

Sintesis Lapisan Hidrofobik Komposit ZnO/PS-SiO₂ untuk Aplikasi *Self-cleaning Material*

Lailatul Marhamah*, Astuti

Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,
Universitas Andalas
Kampus Limau Manis, Padang, 25163, Indonesia

Info Artikel

Histori Artikel:

Diajukan: 26 Juli 2022
Direvisi: 23 Agustus 2022
Diterima: 31 Agustus 2022

Kata kunci:

hidrofobik
sudut kontak
ZnO
Polistirena
SiO₂

Keywords:

hydrophobic
contact angle
ZnO
Polystyrene
SiO₂

Penulis Korespondensi:

Lailatul Marhamah
Email:
lailatulmarhamah0303098@gmail.com

ABSTRAK

Sintesis lapisan hidrofobik komposit ZnO diberi doping polistirena (PS) dan SiO₂ untuk aplikasi *self-cleaning material* pada substrat kaca *tempered*. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis pengaruh variasi SiO₂ pada komposit terhadap perolehan nilai sudut kontak permukaan sampel. Variasi SiO₂ yang diberikan berturut-turut 0,25 g, 0,5 g, 0,75 g dan 1 g. Metode yang digunakan dalam sintesis yaitu metode *sol-gel* dan pelapisan substrat dilakukan dengan metode *dip coating*. Substrat dilapisi sebanyak 12 kali pelapisan dengan ZnO dan 1 kali pelapisan dengan PS-SiO₂. Pengujian sudut kontak dilakukan dengan mengambil foto (gambar 2D) air yang diteteskan di atas sampel menggunakan kamera DSLR Sony α 6000 lensa Fix 50 mm. Sudut kontak tetesan air diukur dengan *ImageJ software* dan diperoleh hasil sudut kontak tertinggi sebesar 122,36°. Hasil sudut kontak menandakan permukaan bersifat hidrofobik. Ukuran kristal ZnO sebelum dan setelah diberi doping berdasarkan hasil XRD berturut-turut 23,22 nm dan 20,46 nm. Ukuran rata-rata partikel komposit berdasarkan hasil perbesaran citra SEM 50000 x terlihat oleh mata sebesar 400,43 nm. Berdasarkan nilai sudut kontak permukaan yang diperoleh, komposit ZnO/PS-SiO₂ berpotensi digunakan sebagai material *self-cleaning*.

Synthesis of the ZnO composite hydrophobic layer doped with polystyrene (PS) and SiO₂ for the application of self-cleaning materials on tempered glass substrates. This study aims to analyze the effect of variations in SiO₂ on composites on the surface contact angle gain. Variations in SiO₂ were given respectively 0.25 g, 0.5 g, 0.75 g and 1 g. The method used in the synthesis is the sol-gel method and the substrate coating is done by the dip coating method. The substrate was coated 12 times of ZnO and 1 layer with PS-SiO₂. The contact angle test was carried out by taking a photo (2D image) of water dropped on the sample using a Sony 6000 DSLR camera with 50 mm Fix lenses. The contact angle of the water droplets was measured using ImageJ software and the highest contact angle was 122.36°. The result of the contact angle indicates that the surface is hydrophobic. The crystal size of ZnO before and after being doped based on XRD results was 23.22 nm and 20.46 nm, respectively. The average particle size of the composite based on the results of the 50000 x SEM image visible to the eye is 400.43 nm. Base of the surface contact angle values obtained, ZnO/PS-SiO₂ composites have the potential to be used as self-cleaning materials.

Copyright © 2022 Author(s). All rights reserved

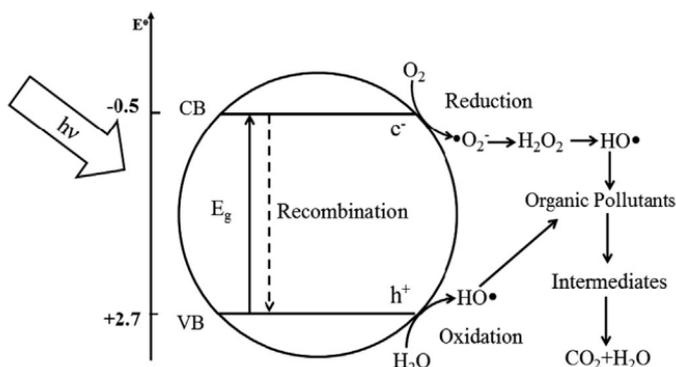
I. PENDAHULUAN

Kebersihan menjadi aspek yang perlu diperhatikan pada setiap objek, baik itu benda, pakaian, kendaraan, ruangan dan sebagainya. Pemeliharaan kebersihan tersebut harus dilakukan secara berkala untuk kenyamanan saat beraktivitas. Kebersihan objek berukuran besar seperti gedung dan kendaraan tentu membutuhkan tenaga, waktu dan biaya yang lebih banyak serta memiliki resiko kecelakaan kerja karena itu para peneliti berusaha mencari solusi untuk memecahkan permasalahan tersebut.

Kemajuan pesat di bidang nanoteknologi *biomimetic* (teknologi yang meniru cara kerja alam) yang banyak diteliti beberapa dekade terakhir adalah material yang bersifat hidrofobik. Sifat ini merupakan adaptasi dari daun teratai sehingga kemampuan ini disebut juga dengan *lotus effect*. Hidrofobik merupakan sifat permukaan material yang anti terhadap air yang dikembangkan untuk berbagai aplikasi mulai dari *self-cleaning* (Putri dkk., 2018), *anti-fogging* (Ramadhana and Dahlan, 2013) dan *anti-icing* (Saffar dkk., 2021).

Self-cleaning material adalah kemampuan suatu permukaan yang dapat membersihkan dirinya sendiri. Permukaan hidrofobik memiliki sudut kontak permukaan antara 90° sampai 150°. Selain sudut kontak, hidrofobisitas permukaan *self-cleaning* juga dipengaruhi oleh faktor morfologi permukaan yang kasar dan energi permukaan yang rendah. Lapisan *self-cleaning material* dapat dihasilkan dengan memodifikasi material penyusun baik itu ukuran mikro maupun nano pada suatu substrat. Dengan menggunakan material mangan dioksida (MnO₂) yang diberi doping (ditambahkan) dengan polimer sintetik polistirena (PS) terbukti dapat menghasilkan sifat hidrofobik pada substrat kaca, dimana sudut kontak tertinggi yang terbentuk adalah 140° (hidrofobik) dengan perlakuan suhu pemanasan 300°C. tetapi pada suhu pemanasan 400°C permukaan hidrofobik gagal terbentuk karena PS mengalami pelelehan dan kekasaran permukaan menjadi berkurang (Putri dkk., 2018). ZnO didoping dengan *Multi Wall Carbon Nanotubes* (MWCNTs) lalu dimodifikasi dengan *polydimethylsiloxane* (PDMS) memperoleh sudut kontak terbesar 156° dan diaplikasikan pada berbagai substrat lunak dan keras (Barthwal dkk., 2020). Penelitian lainnya dengan menambahkan *octadecyltrichlorosilane* (ODTS) pada ZnO sehingga dihasilkan sudut kontak terbesar 155° (superhidrofobik) dengan substratnya kaca borosilikat (Upadhaya dan Purkayastha, 2020). Sudut kontak sebesar 164° (superhidrofobik) pada substrat tembaga diperoleh dengan mendoping ZnO dengan *polytrafluoroethylene* (PTFE). Besarnya sudut kontak yang diperoleh dihasilkan dari penambahan silikon dioksida (SiO₂) yang dapat mengoptimalkan kekasaran permukaan (Saffar dkk., 2021).

Pada penelitian ini dilakukan sintesis lapisan hidrofobik komposit ZnO dengan doping polimer sintetik PS yang dimodifikasi SiO₂ dengan variasi konsentrasi serta suhu kalsinasi yang diberikan sebesar 250°C dengan waktu tahan selama 1 jam. ZnO memiliki beberapa keunggulan diantaranya ramah lingkungan, harga murah dan meningkatkan ketahanan *coating* (pelapis). Polimer PS memiliki keunggulan berupa harganya yang murah, tahan benturan, dan tidak mudah terdegradasi mikroorganisme. Penambahan SiO₂ dapat membantu ZnO meningkatkan aktifitas fotokatalis (Amananti dan Sutanto, 2015) dan menambah kekasaran permukaan sehingga sudut kontak semakin besar (Saffar dkk., 2021). Fotokatalis adalah proses perubahan kimia dengan melibatkan bantuan cahaya atau dikenal dengan istilah fotoreaksi (Sutanto dan Wibowo, 2015). Skema aktivitas fotokatalis dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1 Skema Aktivitas Fotokatalis

Gambar 1 menunjukkan skema aktivitas fotokatalisis pada semikonduktor yang dimulai ketika foton dengan energi sebesar $h\nu$, dimana h adalah konstanta Plank dan ν adalah frekuensi gelombang. Besar energi tersebut sama atau melebihi energi celah yang dimiliki material sehingga elektron pada pita valensi tereksitasi ke pita konduksi meninggalkan *hole* di pita valensi menghasilkan pasangan elektron-*hole*. Sebagian pasangan elektron-*hole* ada yang berekombinasi kembali dan sebagian yang lain menetap di permukaan semikonduktor dan mengalami reaksi redoks terhadap molekul yang teradsorpsi pada permukaan fotokatalis. *Hole* menginisiasi reaksi oksidasi dengan H₂O atau OH⁻ menghasilkan radikal hidroksil *OH, sedangkan elektron menginisiasi reaksi reduksi dengan oksigen untuk menghasilkan anion radikal superoksida *O₂⁻. Radikal hidroksil dan radikal superoksida akan membuat polutan pada permukaan terlepas atau berubah menjadi air, asam hidroksil atau karbon dioksida (Sutanto dan Wibowo, 2015).

Metode yang digunakan untuk membuat sintesis komposit adalah metode sol-gel, dan metode untuk melapisi substrat dengan komposit yaitu dengan metode *dip-coating* (pencelupan) karena metode ini tergolong mudah, homogenitas tinggi dan suhu yang digunakan relatif rendah. Adapun substrat yang digunakan adalah kaca *tempered*, yaitu kaca yang telah diberi perlakuan panas dan pencampuran bahan kimia untuk meningkatkan kekuatannya dibandingkan kaca biasa, tahan terhadap suhu tinggi dan bagus untuk melindungi bangunan bagian luar.

II. METODE

Persiapan yang dilakukan sebelum memulai penelitian adalah mencuci peralatan yang akan digunakan untuk penelitian untuk menghilangkan kontaminan organik, partikel dan ionik menggunakan ethanol 96%. Peralatan yang dicuci antara lain *beaker glass*, sendok pengaduk, pipet tetes, kemudian dicuci dengan aquades dan dikeringkan dengan oven. Substrat kaca yang akan dilapisi nanokomposit dibersihkan dengan cara dicelupkan ke dalam 3 larutan secara berurutan, yaitu aseton, ethanol dan aquades, dan di oven setiap selesai pencelupannya pada suhu 40°C selama 10 menit.

2.1 Sintesis Nanokomposit

2.1.1 Sintesis ZnO

Sebanyak 5,5 g Zn (CH₃CO₂)₂.H₂O dilarutkan dengan 50 ml 2-propanol dan diaduk dengan *hot plate magnetic stirrer* dengan kecepatan 250 rpm selama 15 menit pada suhu 70°C. Larutan tersebut kemudian ditambahkan 1,58 ml *monoethanolamine* (MEA) ke dalam prekursor sambil terus diaduk selama 1 jam dengan kecepatan 250 rpm. Larutan kemudian didinginkan hingga mencapai suhu ruangan dan larutan menjadi lebih kental.

2.1.2 Pelapisan Substrat dengan ZnO

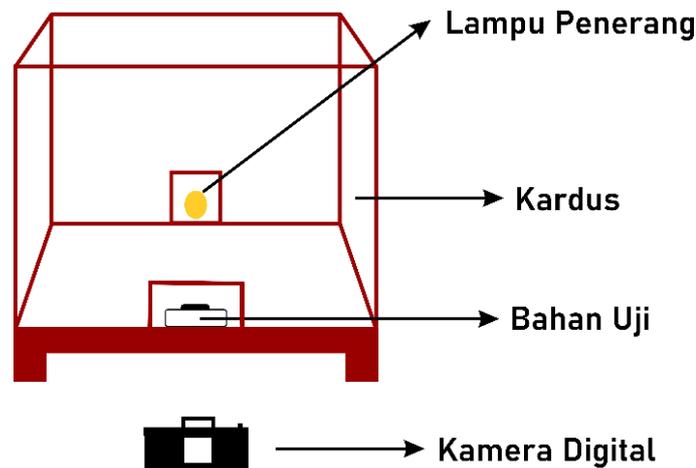
Substrat kaca dicelupkan ke dalam larutan ZnO selama 1 menit, lalu diangkat secara vertikal ke atas. Kaca yang telah terlapisi ZnO dioven selama 1 jam pada suhu 100°C, setelah itu dikalsinasi dengan *furnace* pada suhu 300°C yang dipanaskan secara bertahap selama 1 jam 40 menit, setelah suhunya mencapai 300°C ditahan selama 10 menit yang bertujuan untuk pembentukan kristal dari partikel ZnO. Ketebalan lapisan ZnO ditingkatkan dengan mengulangi siklus pencelupan dan pemanasan sebanyak 12 kali.

2.1.3 Sintesis PS-SiO₂

Sebanyak 0,1 g PS dilarutkan dengan 10 ml larutan THF kemudian diaduk hingga homogen pada suhu ruangan. PS yang telah dilarutkan kemudian ditambahkan dengan SiO₂. Setiap sampel dibedakan dengan memvariasikan konsentrasi SiO₂. Sampel A ditambahkan SiO₂ dengan variasi 0,25 g, sampel B ditambahkan SiO₂ dengan variasi 0,5 g, sampel C ditambahkan SiO₂ dengan variasi 0,75 g dan sampel D ditambahkan SiO₂ dengan variasi 1 g. Larutan tersebut diaduk selama 1 jam pada suhu ruangan. Larutan PS-SiO₂ telah terbentuk.

2.1.4 PS-SiO₂ pada Substrat Kaca

Substrat kaca yang telah dilapisi ZnO dicelupkan ke dalam larutan PS-SiO₂ selama 10 menit, lalu diangkat vertikal ke atas. Sampel difurnace pada suhu 250°C dengan waktu tahan selama 1 jam. Lapisan komposit ZnO/PS-SiO₂ pada substrat kaca telah terbentuk kemudian didinginkan dan diuji sudut kontak. Skema pengujian sudut kontak dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2 Skema Pengujian Sudut Kontak

Pengujian sudut kontak dilakukan dengan peneteskan droplet air ke atas substrat yang telah dilapisi ZnO/PS-SiO₂. Perlengkapan disusun seperti pada Gambar 2. Kardus diberi lubang di bagian depan dan belakang, lalu lubang bagian belakang ditutup dengan tisu untuk mendapatkan latar terang, kemudian air diteteskan di atas sampel. Kamera DSLR digunakan untuk memotret gambar droplet dari arah depan agar diperoleh gambar droplet 2 dimensi. Gambar yang telah diambil dapat dihitung nilai sudut kontak.

2.2 Karakterisasi Material

2.2.1 X-ray Diffraction (XRD) dan Scanning Electron Microscope (SEM)

XRD digunakan untuk menentukan ukuran dan struktur Kristal dan SEM untuk mengetahui morfologi dari partikel nanokomposit. Sampel yang digunakan untuk analisis XRD dan SEM berbentuk serbuk (*powder*).

2.2.2 ImageJ Software

ImageJ Software merupakan aplikasi mengolah gambar digital yang digunakan untuk menghitung nilai sudut kontak permukaan sampel saat diberi tetesan air.

2.3 Analisis

Data hasil karakterisasi XRD dianalisis dengan membandingkannya dengan pola difraksi standar yang terdapat pada *International Center for Diffraction Database (ICDD)*, kemudian ukuran kristal didapatkan dengan menggunakan persamaan *Scherrer*, seperti yang terlihat pada Persamaan (1) (Sutanto and Wibowo, 2015).

$$D = \frac{k \lambda}{B \cos \theta} \quad (1)$$

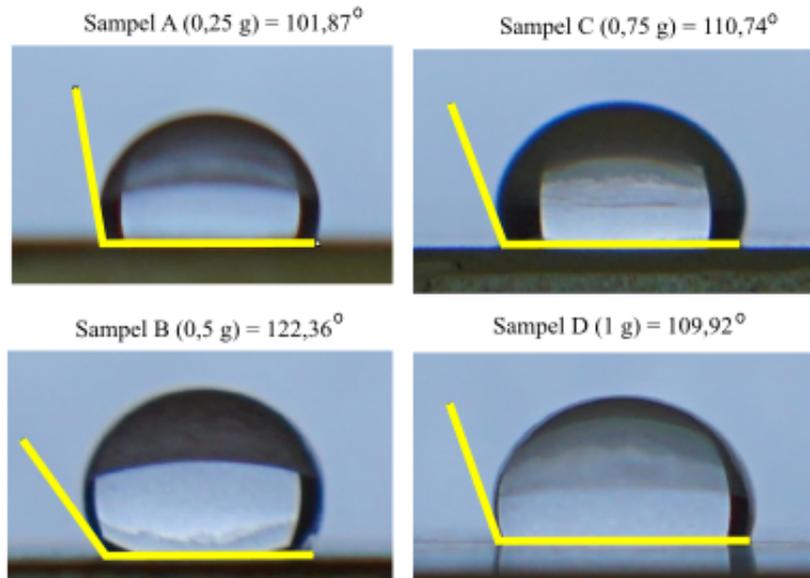
Dengan D adalah ukuran kristal, k adalah nilai konstanta material, λ adalah panjang gelombang radiasi sinar-X, B adalah lebar penuh garis difraksi pada saat intensitas setengah maksimum dan θ adalah sudut difraksi.

III. HASIL DAN DISKUSI

3.1 Analisis Sudut kontak

Hasil uji sudut kontak pada setiap sampel dapat dilihat pada Gambar 3. Sudut kontak mengalami peningkatan tertinggi pada sampel B setelah ditambahkan doping SiO₂ variasi 0,5 g yaitu sebesar 122,36°. Doping membuat partikel pada permukaan sampel beraglomerasi menjadi ukuran yang lebih besar, artinya tingkat kekasaran permukaan juga semakin bertambah. Saat permukaan ditetesi air maka udara akan terjebak diantara kumpulan-kumpulan partikel tersebut dan memperkecil permukaan air yang menyentuh permukaan sampel. Semakin kecil interaksi tetesan air dengan permukaan padat maka semakin besar sudut kontak yang dihasilkan dan air akan tergelincir dengan lebih mudah.

Adapun sudut kontak mulai menurun kembali setelah doping SiO₂ ditambahkan sebanyak 0,75 g dan 1 g. Hal ini dikarenakan penambahan kadar SiO₂ yang terlalu besar dapat mengakibatkan terjadi kerusakan ikatan pada matriks komposit sehingga lapisan tipis menjadi mudah rapuh (Irawati, 2016)



Gambar 3 Analisis Sudut Kontak Permukaan Sampel (A) SiO₂ 0,25 g (B) SiO₂ 0,5 g (C) SiO₂ 0,75 g dan (D) SiO₂ 1 g.

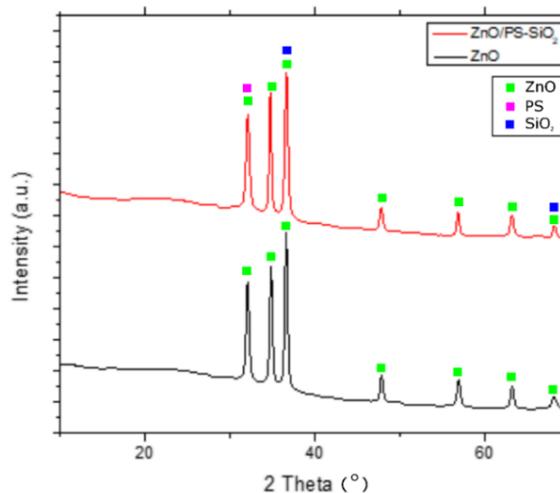
3.2 Analisis Ukuran dan Struktur Kristal

Perhitungan ukuran kristal dapat dilakukan dengan menggunakan persamaan *Scherrer* pada Persamaan (1) dan data hasil karakterisasi XRD. Hasil perhitungan ukuran kristal ZnO tanpa doping dan setelah didoping dapat dilihat pada Tabel 1. Ukuran kristal sampel ZnO yang diberi doping PS-SiO₂ diperoleh lebih kecil dibandingkan dengan sampel ZnO tanpa doping. Hal ini disimpulkan bahwa adanya tambahan doping PS-SiO₂ dapat mempengaruhi ukuran kristal ZnO sebelumnya.

Tabel 1 Ukuran Kristal Hasil XRD

Sampel	λ (nm)	B_{rad} (°)	$\cos \theta$	Ukuran kristal (nm)
ZnO	0,15406	0,0062	0,94959	23,22
ZnO didoping PS-SiO ₂	0,15406	0,0071	0,94957	20,46

Grafik hasil karakterisasi XRD sampel sebelum dan setelah diberi doping SiO₂ dapat dilihat pada Gambar 4.

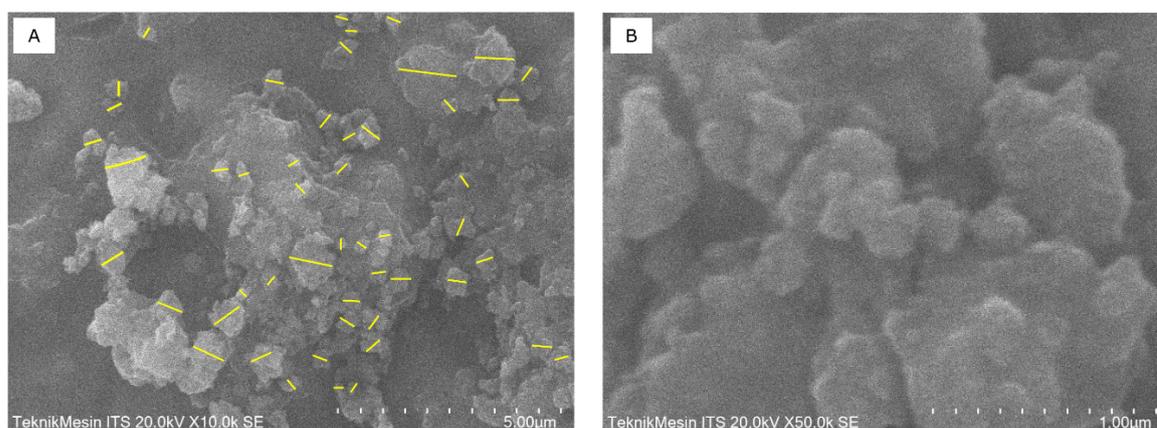


Gambar 4 Grafik XRD sampel ZnO dan ZnO/PS-SiO₂

Pada grafik ZnO tanpa doping diketahui puncak tertinggi terdapat pada sudut $2\theta = 36,5981^\circ$ dengan bidang hkl (101), sedangkan grafik XRD ZnO disintesis dengan doping PS-SiO₂ memiliki puncak ZnO tertinggi pada sudut $2\theta = 36,62^\circ$ dengan bidang hkl (101). Puncak tersebut menunjukkan struktur kristal yang terbentuk adalah *wurtzite* dan sistem kristal heksagonal. Perolehan data ini sedikit meningkat daripada data ICDD dengan kode referensi 01-074-9940 dengan $2\theta = 36,442^\circ$. Hal ini disebabkan oleh sedikit penyimpangan kisi heksagonal *wurtzite* dari titik kesetimbangannya karena ada cacat titik intrinsik dalam kisi ZnO.

3.3 Analisis sebaran dan Ukuran Partikel

Sebaran komposit pada permukaan substrat pada Gambar 5a. Pada gambar tampak sebaran komposit belum merata. Hal ini dipengaruhi oleh waktu pengeringan endapan yang tidak sama ketika substrat ditarik dari pencelupan sehingga sebaran komposit tidak seimbang (Sulastri, 2010).



Gambar 5 Hasil SEM sampel B (a) Perbesaran 10000x (b) Perbesaran 50000x

Kumpulan partikel yang beraglomerasi mempengaruhi tingkat kekasaran permukaan. Kumpulan partikel inilah yang mempengaruhi hidrofobisitas suatu permukaan. Saat permukaan ditetesi air maka udara akan terjebak diantara kumpulan-kumpulan partikel tersebut. Model Cassie-Baxter menyatakan, semakin kecil interaksi tetesan air dengan permukaan padat maka semakin besar sudut kontak yang dihasilkan dan air akan tergelincir dengan lebih mudah (Sulastri, 2010). Dengan perbesaran gambar citra SEM sebesar 50000x pada penelitian ini, partikel terlihat berupa gumpalan karena telah beraglomerasi sehingga ukuran rata-rata butir partikel komposit yang terlihat sebesar 400,43 nm setelah dihitung dengan *ImageJ software*.

IV. KESIMPULAN

Setiap sampel telah memenuhi syarat sebagai permukaan hidrofobik. Sudut kontak tertinggi diperoleh saat diberi doping SiO₂ variasi 0,5 g, yaitu 122, 36°. Hal ini membuktikan bahwa doping SiO₂ berpengaruh terhadap peningkatan sudut kontak permukaan sampel. Berdasarkan nilai sudut kontak permukaan yang diperoleh, komposit ZnO/PS-SiO₂ berpotensi digunakan sebagai material *self-cleaning*.

DAFTAR PUSTAKA

- Amananti, W. and Sutanto, H. (2015) 'Analisis Sifat Optis Lapisan Tipis ZnO , TiO₂ , TiO₂ : ZnO , dengan dan Tanpa Lapisan Penyangga yang Dideposisikan Menggunakan Metode Sol-Gel Spray Coating', XIX, pp. 41–44.
- Barthwal, Subodh *et al.* (2020) 'Multifunctional and fluorine-free superhydrophobic composite coating based on PDMS modified MWCNTs/ZnO with self-cleaning, oil-water separation, and flame retardant properties', *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 597(January), p. 124776. doi: 10.1016/j.colsurfa.2020.124776.
- Irawati, A. F. (2016) *Pengaruh Temperatur Perlakuan Panas pada Lapisan Hydrophobic Komposit Silica-Cristobalite Phase of PDMS / SiO₂*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

- Putri, T. A., Ratnawulan and Ramli (2018) 'Sintesis Lapisan Hydrophobic Nanokomposit Mangan Oksida/Polystyrene (MnO₂/PS) untuk Aplikasi Self Cleaning', *Pillar of Physics*, 11(2), pp. 1–8.
- Ramadhana, A. P. and Dahlan, D. (2013) 'Sintesis Lapisan TiO₂ Menggunakan Prekursor TiCl₄ untuk Aplikasi Kaca Self Cleaning dan Anti Fogging', *Jurnal Fisika Unand*, 2(2), pp. 101–106.
- Saffar, M. A., Eshaghi, A. and Dehnavi, M. R. (2021) 'Fabrication of superhydrophobic, self-cleaning and anti-icing ZnO/PTFE-SiO₂ nano-composite thin film', *Materials Chemistry and Physics*, 259(June 2020), p. 124085. doi: 10.1016/j.matchemphys.2020.124085.
- Sulastri, S. (2010) *Pengukuran Sebaran Ketebalan Lapisan Tipis Hasil Spin Coating dengan Metode Interferometrik*, *Sebelas Maret Institutional Repository*. Universitas Sebelas Maret.
- Sutanto, H. and Wibowo, S. (2015) *Semikonduktor Fotokatalis Seng Oksida dan Titania (Sintesis , Deposisi dan Aplikasi)*. 1st edn. Edited by A. Luthfia. Semarang: Telescope.
- Upadhaya, D. and Purkayastha, D. D. (2020) 'Materials Today: Proceedings Robust superhydrophobicity of ZnO thin films for self-cleaning applications', *Materials Today: Proceedings*, (xxxx). doi: 10.1016/j.matpr.2020.05.815.