

Pengaruh Temperatur Perlakuan Panas Pada Lapisan *Hydrophobic* Komposit PDMS/SiO₂ dengan Fasa Silika Kristobalit

Adhita Ferbi Irawati dan M. Zainuri

Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
 Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia
e-mail: Zainuri@physics.its.ac.id

Abstrak—Pasir Silika (SiO₂) dari Pantai Bancar Tuban telah berhasil dimurnikan melalui proses *leaching* dan dapat direduksi ukurannya hingga orde nano. Serbuk SiO₂ dengan fasa kristobalit telah dikalsinasi dengan temperatur 1200°C. Bahan silika dan *polydimethylsiloxane* (PDMS) dikombinasikan menjadi bahan komposit pelapis yang bersifat *hydrophobic*. Komposit tersebut dilapiskan pada permukaan kaca ITO dan diperlakukan panas bervariasi, yaitu 100°C, 200°C, 300°C, 400°C, dan 500°C. Berdasarkan pengukuran sudut kontak antara air dan permukaan uji yang menggunakan kamera DSLR Cannon 650D dengan *reverse ring* sebagai pembalik lensa 58 mm, pada temperatur 100-400°C terjadi kenaikan besar sudut kontak dimana pada saat suhu 400°C memiliki sudut kontak paling tinggi, yaitu 126,4° yang mengindikasikan permukaan bersifat *hydrophobic*, tetapi pada temperatur 500°C menjadi *hydrophilic* dengan sudut kontak terendah 72,4°. Untuk tingkat transmitansinya, kenaikan temperatur 100-300°C cenderung 100%, tetapi 400°C memiliki nilai transmitansi paling rendah 20%.

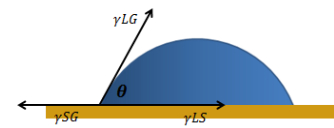
Kata Kunci—*hydrophobic*, *polydimethylsiloxane* (PDMS), silika kristobalit, sudut kontak.

I. PENDAHULUAN

SUATU permukaan dikatakan bersifat *hydrophobic* (anti air) jika permukaan tersebut tidak dan permukaan selalu terlihat bersih. Butiran air yang menggelinding ke permukaan mampu mengangkat partikel kotor yang menempel, oleh karena itu ia mampu membersihkan dirinya sendiri. Permukaan *hydrophobic* mampu diamati melalui sudut kontak antara air dan permukaan uji yang terbentuk. Semakin besar sudut kontak mengindikasikan permukaan tersebut sulit terbasahi. Permukaan yang bersifat *hydrophobic* memiliki sudut kontak antara 90°-150°. Untuk permukaan yang memiliki sudut kontak >150° disebut dengan istilah *superhydrophobic*. Untuk permukaan yang memiliki sudut kontak antara 10°-90° disebut dengan *hydrophilic*, sedangkan untuk yang memiliki sudut kontak <10° disebut dengan istilah *superhydrophilic* [2].

Terdapat tiga model yang mampu menjelaskan analisa kebasahan suatu material, yaitu Model Young, Model Wenzel, dan Model Cassie-Baxter. Tingkat kebasahan pada suatu material sangatlah kompleks karena dipengaruhi oleh faktor kekasaran dan sifat kimianya, sehingga sudut kontak tidak bisa diasumsikan dengan model Young yang

mengasumsikan air menetes pada permukaan yang halus dan datar secara sempurna, seperti gambar 1.

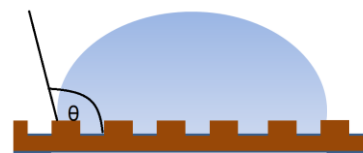


Gambar 1. Ilustrasi model Young

$$\cos \theta = \frac{\gamma_{SG} - \gamma_{LS}}{\gamma_{LG}} \dots\dots\dots 1$$

Young mengilustrasikan sudut kontak pada permukaan datar dimana γ_{SA} dan γ_{SL} adalah tegangan permukaan *solid-air* dan *solid-liquid*, serta γ_{LA} adalah tegangan permukaan *liquid-air*.

Model Wenzel menjelaskan mengenai kebasahan yang homogen dimana air akan memenuhi setiap lekukan permukaan kasar dan terjadi kontak antara air dan permukaan solid. Besar area kontak akan semakin berkurang seiring dengan bertambah kasarnya permukaan dan sudut kontak akan bertambah. Namun, hal ini bergantung pada sifat asli permukaan itu sendiri. Pada permukaan *hydrophobic*, kekasaran permukaan akan mengakibatkan bertambah besarnya sudut kontak, sehingga permukaan akan semakin menolak air. Sedangkan pada permukaan *hydrophilic*, penambahan kekasaran hanya akan menyebabkan sudut kontak semakin menurun dan permukaan semakin mudah menyerap air [3].

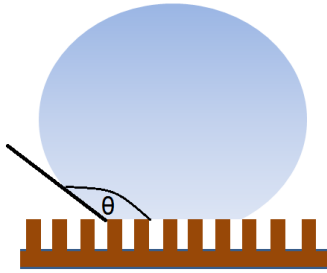


Gambar 2. Ilustrasi model Wenzel

$$\cos \theta_w = r \cos \theta \dots\dots\dots 2$$

Salah satu ciri khas dari model Wenzel adalah asumsi *hydrophobic* yang disebabkan adanya kekasaran, sehingga persamaan untuk sudut kontak pada permukaan kasar model Wenzel, didapati faktor r “rasio kekasaran”. Pada permodelan Cassie-Baxter sering disebut dengan model kantung udara dan memiliki tingkat kebasahan yang heterogen. Keadaan ini menjelaskan adanya udara yang terjebak pada saat air

diteteskan ke permukaan. Diasumsikan terdapat dua fase dalam aspek kebasahan Cassie-Baxter, yaitu fase *solid* (fase1) dimana terjadi interaksi antara *solid* dengan *liquid* dan fase udara (fase2) dimana terjadi interaksi antara udara dan *liquid*.



Gambar 3. Ilustrasi model Cassie-Baxter

$$\cos\theta_c = f_1 \cos\theta + f_2 - 1 \dots\dots\dots 3$$

Jika f_1 sangat kecil, maka semakin banyak udara yang terjebak didalamnya dan $\cos\theta_c$ dapat mendekati -1 sehingga sudut kontak θ_c yang terbentuk adalah 180° [1]. Penelitian ini mengarah pada pembentukan lapisan *hydrophobic* dengan menggunakan prekursor SiO_2 sebagai filler dalam komposit *matrix* polimer. Sehingga dapat diamati bagaimana pengaruh temperatur perlakuan panas terhadap aspek kebasahan pada lapisan *hydrophobic*.

II. METODE PENELITIAN

A. Tahap Pemurnian Silika

Pasir alam yang didapatkan dari Pantai Bancar, Tuban, Jawa Timur, dihomogenkan dengan ayakan 145 *mesh*, selanjutnya dibersihkan dengan *ultrasonic cleaner* sampai pH mendekati 7 dan dikeringkan. Proses pemisahan bahan mineral besi dilakukan dengan menggunakan magnet permanen. Langkah selanjutnya adalah mereduksi ukuran pasir silika yang telah diseleksi dengan menggunakan *ball milling* dalam media alkohol. Untuk membentuk silika orde nano dengan cara menambahkan HCl dan didiamkan selama 4 jam. Lalu dilakukan proses kopresipitasi dengan cara menitrasi larutan menggunakan HCl 2M. Setelah itu, dicuci menggunakan aquadest agar NaCl dapat terbuang. Lalu disaring dan didapatkan gel silika, kemudian dikeringkan dan ditumbuk dengan mortar sampai halus. Serbuk yang diperoleh tersebut kemudian dikalsinasi untuk mendapatkan silika dalam fasa kristobalit.

B. Tahap Pembentukan Lapisan Hydrophobic

Langkah pertama yang dilakukan sebelum membuat lapisan adalah melakukan preparasi kaca sebanyak 5 buah yang kemudian dibersihkan dengan *ultrasonic cleaner* menggunakan alkohol, lalu dikeringkan pada suhu ruang. Untuk pembentukan lapisan *hydrophobic*, 0,5 gr PDMS, 0,1 TEOS, dan 10 gr *n-hexane* dicampur dan diaduk menggunakan *stirrer* selama 15 menit. Kemudian ditambahkan 0,2 gr serbuk silika menggunakan *ultrasonic cleaner* selama 10 menit. Lalu, bahan pelapis yang sudah jadi tersebut disemprotkan ke kaca

menggunakan *spray gun*. Pengeringan dilakukan pada suhu 60°C di dalam oven dan divariasikan perlakuan panas selama 1 jam dengan temperatur 100°C , 200°C , 300°C , 400°C , dan 500°C .

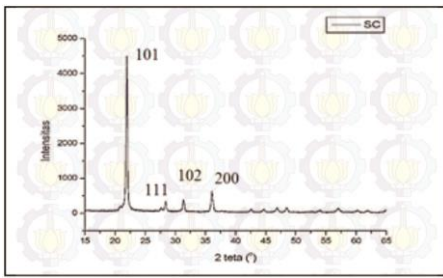
III. ANALISIS DAN PEMBAHASAN

A. Analisis Purifikasi Silika

Elemen bahan pasir silika dari pantai Bancar akan dianalisa dari segi kualitatif dan kuantitatif selama proses purifikasi atau pemurnian. *X-Ray Fluorescence* (XRF) merupakan salah satu instrumen yang digunakan untuk menganalisis komposisi kimia beserta konsentrasi unsur-unsur yang terkandung dalam suatu sampel. Hasil pengujian kandungan unsur pasir Pantai Bancar Tuban sebelum purifikasi menunjukkan adanya kandungan utama *Silicon* (Si) dan unsur pengotor yang terdiri dari bermacam-macam elemen seperti Kalium, Besi, Titanium, dan Kalsium, serta pengotor lain dengan konsentrasi di bawah 1%. Tahapan awal pemurnian menggunakan separasi magnet yang berguna untuk memisahkan elemen magnetik dengan non magnetik. Metode kimiawi (*leaching*) dilakukan untuk melanjutkan proses ini dengan cara melarutkan pasir yang sudah disparasi ke dalam asam klorida (HCl) untuk melarutkan logam-logam yang mudah mengalami oksidasi. Setelah itu dilanjutkan pencucian dengan *aquadest* sampai bening dan pH kembali netral. Proses-proses ini menyebabkan beberapa unsur pengotor menghilang dan terdapat unsur-unsur pengotor yang masih tertinggal dengan konsentrasi rendah, sehingga dapat dikatakan bahwa hasil pemurnian silika menyebabkan fraksi Si meningkat menjadi 96,7% dan berwarna putih susu.

B. Analisis Fasa Silika

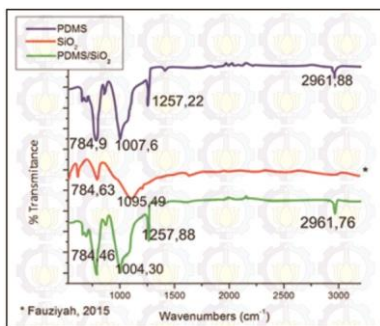
Setelah serbuk dikalsinasi dengan suhu 1200°C selama dua jam, dilakukan analisis pola difraksi yang didapat dari hasil pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD). Pengujian dilakukan dengan sudut 2θ antara 15° - 65° menggunakan sinar-x (target Cu, dari $\text{K}\alpha$). Berdasarkan hasil uji XRD yang telah dilakukan, pola difraksi dianalisis menggunakan *Match! software* dan didapatkan data kualitatif berupa fasa *low cristobalite*. Pencocokan dilakukan menggunakan pola yang berasal dari *Crystallography Open Database* (COD) dengan kode 1010938. Selanjutnya, dilakukan identifikasi kuantitatif komposisi fasa dengan menggunakan *Rietica*. Berdasarkan hasil *Rietveld Refinement*, presentase berat fasa kristobalit sebesar 100% dengan parameter kecocokan *Goodness-of-fit* (GoF) dari *Rietica* sebesar 2,99%. Artinya puncak-puncak difraksi sinar-x sampel memiliki kecocokan yang tinggi dengan referensi pola difraksi sinar x. Hal ini dapat dijelaskan melalui bidang hkl yang muncul dimana bidang-bidang itu merupakan bidang-bidang kristal kristobalit.



Gambar 4. Hasil pola XRD Silika Kristobalit

C. Analisis Gugus Fungsi Komposit PDMS/SiO₂

Spektroskopi FTIR digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terbentuk pada komposit PDMS/SiO₂ dengan menggunakan referensi sebagai acuan nilai bilangan gelombang dan jenis ikatannya.

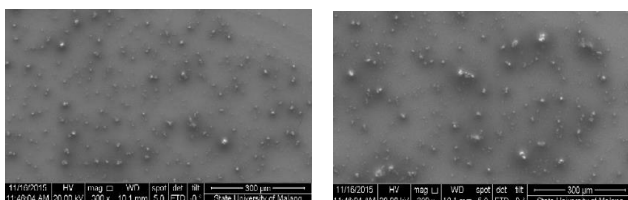


Gambar 5. Hasil Pengujian FTIR Ikatan komposit PDMS/SiO₂

Penggabungan 2 material, yaitu PDMS sebagai *matrix* dan partikel SiO₂ sebagai *filler* menjadi sebuah komposit pelapis tahan air berhasil dibuktikan dengan tidak adanya ikatan-ikatan baru yang muncul. Ini mengindikasikan bahwa tidak ada perubahan struktur kimia secara mikroskopis pada saat penggabungan. Pada material komposit hanya terjadi ikatan elektrostatis sehingga tidak membentuk ikatan kimia atau adanya ikatan valensi yang membentuk senyawa baru.

D. Analisis Mikrostruktur Komposit PDMS/SiO₂

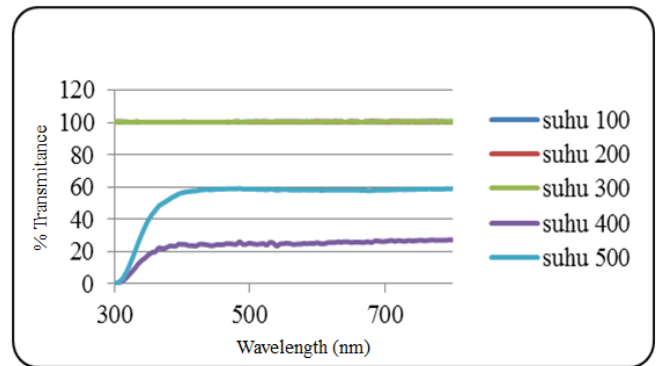
Berdasarkan citra SEM permukaan kaca yang telah dilapisi komposit PDMS/SiO₂ dengan perbesaran 300 kali. Dapat dilihat distribusi *filler* SiO₂ terhadap PDMS kurang terlihat homogen. Hal ini diakibatkan oleh pelapisan dilakukan dalam dua kali *spray* sehingga partikel SiO₂ yang tersebar tidak banyak. Keadaan ini mempengaruhi tingkat hidrofobisitas permukaan dimana kekasaran yang tinggi akan membuat sudut kontak semakin besar. Sebaliknya, tingkat kekasaran yang rendah akan menyebabkan sudut kontak yang terbentuk semakin kecil (Feng Lin dkk, 2002).



Gambar 6. Morfologi permukaan substrat yang telah dilapisi komposit PDMS/SiO₂

E. Analisis Transmittansi Lapisan Hydrophobic

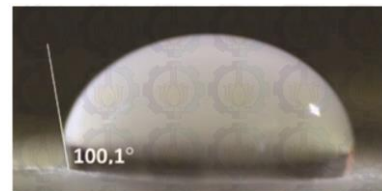
Hasil pengujian UV-Vis menunjukkan tingkat transmittansi pada substrat kaca yang telah dilapisi komposit PDMS/SiO₂. Saat temperatur 100°C, nilai transmittansinya sebesar 100%. Artinya seluruh cahaya diteruskan. Hal tersebut juga terjadi pada sampel yang diberi perlakuan panas dengan suhu 200°C dan 300°C, sedangkan pada suhu 400°C transmittansi mengalami kenaikan dari 0% menjadi 20% pada rentang panjang gelombang 300-400 nm sebesar 20% dan terus mengalami kestabilan seiring bertambahnya panjang gelombang. Begitu juga dengan sampel yang dipanaskan pada suhu 500°C, pada rentang panjang gelombang 300-400 nm terjadi kenaikan dari 0% menjadi 60% dan menuju stabil pada panjang gelombang selanjutnya.



Gambar 7. Hasil transmittansi lapisan hydrophobic setelah perlakuan panas

F. Analisis Sudut Kontak Antara Air dan Permukaan Bahan Uji

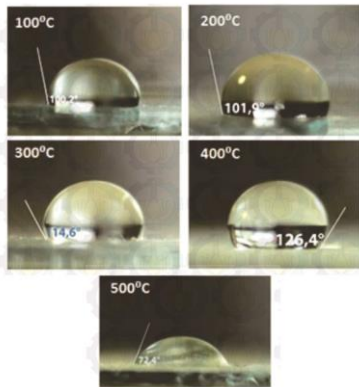
Secara kimiawi kebasahan dapat terjadi karena molekul-molekul penyusun permukaan cenderung bersifat polar. Sehingga akan terjadi tarik-menarik antara molekul permukaan dan molekul-molekul H₂O yang juga bersifat polar. Pelapisan komposit hydrophobic mampu memodifikasi permukaan, membuat substrat cenderung bersifat nonpolar.



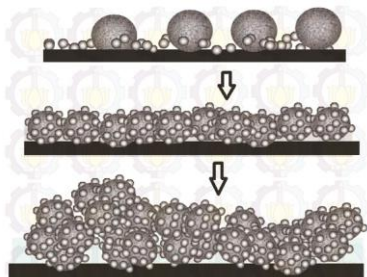
Gambar 8. Sudut kontak lapisan *hydrophobic* PDMS/SiO₂ dengan silika kristobalit

Setelah didapatkan nilai sudut kontak dari air yang ditetaskan di atas lapisan komposit PDMS/SiO₂, maka dilakukan pengamatan sudut kontak pada lapisan yang diberi perlakuan panas dan dapat terlihat pada gambar 9. Pemberian variasi suhu 100°C, 200°C, 300°C, 400°C, dan 500°C

menggunakan *holding time* masing-masing satu jam memperlihatkan adanya perubahan besar sudut kontak. Pada suhu 100°C sudut kontak yang terbentuk adalah 100,2° tidak terlihat perubahan yang signifikan dari sudut kontak lapisan yang tidak diberi perlakuan panas, yaitu 100,1°. Pada suhu 100°C dan 200°C perubahan sudut kontak tidak terlalu besar, hanya sebesar 0,7°. Ini menunjukkan adanya ketahanan permukaan yang telah dilapisi terhadap suhu kisaran tersebut. Saat lapisan dipanaskan menggunakan suhu 300°C, perubahan sudut kontak mencapai 12,7°, yaitu sebesar 114,6°. Sedangkan sampel yang diberi perlakuan panas pada suhu 400°C mencapai sudut kontak yang tinggi, yaitu 126,4°. Hal ini terjadi karena adanya tingkat kekasaran yang tinggi.



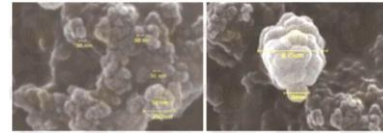
Gambar 9. Sudut kontak yang terbentuk setelah lapisan diberi perlakuan panas



Gambar 10. Ilustrasi hirarki struktur partikel SiO₂ sebelum pemanasan (atas), setelah diberi pemanasan suhu 300°C (tengah), dan setelah diberi pemanasan suhu 400°C (bawah)

Terdapat banyak tonjolan yang membuat setiap partikel memiliki kekasaran tinggi. Tonjolan-tonjolan tersebut merupakan partikel SiO₂ dengan orde nano yang beraglomerasi. Struktur hirarki yang terbentuk dalam lapisan komposit PDMS/SiO₂ ini berpengaruh pada tingkat hidrofobitas. Karena pada saat air diteteskan ke permukaan uji, udara terjebak di tengah-tengah kekasaran tersebut. Sehingga sesuai dengan model Cassie-Baxter, semakin kecil luas permukaan partikel yang berinteraksi dengan air menyebabkan sudut kontak yang terbentuk semakin besar. Hal inilah yang menyebabkan permukaan menjadi *hydrophobic* atau tahan air. Partikel primer diawali dengan adanya interaksi elektrostatis antar molekul SiO₂ dan terbentuk dalam orde

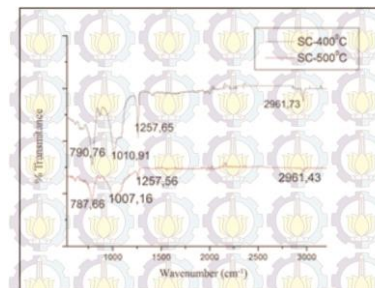
nano. Ketika suhu tinggi, partikel-partikel tersebut cenderung beraglomerasi menjadi partikel sekunder. Partikel-partikel tersebut kemudian meng-*cluster* menjadi orde yang lebih besar dalam ukuran mikro. Tetapi, partikel-partikel nano tetap terbentuk pada permukaan *cluster*, membentuk sebuah struktural yang hirarki.



Gambar 11. Perbesaran citra SEM hirarki struktur lapisan komposit PDMS/SiO₂ dengan temperatur 400°C

Pada partikel primer, beberapa diantaranya ada yang berukuran 50 nm. Kemudian beraglomerasi membentuk partikel sekunder berukuran 250 nm. Di lain sisi juga terdapat partikel sekunder berukuran 250 nm yang terdiri dari partikel-partikel nano. Partikel sekunder tersebut kemudian meng-*cluster* membentuk partikel yang lebih besar dengan ukuran 0,75 µm. Selain berperan sebagai *matrix*, PDMS memiliki kandungan Si yang cukup tinggi, sehingga mampu menghasilkan SiO₂ nano partikel melalui dekomposisi.

Terjadi penurunan signifikan pada suhu 500°C, sudut kontak yang didapatkan di bawah 90°, yaitu 76,4° yang mengindikasikan permukaan menjadi *hydrophilic*. Hal ini terjadi karena adanya kerusakan pada ikatan *matrix* komposit. Berdasarkan hasil pengujian FTIR



Gambar 12. Hasil Uji FTIR lapisan variasi suhu 400°C dan 500°C

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan:

1. Telah berhasil dilakukan sintesis SiO₂ dengan bahan alam berdasarkan penelitian sebelumnya dan didapatkan kemurnian silika Pantai Bancar Tuban sebesar 96,9% dengan fasa kristobalit.
2. Telah berhasil dilakukan pelapisan material *hydrophobic* dengan menggunakan *spray gun* dan didapatkan sudut kontak sebesar 100,1°.
3. Pada material komposit *hydrophobic* PDMS/SiO₂ setelah mengalami pemanasan antara 100-500°C dapat disimpulkan:

- Sudut kontak mengalami kenaikan pada saat temperatur 100-400°C, kemudian mengalami penurunan pada saat temperatur 500 °C.
- Sudut kontak tertinggi didapatkan pada suhu 400°C sebesar 126,4° (*hydrophobic*) dan terendah pada saat suhu 500°C sebesar 72,4° (*hydrophilic*).

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Bapak Dr. M. Zainuri, M.Si selaku dosen pembimbing dan semua pihak yang terlibat dalam penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Cassie, A.B.D. and S.Baxter. 1944. *Wettability of Porous Surfaces*. Trans. Faraday Soc., 40:p. 546-551
- [2] Karthick B dan Ramesh Maheshwari. 2008. *Lotus-Inspired Nanotechnology Applications*. Resonance, General ArticleI.
- [3] Latthe, Sanjay Subbash. 2012. *Recent Progress in Preparation of Superhydrophobic Surfaces*. *Jsemat, Journal of Surface Engineered Materials and Advanced Technology* 2. Pg. 76-94