



TUGAS AKHIR - SF 141501

**PENGARUH VARIASI TEMPERATUR *ANNEALING*  
TERHADAP SIFAT HIDROFOBIK LAPISAN  $\text{SiO}_2$   
PADA KACA**

FASIHUL MILAH  
NRP 0111134000080

Dosen Pembimbing  
Dr. Mochammad Zainuri, M.Si

Departemen Fisika  
Fakultas Ilmu Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya  
2018



**TUGAS AKHIR – SF 141501**

**PENGARUH VARIASI TEMPERATUR *ANNEALING*  
TERHADAP SIFAT HIDROFOBİK LAPISAN  $\text{SiO}_2$   
PADA KACA**

**FASIHUL MILAH  
NRP 0111134000080**

**Dosen Pembimbing  
Dr. Mochammad Zainuri, M.Si.**

**Departemen Fisika  
Fakultas Ilmu Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya  
2018**



**FINAL PROJECT - SF 141501**

**VARIATION EFFECT OF ANNEALING  
TEMPERATURE TO HYDROPHOBIC LAYER  
SiO<sub>2</sub> IN GLASS**

**FASIHUL MILAH  
NRP 0111134000080**

**Advisor  
Dr. Mochammad Zainuri, M.Si**

**Department of Physics  
Faculty of Natural Science  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya  
2018**

**PENGARUH VARIASI TEMPERATUR ANNEALING  
TERHADAP SIFAT HIDROFOBİK LAPISAN SiO<sub>2</sub> PADA  
KACA**

**TUGAS AKHIR**

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat  
memperoleh gelar sarjana sains  
pada  
Bidang Fisika Material  
Program Studi S-1 Departemen Fisika  
Fakultas Ilmu Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

**FASHUL MILAH**  
NRP 0111134000080

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir

**Dr. Mochammad Zainuri, M.Si.**  
NIP. 19640130 199002.1.001

(.....)



# **PENGARUH VARIASI TEMPERATUR ANNEALING TERHADAP SIFAT HIDROFOBİK LAPISAN SiO<sub>2</sub> PADA KACA**

**Nama** : Fasihul Milah  
**NRP** : 0111134000080  
**Jurusan** : Fisika, FIA-ITS  
**Pembimbing** : Dr. Mochamad Zainuri, M.Si.

## **Abstrak**

*Silika telah banyak digunakan pada berbagai macam aplikasi dengan ukuran yang berbeda sesuai dengan kebutuhan. Kemajuan pada bidang nanoteknologi menyebabkan produksi silika berukuran nano semakin meningkat. Pasir silika telah banyak digunakan sebagai pengisi pada bahan komposit. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui cara mensintesis silika dengan menggunakan metode sol-gel untuk mengetahui pengaruh variasi temperatur pada material lapisan hidrofobik. Bahan yang digunakan adalah silika yang disintesis dengan menggunakan metode sol-gel. Sampel silika dikarakterisasi dengan pengujian XRD, SEM, PSA. Dilakukan proses pelapisan kaca dengan larutan silika. proses annealing dilakukan dengan variasi temperatur. Dari hasil pelapisan kaca dilakukan uji UV-Vis, FTIR, WCA dan SEM. Hasil sintesis silica menunjukkan tingkat kemurnian 90,9 %, serta menghasilkan silika dengan fasa kristobalit dan sudut kontak yang terbentuk dengan variasi temperature 80°C, 100°C, 120°C, dan 140°C memiliki nilai berturut-turut 93.29 °, 94.31 °, 90.42 °, and 89.42 °.*

***Kata kunci : Annealing, hidrofobik, silika, sol gel***

## VARIATION EFFECT OF ANNEALING TEMPERATURE TO HYDROPHOBIC LAYER SiO<sub>2</sub> IN GLASS

**Name** : Fasihul Milah  
**NRP** : 01111340000080  
**Major** : Physics, FIA-ITS  
**Advisor** : Dr. Mochamad Zainuri, M.Si

### **Abstract**

*Silica has been widely used in a variety of applications with different sizes as needed. Advances in the field of nanotechnology led to the production of nano-sized silica increasing. Silica sand has been widely used as a filler on composite materials. The aim of this research is to know how to synthesize silica by using sol-gel method. To know the influence of temperature variation on hydrophobic coating material. The material used is silica which is synthesized using sol-gel method. Silica samples were characterized by XRD, SEM, PSA testing. Performed a coating process on glass with a silica solution. the annealing process is carried out with temperature variations. From the results of glass coating conducted UV-Vis test, FTIR, WCA and SEM. The results of silica synthesis show a 90.9% purity rate, and produce silica with cristobalite phase and contact angle formed with temperature variations of 80 ° C, 100 ° C, 120 ° C, and 140 ° C having successive values of 93.29 °, 94.31 °, 90.42 °, and 89.42 °*

**Keyword** : Annealing, hydrophobic, silica, sol gel

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat ALLAH Subhana Wa Ta'ala yang telah melimpahkan rahmat, ni'mat, rezeki, serta hidayah-Nya. Sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir di departemen Fisika FIA ITS dengan judul **“Pengaruh Variasi Temperatur *Annealing* terhadap Sifat Hidrofobik Lapisan SiO<sub>2</sub> pada Kaca”** Semoga apa yang ada di dalam tugas akhir ini bermanfaat bagi para pembaca juga berbagai pihak.

Penulisan tugas akhir ini tidak terlepas dari bantuan berbagai pihak. Maka dari itu penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Kedua orang tua tercinta yang senantiasa memberi berbagai pelajaran, juga support kepada penulis setiap waktu dan dimanapun itu.
2. Bapak Dr. Mochamad Zainuri, M.Si yang telah membimbing dan memberi wawasan mengenai tugas akhir ini sehingga penulis dapat menyelesaikannya.
3. Bapak Dr. Yono Hadi P., M. Eng selaku ketua departemen Fisika FIA ITS serta segenap staf-staf yang telah memberikan kemudahan sarana serta fasilitas selama penulis berkuliah hingga menyelesaikan tugas akhir ini.
4. Kepala dan Laboran Laboratorium Material yang telah menyediakan fasilitas dalam proses sintesis dan karakterisasi sampel dalam Tugas Akhir ini.
5. Sahabat-sahabat yang menemani penulis dalam mengerjakan tugas akhir maupun pada saat penulis melakukan sintesis bahan.
6. Aprilya Hartinah W, sahabat sekaligus rekan seperjuangan dalam pengerjaan Tugas Akhir.
7. Rekan-rekan Laboratorium Material, Azaria Arifa, Dwi Irma, Dwi Wahyu Hardiyanto, yang selalu terbuka dalam memberikan arahan dan bantuan.

8. Teman-teman Fisika 2013 yang selalu memberikan dukungan, kebahagiaan, serta kerjasama.

Penulis menyadari dalam penyusunan laporan ini masih terdapat banyak kekurangan. 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, 6 juli 2018

Penulis



## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>COVER PAGE</b> .....	ii
<b>LEMBAR PENGESAHAN</b> .....	iii
<b>ABSTRAK</b> .....	iv
<b>ABSTRACT</b> .....	v
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	vi
<b>DAFTAR ISI</b> .....	viii
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	x
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xi
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah .....	2
1.3 Batasan Masalah .....	3
1.4 Tujuan Penelitian .....	3
1.5 Manfaat Penelitian .....	3
1.6 Sistematika Penulisan Laporan .....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	5
2.1 Bahan Hidrofobik .....	5
2.1.1 Model Young .....	7
2.1.2 Model Wenzel.....	7
2.1.3 Model Cassie-Baxter .....	8
2.2 Metode Sol-Gel.....	8
2.3 TEOS.....	11
2.4 Pasir Silika .....	12

2.4 Etanol.....	15
<b>BAB III METODOLOGI.....</b>	<b>15</b>
3.1 Alat dan Bahan.....	15
3.1.1 Alat.....	15
3.1.2 Bahan.....	15
3.2 Langkah Kerja.....	15
3.1.1 Sintesis Silika.....	15
3.1.2 Preparasi Lapisan Hidrofobik.....	16
3.3 Diagram Alir.....	17
3.1.1 Sintesis Silika.....	17
3.1.2 Preparasi Lapisan Hidrofobik.....	18
<b>BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>19</b>
4.1 Analisis Sintesis Silika.....	19
4.2 Analisis Pelapisan Kaca.....	23
4.3 Analisis Uji UV-Vis.....	24
4.4 Analisis Uji FTIR.....	26
4.4 Analisis Sifat Kebasahan Lapisan.....	28
4.4 Analisis Uji SEM.....	32
<b>BAB V KESIMPULAN.....</b>	<b>35</b>
5.1 Kesimpulan.....	35
5.2 Saran.....	35
<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>	<b>37</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>41</b>

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 4.1</b> Hasil Uji XRF .....	20
<b>Tabel 4.2</b> Kandungan serbuk kaca .....	26
<b>Tabel 4.3</b> Daerah puncak bilangan gelombang pada spektrum FTIR.....	27
<b>Tabel 4.4</b> Hubungan temperatur <i>Annealing</i> dengan sudut kontak.....	30

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 2.1</b> Sudut kontak air.....	6
<b>Gambar 2.2</b> Skema ilustrasi.....	6
<b>Gambar 2.3</b> Struktur TEOS dan TMOS.....	10
<b>Gambar 2.4</b> Tiga reaksi pada proses sol-gel.....	10
<b>Gambar 2.5</b> Struktur tetrahedral silika.....	12
<b>Gambar 3.1</b> Diagram alir sintesis silika.....	17
<b>Gambar 3.2</b> Diagram alir preparasi lapisan hidrofobik.....	18
<b>Gambar 4.1</b> Hasil pengujian XRD sebelum kopresipitasi.....	21
<b>Gambar 4.2</b> Hasil pengujian XRD setelah kopresipitasi.....	22
<b>Gambar 4.3</b> Hasil pengujian UV-Vis.....	25
<b>Gambar 4.4</b> Hasil pengujian FTIR.....	27
<b>Gambar 4.5</b> Hasil uji WCA .....	29
<b>Gambar 4.6</b> Grafik hubungan temperatur dengan sudut kontak.....	30
<b>Gambar 4.7</b> Hasil pengujian SEM pada kaca temperatur annealing 80°C .....	32
<b>Gambar 4.8</b> Hasil pengujian SEM pada kaca temperatur annealing 120°C .....	33

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Alam adalah laboratorium penelitian terbesar di dunia, yang berisi berbagai macam ilmu pengetahuan, yakni mulai dari Biologi, Fisika, Kimia, Matematika, Ilmu Material, dan Teknik. Di alam terdapat struktur biologi ukuran mikro/nano yang telah berevolusi selama jutaan tahun yang menjadikannya mempunyai sifat unik dan tidak biasa. Selama dua abad terakhir telah banyak dilakukan penelitian dan pengembangan yang terinspirasi atau meniru dari alam. Di alam banyak ditemukan daun tanaman yang menunjukkan sifat anti/menolak air. Tanaman yang cukup terkenal adalah daun teratai, yang bersifat paling hidrofobik dengan sudut kontak air lebih tinggi dari  $160^\circ$  dan sudut geser lebih rendah dari  $5^\circ$ , maka permukaannya selalu bersih. Ketika hujan, tetesan air hujan yang turun pada permukaan daun teratai akan membentuk bola-bola kecil mengkilap lalu dengan cepat menggelinding dari permukaan dengan mengumpulkan kotoran di sepanjang jalan menggelindingnya. Di permukaan daun teratai, adhesi antara tetesan air dan partikel debu lebih kuat dari pada adhesi antara debu dan permukaan, maka tetes air akan mengambil partikel debu saat menggelinding pada daun teratai. Hal ini biasa dikenal dengan istilah '*Lotus Effect*'. Telah banyak penelitian yang dilakukan tentang permukaan hidrofobik. Lalu diketahui bahwa untuk menjadikan permukaan hidrofobik dilakukan dengan menurunkan energi permukaan, serta lainnya adalah melakukan modifikasi struktur kasar dengan energi permukaan rendah. Sehingga bisa langsung meniru dengan mengendalikan struktur mikro geometri permukaan dan merendahkan energi permukaan pada permukaan bahan (Latthe, 2014).

Permukaan anti air yang memiliki sudut kontak air lebih dari  $150^\circ$  dan sudut geser kurang dari  $10^\circ$  merupakan permukaan superhidrofobik. Hal ini sesuai dengan yang ada di alam seperti diatas. Fenomena ini dapat dilihat pada tetesan air yang tidak bisa menempel pada permukaan daun namun hanya berguling di atasnya. Dari hal itu dapat diterapkan pada teknologi. Bahan permukaan hidrofobik transparan memiliki aplikasi yang cukup potensial pada bidang optik seperti pada kaca depan mobil, panel sel surya, kaca mata, kaca pada perangkat elektronik. Oleh karena itu banyak peneliti yang mulai tertarik untuk pengembangan hal itu. Meningkatnya ketertarikan dalam efisiensi energi membuat para peneliti mengembangkan bahan pelapis yang bisa bersifat *self-cleaning* dan transparan. Misalnya saja pada saat ini kebutuhan akan sumber energi alternatif, karena itu terjadi kemajuan pada bidang pembuatan solar sel. Namun, menempelnya debu, kotoran polusi, salju, rontokan pohon dan kotoran burung di permukaan solar sel yang bisa menghalangi sinar matahari mencapai solar sel sehingga dapat mengurangi efisiensi dan produksi dari energi yang dihasilkan oleh solar sel. Selain itu, pelapis hidrofobik juga sangat berguna sebagai pelindung gedung-gedung, pakaian, kertas-kertas dan karya seni (Zhang, 2017)

## 1.2 Rumusan Masalah

Permasalahan yang terdapat dalam penelitian ini adalah :

1. Bagaimana hasil sintesis silika dengan menggunakan metode sol-gel ?
2. Bagaimana metode preparasi lapisan hidrofobik pada substrat kaca ?
3. Bagaimana pengaruh variasi temperatur *annealing* dalam pembuatan material lapisan hidrofobik ?

### **1.3 Batasan Masalah**

Batasan masalah pada penelitian ini adalah

1. Bahan yang digunakan adalah silika yang disintesis dengan menggunakan metode sol-gel .
2. Pada proses *annealing* dilakukan dengan variasi temperatur *annealing* 80°C, 100°C, 120°C dan 140°C
3. Substrat yang digunakan berupa kaca polos transparan dengan ukuran 24x24x1 mm.

### **1.4 Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Untuk mengetahui hasil sintesis silika dengan menggunakan metode sol-gel
2. Untuk memperoleh lapisan hidrofobik pada substrat kaca.
3. Untuk mengetahui pengaruh variasi temperatur *annealing* pada material lapisan hidrofobik.

### **1.5 Manfaat Hasil Penelitian**

Manfaat hasil penelitian yang dapat diperoleh bagi peneliti, laboratorium dan pembaca adalah untuk mengetahui pengaruh variasi temperatur *annealing* dalam pembuatan lapisan hidrofobik.

### **1.6 Sistematika penulisan**

Penulisan Tugas Akhir ini terdiri dari abstrak yang berisi gambaran umum dari penelitian ini. Bab I pendahuluan yang memuat latar belakang, perumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah, manfaat penelitian, serta 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, serta Bab V berupa kesimpulan dan saran.

*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*



## **BAB II**

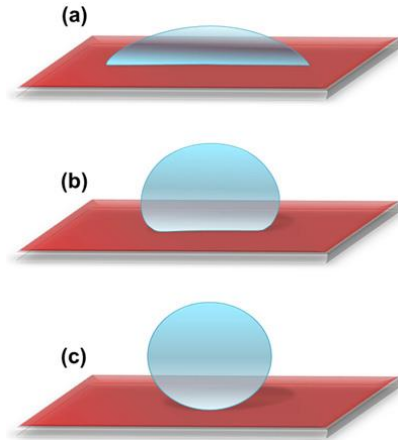
### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Bahan hidrofobik**

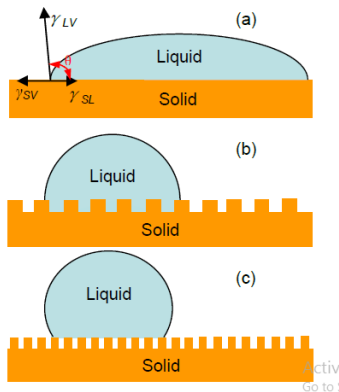
Hidrofobik berasal dari bahasa Yunani terdiri dari dua kata yaitu *Hydro* (air) dan *phobos* (takut) yang berarti takut air. Ketika molekul hidrofobik didispersikan ke dalam air maka akan ditolak di permukaan air atau molekul akan berkumpul. Pada permukaan hidrofobik yang ditetesi air akan membuat air mengumpul dan menunjukkan sudut kontak air yang besar (Drelich, 2011). Sudut kontak air pada permukaan padat bervariasi yang dipengaruhi energi permukaan dan kekasaran permukaan padat. Energi permukaan ditentukan oleh struktur kimia permukaan, yaitu tergantung pada komposisi kimia dan susunan atom di permukaan. Dengan mengurangi energi permukaan dapat meningkatkan nilai sudut kontak. Selain itu meningkatkan sudut kontak juga bisa dengan meningkatkan kekasaran permukaan. Secara konsep, ketika meningkatkan kekasaran juga akan meningkatkan luas permukaan yang menyebabkan peningkatan nilai energi permukaan padatan. Sudut kontak akan meningkat dengan meningkatnya kekasaran permukaan hidrofobik (Shang, 2005).

Air yang terjatuh berinteraksi pada permukaan benda padat dapat dikategorikan menjadi bersifat hidrofilik, hidrofobik, dan superhidrofobik. Besarnya sudut kontak sering digunakan untuk menentukan sifat dari permukaan benda padat. Permukaan hidrofilik mempunyai daya tarik yang kuat pada air, sedangkan permukaan hidrofobik sangat menolak air. Permukaan yang bersifat hidrofilik saat memiliki sudut kontak air kurang dari 90, bersifat hidrofobik saat memiliki sudut kontak lebih besar dari 90 serta bersifat superhidrofobik saat memiliki sudut kontak lebih besar dari 150. (Latthe, 2014).

kebasahan adalah sifat penting yang sangat berpengaruh pada permukaan padat. Sifat kebasahan pada permukaan padat sangat tergantung pada dua hal yaitu, energi dan kekasaran permukaan (Song, 2013).



**Gambar 2.1.** sudut kontak air (a) Hidrofilik (b) Hidrofobik (c) Superhidrofobik



**Gambar 2.2.** Skema ilustrasi (a) model Young (b) model Wenzel (c) model Cassie-Baxter.

### 2.1.1 Model *Young*

Persamaan Young adalah persamaan yang paling sederhana untuk menjelaskan gaya keseimbangan yang terjadi pada tetesan air yang terjatuh di permukaan padat (Gambar 2a). Sudut kontak yang terjadi terkait dengan energi antarmuka yang terjadi antara padat-cair, gas-padat, dan gas-cair dapat dijelaskan dari persamaan 1

$$\cos(\theta) = \frac{\gamma_{sv} - \gamma_{sl}}{\gamma_{lv}} \dots\dots\dots(2.1)$$

Pada persamaan young ada keterbatasan karena hanya dapat diterapkan pada permukaan halus dan homogen (song, 2013).

### 2.1.2 Model *Wenzel*

Pada persamaan young tidak dapat menjelaskan bila digunakan pada permukaan datar yang dipengaruhi kekasaran permukaan. Sangat sulit ditemukan di alam permukaan datar yang sempurna seperti yang diasumsikan dalam pendekatan Young. Jadi, dalam kebanyakan kasus, faktor kekasaran harus dipertimbangkan (Gambar 2b). Wenzel (1936) mengusulkan sebuah model untuk menggambarkan sudut kontak  $\theta'$  pada permukaan kasar dengan memodifikasi persamaan young seperti berikut :

$$\cos(\theta') = \frac{r(\gamma_{sv} - \gamma_{sl})}{\gamma_{lv}} = r \cos(\theta) \dots\dots\dots(2.2)$$

Pada Persamaan 2, parameter  $r$ , adalah faktor kekasaran, yang didefinisikan sebagai rasio luas permukaan kasar yang sebenarnya terhadap daerah proyeksi geometris. Karena  $r$  selalu lebih besar dari

satu. kekasaran permukaan meningkatkan hidrofilitas pada permukaan hidrofilik. Juga sebaliknya, itu meningkatkan hidrofobitas pada permukaan hidrofobik. Dengan kata lain, dalam kekasaran model Wenzel meningkatkan keduanya hidrofilitas dan hidrofobitas. (Song, 2013)

### 2.1.3 Model *Cassie-Baxter*

Bila permukaannya terdapat lekukan-lekukan kecil, yang tidak bisa diisi oleh cairan namun diisi dengan udara (Gambar 2c), maka digunakan metode *Cassie-Baxter* (1944). Cassie mengusulkan sebuah persamaan yang menggambarkan sudut kontak pada permukaan Terdiri dari padat-cair dan udara-cair dengan daerah pembasahan pada  $f$ , Dengan demikian, sudut kontak air  $\theta$  dapat dijelaskan dari persamaan 3, yang mengasumsikan sudut kontak air dengan udara  $180^\circ$ .

$$\cos(\theta') = f \cos(\theta) + (1 - f) \cos 180^\circ = f \cos(\theta) + f - 1 \dots (2.3)$$

(song, 2013)

## 2.2 Metode Sol-Gel

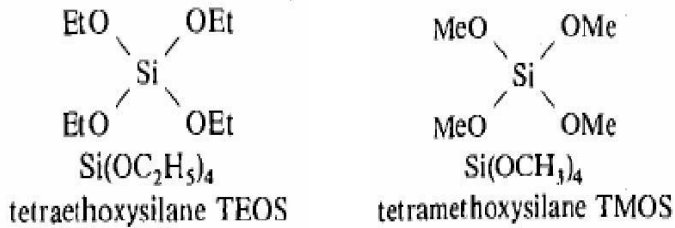
Salah satu metode yang cukup terkenal dalam sintesis nanopartikel yaitu metode sol gel. Metode sol-gel prosesnya cukup mudah dan sederhana. Pada prosesnya metode ini menggunakan larutan sebagai mediana sehingga termasuk "*wed method*". Sesuai dengan namanya, pada proses metode sol-gel larutan mengalami perubahan fasa dari sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) dan lalu menjadi gel (koloid namun memiliki fraksi solid yang lebih besar) (Purwanto, 2008).

Istilah sol-gel digunakan secara luas untuk menggambarkan

preparasi material keramik melalui suatu proses yang meliputi preparasi sol, gelasi sol, dan penghilangan fasa cair. Sol merupakan suspensi partikel koloid dalam fasa cair, dimana partikel terdispersi masih mengalami gerak Brownian (Brownian motion) atau difusi Brownian (Brownian *diffusion*). Gel merupakan jaringan material padat yang mengandung komponen cair, dimana keduanya berada dalam fasa terdispersi. Secara umum teknik sol-gel digambarkan sebagai metode dimana padatan, biasanya keramik, dibentuk melalui reaksi hidrolisis dan kondensasi dari molekul dalam fasa cair.

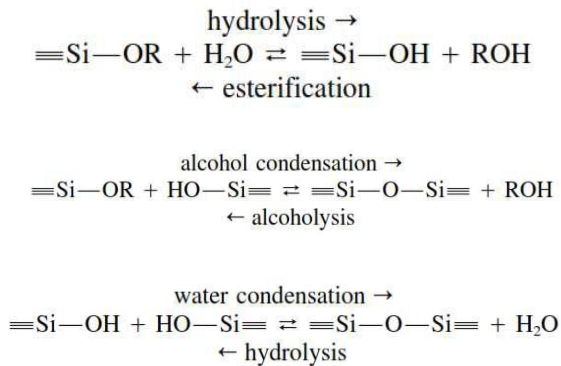
Teknik pemrosesan sol-gel umumnya dibagi atas dua, yaitu teknik *particulate gel* yang mana solnya terdiri dari partikel koloid padat yang berukuran 1-1000 nm, dan teknik *polimeryc gel* yang mana solnya terdiri dari rantai polimer tetapi tidak memiliki partikel padat yang berukuran lebih besar dari 1 nm. Ketika ukuran partikel mencapai batas terendah rentang ukuran koloid, maka perbedaan antara teknik *particulate gel* dan teknik *polymeric gel* menjadi tidak jelas.

Di dalam teknik pemrosesan sol-gel, senyawa awal (prekursor) yang dipakai untuk preparasi sol terdiri dari garam-garam organik atau senyawa metal organik. Di dalam penelitian-penelitian sol-gel, jenis prekursor yang sering digunakan berasal dari senyawa metal alkoksida, termasuk ke dalam jenis prekursor metal organik yang memiliki ligan organik yang terikat pada atom metal atau metalloid. Hal ini dikarenakan kemudahannya untuk mengalami reaksi hidrolisis dengan air (reaksi ini sangat penting pada proses sol-gel selain reaksi kondensasi). Metal alkoksida yang sering digunakan pada proses sol-gel adalah *tetraethoxysilane* (*tetraethyl orthosilicate*-TEOS),  $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$  dan *tetramethoxysilane* (*tetramethyl orthosilicate*-TMOS),  $\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$ .



**Gambar 2.3** struktur TEOS dan TMOS

Terdapat tiga reaksi yang umumnya digunakan untuk menggambarkan proses sol-gel, yaitu hidrolisis, kondensasi alkohol, dan kondensasi air. Laju dari ketiga reaksi ini sangat dipengaruhi oleh berbagai faktor antara lain, pH, temperatur dan waktu reaksi, konsentrasi reagen, katalis,  $\text{H}_2\text{O}/\text{Si}$  *molar ratio* (R), temperatur dan waktu *aging*, dan pemanasan (*drying*). Ketiga reaksi tersebut dapat dilihat pada gambar di bawah ini



**Gambar 2.4** Tiga Reaksi Pada Proses Sol-Gel

Reaksi hidrolisis merupakan reaksi penggantian gugus alkoksida (-OR) oleh gugus hidroksil (-OH). Reaksi kondensasi

yang mengandung gugus silanol (Si-OH) akan menghasilkan ikatan siloksan (Si-O-Si) ditambah produk air untuk kondensasi air dan alkohol untuk kondensasi alkohol. Umumnya, reaksi kondensasi mulai terjadi sebelum reaksi hidrolisis selesai. Faktor-faktor seperti pH,  $H_2O/Si$  molar ratio (R), dan katalis dapat mempercepat terjadinya reaksi hidrolisis sebelum reaksi kondensasi terjadi. Karena air dan alkoksida tidak larut satu sama lain, maka digunakanlah pelarut seperti alkohol. Dengan keberadaan alkohol sebagai agen homogenisasi, hidrolisis dapat dilakukan dengan mudah. (Brinker, 1990)

Metode ini sering digunakan dalam bidang pembuatan komposit, keramik, polimer, lensa kontak, dan serat (fiber). Metode itu mampu menghasilkan bahan yang halus, seragam (*uniform*), homogen serta kemurniannya tinggi (Ningsih, 2016). Teknologi Sol-gel sangat efisien untuk modifikasi bahan di mana ukuran partikel, porositas, ketebalan pada lapisan tipis dapat dikontrol dengan komposisi dan struktur yang berbeda. Maka bahan tersebut dapat sesuai penggunaannya dalam berbagai bidang yaitu di bidang elektronik, optik, teknologi suhu tinggi, teknologi kimia, biokimia dan obat-obatan. (Dimitriev, 2008).

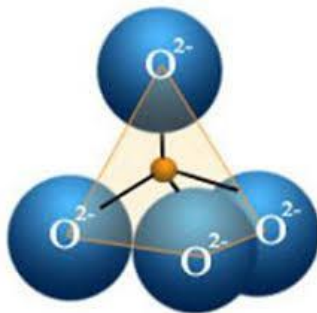
### 2.3 TEOS

Etil silikat biasa dikenal dengan *tetra ethyl ortho silicate* (TEOS), adalah monomer dari etil silikat-40. *Tetra ethyl ortho silicate* (TEOS) merupakan senyawa yang berbentuk cairan tidak berwarna. Senyawa ini termasuk senyawa silikon ester. Silikon ester merupakan senyawa silikon yang mempunyai unsur oksigen di antara silikon dan gugus organik seperti  $\equiv SiOR$  Ester silikat, seperti *tetraethoxysilane* (TEOS). Telah banyak dilakukan penelitian dan biasa diaplikasikan sebagai pengikat material, terutama digunakan

pada bahan pasir. Produk yang menggunakan TEOS di polimerasi melalui proses sol-gel yang dapat meningkatkan gaya kohesi antara material. Salah satu kelebihan utama dari produk ini yaitu TEOS memiliki viskositas yang rendah sehingga mudah untuk masuk ke dalam struktur material. Bahan gel yang terbentuk dari hasil polimerisasi menjadikan kekuatan silikon-oksigen stabil (Luo, 2014)

## 2.4 Pasir Silika

Silika atau dikenal dengan silikon dioksida ( $\text{SiO}_2$ ) merupakan senyawa yang terbentuk dari atom silikon dan oksigen. Karena oksigen adalah unsur yang melimpah di kulit bumi, sementara silikon adalah unsur kedua terbanyak, maka bentuk silika adalah bentuk yang sangat umum ditemukan di alam. Silika alam yang masih murni berbentuk kristal, sangat jarang yang berbentuk amorf. Silika terbentuk melalui ikatan kovalen yang kuat serta memiliki struktur dengan empat atom oksigen terikat pada posisi sudut tetrahedral di sekitar atom pusat yaitu atom silikon. Silika dapat diperoleh dari silika mineral, nabati dan sintesis kristal (Pakpahan, 2016).



**Gambar 2.5** struktur tetrahedral silika



Silika mineral adalah senyawa yang banyak ditemui dalam bahan tambang/galian yang berupa mineral seperti pasir kuarsa, granit, dan feldspar yang mengandung kristal-kristal silika ( $\text{SiO}_2$ ). Silika mengandung senyawa pengotor yang terbawa selama proses pengendapan. Pasir kuarsa juga dikenal dengan nama pasir putih merupakan hasil pelapukan batuan yang mengandung mineral utama seperti kuarsa dan feldspar. Pasir kuarsa mempunyai komposisi gabungan dari  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ , dan  $\text{K}_2\text{O}$ , berwarna putih bening atau warna lain bergantung pada senyawa pengotornya. Silika biasa diperoleh melalui proses penambangan yang dimulai dari menambang pasir kuarsa sebagai bahan baku. Pasir kuarsa tersebut kemudian dilakukan proses pencucian untuk membuang pengotor yang kemudian dipisahkan dan dikeringkan kembali sehingga diperoleh pasir dengan kadar silika yang lebih besar bergantung dengan keadaan kuarsa dari tempat penambangan. Pasir inilah yang kemudian dikenal dengan pasir silika atau silika dengan kadar tertentu (Anonim, 2013).

Kemajuan pada bidang nanoteknologi menyebabkan produksi silika berukuran nano semakin meningkat. Pasir silika telah banyak digunakan sebagai pengisi pada bahan komposit. Partikel silika yang didapatkan berasal dari alam mengandung pengotor seperti logam sehingga belum sesuai untuk digunakan pada penelitian dan industri. Maka pasir silika alam harus dilakukan ekstraksi untuk mendapatkan partikel silika murni. Jadi, perlu dilakukan sintesis untuk mendapatkan silika murni (Rahman, 2012). Pembuatan silika nanopartikel akan digunakan sebagai pelapis permukaan kasar. Silika nanopartikel mudah untuk disintesis, dikarenakan tidak berbahaya, memiliki transmitansi yang baik, susunan kimia yang stabil. Telah banyak peneliti menggunakan  $\text{SiO}_2$  sebagai bahan lapisan hidrofobik (Widati, 2017).

## 2.5 Etanol

Etanol (Etil Alkohol) Etanol, disebut juga etil alkohol, alkohol murni, alkohol absolut, atau alkohol saja, adalah sejenis cairan yang mudah menguap, mudah terbakar, tak berwarna, dan merupakan alkohol yang paling sering digunakan dalam kehidupan sehari-hari. Etanol termasuk ke dalam alkohol rantai tunggal, dengan rumus kimia  $C_2H_5OH$  dan rumus empiris  $C_2H_6O$ . Ia merupakan isomer konstitusional dari dimetil eter. Etanol sering disingkat menjadi EtOH, dengan “Et” merupakan singkatan dari gugus etil ( $C_2H_5$ ). Semakin banyak jumlah pelarut semakin banyak pula jumlah produk yang akan diperoleh, hal ini dikarenakan distribusi partikel dalam pelarut semakin menyebar, sehingga memperluas permukaan kontak dan perbedaan konsentrasi dalam pelarut dan padatan semakin besar (gamse, 2002). Pada umumnya pelarut yang sering digunakan adalah etanol karena etanol mempunyai polaritas yang tinggi sehingga dapat mengekstrak bahan lebih banyak dibandingkan jenis pelarut organik yang lain. Pelarut yang mempunyai gugus karboksil (alkohol) dan karbonil (keton) termasuk dalam pelarut polar. Etanol mempunyai titik didih yang rendah dan cenderung aman. Etanol juga tidak beracun dan berbahaya. Kelemahan penggunaan pelarut etanol adalah etanol larut dalam air, dan juga melarutkan komponen lain seperti karbohidrat, resin dan gum. Larutnya komponen ini mengakibatkan berkurangnya tingkat kemurniannya. Keuntungan menggunakan pelarut etanol dibandingkan dengan aseton yaitu etanol mempunyai kepolaran lebih tinggi sehingga mudah untuk melarutkan senyawa resin, lemak, minyak, asam lemak, karbohidrat, dan senyawa organik lainnya. (Paturau, 1982)

## **BAB III METODOLOGI**

### **3.1 Alat dan Bahan**

#### **3.1.1 Alat**

Peralatan yang digunakan yaitu gelas beker, neraca digital, spatula kaca, magnet, ayakan (145, 250 dan 400) mesh, pipet, gelas ukur, gelas beker, pengaduk magnetik (*hot plate*) dan *magnetic stirrer*, *planetary milling*, bola zirkon, buret, kertas PH meter, *spray gun*, kertas saring, corong, mortar, *ultrasonic cleaner*, cuvet, *aluminium foil*. Sedangkan untuk karakterisasi yang digunakan adalah *X-Ray Fluorescence (XRF)* untuk mengetahui unsur yang ada dalam bahan, Particle Size Analyzer (PSA) untuk mengetahui ukuran partikel, X-Ray Diffractometer (XRD) untuk mengetahui fasa yang terbentuk, Spektrofotometer UV-Vis Untuk menunjukkan tingkat transparansi kaca, *Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)* untuk mengetahui gugus fungsi, Scanning Electron Microscopy (SEM) untuk mengetahui morfologi permukaan.

#### **3.1.2 Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah pasir silica, NaOH (natrium hidroksida), *Aquades*, Alkohol, *Tetraethoxysilane (TEOS)*, etanol, heksana, Asam klorida (HCl), *trimethylchlorosilane (TMCS)*, substrat kaca 24x24x1 mm

### **3.2 Langkah Kerja**

#### **3.2.1 Sintesis Silika**

Sintesis silika diawali dengan pasir alam diayak 145 mesh, dicuci dengan *aquades*. Lalu dilakukan separasi magnetik. Dilakukan pereduksian ukuran dengan menggunakan *planetary milling*. Setelah kering dilakukan perendaman pada HCl selama 4

jam, lalu dicuci dengan menggunakan *aquades* sampai PH 7 dan dikeringkan. Selanjutnya proses solgel pertama dilarutkan dengan NaOH pada suhu 250 C selama 2 jam, lalu disaring dengan kertas saring. Setelah itu dilakukan titrasi dengan HCL 2M sampai PH 7,. Hasil larutan yang didapatkan dikeringkan lalu dihaluskan dengan mortar dan diayak.

### 3.2.2 Preparasi Lapisan Hidrofobik.

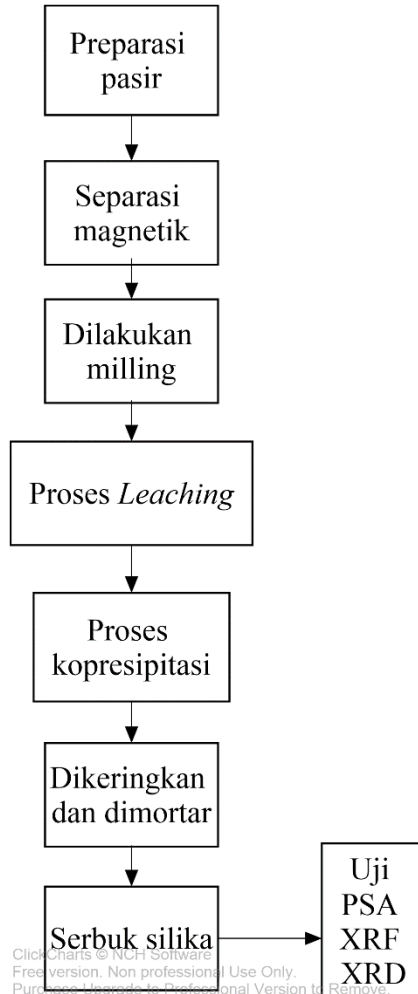
Larutan HCl ditambahkan dengan *aquades* sampai ph menjadi 2, larutan tersebut dicampur dengan TEOS dengan perbandingan 1 : 4,6 menggunakan *magnetic stirrer* selama 2 jam menjadi asam silikat  $\text{Si}(\text{OH})_4$ . Bahan bubuk silika didispersikan pada etanol dengan menggunakan *magnetic stirrer* dan *ultrasonic vibrator* selama 30 menit. Asam silikat ditambahkan pada campuran silika/etanol menggunakan magnetik stirrer dan ultrasonic vibrator selama 2 jam.

Bahan substrat yang digunakan berupa kaca polos 24x24x1 mm. Kaca dibersihkan dengan *ultrasonic cleaner* selama 30 menit dengan HCl, NaOH, *aquades*, etanol, alkohol. Lalu dikeringkan pada suhu 50 C selama 2 jam. Kaca dimasukkan ke dalam *UV cleaning mechine* selama 20 menit. Selanjutnya, kaca dicelupkan ke sol silika hingga membasahi seluruh lapisan kaca (*dip coating*). Lalu, dipanaskan pada suhu 80°C selama 4 jam dan 180°C selama 6 jam. Dilakukan proses solvotermal dengan menggunakan campuran TMCS-heksana selama 30 menit. Kemudian di *annealing* dengan variasi suhu 80°C, 100°C, 120°C, dan 140°C selama 4 jam.

### 3.3 Diagram Alir

#### 3.3.1 Sintesis Silika

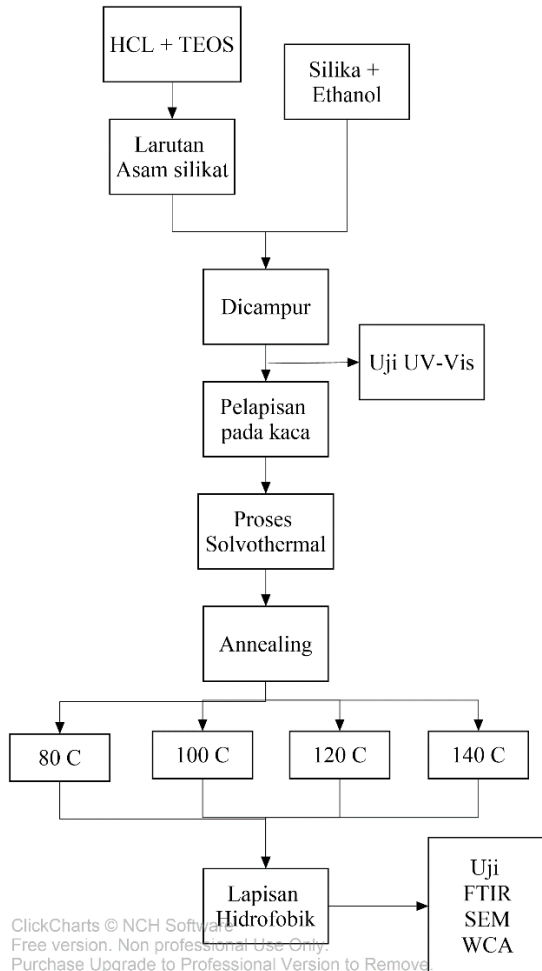
Adapun diagram alir pada sintesis silika sebagai berikut,



**Gambar 3.1** Diagram alir sistesis silika.

### 3.3.2 Preparasi Lapisan Hidrofobik

Adapun diagram alir pada preparasi lapisan hidrofobik adalah



**Gambar 3.2** Diagram alir preparasi lapisan hidrofobik

## **BAB IV**

### **ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN**

#### **4.1 Analisis Sintesis Silika**

Pasir silika yang didapatkan dari alam dibersihkan untuk menghilangkan pengotor yang ada di dalamnya. Pasir alam yang telah dikeringkan dilakukan separasi magnetik untuk menghilangkan kandungan logam. Lalu ukuran pasir direduksi dengan *ball milling* dengan metode basah (*wet milling*). Media yang dipakai adalah Alkohol 96%. Bola yang digunakan untuk menggerus pasir terbuat dari zirconia bentuk tabung. Dari metode ini didapatkan pasir dengan ukuran makro. Pasir yang telah dihaluskan direndam di dalam larutan HCl 2M sebanyak 300 ml. Proses ini dinamakan proses ekstraksi padat cair (*leaching*). Pencucian dengan HCl bertujuan untuk melarutkan oksida lain selain SiO<sub>2</sub>. Kemudian sampel dicuci dengan aquades untuk memurnikannya kembali dan dikeringkan dengan *stirrer*. Selanjutnya dilakukan proses sol gel. Pasir silika direaksikan dengan NaOH. NaOH digunakan pada proses ini karena silika larut dalam larutan alkali terutama NaOH. Untuk mempercepat pencampuran antara NaOH dan silika, maka dilakukan pengadukan. Dari pencampuran NaOH dan SiO<sub>2</sub> akan menghasilkan natrium silikat Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>. Kemudian disaring dengan kertas saring. Larutan yang lolos saring dititrasi sedikit demi sedikit dengan penetesan HCl dikontrol sampai pH akhirnya 7 dan terbentuk silika hidrogel. Lalu dikeringkan pada suhu 100°C. tujuannya untuk menguapkan Kandungan air yang mengisi pori-pori pada silika sehingga terbentuk serogel atau gel silika kering. Setelah didapatkan serogel, dilakukan penggerusan dengan menggunakan mortar untuk mendapatkan silika bentuk serbuk. Kemudian dilakukan pengayakan untuk mendapatkan ukuran serbuk yang seragam.

Serbuk pasir yang didapatkan memiliki warna lebih putih dan lebih halus dibandingkan pasir awal.

Dari hasil yang didapatkan dilakukan pengujian PSA untuk mengetahui ukuran rata-rata serbuk pasir. Hasil uji PSA menunjukkan diameter partikel sebesar 550,5 nm. Selain itu dilakukan pengujian *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk mengetahui kandungan kimia dan konsentrasi unsur-unsur yang terdapat dalam silika setelah melalui proses sintesis. Hasil pengujian XRF dapat dilihat pada tabel 4.1

**Tabel 4.1** Hasil uji XRF

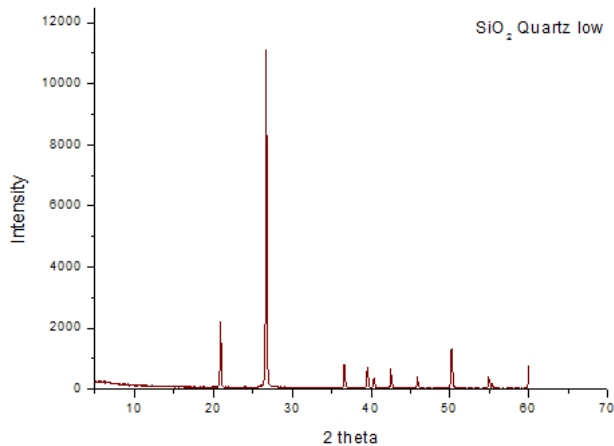
<b>Unsur</b>	<b>Persentasi</b>
<b>Si</b>	90,9 %
<b>P</b>	0,87 %
<b>K</b>	0,53 %
<b>Ca</b>	0,93 %
<b>Sc</b>	0,01 %
<b>Ti</b>	0,67 %
<b>V</b>	0,02 %
<b>Cr</b>	0,061 %
<b>Mn</b>	0,051 %
<b>Fe</b>	0,517 %
<b>Ni</b>	0,02 %
<b>Cu</b>	0,093 %
<b>Zr</b>	5,3 %
<b>Yb</b>	0,05 %

Dapat dilihat bahwa kandungan unsur kimia yang ada dalam sampel

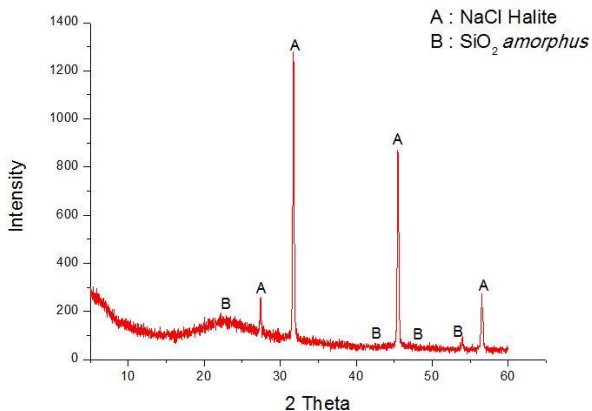


beserta konsentrasinya. Nilai persentasi unsur Si memiliki nilai 90,9% berarti terdapat unsur selain Si dengan persentase kurang dari 10%. Kandungan unsur-unsur lain tersebut memiliki nilai yang kecil sehingga tidak cukup berpengaruh pada penelitian.

Bentuk umum fasa kristal silika antara lain adalah *tridimit*, *quartz*, dan *kristobalit*. Bentuk struktur *quartz*, *crystobalite*, dan *tridymite* yang merupakan jenis kristal utama silika memiliki stabilitas dan kerapatan yang berbeda. Dilakukan pengujian XRD untuk mengetahui fasa kristalinitas silika. Hasil karakterisasi XRD pada serbuk dapat dilihat pada gambar 4.1 dan 4.2. Data yang diperoleh dari XRD berupa data intensitas sinar-X yang terdifraksi dan sudut difraksi. Puncak-puncak yang muncul menunjukkan satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu. Dari data tersebut dilakukan pengolahan dengan menggunakan *software* Match2. Hasil



**Gambar 4.1** Hasil pengujian XRD sebelum metode sol gel



**Gambar 4.2** Hasil pengujian XRD setelah metode sol gel

pengolahan XRD tersebut kemudian dicocokkan dengan data ICDD (*International Centre for Diffraction Database*) yaitu data penelitian sebelumnya yang sudah dilakukan. Pada pengujian sampel silika yang pertama sebelum proses sol gel menunjukkan bahwa silika memiliki fasa *quartz*. Hal tersebut diketahui dari melihat pola grafik hasil XRD seperti pada gambar 4.1. Pada pencocokan data hasilnya sesuai dengan data PDF no 96-101-1160. Dengan puncak pertama berada pada 20,87 dan puncak kedua pada 26,66. Lalu, setelah dilakukan proses sol gel hasil pengujian diindikasikan bahwa silika setelah proses pemurnian memiliki fasa *amorphus*. Hal ini dilihat dari puncak yang landai dan lebar berada pada  $2\theta$  sebesar 22,11°. Untuk puncak-puncak tertinggi yang ditunjukkan berasal dari pengotor pada silika. Fasa amorf pada silika yang tidak terlalu terlihat ini disebabkan oleh adanya fasa pengotor NaCl halite yang lebih dominan. Dimana NaCl tersebut memiliki fase kristalin sehingga fasa amorphus dari SiO<sub>2</sub> tidak terlihat. Banyak puncak-puncak yang teridentifikasi milik NaCl fase *halite*. Terdapat

kandungan NaCl halite yang cukup banyak dikarenakan kesalahan pada metode sol gel. Pada proses penetralan PH keasaman sehingga dilakukan pencucian dengan air. Namun kandungan NaCl didalam larutan masih tertinggal. Sehingga dari data XRD yang didapatkan kandungan NaCl masih terlihat cukup banyak pada sampel.

#### **4.2 Analisis Pelapisan Kaca**

Pada penelitian ini digunakan pasir silika sebagai bahan dasar pembuatan lapisan hidrofobik. Pencampuran dilakukan antara serbuk nanosilika, TEOS, etanol, Aquades. Metode yang digunakan adalah metode sol-gel. Metode ini dilakukan dengan hidrolisis TEOS yang terlarut pada aquades. TEOS mudah terhidrolisis oleh air dan mudah digantikan oleh gugus OH. Dari campuran tersebut terbentuk asam silikat disebabkan karena proses kondensasi. Dalam wadah yang berbeda, partikel nanosilika didispersikan pada larutan etanol dengan menggunakan *magnetic stirrer* dan *ultrasonic vibrator*. Pengadukan pada zat pelarut adalah penting karena akan menaikkan proses difusi sehingga bahan tercampur secara merata. Pada campuran tersebut ditambahkan larutan asam silikat dari metode sol gel yang sudah dibuat. Pencampuran asam silikat dengan silika akan menghasilkan ikatan hidrogen membentuk gugus silanol Si-OH. Reaksi kondensasi yang mengandung gugus silanol (Si-OH) akan menghasilkan ikatan siloksan (Si-O-Si) (Zhang, 2017)

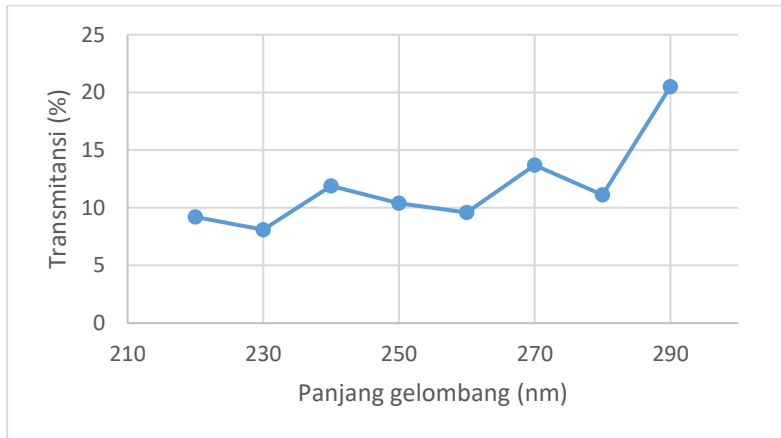
Kaca substrat yang digunakan yang biasanya dipakai dalam kaca substrat untuk mikroskop. Dengan ukuran 24x24x1 mm. Substrat kaca dibersihkan untuk menghilangkan kotoran-kotoran yang masih menempel. Proses pembersihan kaca ini dengan menggunakan bahan aquades, etanol, dan alkohol dengan menggunakan *Ultrasonic Cleaner*. Setelah itu dilakukan pembersihan dengan sinar ultraviolet selama 20 menit. Selanjutnya, kaca dicelupkan larutan silika hingga membasahi seluruh lapisan

kaca secara merata. Untuk menguatkan ikatan antar silika, kaca dipanaskan pada suhu  $80^{\circ}\text{C}$  selama 4 jam dan  $180^{\circ}\text{C}$  selama 6 jam. Setelah pelapisan silika, dilakukan proses solvothermal dengan campuran TMCS dan heksana. Metode *solvothermal* merupakan teknik pemanasan pelarut. Sintesis *solvothermal* terjadi pada atau di atas suhu titik didihnya dan tekanan tinggi. Uap yang dihasilkan dari pemanasan larutan akan menempel pada permukaan lapisan kaca sehingga akan terjadi ikatan antara bahan TMCS dengan lapisan tipis. Setelah itu dilakukan proses *annealing*. Ada beberapa aspek yang harus diperhatikan diantaranya temperatur *annealing* dan *holding time*. Pada penelitian ini dilakukan variasi temperatur yaitu  $80^{\circ}\text{C}$ ,  $100^{\circ}\text{C}$ ,  $120^{\circ}\text{C}$  dan  $140^{\circ}\text{C}$  untuk mengetahui pengaruhnya. *Annealing* dengan variasi temperatur dimaksudkan agar lapisan tipis yang terbentuk menuju kristal dan meningkatkan homogenitas serta kerapatan butiran kristal (Umiami, 2001). Temperatur *annealing* merupakan faktor yang sangat penting serta berpengaruh terhadap ukuran butir dan kekasaran morfologi. Kekasaran morfologi akan berpengaruh pada sifat hidrofobik.

### 4.3 Analisis Uji UV-Vis

Spektrofotometri Sinar Tampak (UV-Vis) adalah pengukuran energi cahaya oleh suatu sistem kimia pada panjang gelombang tertentu. Sinar ultraviolet (UV) mempunyai panjang gelombang antara 200-400 nm, dan sinar tampak (visible) mempunyai panjang gelombang 400-750 nm. Cahaya saat mengenai larutan bening akan mengalami 2 hal yaitu transmitansi dan absorbansi. Nilai dari transmitansi berbanding terbalik dengan absorbansi. Absorbansi merupakan banyaknya cahaya atau energi yang diserap oleh partikel-partikel dalam larutan, sedangkan transmitansi merupakan bagian dari cahaya yang diteruskan melalui larutan. Pengujian UV-Vis yaitu digunakan untuk mengetahui nilai transmitansi larutan

silika, dimana dapat dikaitkan dengan transparansi substrat kaca yang telah terlapisi lapisan Hidrofobik. Nilai dari transmitansi uji UV-Vis dapat dilihat pada grafik dibawah ini.



**Gambar 4.3** Hasil Pengujian UV-Vis

Berdasarkan gambar 3 dapat dilihat bahwa hasil pengujian larutan silika terjadi kenaikan nilai transmitansi pada panjang gelombang 290-300 nm, sehingga pada panjang gelombang tersebut cahaya UV yang dipancarkan akan banyak dilewatkan oleh larutan. Pada pembuatan larutan silika dilakukan pencampuran antara silika 1 gram, etanol 200 ml dan asam silikat 2 ml. Perbandingan pencampuran tersebut akan berpengaruh pada konsentrasi larutan. semakin besar konsentrasi larutan maka larutan semakin tidak transparan sehingga transmitansi larutan akan semakin kecil. Hal ini disebabkan karena semakin tidak transparan suatu larutan atau semakin besar konsentrasinya, maka atom penyusunnya akan semakin padat mengakibatkan tumbukan partikel cahaya dengan atom-atom penyusun lapisan akan semakin sering sehingga sulit

bagi cahaya untuk dapat melewati larutan. dengan larutan yang memiliki nilai transmitansi tinggi maka bila dilakukan pelapisan kaca akan menjadi semakin transparan Karena antara pelapis dan kaca memiliki bahan penyusun yang hampir sama. Kandungan dari kaca dapat dilihat seperti pada tabel 4.2

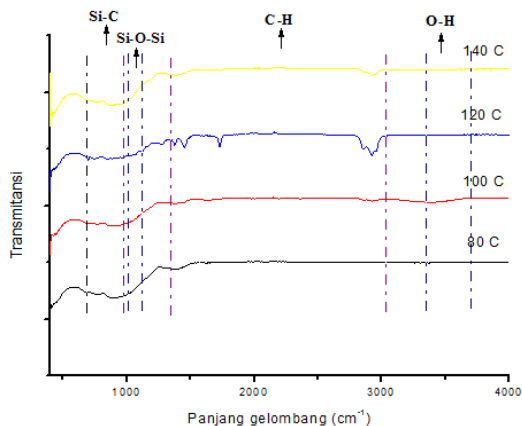
**Tabel 4.2** Kandungan serbuk kaca

Unsur	Serbuk kaca
SiO <sub>2</sub>	61,72%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,45%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,18%
CaO	2,59%

(hanafiah, 2011).

#### 4.4 Analisis Uji FTIR

FTIR memiliki prinsip spektroskopi, yaitu memanfaatkan sinar cahaya untuk analisis. Prinsip analisis FTIR adalah menggunakan sinar radiasi inframerah. Signal yang ditangkap oleh detektor dikonversi menggunakan converter *analog-to-digital*, kemudian signal digital ditransfer menuju computer untuk *Fourier-transformation* (Stuart, 2004). Analisis spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) didasarkan pada karakterisasi gugus fungsional yang terdapat pada material hasil sintesis. Pita-pita serapan menggunakan spektrometer FT-IR pada rentang bilangan gelombang 4000 - 500 cm<sup>-1</sup>. Hasil pengukuran FTIR pada substrat kaca yang telah dilapisi dengan larutan silika ditunjukkan pada Gambar 3.4.



**Gambar 4.4** Hasil Pengujian FTIR dengan variasi temperatur *annealing*

Pada pengujian FTIR tersebut beberapa pola serapan pada beberapa daerah puncak gelombang yang menunjukkan gugus fungsi dari sampel yang diuji, seperti terlihat pada tabel 4.3.

**Tabel 4.3** Daerah puncak bilangan gelombang pada spektrum FTIR

Mode of vibration	Wavenumber (cm <sup>-1</sup> )			
	80°C	100°C	120°C	140°C
Si-OH stretching vibration	-	3369.32	-	-
C-H asymmetric stretching, CH <sub>3</sub>	-	-	-	-
C-H symmetric stretching, CH <sub>3</sub>	-	2924.61	2922.46	2923.99
C-H symmetric stretching, CH <sub>2</sub>	-	1636.87	1730.33	-
C-H asymmetric bending, CH <sub>3</sub>	-	-	1452.16	-
C-H symmetric bending, CH <sub>3</sub>	1385.57	1376.12	1375.94	1376.92
Si-CH <sub>3</sub> symmetric bending	-	-	1269.56	-
Si-O-Si symmetric stretching	-	-	-	-
Si-OH stretching vibration	-	-	-	-
Si-C rocking vibration, CH <sub>3</sub>	899.20	885.18	885.37	880.50
Si-O-Si bending vibration	773.61	-	742.93	-
Si-O-Si rocking vibration	417.86	401.74	403.62	419.74

(Yogesh, 2012)

Pola serapan silika yang muncul dari gugus silanol ( $\equiv\text{Si-OH}$ ) dan siloksan ( $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$ ). Pita serapan di daerah bilangan gelombang 3200-3700  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya Si-OH stretching dari gugus silanol ( $\equiv\text{Si-OH}$ ). Pita serapan di daerah bilangan gelombang daerah sekitar 400-800  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan ( $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$ ). Dari data tersebut menunjukkan gugus fungsi ikatan silika. Pada pola serapan di bilangan gelombang 1300-3000  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi ulur C-H dan pada pola serapan di daerah bilangan gelombang 850-900  $\text{cm}^{-1}$  Menunjukkan adanya vibrasi ulur Si-C. hal tersebut bisa terjadi karena adanya pengaruh dari proses *solvothermal* dengan menggunakan larutan TMCS-heksana. Sehingga mengindikasikan telah terjadi ikatan komposit atau ikatan antarmuka yang terjadi antara silika dengan bahan TMCS.

#### 4.5 Analisis Sifat Kebasahan lapisan

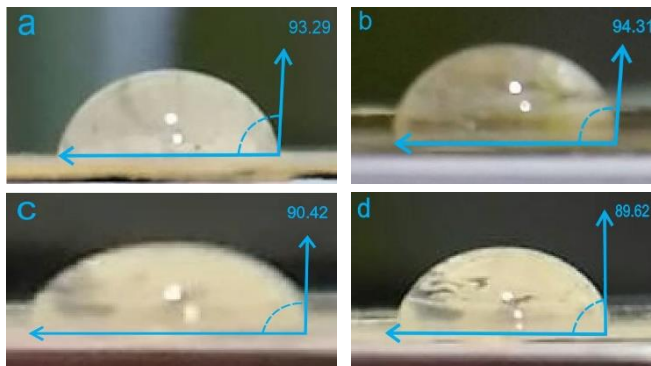
Untuk menentukan suatu permukaan dikatakan bersifat hidrofobik atau hidrofilik dengan mengetahui besar dari water contact angle (WCA). *Water contact angle* adalah suatu parameter yang digunakan untuk mengetahui sifat hidrofobik atau hidrofilik dari lapisan dengan mengukur sudut kontak yang terbentuk dari air saat berinteraksi pada permukaan lapisan. Secara teori jika sudut kontak yang terbentuk kurang dari  $90^\circ$  maka lapisan memiliki sifat hidrofilik, yang artinya memiliki gaya tolak air yang kecil untuk sehingga mudah meresap air. Sedangkan jika sudut kontak yang terbentuk lebih besar dari  $90^\circ$  maka menunjukkan memiliki sifat hidrofobik, yang artinya membutuhkan gaya tolak air yang besar sehingga tidak mudah meresap air.

Pada kaca tanpa lapisan silika mempunyai nilai sudut kontak yang kurang dari  $90^\circ$ . Hal itu berarti permukaan kaca masih bersifat hidrofilik yaitu kemampuan menolak airnya tidak baik. Untuk meningkatkan kemampuan tolak air dilakukan pelapisan pada



permukaan kaca dengan menggunakan prekursor silika secara merata. Dengan begitu nilai kekasaran permukaan kaca akan meningkat yang menyebabkan meningkatnya luas permukaan. Dengan meningkatnya luas permukaan akan meningkatkan nilai kekasaran permukaan. Apabila permukaan kacanya semakin kasar membuat kemampuan menolak air semakin baik. Maka pada kaca yang telah dilapisi dengan silika ketika ditetesi dengan air akan mempunyai nilai sudut kontak yang lebih besar dibanding dengan kaca tanpa pelapisan. Pada penelitian ini digunakan silika sebagai bahan utama pelapisan. Dengan digunakan variasi pada proses temperatur *Annealing* dengan suhu masing-masing 80°C, 100°C, 120°C, dan 140°C.

Dari pelapisan yang sudah dilakukan, lalu dilakukan proses penetesan air pada permukaan kaca yang telah dilapisi untuk mengetahui perbandingan nilai sudut kontak yang terbentuk pada masing-masing kaca yang berbeda perlakuan. Kemudian diambil gambar dengan kamera. Hasil pengambilan Gambar diamati dan diukur WCA menggunakan *coreldraw software*. Didapatkan hasil seperti pada gambar 4.5.

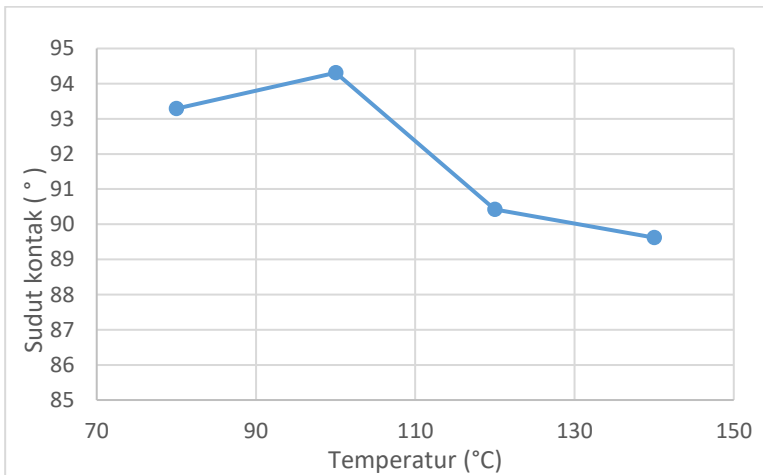


**Gambar 4.5** Hasil uji WCA (a) 80°C, (b) 100°C, (c) 120°C, (d) 140°C

Dari hasil uji tersebut dibuat tabel dan grafik antara variasi temperatur dengan besar sudut kontak yang ada seperti berikut

**Tabel 4.4** Hubungan temperature *Annealing* dengan sudut kontak

No	Temperatur (°C)	WCA (°)
1	80	93.29
2	100	94.31
3	120	90.42
4	140	89.62



**Gambar 4.6** Grafik hubungan temperatur dengan sudut kontak

Dari data di atas dapat diketahui nilai sudut kontak yang terjadi

saat tetesan air diberikan pada permukaan substrat kaca yang telah diberi pelapisan silika dengan variasi suhu 80°C, 100°C, 120°C dan 140°C. Besarnya sudut kontak yang terjadi memiliki nilai rata-rata lebih besar dari 90° yang berarti menandakan substrat kaca sudah bersifat hidrofobik. Namun besarnya sudut kontak masih kurang dari 150° sehingga belum bersifat superhidrofobik.

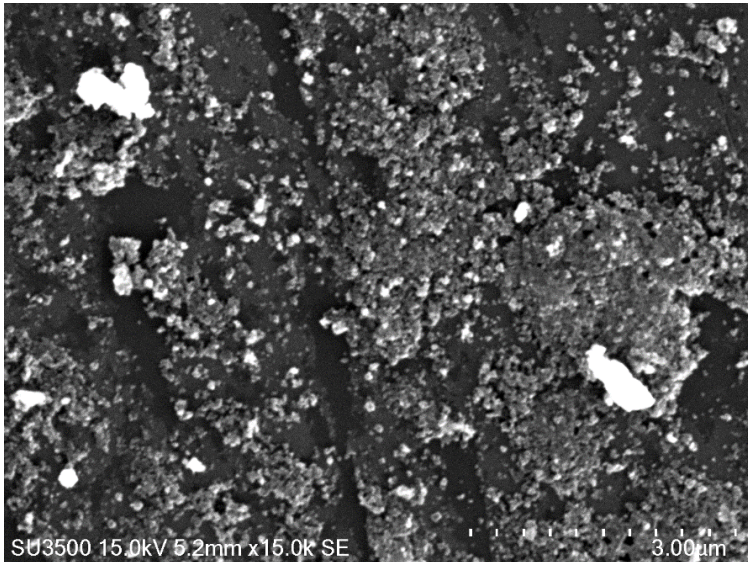
Pada suhu 100°C memiliki nilai sudut kontak yang paling besar 94,31°. Hal itu bisa terjadi karena pada temperatur 100°C terjadi penurunan ukuran partikel yang paling baik. Semakin kecil ukuran partikel mengakibatkan kekasaran permukaannya bertambah. Semakin kasar permukaan lapisan menyebabkan kontak air dengan udara semakin besar sehingga kontak air dengan padatan semakin sedikit. Hal ini bisa terjadi karena adanya rongga-rongga udara yang terjebak di dalamnya semakin banyak. Dengan meningkatnya kontak air dengan udara maka tegangan permukaan akan bertambah yang menyebabkan air cenderung menarik ke dalam menjadikan bentuk bulat. Dengan begitu nilai sudut kontak air akan semakin besar. Pada suhu 140°C memiliki sudut kontak yang paling rendah sebesar 89,62° sehingga belum bersifat hidrofobik. Hal itu bisa terjadi dikarenakan beberapa faktor. Salah satunya pada suhu yang diberikan ukuran partikel masih cukup besar sehingga menyebabkan kontak air dengan permukaan substrat cukup besar. Sehingga sudut kontak air nilainya kecil. Selain itu persebaran partikel silika yang kurang merata pada lapisan. Dari hal itu menyebabkan permukaan belum bersifat hidrofobik. Lalu pada gambar 4.6 dapat dilihat tingkat hidrofobitasnya cenderung turun seiring dengan kenaikan temperatur *annealing* yang diberikan. Namun penurunan yang dimaksud tidak berlangsung secara signifikan yakni tidak lebih dari 5° derajat.

Pada percobaan ini, nilai sudut kontak yang terbentuk pada masing-masing substrat rata-rata sudah bersifat hidrofobik karena

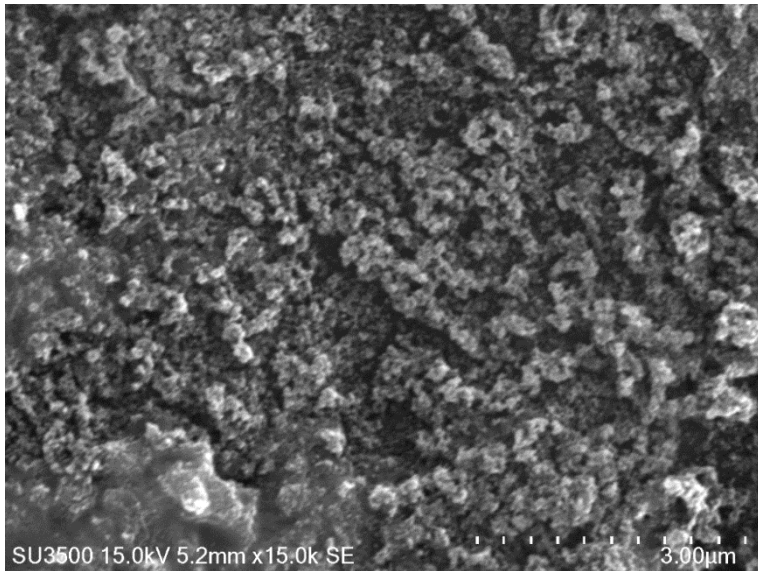
nilaisudut kontak rata-rata sudah lebih dari  $90^\circ$ , namun nilainya masih cukup kecil sehingga masih belum maksimal. Hal itu manandakan bahwa pada lapisan permukaan hidrofobik perlu ditingkatkan kekasaran permukaan dan struktur kimianya.

#### 4.6 Analisis Uji SEM (*scanning electron Microscope*)

Suatu permukaan hidrofobik dapat diperoleh melalui modifikasi struktur hirarki mikro atau nano pada suatu substrat atau dengan modifikasi struktur permukaan dengan material yang memiliki energi permukaan rendah. Energi permukaan yang rendah akan menurunkan sifat kebasahan permukaan padatan sehingga akan dihasilkan permukaan dengan sifat. Selain itu semakin kasar morfologi permukaan juga dapat menyebabkan kenaikan hidrofobisitas permukaan material tersebut. Pada percobaan ini digunakan variasi temperatur *annealing* yang akan berpengaruh pada kekasaran permukaan lapisan.



**Gambar 4.7** Hasil pengujian SEM pada kaca temperatur *annealing* 80C



**Gambar 4.8** Hasil pengujian SEM pada kaca temperature *annealing* 120°C

Pada substrat kaca yang telah dilakukan pelapisan dilakukan pengujian SEM. Pengujian SEM dilakukan untuk mengetahui struktur morfologi pada sampel sehingga dapat diketahui persebaran dan ukuran partikel silika serta struktur hirarki permukaan yang diperoleh dari bahan TEOS sehingga didapatkan kekasaran pada permukaan kaca. Hasil pengujian SEM dapat dilihat pada gambar 4.7 dan 4.8. Pada gambar tersebut dapat dilihat kekasaran permukaan pada substrat kaca yang telah dilakukan pelapisan silika. Apabila dibandingkan antara gambar 4.7 dengan 4.8 maka butiran-butiran silika pada permukaan lapisan memiliki ukuran yang tidak sama. Hal itu disebabkan karena pengaruh temperatur yang diberikan. Dimana pada gambar 4.7 permukaan kaca dengan variasi temperatur 80°C memiliki ukuran yang lebih kecil. Hal tersebut berpengaruh pada tingkat kekasaran pada permukaan. Semakin kecil

ukuran partikel maka tingkat kekasarannya semakin tinggi sehingga sifat hidrofobiknya semakin baik. Pada gambar 4.8 variasi temperatur 120°C juga mulai tampak struktur hiraki yang terjadi pada lapisan kaca. Pada variasi temperatur. 120°C terlihat memiliki ukuran partikel yang lebih besar. Hal tersebut disebabkan karena partikel mengalami aglomerasi sehingga ukuran partikel menjadi lebih besar. Maka tingkat kekasarannya menjadi lebih kecil sehingga sifat hidrofobiknya juga menurun. Ukuran partikel yang meningkat seiring dengan penambahan temperatur *annealing* disebabkan oleh semakin besar energi termal yang diterima.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Dari percobaan yang dilakukan didapatkan kesimpulan sebagai berikut :

1. Karakterisasi silika hasil sintesis dengan metode sol gel yaitu mempunyai tingkat kemurnian 90,9 %, serta menghasilkan silika dengan fasa *amorphus*.
2. Pada kaca yang telah dilapisi dengan campuran SiO<sub>2</sub> memiliki sifat hidrofobik
3. Sudut kontak yang terbentuk dengan variasi temperatur 80°C, 100°C, 120°C, dan 140°C memiliki nilai berturut-turut 93.29°, 94.31°, 90.42°, dan 89.42°.

#### **5.2 Saran**

Saran untuk penelitian selanjutnya mengenai penelitian ini yaitu sebagai berikut :

1. Perlu dilakukan eksperimen penambahan bahan penyusun untuk mengurangi energi permukaan
2. Perlu dilakukan pengkajian ulang pada variasi temperature *annealing* yang diberikan agar kekasaran permukaan yang didapatkan meningkat
3. Serbuk dari proses sol gel perlu dilakukan *milling* untuk mendapatkan ukuran partikel berorde nano yang lebih kecil sehingga kekasaran lebih besar

*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*



## DAFTAR PUSTAKA

- Anonim. 2016. “Pengertian, Asal dan Pemanfaatan Pasir Silika”. <http://www.geologinesia.com/2016/02/pengertian-asal-dan-pemanfaatan-pasir.html>. Dilihat tanggal 1 maret 2018
- Brinker, C. Jeffrey. 1990. Sol-Gel Science : The Physics And Chemistry Of Sol-Gel Processing. Academic Press, Inc. An Imprint of Elsevier 1250 Sixth Avenue, San Diego.
- Dimitriev Y, Ivanova Y., Jordanova R. History Of Sol-Gel Science And Technology Journal of the University of Chemical Technology and Metallurgy, 43 (2008) 181-192
- Drelich, Jaroslaw. Hydrophilic and Superhydrophilic Surfaces and Materials. Soft Matter, 21, (2011) 9804-9828
- Gamse, T., (2002), Liquid-Liquid Extraction and Solid-Liquid Extraction, Institute of Thermal Process and Environmental Engineering, Graz University of Technology
- Hanafiah, 2011. Pengaruh Penambahan Bubuk Kaca Sebagai Bahan Pengganti Sebagian Semen Dengan Variasi 2%, 4%, 6% Dan 8% Terhadap Kuat Tekan Dan Nilai Slump. Tugas Akhir Universitas Muhammadiyah Yogyakarta
- Hasbiyati, dan Triwikantoro, Analisis Fasa Kristal Bahan Gelas Metalik Berbasis Zirkonium antara Temperatur 410 -430\_C, Seminar Nasional Pascasarjana IX ITS, Surabaya 12 Agustus 2009.
- Latthe, Sanjay S et al. Superhydrophobic Surfaces Developed by Mimicking Hierarchical Surface Morphology of Lotus Leaf, Molecules, 19 (2014) 4256-4283.
- Luo, Yanbing et al. Characterization of TEOS/PDMS/HA nanocomposites for application as consolidant/hydrophobic products on sandstones. Journal of Cultural Heritage 16

- (2015) 470–478.
- N.A.K. Umiati, dkk., *J. Kontribusi Fisika Indonesia*, 12 (4), 94-98 (2001).
- Ningsih, Sherly Kasuma Warda. 2016. “Sintesis Anorganik” UNP Press: Padang
- Pakpahan, Imelda Rosa. “Sintesis dan Karakterisasi Silika Mesopori dari Limbah Kaca Bening” Skripsi. Medan: Universitas Sumatera Utara, 2016.
- Paturau, J.M. 1982. *By Product of Cane Sugar Industry*. Elsevier Scientific Publishing Co., Amsterdam
- Purwanto, Agus. 2004. “Synthesis Nanopartikel dengan Metode Sol Gel <https://aguspur.wordpress.com/2008/10/17/synthesis-nanopartikel-metode-sol-gel/>. Dilihat pada 3 maret 2018.
- Rahman, Ismail Ab, *Synthesis of Silica Nanoparticles by Sol-Gel: Size-Dependent Properties, Surface Modification, and Applications in Silica-Polymer Nanocomposites—A Review*. *Nanomaterials* 15 (2012) 132424.
- Siswanto dkk. *Perekayasaan Nanosilika Berbahan Baku Silika Lokal* 2012. Jakarta
- Shang, H. M. et al., *Nanostructured superhydrophobic surfaces*. *Materials Science* 40 (2005) 3587 – 3591
- Song, Junlong, Rojas, Orlando J. *Approaching superhydrophobicity from cellulosic materials: A Review Paper* *Chemistry*, 28 (2013) 216.
- Smallman, R., & Bishop, R. (1999). *Modern Physics Metallurgy and Materials Engineering*. Oxford: Butterworth-Heinemann.
- Widati, Alfa A et al *Silica Methyltrimethoxysilane Based Hydrophobic Coatings On A Glass Substrate*. *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*, 52 (2017) 1123-1128

- Yogesh S Mhaisagar. Surface texture modification of spin-coated SiO<sub>2</sub> xerogel thin films by TMCS silylation. Indian Academy of Sciences. (2012). 151–155
- Zhang, yanping et al. Mechanically robust, thermally stable, highly transparent superhydrophobic coating with low-temperature sol–gel process, Royal Society of Chemistry 7 (2017) 47357.

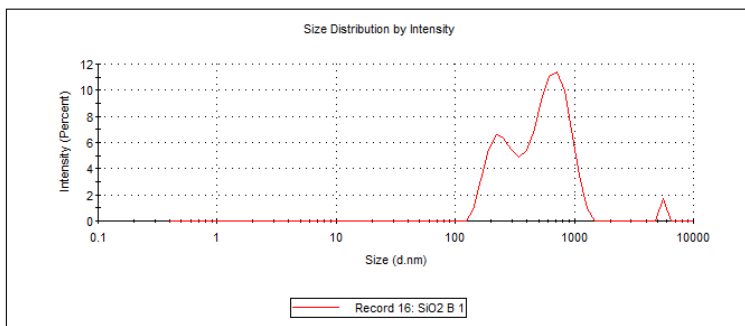
*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*

## LAMPIRAN A

### Hasil Pengujian *Particle Size Analyzer* (PSA)

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
<b>Z-Average (d.nm):</b> 586.8	<b>Peak 1:</b> 665.0	67.1	216.4
<b>Pdl:</b> 0.577	<b>Peak 2:</b> 245.2	31.3	58.12
<b>Intercept:</b> 0.898	<b>Peak 3:</b> 5560	1.6	6.104e-5

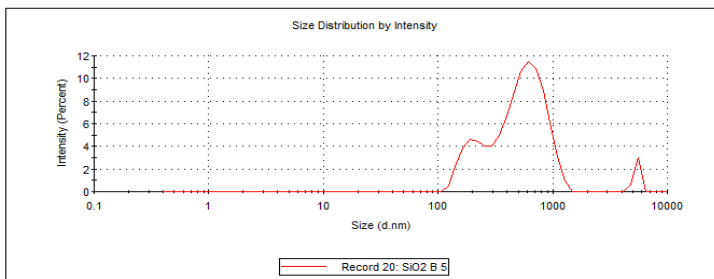
**Result quality :** Good



**Gambar 1** Silika sebelum proses sol gel

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
<b>Z-Average (d.nm):</b> 550.5	<b>Peak 1:</b> 606.3	77.6	230.3
<b>Pdl:</b> 0.573	<b>Peak 2:</b> 198.0	19.0	38.99
<b>Intercept:</b> 0.887	<b>Peak 3:</b> 5429	3.4	286.4

**Result quality :** Good

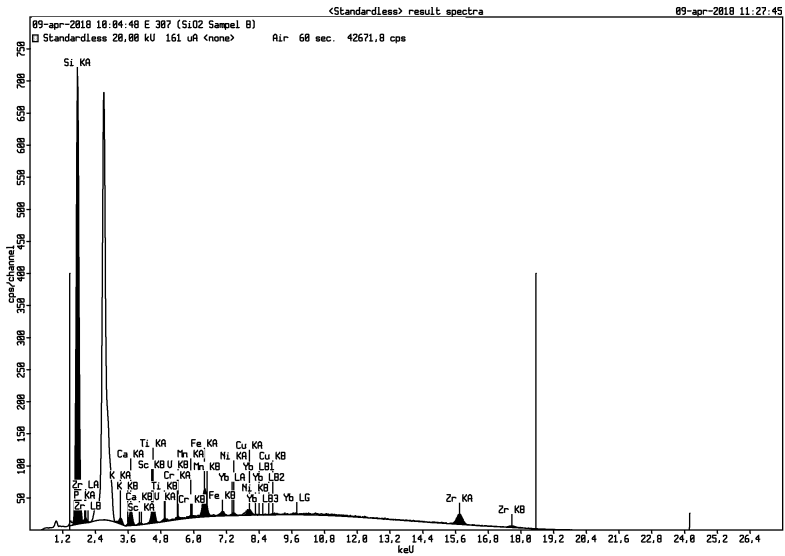


**Gambar 2** Silika setelah proses sol gel

## LAMPIRAN B

### Hasil Pengujian *X-ray Fluorescence (XRF)*

Compound	Si	P	K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Zr	Yb
Conc	90,9	0,87	0,53	0,93	0,01	0,67	0,02	0,061	0,051	0,517	0,02	0,093	5,3	0,05
Unit	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%



**Gambar 3** Hasil uji serbuk silika

## LAMPIRAN C

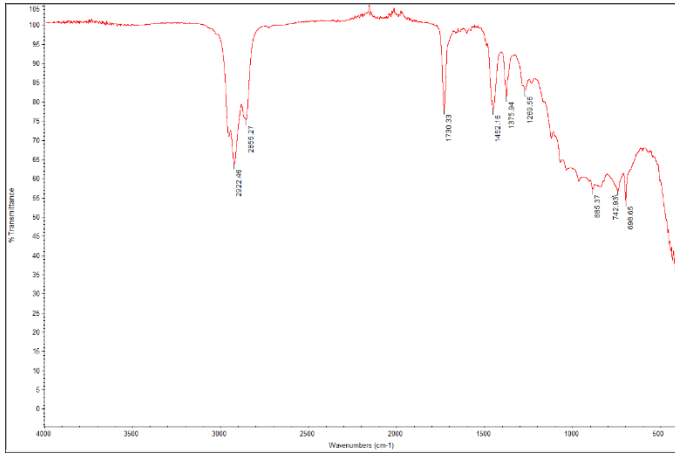
### Hasil Pengujian FTIR



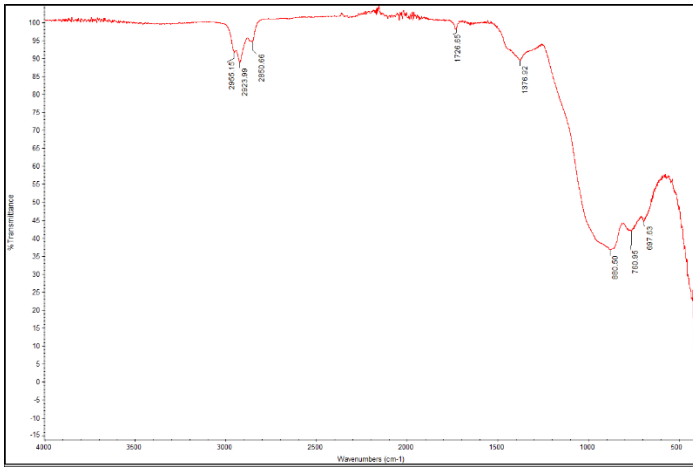
**Gambar 4.** Hasil uji FTIR suhu 80°C



**Gambar 5.** Hasil uji FTIR Suhu 100°C



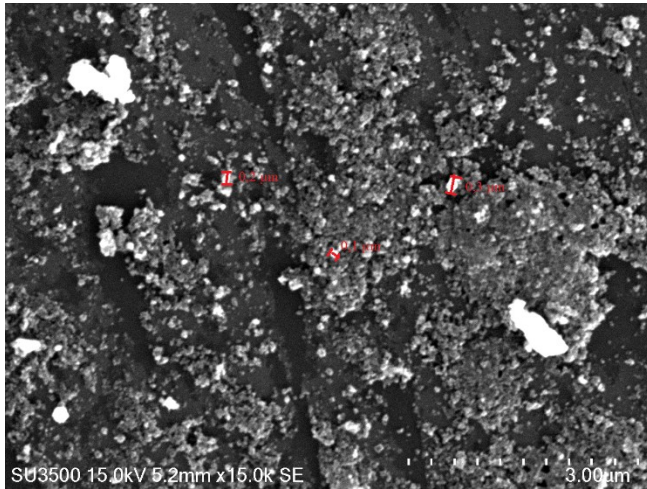
**Gambar 6** Hasil uji FTIR suhu 120°C



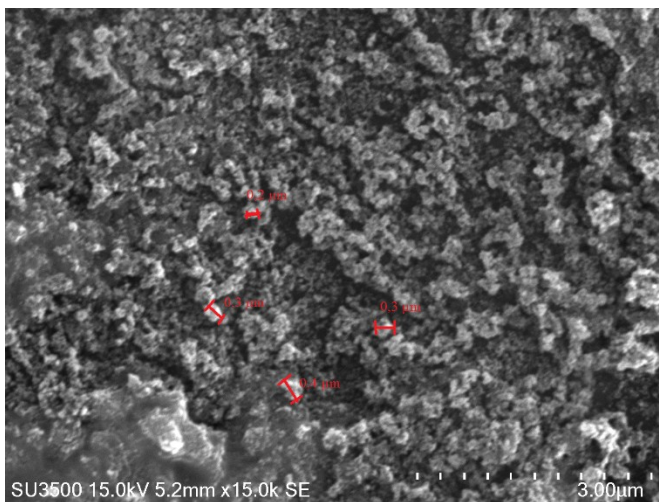
**Gambar 7.** Hasil uji FTIR Suhu 140°C



**LAMPIRAN D**  
**Hasil Pengujian Scanning Electron Microscopy (SEM)**



**Gambar 8** Hasil uji SEM suhu 80°C



**Gambar 9** Hasil uji SEM suhu 120°C

## **BIODATA PENULIS**

Penulis dikenal dengan nama **Fasihul Milah**. Merupakan anak pertama dari dua saudara. Penulis dilahirkan di Gresik, 16 Februari 1995 dari pasangan Bapak Maad dan Ibu Siti Aisyah. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Ihyaul Ulum Cangaan, MI Ihyaul Ulum Cangaan, MTs Ihyaul Ulum Cangaan, dan MA Ihyaul Ulum Cangaan. Selama menjalani masa perkuliahan, penulis hanyalah mahasiswa biasa.