

# Pengaruh Waktu Tahan Proses Kalsinasi Prekursor Silika sebagai Material Pelapis Hidrofobik

Dwi Ratna Setya Pambudi, 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**— Sintesis prekursor SiO<sub>2</sub> telah dilakukan dengan menggunakan metode sol-gel. Bahan dasar yang digunakan pada penelitian ini adalah *Tetraethyl orthosilicate* (TEOS). Prekursor silika yang dihasilkan dari metode sol-gel memiliki distribusi ukuran partikel 1232nm dengan kemurnian 98,3±0,02%. Struktur yang terbentuk adalah amorf. Prekursor silika dikalsinasi pada temperatur 1000°C dengan variasi waktu tahan 2, 4, 6, dan 8 jam. Serbuk silika yang telah dicampur dengan cat dilapiskan pada permukaan plat aluminium. Serbuk silika hasil kalsinasi dikarakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD), dan morfologi permukaan lapisan diamati dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM). Pada penelitian ini, struktur yang terbentuk dari serbuk silika hasil kalsinasi adalah amorf. Sudut kontak diukur dengan menggunakan software *image J*. Hasil analisa menunjukkan bahwa sudut kontak yang terbentuk untuk kalsinasi prekursor silika pada temperatur 1000°C dengan waktu tahan 2, 4, 6, dan 8 jam berturut-turut adalah 90,71°; 82,75°; 91,10°; dan 91,99°.

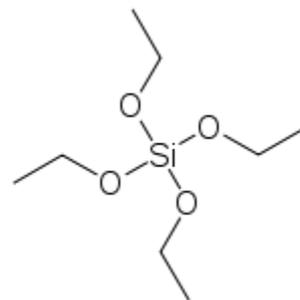
**Kata Kunci**— amorf, kalsinasi, silika, waktu tahan.

## I. PENDAHULUAN

Kebutuhan masyarakat terhadap material yang bersifat anti air semakin meningkat dikarenakan adanya potensi yang bagus dalam pengaplikasiannya. Salah satu contohnya yaitu pelapisan pada badan mobil sebagai material anti air. Teknologi anti air ini diadopsi dari kemampuan daun talas dalam menolak air. Daun talas memiliki struktur permukaan yang unik sehingga mampu menahan air yang jatuh pada permukaannya. Butiran air yang berbentuk bulat dan mampu menggelinding diatas daun talas dapat mengangkat partikel kotor yang menempel sehingga disebut dengan *self-cleaning* (mampu membersihkan dirinya sendiri). Kemampuan daun talas yang dapat menolak air tersebut disebut dengan hidrofobik. Ada dua aspek yang berkaitan erat dengan sifat hidrofobik suatu permukaan yaitu geometri permukaan dan komposisi kimia permukaan. Geometri permukaan berkaitan dengan kekasaran dimana semakin kasar permukaan maka sifat hidrofobik-nya semakin baik. Sedangkan komposisi kimia permukaan berkaitan dengan sifat molekul-molekul penyusun permukaan. Jika molekul-molekul penyusun permukaan cenderung bersifat polar, maka hal ini dapat menyebabkan terjadinya tarik-menarik antara molekul permukaan dan molekul-molekul H<sub>2</sub>O yang juga bersifat polar, sehingga sifat hidrofobik-nya buruk. Permukaan hidrofobik mampu diamati melalui sudut kontak yang terbentuk.

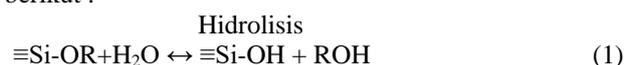
Semakin besar sudut kontak, maka kemampuan permukaan menahan air akan semakin meningkat. Untuk membuat permukaan yang bersifat hidrofobik maka perlu dilakukan modifikasi permukaan berdasarkan kekasaran dan komposisi kimia permukaan. Salah satu caranya yaitu dengan menambahkan silika pada cat yang digunakan untuk melapisi permukaan.

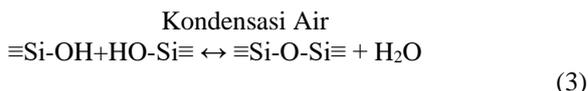
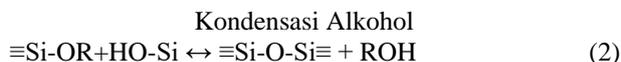
Pemanfaatan silika sebagai campuran untuk pembentukan lapisan hidrofobik didasarkan pada karakteristik material tersebut yang cukup baik dalam hal stabilitas hidrofobik. Dalam penelitian ini silika didapatkan dari hasil sintesis *Tetraethyl orthosilicate* (TEOS) dengan menggunakan metode sol-gel. TEOS merupakan prekursor dalam pembuatan nanopartikel silika. Salah satu metode yang cukup terkenal untuk membuat nanopartikel silika adalah dengan metode Stöber dimana menggunakan campuran alkohol atau air untuk mengontrol hidrolisis dan kondensasi dari TEOS. Katalis yang biasa digunakan untuk proses hidrolisis dan kondensasi dari TEOS adalah amonia. Teknik ini terbukti memiliki kontrol yang relatif baik atas ukuran partikel dan distribusi ukuran untuk kadar padat yang rendah [1]. Struktur TEOS ditampilkan pada Gambar 2.3. Dalam penyusunan nanopartikel silika, kecepatan dan tingkat reaksi hidrolisis TEOS dipengaruhi oleh kondisi reaksi seperti ukuran partikel silika dan banyaknya penambahan nanopartikel pada reaksi, sehingga diperlukan adanya penambahan surfaktan kationik [3].



**Gambar 1** Struktur TEOS [2]

Silika gel adalah bahan yang paling sering disintesis melalui hidrolisis monomer. Prekursor *alkoxide* menggunakan mineral asam (seperti HCl) atau basa (seperti NH<sub>3</sub>) sebagai katalis. Pada tingkat gugus fungsional, tiga reaksi yang secara umum digunakan untuk menggambarkan proses sol-gel adalah sebagai berikut :





Dimana R adalah grup alkyl,  $\text{C}_x\text{H}_{2x+1}$ . Reaksi hidrolisis (pada persamaan 1) menggantikan grup *alkoxide* (OR) dengan grup hydroxyl (OH) [4].

Studi tentang sifat kebasahan biasanya melibatkan pengukuran terhadap sudut kontak sebagai data primer, yang menunjukkan tingkat pembasahan ketika terjadi interaksi antara permukaan padat dengan zat cair. Sudut kontak yang kecil ( $<90^\circ$ ) mempunyai sifat kebasahan yang tinggi, sedangkan sudut kontak yang besar ( $>90^\circ$ ) mempunyai sifat kebasahan yang rendah [1]

## II. METODOLOGI PENELITIAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Tetraethylorthosilicate* (TEOS), HCl 0.1M, ethanol 98%, aquades, cat mobil Nippe 2000, *thinner* A special, *Polydimethylsiloxane* (PDMS), dan plat aluminium.

### A. Preparasi Prekursor Silika

Sintesis silika menggunakan metode sol-gel diawali dengan mencampurkan 5ml TEOS dan 5ml etanol kedalam gelas beker, yang kemudian disebut larutan TEOS. Larutan TEOS diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer*. HCl 0,1M dicampurkan sebanyak 3 tetes kedalam 10ml aquades, yang selanjutnya disebut larutan HCl. Larutan HCl kemudian dicampurkan kedalam larutan TEOS dan diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer*, yang dilanjutkan dengan pemanasan pada temperatur  $60^\circ\text{C}$  selama 1,5jam dengan kondisi tetap diaduk. Larutan didiamkan selama 24jam pada suhu ruang. Setelah terbentuk lapisan gel, selanjutnya dilakukan pemanasan pada temperatur  $100^\circ\text{C}$ . Prekursor silika yang masih berbentuk kristal digerus dengan menggunakan mortar terlebih dahulu untuk mendapatkan serbuk silika. Selanjutnya dilakukan kalsinasi pada suhu  $1000^\circ\text{C}$  dengan variasi waktu tahan 2, 4, 6, dan 8 jam.

### B. Preparasi Lapisan Hidrofobik

Penambahan silika ke dalam cat dilakukan dengan 0,1 gram silika dicampur pada 2ml cat, 2ml *thinner*, dan 3 tetes PDMS, kemudian diaduk menggunakan stirrer agar homogen. Cat yang sudah dicampur dengan silika dilapiskan pada plat aluminium dengan menggunakan *spray gun* yang kemudian dilakukan pengeringan dan pengukuran sudut kontak dengan menggunakan kamera.

### C. Karakterisasi Bahan Uji

Pada penelitian ini, sampel dikarakterisasi dengan *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk mengetahui konsentrasi unsur yang ada dalam bahan, *Particle Size Analyzer* (PSA) untuk mengetahui ukuran partikel, *Differential Scanning Calorimetry / Thermogravimetry* (DSC/TGA) untuk mengetahui temperatur terjadinya pengurangan massa dan perubahan fasa, *X-Ray Diffractometer* (XRD) untuk mengetahui fasa yang terbentuk, *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui morfologi permukaan, dan *Image J software* untuk menganalisa sudut kontak (WCA) yang terbentuk.

## III. HASIL DAN PEMBAHASAN

### A. Hasil Sintesis Silika

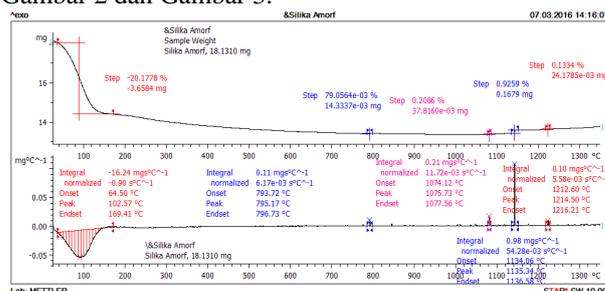
Prekursor silika diperoleh dari TEOS (*Tetraethyl Orthosilicate*) dengan menggunakan langkah seperti pada metodologi. Bahan diuji dengan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk dapat mengetahui komposisi kimia beserta konsentrasi unsur-unsur yang terkandung. Hasil uji kandungan unsur prekursor silika dapat dilihat pada Tabel 4.1 dimana terdapat Si sebagai komponen utama dengan kandungan sebesar 98,3% dan beberapa unsur pengotor yang terdiri dari Kalsium, Besi, Nikel, dan Tembaga dimana total konsentrasinya kurang dari 2%. Hal ini menandakan bahwa prekursor silika yang dihasilkan dari proses sol-gel memiliki tingkat kemurnian yang tinggi.

**Tabel 1.** Kandungan unsur prekursor silika

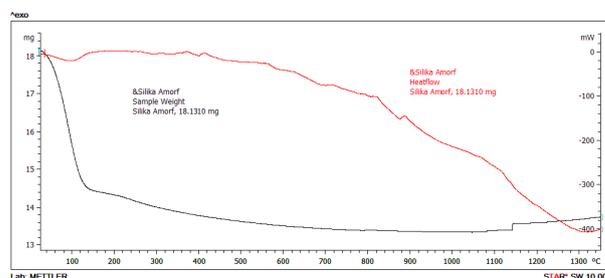
Unsur	Konstentrasi
Si	98,3%
Ca	1,1%
Fe	0,19%
Ni	0,22%
Cu	0,14%

### B. Hasil Pengujian DSC-TGA

Pengujian DSC-TGA diperlukan untuk mengidentifikasi perilaku fasa yang terbentuk akibat perlakuan panas sehingga dapat mengetahui ketepatan perlakuan pemanasan untuk dapat membentuk fasa yang diinginkan. Hasil pengujian DSC-TGA prekursor silika dengan menggunakan metode sol-gel dapat dilihat pada Gambar 2 dan Gambar 3.



**Gambar 2** kurva TGA prekursor silika



**Gambar 3** Kurva DSC prekursor silika

Gambar 2 merupakan kurva TGA yang memberikan informasi tentang pengurangan massa (*weight loss*) pada sampel terhadap perubahan temperatur yang diberikan pada rentang  $0^\circ\text{--}1300^\circ\text{C}$ . Berdasarkan kurva tersebut dapat diketahui bahwa terjadi pengurangan massa sebesar 20,17% pada temperatur  $0,90^\circ\text{--}169^\circ\text{C}$  dengan kecepatan pengurangan massa berdasarkan temperatur sebesar  $16,24\text{mgs}^\circ\text{C}^{-1}$ . Pengurangan massa ini diindikasikan terjadi penguapan molekul air yang secara

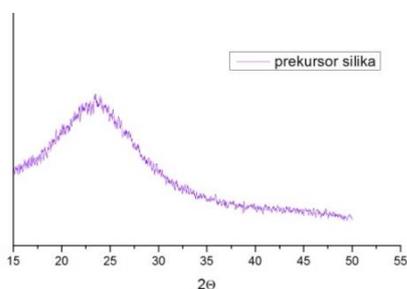
alami terserap serbuk prekursor silika. Pada temperatur diatas 169°C terjadi kestabilan pada kurva TGA. Hal ini menandakan tidak terjadi pengurangan massa secara signifikan.

Untuk dapat mengetahui analisis termal pada prekursor silika maka diperlukan kurva DSC seperti yang dapat dilihat pada Gambar 3. Kurva DSC merupakan kurva berwarna merah yang memberikan informasi mengenai peristiwa termal seperti dekomposisi atau perubahan struktur kristal yang berkaitan dengan kenaikan temperatur. Pada kurva DSC tersebut terjadi perubahan namun tidak terlalu signifikan. Pada temperatur 900<sup>o</sup>-1100<sup>o</sup>C terjadi penurunan yang cukup stabil, maka dipilih temperatur 1000<sup>o</sup>C untuk mengkaji peristiwa termal yang terjadi pada prekursor silika. Kalsinasi pada temperatur 1000<sup>o</sup>C dilakukan dengan variasi waktu penahanan (waktu tahan) selama 2, 4, 6, dan 8jam untuk dapat mengetahui pengaruh waktu tahan terhadap sudut kebasahan.

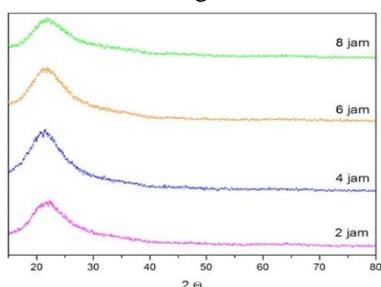
C. Hasil Pola Difraksi Sinar-X

Pengujian dilakukan menggunakan sinar-x (target Cu, dari K- $\alpha$ ) dengan sudut panjang 2 $\theta$  yaitu antara 15<sup>o</sup>-50<sup>o</sup>. Punuk yang muncul berbentuk landai dan melebar yang menandakan struktur yang terbentuk adalah amorf. Punuk terbentuk pada posisi 2theta disekitar 15<sup>o</sup>-30<sup>o</sup> dimana punuk tertinggi berada pada 2theta pada 23,3<sup>o</sup>. Gambar 4 menunjukkan hasil pola difraksi prekursor silika hasil sol-gel yang berstruktur amorf.

Setelah dikalsinasi hasil pola difraksi ditunjukkan pada Gambar 5. Dari keempat pola yang didapatkan tidak ditemukan puncak yang menandakan adanya fasa yang terbentuk sehingga bisa disimpulkan bahwa silika hasil sol-gel dengan perlakuan kalsinasi pada temperatur 1000<sup>o</sup>C dengan variasi waktu tahan 2, 4, 6, dan 8 jam memiliki struktur amorf. Stuktur amorf dapat dilihat dari bentuk punuk yang lebar dan melandai. Punuk terbentuk pada posisi 2 $\theta$  disekitar 15<sup>o</sup>-30<sup>o</sup> dimana punuk tertinggi berada pada 2 $\theta$  disekitar 21,5<sup>o</sup>-22,19<sup>o</sup>. Puncak kristal tetap tidak muncul meskipun sudah dilakukan penambahan waktu penahanan hingga 8 jam.



Gambar 4 Pola difraksi sinar X prekursor silika hasil sol-gel



Gambar 5 Pola difraksi sinar X serbuk silika dengan kalsinasi temperatur 1000°C selama 2, 4, 6, dan 8 jam

D. Hasil Uji Particle Size Analyzer (PSA)

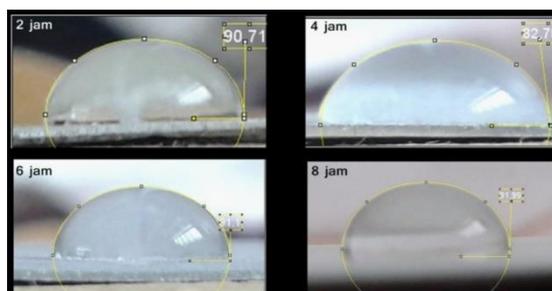
Serbuk silika yang telah dikalsinasi kemudian dilakukan uji (PSA) untuk dapat mengetahui ukuran partikel yang selanjutnya dilakukan analisis hubungan antara waktu tahan dengan ukuran partikel. Kalsinasi dilakukan pada temperatur 1000<sup>o</sup>C dengan waktu tahan 2, 4, 6, dan 8jam. Ukuran partikel ketika silika dikalsinasi dengan waktu tahan 2 jam adalah sebesar 538,3nm. Ketika waktu tahan dinaikkan menjadi 4 jam terjadi peningkatan ukuran partikel menjadi 642,5nm. Hal ini disebabkan ketika proses kalsinasi terjadi penguapan molekul air yang akan meninggalkan ruang kosong yang kemudian menyebabkan partikel cenderung beraglomerasi. Saat waktu tahan mencapai 6jam, ukuran partikel mengalami perubahan menjadi 617,3nm, dan ketika waktu tahan 8jam, ukuran partikel silika adalah sebesar 601,4nm.

Tabel 2. Hubungan waktu tahan dengan ukuran partikel

No.	Waktu Tahan (Jam)	Ukuran Partikel (nm)
1.	2	538,3
2.	4	642,5
3.	6	617,3
4.	8	601,4

E. Analisis Sudut Kontak

Plat alumunium setelah dilapisi cat tanpa silika menghasilkan sudut kontak sebesar 79,18<sup>o</sup>. Hal ini menunjukkan bahwa plat alumunium masih bersifat hidrofilik, yaitu belum memiliki kemampuan menolak air dengan baik. Untuk dapat meningkatkan kemampuan menolak air, maka ditambahkan silika pada cat. Pelapisan permukaan dengan menggunakan silika berhubungan dengan kekasaran dimana tingkat kekasaran bertambah karena adanya silika yang menyebar. Tingkat kekasaran tersebut dapat mempengaruhi kemampuan permukaan dalam menolak air menjadi semakin baik. Sehingga air yang ditetaskan pada substrat yang telah dilapisi silika dapat membentuk sudut kontak yang lebih besar. Pelapisan pada substrat menggunakan bahan utama berupa silika yang telah dikalsinasi pada temperatur 1000<sup>o</sup>C dengan variasi waktu tahan 2, 4, 6, dan 8 jam.



Gambar 6 Sudut kontak antara tetesan air dengan lapisan permukaan dengan penambahan silika

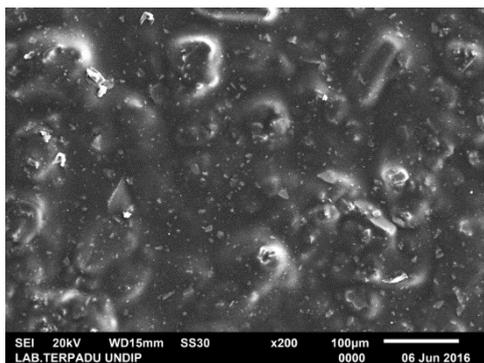
Tabel 3. Hubungan waktu tahan dengan sudut kontak

No.	Waktu Tahan (Jam)	Sudut Kontak (°)
1.	2	90,71
2.	4	82,75
3.	6	91,10
4.	8	91,99

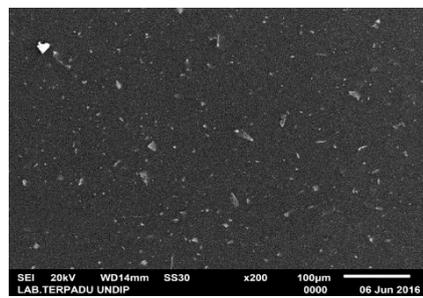
Hasil pengukuran sudut kontak pada lapisan permukaan dengan penambahan silika ditampilkan pada Gambar 6. Pemberian variasi waktu tahan 2, 4, 6, dan 8 jam pada temperatur kalsinasi  $1000^{\circ}\text{C}$  memperlihatkan adanya perubahan besar sudut kontak yang terbentuk. Saat waktu tahan 2 jam, sudut kontak yang terbentuk adalah sebesar  $90,71^{\circ}$ . Hal ini menunjukkan bahwa lapisan permukaan sudah dapat dikatakan hidrofobik, dikarenakan besarnya sudut kontak sudah lebih dari  $90^{\circ}$ . Namun ketika waktu tahan 4 jam, terjadi penurunan sudut kontak sebesar  $7,96^{\circ}$ , yaitu  $82,75^{\circ}$ . Lapisan permukaan tersebut belum dapat dikatakan hidrofobik karena sudut kontak kurang dari  $90^{\circ}$ . Terjadinya penurunan sudut kontak tersebut dapat diakibatkan oleh beberapa faktor, salah satunya adalah partikel silika ketika waktu tahan 4 jam berukuran besar yaitu  $642,5\text{nm}$  dimana terjadi kenaikan ukuran partikel dari waktu tahan 2 jam yaitu  $538,3\text{nm}$ . Ketika ukuran silika semakin bertambah besar, maka kontak antara air dengan permukaan semakin besar yang mengakibatkan sudut kontak yang terbentuk semakin kecil. Hal ini dikarenakan interaksi antara permukaan dengan air dapat meningkatkan kebasahan. Ketika waktu tahan dinaikkan menjadi 6 jam, terjadi peningkatan sudut kontak yang cukup signifikan mencapai  $8,35^{\circ}$ , yaitu sebesar  $91,1^{\circ}$ . Hal ini sesuai dengan terjadinya penurunan ukuran partikel ketika waktu tahan 6 jam mencapai  $25,2\text{nm}$ , yaitu sebesar  $617,3\text{nm}$ . Penurunan ukuran partikel silika ini menyebabkan kontak air dengan udara menjadi semakin besar. Hal ini disebabkan udara yang terjebak ditengah-tengah kekasaran tersebut semakin banyak. Ketika kontak air dengan udara semakin besar, maka tegangan permukaan antara air dengan udara semakin besar sehingga menyebabkan air cenderung berbentuk bulat yang menjadikan sudut kontak semakin besar. Sedangkan lapisan permukaan yang diberikan perlakuan waktu tahan 8 jam pada prekursor

#### F. Hasil Uji Scanning Electron Microscopy (SEM)

Sudut kontak terkecil terbentuk ketika waktu tahan 4 jam dan sudut kontak terbesar terbentuk ketika waktu tahan 8 jam. Untuk dapat mengetahui perbedaan morfologi pada kedua permukaan tersebut, maka dilakukan uji SEM dan hasilnya seperti pada Gambar 7 dan Gambar 8.



**Gambar 7** Morfologi permukaan substrat yang telah dilapisi silika dengan waktu tahan 4 jam



**Gambar 8** Morfologi permukaan substrat yang telah dilapisi silika dengan waktu tahan 8 jam

Berdasarkan citra SEM seperti yang terlihat pada Gambar 7 dan Gambar 8 terdapat perbedaan yang cukup signifikan. Partikel pada Gambar 7 mengalami aglomerasi sehingga mempunyai ukuran partikel yang cukup besar. Sedangkan pada Gambar 8 partikel silika yang tersebar mempunyai ukuran yang kecil. Hal ini berpengaruh pada tingkat kekasaran dan sifat hidrofobik permukaan. Kekasaran yang tinggi menyebabkan sudut kontak semakin besar, sedangkan kekasaran yang rendah menyebabkan sudut kontak semakin kecil.

#### IV. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Karakterisasi silika hasil sintesis dengan metode sol-gel yaitu mempunyai tingkat kemurnian sebesar  $98,3\%$ , serta perlakuan kalsinasi dengan temperatur  $1000^{\circ}\text{C}$  menghasilkan silika dengan struktur amorf.
2. Sudut kontak yang terbentuk untuk kalsinasi prekursor silika pada temperatur  $1000^{\circ}\text{C}$  dengan waktu tahan 2, 4, 6, dan 8 jam berturut-turut adalah  $90,71^{\circ}$ ;  $82,75^{\circ}$ ;  $91,10^{\circ}$ ; dan  $91,99^{\circ}$ .

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Bapak Zainuri atas bimbingannya yang diberikan selama penulis menyelesaikan penelitian. Penulis juga menyampaikan terima kasih kepada kepala laboratorium fisika bahan jurusan Fisika FMIPA ITS yang telah memberikan kesempatan kepada penulis untuk menyelesaikan penelitian ini

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Arjasa, O.P., Raharjo, J., 2012. FACILE ONE POT SYNTHESIS OF HIGHLY MONODISPERSE SILICA NANOPARTICLES IN WATER BASED MEDIUM. *J. Sains Materi Indones.* 14.
- [2] Xiao, Bo, Y. Zhang, X. Zhang, H. Lv, L. Yan, B. Jiang. 2011. Focus On Moisture-resistance And Hydrophobicity of  $\text{SiO}_2$  Antireflective Film 34 Improved by Poly(isopropylene oxide) Glycerolether. *Journal of Sciene Technology Vol* 60:11-16.
- [3] Singh, L.P., Bhattacharyya, S.K., Mishra, G., Ahalawat, S., 2011. Functional role of cationic surfactant to control the nano size of silica powder. *Appl. Nanosci.* 1, 117–122. doi:10.1007/s13204-011-0016-1.
- [4] Brinker, C.J., Scherer, G.W., 1990. *Sol-gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-gel Processing.* Gulf Professional Publishing.