

Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi SiO₂ terhadap Sifat Kebasahan pada Permukaan Hidrofobik

Roihatur Rohmah, Mochamad Zainuri

Jurusan Fisika, Fakultas MIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia

e-mail: zainuri@physics.its.ac.id

Abstrak— Terinspirasi dengan biomimetic dari daun talas, permukaan *hydrophobic* dalam penelitian ini dibuat dengan modifikasi kekasaran dari SiO₂ (Silika). TEOS (*Tetraethyl Orthosilicate*) digunakan sebagai sumber silika yang menghasilkan prekursor SiO₂ dengan kemurnian 98,3±0,020 %. Prekursor silika diperoleh dari metode sol gel dengan HCl 0,1 M sebagai katalis. Hasil sintesis ini menghasilkan fasa amorf dengan distribusi ukuran partikel 1232 nm. Prekursor SiO₂ diberi perlakuan panas dengan variasi temperatur kalsinasi 800, 1000, 1100, 1150, dan 1200 °C dengan waktu tahan selama 2 jam. Fasa silika hasil dari kalsinasi yaitu semua amorphous dengan puncak berada pada sudut ±21 °2θ. Lapisan *hydrophobic* diperoleh dengan menggunakan *spray gun* dengan fasa filler silika hasil kalsinasi berupa fasa amorf. Distribusi ukuran partikel *filler* silika hasil kalsinasi temperatur 800, 1000, 1100, 1150, dan 1200 °C berturut-turut sebesar 534,9 nm, 538,3 nm, 792,7 nm, 564,3 nm, dan 680,9 nm. Sedangkan permukaan dengan sudut kontak air dengan *filler* silika hasil kalsinasi temperatur 800, 1000, 1100, 1150, dan 1200 °C berturut-turut sebesar 96,86°, 90,71°, 80,33°, 92,52°, dan 90,61°.

Kata Kunci—*hydrophobic*, sudut kontak air, *Tetraethyl orthosilicate* (TEOS).

I. PENDAHULUAN

Biomimetic merupakan prinsip meniru sifat alam [1]. Alam mempunyai sifat yang unik dan konstruksi tersendiri. Telah ada berbagai material yang sifatnya meniru sifat alam. Misalnya, permukaan anti air yang meniru prinsip daun talas ketika terkena air. Permukaan daun talas merupakan salah satu permukaan dari benda yang sifatnya superhidrofobik (anti air). Permukaan yang bersifat anti air dipengaruhi oleh dua faktor yaitu komposisi kimia dari suatu permukaan dan faktor kekasaran [2]. Komposisi kimia dari permukaan material mempengaruhi sifat superhidrofobik karena sifat air yang tidak simetri atau polar, maka permukaan superhidrofobik harus bersifat nonpolar. Kesimetrian suatu material dapat diperoleh dari reaksi kimia.

Selain dari komposisi kimia, faktor kekasaran juga berpengaruh saat ada interaksi antara air dengan permukaan yang mengakibatkan adanya gaya aksi-reaksi antar keduanya. Dengan menggunakan prinsip dari hukum kesetimbangan yaitu semakin kasar suatu permukaan/semakin sedikit bagian permukaan air yang menyentuh permukaan, maka air semakin setimbang [3]. Dengan adanya kesetimbangan pada air inilah yang menyebabkan air tetap berbentuk bola sehingga tidak akan membasahi permukaan. Pada penelitian sebelumnya telah dikembangkan permukaan *hydrophobic* dari komposit PDMS/SiO₂ yang dapat memberikan hasil

permukaan *hydrophobic* dengan sudut kontak air mencapai 148,26° [4]. Dalam penelitian tersebut digunakan media kaca sebagai bahan yang dilapisi permukaan *hydrophobic*. Untuk memaksimalkan daya guna silika sebagai material *hydrophobic*, maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis dan karakterisasi permukaan *hydrophobic* dari komposit SiO₂ dengan cat mobil.

Silika diperoleh dari material sintetik yaitu TEOS (*Tetraethyl Orthosilicate*). Variasi dalam penelitian ini yaitu variasi temperatur kalsinasi silika yang digunakan sebagai *filler* dalam pembuatan lapisan hidrofobik. Dari hasil variasi yang dilakukan dapat diketahui lapisan hidrofobik dengan sudut kontak air yang terbentuk yaitu >90°. Pengukuran sudut kontak air ditentukan dengan mengukur sudut antara permukaan air terhadap permukaan lapisan padat yang berinteraksi dengan air.

II. METODE PENELITIAN

A. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi *Tetraethyl Orthosilicate* (TEOS), etanol, aquades, HCl, cat mobil (Merk Nippe 2000), PDMS (*Polydimethylsiloxane*), plat aluminium, dan *thinner*.

1) Prosedur Kerja

• Sintesis Silika

Sumber silika yaitu TEOS sebanyak 5 ml dicampur dengan etanol 5 ml dan di masukkan ke dalam gelas beker lalu *distirrer* selama 10 menit dalam temperatur ruang. Selanjutnya, diukur aquades sebanyak 10 ml dan ditetesi dengan HCl 0,1 M sebanyak 3-4 tetes lalu diaduk. Setelah itu, dituang larutan HCl ke dalam larutan TEOS lalu *distirrer* selama 5 menit dalam temperatur ruang dengan kecepatan konstan. Selanjutnya, larutan dipanaskan dalam temperatur 60 °C selama 1,5 jam dan *distirrer* dengan kecepatan konstan. Setelah 1,5 jam, larutan didinginkan sampai menjadi gel. Lalu gel tersebut dikeringkan pada temperatur 100 °C sampai kering. Selanjutnya sampel dimortar hingga menjadi serbuk silika amorf. Kemudian serbuk silika amorf dikalsinasi dengan variasi temperatur 800, 1000, 1100, 1150, dan 1200 °C dengan waktu tahan 2 jam.

• Preparasi Lapisan

Lapisan *hydrophobic* dibuat dengan dicampurkan cat mobil dan *thinner* dengan perbandingan 2 ml : 2 ml diaduk selama 10 menit. Setelah itu, ditambahkan serbuk silika 0,1 gr dan di-*ultrasonic cleaner* selama 30 menit agar silika dapat terdistribusi secara merata atau homogen dalam larutan cat. Untuk mengurangi energi

permukaan dari cat yang tinggi, ditambahkan 3 tetes PDMS dan di-*stirer* selama 5 menit. Selanjutnya, campuran dilapiskan pada plat aluminium 2cm x 2cm x 1mm dengan spray gun dengan 10 kali semprotan sampai semua permukaan terlapsi. Lapisan dikeringkan dengan temperatur 100°C selama 24 jam.

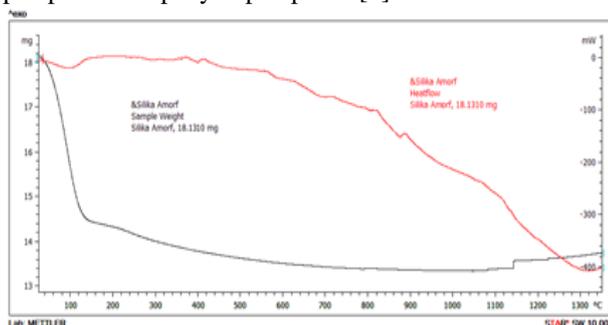
- *Karakterisasi permukaan hidrofobik*

Sudut kontak air diukur dengan *software Image J. Filler* silika untuk lapisan hidrofobik dilakukan pengukuran distribusi ukuran partikel dengan *Particle Size Analyzer (PSA)*. Untuk mengetahui fasa *filler* silika dilakukan pengujian *X-Ray Diffractometer (XRD)*. *Differential Scanning Calorimetry- Thermogravimetric Analysis (DSC-TGA)* untuk mengetahui temperatur terjadinya pengurangan massa dan perubahan fasa.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Material dasar yang digunakan dalam penelitian ini berupa silika sintetik yaitu TEOS (*Tetraethyl Orthosilicate*). Silika digunakan sebagai penunjang sifat *hydrophobic* suatu lapisan. Metode sintesis yang digunakan yaitu metode sol-gel. Dalam metode sol-gel terjadi proses hidrolisis pada TEOS yang terlarut dalam etanol. Proses hidrolisis menghasilkan sol. Proses pembentukan sol digunakan temperatur 60°C dengan tujuan untuk mempercepat proses hidrolisis tanpa menghilangkan pelarut (etanol) di dalamnya. Setelah terbentuk sol, maka proses menuju bentuk gel terjadi pada proses kondensasi. Pembentukan *alcogel* (gel basah) diperoleh dari proses pematangan selama ±24 jam. *Alcogel* terdapat jaringan SiO₂ yang dikelilingi oleh pori-pori yang berisi EtOH (etanol) dan H₂O. Selanjutnya *Alcogel* dikeringkan dengan temperatur 100°C sampai material berubah menjadi seperti pecahan kaca. Proses pengeringan dilakukan untuk menguapkan pelarut dan gel yang telah mengalami penambahan *cross-linking* pada grup -OH dan -OR yang tidak bereaksi [5]. Pada proses ini akan terjadi pengurangan volum. *Xerogel* (gel kering) tersebut kemudian dihaluskan dengan mortar untuk mendapatkan *xerogel* dalam bentuk serbuk.

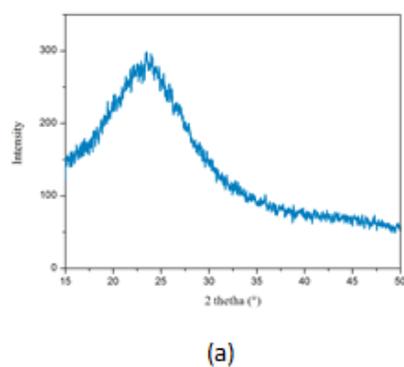
Variasi temperatur kalsinasi ditentukan dari hasil pengujian DSC-TGA (*Differential Scanning Calorimetry- Thermogravimetric Analysis*). Pengujian DSC-TGA dilakukan dengan pemberian perlakuan panas 0-1350 °C. Pada Gambar 3.1 kurva berwarna merah (DSC) menunjukkan adanya reaksi eksoterm dan endoterm. Puncak endoterm terjadi pada temperatur 100 °C dengan ditandai adanya lembah pada kurva. Sedangkan pada temperatur ±1300 °C juga terdapat puncak endoterm. Terjadinya puncak eksoterm dan endoterm pada hasil pengujian karena ada proses pelepasan dan penyerapan panas [6].



Gambar 3.1 Grafik DSC-TGA

Akibat adanya perubahan panas ini memungkinkan terjadinya proses transformasi fasa. Selain kurva merah, juga terdapat kurva hitam yang menunjukkan hasil pengujian TGA. Hasil pengujian ini menunjukkan adanya pengurangan massa SiO₂ saat diberi perlakuan panas. Pada temperatur 0-120°C terjadi pengurangan massa secara ekstrim yang disebabkan sisa kandungan air pada sampel silika yang menguap. Selain itu, pengurangan massa secara signifikan pada temperatur 120-1150°C. Pengurangan ini dapat terjadi karena adanya proses pembentukan fasa baru pada silika disertai proses penguapan. Proses penguapan dikarenakan *xerogel* silika yang telah menjadi serbuk masih mengandung sisa grup -OR yang menguap pada temperatur 500°C [5]. Pada temperatur 1150 °C terjadi penambahan massa yang diikuti dengan adanya aliran panas menuju lembah endoterm sampai temperatur ±1300 °C. Pada temperatur tersebut kemungkinan terjadi pembentukan fasa kristal (fasa kristobalit) dengan persentase yang cukup tinggi.

Hasil pengujian DSC-TGA ini didapatkan temperatur kalsinasi 800, 1000, 1100, 1150, 1200°C. Karena dengan temperatur tersebut mulai terjadi pembentukan fasa kristal atau terjadi transformasi fasa kristal satu dengan kristal yang lainnya. Semakin kecil rentang temperatur yang digunakan, dapat diketahui pada temperatur tertentu fasa sampel mengalami perubahan. Berdasarkan penelitian yang pernah dilakukan Martínez (2006) dengan menggunakan *xerogel* silika dari material dasar TEOS, fasa kristobalit terbentuk pada temperatur ±1470°C[7]. Karena fasa dari material *xerogel* silika yang terbentuk adalah amorf, sehingga untuk mengubah fasa material menjadi kristobalit membutuhkan energi yang besar.



(a)

Gambar 3.2 Pola XRD (a) silika sebelum kalsinasi dan (b) silika setelah kalsinasi

Prekursor silika hasil dari proses sol gel ini adalah silika dengan fasa amorf. Hal ini dapat dibuktikan dengan melihat pola XRD pada Gambar 3.2a. Dengan demikian dapat diketahui bahwa susunan atom-atom

dalam material silika masih acak. Hasil silika kalsinasi juga dilakukan pengujian XRD Gambar 3.2b dan diketahui bahwa fasa silika hasil kalsinasi juga berupa amorf.

Tabel 3.1 Distribusi ukuran partikel silika

No.	Nama Lapisan	WCA (°)
1	Tanpa lapisan	67,43
2	Tanpa silika	79,18
3	Silika 800°C	96,86
4	Silika 1000°C	90,71
5	Silika 1100°C	80,33
6	Silika 1150°C	92,52
7	Silika 1200°C	90,61

Hasil analisa didapatkan bahwa semua sampel belum terbentuk fasa kristal. Hal ini dikarenakan kurangnya waktu tahan pada saat proses kalsinasi. Sesuai dengan yang dilakukan oleh Hill dan Roy (1958) yang pernah membuat prekursor SiO₂ dari sumber silika gel dan didapatkan sampel berfasa kristobalit pada temperatur ~1100°C dengan waktu tahan kalsinasi selama 11 hari [8]. Dalam penelitian Martinez (2006) sampel dengan difraksi $\pm 21^{\circ}2\theta$ menunjukkan struktur amorf seperti fasa *low-cristobalite*. Struktur tersebut dapat diindikasikan sama seperti fasa kristal karena mengacu pada bentuk kristalnya yaitu berbentuk tetragonal [7].

Tabel 3.2 Hasil pengukuran sudut kontak air (WCA) pada permukaan

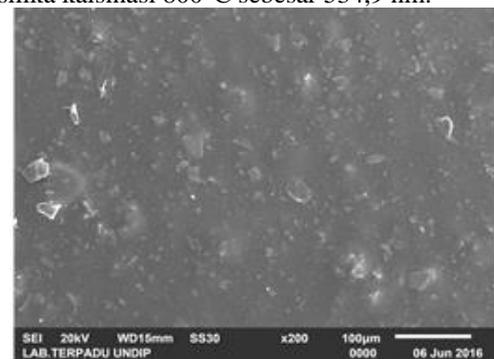
No.	Nama Lapisan	WCA (°)
1	Tanpa lapisan	67,43
2	Tanpa silika	79,18
3	Silika 800°C	96,86
4	Silika 1000°C	90,71
5	Silika 1100°C	80,33
6	Silika 1150°C	92,52
7	Silika 1200°C	90,61

Hasil pengukuran distribusi ukuran partikel silika dapat dilihat pada Tabel 3.1. Dari tabel tersebut dapat diketahui bahwa dari temperatur 800°C sampai 1100°C terjadi peningkatan distribusi ukuran partikel untuk temperatur yang semakin tinggi. Namun, pada temperatur 1100°C terjadi anomali yang ditandai dengan peningkatan distribusi ukuran partikel yang ekstrim dibandingkan dengan peningkatan pada temperatur yang lain.

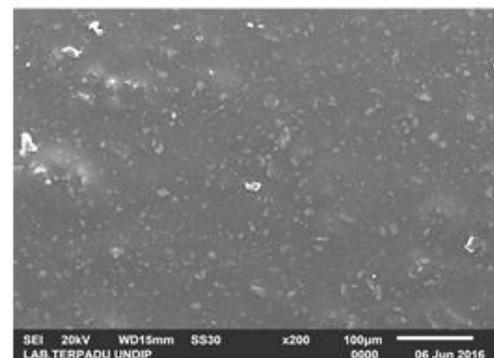
Sifat hidrofobik suatu permukaan dapat dilihat dari parameter pengujian sudut kontak air. Hasil pengukuran WCA dapat dilihat pada tabel 3.2. WCA permukaan tanpa lapisan dan permukaan lapisan tanpa silika membentuk sudut kurang dari 90° yang dianalisis bahwa permukaan plat aluminium dan permukaan lapisan tanpa silika atau lapisan hanya dari cat dan *thinner* menghasilkan permukaan yang bersifat hidrofilik (terbasahi). Sedangkan hasil WCA lapisan dengan silika kalsinasi memiliki rata-rata permukaan yang bersifat hidrofobik (anti air). Namun, untuk permukaan silika kalsinasi temperatur 1100°C menghasilkan WCA <90°. Pada permukaan dengan lapisan silika kalsinasi 1100°C yang bersifat hidrofilik tersebut terjadi karena ukuran distribusi partikelnya hampir mendekati 1 µm. Kekasaran permukaan terbentuk dari partikel silika yang menjadi *filler* dari lapisan. Dengan ukuran partikel yang besar maka akan memperkecil luas permukaan spesifik (luas

permukaan per satuan massa). Kekasaran yang sedikit ini yang akan menghasilkan interaksi yang besar terhadap air. Sehingga permukaan akan cenderung terbasahi karena air tidak dalam keadaan setimbang.

Pada Gambar 4.9 terlihat morfologi hasil pengujian SEM pada permukaan dengan *filler* silika kalsinasi 800°C, dimana pada gambar tersebut terlihat kekasaran yang dibentuk oleh silika yang ditunjukkan pada gambar yang berwarna putih. Gambar warna hitam menunjukkan matriks pada permukaan. Dari gambar hasil SEM dapat dibandingkan antara permukaan dengan *filler* silika hasil kalsinasi 800°C dengan *filler* silika kalsinasi 1100°C. Pada Gambar 4.9 kekasaran lebih tampak dibandingkan dengan kekasaran pada Gambar 4.10. Hal ini dipengaruhi oleh ukuran partikel pengisi matriks. Dimana ukuran partikel pada silika kalsinasi 1100°C sebesar 792,7 nm dan silika kalsinasi 800°C sebesar 534,9 nm.



(a)



Gambar 3.4 Hasil SEM permukaan silika kalsinasi (a) 800°C dan (b) 1100°C

Adanya variasi temperatur dalam penelitian ini dapat diketahui pengaruh distribusi ukuran partikel yang dihasilkan yaitu semakin tinggi temperatur, maka semakin besar pula ukuran partikel. Ukuran distribusi partikel yang kecil akan memberikan pengaruh pada kekasaran yang besar. Sehingga akan ada sedikit interaksi antara padatan dengan cairan dan semakin besar interaksi antara cairan dengan udara. Hal ini sesuai dengan model *cassie*. Pada penelitian ini diketahui lapisan dengan silika hasil kalsinasi 800°C memiliki sudut kontak air yang paling tinggi yaitu 96,86°.

IV. KESIMPULAN

Dari analisa yang telah dilakukan diketahui bahwa:

1. Telah berhasil dilakukan sintesis SiO₂ dari TEOS dengan metode Sol Gel dan didapatkan serbuk SiO₂.
2. Lapisan *hydrophobic* diperoleh dengan menggunakan *spray gun* dengan:
 - Fasa *filler* silika hasil kalsinasi berupa fasa amorf.

- Distribusi ukuran partikel *filler* silika hasil kalsinasi temperatur 800, 1000, 1100, 1150, dan 1200 °C berturut-turut sebesar 534,9 nm, 538,3 nm, 792,7 nm, 564,3 nm, dan 680,9 nm.
- Permukaan dengan sudut kontak air dengan *filler* silika hasil kalsinasi temperatur 800, 1000, 1100, 1150, dan 1200 °C berturut-turut sebesar 96,86°, 90,71°, 80,33°, 92,52°, dan 90,61°.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis R. R. mengucapkan terima kasih kepada dosen pembimbing Tugas Akhir Dr. M. Zainuru, M. Si yang telah banyak memberikan pengarahan dalam pembuatan artikel ini dan teman sekelompok tema tugas akhir hidrofobik yang telah meluangkan waktu untuk berdiskusi bersama.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] B. Bhushan and Y. C. Jung, "Natural and biomimetic artificial surfaces for superhydrophobicity, self-cleaning, low adhesion, and drag reduction," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 56, no. 1, pp. 1–108, 2011.
- [2] S. L. Sanjay, B. G. Annaso, S. M. Chavan, and S. V. Rajiv, "Recent progress in preparation of superhydrophobic surfaces: a review," *J. Surf. Eng. Mater. Adv. Technol.*, vol. 2012, 2012.
- [3] H. Siregar, *Peranan Fisika Pada Disiplin Ilmu Teknik Kimia*. 2009.
- [4] R. Finanti and M. Zainuri, "Pengaruh Jenis Fasa SiO₂ (Amorphous, Quartz, Cristobalite) terhadap sifat Hydrophobic pada Media Kaca," *J. Sains Dan Seni ITS*, 2016.
- [5] A. M. Buckley and M. Greenblatt, "The sol-gel preparation of silica gels," *J. Chem. Educ.*, vol. 71, no. 7, p. 599, 1994.
- [6] M. Guglielmi, G. Kickelbick, and A. Martucci, *Sol-Gel Nanocomposites*. Springer, 2014.
- [7] J. R. Martínez, S. Palomares-Sánchez, G. Ortega-Zarzosa, F. Ruiz, and Y. Chumakov, "Rietveld refinement of amorphous SiO₂ prepared via sol-gel method," *Mater. Lett.*, vol. 60, no. 29–30, pp. 3526–3529, Dec. 2006.
- [8] V. G. Hill and R. Roy, "Silica structure studies: V, the variable inversion in cristobalite," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 41, no. 12, pp. 532–537, 1958.