

Pengaruh Penambahan SiO₂ dan TiO₂ terhadap Sifat Hidrofobik Komposit Kitosan- ZnO Pada Kain

Effect of Addition of SiO₂ and TiO₂ on Hydrophobic of Chitosan-ZnO Composites on Fabric

Nur Lailiyah dan Dina Kartika Maharani*

Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences

Universitas Negeri Surabaya

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

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

Abstrak. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh penambahan TiO₂ dan SiO₂ pada komposit kitosan-ZnO terhadap sifat hidrofobik kain melalui proses pelapisan kain. Data yang didapatkan terdiri dari data kualitatif dan kuantitatif. Analisis data menggunakan deskriptif kualitatif. Penambahan TiO₂ dan SiO₂ pada Kitosan-ZnO menggunakan metode sol-gel. Pelapisan Komposit pada kain menggunakan metode dip-coating dengan perbandingan volume TiO₂:ZnO 1:1 dan SiO₂:ZnO 1:1. Uji hidrofobisitas menggunakan metode WCA diperoleh sudut kontak kitosan-ZnO sebesar 101°, kitosan-TiO₂/ZnO sebesar 142° dan kitosan-SiO₂/ZnO sebesar 127°, selanjutnya dikarakterisasi menggunakan FTIR menunjukkan adanya interaksi kitosan dan ZnO ditandai adanya peak pada daerah 430 cm⁻¹; 1556 cm⁻¹; 1397 cm⁻¹; 1338 cm⁻¹; 3242 cm⁻¹; 1052 cm⁻¹ dan 1019 cm⁻¹. Terbentuknya Kitosan-ZnO/TiO₂ dilihat dari pergeseran gelombang dan perubahan intensitas serapan Kitosan-ZnO pada peak 3242 cm⁻¹ menjadi 3450 cm⁻¹; 1556 cm⁻¹ menjadi 1548 cm⁻¹; 1397 dan 1338 cm⁻¹ menjadi 1400 dan 1336 cm⁻¹; 1052 dan 1019 cm⁻¹ menjadi 1151 dan 1023 cm⁻¹ juga peak baru pada 850 cm⁻¹. Terbentuknya Kitosan-ZnO/SiO₂ dilihat dari pergeseran gelombang dan perubahan intensitas serapan Kitosan-ZnO pada peak 3242 cm⁻¹ menjadi 3257 cm⁻¹; 1556 cm⁻¹ menjadi 1589,34 cm⁻¹; 1397 dan 1338 cm⁻¹ menjadi 1401 dan 1342 cm⁻¹; 1052 dan 1019 cm⁻¹ menjadi 1066 dan 1020 cm⁻¹ juga peak baru 938 cm⁻¹.

Kata Kunci : Komposit Kitosan-ZnO, TiO₂, SiO₂, Hidrofobik

Abstract This study purposed to determine the effect of adding TiO₂ sol and SiO₂ sol to chitosan-ZnO composites on the hydrophobic properties of fabrics through the fabric coating process. The data obtained of consisted qualitative and quantitative data. Data analysis used qualitative descriptive manner. The addition of TiO₂ and SiO₂ to Chitosan-ZnO using the sol-gel method. Composite coating on the fabric using the dip-coating method with a volume ratio of TiO₂:ZnO 1:1 and SiO₂:ZnO 1:1. Hydrophobicity test using the WCA method obtained contact angle of the chitosan-ZnO is 101°, chitosan-TiO₂/ZnO is 142° and chitosan-SiO₂/ZnO is 127°, then characterized using FTIR, showed the interaction of chitosan and ZnO marked by a peak in the area of 430 cm⁻¹; 1556 cm⁻¹; 1397 cm⁻¹; 1338 cm⁻¹; 3242 cm⁻¹; 1052 cm⁻¹ and 1019 cm⁻¹. The formation of Chitosan-ZnO/TiO₂ was seen from the wave shift and changes in the absorption intensity of Chitosan-ZnO at peak of 3242 cm⁻¹ to 3450 cm⁻¹; 1556 cm⁻¹ to 1548 cm⁻¹; 1397 and 1338 cm⁻¹ became 1400 and 1336 cm⁻¹; 1052 and 1019 cm⁻¹ became 1151 and 1023 cm⁻¹ and a new peak appeared at 850 cm⁻¹. The formation of Chitosan-ZnO/SiO₂ was seen from the wave shift and changes in the absorption intensity of Chitosan-ZnO at peak of 3242 cm⁻¹ to 3257 cm⁻¹; 1556 cm⁻¹ to 1589.34 cm⁻¹; 1397 and 1338 cm⁻¹ becomes 1401 and 1342 cm⁻¹; 1052 and 1019 cm⁻¹ becomes 1066 and 1020 cm⁻¹ also new peaks of 938 cm⁻¹.

Keywords: Chitosan-ZnO Composite, TiO₂, SiO₂, Hydrophobic

PENDAHULUAN

Industri tekstil berkembang semakin pesat ditandai dengan adanya permintaan pasar terhadap produk tekstil multifungsi. Tekstil multifungsi merupakan suatu produk tekstil dengan memodifikasi tekstil sehingga memiliki nilai tambah baru [1]. Komposit polimer organik dan material anorganik dapat digunakan sebagai material untuk memodifikasi tekstil. Berbagai penelitian terdahulu mengenai modifikasi tekstil dari material komposit polimer organik dan material anorganik antara lain Rilda, et (2017) yang membahas mengenai peningkatan kemampuan antibakteri pada tekstil yang dilapisi Kitosan/TiO₂/SiO₂ menggunakan hidrofobisasi [2], kemudian penelitian Raeisi (2021) mengenai kain katun superhidrofobik yang dilapisi nanopartikel kitosan-TiO₂ [3]. Kemudian penelitian mengenai kinerja Chitosan/TiO₂ sebagai agen fotodegradasi pada kain terhadap Rhodamine B [1]. Sehingga dapat diketahui bahwa komposit polimer organik dan material anorganik dapat digunakan sebagai pelapis pada tekstil yang memiliki keunggulan antara lain sifat antibakteri, fotodegradasi dan sifat hidrofobik.

Ada berbagai pendekatan telah diusulkan untuk memodifikasi tekstil dengan bahan nano, seperti teknik sol-gel, pelapisan sputter magnetron, deposisi plasma, dan pembentukan lapis demi lapis. Di antaranya metode tersebut metode sol-gel adalah yang paling populer karena perparasi dapat dilakukan dengan mudah [2]. Nanokomposit kitosan-ZnO merupakan material komposit dengan kombinasi kitosan dan nanopartikel ZnO. Kitosan-ZnO memiliki sifat hidrofobik yang telah diaplikasikan dalam beberapa bidang antara lain pencegah *biofouling laut* [4], aktif *food packaging* [5], antibakteri, viabilitas sel, penyerapan UV [6] dan pelapis pada kaca [7].

Kitosan merupakan biopolimer organik yang mudah terurai, biocompatible, tidak bersifat toksik, dapat membentuk lapis tipis dan mampu mengadsorpsi, selain itu kitosan memiliki sifat hidrofobik sehingga lebih sukar menyerap air [8].

Material ZnO telah banyak digunakan dalam aplikasi lingkungan dan energi seperti fotokatalitik, hidrofobik, superkapasitor, detektor UV dan superhidrofilik sehingga dapat menjadi kandidat yang bagus dalam aplikasi sifat self-cleaning pada suatu permukaan [9]. Sintesis dan pelapisan nano ZnO pada tekstil serta efek hidrofobitas, perlindungan UV dan aktivitas antibakteri [10].

lapisan hidrofobik pada tekstil menyebabkan permukaan tekstil bersifat self-cleaning bahkan anti korosi [11]. Tekstil hidrofobik memiliki sifat yang lebih efektif dalam menghilangkan kotoran dan mengurangi kelembapan [2]. Kemampuan tekstil dalam menghilangkan totolan noda pada serat di pengaruhi oleh kemampuan permukaan tekstil untuk menyerap, sehingga diperlukan permukaan tekstil hidrofobik [12]. Tekstil Hidrofobik memiliki sifat penolak air dengan sudut kontak air $90^\circ < \theta < 150^\circ$ dan superhidrofobik membentuk sudut $\theta > 150^\circ$ semakin tinggi sudut kontak, semakin besar kekuatan interaksi cair-cair menjadi, membuat bahan lebih hidrofobik [13]. Permukaan hidrofobik dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain komposisi kimia dan keksaran permukaan [11] salah satunya yaitu jenis oksida logam dalam komposit. Karena polimer kitosan yang digabungkan dengan oksida logam seperti SiO₂, ZnO dan TiO₂ dapat meningkatkan ketahanan abrasi kitosan pada kain [14]. Sehingga pada penelitian ini akan membahas mengenai pengaruh penambahan oksida logam berupa SiO₂ dan TiO₂ dalam komposit Kitosan-ZnO terhadap sifat hidrofobik pada tekstil.

METODE PENELITIAN

Bahan

Bahan-bahan yang diperlukan meliputi kain 5 cm x 6 cm, TBT (*Tetrabutyl Titanate*) Sigma-Aldrich 98%, TEOS (*Tetraethyl orthosilicate*), aquades, asam asetat glasial 100% Merck, etanol absolut Sigma-Aldrich 99,5%, dan HCl 0,1 M, Zink asetat dihidrat

Alat

Alat –alat yang diperlukan meliputi: gelas kimia gelas ukur, magnetik stirer, spatula, pipet tetes, pipet volume, pro pipet, buret, termometer, pinset,

Fourier Transform Infrared (FT-IR) 8400S/Shimadzu, oven, tanur dan kamera SLR Canon 600d.

Prosedur Penelitian

Pembuatan Larutan Kitosan 1%

Kitosan sebanyak 1 gram ditambahkan 100 mL larutan asam asetat 2% dan diaduk selama 8 jam pada suhu ruang. Diperoleh larutan kitosan 1% berwarna bening kekuningan

Pembuatan sol ZnO

Zink asetat dihidrat sebanyak 3,29 gram ditambahkan 50 mL etanol dan diaduk dengan suhu 70°C selama 5 menit, kemudian ditambahkan campuran larutan meliputi 0,26 mL aquades, 1,58 mL dietanolamin, 5 mL etanol kedalam larutan tetes demi tetes, lalu diaduk pada suhu ruang selama 2 jam dan dihasilkan Sol ZnO berupa larutan tak berwarna.

Pembuatan nanopartikel kitosan-ZnO

komposit kitosan- ZnO disintesis dengan metode sol gel dimana 3mL sol kitosan ditambahkan sol ZnO 0,5 mL selanjutnya dipanaskan pada suhu 50°C sampai larutan jernih dan homogen hingga terbentuk sol komposit kitosan- ZnO.

Pembuatan sol TiO₂

5 mL TBT (*Titanium Butoxide*) ditambahkan etanol sebanyak 20 mL dan diaduk selama 30 menit pada suhu ruang, kemudian ditambahkan larutan campuran meliputi 0,26 mL aquades, 3,4 mL asam asetat, 5 mL etanol dengan cara tetes demi tetes dengan pada kecepatan 500 rpm. Selanjutnya diaduk selama 1 jam dan didiamkan selama 24 jam pada suhu ruang, sehingga terbentuk sol TiO₂. Tahap selanjutnya setelah sol TiO₂ mengering, padatan TiO₂ ditumbuk halus lalu di tanur dengan suhu 250°C selama 2 jam.

Pembuatan sol SiO₂

5 mL *Tetraethyl orthosilicate* (TEOS) ditambahkan etanol 5 mL dan diaduk selama 10 menit dalam suhu ruang. Selanjutnya diukur aquades sebanyak 10 mL dan ditetesi HCl 0,1 M sebanyak 3-4 tetes. Setelah itu ditambahkan larutan HCl dalam larutan TEOS dan diaduk selama 5 menit dengan kecepatan 500 rpm. Selanjutnya larutan diaduk selama 1,5 jam dalam temperatur 60°C. Kemudian larutan dibiarkan selama 24 jam pada kondisi suhu ruang, sehingga terbentuk sol SiO₂.

Penambahan sol TiO₂ dan sol SiO₂ dalam komposit nanopartikel kitosan- ZnO

Penambahan sol TiO₂ dalam komposit nanopartikel kitosan-ZnO dilakukan dengan metode sol gel dimana komposit kitosan-ZnO ditambahkan dengan 0,5 mL TiO₂ selanjutnya dipanaskan pada suhu 50°C selama 60 menit sampai larutan jernih dan homogen hingga terbentuk sol komposit kitosan-ZnO/TiO₂, langkah tersebut diulangi dengan penambahan sol SiO₂ hingga terbentuk sol komposit kitosan- ZnO/SiO₂.

Preparasi dan pelapisan kain

Kain yang telah dipotong dengan ukuran 5x6 cm dipreparasi dengan mencelupkan kain pada 20 mL larutan etanol selama 5 menit, selanjutnya dicelupkan dalam 20 mL aquades selama 5 menit, Dikeringkan dalam oven pada suhu 50°C selama 5 jam. Sehingga dihasilkan kain yang siap untuk pelapisan, pelapisan kain dilakukan dengan mencelupkan kain pada larutan komposit kitosan-ZnO selama kurang lebih 5 menit kemudian di angkat dengan pinset diletakkan dalam ruang tertutup dan ditunggu kering, pengeringan membutuhkan waktu selama 24 jam, langka tersebut diulangi dengan menggunakan komposit komposit kitosan-ZnO/TiO₂ dan komposit kitosan- ZnO/SiO₂

Pengujian nano kitosan-TiO₂/ZnO menggunakan *Fourier Transform Infrared* FTIR

Analisis FTIR bertujuan untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsional dalam suatu senyawa. Pada penelitian ini larutan komposit kitosan- ZnO dikeringkan dengan tanur dengan suhu 250°C selama 2 jam. Tahap selanjutnya beberapa mg serbuk komposit dicampurkan dengan beberapa mg KBr kering untuk dibuat pellet kemudian dianalisis dengan FTIR. Langkah tersebut diulangi dengan menggunakan komposit komposit kitosan-ZnO/TiO₂ dan komposit kitosan- ZnO/SiO₂.

Uji hidrofobitas

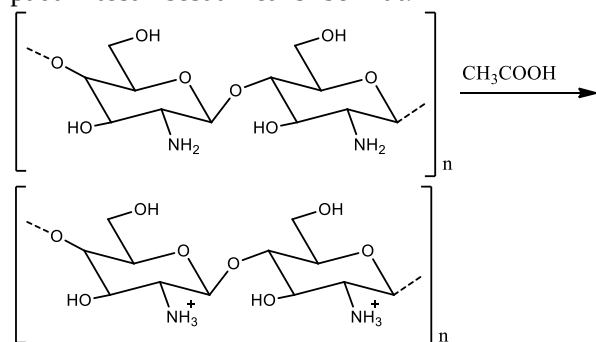
Uji hidrofobitas pada sampel kain dilakukan dengan meletakkan kain pada kertas gelap yang sudah diatur posisinya secara hirosontal dan vertikal, sampel diatur hingga dalam posisi seimbang, kemudian ditetesi air sebanyak 1 tetes pada ketinggian ± 5 cm dengan metode *drop stasis*, dimana tetesan cairan ditambahkan sampai terbentuk cembungan pada permukaan kain dengan menggunakan pipet sehingga sudut kontak

tercapai kemudian memfotonya menggunakan kamera SLR Canon 600d. Dople air pada permukaan kain diamati dan dihitung sudut kontak menggunakan aplikasi *autocad*.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis komposit Kitosan-ZnO

Langkah yang pertama yaitu pembuatan larutan kitosan 1% dengan menggunakan 1 gram serbuk kitosan dan 100 mL asam asetat 2% kemudian diaduk dan didapat larutan jernih berwarna kekuningan, kitosan dapat larut dalam asam asetat karena adanya reaksi protonasi antara gugus karboksil pada asam asetat dengan gugus amina pada kitosan sesuai reaksi berikut:

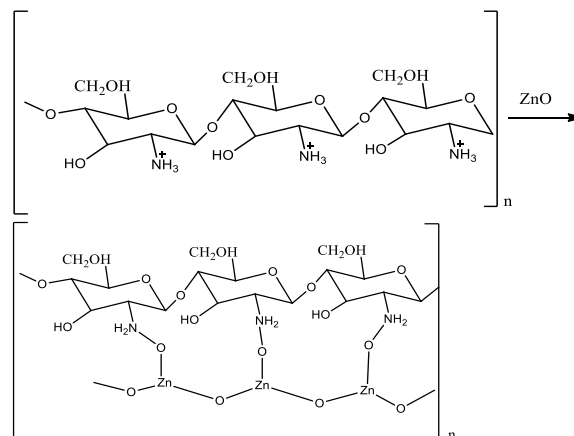


Gambar 1. Reaksi kitosan dengan asam asetat [31]

larutan kitosan 1% digunakan sebagai prekursor pada pembuatan komposit.

Selanjutnya yaitu pembuatan sol ZnO, sol ZnO dipreparasi menggunakan prekursor zink asetat dihidrat sebanyak 3,29 gram dan 50 mL etanol dan diaduk pada suhu 70°C selama 5 menit, pada proses ini zink asetat dihidrat akan terhidrolisis oleh alkohol, kemudian ditambahkan campuran 0,26 mL aquades, 1,58 mL dietanolamin dan 5 mL etanol kedalam larutan tetes demi tetes, larutan campuran tersebut berfungsi sebagai katalis pada proses hidrolisis, selanjutnya diaduk pada suhu ruang selama 2 jam yang menyebabkan terjadinya proses kondensasi. Pada proses kondensasi molekul akan bergabung menghasilkan molekul berbentuk gel dengan kerapatan massa yang besar dan reaksinya memerlukan ligan hidroksil untuk membentuk polimer yang memiliki ikatan -Zn-O-Zn- dan dihasilkan Sol ZnO berupa larutan tak berwarna.

Setelah didapat larutan kitosan 1% dan sol ZnO, komposit kitosan-ZnO dibuat dengan campuran 3 mL larutan kitosan 1% dan 0,5 mL Sol ZnO, kemudian diaduk dengan magnetik stirer hingga homogen didapatkan komposit kitosan-ZnO. Sesuai reaksi berikut :



Gambar 2. Reaksi Sintesis kitosan-ZnO [30]

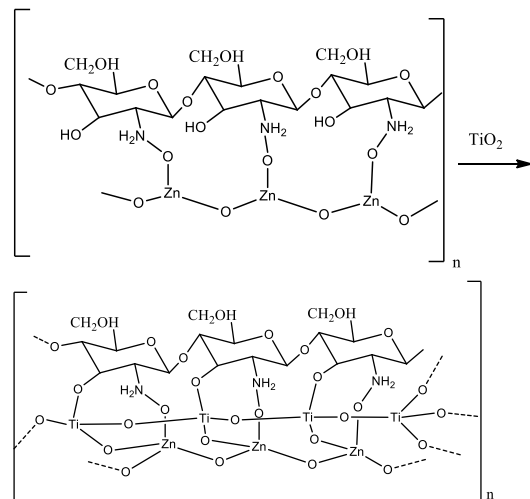
Penambahan sol TiO₂ dan Sol SiO₂ pada komposit Kitosan-ZnO

Sol TiO₂ dipreparasi menggunakan prekursor *Titanium Butoxide* (TBT) sebanyak 5 mL dan ditambahkan 20 mL etanol kemudian diaduk selama 30 menit. selanjutnya ditambahkan campuran (0,26 mL aquades + 3,4 mL asam asetat + 5 mL etanol) tetes demi tetes (1 tetes/ detik) dengan kecepatan 500 rpm. Penambahan etanol dan asam asetat untuk membentuk TiO₂ dari TBT. Etanol pada suasana asam akan membuat TBT larut dan mengalami hidrolisis. Etanol dapat menghambat pembentukan padatan oksida oleh TBT, dikarenakan padatan oksida bisa menghambat pembentukan sol dan didapatkan sol TiO₂ berwarna kuning jernih selanjutnya sol didiamkan selama 24 jam untuk proses kondensasi.

Sol SiO₂ dipreparasi menggunakan prekursor Tetraethyl orthosilicate (TEOS) sebanyak 5 mL dan ditambahkan 5 mL etanol p.a kemudian diaduk selama 10 menit pada suhu ruang. Kemudian ditambahkan larutan campuran 10 mL aquades dan 4 tetes larutan HCl 0,1 M ditambahkan tetes demi tetes lalu diaduk selama 5 menit, HCl berfungsi sebagai katalis dalam proses sintesis nanosilika. Pada tahapan ini terjadi proses hidrolisis dimana gugus etoksi TEOS bereaksi dengan molekul air membentuk intermediet [Si(OC₂H₅)_{4-x}(OH)_x] dengan substitusi gugus hidroksil [15]. kemudian larutan dipanaskan dalam temperatur 60°C, hal ini bertujuan untuk mempercepat proses hidrolisis, selanjutnya larutan yang diaduk 1,5 jam, maka akan mengalami perubahan sol menjadi gel yang disebut proses kondensasi. Sol gel memiliki pori-pori yang berisi EtOH (etanol) dan H₂O yang mengelilingi jaringan SiO₂, kemudian diamkan

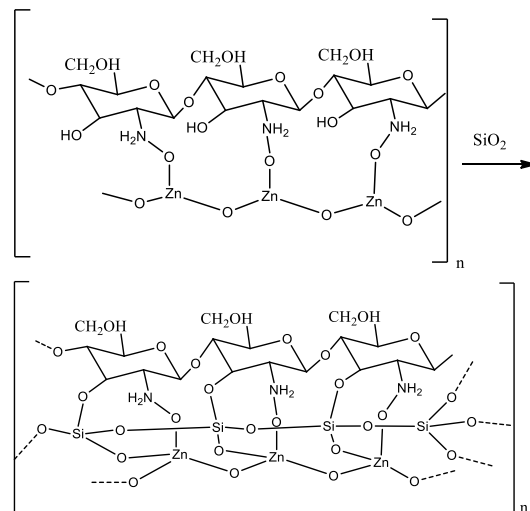
selama 24 jam dalam suhu ruang. Setelah molekul mengalami kondensasi maka molekul akan saling bergabung dan membentuk molekul gel dengan kerapatan massa yang besar dan akan menghasilkan sol SiO_2 yang tak berwarna

Penambahan sol TiO_2 pada komposit kitosan-ZnO dibuat dengan campuran komposit kitosan-ZnO dan 0,5 mL Sol TiO_2 , kemudian diaduk dengan magnetik stirer hingga homogen didapatkan komposit Kitosan-ZnO/ TiO_2 berupa larutan tak berwarna. Sesuai reaksi berikut:



Gambar 3. Reaksi penambahan TiO_2 pada komposit Kitosan-ZnO

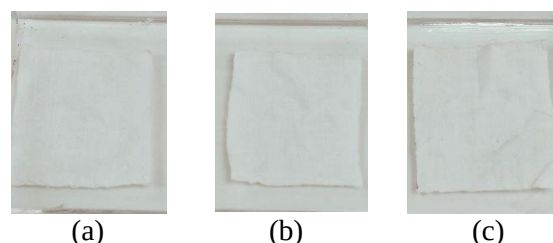
Untuk penambahan sol SiO_2 pada komposit kitosan-ZnO dibuat dengan campuran komposit kitosan-ZnO dan 0,5 mL Sol SiO_2 , kemudian diaduk dengan magnetik stirer hingga homogen didapatkan komposit Kitosan-ZnO/ SiO_2 berupa larutan tak berwarna.



Gambar 4. Reaksi penambahan SiO_2 pada komposit Kitosan-ZnO

Preparasi dan Pelapisan Kain

Kain yang telah dipotong dengan ukuran 5x6 cm, kemudian dilakukan preparasi dimana kain dicelupkan dalam aquades untuk menghilangkan kotoran-kotoran pada kain agar tidak mengganggu proses pelapisan pada permukaan kain, kemudian di celupkan etanol untuk membersihkan pengotor serta untuk mensterilkan kain dari bakteri, selanjutnya dioven agar etanol menguap. Selanjutnya tahap pelapisan kain dengan komposit dilakukan dengan metode *Dip coating* dimana kain akan ditarik kearah vertikal dari larutan sehingga larutan yang menempel pada kain akan jatuh disebabkan adanya gaya gravitasi kemudian pelarut menguap bersama dengan reaksi kondensasi, dihasilkan lapisan pada kain. Berikut gambar kain yang telah dilapisi komposit kitosan-ZnO kitosan-ZnO/ TiO_2 dan kitosan-ZnO/ SiO_2 .



Gambar 5. Kain terlapi (a) komposit kitosan-ZnO (b) kitosan-ZnO/ TiO_2 dan (c) kitosan-ZnO/ SiO_2

Uji Hidrofobitas

Uji hidrofobitas kain yang terlapi komposit kitosan-ZnO, kitosan-ZnO/ TiO_2 dan kitosan-ZnO/ SiO_2 menggunakan metode *Water Contact Angel* (WCA). Kain dengan sifat hidrofobik dapat dihasilkan dari beberapa cara, yaitu modifikasi permukaan hidrofilik dengan lapisan hidrofobik atau melakukan pelapisan pada permukaan kain dengan senyawa kimia yang energi permukaannya rendah sehingga permukaannya mampu menahan air. Tekstil Hidrofobik memiliki sifat penolak air dengan sudut kontak air $90^\circ < \theta < 150^\circ$ dan superhidrofobik membentuk sudut $\theta > 150^\circ$ semakin tinggi sudut kontak, semakin besar kekuatan interaksi cair-cair menjadi, membuat bahan lebih hidrofobik [13]. Kain yang diuji dengan uji hidrofobik meliputi sampel kain terlapi komposit kitosan-ZnO, kitosan-ZnO/ TiO_2 dan kitosan-ZnO/ SiO_2 . Hasil pengukuran nilai sudut kontak pada kain terlapi komposit disajikan pada Tabel 1

Tabel 1. Hasil dari uji hidrofobik kain terlapis komposit

Sampel	Hasil Uji Tetes pada Sampel	Nilai sudut kontak
kitosan-ZnO		101 °
kitosan-ZnO/TiO ₂		142°
kitosan-ZnO/SiO ₂		127°

Pada Tabel 1. dapat ketahu hasil uji hidrofobik pada sampel kain dengan menentukan sudut kontak yang dibentuk antara air dan permukaan kain. Nilai sudut kontak komposit kitosan-ZnO yaitu 101° sehingga dapat diketahui kain terlapis komposit kitosan-ZnO bersifat hidrofobik (waterproof) karena syarat benda disebut hidrofobik adalah Jika suatu sudut kontak air pada permukaan suatu material melebihi 90°C. Hal ini sesuai dengan penelitian Al-Naamani et al (2016) yang dapat diketahui bahwa komposit kitosan-ZnO bersifat hidrofobik dengan sudut kontak 95°, hasil ini berbeda dikarenakan media yang digunakan berbeda.

Sifat hidrofobik dipengaruhi oleh kekasaran permukaan [11], ketika tingkat kekasaran tinggi menyebabkan hidrofobisitas permukaan tinggi, yang dikenal sebagai efek lotus, dimana tetesan air berguling dan dengan mudah mengambil partikel kotoran yang menempel. [16]. Selain itu, sifat hidrofobik pada kain dipengaruhi oleh adanya gaya kohesi antara komposit yang melapisi kain dengan air [17]. Gaya kohesi adalah gaya tarik menarik antara dua partikel yang sejenis yang menyebabkan dua zat tidak saling melekat saat dicampurkan. Cairan memiliki gaya kohesi lebih besar dibanding gaya interaksi air dengan permukaan [18]. Hidrofobisitas juga dapat dipengaruhi oleh komposisi senyawa kimia yang melapisi kain, penggabungan polimer organik dan oksida logam dalam bentuk nano-partikel akan meningkatkan kekuatan mekanik tekstil yang lemah [19] yang disebabkan oleh peningkatan adhesi antarmuka [32]. Sifat hidrofobik pada kain dapat mempengaruhi sifat *swelling*, semakin tinggi sifat

hidrofobik menyebabkan sifat *swelling* lebih kecil dikarenakan serat sulit untuk menyerap air [33].

Sifat hidrofobik komposit kitosan-ZnO disebabkan adanya ikatan Zn-O-Zn [7], selain itu, kitosan juga bersifat hidrofobik sehingga memiliki ketahanan terhadap air yang baik [20], pada struktur kitosan terdapat gugus yang bermuatan positif gugus amina dan gugus yang bermuatan negatif gugus hidroksil sehingga dapat terjadi ikatan ionik yang kuat sehingga kitosan dapat bersifat hidrofobik, selain itu gugus anion pada kitosan dapat mengurangi energi permukaan dan keberadaan gugus karboksil dapat melemahnya sifat hidrofilik pada ZnO [21]. Gugus amina pada kitosan juga mengikat Zn membentuk ikatan N-Zn.

ZnO menjadi kandidat yang bagus untuk aplikasi sifat self-cleaning pada suatu permukaan karena ZnO memiliki Gabungan efektivitas fotokatalitik sifat hidrofobik, dan superhidrofilik [22]. Permukaan hidrofilik ZnO dapat diubah menjadi hidrofobik dengan beberapa pendekatan antara lain metode sederhana seperti penerangan UV dan penyimpanan gelap jangka panjang (atau pemanasan) atau dengan metode yang kompleks antara lain metode *doping* dan *co-doping* dengan elemen tertentu seperti Na, La, Pb, Mg, (Pb-Mg) dan oksida logam seperti [23]. Pada penelitian ini untuk mengubah sifat hidrofilik ZnO menjadi hidrofobik untuk meningkatkan hidrofobitas digunakan metode *co-doping* dengan penambahan oksida logam SiO₂ dan TiO₂.

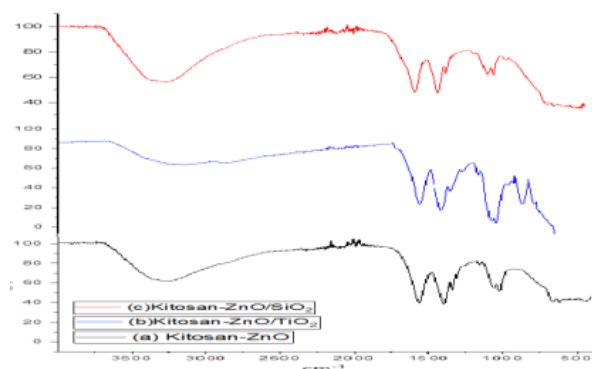
Penambahan oksida logam pada komposit kitosan-ZnO dapat mempengaruhi sifat hidrofobik komposit kitosan-ZnO pada tabel 1 dapat diketahui penambahan oksida logam TiO₂ menghasilkan nilai hidrofobik yang lebih besar yaitu 142° dari pada penambahan sol SiO₂ sebesar 127°. Hal ini dikarenakan sifat hidrofobik Sol TiO₂ lebih besar dari pada sol SiO₂ [24]

Penambahan sol TiO₂ pada komposit kitosan-ZnO akan membentuk komposit kitosan-ZnO-TiO₂ yang menyebabkan adanya interaksi TiO₂ dengan ZnO menghasilkan ikatan Ti-O-Zn, Ikatan Ti-O-Zn memiliki struktur yang kompleks sehingga saat terkena sinar UV, tidak banyak O yang berikatan dengan H dari air, Selain itu Pada komposit kitosan-TiO₂/ZnO terdapat interaksi antara gugus NH₂ pada kitosan dengan O-H dari TiO₂ maupun ZnO. Sedangkan, pada penambahan sol SiO₂ pada komposit kitosan-ZnO akan membentuk komposit Kitosan-ZnO/SiO₂ yang menyebabkan adanya interaksi ZnO dengan SiO₂

menghasilkan ikatan Si-O-Zn. Ikatan Si-O-Zn memiliki struktur yang kompleks sehingga saat terkena sinar UV, tidak banyak O yang berikatan dengan H dari air. Selain itu Pada komposit Kitosan-ZnO/SiO₂ terdapat interaksi antara NH₂ pada Kitosan dengan gugus O-H dari SiO₂ maupun gugus O-H dari nano partikel ZnO [25].

Analisis FTIR (Fouter Transforman Infra Red)

Analisis FTIR digunakan untuk mempelajari interaksi partikel dalam komposit berikut gambar spektra FTIR ketiga komposit



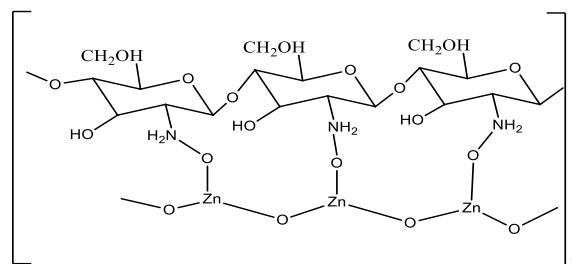
Gambar 6. Spektra FTIR (a) Komposit Kitosan-ZnO (b) Komposit kitosan-ZnO /TiO₂ (c) Komposit ZnO /SiO₂

Interaksi Kitosan dan ZnO

Spektra infra merah kitosan-ZnO ditampilkan pada gambar 5a dapat diketahui adanya serapan O-Zn-O pada bilangan gelombang 430 cm⁻¹, hasil deteksi gugus O-Zn-O didukung oleh Yusof, Zain dan Pauzi (2019) yang menyatakan bahwa vibrasi gugus O-Zn-O terdeteksi pada rentang bilangan gelombang 580-400 cm⁻¹ [26]. Pada spektra tersebut terdapat serapan 1556 cm⁻¹ yang menandakan adanya *stretching* asimetris dan asimetris C=O serta vibrasi NH₂, hasil ini didukung oleh John, et al. (2015) yang menyatakan bahwa *stretching* gugus C=O dan vibrasi NH₂ berkisar antara 1656 dan 1588 cm⁻¹ [27].

Selain itu pada spektra juga menunjukkan adanya serapan 1397 dan 1338 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya gugus C-N hasil ini didukung oleh John, et al. (2015) yang menyatakan bahwa pada kisaran 1420-1380 menunjukkan adanya *coupling* gugus CN [27], selanjutnya pada spektra juga menunjukkan adanya serapan pada panjang gelombang 3242 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya *stretching* gugus O-H dan N-H yang berasal dari kitosan, hasil ini didukung oleh John, et al. (2015) yang menyatakan bahwa pita yang

kuat dan lebar pada kisaran 3450 cm⁻¹ dapat mengidentifikasi adanya *stretching* gugus O-H dan N-H [27] dan pada spektra terdapat serapan pada 1052 dan 1019 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya gugus C-O-C yang didukung oleh John, et al. (2015) menyatakan bahwa *stretching* gugus C-O-C dapat teridentifikasi pada pita kisaran 1150 cm⁻¹ [27]. Berdasarkan analisis di atas dapat dikatakan bahwa sintesis kitosan-ZnO telah berhasil. Maka kemungkinan struktur kitosan-ZnO yang terbentuk sesuai dengan gambar berikut :



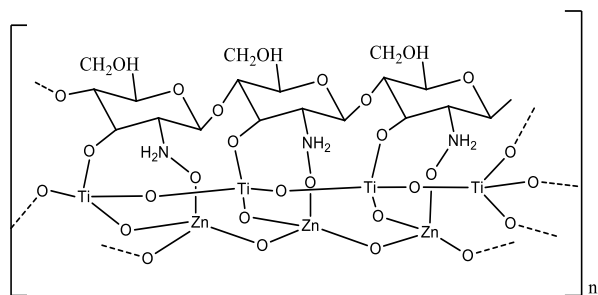
Gambar 7. Struktur kitosan-ZnO [30]

Interaksi Kitosan-ZnO dengan TiO₂

Interaksi kitosan-ZnO dengan sol TiO₂ ditandai dengan terbantuknya kitosan-ZnO/TiO₂ yang ditampilkan pada gambar 5b. Dapat diketahui adanya perubahan intensitas dan pergeseran bilangan gelombang kitosan-ZnO pada daerah bilangan gelombang 3242 cm⁻¹ menjadi 3450 cm⁻¹ yang menandakan adanya gugus O-H dan N-H, hal ini didukung oleh Bhanvase, et al. (2018) yang menyatakan bahwa serapan pada bilangan gelombang sekitar 3450 cm⁻¹ merupakan vibrasi ulur gugus O-H dan N-H dari kitosan puncak [28], selanjutnya terbentuk serapan baru pada panjang gelombang 850 cm⁻¹ yang menandakan adanya ikatan Zn-O-Ti hal ini didukung oleh Bhanvase, et al. (2018) bahwa karakteristik peak pada 850 cm⁻¹ mendeteksi adanya *stretching* gugus Zn-O-Ti [28]. Selain itu terdapat pergeseran bilangan gelombang serapan kitosan-ZnO pada panjang gelombang 1556 cm⁻¹ menjadi 1548 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya gugus C=O dan NH₂ hasil ini didukung oleh John, et al. (2015) yang menyatakan bahwa *stretching* gugus C=O dan vibrasi NH₂ berkisar antara 1656 dan 1588 cm⁻¹ [27].

Selanjutnya terjadi pergeseran serapan pada 1397 dan 1338 cm⁻¹ menjadi 1400 dan 1336 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya gugus C-N dan Ti-O hasil ini didukung oleh John, et al. (2015) yang menyatakan bahwa pada kisaran 1420-1380 menunjukkan adanya *coupling* gugus CN [27] dan menurut Bhanvase, et al. (2018) menyatakan

bahwa karakteristik serapan pada sekitar 1370 cm^{-1} disebabkan oleh mode vibration Ti-O dalam nanokomposit [28]. Terdapat pergeseran serapan pada 1052 dan 1019 cm^{-1} menjadi 1151 dan 1023 cm^{-1} mengidentifikasi adanya *stretching* gugus C-O-C hasil ini didukung oleh John, et al. (2015) yang menyatakan bahwa *stretching* gugus C-O-C dapat teridentifikasi pada pita kisaran 1150 cm^{-1} [27]. Berdasarkan analisis di atas dapat dikatakan bahwa sintesis ZnO-TiO₂/kitosan telah berhasil dilakukan. Maka kemungkinan interaksi kitosan-ZnO/TiO₂ yang terbentuk sesuai dengan gambar berikut :



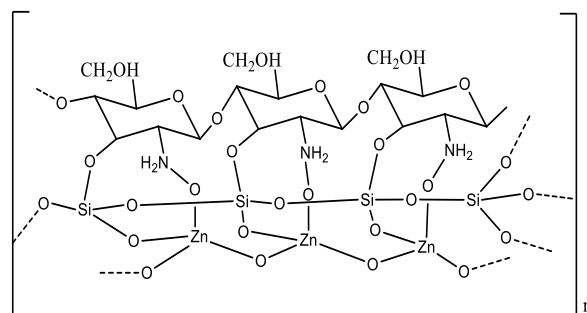
Gambar 8. Struktur komposit Kitosan-ZnO/TiO₂

Interaksi Kitosan-ZnO dengan SiO₂

Interaksi kitosan-ZnO dengan sol SiO₂ diketahui dengan terbentuknya kitosan-ZnO/SiO₂ yang ditampilkan pada gambar 5c. Dapat diketahui adanya perubahan intensitas dan pergeseran bilangan gelombang kitosan-ZnO pada daerah bilangan gelombang 3242 cm^{-1} menjadi 3257 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus O-H dan N-H, hal ini didukung oleh Maharani (2015) yang menyatakan bahwa serapan pada bilangan gelombang sekitar $3448,72\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi ulur gugus O-H dari Silika (SiO₂) yang tumpang tindih gugus N-H amina primer dari kitosan [14]. Selain itu terjadi pergeseran bilangan gelombang 1556 cm^{-1} menjadi $1589,34\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya gugus C=O dan NH₂ hasil ini didukung oleh John, et al. (2015) yang menyatakan bahwa *stretching* gugus C=O dan vibrasi NH₂ berkisar antara 1656 dan 1588 cm^{-1} [27], kemudian terjadi pergeseran serapan 1397 dan 1338 cm^{-1} menjadi 1401 dan 1342 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus C-N hasil ini didukung oleh John, et al. (2015) yang menyatakan bahwa pada kisaran 1420 - 1380 menunjukkan adanya *coupling* gugus CN [27].

Selanjutnya terdapat peak baru pada panjang gelombang 938 cm^{-1} yang menunjukkan adanya ikatan Zn-O-Si hasil ini didukung oleh [29] yang menyatakan bahwa adanya gugus Zn-O-Si

dapat terdeteksi pada panjang gelombang pada kisaran 950 cm^{-1} , selanjutnya adanya serapan gugus O-Zn-O pada bilangan gelombang 430 cm^{-1} , hasil deteksi gugus O-Zn-O didukung oleh Yusof, Zain dan Pauzi (2019) yang menyatakan bahwa vibrasi gugus O-Zn-O terdeteksi pada rentang bilangan gelombang 580 - 400 cm^{-1} [26] dan adanya pergeseran serapan pada 1052 dan 1019 cm^{-1} menjadi 1066 dan 1020 cm^{-1} mengidentifikasi adanya *stretching* gugus C-O-C dan Si-O-Si hasil ini didukung oleh John, et al. (2015) yang menyatakan bahwa *stretching* gugus C-O-C dapat teridentifikasi pada pita kisaran 1150 cm^{-1} [27] dan menurut [29] menyatakan bahwa gugus Si-O-Si dapat dideteksi pada panjang gelombang sekitar 1030 cm^{-1} . Berdasarkan analisis di atas dapat dikatakan bahwa sintesis kitosan-ZnO/SiO₂ telah berhasil dilakukan. Maka kemungkinan interaksi kitosan-ZnO yang terbentuk Maka kemungkinan struktur kitosan-ZnO/SiO₂ yang terbentuk Sesuai dengan gambar berikut :



Gambar 9. Struktur komposit Kitosan-ZnO/SiO₂

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil analisis data dapat ditarik kesimpulan bahwa penambahan sol TiO₂ dan SiO₂ mempengaruhi sifat Hidrofobik. Nilai sudut kontak komposit kitosan-ZnO sebesar 101° , kitosan-TiO₂/ZnO sebesar 142° dan kitosan-SiO₂/ZnO sebesar 127° . Karakterisasi FTIR menunjukkan adanya interaksi kitosan dan ZnO yang ditandai dengan adanya bilangan gelombang pada daerah 430 cm^{-1} , 1556 cm^{-1} , 1397 cm^{-1} , 1338 cm^{-1} , 3242 cm^{-1} , 1052 cm^{-1} dan 1019 cm^{-1} . Terbentuknya komposit Kitosan-ZnO/TiO₂ dilihat dari interaksi sol TiO₂ dan komposit Kitosan-ZnO ditandai dengan pergeseran gelombang dan perubahan intensitas serapan Kitosan-ZnO pada serapan 3242 cm^{-1} menjadi 3450 cm^{-1} , lalu serapan 1556 cm^{-1} menjadi 1548 cm^{-1} , 1397 dan 1338 cm^{-1}

menjadi 1400 dan 1336 cm^{-1} , 1052 dan 1019 cm^{-1} menjadi 1151 dan 1023 cm^{-1} dan muncul peak baru pada panjang gelombang 850 cm^{-1} . Terbentuknya komposit Kitosan-ZnO/SiO₂ dilihat dari adanya interaksi sol SiO₂ dan komposit Kitosan-ZnO ditandai dengan pergeseran gelombang dan perubahan intensitas serapan Kitosan-ZnO terjadi pergeseran gelombang dan perubahan intensitas serapan Kitosan-ZnO pada serapan 3242 cm^{-1} menjadi 3257 cm^{-1} , 1556 cm^{-1} menjadi 1589,34 cm^{-1} , 1397 dan 1338 cm^{-1} menjadi 1401 dan 1342 cm^{-1} , 1052 dan 1019 cm^{-1} menjadi 1066 dan 1020 cm^{-1} dan muncul peak baru pada panjang gelombang 938 cm^{-1}

DAFTAR PUSTAKA

1. Saputro, Agung Nugroho Catur, Nanik Dwi Nurhayati, Bakti Mulyani, Bayu Ishartono, dan Hikma Nurul Izza. 2016. Sintesis Komposit Kitosan/TiO₂ dan pelapisannya pada permukaan substrat tekstil. *Molekul*, 11, 265-274.
2. Rilda, Yetria, et al. 2017. Enhancement of Antibacterial Capability of Cotton Textiles Coated with TiO₂-SiO₂/Chitosan Using Hydrophobization. *J. Chin. Chem. Soc.* 1-7.
3. Raeisi, Mahdieh, et al. 2021. Superhydrophobic Cotton Fabrics Coated by Chitosan And Titanium Dioxide Nanoparticles With Enhanced Antibacterial And UV-Protecting Properties. *International Journal of Biological Macromolecules*, 158-165.
4. Al-Naamani, Laila, Sergey Dobretsov, Joydeep Dutta, dan J Grant Burgess. 2017. Chitosan-Zinc Oxide Nanocomposite Coatings for The Prevention Of Marine Biofouling. *Chemosphere*, 408-417.
5. Al-Naamani, Laila, Sergey Dobretsov, dan Joyde Dutta. 2016. Chitosan-zinc oxide nanopartikel composite for active food packaging applications. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*
6. Zabihi, Erfan , Amir Babaei, Dina Shahrpour, Zahra Arab Bafrani, Kiana S Mirshahidi, dan Hoomaan Joz Majidi. 2019. Facile and Rapid In-Situ Synthesis of Chitosan-ZnO Nano-Hybrids Applicable In Medical Purposes; a Novel Combination of Biomineralization, Ultrasound, and Bio-Safe Morphology-Conducting Agent. *International Journal of Biological Macromolecules*.
7. Rofi', Siti Nur , dan Kartika Dina Maharani. 2020. Sintesis dan Karakterisasi Zno Untuk Aplikasi Sifat Hidrofobik Pada Kaca. *unesa journal of Chemistry*, 9, 111-115.
8. Widodo, L.Urip, Sheila Neza Wati, dan Ni Made Vivi A. P. 2019. Pembuatan Edible Film Dari Labu Kuning dan Kitosan Dengan Gliserol Sebagai Plasticizer. *Jurnal Teknologi Pangan*, 13, 59-65.
9. Zhu, Tianxue, Shuhui Li, Jianying Huang, Manuela Mihailias, dan Yuekun Lai. 2017. Rational Design of Multi-Layered Superhydrophobic Coating on Cotton Fabrics For UV Shielding, Self-Cleaning and Oil-Water Separation. *Materials & Design*.
10. Karthik, Subramani, Palanisamy Siva, Kolathupalayam Shanmugam Balu, Rangaraj Suriyaprabha, Venkatachalam Rajendran, dan Malik Maaza. 2017. Acalypha Indica-Mediated Green Synthesis of ZnO Nanostructures Under Differential Thermal Treatment: Effect on Textile Coating, Hydrophobicity, UV Resistance, and Antibacterial Activity. *Advanced Powder Technology*, 1-11.
11. Rohman, Raihatur. 2016. Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi SiO₂ Terhadap Sifat Kebasahan Pada Permukaan Hidrofobik. Tugas Akhir Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institute Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
12. Annesa, Iasa. 2017. Efek Hidrofilik Untuk Meningkatkan Sifat Self-Cleaning Katun Tekstil Melalui Pelapisan Komposit Nanokluster TiO₂-SiO₂/Kitosan. Diploma Thesis, Universitas Andalas.
13. Ahmad, Darem, Inge van den Boogaert, Jeremy Miller, Roy Presswell, dan Hussam Jouhara. 2018. Hydrophilic and Hydrophobic Materials and Their Applications. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects*.
14. Maharani, Ririn Setiyani dan Dina Kartika. 2015. Pemanfaatan Komposit Kitosan ZnO-SiO₂ Sebagai Agen Antibakteri Terhadap Bakteri *Staphylococcus aureus* Pada Kain Katun. *UNESA Journal of Chemistry*, 88-93.

15. Yunianto, A D. 2017. Aktivitas Self-Cleaning Pada Kain Katun Terlapisi Nano Partikel TiO_2 dengan Binder Asam Oksalat. Skripsi Kimia FMIPA UNESA, Surabaya.
16. Thi, Viet Ha Tran, dan Byeong-Kyu Lee. 2017. Self-Cleaning and UV Blocking Cotton Fabric with Modification Of Photoactive ZnO Coating via Microwave Method. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 13 -22.
17. Anggi Pravita, dan Dahlan, Dahyunir. 2013. Sintesis Lapisan TiO_2 Menggunakan Prekursor TiCl_4 untuk Aplikasi Kaca Self Cleaning dan Anti Fogging. *Jurnal Fisika Unand*.
18. Haya, Frilisa Dliyaul, Sulhadi, dan Mahardika Prasetya Aji. 2017. Pembuatan Semak (Semprotan Anti Keruh) Sebagai Alternatif Lapisan Pencegah Kekeruhan pada Kaca. *Jurnal Ilmu Pendidikan Fisika*, 2, 12-16,
19. Qiu, Bo, Xiong-feng Xu, Rong-hui Deng, Gan-qing Xia, Xi-fu Shang, dan Pang-hu Zhou. 2018. Construction of Chitosan/ZnO Nanocomposite Film by In Situ Precipitation. *International Journal of Biological Macromolecules*.
20. Hidayah, Betty Ika, Neni Damajanti, dan Endar Puspawiningtiyas. 2015. Pembuatan Biodegradable Film dari Pati Biji Nangka (*Artocarpus hetrophyllus*) dengan Penambahan Kitosan. *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia "Kejuangan"*.
21. Anward, Giovanni, Yusuf Hidayat, dan Nur Rokhati. 2013. Pengaruh Konsentrasi Serta Penambahan Gliserol Terhadap Karakteristik Film Alginat Dan Kitosan. *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri*, 51 – 56,
22. Arista, Dwi. 2015. Pengaruh Ketebalan Lapisan Terhadap Karakteristik Thin Film ZnO pada Substrat Kaca. Diploma thesis, Universitas Negeri Malang, Malang.
23. Shaban, Mohamed, Mohamed Zayed, dan Hany Hamdy. ,2017. Nanostructured ZnO Thin Films for Self-Cleaning Applications. *RSC Advances*, p617–631.
24. Wahyuni, S, dan A T Prasetya. 2017. Enhanced The Hydrophobic Surface and The Photoactivity of $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ Composites. *Materials Science and Engineering*, 1-8
25. Farouk, A., M. 2012. ZnO Nanoparticles-Chitosan Composite as Antibacterial Finish for Textiles. *International Journal of Carbohydrate Chemistry*.
26. Yusof, Nurul Amira Ahmad, Norashikin Mat Zain, dan Norlin Pauzi. 2019. Synthesis of Chitosan / Zinc Oxide Nanoparticles Stabilized by Chitosan via Microwave Heating. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*, 14, 450-458
27. [John, Sam, Abraham Joseph, James Ajith Jose, dan B. Narayana. 2015. Enhancement of Corrosion Protection of Mild Steel by Chitosan/ZnO Nanoparticle Composite Membranes. *nanoparticle composite membranes*, 28-34.
28. Bhanvase, B A, A Veer, S R Shirsath, dan S H Sonawa. 2018. Ultrasound Assisted Preparation, Characterization and Adsorption Study of Ternary Chitosan-ZnO- TiO_2 Nanocomposite: Advantage over conventional method. *Ultrasonics Sonochemistry*.
29. Rilda, Yetria, et al. 2021. Hibrid Multilayer of Zn-SiO₂/Chitosan Nanorods by Poly (Diallyldimethyl ammonium Chloride) (PDDA) and Poly (Sodium 4-Styrene Sulfonate) (PSS). *J.Chem*, 14, 1028-1034
30. Vasile, Bogdan Vasile, et al. 2014. Synthesis and Characterization of a Novel Controlled Release Zinc Oxide/Gentamicin-Chitosan Comosite With Potential Application In Wounds Care. *International Journal of Pharmaceutics*.1-9
31. Medina, Victor F, et al. 2017. Fabrication, Characterization, and Testing of Graphene Oxide and Hydrophilic Polymer Graphene Oxide Composite Membranes in a Dead-End Flow System. *J. Environ. Eng.* 2-9
32. Prasetyo, Dwi, Raharjo, Wijang Wisnu, Ubaidillah. 2013. Pengaruh Penambahan Coupling Agent Terhadap Kekuatan Mekanik Komposit Polyester-Cantula Dengan Anyaman Serat 3D Angle Interlock. *Jurnal Mekanika*, 12, 44-52
33. Rahmayetty. Kanani, Nufus. Endarto, Yudo W. 2018. Pengaruh Penambahan Pla pada Pati Terplastisasi Gliserol Terhadap Sifat Mekanik Blend Film. *Seminar Nasional Sains dan Teknologi*. 1-9