

Sintesis dan Karakterisasi TiO₂ (Nanorod)-SiO₂ dan Aplikasinya dalam Cat Akrilik

Ahmad Sulistyono , Sri Wahyuni, dan Kasmui

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang
Gedung D6 Kampus Sekaran Gunungpati Telp. (024)8508112 Semarang 50229

Info Artikel

Diterima Januari 2018

Disetujui Maret 2018

Dipublikasikan Mei 2018

Keywords:

TiO₂ nanorod-SiO₂,
cat akrilik
sol gel

Abstrak

Telah dilakukan penelitian tentang sintesis TiO₂ nanorod termodifikasi silika (TiO₂-SiO₂) dengan tujuan untuk mengetahui pengaruh suhu kalsinasi terhadap karakteristik komposit TiO₂-SiO₂ dan mengetahui pengaruh variasi massa komposit terhadap uji sudut kontak pada cat akrilik. Nanokomposit TiO₂-SiO₂ disintesis dengan menggunakan prekursor sol TiO₂ dan sol SiO₂. Sebelumnya sol TiO₂ disintesis secara solvotermal dan SiO₂ disintesis secara sol-gel. titanium (IV) isopropoksida digunakan sebagai prekursor TiO₂ nanorod, dan tetraetilorthosilikat sebagai prekursor SiO₂. Material nano diaplikasikan sebagai bahan tambahan dalam cat akrilik untuk memberikan sifat swa-bersih pada cat. Hasil sintesis TiO₂-SiO₂ dikarakterisasi dengan FTIR untuk mengetahui struktur ikatan, XRD untuk mengetahui ukuran dan struktur kristal, TEM untuk mengetahui morfologi, dan SAA untuk mengetahui luas permukaan dan ukuran pori. Hasil karakterisasi FT-IR menunjukkan adanya ikatan Si-O-Si, Si-OH, Si-O-Ti dan vibrasi ulur Ti-O pada bilangan gelombang 1095,57; 3425,58; 948,98; dan 678,94 cm⁻¹. Hasil XRD menunjukkan bahwa sifat padatan adalah kristalin dengan fasa anatase. Hasil TEM menunjukkan bahwa struktur rods pada TiO₂ sudah mulai terbentuk. Luas permukaan yang dihasilkan dari karakterisasi SAA secara berturut-turut pada suhu 250, 350, dan 450°C yaitu 60,898; 40,548; dan 52,097 m²/g. Hasil pengukuran sudut kontak terbesar dan menunjukkan hasil paling baik pada komposit suhu kalsinasi 450°C dengan variasi massa 5% dari massa cat akrilik.

Abstract

A research about the synthesis of TiO₂ nanorod modified silica (TiO₂-SiO₂) in order to know the effect of calcining temperature on TiO₂-SiO₂ composite characteristics and to know the effect of composite mass variation to contact angle test on acrylic paint had been done. The TiO₂-SiO₂ nanocomposite was synthesized by using nanosol TiO₂ and nanosol SiO₂. Nanosol TiO₂ prepared by solvothermal process and nanosol SiO₂ was prepared by sol-gel method. titanium (IV) isopropoxide was used as a precursor of TiO₂ nanorod, and tetraethylorthosilicate as a precursor of SiO₂. Nano material is applied as an additive in acrylic paint to give self cleaning characteristic. The results of TiO₂-SiO₂ synthesis were characterized by FT-IR to determine the bond structure, XRD to know the size and structure of crystals, TEM to know morphology and particle size, and SAA to determine surface area and pore size. The result of FTIR show that the presence of Si-O-Si, Si-OH, Si-O-Ti and vibration Ti-O, vibrations show at 1095.57, 3425.58, 948.98, and 678.94 cm⁻¹. The results of XRD show that the solid properties are crystalline with the anatase phase. The results of TEM show that the structure of rods on TiO₂ has already begun to form. The surface area generated by SAA was successively at 250, 350, and 450°C is 60.898, 40.548, and 52.097 m² / g. The largest contact angle measurements showed the best results on a 450°C calcination temperature composite with a mass variation of 5% of the mass of acrylic paint.

© 2018 Universitas Negeri Semarang

Pendahuluan

Nanoteknologi saat ini berkembang begitu pesat di semua bidang vital ilmu pengetahuan dan teknologi. Hal tersebut berkaitan dengan model, sintesis, karakterisasi, serta aplikasi material dan peralatan dalam skala nanometer. Perkembangan teknologi nanopartikel merupakan salah satu nanoteknologi yang banyak dimanfaatkan untuk berbagai macam kebutuhan. Sifat fisika dan kimia dari partikel skala nano berbeda dari sifat atom dan molekul dalam material yang besar. Oleh karena itu, hal tersebut memberikan kesempatan untuk mengembangkan inovasi pada kemajuan material yang memenuhi tuntutan aplikasi berteknologi tinggi (Rahman dan Padavettan, 2012). Nanokomposit TiO₂-SiO₂ merupakan salah satu bagian yang mewakili dari perkembangan nanoteknologi tersebut yang bisa digunakan sebagai pelapis.

Nanokomposit TiO₂-SiO₂ dapat dihasilkan dengan menggunakan metode sol gel. Menurut Fernandez (2011), metode sol gel memiliki beberapa kelebihan dibandingkan dengan metode konvensional antara lain: (1) kehomogenan yang lebih baik, (2) kemurnian yang tinggi, (3) suhu relatif rendah, (4) tidak terjadi reaksi dengan senyawa sisa, (5) kehilangan bahan akibat penguapan dapat diperkecil, dan (6) mengurangi pencemaran udara. Menurut Mirabedini *et al.* (2011), penggunaan metode sol gel dipilih karena relatif mudah dan dapat menghasilkan nanokomposit TiO₂-SiO₂ yang homogen dengan merubah rasio molar prekursor *tetraethoxysilane* (TEOS) dan nanopartikel TiO₂ serta dapat memodifikasi permukaan nanopartikel TiO₂.

Jenis lapisan ada yang bersifat hidrofob dan hidrofilik yang memiliki keuntungan lebih bagi manusia dikarenakan sifat swa-bersih pada lapisan tersebut (Hamidah *et al.*, 2012). Menurut Siregar *et al.* (2011), semikonduktor TiO₂ memiliki sifat hidrofilik dan hidrofobik sesuai dengan struktur atau morfologinya. Silika dapat digunakan sebagai penunjang sifat hidrofobik pada suatu lapisan (Rohmah dan Mochamad, 2016), selain itu menurut Pambudi dan Mochamad (2016) silika memiliki karakteristik material yang cukup baik dalam stabilitas hidrofobik sehingga silika dan titania dapat dipadukan dan dibuat produk sehingga dapat memberikan efek swa-bersih untuk menghindari pengotor yang menempel dipermukaan dinding luar ruangan yang terkena sinar matahari secara langsung dengan pencucian menggunakan air.

Tidak bisa dipungkiri untuk kondisi seperti di Indonesia, faktor debu ataupun lumpur sangat dominan. Permukaan film (lapisan cat yang sudah mengering) akan dengan mudah menjadi kotor dan kusam karena debu/kotoran yang menempel sehingga diperlukan cat yang memiliki kemampuan anti kotor agar debu/ kotoran tidak menempel pada dinding. Untuk mengatasi masalah tersebut maka diperlukan cat yang memiliki kemampuan swa-bersih (Kusmahetiningih dan Dyah, 2012). Menurut Haryo *et al.* (2012), proses pengeringan yang cepat dari cat akrilik menyebabkan permukaan dinding rentan terhadap kotoran dan debu yang dibawa oleh udara bebas. Pembersihan cat akrilik menggunakan alat seperti sikat dikhawatirkan akan merusak permukaan dinding cat akrilik, sehingga diperlukan metode *non-invasive* untuk proses tersebut. Metode yang digunakan salah satunya adalah mencampur dengan material swa-bersih TiO₂. Hasil penelitian Mirabedini *et al.* (2011) melaporkan bahwa penambahan nanopartikel TiO₂ pada TEOS dapat menghasilkan nanokomposit TiO₂-SiO₂ yang memberikan sifat fotokatalik dan degradasi polimer yang rendah pada pelapisan (*coating*) permukaan akrilik dibawah radiasi sinar ultraviolet. Hasil penelitian Carneiro *et al.* (2012) tentang swa-bersih pada permukaan cat akrilik, abu layang organik dan anorganik yang keduanya digunakan sebagai pengotor. Pencucian dengan air mengalir secara lanjut setiap selang waktu 1 minggu dapat menurunkan retensi kotoran. Sifat swa-bersih menunjukkan keadaan yang tetap setelah pengotoran dan pencucian menerus selama 1 bulan. Kemampuan swa-bersih TiO₂ dipadukan dengan kemampuan hidrofob dari SiO₂ menyebabkan pengotor tidak dapat merusak kualitas dari permukaan cat akrilik.

Metode

Alat yang digunakan oven (*Memmert*), *magnetic stirrer* (IKAMAG), *furnace* (*Barnstead Thermolyne* 1400), *hotplate* (*Ceramag*), FT-IR *spectrophotometer 8201PC Shimadzu*, *Transmission Electron Microscope* (JEOL JNMECA 500), *Xray Diffraction* (*Shimadzu*), *Surface Area Analyzer* (SAA) *Quantachrome Instruments Nova 1200e*, kamera digital (*Canon 600D*). Bahan yang digunakan adalah, TiIPP (titanium IV isopropoxide) kadar 97% buatan *Sigma-Aldrich*, tetraetilortosilikat (TEOS) kadar $\geq 99,9\%$, metanol kadar 99,9%, Katalis NH₃ Kadar 25%, ethylenediaminetetraacid (EDTA), NaOH, Toluena, NH₄Br, CH₃COOH *grade pro analyst* buatan *Merck*, cat akrilik.

Metode yang digunakan dalam sintesis TiO₂ *nanorod* adalah metode solvothermal sedangkan untuk sintesis SiO₂ digunakan metode sol gel. Nanopartikel TiO₂ *nanorod* dibuat dengan menyiapkan larutan EDTA dalam *beaker glass*, kemudian ditambahkan NH₃ 25% sampai pH 8-9. Ditambahkan toluen dan

TiIPP secara perlahan dan akan terbentuk *slurry* sebagai hasil hidrolisis, dilanjutkan pengadukan selama 30 menit. *Slurry* yang terbentuk dipindahkan pada *autoclave* dan dioven pada suhu 180°C selama 3 jam. Setelah proses hidrotermal *slurry* disaring dan dioven pada suhu 100°C selama 2 jam, padatan yang terbentuk digerus sampai halus dan digunakan untuk proses sintesis TiO₂ *nanorod*-SiO₂ (Christy *et al.*, 2010).

Metode yang digunakan dalam sintesis SiO₂ adalah metode sol gel. SiO₂ dibuat dengan menyiapkan etanol dalam *beaker glass*, kemudian TEOS dilarutkan sambil diaduk selama 10 menit. Setelah itu ditambahkan NH₃ 25% sehingga terbentuk sol berwarna putih. Pengadukan dilanjutkan selama 90 menit. Sol yang terbentuk didiamkan untuk proses *aging* selama 24 jam. Setelah 24 jam gel yang terbentuk dioven pada suhu 118°C selama 2 jam, padatan yang terbentuk digerus sampai halus dan digunakan untuk proses sintesis TiO₂ *nanorod*-SiO₂.

Untuk mensintesis TiO₂ *nanorod*-SiO₂. Dilakukan dengan cara mendispersikan serbuk TiO₂ *nanorod* menjadi nanosol TiO₂ dan mengatur pH sampai 2 selanjutnya diaduk selama 15 menit. Setelah itu serbuk SiO₂ ditaburkan kedalam nanosol TiO₂ secara perlahan sedikit demi sedikit. Pengadukan dilanjutkan selama 2 jam. Setelah itu nanosol TiO₂-SiO₂ didiamkan selama 24 jam untuk proses *aging*. Setelah 24 jam gel yang terbentuk dioven pada suhu 120°C selama 2 jam, padatan yang terbentuk digerus sampai halus dan dilakukan kalsinasi pada suhu 250, 350, dan 450°C untuk selanjutnya dikarakterisasi.

Preparasi untuk pengujian *self cleaning* dilakukan dengan variasi persen massa nanopartikel TiO₂-SiO₂ dalam cat akrilik yaitu 1, 3 dan 5% untuk setiap sampel dengan jenis pelarut yang berbeda. Pencampuran dilakukan dengan cara menyiapkan serbuk nanopartikel dalam *beaker glass*, kemudian ditambahkan cat akrilik (warna putih) sampai berat massa menjadi 5 gr, selanjutnya ditambahkan 2,5 mL aquades ke dalam *beaker glass* dan diaduk selama 15 menit sampai cat dan nanopartikel TiO₂-SiO₂ tercampur homogen.

Pengujian sifat hidrofobitasnya dilakukan dengan mengukur sudut kontak. pengukuran sudut kontak dilakukan dengan *static sessile drop method* (Carnairo *et al.*, 2012), hasil tetesan pada permukaan substrat difoto dengan kamera digital dari arah samping selanjutnya dari gambar dapat diperoleh sudut kontak (θ).

Hasil dan Pembahasan

Nanokomposit TiO₂ *nanorod*-SiO₂ berhasil disintesis dengan menggunakan bahan awal dari serbuk TiO₂ *nanorod* hasil sintesis dan serbuk SiO₂ hasil sintesis. Prekursor TiO₂ *nanorod* yang digunakan dalam sintesis adalah titanium (IV) isopropoksida (TiIPP). TiIPP merupakan alkoksida yang reaktif sehingga perlu dimodifikasi dengan ligan agar lebih stabil. Ligan yang digunakan adalah *ethylenediaminetetraacid* (EDTA). EDTA merupakan agen pengompleks yang berperan dalam pertumbuhan nanokristal sehingga akan mengarah terbentuk ke dimensi 1 (*nanorod*). EDTA cenderung teradsorpsi pada permukaan partikel TiO₂ dan mencegah terjadinya aglomerasi dengan demikian terbentuk partikel yang stabil (Li *et al.*, 2005). EDTA akan sukar larut dengan aquades sehingga perlu dilakukan penambahan NaOH untuk membantu melarutkannya. EDTA merupakan media yang sangat polar sehingga diperlukan pelarut non polar yaitu dengan toluen. Penambahan toluena dilakukan secara bersamaan dengan prekursor TiIPP sehingga terjadi proses hidrolisis yang membuat larutan menjadi *slurry* berwarna putih keruh. *Slurry* yang terbentuk sebagai hasil hidrolisis dihidrotermal selama 3 jam pada suhu 180°C. Kristalinitas TiO₂ yang dihasilkan dengan metode sol gel lebih rendah sehingga perlu dilakukan fabrikasi dengan cara dilakukan proses hidrotermal. Proses hidrotermal bertujuan untuk memancing pertumbuhan kristal selain itu juga untuk meningkatkan kristalinitas dan membentuk keseragaman susunan kristal. Pengisian larutan dalam *autoclave* akan mempengaruhi tekanan yang ada di dalamnya dan juga akan berpengaruh saat pembentukan morfologi dan kristalinitas TiO₂. Menurut Poudel *et al.* (2005) pengisian sebesar 80% merupakan fraksi yang tepat untuk menghasilkan struktur *nanorod*.

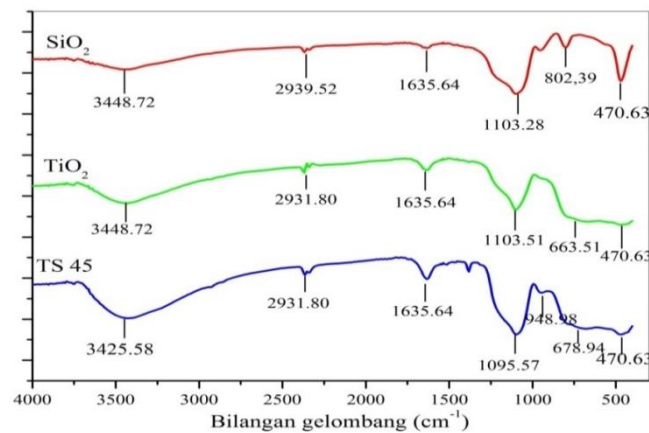
Prekursor yang digunakan untuk sintesis SiO₂ dalam penelitian ini adalah tetraetilortosilikat (TEOS). Proses hidrolisis prekursor (TEOS) menggunakan pelarut alkohol. Penambahan katalis NH₃ dan aquades dilakukan secara bersamaan dengan proses hidrolisis yang membuat larutan semakin lama menjadi berwarna putih jernih. Penggunaan pelarut alkohol dan penambahan air saat proses reaksi dilakukan untuk mengontrol hidrolisis dan kondensasi yang terjadi. Penambahan amoniak secara tetes demi tetes dilakukan untuk mengurangi laju kondensasi yang sangat cepat agar dihasilkan nanopartikel yang bagus. Saat proses hidrolisis juga ditambahkan beberapa tetes larutan NH₄Br yang bertujuan untuk mencegah terjadinya aglomerasi saat hidrolisis dan ukuran SiO₂ yang dihasilkan akan lebih seragam. Proses pengadukan dilanjutkan selama 90 menit selama proses hidrolisis. Hasil dari proses hidrolisis menghasilkan larutan berwarna putih dan terbentuk sol SiO₂.

Proses kondensasi terjadi setelah proses hidrolisis yaitu proses transisi dari fase sol menjadi gel. Proses ini membuat dua lapisan, pada lapisan bawah terdapat gel berwarna putih dan bagian atas terdapat larutan sisa proses hidrolisis. Setelah proses kondensasi dilanjutkan proses *aging* selama 24 jam menghasilkan gel yang lebih padat serta sedikit larutan jernih pada lapisan atas. Proses *aging* bertujuan untuk membuat gel yang terbentuk menjadi lebih sempurna dengan ikatan-ikatan yang ada dalam polimer yang terbentuk (Fernandez, 2011).

Sintesis nanokomposit TiO_2 *nanorod*- SiO_2 dilakukan dengan cara mencampurkan nanosol TiO_2 *nanorod* dan serbuk SiO_2 yang sudah disintesis. Serbuk SiO_2 ditambahkan pada nanosol TiO_2 sehingga nanosol TiO_2 akan menghidrolisis dan membentuk polimer dengan gugus siloksan (Si-O-Si) pada SiO_2 sehingga terbentuk ikatan Ti-O-Si. Berdasarkan hasil sintesis dan kalsinasi diperoleh empat sampel padatan dengan warna yang berbeda. Warna sampel akan semakin putih atau bersih seiring dengan naiknya suhu kalsinasi. Massa dari komposit TiO_2 *nanorod*- SiO_2 juga cenderung menurun seiring dengan naiknya suhu kalsinasi, hal ini terjadi karena semakin besar suhu kalsinasi maka senyawa sisa-sisa pelarut atau pengotor yang terdapat pada komposit seperti karbon akan semakin mudah teroksidasi menjadi gas CO atau juga CO_2 sehingga akibat proses oksidasi tersebut terjadi penyusutan massa dan warnanya juga akan semakin bersih.

Hasil penentuan gugus menggunakan FT-IR ditunjukkan pada Gambar 1. sampel TiO_2 *nanorod* terdapat ikatan O-H *stretching* pada bilangan gelombang 3448,72 cm^{-1} , ikatan O-H *bending* terdapat pada bilangan gelombang 1635,64 cm^{-1} dengan intensitas sedang. Ikatan Si-O terlihat jelas menunjukkan vibrasi ulur pada bilangan gelombang 1103,28 cm^{-1} dengan intensitas yang kuat. Selain itu, ikatan C-H *stretching* terlihat pada bilangan gelombang 2931,80 cm^{-1} sedangkan pada bilangan gelombang 470,60 cm^{-1} terdapat *peak* vibrasi tekuk (*bending vibration*) Si-O pada gugus siloksan (Si-O-Si), Vibrasi ulur (*stretching vibration*) dari ikatan Ti-O terdapat pada gelombang 663,51 cm^{-1} .

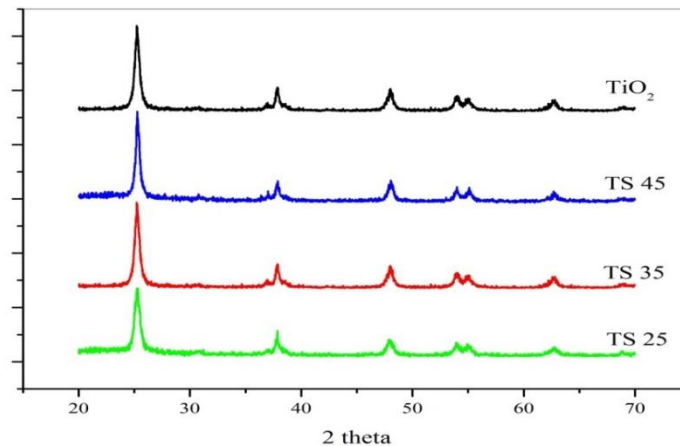
Sedangkan hasil penentuan gugus pada sampel SiO_2 ikatan O-H terdapat pada bilangan gelombang 3448,72 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur (*stretching vibration*) akibat adanya ikatan hidrogen dari gugus silanol (Si-OH), ikatan O-H juga terdapat pada bilangan gelombang 1635,64 cm^{-1} yang merupakan vibrasi tekuk (*bending vibration*). Gugus siloksan (Si-O-Si) terlihat jelas pada bilangan gelombang 1103,28 cm^{-1} yang menandakan bahwa ikatan Si-O sangat kuat dan dominan, pada bilangan 470,63 cm^{-1} terdapat *peak* vibrasi ulur (*stretching vibration*) Si-O pada gugus siloksan (Si-O-Si). Pita serapan gugus siloksi (Si-O) juga muncul pada bilangan gelombang 802,39 cm^{-1} yang menunjukkan adanya vibrasi asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si, sementara *peak* pada vibrasi ulur C-H terlihat pada bilangan gelombang 2939,52 cm^{-1} .



Gambar 1. Perbedaan struktur hasil FT-IR partikel TiO_2 *nanorod*, nanokomposit TiO_2 *nanorod*- SiO_2 , partikel SiO_2

Hasil pencampuran TiO_2 *nanorod* dengan SiO_2 menghasilkan ikatan O-H pada bilangan gelombang 3425,58 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur (*stretching vibration*), ikatan vibrasi tekuk (*bending vibration*) O-H terdapat pada 1635,64 cm^{-1} , Gugus siloksan (Si-O-Si) terlihat jelas pada bilangan gelombang 1095,57 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur Si-O, sementara pada bilangan gelombang 470,63 cm^{-1} terdapat *peak* vibrasi tekuk (*bending vibration*) Si-O pada gugus siloksan (Si-O-Si). Vibrasi ulur dari ikatan Ti-O terdapat pada gelombang 678,94 cm^{-1} . Ikatan Si-O-Ti terlihat cukup jelas pada bilangan gelombang 948,98 cm^{-1} yang menempel pada *peak* SiO_2 , ikatan ini sebelumnya tidak ditemukan pada *peak* sampel TiO_2 *nanorod* yang berarti material TiO_2 *nanorod* dan SiO_2 telah tercampur homogen sehingga terjadi perubahan struktur.

Berdasarkan hasil analisis XRD pada Gambar 2 dapat diketahui puncak-puncak difratogram TiO_2 *nanorod*, TS 25, TS 35 dan TS 45. Puncak TiO_2 *nanorod* terletak pada $2\theta = 25,247; 37,8647; 48,0257$, kemudian $2\theta = 25,2648; 37,7478; 47,8178$ untuk sampel TS 25, dan $2\theta = 25,2845; 37,8626; 47,8931$ untuk sampel TS 35, serta $2\theta = 25,2655; 37,8513; 48,1828$. Dapat diketahui bahwa sifat dari keempat sampel dengan pengaruh perbedaan suhu kalsinasi memperlihatkan bahwa struktur dari ketiga sampel tersebut adalah kristalin yaitu ditunjukkan dengan adanya puncak-puncak yang cenderung meruncing pada sudut 2θ .

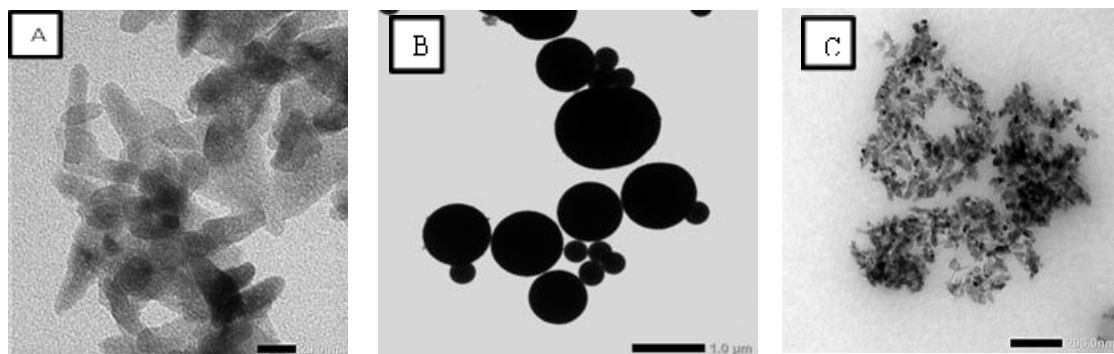


Gambar 2. Perbandingan Difraktogram XRD TiO_2 *nanorod*, TS 25, TS 35, dan TS 45

Berdasarkan pola difraksi yang dihasilkan menunjukkan bahwa semua sampel bersifat kristalin sehingga selanjutnya dapat dilakukan perhitungan dengan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* untuk memperkirakan ukuran kristal anatase TiO_2 *nanorod*, TS 25, TS 35 dan TS 45. Perhitungan ukuran kristal anatase dilakukan dengan menggunakan rumus $D = 0.9 \lambda / B \cos \theta$, dalam hal ini $\lambda = 0,154060 \text{ \AA}$ dan B merupakan nilai *full width half maximum* (FWHM) atau lebar puncak setengah maksimum. Hasil perhitungan rata-rata menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* didapatkan ukuran kristal TiO_2 *nanorod*, TS 25 dan TS 35 secara berturut-turut adalah 47,82851 nm; 50,59057 nm, 42,42256 nm, dan 35,94960 nm.

Hasil citra TEM pada Gambar 3 A menunjukkan bahwa morfologi nanokomposit TiO_2 sudah menunjukkan distribusi *nanorod* dengan kualitas kristal yang bagus, TiO_2 tersebut merupakan TiO_2 *nanorod* meskipun ukuran dan bentuknya belum seragam dan tidak beraturan. Berdasarkan dari citra TEM yang dihasilkan bisa dilakukan pengukuran ukuran kristal TiO_2 *nanorod*. Ukuran kristal dari hasil pengukuran yaitu sebesar 40-50 nm.

Hasil citra TEM pada Gambar 3 B merupakan hasil analisis SiO_2 , morfologi yang dihasilkan menunjukkan bahwa SiO_2 memiliki ukuran yang belum seragam. Ukuran partikel SiO_2 berdasarkan hasil pengukuran yang dilakukan yaitu sekitar 300 dan 700 nm.



Gambar 3. Hasil citra TEM kristal TiO_2 pada pengukuran 50 nm (A), SiO_2 pada pengukuran 200 nm (B), serta TiO_2 - SiO_2 pada pengukuran 200 nm (C)

Pada Gambar 3 C menunjukkan bahwa morfologi TiO_2 - SiO_2 belum bisa memisah tiap satuan partikel karena mengalami aglomerasi sehingga morfologi sebagian terlihat saling mengelompok dan saling menumpuk. Hal itu ditunjukkan dengan adanya warna hitam pekat pada sebagian morfologi. Aglomerasi yang terjadi dikarenakan penambahan SiO_2 saat proses sintesis kurang merata dan terlalu cepat saat

melakukan penambahan. Silika yang dihasilkan pada citra TEM kurang terlihat jelas karena komposisi dari TiO₂ lebih banyak. Titania akan diikat oleh pori-pori silika sehingga akan terbentuk ikatan Si-O-Ti. Hal itu ditunjukkan dengan adanya *peak* Si-O-Ti yang muncul pada hasil FTIR. Berdasarkan pengukuran ukuran kristal dari citra TEM yang dihasilkan adalah sebesar 30-40 nm.

Hasil analisis dengan menggunakan SAA menunjukkan bahwa sampel dengan suhu kalsinasi 250°C memiliki luas permukaan paling besar yaitu 60,898 m²/g, sampel dengan suhu kalsinasi 350°C menghasilkan luas permukaan 40,548 m²/g dan sampel dengan suhu kalsinasi 450 °C menghasilkan luas permukaan sebesar 52,097 m²/g . Menurut Kurniawan *et al* (2014) pada suhu kalsinasi tinggi ikatan antar partikel akan semakin meningkat karena peningkatan suhu kalsinasi akan mempengaruhi ukuran kristal yaitu semakin kecil sehingga ikatan antar kristal akan semakin meningkat di daerah permukaan dan struktur kristalnya juga akan semakin teratur sehingga luas permukaannya kecil.

Tabel 1. Hasil Analisis SAA nanokomposit TiO₂ *nanorod*-SiO₂

Sampel	Luas permukaan (m ² /g)	Volume pori total (cc/g)	Rerata jari-jari total (nm)
TS 25	60,898	0,3291	10,8068
TS 35	40,548	0,3993	19,6926
TS 45	52,097	0,3171	12,1732

Sudut kontak dapat diklasifikasikan menjadi 3 macam yaitu basah sebagian (hidrofil) Sudut kontak <90°, sudut kontak >90° berarti permukaan hidrofob, dan basah sempurna ketika sudut kontaknya 0° . pengukuran sudut kontak dilakukan pada substrat yang sudah dilapisi nanokomposit TiO₂ *nanorod*-SiO₂ dengan menggunakan variasi massa 1,3,5%. Hasil uji sudut kontak dengan variasi massa ditunjukkan ada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil pengukuran sudut kontak

Kode sampel	Sudut kontak (θ)
1	71
3	74
5	77

Hasil sudut kontak terbaik yang diperoleh selanjutnya digunakan untuk pengukuran sudut kontak dengan menggunakan variasi suhu kalsinasi nanokomposit. Hasil pengukuran sudut kontak dengan berbagai variasi suhu kalsinasi disajikan pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil uji sudut kontak berdasarkan variasi suhu kalsinasi

Kode sampel	Sudut kontak (θ)
BLK	62,47
TiO ₂	63,90
SiO ₂	69,67
TS 25	86,28
TS 35	86,68
TS 45	88,88

Berdasarkan Tabel 2 dapat dilihat bahwa semakin besar massa yang dicampurkan pada cat akrilik maka sudut kontak yang dihasilkan juga akan semakin besar, hal itu karena jumlah nanokomposit TiO₂-SiO₂ yang tercampur pada cat semakin banyak sehingga sifat *self cleaning* yang dihasilkan juga akan semakin baik yaitu semakin mendekati sifat hidrofob. Hal ini sesuai dengan penelitian yang pernah dilakukan oleh Kusmahetinisih dan Dyah (2012) bahwa semakin besar jumlah nanokomposit yang digunakan maka efek fotokatalis akan menjadi semakin baik sehingga akan menghasilkan sifat *self cleaning* yang semakin baik pula.

Berdasarkan Tabel 3 dapat menjelaskan bahwa pada cat tanpa penambahan nanokomposit TiO₂-SiO₂ (BLK) memiliki sudut kontak yang paling rendah diantara semua sampel yang mengandung nanopartikel karena didalam kandungan cat tidak terdapat nanokomposit TiO₂-SiO₂ dan sifat dasar dari cat akrilik adalah hidrofil. Selain itu cat akrilik dengan penambahan TiO₂ dan SiO₂ saja juga memiliki sudut yang relatif kecil jika dibandingkan dengan cat akrilik yang diberi penambahan nanokomposit TiO₂-SiO₂. Sedangkan cat dengan penambahan komposit TiO₂-SiO₂ memiliki sudut kontak yang semakin

bertambah seiring dengan penambahan komposit pada campuran cat dan suhu kalsinasi komposit yang digunakan.

Simpulan

Suhu kalsinasi mempengaruhi karakteristik dari nanokomposit TiO₂-SiO₂ dimana berdasarkan hasil analisis XRD pada suhu 250, 350, dan 450 °C padatan yang dihasilkan bersifat kristalin ditunjukkan dengan adanya puncak-puncak yang cenderung meruncing pada sudut 2θ. Dari sudut 2θ yang dihasilkan dapat dilakukan perhitungan ukuran kristal yaitu berturut-turut sebesar 50,59; 42,42; dan 35,94 nm. Berdasarkan hasil tersebut menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi maka ukuran kristal yang dihasilkan akan semakin kecil karena susunan struktur kristalnya lebih teratur. Sedangkan hasil analisis menggunakan SAA menunjukkan bahwa luas permukaan yang dihasilkan pada suhu 250 °C, 350 °C dan 450 °C berturut-turut adalah 60,898, 40,548 dan 52,07 m²/g. Berdasarkan teori seharusnya semakin tinggi suhu kalsinasi maka luas permukaan yang dihasilkan akan semakin kecil karena pada suhu kalsinasi tinggi ikatan antar partikel akan semakin meningkat karena peningkatan suhu kalsinasi akan mempengaruhi ukuran kristal yaitu semakin kecil sehingga ikatan antar kristal akan semakin meningkat dan struktur kristalnya akan semakin teratur sehingga luas permukaannya kecil. Karakter nanokomposit TiO₂ *nanorod*-SiO₂ memberi pengaruh terhadap hasil uji swa-bersih dimana berdasarkan hasil uji menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi maka hasil uji akan semakin baik. Berdasarkan hasil karakterisasi dengan XRD semakin tinggi suhu kalsinasi maka akan semakin kecil ukuran kristal sehingga dengan semakin kecil ukuran kristal akan mempermudah distribusi atau penyebaran komposit dalam campuran cat. Sampel yang menghasilkan sudut kontak paling baik adalah sampel dengan variasi massa 5% pada suhu kalsinasi 450°C. Sehingga komposisi yang paling baik digunakan sebagai pelapis (*coating*) adalah pada sampel TS 45 dengan variasi penambahan massa pada cat sebesar 5%.

Daftar Pustaka

- Carneiro, C., Vieira, R., Mendes, M.A., Magalhaes, D.F. 2012. Nanocomposite Acrylic Paint with Self-Cleaning Action. *Journal Coating Technology*, 9(6): 687-691
- Christy, P.D, Melikechi, N, Jothi, N.S.N, Suganthi, A.R.B, Sagayaraj, P. 2010. Synthesis of TiO₂ Nanorods by Oriented Attachment using EDTA Modifier: a novel approach towards 1D nanostructure development. *Journal nanopart res*, 12(8): 2875-2882
- Fernandez, B.R. 2011. *Sintesis Nanopartikel*. Padang: Pascasarjana Universitas Andalas. Hal 6-9
- Fernandez, B.R. 2012. *Sintesis Nanopartikel SiO₂ Menggunakan Metode Sol gel dan Aplikasinya Terhadap Aktifitas Sitotoksik*. Review jurnal nanoeknologi. Padang: pascasarjana universitas andalas. Hal : 3-12
- Hadi, N. 2006. Modification of Titanium Surface Species of Titania by Attachment of Silica Nanoparticles. *Material Science and Engineering B*, 133: 49–54
- Hamidah, N., Rizkiana, Meta, F., Setyawan, H. dan Samaudin, A. 2012. *Pelapisan Hidrofobik pada Kaca melalui Metode Sol gel dengan Precursor Waterglass*. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS), 1(1): 1-4
- Haryo, W.S., Hangga, A., Gusena, W. Kurniawan, T. Sawitri, D. 2012. Aplikasi Partikel TiO₂ Sebagai *Self-Cleaning* pada Cat Minyak. *Prosiding Pertemuan Ilmiah Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Bahan*. Serpong. Hal. 47-50. ISSN 1411-2213
- Kurniawan, A., Nizar, M.,Rijal, M., Bagas, R., Setyarsih, W., 2014. Studi Pengaruh Variasi Suhu Kalsinasi terhadap Kekerasan Bentuk Morfologi, dan Analisis Porositas Nanokomposit CaO/SiO₂ untuk Aplikasi Bahan Biomaterial. *Jurnal pendidikan Fisika dan Aplikasinya (JPFA)*, 4 (2): 2087-9946
- Kusmahetningsih, N. dan Dyah, S. 2012. Aplikasi TiO₂ Sebagai Swa-bersih Pada Cat Tembok dengan Dispersant Polietilen Glikol (PEG). Jurusan Teknik Fisika, FTI-ITS. *Jurnal Teknik Pomits Jurusan Teknik Fisika ITS*, 1(1): 1-5
- Li Y, Guo Y, Liu Y. 2005. Synthesis of High Purity TiO₂ Nanoparticles from Ti(SO₄)₂ in Presence of EDTA as Complexing Agent. *China Particu*, 3(4): 240-242
- Mirabedini, A., Mirabedini S.M., Babalou A.A., Pazokifard, S. 2011. Synthesis, Characterization and Enhanced Photocatalytic Activity of TiO₂/SiO₂ Nanocomposite in an Aqueous Solution and Acrylic Based Coatings. *Journal Progress In Organic Coatings*, 72(3): 453-460

- Pambudi, D.R.S. dan Mochamad, Z. 2016. Pengaruh Waktu Tahan Proses Kalsinasi Prekursor Silika sebagai Material Pelapis Hidrofobik. *Jurnal Sains Dan Seni Jurusan Fisika ITS*, 5(2): 2337-3520
- Poudel, B.C. Hujng, J. Kuwar. 2005. Formation of Crystallized Titania Nanotubes and Their Transformation into Nanowires. *Journal of nanotech*, 16(9): 1935-1940
- Rahman, I.A. & V. Padavettan. 2012. Synthesis of Silica Nanoparticles by Sol Gel: Size-Dependent Properties, Surface Modification, And Applications In Silica-Polymer Nanocomposites In Review. *Journal of Nanomaterials*, 2012(8): 1-15
- Rohmah, R. dan Mochamad, Z. 2016. Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi SiO₂ terhadap Sifat Kebasahan pada Permukaan Hidrofobik. *Jurnal Sains dan Seni Jurusan Fisika ITS*, 5(2): 2337-3520
- Siregar A.M., Harahap M.H., Ritonga, W. 2011. Preparasi dan Karakterisasi Lapisan Tipis TiO₂ pada Permukaan Logam dan Kaca Menggunakan Metode Sol Gel. *Jurnal Penelitian Saintika Jurusan Fisika Unimed*, 11 (2): 67-75