

TUGAS AKHIR - SF 141501

PENGARUH TEMPERATUR PERLAKUAN PANAS PADA LAPISAN *HYDROPHOBIC* KOMPOSIT PDMS/SiO₂ DENGAN FASA SILIKA KRISTOBALIT

Adhita Ferbi Irawati NRP 1111 100 075

Dosen Pembimbing Dr. Mochammad Zainuri, M.Si

Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya 2016



FINAL PROJECT - SF 141501

EFFECT OF HEAT TREATMENT TEMPERATURE ON SILICA-CRISTOBALITE PHASE OF PDMS/SiO₂ HYDROPHOBIC COMPOSITE

Adhita Ferbi Irawati NRP 1111 100 075

Advisor Dr. M.Zainuri, M.Si

Department of Physics Faculty of Mathematics and Natural Sciences Institute of Technology Sepuluh Nopember Surabaya 2016

PENGARUH TEMPERATUR PERLAKUAN PANAS PADA LAPISAN *HYDROPHOBIC* KOMPOSIT PDMS/ SiO₂ DENGAN FASA SILIKA KRISTOBALIT

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar Sarjana Sains

pada

Bidang Fisika Material Program Studi S-1 Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember

> Oleh: ADHITA FERBI IRAWATI NRP 1111100075

Disetujui oleh Tim Pembimbing Tugas Akhir

Dr. M. Zainuri, M.Si



PENGARUH TEMPERATUR PERLAKUAN PANAS PADA LAPISAN *HYDROPHOBIC* KOMPOSIT PDMS/SiO₂ DENGAN FASA SILIKA KRISTOBALIT

Nama	: Adhita Ferbi Irawati	
NRP	: 1111100075	
Jurusan	: Fisika FMIPA-ITS	
Pembimbing	: Dr. Mochammad Zainuri, M.Si	
Pembimbing	: Dr. Mochammad Zainuri, M.Si	

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, vaitu 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, sudut kontak, silika kristobalit, polydimethylsiloxane (PDMS).

EFFECT OF HEAT TREATMENT TEMPERATURE ON SILICA-CRISTOBALITE PHASE OF PDMS/SiO₂ HYDROPHOBIC COMPOSITE

: Adhita Ferbi Irawati
: 1111100075
: Fisika FMIPA-ITS
: Dr. M. Zainuri, M. Si

Abstract

Sand-contained silica Bancar Tuban has been purified by leaching and coprecipitation process to reduce the particles to nanoscale. The calcination process was performed at 1200°C to obtained cristobalite phase. Silica and polydimethylsiloxane were combined into a composite material as (PDMS)hydrophobic coating. That composite was coated on ITO glass surface and heated at 100°C, 200°C, 300°C, 400°C, dan 500°C. Contact angle was photographed using DSLR Canon 650D with reverse ring as an inverting lens 58mmm and measured by photoshop software (Cs6) from the photograph that has been obtained. The contact angle increased at 100-400°C, then decreased at 500°C. The highest contact angle was 126.4° at 400°C. It caused the surface hard to get wetted (hydrophobic) and 72.4° at 500°C for the lowest had a good wettability (hydrophilic). The transmitance was 100% for 100-300°C, but decreased until 20% at 400°C as a lowest.

Key words: hydrophobic, contact angel, crystobalite silica, polydimethylsiloxane (PDMS).

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat serta hidayah-Nya, sehingga dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir di jurusan Fisika FMIPA ITS dengan judul

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

Penulis menyadari bahwa terselesaikannya penyusunan tugas akhir ini tidak terlepas dari bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, maka pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada :

- 1. Keluraga tercinta, Ayah, Ibu, dan saudara-saudara yang telah memberikan semangat, nasehat, kasih sayang, dan do'a restunya bagi penulis.
- Bapak Dr. M. Zainuri, M.Si selaku dosen pembimbing tugas akhir yang senantiasa memberikan bimbingan, wawasan, dan motivasi sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir ini.
- 3. Bapak Yoyok, M.Si dan Bapak Dr. Malik, M.Si selaku dosen penguji yang memberikan banyak masukan dan wawasan dalam ujian Tugas Akhir.
- 4. Bapak Dr. Yono Hadi P., M. Eng selaku Ketua Jurusan Jurusan Fisika FMIPA ITS yang telah memberikan kemudahan sarana kepada penulis selama kuliah sampai terselesaikannya Tugas Akhir ini.
- 5. Finanti Rahayu selau *partner* susah senang dalam pembuatan tugas akhir ini.
- 6. Rizki, Syarifah, Keysha, Astrid, Mentari, Aden, Adel, Nia, dan Humat yang telah berbaik hati memberi semangat pada penulis.

- 7. Segenap teman-teman Fisika FOTON 2011 yang telah memberikan *support* terbaik bagi penulis. Terima kasih FOTON atas pelajaran berharga yang membuat kami menjadi sebuah keluarga.
- 8. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari dalam penyusunan laporan ini masih terdapat kesalahan. Mohon kritik dan saran pembaca guna menyempurnakan laporan ini. Akhir kata semoga laporan Tugas Akhir ini bermanfaat bagi semua pihak. Amiin Ya Rabbal Alamiin.

Surabaya, Januari 2016

Penulis

DAFTAR ISI

Halaman Judul	i
Cover Page	
Lembar Pengesahan	iii
Abstrak	iv
Abstract	v
Kata Pengantar	vi
Daftar Isi	ix
Daftar Gambar	xi
Daftar Tabel	xiii
Daftar Lampiran	

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	
1.3 Batasan Masalah	2
1.4 Tujuan Penelitian	
1.5 Manfaat Penelitian	
1.6 Sistematika Penulisan	

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kemampuan Tahan Air	
2.2 Sudut Kontak	6
2.3 Komposit	
2.4 Silika	
2.5 PDMS	

BAB III METODOLOGI

3.1 Alat dan Bahan	
3.1.1 Alat	
3.1.2 Bahan	

3.2 Prosedur Sintesis	.13
3.2.1 Preparasi Prekursor Silika	.13

3.2.2 Preparasi Lapisan Hydrophobic	14	
3.2 Diagram Alir Penellitiian	15	

BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisis Silika Pantai Bancar, Tuban	. 17
4.1.1 Analisis Purifikasi Silika	. 17
4.1.2 Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Silika	. 18
4.2 Analisis Komposit PDMS/SiO ₂	. 22
4.2.1 Analisis Gugus Fungsi Komposit PDMS/SiO ₂	. 22
4.2.2 Analisis Mikrostruktur Komposit PDMS/SiO2	. 24
4.3 Analisis Sifat Kebasahan Lapisan Hydrophobic	. 25
4.3.1 Analisis Transmitansi Lapisan Hydrophobic	. 26
4.3.2 Analisis Sudut Kontak Antara Air dan Permukaan	
Bahan Uji	. 27

BAB V KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan	
5.2 Saran	
DAFTAR PUSTAKA	
LAMPIRAN	
BIODATA PENULIS	55

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Foto SEM permukaan daun lotus	5	
Gambar 2.2	Ilustrasi sudut kontak		
Gambar 2.3	Ilustrasi model Young		
Gambar 2.4	Ilustrasi model Wenzel		
Gambar 2.5	Ilustrasi model Cassie-Baxter	9	
Gambar 3.1	Diagram alir sintesis SiO ₂	15	
Gambar 3.2	Diagram alir pembentukan lapisan hydrophobic	16	
Gambar 4.1	Perubahan warna silika saat dilakukan	19	
Gambar 4.2	pemurnian Hasil uji DSC/TGA serbuk silika untuk		
	menentukan temperatur kalsinasi	20	
Gambar 4.3	Hasil pola XRD silika kristobalit	21	
Gambar 4.4	Hasil Citra SEM silika kristobalit	21	
Gambar 4.5	Hasil pengujian FTIR ikatan komposit PDMS/SiO ₂	24	
Gambar 4.6	Morfologi permukaan substrat yang telah		
	dilapisi komposit PDMS/SiO ₂	25	
Gambar 4.7	Hasil pengujian transmitansi substrat yang telah dilapisi	27	
Gambar 4.8	Perbedaan kaca yang dilapisi dan tidak dilapisi	28	
Gambar 4.9	Sudut kontak lapisan <i>hydrophobic</i> PDMS/SiO ₂ dengan silika kristobalit	28	
Gambar 4.10	Sudut kontak yang terukur dari tetesan air	30	
Gambar 4.11	Grafik hubungan temperatur dan sudut kontak lapisan <i>hydrophobic</i> yang diberi perlakuan panas	31	
Gambar 4.12	Ilustrasi hirarki struktur partikel SiO ₂ sebelum pemanasan (atas), setelah diberi pemanasan suhu 300°C (tengah), dan	32	

setelah	diberi	pemanasan	suhu	400°C
(bawah)				

- Gambar 4.13 Citra SEM hirarki struktur lapisan 32 hydrophobic yang terbentuk dari komposit PDMS/SiO₂
- Gambar 4.14 Citra SEM hirarki struktur lapisan 34 komposit PDMS/SiO₂
- Gambar 4.15 Ilustrasi hirarki struktur yang mengalami 35 kerusakan akibat pemberian suhu 500°C
- Gambar 4.16 Hasil Uji FTIR lapisan variasi suhu 400°C 37 dan 500°C



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A Hasil Pengujian X-Ray Flourescene(XRF)	43
Lampiran B Data COD (Crystallography Open Database) d	an
Hasil Rietica	47
Lampiran C Hasil Pengujian Ukuran Partikel dengan PSA	51



BAB 1 PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Sebuah terobosan yang baru ditemukan melalui pengamatan perilaku kebasahan di atas daun talas, kini mampu dikembangkan pengaplikasiannya dalam berbagai hal. Salah satunya adalah pelapisan pada kaca-kaca mobil sebagai material anti air. Daun talas memiliki keunikan dalam struktur permukaan yang dapat menahan tetesan air yang jatuh di atasnya. Kemampuan menahan air seperti ini disebut dengan hydrophobic (anti air). Butiran air yang menggelinding mampu mengangkat partikel kotor yang menempel, oleh karena itu ia mampu membersihkan dirinya sendiri. Permukaan hydrophobic mampu diamati melalui sudut kontak yang terbentuk. Semakin besar sudut kontaknya, maka kemampuan permukaan menahan air akan semakin tinggi. Di lain hal, negara Indonesia merupakan salah satu negara kepulauan terbesar di dunia dengan banyak potensi alam yang dapat lanjut dalam bidang penelitian diproses lebih ataupun perindustrian. Hal ini sangat mempengaruhi kemajuan Indonesia apabila dapat mengolah sumber daya alam yang dimiliki tanpa menitik beratkan pada bahan produksi import. Selain itu, biaya yang dikeluarkan akan lebih murah. Pemanfaatan pasir alam yang banyak mengandung silika dapat dijumpai di sejumlah pantai, seperti Pantai Bancar, Tuban, Jawa Timur. Dengan melewati proses pemurnian secara fisis dan kimia, maka didapatkan kemurnian silika yang cukup tinggi.

Silika memiliki ikatan yang kuat dan stabilitas termal tinggi. material tersebut dimanfaatkan Sehingga mampu untuk pembentukan lapisan hydrophobic. Untuk mendapatkan prekursor silika tersebut maka dilakukan dua tahapan, yaitu proses pemurnian pasir kuarsa dan sintetis silika (SiO₂). Pada sintesis silika, dilakukan pembentukan sodium silikat dengan metode hidrotermal dan pembentukan buburan silisit dengan menggunakan metode kopresipitasi. Penelitian ini mengarah pada pembentukan lapisan *hydrophobic* dengan menggunakan prekursor SiO₂ sebagai filler dalam komposit *matrix* polimer. Sehingga dapat diamati bagaimana pengaruh temperatur perlakuan panas terhadap aspek kebasahan pada lapisan *hydrophobic*.

1.2 Rumusan Permasalahan

Permasalahan pada penelitian ini adalah:

- 1. Bagaimana mensintesis SiO₂ dengan bahan alam berdasarkan penelitian yang telah dilakukan?
- 2. Bagaimana mendapatkan lapisan *hydrophobic* dengan menggunakan *spray gun*?
- 3. Bagaimana pengaruh temperatur terhadap aspek kebasahan pada lapisan hydrophobic PDMS/SiO₂ dengan menggunakan silika kristobalit?

1.3 Batasan Masalah

Pada penelitian ini permasalahan dibatasi pada :

- 1. Penggunaan *particulate Composite* PDMS/SiO₂ dengan perbandingan 2:5.
- 2. Fasa silika yang digunakan adalah kristobalit berbasis bahan alam.
- 3. Pemurnian pasir silika dengan metode fisis dan kimiawi dianggap sempurna sehingga menghasilkan kemurnian yang tinggi.
- 4. Variasi temperatur yang digunakan adalah 100°C, 200°C, 300°C, 400°C, dan 500°C dengan *holding time* 1 jam.
- 5. Media yang digunakan adalah kaca ITO.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

- 1. Untuk dapat mensintesis SiO₂ dengan bahan alam berdasarkan penelitian yang telah dilakukan.
- 2. Untuk mendapatkan lapisan hydrophobic dengan menggunakan spray gun.

3. Untuk mengetahui pengaruh temperatur terhadap aspek kebasahan pada lapisan *hydrophobic* PDMS/SiO₂ dengan menggunakan silika kristobalit.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah dapat memberikan pemahaman mengenai pengaruh temperatur terhadap aspek kebasahan pada lapisan *hydrophobic* PDMS/SiO₂ dengan menggunakan silika kristobalit

1.6 Sistematika Penulisan

Penulisan Tugas Akhir (TA) ini terdiri dari abstrak yang berisi gambaran umum dari penelitian. Bab I pendahuluan yang memuat latar belakang, perumusan masalah, tujuan penelitian, manfaat penelitian, dan sistematika penulisan. Bab II tinjauan pustaka berisi tentang dasar-dasar teori yang digunakan sebagai acuan dari penelitian, Bab III metodologi penelitian, Bab IV hasil penelitian dan pembahasannya, dan Bab V kesimpulan dan saran.



"Halaman ini sengaja dikosongkan"



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kemampuan Tahan Air

Suatu permukaan dikatakan bersifat *hydrophobic* (anti air) jika permukaan tersebut tidak basah bila terkena air dan permukaan selalu terlihat bersih. Jika ada kotoran yang menempel pada permukaan maka disaat terkena air, kotoran tersebut akan terhalau oleh air yang menggelinding di permukaan tersebut. Namun, jika permukaan menjadi basah bila terkena air maka permukaan tersebut memiliki kemampuan kapilaritas yang tinggi. Permukaan tersebut bersifat *hydrophilic* (suka air) (Ensikat, 2011). Hal itu telah diteliti oleh para ilmuwan melalui *biomimetic*, yaitu suatu pengembangan teknologi yang meniru cara kerja alam (Bhusan, 2009). Daun lotus memiliki kemampuan menolak air dan setiap air yang menetes di atasnya akan menggelinding sempurna sehingga permukaan daunnya selalu terlihat bersih.



Gambar 2.1 Foto SEM permukaan daun lotus

Gambar tersebut menjelaskan bahwa kekasaran permukaan terdiri dari 2 skala, yaitu skala mikro (gambar 2.1 a) dan skala nano yang terlihat seperti bulu (gambar 2.1 b) (Y. Cheng, 2005).

Hidrofobisitasnya suatu permukaan dapat ditinjau dari sifat permukaan kimiawi dan geometrinya. Semakin tinggi tingkat hidrofobisitas, maka permukaannya memiliki tingkat kekasaran yang tinggi, selain itu permukaan dibentuk oleh molekul-molekul non polar yang cenderung menjadikan permukaan *hydrophobic*. Sedangkan permukaan yang dibentuk oleh molekul-molekul polar cenderung menjadikan permukaan *hydrophilic* (Quere D., 2008). *Hydrophobic* suatu permukaan dapat diketahui dengan mengukur besarnya sudut kontak yang terbentuk antara air dan permukaan bahan uji (Ensikat 2011).

2.2 Sudut Kontak

Sudut kontak merupakan sudut yang dibentuk antara permukaan bahan uji dengan air yang diteteskan ke permukaan bahan uji yang bersangkutan. Sudut kontak memberikan informasi mengenai kemampuan permukaan untuk menyerap air dengan baik (*hydrophilic*) dan ketidakmampuan menyerap air (*hydrophobic*) (Ensikat, 2011). Pada permukaan *hydrophobic*, peningkatan kekasaran akan menyebabkan besarnya sudut kontak, sedangkan pada permukaan *hydrophilic*, peningkatan kekasaran akan menyebabkan semakin menurunnya sudut kontak (Feng Lin dkk, 2002).





Permukaan yang bersifat *hydrophobic* memiliki sudut kontak antara 90°-150° (gambar 2.2a), sedangkkan permukaan yang memiliki sudut kontak >150° disebut dengan istilah *superhydrophobic* (gambar 2.2b). Untuk permukan yang memiliki sudut kontak antara 10°-90° disebut dengan *hydrophilic* (gambar 2.2c), sedangkan sudut kontak <10° disebut dengan istilah *superhydrophilic* (gambar 2.2d) (Karthick, 2008).

Terdapat tiga rmodel yang mampu menjelaskan mengenai analisa kebasahan suatu material. Diantaranya adalah Model Young, Model Wenzel, dan Model Cassie-Baxter. Gambar 2.3 menjelaskan sudut kontak yang terbentuk berdasarkan asumsi Young.

YLG)

VSG

Gambar 2.3. Ilustrasi model Young

YLS

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. 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.

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*, bertambahnya kekasaran hanya akan menyebabkan sudut kontak semakin menurun dan permukaan semakin mudah menyerap air.

Gambar 2.4. Ilustrasi model Wenzel

A

$\cos\theta w = r\,\cos\theta.....(2.2)$

Pada gambar 2.4 diperlihatkan ilustrasi model Wenzel dimana air memasuki seluruh lekukan permukaan.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" (Latthe, 2012).

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 pada permukaan. Diasumsikan terdapat dua fase dalam aspek kebasahan Cassie-Baxter, yaitu fase *solid* (fase 1) dimana terjadi interaksi antara *solid* dengan *liquid* dan fase udara (fase 2) dimana terjadi interaksi antara udara dan *liquid*.



Gambar 2.5. Ilustrasi model Cassie-Baxter

$Cos\theta c = f1 cos\theta 1 + f2 cos\theta 2 \dots (2.3)$

dimana θ c adalah sudut kontak cassie-baxter keseluruhan. f1 dan f2 adalah fraksi dari fasa solid dan fasa udara. Sudut θ 1dan θ 2 adalah sudut kontak yang terbentuk pada fasa solid dan fasa udara. Karena sudut kontak θ 2 adalah fasa udara, maka tidak terjadi kebasahan, θ 2=180°, *Cos* θ 2= -1. Jika dihubungkan dengan f1+f2=1, maka persamaannya menjadi

jika fl sangat kecil, maka semakin banyak udara yang terjebak didalamnya dan *Cos* θc dapat mendekati -1 sehingga sudut kontak θc yang terbentuk adalah 180° (Cassie, 1944). Berdasarkan riset yang telah dilakukan, keadaan Cassie-Baxter ini membuat sudut kontak semakin kecil dan kemampuan fluida menggelinding menjadi semakin mudah apabila dibandingkan dengan model Wenzel yang membasahi seluruh lekukan permukaan (A. Lafuma, 2003).

2.3 Komposit

Berdasarkan definisi, komposit merupakan suatu material yang tersusun atas lebih dari dua elemen penyusunnya. Komposit bersifat heterogen dalam skala makroskopik. Bahan penyusun komposit tersebut masing-masing memiliki sifat yang berbeda dan ketika digabungkan dalam komposisi tertentu terbentuk sifatsifat baru yang disesuaikan dengan keinginan (Krevelen, 1994). Bahan komposit terdiri dari matrix dan bahan pengisi (filler). Matrix adalah bahan yang menjadi dasar pembentukan material komposit yang mengikat penguat. Sedangkan pengisi merupakan bahan yang diisikan kepada bahan *matrix* yang berfungsi untuk menunjang sifat-sifat *matrix* dalam membentuk material komposit (Hildayati dkk, 2009). Komposit partikel merupakan material yang dihasilkan dengan menempatkan partikel-partikel dan sekaligus mengikatnya dengan suatu matrix bersama-sama dengan satu atau lebih unsur-unsur perlakuan seperti panas, tekanan, kelembaman, katalisator, dan lain-lain. Komposit yang paling umum adalah Polymer Matrix Composites (PMC) yang terdiri dari polimer seperti epoxy, polyester, urethane, dan lainlain, serta diperkuat oleh serat tipis (seperti grafits, aramids, dan boron) atau partikel. Alasan mengapa komposit jenis ini menjadi yang paling umum adalah memiliki kekuatan yang tinggi, biaya yang rendah, dan prinsip-prinsip manufaktur yang sederhana (Authar, 2006).

2.4 Silika

Silika merupakan senyawa logam oksida yang banyak terdapat di alam, namun keberadaannya tidak dalam kondisi bebas melainkan terikat dengan senyawa lain baik secara fisik maupun kimia (Hildayati dkk, 2009). Silika yang disintesis dari pasir pantai secara fisik dapat dibedakan dari warna pasir tersebut, misalnya pasir dengan warna hitam pekat memiliki kandungan material berupa besi oksida, sedangkan pasir dengan warna putih memiliki kecenderungan material berupa kuarsa. Pasir kuarsa yang memiliki kecenderungan bewarna putih bening atau warna lain bergantung pada senyawa pengotornya serta memiliki kandungan yang dominan seperti silika dan beberapa pengotor seperti CaO, Fe₂O₃, TiO₂, K₂O. Silika memiliki beberapa bentuk kristal yang berbeda selain bentuk *amorf*. Tiga bentuk fasa kristal poliamorfi silika yang paling dominan adalah *quartz, tridymite*, dan *crystobalite*. Penyusunan atom pada silika *amorf* terjadi secara acak dengan derajat keteraturan yang rendah (Szostak, 1998).

Bentuk struktur quartz, crystobalite, dan tridymite yang merupakan kristal utama silika memiliki stabilitas dan kerapatan yang berbeda. Sedangkan untuk nilai densitas masing masing adalah 2,65x10³ kg/m³ untuk fasa quartz, 2,27 x10³ kg/m³ untuk fasa trydimite, dan $2,23 \times 10^3$ kg/m³ untuk fasa crystobalite. Berdasarkan perlakuan termal, pada suhu di atas 570 °C akan terbentuk low quartz, untuk suhu 570-870°C terbentuk high *quartz* yang mengalami perubahan struktur menjadi *crystobalite* dan trydimite, sedangkan pada suhu 870-1470°C terbentuk high trydimite, pada suhu lebih dari 1470°C terbentuk high crystobalite, dan pada suhu 1723°C terbentuk silika cair. Silika adalah keramik tahan terhadap temperatur tinggi dan juga sering dimanfaatkan dalam perindustrian baja ataupun gelas (Smallman and Bishop, 2000). Ada beberapa tahapan dalam proses ekstraksi silika dalam penelitian ini. Tahap pertama adalah preparasi natrium silikat (Na2SiO3) dari pasir yang mengandung silika dengan menggunakan NaOH. Selama proses ekstraksi, terjadi reaksi.

Kemudian natrium silikat dilarutkan dengan menambahkan air dan mengaduknya menggunakan stirer. Tahapan kedua adalah melakukan preparasi bubur silisit, Si(OH)₄. Pada tahapan ini, larutan natrium silikat direaksikan dengan asam kuat (HCl) hingga terbentuk endapan. Reaksi yang terjadi adalah:

 $Na_2SiO_3 + 2H_2O + 2HCI \longrightarrow Si(OH)_4 + H_2O + 2NaCI(2.6)$

Si(OH)₄ tidak bisa larut dalam asam kuat seperti HCl, HNO₃, dan H₂SO₄, sehingga endapan Si(OH)₄ dapat dipisahkan dari larutannya dengan melakukan penyaringan kemudian dicuci untuk menghilangkan kandungan NaCl. Tahapan selanjutnya adalah preparasi SiO₂ dengan memanaskan Si(OH)₄. Pada tahapan ini, reaksi yang terjadi:

 $Si(OH)_4 \longrightarrow SiO_2 + 2H_2O....(2.7)$

(Mori,2003)

2.5 PDMS

Polydimethylsiloxanes (PDMS) biasanya digunakan sebagai bahan energi permukaan rendah untuk pembuatan permukaan superhidrofobik karena keunggulan biaya yang rendah dan mudah diperoleh (J.P Zhang, 2011). Selain itu, PDMS juga tidak mengandung racun, transparan, dan memiliki stabilitas termal yang tinggi. Meskipun lapisan PDMS memiliki kemampuan menolak air yang baik, namun hal itu belum memenuhi syarat untuk pembentukan permukaan superhydrophobic karena sudut kontak yang dimiliki hanya sekitar 105° (K.Q. Lie, 2013).

BAB III METODOLOGI

3.1 Peralatan dan Bahan

3.1.1 Peralatan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah furnace, neraca digital, spatula, magnet, ayakan, pipet, gelas ukur, beker glass, stirrer, buret, pH meter, kertas saring, planetary milling, bola zirkon, corong, oven, mortar, crucible, ultrasonic cleaner, dan kamera DSLR. Sedangkan untuk karakterisasi yang dibutuhkan adalah X-Ray Flourosence (XRF) untuk mengetahui konsentrasi unsur yang ada dalam bahan, Particle Size Analyzer (PSA) untuk mengetahui ukuran partikel, X-Ray Diffractometer (XRD) untuk mengetahui fasa yang terbentuk, Scanning Electron Microscopy (SEM) untuk mengetahui morfologi permukaan, Fourier Transform Infrared (FTIR) untuk mengetahui jenis ikatan di dalam bahan, DSC TGA untuk mengetahui temperatur terjadinya pengurangan massa dan perubahan fasa, UV-Vis untuk mengetahui tingkat transmitansi dan absorbansi pada bahan, dan photoshop software untuk menganalisa sudut kontak (WCA) yang terbentuk.

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah pasir kuarsa Pantai Bancar, Tuban, HCl 2M, NaOH 7M, polydimethylsiloxane (PDMS), tetraethoxysilane (TEOS), nhexane, aquadest, dan alkohol.

3.2 Prosedur Sintesis

3.2.1 Preparasi Prekursor Silika (SiO₂)

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 silka yang telah diseleksi dengan menggunakkan ball milling dalam media alkohol. Untuk membentuk silika orde nano dengan cara menambahkan HCl dan didiamkan selama 4 jam. Proses berikutnya bahan silika dicuci dengan aquadest hingga pH mendekati 7 an dilanjutkan dengan proses pengeringan. Serbuk vang terbentuk dilarutkan ke dalam larutan NaOH pada suhu 250°C selama 2 jam. Setelah itu ditambahkan aquadest dan distirer selama 1 jam dengan suhu ruang, kemudian larutan diendapkan 24 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 dengan suhu 1200°C untuk mendapatkan silika dalam fasa kristobalit.

3.2.2 Preparasi Lapisan Hydrophobic

Langkah pertama yang dilakukan sebelum membuat lapisan adalah melakukan preparasi kaca sebanyak 5 buah yang kemudian direndam dengan *ultrasonic cleaner* menggunakan alkohol, lalu dikeringkan pada suhu ruang. Untuk pembentukan lapisan, 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. Setelah itu, 5 kaca tersebut diperi perlakuan panas selama 1 jam dengan variasi suhu 100°C, 200°C, 300°C, 400°C, dan 500°C.



Gambar 3.1 Diagram Alir Sintesis SiO₂



Gambar 3.2 Diagram Alir Pembentukan Lapisan Hydrophobic

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisis Silika Pantai Bancar, Tuban

Pasir pantai telah diidentifikasi oleh peneliti dan pada umumnya banyak mengandung senyawa silika dengan kadar yang tinggi. Pasir pantai yang terletak di Jawa Timur, tepatnya di pantai Bancar Tuban banyak mengandung *Silicon* (Si) lebih dari 83,3%. Dari kandungan tersebut maka sangat berpotensi untuk diterapkan di berbagai teknologi karena kemampuannya untuk dimurnikan dan direduksi ukuran hingga orde nano. Pada penelitian tugas akhir ini, peneliti ingin memfokuskan bahan silika sebagai bahan dasar partikel nano yang dimanfaatkan sebagai pelapis material anti air (*hydrophobic*).

4.1.1 Analisis Purifikasi Silika

Bahan pasir silika dari pantai Bancar akan dianalisa dari segi kualitatif dan kuantitatif elemennya selama proses purifikasi atau pemurnian. X-Ray Fluorescene (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 dan sesudah dilakukan pemurnian dapat dilihat pada Tabel 4.1 dimana terdapat kandungan utama Silicon (Si) dan kandungan pengotor terdiri dari bermacam-macam elemen seperti Kalium, Besi, Titanium, dan Kalsium, serta pengotor lain dengan konsentrasi bawah 1%. Tahapan awal di pemurnian menggunakan separasi magnet yang berguna untuk memisahkkan elemen magnetik dengan non magnetik. Secara fisis, hal ini membuat pasir yang memiliki ukuran sebesar 426,1 nm berwarna coklat kekuningan seperti Gambar 4.1 (A) menjadi lebih terang Gambar 4.1 (B).

el 4.1. Kandungan (Jnsur Pasir Pantai	Bancar Tuban
Unsur	Kandungan Sebelum Pemurnian	Kandungan Setelah Pemurnian
Si	83,3%	9 <mark>6,90</mark> %
K	4,41%	0,21%
Ca	1,93%	1,20%
Ti	3,71%	0,28%
V	0,067%	
Mn	0,11%	
Fe	5,86%	0,759%
Ni	0,26%	0,21%
Cu	0,15%	0,13%
Yb	0,05%	
Cr	0,16%	0,096%

Tab

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 proses tersebut dilanjutkkan pencucian dengan aquadest sampai bening dan pH kembali netral. Hasil pencucian yang telah dikeringkan dapat dilihat pada Gambar 4.1(C) dimana serbuk berwarna putih buram. Prosesproses ini menyebabkan beberapa unsur menghilang, seperti V, Yb, dan Cr, serta terdapat unsur-unsur pengotor yang masih tertinggal dengan konsentrasi rendah. Unsur Fe, K, dan Ti mengalami penurunan konsentrasi signifikan dari 5,86%, 4,41%, dan 3,71% menjadi 0,759%, 0,21%, dan 0,28% secara berurutan. Unsur Ca, Ni, dan Cu juga mengalami penurunan konsentrasi menjadi 1,2%, 0,21%, dan 0,13% secara berurutan, sehingga dapat dikatakan bahwa hasil pemurnian silika menyebabkan fraksi Si meningkat menjadi 96,7% dan berwarna putih susu, sedangkan *impuritas* atau pengotor yang masih tertinggal sebesar 3,3%.



Gambar 4.1. Perubahan warna silika saat dilakukan pemurnian

Setelah dilakukan perendaman menggunakan HCl yang kemudian dicuci dengan *aquadest*, pH kembali normal. Proses hidrotermal dilakukan dengan menambahkan larutan NaOH sambil dipanaskan pada suhu 250°C, sehingga dapat membentuk natrium silikat (Na₂SiO₃). Setelah itu dilanjutkan kopresipitasi dengan menambahkan HCl hingga menghasilkan prekursor silika yang berwarna putih terang dengan ukuran patikel sebesar 247,9 nm seperti pada Gambar 4.1 (D).

4.1.2 Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Silika

Hasil pengujian DSC TGA serbuk silika dari pemurnian pasir Pantai Bancar dapat dilihat pada Gambar 4.2. Kurva yang bergaris hitam merupakan kurva TGA (*Thermogravimetric Analysis*) yang memberikan informasi tentang pengurangan massa (weight loss) pada sampel terhadap perubahan temperatur yang diberikan pada rentang 0°C-1500°C. Kurva dengan garis berwarna merah merupakan kurva DSC (*Differential Scanning*) *Calorimetric*) yang memberikan informasi tentang peristiwa termal seperti reaksi eksotermik dan endotermik (Rizka, 2014).

Pada kurva DSC yang berwarna merah, terdapat puncak reaksi endotermik yang mengindikasikan bahwa terjadi proses kristalisasi dan transformasi fasa pada temperatur 880°C dan puncak reaksi eksotermik pada temperatur 1300°C, sedangkan pada kurva TGA yang bergaris hitam, memberikan informasi adanya kestabilan massa pada rentang temperatur 600°C hingga 1240°C, maka sesuai dengan kurva DSC TGA yang didukung oleh penelitian Rizka (2014), dipilih temperatur 1200°C dalam pembentukan silika fasa kristobalit.



Gambar 4.2 Hasil uji DSC/TGA serbuk silika untuk menentukan temperatur kalsinasi

Setelah serbuk dikalsinasi, dilakukan analisis pola difraksi yang didapat dari hasil pengujian X-Ray Diffraction (XRD). Pengujian dilakukan dengan sudut 20 antara $15^{\circ}-65^{\circ}$ menggunakan sinar-x (target Cu, dari K- α). 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 Refiment*, 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 4.3 Hasil pola XRD silika kristobalit



Gambar 4.4 Citra SEM silika kristobalit (Suparsih, 2013)

Setelah pengujian SEM (*Scanning Electron Microscope*) pada serbuk silika yang telah dikalsinasi pada temperatur 1200°C, didapatkan bentuk kristal silika kristobalit seperti pada Gambar 4.4. Kristal yang diidentifikasi menunjukkan bentuk tetragonal dengan ukuran 4 µm.

4.2 Analisis Komposit PDMS/SiO2

Pelapis hydrophobic dibuat berdasarkan konsep material komposit dengan bahan utama PDMS sebagai matrix, sedangkan silika berbasis pasir alam dan inorganik sebagai *filler*. Pembuatan bahan komposit tersebut dilakukan melalui dua tahapan. Tahap pertama adalah pembentukan silika berbasis PDMS dan TEOS yang berperan sebagai matrix dan filler dari material komposit PDMS/SiO₂. PDMS merupakan material inorganik nonpolar yang dapat dilarutkan dengan hexane untuk mereduksi sifat kenonpolaritasnya, sehingga mampu menempel pada substrat. Tahapan kedua adalah penyampuran filler siIika ke dalam matrix. Penyampuran dilakukan menggunakan ultrasonic cleaner. sehingga didapatkan partikel SiO₂ yang menyebar di dalam komposit. Untuk mengetahui terbentuknya ikatan komposit, maka dilakukan pengujian infra merah yang ditembakkan ke material uji agar didapatkan informasi bilangan gelombang. Bilangan gelombang tersebut disesuaikan dengan referensi yang ada untuk mengetahui gugus fungsi apa saja yang terbentuk di dalamnya.

4.2.1 Analisis Gugus Fungsi Komposit PDMS/SiO₂

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

Wavenumber (cm ⁻¹)	Gugus Fungsi	Referensi
2962-2979	-CH ₃ Asym.	R. Al Oweni (2009)

Tabel 4.2 Referensi Spektra dan Gugus Fungsi FTIR

	Stretching	
1650-1900	C=C Stretching	Stuart (2004), Li dkk (2014)
1407-1418	Si-CH ₃ Asym. Bending	R. Al Oweni (2009)
245-1275	Si-CH ₃ Bending	Arkles (1987)
1000-1130	Si-O-Si Asym. Stretching	Stuart (2004), Li dkk (2014)
865-750	Si-CH ₃ Stretching	Arkles (1987)
782-805	Si-O Stretching	R. Al Oweni (2009)
690-700	Si—O	Arkles (1987)
653-668	Si-O-Si Bending	Silverstein (2006)

Berdasarkan tabel tersebut, maka dapat dikorelasikan bilangan gelombang yang didapat pada gambar 4.5 dengan gugus fungsi serta vibrasinya. Data serapan FTIR SiO₂, PDMS, dan komposit PDMS/SiO₂ menunjukkan adanya absorbsi pada panjang gelombang tertentu yang ditunjukkan dengan adanya puncak yang muncul.



Gambar 4.5 Hasil Pengujian FTIR Ikatan komposit PDMS/SiO2

Dilihat dari berbagai bilangan gelombang yang ada terlihat bilangan gelombang utama serapan pada 784,46 cm⁻¹ pada komposit, 784,90 cm⁻¹ pada *polydimethylsiloxane* (PDMS), dan 794,62 cm-¹ pada SiO₂ menandakan adanya gugus siloksan (Si-O-Si) dengan vibrasi asym. stretching. Selain itu, bilangan gelombang yang mengindikasikan adanya ikatan Si-O juga terdeteksi pada puncak yang dimiliki SiO₂, PDMS, dan komposit vaitu 1095,49 cm⁻¹, 1004,30 cm⁻¹, 1007,36 cm⁻¹ secara berurutan dengan vibrasi *stretching*. 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 elektrostatik sehingga tidak membentuk ikatan kimia atau adanya ikatan valensi yang membentuk senyawa baru.

4.2.2 Analisis Mikrostruktur Komposit PDMS/SiO₂

Pelapisan komposit PDMS/SiO₂ pada substrat kaca ITO yang dilakukan dengan menggunakan metode *spray* terdistribusi kurang homogen. Persebaran partikel dapat dilihat pada pengujian morfologi permukaan substrat menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) di dua lokasi yang berbeda seperti pada gambar 4.6.



Gambar 4.6 Morfologi permukaan substrat yang telah dilapisi komposit PDMS/SiO₂

Berdasarkan citra SEM permukaan kaca yang telah dilapisi komposit PDMS/SiO₂ dengan perbesaran 300 kali pada Gambar 4.6 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).

4.3 Analisis Sifat Kebasahan Lapisan Hydrophobic

Sifat kebasahan suatu material dapat terjadi jika terdapat kekasaran yang tinggi dari segi morfologi dan sifat kepolaran material itu sendiri. Pada penelitian ini, tingkat hidrofobisitas pada sampel berubah ketika diberi perlakuan panas dengan suhu

yang berbeda-beda. Hal ini juga menyebabkan tingkat transmitansi kaca menjadi berubah.

4.3.1 Analisis Transmitansi Lapisan Hydrophobic

Pembentukan lapisan komposit anti air dibentuk menggunakan spray gun pada permukaan kaca yang telah dibersihkan terlebih dahulu dengan alkohol. Lapisan dibentuk 2 kali sprav, kemudian dikeringkan menggunakan oven. Pelapisan ini menimbulkan perubahan tingkat transparansi pada kaca. Kaca vang terlapisi dengan komposit menjadi lebih buram. Namun setelah dilakukan pemanasan dengan variasi suhu 100°C, 200°C, 300°C, 400°C, dan 500°C, tingkat transparansi kaca berubah secara kualitatif tingkat keburamannya. Secara kuantitatif. penguiian tingkat transmitansi dilakukan menggunakan spektrofotometri UV-Vis dengan rentang panjang gelombang 300-800 nm yang dapat dilihat pada Gambar 4.7.

Pada Gambar 4.7 didapatkan hasil transmitansi UV-Vis 100% temperatur. Saat 100°C nilai pada beberapa sebesar 100%. Artinya transmitansinya 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, adanya dekomposisi polimer sebagai penghasil nano silika menyebabkan tingkat transmitansi semakin rendah. Hal ini menyebabkan transmitansi mengalami kenaikan dari 0% menjadi 20% pada rentang panjang gelombang 300-400 nm 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% karena adanya kerusakan polimer dan menuju stabil pada panjang gelombang selanjutnya.



Gambar 4.7 Hasil pengujian transmitansi substrat yang telah dilapisi

4.3.2 Analisis Sudut Kontak Antara Air dan Permukaan Bahan Uji

Dalam menentukan tingkat kebasahan suatu permukaan, sudut yang terbentuk antara permukaan bahan uji dan air yang diteteskan difoto menggunakan kamera DSLR *Canon* 650D dengan *reverse ring* sebagai pembalik lensa 58 mm. Selanjutnya, foto tersebut diukur sudut kontaknya melalui *photoshop software* (Cs6). Substrat yang digunakan adalah kaca konduktif, yaitu kaca ITO. Terlihat pada Gambar 4.8, terjadi perbedaan tingkat kebasahan antara permukaan yang telah dilapisi dan sebelum dilapisi. Secara kimiawi, kebasahan dapat terjadi karena molekulmolekul 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 4.8 Perbedaan kaca yang dilapisi dan tidak dilapisi

Kaca yang belum dilapisi menunjukkan kontak antara air dan permukaan terlihat luas jika dibandingkan dengan kaca yang telah dilapisi PDMS/SiO₂. Pelapisan pada permukaan menimbulkan tingkat kekasaran bertambah karena adanya unsur Si yang tersebar. Tingkat kekasaran tersebut yang mempengaruhi permukaan berkemampuan menolak air. Sehingga permukaan kaca yang tidak dilapisi mampu menyerap air lebih baik.



Gambar 4.9 Sudut kontak lapisan *hydrophobic* PDMS/SiO2 dengan silika kristobalit

Berdasarkan Gambar 4.9, dapat diketahui besar sudut kontak yang didapat dari kaca yang telah dilapisi komposit PDMS/SiO₂ adalah 100,1°. Permukaan dapat dikatakan anti air atau *hydrophobic* karena besar sudut kontak berada di rentang 90°-150°. Mengacu pada penelitian yang telah dilakukan oleh

Kunquan Li (2014), modifikasi permukaan substrat menggunakan komposit PDMS/SiO₂ dengan *filler* silika fasa amorf didapatkan sudut kontak sebesar 153°, sedangkan lapisan *hydophobic* menggunakan lapisan komposit PDMS/SiO₂ dengan silika fasa kristobalit memiliki sudut kontak 100,1°. Hal ini terjadi karena silika kristobalit memiliki densitas yang lebih rendah, yaitu 2,33x10⁻³ kg/m³ jika dibandingkan dengan fasa amorf ataupun fasa utama silika yang lain, sehingga menyebabkan porositas kristobalit semakin tinggi (Dahlia, 2012).

Setelah didapatkan nilai sudut kontak dari air yang diteteskan di atas lapisan komposit PDMS/SiO₂, maka dilakukan pengamatan sudut kontak pada lapisan yang diberi perlakuan panas. Perlakuan panas yang diberikan pada lapisan komposit PDMS/SiO₂ dengan fasa kristobalit memberikan perubahan pada besar sudut kontak dalam tiap variasinya.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. Bentuk tetesan air dan besar sudut kontak tersebut dapat dilihat pada Gambar 4.10 dan grafik ada Gambar 4.11.







Gambar 4.11 Grafik hubungan temperatur dan sudut kontak lapisan *hydrophobic* yang diberi perlakuan panas

Setelah didapatkan nilai sudut kontak dari air yang diteteskan di atas lapisan komposit PDMS/SiO2, maka dilakukan pengamatan sudut kontak pada lapisan yang diberi perlakuan panas. 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. Bentuk tetesan air dan besar sudut kontak tersebut dapat dilihat pada gambar 4.12. 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, hanva 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 vang diberi perlakuan panas pada suhu 400°C mencapai sudut kontak yang tinggi, yaitu 126,4°. Hal ini terjadi karena adanya tingkat kekasaran yang tinggi. Partikel-partikel penyusun lapisan membentuk suatu hirark struktur seperti pada Gambar 4.12.



Gambar 4.12 Ilustrasi hirarki struktur partikel SiO₂ sebelum pemanasan (atas), setelah diberi pemanasan suhu (300°C (tengah), dan setelah diberi pemanasan suhu 400°C (bawah)



Gambar 4.13 Citra SEM hirarki struktur lapisan hydrophobic yang terbentuk dari komposit PDMS/SiO2

Pada Gambar 4.13, citra SEM lapisan hydrophobic komposit PDMS/SiO₂ yang dipanaskan dengan suhu 400°C diperbesar hingga 50.000 kali. Dapat terlihat partikel dalam orde mikron yang berukuran berbeda terdistribusi di atas permukaan. Partikel tersebut berukuran 4 µm untuk gambar A dan 1µm untuk gambar B. Selain itu, 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 PDMS/SiO₂ ini berpengaruh pada komposit tingkat hidrofobisitas. 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 elektrostatik antar molekul SiO₂ dan terbentuk dalam orde nano. Ketika suhu tinggi, partikel-partikel tersebut cederung beraglomerasi menjadi partikel sekunder. Partikel-partikel tersebut kemudian membenuk *cluster* menjadi orde yang lebih besar dalam ukuran mikro. Tetapi, partikel-partikel nano tetap terbentuk pada pemukaan *cluster*, membentuk sebuah struktural yang hirarki seperti pada gambar citra SEM 4.14.



Gambar 4.14 Citra SEM hirarki struktur lapisan komposit PDMS/SiO₂

Pada partikel primer, beberapa diantaranya ada yang berukuran 50 nm. Kemudian beraglomerasi membentuk partikel sekunder berukuran 250 nm seperti Pada Gambar 4.14 A. 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 μ m (Gambar 4.12 B). 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. Ilustrasi kerusakan matriks dapat dilihat pada Gambar 4.15.



Gambar 4.15 Ilustrasi hirarki struktur yang mengalami kerusakan akibat pemberian suhu 500°C

Kerusakan ikatan tersebut dapat diketahui melalui hasil pengujian FTIR pada gambar 4.16. Nilai bilangan gelombang dari hasil pengujian tersebut dibandingkan dengan referensi yang ditunjukkan pada tabel 4.2. Nilai bilangan gelombang tidak melebihi 60 cm⁻¹ yang menunjukkan bahwa terdapat kesesuaian antara referensi dan juga jenis ikatan pada sampel. Berdasarkan tabel referensi, terdapat pergeseran nilai bilangan gelombang dengan data eksperimen. Pergeseran tersebut terjadi karena pemberian suhu tinggi, sehingga ikatan pada komposit mengalami perubahan. Hal ini ditandai dengan pemendekan puncak. Pada tiga puncak dengan nilai gelombang 790 cm⁻¹, 863 cm⁻¹, dan 1257 cm⁻¹ yang terdeteksi adanya ikatan Si-CH₃ mengalami pemendekan. Hal ini terjadi karena adanya perubahan ikatan pada saat pemberian suhu 500°C. Ikatan mengalami dekomposisi menjadi ikatan baru sebagai pengotor yang tidak terdeteksi oleh FTIR. Pada saat suhu tinggi, partikel-partikel mengalami penyusunan ulang yang menyebabkan tingkat persebaran partikel semakin luas. Hal ini sesuai dengan pernyataan Kunguan Li (2014) dimana partikel akan melakukan penyusunan kembali pada suhu 500°C, sehingga sudut kontak yang didapat adalah 72,4° menyebabkan kebasahan mudah terjadi.



Gambar 4.16 Hasil Uji FTIR lapisan variasi suhu 400°C dan 500°C





BAB V KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan:

- Telah berhasil dilakukan sintesis SiO₂ dengan bahan alam berdasarkan penelitian sebelumnya dan didapatkan kemurnian silika Pantai Bancar Tuban sebesar 96,9%, serta perlakuan kalsinasi dengan temperatur 1200°C *holding time* 1 jam mampu menghasilkan silika fasa kristobalit.
- Telah berhasil dilakukan pelapisan material *hydrophobic* dengan menggunakan *spray gun* dan didapatkan sudut kontak sebesar 100,1°.
- 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°C (*hydrophobic*) dan terendah pada saat suhu 500°C sebesar 72,° (*hydrophilic*).
 - Tingkat transmitansi sebesar 100% pada suhu 100-300°C dan menurun menjadi 20% pada suhu 400°C.

5.2 Saran

Dari hasil penulisan tugas akhir ini disarankan dilakukan pembentukan *layer* yang lebih tebal agar distribusi partikel semakin merata, sehingga dapat miningkatkan sudut yang terbentuk antara bahan uji dan air. <mark>"Halaman ini</mark> sengaj<mark>a diko</mark>songka<mark>n"</mark>

DAFTAR PUSTAKA

- A.Lafuma and D.Quere. 2003. *Superhidrophobic States*. Nature Materials. 2, 457-460
- Akbar, S. 2010. Sintesis Silika Amorf Berbasis Pasir Alam Slopeng Menggunakan Metode Alkalifusion. ITS, Surabaya
- Bhusan, Bharat, dkk. 2009. Micro-,Nano- and Hirerarchica Structures for Superhydrophobicity, Self-Cleaning and Low Adhesion. Journal of Phil. Trans. Royal Society R.Soc. A 367, Hlm. 1631-1672
- Bhusan, Bharat. 2011. Nanotribology and Nanomechanics II Nanotribology, Biomimetics and industrial Applications, Third Edition. Spriger. New York.
- Cassie, A.B.D. and S.Baxter. 1944. *Wettability of Porous* Surfaces. Trans. Faraday Soc., 40:p. 546-551
- Ensikat, Hans J, dkk. 2011. Superhydrophobicity in perfection the outstanding properties of the lotus leaf. Beilstein Journal of Nanotechnology. Hal 152–161.
- Feng, Lin,dkk. 2002. Super–Hydrophobic Surfaces From Natural to Artifical. Advanced Materials.Vol 14, No. 24.
- Hildayati, dkk. 2009. Sintesis dan Karakterisasi Bahan Komposit Karet Alam Silika. ITS, Surabaya
- J.P. Zhang, S. Seeger. 2001. Polyester materials with superwetting silicone nanofila-ments for oil/water separation and selective oil absorption, Adv. Funct. Mater.21. Hal 4699–4704.
- K.Q. Li, X.R. Zeng, H.Q. Li, X.J. Lai, C.X. Ye, H. Xie, Study on the wetting behaviorand theoretical models of polydimethylsiloxane/ silica coating, Appl. Surf. Sci.279 (2013) 458.
- Karthick B dan Ramesh Maheshwari. 2008. Lotus-Inspired Nanotechnology Applications. Resonance, General ArticleI.
- Krevelen, D.W.Van. 1994. Properties of Polymers, Their Correlations with Chemical Structure, Their Numerical Estimated and Prediction from Additional Group

Contibutions, Third Edition. Elsevier Science B. V. Amsterdam. Netherlands. Hlm 33.

Latthe, Sanjay Subbash. 2012. Recent Progress in Preparation of Superhydrophobic Surfaces. Jsemat, Journal of Surface Enginered Materials and Advanced Technology 2. Hlm. 76-94

- Nurfauziah, Nova. 2010. Koefisien Kekentalan Zat Cair. Universitas Padjadjaran Jatinangor.
- Quere, D. 2008. Wetting and Roughness, Annual Review of Materials Research. 38, 71-99
- Smallman, R.E dan Bishop, RJ. 2000. Metalurgi Fisika Modern dan Rekayasa Material.Erlangga.Jakarta
- Szostak, R. 1998. *Mollecular Sieves: Principles of Synthesis and Identification*. Springer
- Wenzel, R.N. 1936. Resistance of Solid Surfaces to Wetting by Water. Ing. Eng. Chem. 28:p.988-994
- Y. Cheng, D. Rodak, A. Angelopoulus and T. Gacek. 2005. *Microscopic Observations of Condensation of Watr on Lotus Leaves*. Applied Physics Letters. 87

LAMPIRAN A Hasil Pengujian X-ray Flourescene (XRF)

A. Hasil Pengujian XRF Pasir Silika Sebelum Purifikasi

ompou	ind S		K	Ca	(())	Ti / /	V		Cr
Conc	83.3 +	/- 0.2 4.41	+/- 0.03 %	1.93 +/- 0.03 %	3.71 +	-/- 0.03 %	0.067 +/-%	- 0.051	0.16 +/- 0.01 %
	Compound	Mn	Eo		Ji		20	v	h
	Conc	0 11 +/- 0 01	5.86 +/-	0.19 0.26	/- 0.01	0 15 +/	- 0.0100	0.05 +	-0.06
17	Unit	%	%	0.10	%	0.10	%	9	6
R	5 13	SK15		8/5 8		15		K.	
22-1	-2015 00.39.50 0	0.1	<standardle< td=""><td>ess> result spectra</td><td>- average s</td><td>spectrum -</td><td>-</td><td></td><td>22-Jun-2015 09:52:2</td></standardle<>	ess> result spectra	- average s	spectrum -	-		22-Jun-2015 09:52:2
B Std	less1 20.00	U 154 uA <none></none>	Air 68 sec	. 42713.0 cps					
66									
568									
59									
5	Hh LH								
488									
48									
488	SI KA								
99									
32		Fe KA							
588									
8									
24		THE	17/1						
288									
89.		26517							
-	Rh LB	Nn KB							
128		NH I	-						
88-	K KA	TI KBCr KB Mi KF	Cu_KB						
the second	Ça KA	Cr KA	KB VALC						
8-	Ca K								
L			0 4 0 6 10	0 12 0 12 2 14	156 1	0 10 0	0 2 20 4 2	1 6 22 2	24 9 25 2 25 1
10	E 2.7 3.0	1.0 0.0 7.2	0.4 9.0 18.	keU	13.0 16	0 10.0	13.2 20.4 2	8.33 0.1	27.0 23.2 20.9







LAMPIRAN B Data COD dan Hasil Rietica

A. Data COD (*low cristobalite*) Zeitschrift fuer Kristallographie, Kristallgeometrie, Kristallphysik, (c)) Kristallchemie (-144,1977)

t

_journal_page_first	82
_journal_page_last	88
_journal_volume	92
_journal_year	1935
_chemical_compound_source	'from Eschwege, Germany'
chemical_formula_structural	'Si O2'
_chemical_formula_sum	'O2 Si'
_chemical_name_mineral	'Cristobalite low'
_chemical_name_systematic	'Silicon oxide'
space_group_IT_number	92
_symmetry_cell_setting	tetragonal
_symmetry_Int_Tables_number	r 92
_symmetry_space_group_name	_Hall 'P 4abw 2nw'
_symmetry_space_group_name	_H-M 'P 41 21 2'
_cell_angle_alpha	90
_cell_angle_beta	90
_cell_angle_gamma	90
cell_formula_units_Z	
_cell_length_a	4.964(5)
_cell_length_b	4.964(5)
_cell_length_c	6.920(5)
cell_volume	170.5
exptl crystal density meas	
_onpu_orystar_density_meas	2.33
_cod_database_code	2.33
_cod_database_code Si1 Si4+ 4 a 0.300(5) 0.300(5)	2.33 1010938 0. 1. 0 d
_cod_database_code Si1 Si4+ 4 a 0.300(5) 0.300(5) 0 O1 O2- 8 b 0.245(5) 0.10(1) 0.1	2.33 1010938 0. 1. 0 d



Histogram: 1 SCALE FACTOR= 1.0000 0.00000 0.00000 ZEROPOINT= 0.02300 0.00000 0.00000 SAMPLE DISPLACEMENT= 0.49807 0.00007 0.00680 BACKGROUND PARAMETER B 0= 928.488 1.09822 45.6212 BACKGROUND PARAMETER B 1=-35.5968 -0.477415E-01 1.98904 BACKGROUND PARAMETER B 2= 0.567124 0.856376E-03 0.362687E-01BACKGROUND PARAMETER B 3=-0.321449E-02 -0.541748E-05 0.235245E-03 BACKGROUND PARAMETER B 5=-6606.76 -8.68579 365.118 PREFERRED ORIENTATION= 1.00000 0.00000 0.00000 ABSORPTION R = 0.00000 0.00000 0.00000 ASYMMETRY PARAMETERS= 0.02000 0.00000 0.0000 0.0 00000 0.00000 HALFWIDTH PARAMETERSU= 0.888525 0.001016 0.031626 V=-0.005000 0.000000 0.000000 W= 0.020000 0.000000 0.000000 ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING =0.000000 0.000000 0.000000 PEAK SHAPE PARAMETER Gam0= 0.735154 -0.000309 0.016938 PEAK SHAPE PARAMETER Gam1= 0.000000 0.000000 0.000000 PEAK SHAPE PARAMETER Gam2= 0.000000 0.000000 0.00000 EXTINCTION PARAMETER= 0.000000 0.000000 0.000000 1 0.3819E+051 0.2943E+061 0.2855E+061 0.2943E+061 0.2993E+01| 0.5374E+17 | Hist| Rp |Rwp| Rexp |Durbin Unwght|Durbin Wght|N-P| 1 12.98 | 17.27 | 9.98 | 0.327 | 0.713 | 2931 | SUMYDIF SUMYOBS SUMYCALC SUMWYOBSSQ GOF ONDITION 0.38E+05| 0.29E+06|0.25E+06|0.29E+06|0.29E+01|0.53E+17|

"Halaman ini sengaja dikosongkan"



A. Hasil Pengujian PSA Pasir Silika Sebelum Dilakukan Purifikasi









D. Hasil Pengujian PSA Serbuk Silika Setelah Kopresipitasi







BIODATA PENULIS

Penulis berasal dari Bantul, Yogyakarta dan dilahirkan pada tanggal 13 April 1993 dari pasangan Bapak Agung Maryanto dan Ibu Ristiyanti. Penulis merupakan anak pertama dari 2 bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal SD di Kemala Bhayangkari I Surabava. SMPN 22 Surabaya dan SMAN 15

Surabaya. Penulis diterima menjadi mahasiswa jurusan fisika FMIPA-ITS pada tahun 2011 dan terdaftar dengan NRP 1111100075. Selama masa perkuliahan, penulis aktif dalam organisasi mahasiswa. Beberapa organisasi yang sempat ditekuni penulis yaitu sebagai staf Departemen Dalam Negeri HIMASIKA ITS periode 2012-2013 dan 2013-2014. Penulis juga pernah menjadi asisten Laboratorium Fisika Dasar I dan asisten Laboratorium Optoelektronika. Akhir kata bila ada kritik dan saran kirim ke: *adhitaferbi@gmail.com*