

TESIS – SF-142502

STUDI LAPISAN ANTI AIR PE/SiO₂ PADA MEDIA KACA

Iqroatul Hasanah 01111550012003

DOSEN PEMBIMBING

Dr. M. Zainuri, M.Si

PROGRAM MAGISTER

BIDANG KEAHLIAN MATERIAL DEPARTEMEN FISIKA FAKULTAS ILMU ALAM INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER SURABAYA 2018



TESIS-SF-142502

STUDI LAPISAN ANTI AIR PE/SiO2 PADA MEDIA KACA

Iqroatul Hasanah

01111550012003

DOSEN PEMBIMBING

Dr. M. Zainuri, M.Si

PROGRAM MAGISTER

BIDANG KEAHLIAN MATERIAL

DEPARTEMEN FISIKA

FAKULTAS ILMU ALAM

INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER

SURABAYA

2018

Tesis disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar

Magister Sains (M.Si)

di

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh

Iqroatul Hasanah NRP. 01111550012003

Tanggal Ujian: 3 Januari 2018Periode Wisuda: Maret 2018

Disetujui oleh:

1. Dr. M. Zainuri, M.Si (NIP. 19640130 199002.1.001)

2. Prof., Dr. Darminto (NIP. 19600303 198701.1.002)

3. Dr. Malik Anjelh Baqiya, M.Si. (NIP. 19821020 200812.1.003) (Pembimbing)

(Penguji)

(Penguji)

Dekan Fakultas Ilmu Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Prof. Dr.rer.nat. Agus Rubiyanto, M.Eng.Sc NIP. 19650619 198903 1 001

10110

STUDI LAPISAN ANTI BASAH PE/SiO₂ PADA MEDIA KACA

Nama	: Iqroatul Hasanah
NRP	: 01111550012003
Pembimbing	: Dr. M. Zainuri, M.Si

ABSTRAK

Penelitian untuk Tesis dengan judul "Studi Lapisan Anti Basah PE/SiO₂ Pada Media Kaca" telah dilakukan Material hydrophobic terbentuk dari komposit Polyethylene PE/SiO2. Fasa silika quartz (SQ) didapat setelah proses leaching. Fasa silika amorphous (SA) didapatkan setelah proses pereduksian ukuran (kopresipitasi). Silika cristobalite (SC) didapatkan setelah mengkalsinasi SA dengan temperatur 1200°C selama 5 jam. Sifat hidrofobisitas dapat diketahui dengan mengukur sudut kontak air pada setiap lapisan. Untuk lapisan PE memiliki sudut kontak tertinggi yaitu 126,85 ± 1,03°, tertinggi kedua yaitu lapisan komposit PE/SQ dengan sudut kontak air 115,75 ± 1,14° kemudian lapisan komposit PE/SA sebesar 113,04 ± 1,21° dan yang terendah yaitu lapisan komposit PE/SC dengan sudut kontak air 106,75±1,26°. Lapisan PE/SA memiliki nilai transmitansi terbesar yaitu 75,27-97,55% pada panjang gelombang 400-800 nm, sehingga lapisan PE/SA lebih transparan dari pada lapisan komposit PE/SQ dan PE/SC.

Kata kunci: komposit PE/SiO₂, hydrophobik, silica, *Water Contact Angle* (WCA).

STUDY COMPOSITE HYDROPHOBIC COATING PE/SIO₂ ON GLASS SUBSTRATE

Nama: Iqroatul HasanahNRP: 01111550012003Pembimbing: Dr. M. Zainuri, M.Si

Abstract

Research on the influence of the phases SiO₂ (quartz, cristobalite, amorphous) against the nature of the hydrophobic in glass medium has been done. Hydrophobic material formed from a composite PE/SiO2. The phases of silica quartz (SQ) obtained after leaching process. The phases of silica amorphous (SA) obtained after size reduction process (copresipitation). Silica cristobalite (SC) is obtained after calcinate SA material with 1200° C temperature for 5 hours. Hydrophobic properties can be found by measuring the water contact angle (WCA) on each layer. The PE/SQ layer form 115.75 \pm 1.14° angle, PE/SA layer form 113.04 \pm 1.21° angle, and the PE/SC form 106.75 \pm 1.26° angle. The structure of the hierarchy on the PE/SQ has the smallest particle 80 nm so the contact of water with small layer forms a large WCA value, while on PE/SC has smallest so that the contact of water with a large layer forming the most small WCA value.

Keywords: composite PE/SiO₂, hydrophobic, silica, Water Contact Angle (WCA).

KATA PENGANTAR

Segala Puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan segala rahmatNya sehingga penulis dapat menyelesaikan tesis yang berjudul "**Studi Lapisan Anti Basah PE/SiO₂ Pada Media Kaca**"

Penulis menyadari bahwa keberhasilan dalam penyelesaian tugas akhir ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak baik langsung maupun tidak langsung. Untuk itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan banyak terima kasih dan penghargaan yang setinggi-tingginya kepada :

- 1. Bapak Dr. Yono Hadi Pramono, M. Eng selaku Kepala Jurusan Fisika ITS
- 2. Bapak Dr. Mochammad Zainuri, M.Si selaku dosen pembimbing yang telah memberikan tuntunan, ilmu, semangat, kritik dan saran sehingga tesis ini dapat diselesaikan
- 3. Abi, Ummi, mbak Lilis, dan mbak Sisil tercinta, serta semua keluarga yang senantiasa mendukung penulis lewat doa, perhatian, dan kasih sayang
- 4. Roihatur Rohmah sebagai *partner* satu tim dalam penelitian ini yang selalu membantu penulis dalam pengerjaan tesis ini
- Randy Sunaya yang telah memberikan semangat, dukungan, dan bantuan dalam penelitian dan penulisan tesis
- 6. Teman-teman bahan yang selalu memberi support dan canda tawa, selama penyelesaian tesis
- Seluruh Dosen Jurusan Fisika yang telah memberikan ilmunya kepada penulis, serta Laboran dan karyawan tata usaha jurusan Fisika ITS

Penulis menyadari bahwa Tesis ini masih jauh dari kesempurnaan. Penulis mengharapkan kritik serta saran yang membangun demi kesempurnaan Tesis ini. Akhir kata, semoga Tesis ini dapat bermanfaat.

Surabaya, Januari 2018

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMA	AN JUDULError! Bookmar	k not defined.
LEMBAR	R PENGESAHAN	iii
ABSTRAI	К	iv
ABSTRA	СТ	v
KATA PE	ENGANTAR	vi
DAFTAR	1SI	vii
DAFTAR	GAMBAR	ix
DAFTAR	TABEL	X
BAB 1 PE	ENDAHULUAN	1
Latar Be	elakang	1
Perumus	san Masalah	4
Batasan	Masalah	4
Tujuan N	Masalah	4
Manfaat	t Penelitian	4
BAB 2 LA	ANDASAN TEORI	7
2.1 Lotu	us effect	7
2.2 Peml	buatan Lapisan Superhidrofobik	10
2.3 Hyd	drofobik	13
BAB 3 MH	ETODE PENELITIAN	19
3.1 Alat	t dan Bahan Penelitian	19
3.3.1	Bahan penelitian	19
3.3.2	Peralatan Penelitian	19
3.2 Prose	sedur Penelitian	19
3.2.1.	Sintesis Silika Quartz	19
3.2.2.	Sintesis Silika Amorphous dan Cristobalite	20
3.2.3.	Pembuatan Lapisan Komposit PE/ SiO ₂	
3.3 Kara	akterisasi Material	
3.3.1.	Difraktometer X-Ray (XRD)	
3.3.2.	Uji Sudut Kontak Air	

3.3.3. Uji Ultraviolet-Visible Spectrophotometry (UV-Vis)	22
3.3.4. Uji Scanning Electron Microscopy (SEM)	22
3.4 Diagram Alir Penelitian	23
BAB 4 ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN	27
4.1 Analisa Struktur Silika	27
4.1.1 Analisa Kandungan Silika Dengan Uji X-ray Flourescene (XRF)	27
4.1.2 Analisa Fasa Secara Kualitatif dan Kuantitatif	28
4.2 Analisa Pembuatan Komposit PE/ SiO ₂	33
4.3 Analisa Sifat Kebasahan Permukaan	34
4.3.1 Analisa Sudut Kontak Air pada Lapisan	35
4.3.2 Analisa Kekasaran Permukaan Lapisan	37
4.3.3 Analisa Transmitansi Lapisan Hidrofobik	43
4.2.4 Analisa Keseluruhan	44
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	47
5.1 Kesimpulan	47
5.2 Saran	47
DAFTAR PUSTAKA	49
LAMPIRAN	51

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Hasil SEM permukaan yang memiliki sifat membersihkan diri di
alam (Mingqian, 2015)
Gambar 2. 2 hasil SEM struktur daun lotus (a) daun lotus, (b) mikrostrutur daun
lotus, (c) nanostruktur daun lotus, (d) mikrostruktur setelah
annealing, (e) nanostruktur setelah annealing, (f) tetesan air diatas
daun lotus, dan (g) tetesan air di atas daun lotus setelah annealing
dan dimiringkan 90° (Mingqian, 2015)
Gambar 2. 3 Pembersihan diri dari permukaan superhidrofobik (a) sudut kontak
vang sangat tinggi membersihkan partikel kontaminasi, (b) tetesan
dengan sudut kontak rendah tidak membersihkan permukaan 11
Gambar 2. 4 (a) hasil SEM pelapis nanopartikel ITO pada substrat kaca, (b)
tetesan air di atas kaca. (c) polikarbonat, dan PMMA dengan
pelapis nanopartikulat ITO, (skala: (a) 10 µm) (Minggian, 2015) 13
Gambar 2. 5 Skema persiapan film PTFE superhidrofobik
Gambar 2. 6 Uii "sudut kemiringan" setelah terkontaminasi minyak
Gambar 2. 7 (a) sudut kontak menurut teori Young's (b) tiga kontak fase tetesan
air di atas permukaa benda padat
Gambar 2. 8 WCA menurut teori Wenzel
Gambar 2. 9 WCA menurut teori Cassie-Baxter 17
Cambar 2. 10 Ilustrasi skematik tetesan air pada teori Cassie-Baxter dimana
viung dari kakasaran terbasahi
Gambar 3 1 Diagram Alir Penelitian Secara Umum
Gambar 3. 2 Diagram Alir Sintesis Silika
Gambar 3. 2 Diagram Alir Komposit PE/SiO_2 26
Gambar 4.1 Pola XRD silika <i>quartz</i> dengan software match
Gambar 4. 2 Trigonal teoritis : Citra SEM silika <i>quartz</i> (fauziyah, 2015)
Gambar 4.3 Citra SEM silika amorphous (Fauziyah, 2015)
Gambar 4. 4 Pola XRD silika amorphous
Gambar 4. 5 Hasil uji DSC-TGA silia (Rizka, 2014)
Gambar 4. 6 Pola XRD silika <i>cristobalite</i>
Gambar 4. 7 Tetragonal teoritis Citra SEM silika <i>cristobalite</i> (T. Hartining, 2013) 33
Gambar 4.8 Perbedaan tetesa air pada (a) kaca tanpa lapisan hidrofobik (b) kaca dengan
lapisan hidrofobik
Gambar 4. 9 Ilustrasi pengukuran sudut kontak air (Θ) 35
Gambar 4. 10 Grafik WCA setiap lapisan hidrofobik
Gambar 4. 11 Besar WCA pada lapisan hidrofobik (a) PE (b) PE/SQ (c) PE/SA (d)
PE/SC
Gambar 4. 12 Citra SEM distribusi penyebaran <i>filler</i> pada (a) PE/SQ (b) PE/SA
Gambar 4. 13 Citra SEM struktur hirarki permukaan (a) PE, (b) PE/SQ, (c) PE/SA, dan
(d) PE/SU
Gambar 4. 14 nustrasi kontak air dengan permukaan menurut teori Cassie-baxter 40

Gambar 4.15 Topografi 3D kekasaran permukaan lapisan (a) PE, lapisan komp	oosit (b)
PE/SQ, (c) PE/SA, dan (d) PE/SC	
Gambar 4. 16 Grafik nilai UV-Vis	

DAFTAR TABEL

Tabel 4. 1 Kandungan unsur hasil uji XRF	25
Tabel 4. 2 Sudut kontak pada masing-masing lapisan	34
Tabel 4. 3 Hasil perhitungan factor kekasaran	38
Tabel 4. 4 Tabel hasil transmitansi lapisan hydrophobic	40

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kaca mobil merupakan salah satu bagian komponen mobil yang memiliki peranan penting untuk kenyamanan dan keamanan pengendara. Salah satu permasalahan yang seringkali dialami pengemudi adalah adanya kabut dan debu yang menempel pada kaca sehingga mengganggu pandangan pengemudi. Kabut yang terjadi karena adanya hawa dingin dan kadar kelembaban yang tinggi akan membentuk embun atau bintik-bintik air pada permukaan kaca mobil. Untuk membersihkan embun dan debu tesebut, pengemudi menggunakan air dan wiper mobil. Namun belum semua pemilik mobil mengetahui cara membersihkan kaca mobil dengan benar sehingga goresan pada kaca mobil juga sering terjadi karena pada saat mengoperasikan wiper kondisi kaca kering dan berdebu. Cara pembersihan kaca tersebutlah yang dapat menjadikan kaca mobil menjadi buram, kusam, ataupun tergores.

Penelitian terkait material hidrofobik belakangan ini telah menarik perhatian para peneliti baik dari dunia akademik maupun industri. Ketertarikan terhadap material hidrofobik dilatarbelakangi oleh fenomena membersihkan diri yang dapat kita jumpai di alam. Ketika tetesan air jatuh di atas permukaan daun lotus, air akan berbentuk bulatan-bulatan kemudian menggelinding membawa polutan atau debu yang menempel pada permukaan daun. Fenomena ini sering dikenal sebagai "Efek teratai" (Barthlott dan Neinhuis, 1997). Permukaan daun lotus bersifat superhidrofobik karena mampu menghasilkan sudut kontak air yang tinggi (> 150°) (Yang dkk., 2008). Berdasarkan penemuan ini para peneliti mencoba menerapkan mekanisme efek teratai ke dalam system coatings dengan berbagai cara.

Keuntungan dari hidrofobik adalah bersifat anti basah, tampak selalu bersih, mengurangi gesekan fluida dengan permukaan. Dari latar belakang tersebut apabila diterapkan pada media kaca mobil, kaca akan memiliki sifat membersihkan diri sehingga dapat meminimalkan permasalahan kaca buram, tergores serta dapat mengurangi biaya perawatan.

Silika adalah bahan silikat paling sederhana. Silika bisa dibuat sebagai bahan padat non kristal atau gelas yang susunan atomnya acak. Ksirtal silika mempuyai susunan acak. Kristal silika mempuyai kerapatan yang rendah dan memiliki ikatan atom yang kuat yang dapat dicerminkan dari temperatur lelehnya 1710 °C. Silika termasuk dalam golongan bahan oksida yang mempunyai potensi untuk pemanfaatan aplikasi teknologi tinggi. Berkembangnya teknologi saat ini, aplikasi penggunaan silika pada industri semakin meningkat terutama penggunaan silika yang memiliki ukuran partikel kecil sampai dengan skala nano. Ukuran partikel bahan dasar yang diperkecil membuat produk memiliki sifat yang berbeda dibanding ketika ukurannya besar.

Penelitian banyak dilakukan untuk memperoleh silika dengan kemurnian tinggi dari material alam dan murah. Pasir Bancar merupakan salah satu pasir alam yang memiliki kandungan Si mencapai 83,3%. Untuk mendapatkan silika murni dapat dilakukan menggunakan metode purifikasi. Metode ini dilakukan dengan cara merendam silika dengan HCl. Sintesis silika dapat juga dilakukan dengan metode kopresipitasi (Thuadaij dan Nuntiya, 2008) dan alkali fusion menggunakan medium KOH (Widodo, 2011) dan NaOH (Akbar, 2010; Munasir dkk., 2013).

Telah dilakukan penelitian sebelumnya mengenai teknologi hidrofobik dengan judul "Pengaruh Jenis Fasa SiO₂ (quartz, amorphous, cristobalite) Terhadap Sifat Hidrofobik Media Kaca" yang dilakukan oleh Finanti, dkk (2016). Material hidrofobik terbentuk dari komposit *polydimethylsiloxane* (PDMS)/SiO₂. SiO₂ yang digunakan memanfaatkan pasir alam Bancar, Tuban sebagai material dasar SiO₂. Fasa silica *quartz* (SQ) didapat setelah proses leaching, fasa silica *amorf* (SA) didapatkan setelah proses kopresipitasi, dan silica *cristobalite* didapat setelah mengkalsinasi SA dengan temperature 1200°C selama 2 jam. Pada komposit PDMS/SA membentuk sudut kontak sebesar 148,24°.

Penelitian lain juga dilakukan oleh Yonggang (2010), dalam penelitiannya tersebut menggunakan dua macam SiO_2 yaitu SiO_2 tanpa modifikasi dan SiO_2 termodifikasi. Yonggang melakukan pembuatan komposit PE/SiO₂

dengan perbandingan 0,2 gram PE dan 0,1 gram SiO_2 dan menggunakan metode pelapisan dip-coating dan sudut kontak yang dihasilkan sebesar 159° untuk penggunaan SiO_2 termodifikasi. Akan tetapi bahan yang digunakan kurang ekonomis karena menggunakan SiO_2 sintesik dan tidak memanfaatkan sumber daya alam yang melimpah.

Pada tahun 2013 Satish dkk melakukan penelitian tentang superhidrofobik yang berjudul "Durability and Restoring of Superhidrofobik Properties in Silica-Based Coatings" yang focus pada sinteis sol-gel dip coating. ketahanan, dan memulihkan sifat permukaan superhidrofobik yang menggunakan partikel silika dengan energy permukaan rendah yang dilapisi pada media kaca. Sudut kontak lapisan superhidrofobik yang dihasilkan mencapai 170 \pm 1° dan sudut gesernya sebesar $3 \pm 1^{\circ}$. Lapisan yang dihasilkan juga memiliki stabilitas termal yang baik. Sampai temperature 550 °C tetap mempertahankan sifat superhidrofobisitasnya dan akan berubah menjadi superhidrofilik di atas 600 °C tanpa adanya deformasi permukaan. Hasil dari penelitian tersebut menyimpulkan bahwa lapisan silica superhidrofobik yang dihasilkan tahan terhadap gangguan eksternal yang berbeda, metode sol-gel dip coating dan pemulihan properti memberikan solusi terbaik untuk pembuatan lapisan silika superhidrofobik dengan daya tahan yang lebih lama dan biaya rendah.

Berdasarkan informasi tersebut, maka akan dikarakterisasi SiO₂ dari pantai Bancar, Tuban untuk material hidrofobik pada kaca pelindung mobil dengan nilai ekonomis yang tinggi. Metode pelapisan yang digunakan dalam penelitian ini adalah dengan komposit yang berbasis Polymer Matrix Composite (PMC). Dengan *Polyethylene* (PE) sebagai matrik dan SiO₂ sebagai *filler*, dimana PE merupakan polimer yang transparan dan fleksibel, mempunyai kekuatan benturan serta kekuatan sobek yang baik, tidak berwarna, taha air dan bukan konduktor listrik. Dengan karakteristik yang dimiliki PE dan SiO₂ tersebut, sehingga dapat terbentuk material baru yang memiliki sifat hidrofobik. Dalam penelitian ini akan dilakuka pelapisan komposit PE/SiO₂ pada permukaan kaca dengan teknik dip-coating. Variable yang akan divariasi adalah fasa SiO₂ untuk mengetahui pengaruh dalam sifat hidrofobik suatu lapisan.

1.2 Perumusan Masalah

Permasalahan yang akan dibahas dalam penelitian ini adalah :

- 1. Bagaimana proses mensintesis SiO₂ dengan berbagai fasa yang dihasilkan?
- 2. Bagaimana hasil transparansi lapisan hidrofobik pada substrat kaca?
- 3. Bagaimana mengkarakterisasi sifat-sifat kebasahan dan pengamatan mikrostruktur permukaan lapisan kaca yang dilapisi komposit PE/SiO₂?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah :

- 1. Bahan dasar silika yang digunakan berbasis bahan alam.
- 2. Pemurnian pasir silika dengan metode fisis dan kimiawi dianggap sempurna sehingga menghasilkan kemurnian yang tinggi.
- 3. Fasa silika yang diharapkan adalah amorphous, quartz dan cristobalite
- 4. Substrat kaca yang dilapisi adalah MICROSCOPE SLIDES
- 5. Perbandingan PE dan Silika di buat tetap yaitu 2 : 1.

1.4 Tujuan Masalah

Tujuan dalam penelitian ini adalah :

- Untuk dapat mensintesis SiO₂ (*amorphous*, *quartz* dan *cristobalite*) dengan bahan dasar Pasir Banar berdasarkan penelitian yang telah dilakukan.
- 2. Untuk mendapatkan lapisan hidrofobik pada substrat kaca yang transparan.
- 3. Untuk mengkarakterisasi sifat-sifat hidrofobik dan pengamatan mikrostruktur permukaan lapisan.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah didapat material komposit PE/SiO₂ yang memiliki sifat hidrofobik yang dapat di manfaatkan untuk lapisan pelindung kaca mobil. Memberikan pemahaman mengenai bagaimana pengaruh fasa SiO₂ tehadap sifat hidrofobisitas lapisan kaca. Selain itu juga dapat memberikan informasi atau inovasi dalam pemanfaatan pasir alam sebagai material hidrofobik.

Halaman Sengaja Dikosongkan

BAB 2 LANDASAN TEORI

2.1 Lotus effect

Fenomena *Lotus effect* tidak hanya pada permukaan daun lotus, terdapat beberapa tumbuhan dan serangga lain yang juga memiliki sifat dapat membersihkan diri. Misalnya, daun padi, kiambang (*salvinia molesta*), sayap kupu-kupu, sisik ikan, kulit ikan hiu, dan mata nyamuk seperti pada Gambar 2.1. Untuk memahami fungsi, struktur, dan prinsip – prinsip berbagai benda yang menunjukkan sifat membersihkan diri yang ditemukan di alam, telah banyak dilakukan penelitian yang mempelajari struktur permukaan dan komposisi kimia.



Gambar 2. 1 Hasil SEM permukaan yang memiliki sifat membersihkan diri di alam (Mingqian, 2015)

2.1.1 Kekasaran Permukaan Daun Lotus

Neinhaus dan Barthlott telah meneliti hampir 300 jenis permukaan daun tanaman, dan mengindikasikan bahwa sifat membersihkan diri disebabkan oleh struktur yang kasar dan lilin epomikatik hidrofobik pada permukaan. Jiang pada tahun 2002, melaporkan sebuah penemuan baru yang menunjukkan bahwa terdapat struktur nano yang menutupi setiap permukaan papila mikro pada permukaan daun lotus. Struktur komposit mikro dan nanohierarkis permukaan daun lotus ini yang dapat menyebabkan sifat superhidrofobik.

Permukaan daun lotus memiliki mikro-papila yang terdistribusi secara acak dengan diameter mulai dari 5 μ m sampai 9 μ m seperti pada Gambar 2.2b. Setiap mikro-papila terdapat nano-serabut dengan diameter kira-kira 120 nm seperti pada Gambar 2.2c. Struktur multi skala kombinasi mikro-papila dan nanoserabut menyebabkan adanya formasi kantong udara, sehingga air hanya dapat berinteraksi dengan puncak permukaan kekasaran dan mencegah bagian bawah daun agar tidak basah. Dalam kasus ini, sudut kontak air θ_c dapat ditentukan dengan menggunakan teori Cassie-Baxter yang menjelaskan hubungan sudut kontak dengan permukaan kekasaran heterogen dengan model "kantong udara".



Gambar 2. 2 hasil SEM struktur daun lotus (a) daun lotus, (b) mikrostrutur daun lotus, (c) nanostruktur daun lotus, (d) mikrostruktur setelah annealing, (e) nanostruktur setelah annealing, (f) tetesan air diatas daun lotus, dan (g) tetesan air di atas daun lotus setelah annealing dan dimiringkan 90° (Mingqian, 2015)

Cheng dan Rodak dkk pada tahun 2006 telah meneliti pengaruh struktur mikro dan nano pada sifat hidrophobik daun lotus. Daun lotus di annealing selama 1 jam dengan temperature 150 °C untuk memisahkan fitur skala nano dari kekasaran skala mikro seperti pada Gambar 2.2d. penelitian tersebut menghasilkan sudut kontak air di atas daun lotus dan daun lotus yang di annealing

sebesar 142.4 \pm 8.6° dan 126.3 \pm 6.2°. Dengan demikian, kekasaran skala mikro pada permukaan lotus efektif dalam meningkatkan sudut kontak statis, dan adanya struktur nano-serabut dapat menaikkan sudut kontak sebesar 16 ° dari 126 ° sampai 142 °. Selain itu, sudut geser tetesan air yang di atas daun lotus lebih kecil daripada sudut geser tetesan air di atas daun lotus anil (Gambar 2.2f). Artinya, struktur nano daun teratai sangat kondusif untuk mengurangi adhesi permukaan daun teratai. Tetesan air dengan sudut geser yang lebih kecil dapat menggelinding dan lebih efisien untuk membersihkan kotoran.

Struktur kekasaran hirarki permukaan daun lotus, kantong udara yang terbentuk di bawah cairan mengurangi area kontak antara cairan dan permukaan, yang mengakibatkan pengurangan histeresis sudut kontak, sudut kemiringan, dan gaya adhesi. Kombinasi papila skala mikro dan nano-serabut berpengaruh terhadap sifat superhidropobisitas dan membersihkan diri. Oleh karena itu, fenomena ini membuktikan peran penting struktur nano-serabut dalam sifat membersihkan diri daun lotus.

2.1.2 Efek dari lilin epicuticular yang menutupi permukaan daun teratai

Lilin epiabicular hidrofobik tiga dimensi (3D) ditemukan di permukaan daun, yang dianggap berpengaruh terhadap sifat hidrofobik dan membersihkan sendiri pada daun lotus. Sebagian besar lilin epicuticular termasuk pada daun teratai memiliki sifat hidrofobik karena memiliki senyawa hidrokarbon yang energi permukaannya rendahnya. apabila lilin epiabicular dilepaskan dengan mencuci dengan aseton, sudut kontak akan berkurang secara dramatis (Walker, 2015). Cairan yang memiliki tegangan permukaan sama atau lebih rendah dari tegangan permukaan kritis substrat akan membasahi permukaan. Tetesan air di atas permukaan dengan energi rendah menyebabkan gaya adhesi air dengan permukaan subsrat rendah, sehingga air akan tetap seperti tetesan sferis yang dapat menyebabkan sudut kontak lebih besar dan sudut guling lebih kecil dari pada tetesan air di atas permukaan benda berenergi tinggi seperti Gambar 2.3a dan Gambar 2.3b (Bhushan, 2007). Dengan demikian sifat superhidrofobik dapat dibuat dengan kombinasi struktur hirarki permukaan kantong udara dan hidrofobisitas lilin permukaan.



Gambar 2. 3 Pembersihan diri dari permukaan superhidrofobik (a) sudut kontak yang sangat tinggi membersihkan partikel kontaminasi, (b) tetesan dengan sudut kontak rendah tidak membersihkan permukaan.

2.2 Pembuatan Lapisan Superhidrofobik

2.2.1 Metode Sintesis Silika

Berbagai metode yang dapat digunakan dalam membentuk nanosilika. Material nanosilika yang didapatkan melalui proses presipitasi sangat bergantung pada kondisi sintesis yang meliputi temperatur sintesis, waktu presipitasi, pH, metode pencucian, dan metode pengeringan (Music dkk., 2011). Maka dari itu, berbagai parameter sintesis perlu diperhatikan agar bisa didapatkan silika amorf murni. Dalam penelitian ini digunakan metode sintesis alkali fusion yang meliputi proses hidrotermal dan kopresipitasi.

Proses hidrotermal merupakan salah satu metode untuk mendapatkan material nanokristal. Metode sintesis dilakukan menggunakan kelarutan dalam air, dengan permberian temperatur dan tekanan tertentu dalam fluida. Air yang dipanaskan memiliki peran penting dalam transformasi prekursor yang digunakan. Terdapat beberapa parameter yang mempengaruhi proses hidrotermal, di antaranya adalah temperatur, tekanan dan waktu. Temperatur memiliki peran yang penting pada kinematika pembentukan produk dan stabilitas termodinamika pada fasa produk. Tekanan memiliki peran yang penting dalam kelarutan material. Selain itu, parameter waktu juga mempengaruhi karena proses sintesis fasa yang stabil secara kinetik terbentuk pada proses yang panjang. Prinsip metode *alkali fusion* adalah membongkar ikatan kimia dalam bahan dengan menggunakan senyawa alkali seperti KOH, NaOH, Na₂CO₃ dan kemudian mengikat silika. Dalam proses ekstraksi silika ini, ada tiga tahapan. Pertama, preparasi natrium silikat (Na₂SiO₃) dari pasir yang mengandung silika dengan menggunakan NaOH. Selama proses *alkali fusion* terjadi reaksi:

$$2NaOH + SiO_2 \rightarrow Na_2SiO_3 + H_2O$$
(2.1)

Dari reaksi diatas, terbentuk natrium silikat yang mudah larut dalam air. Maka dari itu, larutan natrium silikat didapatkan dengan mencampurkan air. Tahapan kedua adalah melakukan preparasi *silicic acid*, Si(OH)₄. Pada tahapan ini, larutan natrium silikat direaksikan dengan asam kuat HCl hingga terbentuk endapan. Reaksi yang terjadi:

$$Na_2SiO_3 + H_2O + 2HCl \rightarrow Si(OH)_4\downarrow + 2 NaCl$$
(2.2)

Karena Si(OH)₄ tidak bisa larut dalam asam kuat seperti HCl, HNO₃ dan H_2SO_4 , maka endapan Si(OH)₄ dapat dipisahkan dari larutannya (yang diperoleh dari reaksi 2.2). Tahap ketiga adalah preparasi SiO₂ dengan menggunakan Si(OH)₄. Pada tahapan ini reaksi yang terjadi:

$$\mathrm{Si}(\mathrm{OH})_4 \rightarrow \mathrm{SiO}_2 + 2\mathrm{H}_2\mathrm{O}^{\uparrow} \tag{2.3}$$

(Mori, 2003).

2.2.2 Metode Pelapisan Dip coating

Terdapat beberapa cara untuk memodifikasi permukaan termasuk *sol-gel*, *dip coating*, *self-assembly*, elektrokimia dan *chemical/physical vapor deposition*. Ebert dan Bhushan menggunakan metode pelapisan sederhana pada tahun 2012. Mereka membuat lapisan superhidrofobik transparan pada substrat kaca, polikarbonat dan polimetil metakrilat (PMMA) menggunakan nanopartikel silika, zinc oxide dan indium tin oxide (ITO). Sudut kontak yang dihasilkan >150°, sehingga pembuatan lapisan nanopartikel yang dihasilkan menunjukkan superhidrofobisitas dengan transmitansi yang tinggi seperti ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2. 4(a) hasil SEM pelapis nanopartikel ITO pada substrat kaca, (b) tetesan air di atas kaca, (c) polikarbonat, dan PMMA dengan pelapis nanopartikulat ITO. (skala: (a) 10 μm) (Mingqian, 2015)

Fang dkk 2015, membuat film superhidrofobik tahan lama PTFE dengan metode yang ditunjukkan pada Gambar 2.5. ZnAc2 dan NaCl dicampur ke dalam emulsi PTFE yang tersedia secara komersial. Pada proses pengeringan, pembakaran dan pencucian dengan asam asetat, film PTFE yang dihasilkan dari emulsi memiliki porositas permukaan mikro dan nano, dan menunjukkan sifat superhidrofobik dengan sudut kontak statis >150 ° dan sudut geser <10 °.



Gambar 2. 5 Skema persiapan film PTFE superhidrofobik

Parkin pada tahun 2015 menggunakan banyak metode pelapisan yang berbeda untuk menciptakan permukaan anti air, termasuk menggunakan spraygun untuk melapisi kaca dan baja dan dip-coating untuk kapas. Tetesan air tidak membasahi permukaan yang menunjukkan bahwa permukaan nya superhidrofobik. Selama uji pembersihan diri dari permukaan setelah terkontaminasi minyak, tetesan air masih membentuk "kelereng" pada permukaan dengan metode dip-coating seperti pada Gambar 2.6, yang mengindikasikan bahwa permukaan akan mempertahankan sifat membersihkan diri setelah terkontaminasi.



Gambar 2. 6 Uji "sudut kemiringan" setelah terkontaminasi minyak

2.3 Hidrofobik

Hydrophobik adalah salah satu fenomena fisika yang bersifat anti air. Suatu permukaan dikatakan hidrofobik jika permukaan tersebut tidak basa bila terkena air dan terlihat selalu bersih. Hidrofobik suatu permukaan dapat diketahui dengan mengukur besarnya sudut kontak yaitu sudut yang terbentuk antara permukaan lapisan dengan fluida yang diteteskan. Pada saat sudut kontak <90°, maka permukaan padatan tersebut hidrofilik, apabila >90° permukaan padatan bersifat hidrofobik.

2.3.1 Tetesan Pada Permukaan Halus

Untuk permukaan yang halus dan homogen secara kimia, sudut permukaan tetesan dapat dihitung dengan menggunakan teori Young's yang ditunjukkan dengan persamaan :

$$\cos \theta = \frac{\gamma_{\rm sv} \gamma_{\rm sl}}{\gamma_{\rm lv}} \tag{2.4}$$

Dari persamaan di atas tingkat kebasahan dan sudut kontak (Θ) dipengaruhi oleh tegangan permukaan cairan dengan udara (Υ_{lv}), energi bebas permukaan padatan dengan udara (Υ_{sv}), dan tegangan antar permukaa padatan dengan cairan (Υ_{sl}) sesuai dengan teori young persamaan (2.4). Untuk mendapatkan sudut kontak yang tinggi suatu material harus memiliki energi permukaan yang rendah. Gambar 2.7 merupakan skematik parameter dalam teori Young dan tiga fase pada tetesan air di atas permukaan benda padat.



Gambar 2. 7 (a) sudut kontak menurut teori Young's, (b) tiga kontak fase tetesan air di atas permukaa benda padat

Apabila energi antar permukaan *solid-vapor* lebih besar dari pada energi antar permukaan *solid-liquid* ($\Upsilon_{sv} > \Upsilon_{sl}$), ruas kanan persamaan 2.4 bernilai positif. Nilai sudut kontak akan bernilai 0° sampai 90°, sehingga tetesan air akan membasahi permukaan. Apabila cos Θ bernilai negatif ($\Upsilon_{sv} < \Upsilon_{sl}$), sudut kontak melebihi 90°, maka tetesan air tidak akan membasahi permukaan benda padat. Diantara ketiga energi permukaan hanya energi permukaan *liquid-vapor* Υ_{lv} yang dapat dihitung secara experimental dengan menggunakan berbagai metode, termasuk dengan kenaikan kapiler. Persamaan Young's hanya utuk permukaan datar dan halus, apabila permukaan kasar persamaan Young's tidak dapat digunakan.

2.3.2 Tetesan Pada Permukaan Kasar (Teori Wenzel)

Hidrofobik permukaan bertambah dengan berkurangnya energi permukaan padat-udara sesuai dengan persamaan 2.8. Untuk menaikkan hidrofobisitas lebih lanjut memerlukan manipulasi kekasaran permukaan. Ada dua macam permukaan yaitu permukaan halus dan kasar. Namun pada kenyataannya permukaan hampir semua tidak ada yang halus sempurna, sehingga Wenzel pada tahun 1936 mengemukakan bahwa kekasaran sangat dapat mempengaruhi hidrofobisitas permukaan.



Gambar 2.8 WCA menurut teori Wenzel

Wenzel mengembangkan sebuah model dimana tetesan air mengisi setiap lekuk kekasaran yang homogen seperti Gambar 2.8. meningkatnya kekasaran permukaan (karena adanya tekstur) dapat menguatkan dihrofibilitas alami atau hidrofilisitas suatu material. Pada permukaan hidrofobik pengasaran dapat menbesarkan WCA, sehingga membuat permukaan semakin menolak air. Pada permukaan hidrofilik, pengasaran akan membuat permukaan semakin menarik air. Sudut kontak pada permukaan kasar dapat di deskripsikan dengan persamaan Wenzel :

$$\cos \theta_{\rm w} = \frac{r(\gamma_{\rm sv} - \gamma_{\rm sl})}{\gamma_{\rm lv}} = r \cos \theta \tag{2.5}$$

Dimana sudut kontak Wenzel (θ_w), sudut kontak air pada permukaan halus (θ) pada persamaan Young, dan faktor kekasaran (r) yang merupakan nilai

perbadingan antara permukaan solid-liquid (A_{sl}) dengan proyeksi area pada bidang datar (A_f) . nilai r=1 untuk permukaan halus sempurna, >1 untuk permukaan kasar.

2.3.3 Tetesan Pada Permukaan Kasar (Teori Cassie)

Cassie-Baxter menjelaskan hubungan WCA dengan permukaan kasar heterogen dengan model "kantung udara" sebuah teori dimana pembasahan itu dianggap bahwa lekuk dibawah tetesan air dipenuhi dengan udara bukan air. seperti pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 WCA menurut teori Cassie-Baxter

Dalam hal ini , antar muka permukaan cairan sebesarnya merupakan antar muka yang terdiri dari dua fase, yaitu antar muka padatan dengan cairan (f_{sl}) dan antar muka udara dengan cairan (f_{vl}) . WCA pada teori Cassie-Baxter adalah jumlah dari semua kontribusi fase yang berbeda seperti pada rumus dibawah ini : $\cos \theta_c = f_{sl} \cos \theta_1 + f_{vl} \cos \theta_2$ (2.6)

Dimana θ_1 dan θ_2 merupakan sudut kontak pada permukaan dari f_{sl} dan f_{vl} . Apabila tetesan air sepenuhnya menyentuh udara, maka sudut kontak akan bernilai 180°. jumlah antara f_{vl} dan f_{sl} bernilai 1, maka $f_{vl} = 1 - f_{sl}$. dengan $\Theta = 180^\circ$ untuk udara, maka persamaan 2.6 menjadi :

$$\cos \theta_{c} = f_{sl} \cos \theta + (1 - f_{sl}) \cos 180^{\circ}$$

$$\cos \theta_{c} = f_{sl} \cos \theta - 1 + f_{sl}$$
(2.7)

Parameter f berkisar dari 0 sampai 1, dimana pada f = 0 tetesan air tidak membasahi permukaan sama sekali dana pada f = 1 permukaanbenar-benar dibasahi, sehingga ketika air diteteskan pada keadaan Cassie-Baxter memungkinkan tetesan air untuk menggelinding dengan mudah di atas permukaan media lapisan.

Ada keadaan dimana puncak dari kekasaran sedikit di lingkupi oleh cairan, maka ada faktor baru yaitu R_f yang menunjukkan ilia kekasaran dari area yang terbasahi seperti pada Gambar 2.10 berikut.



Udara

Gambar 2. 10 Ilustrasi skematik tetesan air pada teori Cassie-Baxter dimana ujung dari kekasaran terbasahi

Sehingga persamaan 2.7 menjadi:

 $\cos\theta_{c} = R_{f}f_{sl}\cos\theta - 1 + f_{sl}$

(2.8)

Halaman Sengaja dikosongkan

BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan Penelitian

3.1.1 Bahan penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah silika pantai Bancar, NaOH 99%, HCl 37%, alkohol 96% (C₂H₅OH), aquades, xylene (C₆H₄(CH₃)₂, TEOS, dan PE (polyettilane).

3.1.2 Peralatan Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu, gelas beker, gelas ukur, pipet, spatula kaca, spatula aluminium, kertas saring, aluminium foil, magnet permanen, furnace, oven untuk drying, hot plate, magnetic stirrer, pH meter, corong kaca, corong plastic, cawan keramik, mortar, crucible keramik, ball milling, dan ultrasonic cleaner. Kemudian dilakukan beberapa pengujian antara lain yaitu, X-Ray Difraction (XRD), Particle Size Analyzer (PSA), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), UV-Vis, dan Kamera SLR.

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1. Sintesis Silika Quartz

Dalam penelitian ini pasir yang digunakan berasal dari pantai Bancar Tuban Jawa Timur. Hal petama yang dilakukan yaitu, pasir diayak untuk memisahkan pasir dengan kerikil. Pasir dicuci dengan menggunakan aquades hingga aquades bening, dengan tujuan untuk menghilangkan komponen pengotor yang bisa larut dengan aquades. Kemudian pasir di separasi menggunakan magnet permanen untuk menghilangkan komponen magnetik atau unsur besi dalam pasir. Pasir dihaluskan menggunakan metode wet milling, media basah yang digunakan adalah alcohol 96% dengan perbandingan 15 gram : 20 ml selama 2 jam dengan kecepatan 150 rpm. Tujuan dari wet milling adalah mereduksi ukuran pasir (~200 mesh) untuk dapat memperbesar luas surface area sehingga dapat mempercepat laju reaksi. Pasir kemudian di keringkan. Selanjutnya proses leaching, yaitu menambahkan pasir ke dalam larutan HCl 2M dengan perbandingan 1:30 dan diaduk menggunakan magnetic stirrer selama 1 jam dan direndam selama 24 jam. Tujuan dari proses leaching untuk melarutkan impureitas yang dapat larut dengan larutan HCl. Setelah proses perendaman, endapan dicuci dengan aquades hingga netral (pH=7) dan dikeringkan.

3.2.2. Sintesis Silika Amorphous dan Cristobalite

Serbuk mikrosilika ditambahkan ke dalam larutan NaOH 7M dengan perbandingan 15 gram:21 gram. Kemudian diaduk menggunakan magnetic stirrer dengan kecepatan skala 5 selama 2 jam dengan temperature 250 °C. Tahap ini adalah proses hidrotermal. Hasil dari proses hidrotermal dilarutkan kembali dengan 200ml aquades sambil diaduk menggunakan magnetic stirrer selama 1 jam. Kemudian larutan tersebut disaring menggunakan kertas saring halus, larutan yang lolos saring merupakan larutan *Natrium Silikat* (Na₂SiO₃).

$$2\text{NaOH}_{(I)} + \text{SiO}_{2(s)} \rightarrow \text{NaSiO}_{3(s)} + \text{H}_2\text{O}_{(I)}$$
(3.1)

Larutan Natrium Silikat dikopresipitasi melalui proses titrasi dengan meneteskan larutan HCl 2M. Proses titrasi dilakukan sampai terjadi perubahan pH larutan. Dari semula antara 13-14 sampai menjadi netral (pH= 7) dan pada tahap ini larutan yang awalnya cair dan bening berubah menjadi putih, keruh dan kental karena terbentuk gel. Sampel dibiarkan mengendap minimal selama 24 jam. Endapan tersebut dicuci dengan aquades sampai pH=7 untuk menghilangkan NaCl yang terbentuk selama proses titrasi. NaCl yang terbentuk muncul karena adanya reaksi kimia antara NaOH dan HCl. Sampel kemudian di keringkan dan menghasilkan SiO₂ *amorf*.

$$Na_2SiO_{3(s)} + 2H_2O_{(I)} + 2HCl_{(I)} \rightarrow Si(OH)_4 + 2NaCl$$
(3.2)

$$Si(OH)_4 \rightarrow SiO_2 + 2H_2O \tag{3.3}$$

Langkah selanjutnya dilakukan pengujian XRD untuk mengetahui fasa yang terbentuk.

Serbuk silica amorf di kalsinasi dengan terperatur 1200°C dengan penahanan waktu 5 jam untuk menghasilkan silika *cristobalite*. Silica *cristobalite* yang dihasilkan di uji XRD untuk mengetahui fasa dan distribusi ukuran yang terbentuk.

3.2.3. Pembuatan Lapisan Komposit *Polyethylene*/Silika (PE/SiO₂)

Dilakukan preparasi media kaca ITO, dengan ukuran 2 cm x 2 cm sebanyak 5 buah. Kaca yang digunakan memiliki karakteristik utama yaitu transparan dan konduktif. Kemudian kaca direndam dalam alcohol dan dibersihkan menggunakan ultrasonic cleaner hingga bersih. Selanjutnya kaca dikeringkan pada suhu ruangan.

Untuk pembuatan lapisan komposit PE/SiO₂, 0,2 gram PE (*polyetilane*) dilarutkan dalam 20 ml pelarut xylene menggunakan magnetic stirrer dengan temperatur 125°C selama 20 menit. Selanjutnya SiO₂ sebanyak 0,1 gram dan 0,1 gram TEOS ditambahkan ke dalam larutan PE (polyettilane) dan diaduk selama 15 menit menggunakan magnetic stirrer. Kemudian dengan metode dip coating, permukaan kaca dilapisi material komposit PE/SiO₂ dan dikeringkan.

3.3 Karakterisasi Material

3.3.1. Difraktometer X-Ray (XRD)

Karakterisasi menggunakan difraktometer sinar-X dilakukan untuk mengidentifikasi komposisi fasa yang terkandung didalam material. Pada penelitian ini, pengujian XRD dilakukan pada serbuk silika *amorf*, silica *cristobalite* dan komposit PE/SiO₂.

3.3.2. Uji Sudut Kontak Air

Untuk mengukur sudut yaitu dengan cara memotret tetesan di permukaan kaca dengan kamera SLR menggunakan lensa makro dan dianalisis dengan perangkat lunak *imagej* untuk menentukan sudut kontak.

3.3.3. Uji Ultraviolet-Visible Spectrophotometry (UV-Vis)

Uji karakterisasi sampel mengunakan UV-Vis untuk mengetahui transmitansi dan absorbsi pada lapisan kaca. Pada penelitian ini dilakukan pengujian UV-Vis pada sampel kaca yang telah dilapisi komposit PE/SiO₂.

3.3.4. Uji Scanning Electron Microscopy (SEM)

Uji karakterisasi sampel mengunakan SEM untuk mengetahui morfologi, topografI, dan struktur material. Pada penelitian ini dilakukan pengujian SEM pada sampel kaca yang telah dilapisi PE dan komposit PE/SiO₂.

3.4 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3. 1 Diagram Alir Penelitian Secara Umum

3.4.1 Diagram Alir Sintesis Silika



Gambar 3. 2 Diagram Alir Sintesis Silika

3.4.2 Diagram Alir Komposit PE/SiO₂



Gambar 3. 3 Diagram Alir Komposit PE/ SiO₂

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB 4 ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisa Struktur Silika

4.1.1 Analisa Kandungan Silika Dengan Uji X-ray Flourescene (XRF)

Pada penelitian ini pembuatan material hidrofobik menggunakan SiO₂ yang diperoleh dari pasir silika dari pantai Bancar Tuban. Untuk mengetahui kandungan dalam pasir silika sebelum dan setelah pemurnian dengan HCl dan setelah kopresipitasi, maka dilakukan pengujian dengan X-ray Flourescene (XRF). Hasil karakterisasi XRF pasir silika sebelum dan sesudah pemurnian dapat dilihat pada tabel 4.1.

Unsur	Setelah <i>Leaching</i> (%)	Setelah kopresipitasi (%)
Si	93,50	96,90
K	3,93	0,21
Ca	0,79	1,20
Ti	0,29	0,28
Fe	0,54	0,76
Си	0,19	0,13
Zr	0,66	-
Ва	0,20	-

Tabel 4. 1	Kandungan	unsur	hasil	uji	XRF
------------	-----------	-------	-------	-----	-----

Pasir silika pantai Bancar memiliki kandungan silikon (Si) sebesar 83,3% dengan unsur pengotor lain yang beragam dengan persentase yang rendah seperti Fe, K, Ti, Ca (Irawati dan Zainuri, 2016). Setelah dilakukan pemurnian melalui proses leaching dengan pelarut asam klorida (HCl) terdapat banyak unsur-unsur mineral yang terlarut, sehingga kemurnian kandungan silika meningkat menjadi 93,5% dan warna pasir menjadi putih buram dan ukurannya masih berupa

aglomerasi dalam orde mikron yaitu sebesar 476,6 nm. Setelah proses kopresipitasi melalui proses hydrotermal kemurnian kandungan silika meningkat menjadi 96,9% dengan ukuran yang lebih kecil yaitu 326 nm dengan warna putih cerah.

4.1.2 Analisa Fasa Secara Kualitatif dan Kuantitatif

Senyawa silika merupakan bahan polimorfi, yaitu memiliki banyak struktur kristal (*quartz, trydimite, cristobalite*). Masing-masing fasa memiliki karakteristik yang berbeda satu dengan yang lainnya. Proses pembentukan masing-masing fasa sangat dipengaruhi oleh temperatur kalsinasi, dan waktu penahanan. Pada penelitian ini pembuatan masing-masing fasa didasarkan pada penelitian-penelitian sebelumnya, dengan bahan baku pasir Bancar yang sama dan proses-proses pada variabel tertentu untuk mendapatkan fasa yang dikehendaki.

a. Silika Quartz (SQ)

Setelah pemurnian melalui proses leaching telah diperoleh senyawa Silika Quartz (SQ) dan beberapa fasa pengotor yang tidak terdefinisi seperti yang ditunjukkan pada hasil pengamatan X-Ray Diffraction (XRD) menggunakan *software Match!* pada Gambar 4.1. Dimana pada Gambar tersebut dapat dilihat kesesuaian puncak-puncak antara puncak utama referensi dengan puncak hasil pengujian. Dengan menggunakan software Match! (kode : 96-101-1173) diketahui bahwa puncak tersebut berasal dari fasa quartz. Untuk pengolahan selanjutnya dengan menggunakan *software Rietica* hanya digunakan referensi ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*) fasa Quartz Code 63532. Hasil pegolahan menunjukkan bahwa serbuk silika setelah *leaching* memiliki struktur Kristal trigonal (a = b = 4,92 Å dan c = 5.42 Å) dengan densitas sebesar 3,86 gr/cm³.



Gambar 4.1 Pola XRD silika quartz dengan software match



Gambar 4. 2 Trigonal teoritis ; Citra SEM silika quartz (fauziyah, 2015)

b. Silika Amorphous (SA)

Serbuk pasir setelah proses kopresipitasi di uji XRD dan menunjukkan bahwa serbuk memiliki fasa silica amorf, dimana atom-atomnya tersusun secara tidak teratur dan tidak periodic, sehingga nilai-nilai kuantitasnya tidak bisa diperoleh dari pengolahan *software Rietica*. Secara morfologi mikrostruktur SA dapat dilihat pada Gambar 4.3, dimana berdasarkan visualisasi morfologi partikel SA memiliki ukuran, bentuk yang tidak seragam dan cenderung beraglomerasi. Fasa Silika *Amorphous* tersebut terbentuk pada saat proses perlakuan panas dalam metode kopresipitasi. Proses *hydrothermal* menyebabkan pergerakan-pergerakan atom secara acak, sehingga silica Quartz yang kristalin berubah menjadi silica Amorf. Gambar 4.4 merupakan pola difraksi sinar X silika Amorf, terlihat bahwa kurva tersebut memiliki banyak puncak bergelombang dan melebar sehingga mengidentifikasi ukuran kristal kecil (orde nano) seperti struktur amorphous (Apriliana, 2015).



Gambar 4. 3 Citra SEM silika amorphous (Fauziyah, 2015)



Gambar 4. 4 Pola XRD silika amorphous

c. Silika *Cristobalite* (SC)

Serbuk silika dikalsinasi dengan temperatur tertentu untuk mendapatkan fasa *cristobalite*. Untuk mengetahui temperatur yang digunakan serbuk silika amorphous diuji DSC-TGA dan didapat grafik seperti Gambar 4.5. Telihat adanya 2 kurva pada grafik tersebut yaitu kurva berwarna merah dan berwarna hitam. Kurva berwarna merah merupakan hasil uji Differential Scanning Calorimetry (DSC) dan kurva berwarna hitam adalah hasil uji Termogravimetric Analysis (TGA). Tujuan dari uji TGA yaitu untuk mengetahui pengurangan massa SiO₂ saat diberi temperatur.



Gambar 4. 5 Hasil uji DSC-TGA silia (Rizka, 2014)

Hasil dari uji TGA menunjukkan bahwa pada temperature 50°C hingga 78°C terjadi penurunan massa pasir silika yang signifikan, dan penurunan massa terus terjadi hingga 481°C, di atas temperatur 481°C massa pasir silika cenderung konstan. Pada temperature 900°C dan 1280°C kurva DSC menunjukkan reaksi endotermik yang ditandai dengan adanya puncak yang mengarah ke bawah. Reaksi endotermik yang terjadi ketika tidak ada pengurangan massa partikel SiO₂ ditengarahi sebagai daerah-daerah terjadinya transformasi fasa SiO₂ yang dapat dikaitkan dengan pembentukan fasa *cristobalite* (Finanti, 2016). Oleh karena itu, dalam penelitian ini pemanasan silika *amorphous* dilakukan pada temperatur 1200°C selama 5 jam untuk mendapatkan silika *cristobalite*.

Secara kualitatif, serbuk silika yang telah di kalsinasi memiliki fasa *cristobalite* (data [96-900-9686]). Adapun secara kualitatif dari hasil pengolahan dengan *software Rietica* dengan referensi cif 9001578, pola difraksi sinar X silika yang telah dikalsinasi berfasa silika α -kristobalit dengan struktur kristal trigonal (a = b = 4,90 Å dan c = 6.84 Å), sedangkan *volume cell* yang diperoleh yaitu 164,17 Å³, dengan densitas sebesar 3,57 gr/cm³. Hasil pengolahan memiliki nilai kecocokan GoF (*Goodness-of-Fit*) sebesar 0.139, nilai ini sudah dapat diterima atau model yang digunakan telah cocok dengan pola difraksi sinar x silika yang telah di kalsinasi pada 1200°C selama 5 jam.



Gambar 4. 6 Pola XRD silika cristobalite



Gambar 4. 7 Tetragonal teoritis Citra SEM silika *cristobalite* (T. Hartining, 2013)

4.2 Analisa Pembuatan Komposit Polyethylene/Silika (PE/SiO₂)

Pada pembuatan material pelapis hidrofobik pada umumnya melalui mekanisme rekayasa dari segi sifat kimia dan struktur geometri dari partikel yang digunakan. Bahan yang digunakan sebagai pelapis hidrofobik bisa dikategorikan sebagai material komposit, karena bahan tersebut terdiri dari 2 bahan utama yaitu matrix dan pengisinya. Pada penelitian ini komposit PE/SiO₂ yang digunakan terdiri dari polimer *Polyethylene* (PE) sebagai matriks dan SiO₂ sebagai *filler*. Dimana bahan silika yang digunakan pada penelitian ini bersumber dari dua elemen utama yaitu bahan inorganik TEOS dan mineral alam pasir silika. Polimer PE yang digunakan dalam penelitian ini yaitu berbentuk plastik *Polyethylene* yang di larutkan dalam pelarut yaitu xylene. Proses pembuatan komposit dilakukan dengan disperse SiO₂ terhadap larutan PE, sanjutnya dilapiskan pada substrat untuk digunakan sebagai pelapis.

Kaca yang telah dilapisi *hidrofobik* telihat lebih buram dari pada kaca tanpa lapisan. Sifat buram pada kaca merupakan nilai kualitatif yang hanya dapat dilihat secara visual. Lapisan kaca *hidrofobik* dalam penelitian ini akan di aplikasikan pada kaca mobil, sehingga untuk menentukan nilai kuantitatif keburaman pada lapisan kaca dilakukan uji UV-Vis. Dari hasil uji UV-Vis akan diperoleh nilai transmitansi pada daerah panjang gelumbang cahaya tampak, dengan cara menunjukkan persentase transmitansi gelombang cahaya tampak yang diteruskan.

4.3 Analisa Sifat Kebasahan Permukaan

Suatu lapisan dikatakan memiliki sifat hidrofobik jika memiliki sifat kebasahan yang rendah. Sifat Hidrofobik suatu permukaan dapat diketahui dengan mengukur besar Water Contact Angle (WCA) yaitu sudut yang terbentuk antara permukaan lapisan dengan fluida yang diteteskan. Pada saat sudut kontak <90°, maka permukaan padatan tersebut hidrofilik, apabila >90° permukaan padatan bersifat hidrofobik. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 4.8 yang menunjukkan perbedaan tetesan air di atas kaca sebelum dilapisi lapisan hidrofobik dan setelah di lapisi lapisan hidrofobik. Tetesan pada kaca tanpa lapisan terlihat air

membasahi permukaanya, dimana kontak yang terjadi antara tetesan air dan padatan besar. Sedangkan permukaan yang telah dilapisi lapisan hidrofobik kontak antara air dan substrat sedikit atau dengan kata lain hanya sedikit yang membasahi permukaan.





Gambar 4. 8 Perbedaan tetesa air pada (a) kaca tanpa lapisan hidrofobik (b) kaca dengan lapisan hidrofobik

4.3.1 Analisa Water Contact Angle (WCA) Lapisan

Sifat Hidrofobik suatu lapisan dapat diketahui dengan mengukur besarnya sudut yang terbentuk antara permukaan substrat dengan tetesan air, seperti pada Gambar 4.9.



Gambar 4. 9 Ilustrasi pengukuran sudut kontak air (Θ)

Prosedur penelitian dalam uji kebasahan lapisan yaitu dengan cara meneteskan air pada permukaan substrat yang telah terlapisi oleh lapisan hidrofobik. Kemudian diambil Gambar menggunakan kamera SLR. Hasil pengambilan Gambar diamati dan diukur sudut kontak yang terbentuk menggunakan *image-j software*.



Gambar 4. 10 Grafik WCA setiap lapisan hidrofobik

Lapisan PE/SiO₂ merupakan suatu lapisan modifikasi non polar. PE marupakan bahan polimer dengan sifat alami *hidrofobik*, pemberian SiO₂ akan meningkatan kekasaran pada permukaan lapisan yang dapat mempengaruhi sifat *hidrofobik*, sehingga saat air diteteskan pada lapisan akan cenderung berbentuk bola tidak membasahi lapisan. Suatu lapisan dikatakan *hidrofobik* jika membentuk WCA > 90° (Gusrita, 2014). Gambar 4.11 menunjukkan nilai WCA yang terukur pada lapisan hidrofobik PE dan PE/SiO₂ dengan *filler* yang berbeda. Adapun masing nilai WCA masing-masing jenis lapisan dapat dilihat pada table 4.2. Lapisa PE membentuk WCA tertinggi yaitu 126,85±1,03° tertinggi kedua yaitu lapisan komposit PE/SQ dengan WCA 115,75 ± 1,14° kemudian lapisan komposit PE/SA memiliki nilai WCA sebesar 113,04±1,21°, dan yang terendah yaitu lapisan komposit PDMS/SC dengan WCA 106,75±1,26°. Perbedaan WCA dalam grafik dapat dilihat pada Gambar 4.10.

 Tabel 4. 2 Sudut kontak pada masing-masing lapisan

Lapisan	PE	PE/SQ	PE/SA	PE/SC
Sudut Kontak	126,85 ± 1,03°	115,75 ± 1,14°	113,04 ± 1,21°	106,75±1,26°





(c)

(d)

Gambar 4. 11 Besar WCA pada lapisan hidrofobik (a) PE (b) PE/SQ (c) PE/SA (d) PE/SC

4.3.2 Analisa Kekasaran Permukaan Lapisan

Salah satu faktor yang dapat mempengaruhi sifat hidrofobik permukaan yaitu adanya kekasaran permukaan. Di alam terdapat beberapa tumbuhan yang memiliki sifat alami hidrofobik, salah satunya adalah daun lotus. Permukaan daun lotus terdiri dari beberapa ukuran mikrometer yang dilapisi dengan bulu-bulu halus berukuran nanometer, permukaan tersebut disebut struktur hirarki permukaan. Adanya struktur hirarki pada permukaan hidrofobik dapat mempengaruhi nilai kekasaran permukaan, sehingga dapat meningkatkan nilai sudut kontak air terhadap permukaan yang terbentuk. Pada saat air menetes pada permukaan akan ada udara yang terjebak dibawah air, hal itu terjadi karena adanya 2 atau lebih perbedaan ukuran yang melingkupi permukaan daun, sehingga air tidak menempel pada permukaan daun dan dengan mudah menggelinding. Karena suatu permukaan *hidrofobik* akan semakin hidrofobik apabila memiliki kekasaran yang lebih besar (Bhushan, 2016).

Dalam penelitian ini modifikasi kekasaran pada lapisan dibentuk dari variasi fasa silika. Serbuk silika dalam penelitian ini bertindak sebagai *filler* dalam komposit PE/SiO₂. Dari setiap variasi fasa silika yang digunakan diperoleh morfologi permukaan serta penyebaran *filler* pada lapisan komposit PE/SiO₂ yang berbeda-beda seperti pada gambar 4.12.



Gambar 4. 12 Citra SEM distribusi penyebaran filler pada (a) PE/SQ (b) PE/SA

Hasil SEM pada lapisan hidrofobik pada penelitian ini menunjukkan kesesuaian dengan teori lotus, dimana partikel mikro silika dilingkupi oleh partikel dengan ukuran yang lebih kecil (nano silika). Nano silika pada penelitian ini berasal dari TEOS. Pada Gambar 4.13 dapat dijelaskan bahwa masing-masing lapisan PE dan komposit PE/SiO₂ dengan jenis *filler* yang berbeda membentuk struktur kekasaran dan terdapat adanya struktur hirarki permukaan pada lapisan. Cara mengukur struktur tersebut adalah dengan cara mengambil citra SEM dengan perbesaran tertentu sehingga dapat dilihat dengan jelas satu partikelnya. Kemudian dengan skala yang terletak pada citra SEM diukur setiap partikel yang terlihat, lalu diperbesar lagi untuk mendapatkan partikel yang lebih kecil.



Gambar 4. 13 Citra SEM struktur hirarki permukaan (a) PE, (b) PE/SQ, (c) PE/SA, dan (d) PE/SC

Citra SEM lapisan PE dapat dilihat pada Gambar 4.13a dapat dijelaskan bahwa pada lapisan PE terbentuk banyak Pori dan dinding pori membentuk struktur hirarki. Ukuran pori yaitu dari 0,5 - 100 nm, dan ukuran struktur hirarki pada dinding pori yaitu dari 0,5 µm - 80 nm. Lapisan PE memiliki struktur hirarki permukaan dan memiliki kekasaran yang merata. Karena karakteristik tersebut, PE dapat membentuk WCA terbesar dari semua jenis lapisan komposit PE/SiO2. Lapisan komposit PE/SQ memiliki truktur hirarki permukaan terkecil yang dapat diukur pada citra SEM perbesaran 20.000 kali yaitu 0,2 µm seperti pada Gambar 4.13b. Gambar 4.13c merupakan citra SEM lapisan komposit PE/SA yang menunjukkan bahwa terdapat berbagai ukuran partikel yang melingkupinya mulai dari ukuran 0,6 µm sampai ukuran 0.08 µm. Selanjutnya struktur hirarki yang dimiliki lapisan komposit PE/SQ ditunjukkan pada Gambar 4.14d. Adapun struktur hirarki yang dimiliki lapisan komposit PE/SQ memiliki ukuran terkecil yaitu 0,12 µm. Akan tetapi struktur permukaan komposit PE/SQ juga terdapat permukaan yang tidak terbentuk struktur hirarki, sehingga dapat menyebabkan luas kontak antara tetesan air dengan permukaan besar dan WCA yang dihasilkan kecil.

Dalam penelitian ini teori yang digunakan sebagai acuan dalam menganalisa sudut kontak yaitu Cassie-Baxter. Dalam teori tersebut disebutkan bahwa tetesan air yang terbentuk di atas permukaan yang memiliki kekasaran permukaan akan membentuk "kantung udara". Sebuah teori dimana pada saat terjadi pembasahan terdapat udara yang terjebak di antara sela-sela kekasaran permukaan seperti pada Gambar 4.14. Dalam teori Cassie-Baxter tetesan air yang diteteskan pada permukaan padatan hanya menyentuh ujung-ujung kekasaran, sehingga kontan antara air dan padatan sedikit. Oleh karena itu, dalam teori tersebut terdapat adanya faktor kekasaran untuk permukaan *hidrofobik*. Faktor kekasaran disimbolkan dengan R_f (*roughness faktor*) (Bhushan, 2016). Nilai R_f diperoleh dari perhitungan persamaan sudut kontak Cassie-Baxter dengan memasukkan nilai fraksi yang telah diperoleh pada table 4.3. persamaan Cassie-baxter dapat dilihat pada persamaan (2.8).



Gambar 4. 14 ilustrasi kontak air dengan permukaan menurut teori Cassie-baxter

Dari nilai kekasaran pada tabel tersebut ditunjukkan bahwa nilai faktor kekasaran dari semua lapisan komposit PE/SiO₂ lebih besar dari 1. Hasil nilai kekasaran tersebut telah sesuai dengan teori, dimana nilai kekasaran lebih dari 1 menunjukkan bahwa permukaan tersebut memiliki kekasaran permukaan dan apabila faktor kekasaran sama dengan 1 maka permukaan halus sempurna.

 Tabel 4. 3 Hasil perhitungan faktor kekasaran

Permu kaan	Cos (O)	f _{sl}	Faktor kekasaran (<i>R_f</i>)
PE	126,85 ± 1,03°	0,055	$14,\!42 \pm 1,\!34$
PE/S Q	115,75 ± 1,14°	0,115	9,02 ± 1,32
PE/SA	113,04 ± 1,21°	0,158	6,36 ± 3,02
PE/S C	106,75±1, 26°	0,179	8,60 ± 1,22

Nilai dari faktor kekasaran hasil perhitungan pada lapisan komposit PE/SQ memiliki nilai yang terbesar diantara lapisan komposit yang lain yaitu 9,02 \pm 1,32 dan lebih kecil apabila dibandingkan dengan nilai kekasaran lapisan PE yaitu sebesar 14,42 \pm 1,34 hal ini disebabkan oleh nilai f_{sl} pada lapisan PE lebih kecil daripada f_{sl} lapisan PE/SQ. Semakin kecil nilai f_{sl} maka luas kontak antara padatan dengan cairan lebih sedikit sehingga bentuk tetesan cenderung lebih bulat.

Dengan menggunakan *software imageJ* dapat diketahui kekasara permukaan hasil uji SEM secara kualitatif. Pada software ini hanya dapat melihat bagaimana topografi permukaan tiga dimensi. Sampel pada penelitian ini tidak dapat di lihat ketinggian kekasaran permukaan dengan menggunakan uji AFM (*atomic Force Microscopy*). Karena silika yang digunakan masih berskala belum berskala nano, sehingga permukaan sampel yang dihasilkan terlalu kasar untuk dilakukan uji AFM. Oleh karena itu dalam penelitian ini kekasaran permukaan hanya dapat dilihat secara kualitatif.

Hasil pengolahan topografi 3D dapat dilihat pada Gambar 4.15. Untuk ketinggian rata-rata permukaan dapat dihitung dengan mengukur tinggi puncak yang ada di setiap lapisan dan di bagi dengan banyak puncak yang diukur. Permukaan pada lapisan komposit PE memiliki tinggi kekasaran rata-rata yaitu 22,97 µm. Untuk lapisan komposit PE/SQ dan PE/SA memiliki ketinggian kekasaran rata-rata yaitu berturut-urut sebesar 19,45 µm dan 28,01 µm, sedangkan

untuk lapisan PE/SC memiliki ketinggian kekasaran rata-rata yaitu 22,49 μm. Permukaan lapisan *polyethylene* (PE) memiliki kekasaran yang lebih rata dari pada lapisan komposit PE/SiO₂, hal ini disebabkan karena adanya serbuk silika pada lapisan komposit sehingga ketinggian kekasarannya tidak merata.



Gambar 4. 15 Topografi 3D kekasaran permukaan lapisan (a) PE, lapisan komposit (b) PE/SQ, (c) PE/SA, dan (d) PE/SC

4.3.3 Analisa Transmitansi Lapisan Hidrofobik

Transmitansi cahaya pada lapisan kaca hydrophobik diukur sa yaitu dari bagian atas lapisan kaca. Nilai transmitansi lapisan hydrophican pana permukaan kaca dapat diketahui dengan menggunakan UV – Vis seperti pada table 4.1. Hasil pengujian dengan UV-Vis dilakukan pada panjang gelombang 400-800 nm. Untuk permukaan lapisan PE dapat mentansmisikan cahaya tampak dari panjag gelombang 400 nm sebesar 62 % dan naik secara signifikan sampai panjang gelombang 800 nm sebesar 98,279%. Adapun cahaya yang di transmisikan oleh permukaan lapisan komposit PE/SQ, PE/SA, dan PE/SC berturut-urut yaitu, untuk lapisan PE/SQ pada panjang gelombang 400 nm cahaya yang ditransmisikan sebesar 74.83% dan naik sampai 98.28% pada panjang gelombang 800 nm. Untuk hasil transmitansi cahaya pada permukaan lapisan komposit PE/SA pada panjang gelombang 400 nm sebesar 75.27% dan naik secara signifikan sampai 95,19% pada panjang gelombang 550 nm dan naik sampai panjang gelombang 800 nm cahaya yang di transmisikan sebesar 97.55%. Selanjutnya untuk lapisan komposit PE/SC pada panjang gelombang 400 nm cahaya yang ditransmisikan sebesar 56.55% dan naik secara signifikan sampai 96.95% pada panjang gelombang 800 nm.

Sifat anti air yang diaplikasikan terhadap kaca mobil membutuhkan lapisan yang transparan. Jika dilihat dari keseluruhan, hasil uji UV-Vis pada semua sampel lapisan komposit PE/SiO₂ diperoleh hasil transmitansi yang paling tinggi yaitu pada permukaan lapisan komposit PE/SA. Hal ini dapat dipengaruhi oleh luas permukaan yang dihasilkan dari silika *amorf*. Secara umum, nilai transmitansi cahaya dapat di pengaruhi oleh diameter partikel, ketebalan lapisan, dan indeks bias. Karena pada penelitian ini digunnakan SiO₂ dengan massa yang sama dan ukuran partikel tidak sama, maka jumlah serbuk yang berasa pada lapisan tidak sama, sehingga nilai transmitansi yang diperoleh tidak sama.

Commel		Transmitansi (T%	6)
Samper	400 (nm)	600 (nm)	800 (nm)
PE	62,00	86,51	98,28
PE/SQ	74,83	86,98	97,63
PE/SA	75,27	95,17	97,55
PE/SC	56.55	80.21	96.95

Tabel 4. 4 '	Tabel hasil	transmitansi	lapisan	hidrofobik
--------------	-------------	--------------	---------	------------



Gambar 4. 16 Grafik nilai UV-Vis

4.3.4 Analisa Keseluruhan

Berdasarkan hasil analisa keseluruhan, permukaan lapisan PE memiliki sifat hidrofobik lebih bagus dari pada lapisa komposit PE/SiO₂ yang ditandai dengan nilai sudut kontak lapisan PE yaitu sebesar 126,85±1,03°. Perbedaan nilai sudut kontak diperuhi oleh hierarki kekasaran yang terbentuk dan distribusi ketinggian kekasaran permukaan yang relatif rata. Selain itu, fasa pada serbuk silika juga mempengaruhi sifat hidrofobik dari permukaan yang dapat dibuktikan dengan adanya perbedaan hasil sudut kontak yang terbentuk pada variasi fasa pada penelitian ini.

Tetesan air pada permukaan lapisan komposit PE/SiO₂, akan membentuk kontak air dengan ujung-ujung kekasaran yang di bentuk oleh hierarki kekasaran permukaan yang dibentuk oleh silika. Semakin sedikit kontak air dengan permukaan lapisan, sudut kontak permukaan akan semakin besar sehingga lapisan semakin bersifat hidrofobik. Adapun nilai transmitansi lapisan PE paling besar diantara lapisan komposit, dan pada lapisan komposit yang paling besar yaitu lapisan PE/SA.

Nilai absorbsi lapisan PE lebih besar dari pada lapisan komposit PE/SA dan PE/SQ. Lapisan PE memiliki kemampuan dalam penyerapan energi sinar UV lebih besar dari pada lapisan komposit PE/SQ dan PE/SA, sehingga lapisan PE lebih mudah mengalami degradasi. Adanya SiO₂ pada lapisan komposit dapat mengurangi nilai absorbsi cahaya pada lapisan dan dapat mempertahankan sifat hidrofobisitas pada lapisan PE, sehingga diperoleh lapisan yang lebih lama terdegredasi dan bersifat hidrofobik. Jika dilihat dari hasil karakterisasi yang telah dilakukan, maka dari penelitian ini lapisan permukaan yang dipilih yaitu lapisan komposit PE/SQ.

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Beberapa kesimpulan yang diperoleh dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

- Telah didapatkan silika pantai Bancar secara alami mengandung Si sebesar 83,3%. Pemurnian dengan metode *leaching* didapatkan kenaikan menjadi 92,4%. Pada tahap ini mengahasilkan silika berfasa *quartz* (SQ). silika berfasa *amorphous* (SA) dengan kadar Si menjadi 96,9%. SA dikalsinasi pada temperatur 1200°C selama 5 jam menghasilkan silika berfasa cristobalite (SC).
- Lapisan komposit PE/SiO₂ yang memiliki nilai transmitansi terbesar yaitu PE/SA sebesar 75.27% pada panjang gelombang 400 nm dan pada panjang gelombang 800 nm cahaya yang di transmisikan sebesar 97.55%.
- Pada lapisan komposit PE/SiO₂ nilai WCA tertinggi yaitu lapisan komposit PE/SQ dengan WCA 115,75 ± 1,14° kemudian lapisan komposit PE/SA sebesar 113,04±1,21° dan yang terendah yaitu lapisan komposit PE/SC dengan WCA 106,75±1,26°.

5.2 Saran

Adapun beberapa saran untuk penelitian selanjutnya untuk menyempurnakan penelitian, yaitu menggunakan SiO₂ dengan ukuran yang lebih kecil agar sudut kontak lebih besar dan selain untuk mendapatkan sifat hidrofobik melalui sudut kontak dengan air, juga menganalisa mengenai sifat membersihkan diri dengan uji *sliding angle*.

Halaman Sengaja Dikosongkan

DAFTAR PUSTAKA

- Billmeyer, W. F. (1994). *Texbook of Polymer Science*. 3rd Edition, Jhon Wiley & Son, New York.
- Brindley, G.W and Brown, G. 1980. Crystal Structures of Clay Minerals and Their X-Ray Identification. Mineralogical Society.
- Fauziyah, Nur Aini. 2015. Karakterisasi Komposit PEG 4000/SiO2 (SiO2= Kuarsa, Amorf, Kristobalit) Dengan Dynamic Mechanical Analyzer (DMA). Tesis. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Jurusan Fisika.
- Finanti Rahayu, 2016. Pengaruh Jenis Fasa SiO2 (Quartz, Amorphous, Cristobalite) Terhadap Sifat Hidrofobik Pada Media Kaca. Tugas Akhir. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Jurusan Fisika.
- Gusrita, Dahlia, dkk. 2014. Pengaruh Viskositas Fluida Terhadap Sifat Hidrofobik dari Berbagai Macam Daun. Pillar Of Physics Vol 1. Padang: Universitas Negeri Padang.
- Hara. (1986), "Utilization of Agrowastes for Bulding Materials. International Reseach and Development Coorperation Division", Tokyo. Japan.
- Hartining, Tri. 2013. Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi Pasir Silika Sebagai Pengisi Bahan Komposit Anit Korosi. Tugas Akhir. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Jurusan Fisika.
- Kalapathy, U., Proctor, A., and Shultz, J., 2000, A Simple Method for Production of Pure Silica From Rice Hull Ash, *Bioresour. Technol* 73, 257-262.
- Knausgård, Kjetil. 2012. Superhidrofobik Anti-Ice Nanocoatings. Norwegia: Norwegian University of Science and Technology.
- Latif, Chaironi, dkk. 2014. Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi Pada Struktur Silika. Jurnal Sains dan Seni Pomits Vol 3 No 1. Surabaya. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Latthe, Sanjay Subhash, dkk. 2012. Recent *Progress in Prerparation of Superhidrofobik Surface*: A Review. Journal of Surface Engineered Materials and Advanced Technology. India: Shivaji University.
- Lestari, Fifi Bailin. 2013. Pengaruh Variasi Milling Time Pasir Silika Terhadap Sifat Ketahanan Korosi Komposit PANi/SiO2 Pada Plat Baja. Tugas Akhir. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Jurusan Fisika.
- Mori, Hidetsugu, (2003), "Extraxtion of Silicon Dioxide From Waste Colored Glasses by Alkalifusion Route", The 2nd international Conference on theoretical and Applied Physics, American Institute of Physics, Palangkaraya, hal. 28-31.
- Oweini, Rami-Al, 2009. Synthesis and Characterization by FTIR Spectroscopy of Silica Aerogels Prepared Using Several Si(OR)4 and R"Si(OR')3

Precusors. Journal of molecular structure. Lebanon: American University of Beirut, Departement of Chemistry.

- Rizka, Anggriz Bani, 2014. Pengaruh Temperatur Kalsinasi dan Waktu Penahanan Terhadap Pertumbuhan Nanosilika. Tugas Akhir. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Jurusan Fisika.
- Setyawan, Heru, dkk. 2012. *Pelapisan Hidrofobik Pada Kaca Melalui Metode Sol-Gel dengan Precursor Waterglass*. Jurnal Teknol Pomits Vol 1 No 1.Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Smallman, R. E. and Bishop, R. J. (2000), "Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material", Edisi keenam. Terjemahan Sriati Djaprie. Erlangga. Jakarta.
- Surdia, T dan Saito, S. (2000), "Pengetahuan Bahan Teknik", Pradanya Pramita. Jakarta.
- Triwikantoro, dkk. 2014. Pengaruh Variasi Temperatur Kasinasi pada Struktur Silika. Jurnal Sains dan Seni Pomits Vol 3 No 1. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Jurusan Fisika.
- Vlack Van and H. Lawrench, (1992), "Ilmu dan Teknologi Bahan (Ilmu Logam dan Non Logam", Edisi kelima. Alih Bahasa: Sriati Djaprie. Fakultas Teknik Metalurgi, Universitas Indonesia. Erlangga. Jakarta.
- Wenten, I.G dan Himma Nurul F., (2014), "Membran Superhidrofobik", Diktat departemen Teknik Kimia ITB, Bandung.

LAMPIRAN A

Hasil Pengujian UV-VIS

A. Hasil UV-VIS Amorf



A. Hasil UV-VIS Quartz

Data Set: Storage 133901 - Dataset 140639 - D'\Pharmasper: UV-1700/2017\Desember/20171213 - Igroatul Hasanah\QUARTZ TRANS.spc



B. Hasil UV-VIS Cristobalite



C. Hasil UV-VIS PE



LAMPIRAN B

Hasil pengolahan Rietica

Nilai Output SiO₂ Cristobalite



PHASE 1: sio2

NEW PARAMETERS, SHIFTS, AND STANDARD DEVIATIONS=

ATOM Х DX SX DY SY 7 D7 В DB SB Ν Υ S7 DN SN

 SI
 0.30028
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.0

O 0.23920 0.00000 0.00000 0.10440 0.00000 0.00000 0.17870 0.00000 0.00000 0.6000 0.0000 0.0000 1.0000 0.0000 0.0000

ATOM B11 DB11 SB11 B22 DB22 SB22 B33 DB33 SB33

 B12
 DB12
 SB12
 B13
 DB13
 SB13
 B23
 DB23
 SB23

 SI
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000
 0.000000

+-----+ | Phase: 1 |

+-----+ PHASE SCALE FACTOR = 0.152031E-03-.247969E-030.642932E-04 OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000 CELL PARAMETERS = 4.930632 -0.041068 0.039733 4.930632 -0.041068 0.039733 6.828155 -0.094145 0.091510 90.000008 0.000008 0.000000 90.000008 0.000008 0.000000 90.000008 0.000008 0.000000 RECIPROCAL CELL = 0.203 0.203 0.146 90.000 90.000 90.000 CELL VOLUME = 166.000183 2.920305 SCALE * VOLUME = 0.025237 0.010682 MOLECULAR WEIGHT = 352.720 DENSITY = 3.527ABSOLUTE PHASE VALUES: INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM² (in cm⁻²) MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g) Is/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR Then: INC*MASS*Is/R = 3038.73+----+ Histogram: 1 +-----+ SCALE FACTOR = 1.0000 0.00000 0.00000 ZEROPOINT = -0.26000 0.00000 0.00000 BACKGROUND PARAMETER B 0 = 73.5829 10.1189 206.982 BACKGROUND PARAMETER B 1 = -8.08704 84.9659 13.2737 BACKGROUND PARAMETER B 2 = 0.131601 -1.48676 0.184952 PREFERRED ORIENTATION = 1.00000 0.00000 0.00000 ABSORPTION R = 0.00000 0.00000 0.00000 ASYMMETRY PARAMETERS = 0.26458 0.24458 0.18995 0.00000 0.00000 0.00000 HALFWIDTH PARAMETERS U = 0.010000 0.000000 0.000000 V = -0.005000 0.000000 0.000000 $W = 0.020000 \quad 0.000000$ 0.000000 LORENZTIAN COMPONENTS = 0.200000 0.000000 0.000000 0.000000 0.000000 0.000000 0.000000 0.000000 0.000000 EQUIVALENT TO A PARTICLE SIZE OF 441.3(0.0) ANGSTROMS EXTINCTION PARAMETER = 0.000000 0.000000 0.000000



Nilai Output SiO₂ Quartz



PHASE 1: QUARTZ

NEW PARAMETERS, SHIFTS, AND STANDARD DEVIATIONS=

ATOM X DX SX Y DY SY Z DZ SZ B DB SB N DN SN

 SI
 0.47040
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.00000
 0.66670
 0.00000

 0.00000
 0.6000
 0.0000
 1.0000
 0.0000
 0.0000

O 0.41360 0.00000 0.00000 0.26760 0.00000 0.00000 0.78570 0.00000 0.00000 0.6000 0.0000 0.0000 1.0000 0.0000 0.0000

ATOM B11 DB11 SB11 B22 DB22 SB22 B33 DB33 SB33 DB13 B12 DB12 SB12 B13 SB13 B23 DB23 SB23

+-----+ | Phase: 1 +-----+ PHASE SCALE FACTOR = 0.172963E-02-.561170E-030.385907E-04 OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000 CELL PARAMETERS = 4.924969 0.014669 0.004043 4.924969 0.014669 0.004043 5.421460 0.020260 0.005054 90.000008 0.000008 0.000000 90.000008 0.000008 0.000000 120.000015 0.000015 0.000010 RECIPROCAL CELL = 0.234 0.234 0.184 90.000 90.000 60.000 CELL VOLUME = 113.881660 0.169553 SCALE * VOLUME = 0.196973 0.004405 MOLECULAR WEIGHT = 264.540 DENSITY = 3.856 ABSOLUTE PHASE VALUES: INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 (in cm^-2) MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g) Is/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR Then: INC*MASS*ls/R = 17787.7 +-----+ Histogram: 1 +-----+
 SCALE FACTOR
 = 1.0000
 0.00000
 0.00000

 ZEROPOINT
 = -0.02600
 0.00000
 0.00000
 SAMPLE DISPLACEMENT = -0.71953 -0.37706 0.08692 BACKGROUND PARAMETER B 0 = 169.799 -51.0054 10.5088 BACKGROUND PARAMETER B 1 = -6.69867 5.09293 0.870881 BACKGROUND PARAMETER B 2 = 0.787795E-01 -0.768294E-01 0.143544E-01 PREFERRED ORIENTATION = 1.00189 0.00189 0.01751 ABSORPTION R = 0.00000 0.00000 0.00000 ASYMMETRY PARAMETERS = 0.16456 0.14456 0.03423 0.00000 0.00000 0.00000 HALFWIDTH PARAMETERS U = 0.010000 0.000000 0.000000 V = -0.005000 0.000000 0.000000 W = 0.020000 0.000000 0.000000

LORENZTIAN COMPONENTS = 0.063264 -0.136736 0.007554 0.000000 0.000000 0.000000 0.000000 0.000000 0.000000 EQUIVALENT TO A PARTICLE SIZE OF 1395.2(166.6) ANGSTROMS

EXTINCTION PARAMETER = 0.000000 0.000000 0.000000

+-----+

| Hist | Rp | Rwp | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P |

| 1 | 40.37 | 22.57 | 6.76 | 0.264 | 0.297 | 1484 |

+-----+ | SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF | CONDITION |

+-----+

| 0.6462E+05| 0.1601E+06| 0.1601E+06| 0.3252E+06| 0.1117E+02| 0.3916E+13

LAMPIRAN C

Hasil UJU XRF

A. Pasir Setelah di Cuci



B. Pasir Setelah di Separasi

01	-Feb	-2016	13.53	41
U I	100	2010	10.00	

Sample results - Averages

Page 1

			Sample ic	lent		
Pasir	silika se	etelah dis	eparasi			
			<u>,,,,,,,,</u> ,,,			<u></u>
			Application	<standardless></standardless>		
		Sequence		Average of 3		
		Measurement p	period - start	01-Feb-2016 11:38:	19	
		Measurement	period - end	01-Feb-2016 12:18:	23	
			Position	7		
ompound	Si	к	Ca	Ti	v	Fe
Conc	90.5 +/- 0.04	5.25 +/- 0.08	1.92 +/- 0.0	4 0.81 +/- 0.0095	0.02 +/- 0.008	1.07 +/- 0.0
Unit	%	%	%	%	%	%
	-	-		-		1
	Compound	Cr	Ni	Cu	Yb	
	Conc	0.088 +/- 0.005	0.20 +/- 0.0	2 0.13 +/- 0.005	0.1 +/- 0.005	

	<pre></pre>	01-Feb-2016 13:5
5tdless1	12:18:23 Pasir silika setelah diseparasi 20:08 kU 161 uR (mone> Air 60 sec. 41689.8 cps 28:08 kU 167 uR (mone> Air 60 sec. 42761.3 cps	
<u>Ŗ</u> -		
27		
₽- SL_KA		
F		
₽-		
<u>-</u>		
₹-		
8-		
Ĕ-		
8-	СиКА ККА Е КАЧИКА СИКА Г ТІКАЧИКА СІЛАЛІКА СО КА	
ę.	La KA U KAI TO LATITO LELC K KB TI KBC KB YO LEI La KB LA KAI - Fe KB YO LEI La KB	[
1.2 2	4 3.6 4.8 6.8 7.2 8.4 9.6 18.8 12.8 13.2 14.4 15.6 16.8 18.8 19.2 28.4 21.	.6 22.8 24.8 25.2 26.4

Halaman Sengaja Dikosongkan

BIODATA PENULIS



Iqroatul Hasanah (Ika) lahir di Situbondo, 6 Agustus 1992, putri ke tiga dari tiga bersaudara dari pasangan H. Hafidz dan Hj. Zulfaida. Penulis menempuh pendidikan formal di TK Al-Hidayah (1997-1999), SD Negeri Pokaan (1999-2005), SMP Nurul Jadid Paiton Probolinggo (2005-2008), MA Nurul Jadid Paiton Probolinggo (2008-2011), hingga Perguruan Tinggi Negeri S-1 Jurusan Fisika Universitas Brawijaya angkatan 2011 dan lulus S1 pada tahun 2015. Penulis

pernah mengikuti 7th Asian Physics Symposium sebagai pembicara pada tahun 2017 di Institut Teknologi Bandung. Dengan adanya laporan Tugas Akhir ini, penulis berharap akan adanya pengembangan penelitian material *hydrophobic* lebih lanjut sehingga pengaplikasian material ini terhadap kaca alat transportasi dapat diwujudkan. Untuk keterangan lebih jelas mengenai Tugas Akhir ini dapat menghubungi penulis melalui e-mail : qaqa92@gmail.com