasil sudut kontak berbeda. Semakin tinggi suhu kalsinasi maka nilai sudut kontak yang dihasilkan semakin tinggi, sehingga pada suhu 600°C permukaan kaca SiO₂ memberikan sifat hidrofobik paling tinggi .

Daftar Pustaka

1. Guo, Z., W. And Su, B.L., 2011. Superhydrophobic Surface: from Natural to Biomimetic to Functional, *Journal of Colloid and Interface Science*, 353,355-355.
2. Mahltig, B., Haufe, H. and Bottcher, H., 2005, Functionalisation of textile by Inorganic sol-gel coatings, *J. Mater. Chem.*, Vol. 15, hal. 4385- 4398.
3. Feng et al. 2002.Expression of p53, inducible nitric oxide synthase and vascular endothelium growth factor in gastric cancerous lesions : corelation with clinical features. *BMC Cancer* 20: 2-8.
4. Olalekan, A.P & Dada, A. olusola. 2014. Review: Silica Aerogel as a Viable Absorbent for Oil Spill Remediation. *Journal of Encapsulation and Adsorption Sciences*, vol. 4, hal. 122-131.
5. 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.
6. Brinker, C.J., & Scherer, G.W. 1990. Sol gel science: *The Physics and Chemistry of Sol-gel Processing*. USA: Academic Press.
7. Maharani, D. K., Kartini, I., Aprilita, N. H. 2010. Nanosilica-Chitosan Composite Coating on Cotton Fabrics. *AIP Conference Proceedings* 1284, 87.
8. 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.
9. 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.

10. Yuniarto, Angga Dwi. 2017. Aktivitas Self-Cleaning Pada Kain Katun Terlapisi Nano Partikel TiO_2 dengan Binder Asam Oksalat. *Skripsi*. Surabaya: Kimia FMIPA UNESA.
11. 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.
12. 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.
13. Mahltig, B., Botcher, H., & Helfried, H. 2005. Funtionalization of Textiles by Inorganic Sol-Gel Coating. *J. Mater. Chem.* Vol.15, 4385-4398.
14. 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 Waterin Oil Emulsification, *Cooloids and Surface A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 179, 29-37.
15. Maulidya, D. 2012. Pengaruh Temperatur Terhadap Morfologi Lapisan Hidrofobik TiO_2 pada Substrat Kaca yang ditumbuhkan dengan Metode Dip-coating. *Skripsi*. Medan: FMIPA Universitas Negeri Medan.

