

## ***Material Fotokatalis TiO<sub>2</sub> dan Aplikasinya Sebagai Tekstil Antibakteri***

Desyana Olenka Margaretta<sup>1</sup>,

Tadris Fisika, UIN Sayyid Ali Rahmatullah Tulungagung

<sup>(a)</sup>E-mail: *desymargaretta@gmail.com*

TiO<sub>2</sub> (titanium dioksida) memiliki performa baik untuk pendegradasi bakteri. Potensi fotoinaktivasi dengan proses fotokatalitik dimiliki Titania dioksida, TiO<sub>2</sub> mendegradasi bakteri dengan merusak membrane hingga dengan radikal •OH menghambat sintesis protein dan asam nukleat pada bakteri, Radikal •OH dapat menjadi oksidator kuat antibakteri, diaktifkan dengan penyinaran UV-C. *Technical grade* TiO<sub>2</sub> anatase dari bratachem, Indonesia dari hasil penelitian 99% dapat menurunkan koloni bakteri. Kami mengembangkan metode pelapisan sederhana pada tekstil menggunakan bahan Titania anatase *technical grade* untuk pemanfaatan sederhana. Kami telah sukses melakukan dua metode dengan dip-heating dan spray. Efektivitas deposisi terbesar ditunjukkan dengan sampel dengan massa TiO<sub>2</sub> 33% dari berat sample tekstile. Dengan sampel ini menunjukkan bahwa antara titania dan tekstil memiliki cukup ikatan yang kuat. Deposisi dilakukan pada tekstil khas Tropis yang sering digunakan sehari-hari yakni katun dan sebagai pembanding adalah kain polyester.

### **1.Pendahuluan**

Kapas, terutama terdiri dari serat selulosa, adalah serat alami untuk memproduksi tekstil lembut dan berpori [1] Muncul penelitian tentang kain katun multiguna [1-6] merevolusi penggunaan kain katun sebagai dengan aplikasi yang luar biasa [1,4,6]. Bahkan selain itu, baru-baru ini terdapat superkapasitor tekstil dan supercapacitors serat [9,10] penyimpanan energi supercapacitors seperti itu dibangun baik oleh lapisan tipis. Cui et al mengembangkan solusi berbasis teknik untuk mengkonversi tekstil katun ke tekstil konduktif oleh lapisan serat selulosa dengan nanotube karbon (CNT) atau graphene film tipis. memungkinkan kinerja elektrokimia yang tinggi superkapasitor tekstil [7,8]. Namun, kerja surfaktan organik untuk mempersiapkan CNT "tinta" tidak ramah lingkungan Kelemahan lainnya adalah bahwa penggunaan CNT meningkatkan biaya.

Disisi lain Tekstil adalah kebutuhan bagi manusia yang dinilai penting karena kegunaanya pada kehidupan sehari-hari. Tirai rumah sakit, hotel, pakaian olahraga, pakaian militer harus higienis dan bebas bakteri di sekitar kita. Infeksi bakteri dapat membuat sakit manusia. Mereka berkembang biak dengan cepat di dalam tubuh manusia, mengeluarkan racun yang bisa merusak jaringan dan menyebabkan penyakit. tekstil fasilitas umum di rumah sakit, misalnya pakaian, spre, tirai dinding di rumah sakit, dapat terkontaminasi oleh bakteri, virus, dan jamur dari darah, feses, urin, muntah dan sekresi tubuh lainnya yang menyebabkan infeksi[11]. Penting untuk textile terlindungi dengan serat antimikroba. Textile

antimikroba pertama kali digunakan selama perang dunia II, dibuat untuk melindungi tenda, terpal, selimut dari kebusukan [12,13]. Belum mencapai perlindungan lingkungan namun pencegahan kerusakan akibat mikroba yang merugikan yaitu bakteri. Katun merupakan jenis kain yang banyak digunakan masyarakat daerah tropis. Katun merupakan aspek textile yang penting di Indonesia, karena digunakan dalam industri batik yang tumbuh secara signifikan setelah perang dunia ke-1 [14,15]. Permukaan tekstil modifikasi dengan nanopartikel dan nanokomposit anorganik prospek untuk menjadi antimikroba [16]. Selain titania, bahan lainnya nanopartikel perak (Ag), perak oksida ( $\text{Ag}_2\text{O}$ ), Silicon (Si), Tembaga oksida ( $\text{CuO}$ ), Seng oksida ( $\text{ZnO}$ ), kalsium oksida ( $\text{CaO}$ ), Magnesium oksida ( $\text{MgO}$ ) juga memiliki aktivitas antimikroba [17].

$\text{TiO}_2$  mempunyai tiga fasa kristalin yakni *anatase* (tetragonal), *rutile* (tetragonal) yang paling sering dijumpai dan bentuk alami dari  $\text{TiO}_2$ , *brookite* (orthorhombic) salah satu bentuk fasa  $\text{TiO}_2$  yang jarang di alam sehingga jarang dimanfaatkan. Fase Anatase secara luas digunakan sebagai *electron collecting layer* di *organic photovoltaic* dan juga dimanfaatkan sebagai katalis untuk nanotube dan nanoribbon. [18,19,20,21]. Partikel  $\text{TiO}_2$  memiliki sifat unik seperti stabilitas yang lebih tinggi, tahan lama, aman dan spektrum antibiosis mikroorganisme yang luas [17,22,23]. Sifat antimikroba  $\text{TiO}_2$  terkait dengan struktur kristal, bentuk dan ukuran [24]. Banyak metode yang digunakan untuk memproduksi dan meningkatkan potensi dari nanopartikel titania. Seperti modifikasi titania dengan doping Au atau Ag, tapi cara ini membutuhkan biaya tinggi dan kurang aman [25]. Fu dkk telah menerapkan metode sol-gel untuk membuat nanopartikel  $\text{TiO}_2$  dalam bentuk anatase. Hasilnya ukuran partikel menjadi peka terhadap pH larutan [26]. Percobaan lainnya dilakukan oleh Nurmawati dengan titania anatase *technical grade*, memiliki penyerapan cahaya di kisaran 190 sampai 820 nm dan ditunjukkan titania tidak murni [26]. Spektrum serapan dari titania *technical grade* anatase lebih besar dari titania murni. Karena spektrum penyerapan berbagai cahaya tampak adalah 380-740 nm, sehingga *unpure* titania dapat menyerap lebih iradiasi sinar matahari dan proses fotokatalitik menjadi lebih mudah.

Penggunaan  $\text{TiO}_2$  sebagai antimikroba telah diteliti sejak beberapa tahun lalu. Choi dkk melaporkan bahwa lapisan penutup oksida alami Ti komersial murni memiliki perilaku antimikroba, dengan tidak ada perbedaan yang signifikan antara *non-treated*, *anodic*, and *thermal-treated specimens* [14]. Santillán dkk [15] mempelajari sintesis  $\text{TiO}_2$ -Ag nanopartikel komposit dan fabrikasi  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{TiO}_2$ -Ag pelapis pada substrat titanium oleh EPD. Ag nanopartikel (NPAg) secara langsung dibentuk dan tumbuh di permukaan  $\text{TiO}_2$  nanopartikel ( $\text{TiO}_2$ ) dari nukleofilik, bahwa semua pelapisan yang dikembangkan menunjukkan bioaktivitas vitro, dengan tingkat bioaktivitas kualitatif menurun sebagai konten Ag dalam lapisan  $\text{TiO}_2$  meningkat. Namun, penulis tidak mengevaluasi respon coating antibakteri. Efek bakterisida  $\text{TiO}_2$  di bawah radiasi UV-light sangat berguna untuk mensterilkan

permukaan yang terkontaminasi dari implan gigi seperti dilaporkan Suketa et al [26]. Peneliti menggunakan *plasma source ion implantation* untuk deposit lapisan TiO<sub>2</sub> ke titanium logam. Menurut Livia dkk aplikasi TiO<sub>2</sub> coating sebagai antibakteri harus menggunakan mekanisme aktivasi foton dengan energi yang cukup dan harus mencapai permukaan semikonduktor untuk mengaktifkan proses katalitik. Masalah energi pengaktifkan dapat diselesaikan dengan doping TiO<sub>2</sub>, pengembangan fotokatalis menunjukkan reaktivitas tinggi di bawah cahaya tampak ( $\lambda > 400$  nm) [27].

Edwig dkk melaporkan bahwa penelitiannya tentang Coating TiO<sub>2</sub> Degusa P25 powder pada kain polyester-cotton dengan perbandingan (65:35) menggunakan metode dip-coating disertai iradiasi sinar matahari selama proses modifikasi. Pada proses analisis *bactericidal activity* diketahui bahwa kain termodifikasi dapat membunuh bakteri, namun harus dengan penyinaran terus menerus dan kain dapat digunakan kembali hingga tiga kali penggunaan. Tetapi saat tidak disinari kemampuan antibakteri menurun setelah beberapa penggunaan [28]. Berlandaskan hal ini, pada penelitian kami dicobakan untuk memodifikasi eksperimen yakni pertama kami menggunakan kain katun murni dan polyester komersial. Tujuannya mencoba memisahkan jenis kain, katun yang sering dipakai untuk batik dan polyester yang sering digunakan sehari-hari. Pada makalah ini diujicobakan pelapisan TiO<sub>2</sub> ke kain berjenis katun murni dan polyester untuk mengetahui aktivitas antibakteri dan efek pelapisan pada textile. Katun merupakan jenis kain yang banyak digunakan masyarakat daerah tropis misalnya Indonesia.

Kedua suspensi TiO<sub>2</sub> dibuat dengan menggunakan Technical grade TiO<sub>2</sub> anatase, yang berlainan dengan penelitian-penelitian sebelumnya yang menggunakan TiO<sub>2</sub> murni atau ditambah doping unsur lain. Karena titania jenis ini lebih murah dan mudah didapat sehingga kami bertujuan melihat performa TiO<sub>2</sub> technical grade untuk aktivitas degradasi bakteri. Ketiga dilakukan dua treatment pelapisan yang berbeda untuk masing-masing jenis kain yakni penambahan panas untuk kain katun (metode ini diberi nama dip-heating) yakni coating sambil dipanaskan, serta metode spray untuk polyester bertujuan memodifikasi teknik sehingga diharapkan terdapat perbaikan dan pelapisan lebih optimal. Sehingga dapat menjadi studi untuk meningkatkan kualitas fungsionalisasi kain.

## **2. Material & Metode**

2.1 Metode percobaan 1 pada katun dengan dip-heating. Percobaan metode 1 dilakukan pada kain katun berasal dari serat murni, yang biasa digunakan untuk kain batik tulis. *Polivinil pirolidon* dengan variasi sama dengan Titania dilarutkan dalam air deionisasi 50 ml dalam kondisi hangat 70° distirer selama 30 menit. Setelah terlarut ditambahkan *Succinic acid* dan *Sodium Hyphospate* 10 % dari berat titania distirer dalam kondisi tanpa pemanasan. Diasumsikan dengan 10% pemberian succinic acid dan Sodium Hyphospate akan meningkatkan kualitas ikatan antar molekul titania dan kain.

TiO<sub>2</sub> dengan tiga variasi (sample A: 1 gr atau 33 % dari berat kain sekali celup, sample B: 3 gr atau 100% dari berat kain sekali celup, sample C: 6 gr atau 200% dari berat kain ) ditambah 100 ml air deionisasi disonifikasi dengan *Ultrabath Sonic* selama 60 menit dengan suhu. Setelah itu kedua suspensi dicampur dan distirer selama 60 menit dengan suhu 70°. katun murni ukuran 3,8 cm x 10 cm yang telah ditentukan berat awal 0,3 gram dicuci dengan bersih menggunakan air deterjen dan dikeringkan. lalu dicelup dan distirer bersamaan dengan suspensi titanium dioksida selama 60 menit dengan pemberian suhu 70° dengan teknik *Dip Heating* yakni dicelupkan sambil diberi perlakuan pemanasan kemudian dikeringkan dengan microwave oven selama 5 menit suhu 100°. Polimer yang digunakan yakni *Polivynil Piroolidon* yang diharapkan berfungsi sebagai pengemban agar ikatan *crosslink* antara titanium dioksida, SHP, Succinic acid dan katun lebih terikat kuat.

2.2 Metode Percobaan 2 pada polyester dengan spray. Percobaan metode ke 2 dilakukan pada polyester, dikarenakan sifat polyester berbeda dengan katun TiO<sub>2</sub> (sample A: 1 gr atau 33 % dari berat kain sekali celup, sample B : 3 gr atau 100% dari berat kain sekali celup, sample C: 6 gr atau 200% dari berat kain ) dicampur dengan masing-masing air deionisasi dan etanol dengan menggunakan *ultrasonic bath* selama 1 jam. *Succinic Acid* dan *sodium hypo phosphite* dilarutkan masing-masing dengan air deionisasi dan etanol menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam. Pelapisan dilakukan dengan menyemprotkan larutan pada kain polyester. Untuk cara ke-2 ini tidak digunakan penambahan polimer dikarenakan polyester telah mengandung polimer tidak seperti katun.

2.3 Metode Pengujian antibakteri menggunakan metode *plate count*. *Plate Count Method* prinsipnya menghitung jumlah koloni yang terbentuk pada masing *plate*. *Plate Count Method* dilakukan dengan cara melarutkan sampel uji yang mengandung bakteri dengan air garam fisiologis. Sebelum melarutkan, ambil satu keping dari masing-masing sampel yang sudah disinari dengan lampu UV selama 24 jam. Kemudian masukan kedalam 10 ml larutan air garam fisiologis dan aduk dengan *vortex* (pelarutan 10 kali). Setelah itu, ambil 1 ml dari larutan tersebut dan campurkan pada 9 ml larutan air garam fisiologis dan aduk dengan *vortex* (pelarutan 100 kali). Lakukan hal yang sama, sampai pelarutan 1 juta kali. Setelah itu, tabung reaksi yang mengandung pelarutan 1 juta kali dituangkan kedalam 2 *plate* berbeda dan dicampur dengan nutreint agar sebagai makanan bakteri. Lakukan hal ini untuk sampel yang berikutnya. Selanjutnya *plate-plate* tersebut diinkubasi selama 48 jam diruangan gelap. Ambil *plate* yang sudah diinkubasi dan hitung jmlah koloninya secara manual.



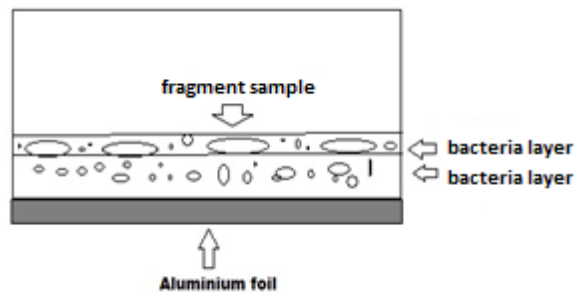
Gambar 1: (a) Sample dengan koloni sebelum inkubasi,  
(b) Sample dengan koloni setelah inkubasi

Penyinaran yang digunakan dalam pemanfaatan TiO<sub>2</sub> anatase sebagai pendegradasi bakteri menggunakan Radiasi UV C. UV-C memiliki radiasi lebih pendek dan lebih tinggi dari UV-A,UV-B. Tertanam melaporkan aktivitas photokatalitik meningkat secara signifikan dibawah iradiasi UV-C [29].

2.4 Karakterisasi Sample. Karakterisasi yang dilakukan meliputi karakterisasi aktivitas antibakteri menggunakan metode plate count yang dilakukan di laboratorium mikrobiologi SITH. Karakterisasi massa awal dan setelah cuci menggunakan Neraca Digital . Pengambilan Citra sample dengan SEM Phenom FEI. Kemudian uji Uji Kekakuan dilakukan dengan alat *Stiffnes tester*. Uji FTIR menggunakan Alpha-FTIR Spectrometer Bruker .

### 3. Hasil dan Diskusi

3.1 Aktivitas antibakteri dari TiO<sub>2</sub> pada kain. Pengujian antibakteri dilakukan dengan metode Plate count metode. Fokus yang diuji dalam antibakteri ini adalah aktivitas titania struktur anatase dari bratachem untuk mendegradasi bakteri yang banyak di sekitar manusia dan sering penyakit dikarenakan bakteri ini menginfeksi manusia yakni bakteri E.coli dan S.aureus.Kita tahu bahwa S. aureus dan E.Colli hidup di suhu antara 4 -48 °C [30] dan pH 4,5-9,3 [31]. Ilustrasi sample kain pada *plate* ditunjukkan gambar 2.



Gambar 2: Ilustrasi Sample uji bakteri pada *plate*

Kemudian didapat hasil kuantitatif penghitungan manual yang ditunjukkan tabel 1 tentang jumlah koloni bakteri sebelum diberi sample kain yakni perlakuan kontrol dan setelah diberi sample kain dengan massa terkecil ( 1 gram ) yang ditunjukkan dengan perlakuan sample 1 dan sample 2 dalam tabel 1. Pada Penelitian sebelumnya pengujian antibakteri pada kain banyak dilakukan dengan metode shaking flask method[32,33]. Hasilnya menunjukkan prosentase antibacterial dalam CFU/ml. Perlakuan hampir sama dengan Metode plate count yang kami lakukan namun memerlukan alat *shaking*, oleh karenanya kami

mencoba menggunakan pengujian antibakteri yang lebih sederhana yakni dengan *plate count method* yang dinodifikasi dengan cara penghitungan manual untuk prosentase kemampuan antibakteri.

Fegna et all melaporkan penelitian tentang penggunaan TiO<sub>2</sub>: Degussa P25 powder Film dan TiO<sub>2</sub> film tipis komersial [35]. Pengamatan keduanya terbukti menonaktifkan E.Coli. Penelitian Lain oleh JH.Xia et all melaporkan TiO<sub>2</sub> nanopartikel pada serat katun dengan metode proses Self-Assembly dengan bantuan karboksilat, dilaporkan dapat mendekomposisi Rhodamine 6G (R6G)[36]. Menggunakan metode tersebut pemuatan TiO<sub>2</sub> pada serat dapat dikontrol dengan jumlah karboksilat persatuan luas permukaan serat. Fotokatalitik pada proses ini menunjukkan potensi aplikasi dalam industri tekstil antibakteri.

Tabel 1: Hasil tes antibacteria pada sample uji

treatment	S.Aureus (colony) [CFU/ml]		E.Coli (Colony) [CFU/ml]	
	1	2	1	2
Plate control	220 x 10 <sup>6</sup>	212 x 10 <sup>6</sup>	276 x 10 <sup>6</sup>	263 x 10 <sup>6</sup>
sample	2 x 10 <sup>6</sup>	2 x 10 <sup>6</sup>	2 x 10 <sup>6</sup>	3 x 10 <sup>6</sup>
sample	0	0	0	0

Data yang tertulis diatas dapat dianalisis prosentase daya hambat dari titania sebagai antibakteri dengan rumusan sebagai berikut :

$$I (\%) = \frac{(B_{control} - B_{sampel})}{B_{control}} \times 100\%$$

Menghasilkan prosentase terhitung untuk tes antibakteria sebagaimana ditunjukkan oleh table 2.

Tabel 2: Prosentase kemampuan daya hambat (degradasi) TiO<sub>2</sub>

Plate	S.Aureus		E.Coli	
	1	2	1	2
Sampel 1	99,09 %	99,05 %	99,27 %	98,85 %
Sampel 2	100 %	100 %	100 %	100 %

Dari hasil tes uji antibakteri diketahui bahwa hanya dengan percobaan rentang massa TiO<sub>2</sub> 1 gram yakni massa terkecil dalam percobaan di experimen ini menghasilkan kemampuan daya hambat yang baik. Dapat diketahui bahwa TiO<sub>2</sub> fasa anatase teknis yang digunakan efektif dalam menghambat pertumbuhan bakteri dan dapat mendegradasinya. Perbedaan aktifitas fotokatalis pada struktur fotokatalis yang berbeda berkaitan erat dengan luas permukaan dan ukuran partikel fotokatalis. Partikel bulk dengan struktur anatase lebih reaktif dari struktur rutile dan brookit. Hal ini juga disebabkan struktur anatase yang

memiliki celah pita energy lebih besar yakni 3,2 eV berbanding dengan Rutile 3,1 eV menyebabkan tingginya aktifitas fotokatalis anatase lebih baik[28]. Dikarenakan ketika  $\text{TiO}_2$  diradiasikan dengan cahaya maka, bandgap akan menghasilkan pasangan elektron dan *hole* yang menyebabkan reaksi redoks pada permukaan  $\text{TiO}_2$ . Akibat dari elektron yang berpindah dari pita valensi ke pita konduksi, elektron yang bermuatan negatif dan oksigen akan menyatu menjadi  $\text{O}_2^-$  sedangkan *hole* yang bermuatan positif dan air akan menghasilkan radikal hidroksil [37] Radikal hidroksil ini menyebabkan tekanan oksidasi dan mengurangi sitoplasma pada sel eukariotik dan prokariotik sehingga terjadi kerusakan pada sel yang menyebabkan bakteri mati [38].

### 3.2 Karakterisasi dari $\text{TiO}_2$ di kain

3.2.1. Efektivitas kuat pelapisan  $\text{TiO}_2$  di kain. Setelah dilakukan deposisi  $\text{TiO}_2$  pada kain maka terdapat dua jenis ikatan yaitu ikatan kuat dan ikatan lemah. Ikatan kuat adalah ikatan  $\text{TiO}_2$  pada kain yang tidak akan lepas berapa kali pun dilakukan pencucian. Ikatan lemah adalah ikatan  $\text{TiO}_2$  pada kain yang dapat dilepas akibat proses pencucian. Misalkan massa total  $\text{TiO}_2$  yang berhasil dideposisi adalah  $m$  dan massa  $\text{TiO}_2$  yang terikat kuat adalah  $m_0$ . Dengan demikian, massa  $\text{TiO}_2$  yang terikat lemah (yang akan lepas jika dilakukan pencucian) adalah  $m - m_0$ .

Ketika dilakukan pencucian, laju perubahan massa  $\text{TiO}_2$  yang menempel pada kain sebanding dengan massa  $\text{TiO}_2$  yang terikat lemah dan lama waktu pencucian  $dt$ . Dengan demikian, persamaan yang mengaitkan perubahan massa dan besaran lain adalah

$$dm = -\frac{1}{t_1}(m - m_0)dt \quad (1)$$

di mana  $t_1$  adalah konstanta. Tanda negatif menyatakan bahwa penyucian menyebabkan massa  $\text{TiO}_2$  yang menempel pada kain berkurang. Persamaan di atas dapat diselesaikan dengan

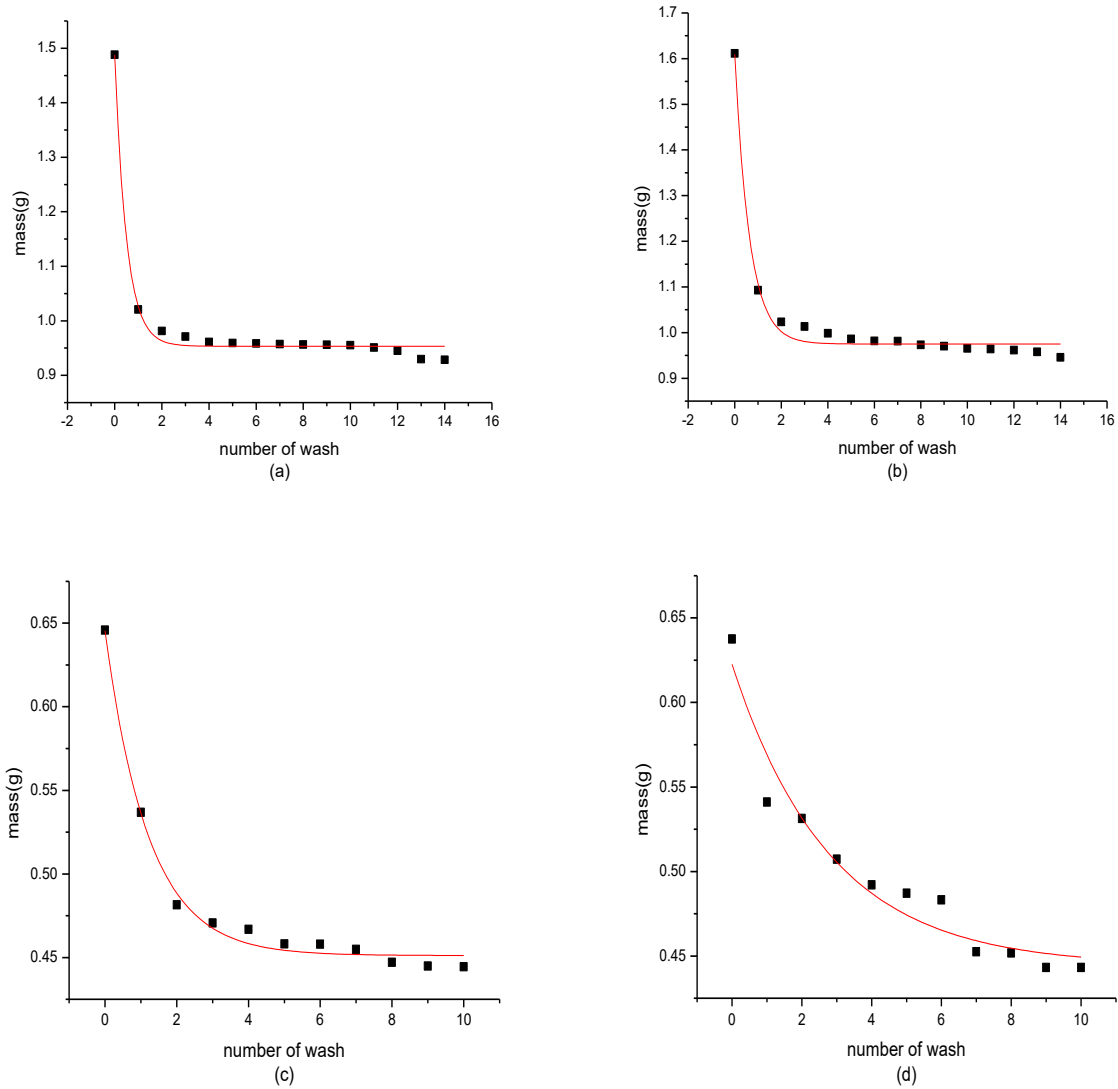
$$\int \frac{dm}{m - m_0} = -\frac{1}{t_1} \int dt + C$$

Dengan  $C$  adalah sebuah konstanta. Solusi persamaan di atas adalah

$$\ln(m - m_0) = -\frac{t}{t_1} + C \quad \text{atau}$$

$$m(t) = m_0 + A_1 \exp\left(-\frac{t}{t_1}\right) \quad (2)$$

Nilai  $m_0$  dan konstanta  $t_1$  ditentukan dengan melakukan fitting data menggunakan Persamaan (2). Hasil fitting ditunjukkan dalam gambar 3 dan table 3 dengan mengambil data dari dua metode pelapisan berbeda yakni metode 1 untuk katun dan metode 2 untuk polyester dengan dua sample acak, dengan massa titania terkecil (1 gram) dan terbesar (6 gram), diukur data massa sebelum pencucian dan setelah pencucian.



Gambar 3: Hasil fitting masing-masing sample (a). Sample 1 metode 1, (b). Sample 2 metode 1, (c) sample 1 metode 2, (d). sample 2 metode 2

Dengan nilai  $m_0$  dan konstanta  $t_1$  ditunjukkan dalam table 3

Tabel 3 : nilai konstanta sample hasil fitting.

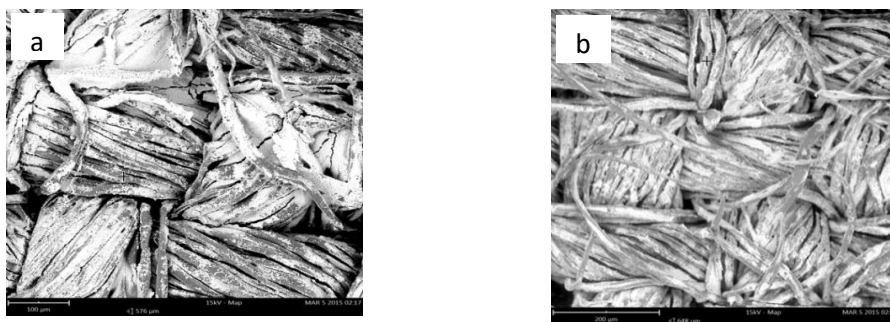


konstanta	sample			
	sample 1	sample 2	sample 1	sample 2
	method 1	method 1	method 2	method 2
$m_0$	0.451	0.444	0.953	0.974
$A_1$	0.194	0.178	0.534	0.634
$t_1$	1.213	2.807	0.502	0.636

$m_0$  menunjukkan massa yang berhasil dideposisikan dengan ikatan yang kuat pada kain. Dan  $t_1$  adalah peluruhan massa konstan dan menunjukkan untuk sampel setelah dicuci. Peluruhan massa yang tinggi di metode 1 sample 2 ( sample katun massa  $TiO_2$  terbesar :6 gr), crosslinks antara polimer dan  $TiO_2$  tidak memiliki ikatan kuat, karena massa yang tinggi dalam  $TiO_2$  dispersi menyebabkan persaingan dalam ikatan valensi mereka. Yang terjadi pada katun adalah Pada pencucian fabric  $TiO_2$  Interaksi fisik pada fabric lemah dan berakibat pelepasan pada fabric saat pencucian dan penggunaan [39,40].

3.2.2. Karakterisasi SEM Phenom Pada serat kain. Gambar SEM diambil dengan alat FEI Phenom SEM. SEM ini menggunakan sumber CeB6, magnet permanen untuk electron focus dan detector backscatter, diatur dalam empat kuadran. SEM jenis ini dapat memberikan pencitraan berkualitas tinggi dengan perbesaran hingga 20.000 kali.. SEM ini dirancang untuk memudahkan pengoperasian dan pemeliharaan dan juga memungkinkan karakterisasi sample skala mikro dan mudah dalam pengoperasiaanya.

FEI Phenom SEM memiliki kualitas pencitraan yang baik pada sample karena hanya dengan tegangan rendah dan tekanan ruang tinggi ( tidak vakum ). Hal ini cocok untuk mempelajari specimen biologi, kimia dan juga jenis sample serat permukaan seperti sample kain pada makalah ini [41,42].

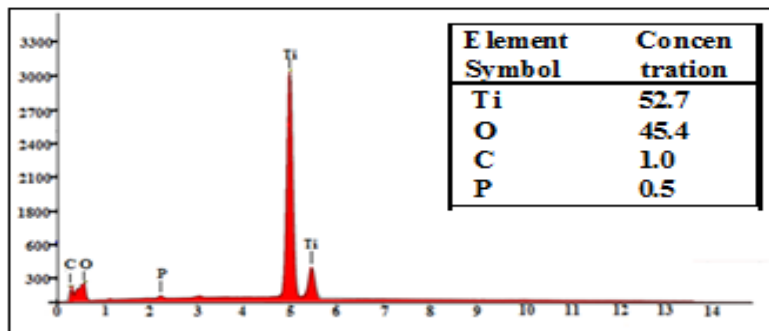


Gambar 4: a) Citra SEM Phenom kain sebelum dicuci  
b) Citra SEM Phenom kain setelah dicuci

Citra yang diambil dibedakan pada sebelum pencucian dan setelah pencucian. Struktur morfologi dan sebaran partikel di serat katun dapat diketahui. Berdasar Gambar a) dan b) di bawah ini dapat dilihat apabila partikel titania menempel pada serat katun sebelum diberi perlakuan pencucian. Diketahui dari citra tersebut,  $TiO_2$  tidak tersebar merata pada kain.

Sebelum pencucian serat cenderung terdapat daerah gumpalan pada luasan tertentu dan nampak sangat kaku dan terlihat partikel menempel tidak baik di serat kain. Hal ini dimungkinkan karena proses deposisi yang menggu nakan pencelupan dengan perlakuan suhu sehingga partikel terlapis tidak seimbang di kain dalam luasan tertentu. Kain cenderung terbagi dalam sisi yang terlapis tebal dan sisi yang hanya sedikit terlapis. Hal ini dikarenakan pada proses *diping* suspensi kurang terserap dengan baik oleh beberapa luasan serat kain.

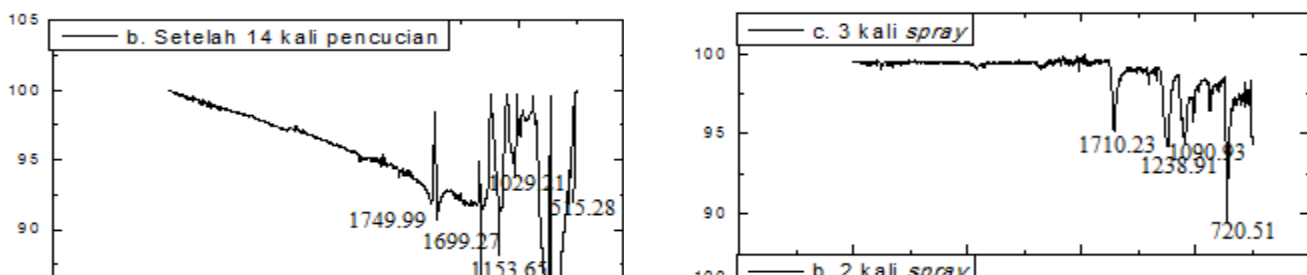
Butiran partikel titania yang tertempel terlihat mengumpul pada bagian tertentu dan sebagian menyebar menempel mengikuti serat kain. Dimungkinkan posisi titania yang menempel tidak tertutupi oleh polimer maupun *crosslink agent*. Dapat diduga titania telah tertempel dengan permukaan terbuka. Dengan SEM Phenom juga dapat mengukur konsentrasi yang terdapat dalam sample menggunakan fitur EDAX, dari hasil EDAX terlihat pada gambar 5 berikut.



Gambar 5: Hasil EDAX sampel

Dari hasil EDAX didapatkan grafik untuk setiap intensitas Unsur terdeteksi. Unsur Titania muncul pada energi 4,510 keV( $k\alpha_{12}$ ) dan 4,931 keV ( $k\beta$ ). Unsur O muncul pada energi 0,523 keV( $k\alpha_{12}$ ), C pada energi 0,277 keV ( $k\alpha$ ), P pada energi 2,013 ( $k\alpha$ ) [42-44]. Dari hasil EDAX sample dapat diketahui bahwa elemen yang terdapat dalam sample meliputi  $TiO_2$ , Oksigen, Carbon (Co) yang berasal dari kain dan Phospor (P) yang diduga adalah pengotor yang berasal dari Sodium hyphospite yang ikut dilarutkan. Unsur yang lain tidak terdeteksi dimungkinkan karena jumlahnya kurang dari 4 % dari total berat yang menempel pada kain, EDAX memiliki limitasi sebesar 4 % berat sehingga elemen unsur yang kurang dari itu tidak terdeteksi[44].

### 3.2.3. Karakterisasi Kain dengan FTIR



Gambar 6: a) Hasil FTIR dengan metode dipcoating

b) Hasil FTIR dengan metode Spray

Hasil FTIR pada kain (a) setelah dilapisi dengan dispersi antibakteri  $\text{TiO}_2$  melalui metoda *dip-heating* sebelum pencucian menunjukkan adanya puncak 3331.48 yang merupakan ikatan intermolekular vibrasi hidrogen (O-H) yang bergeser ke bilangan gelombang rendah yang mengindikasikan adanya interaksi kuat diantara gugus hidroksil dengan  $\text{TiO}_2$  [36]. Puncak 1646.68 ikatan C = O merupakan ester dari hydroxy carboxylic acid yang terbentuk dari esterifikasi intermolekular dari carboxylic acid yang mengindikasikan terjadinya ikatan silang [47]. Puncak 1156.44, 1039.30 merupakan C-H yang dimiliki oleh PET [48]. Puncak 752.50, 686.62 merupakan karakteristik yang dimiliki oleh Ti - O anatase dimana karakteristik vibrasi  $\text{TiO}_2$  berada pada 500-800  $\text{cm}^{-1}$  [50].

Sementara hasil FTIR setelah dilapisi dengan dispersi antibakteri  $\text{TiO}_2$  melalui metoda *dip-heating* setelah 14 kali pencucian menunjukkan puncak 1749.99 dan 1699.27 ikatan C=O yang merupakan carboxylic acid yang terbentuk dari esterifikasi intermolekular yang mengindikasikan adanya ikatan silang [46]. Puncak 1313.78 dan 1153.65 C- H karakteristik dari sampel pada rantai asam dan ester begitu pula dengan puncak 1029.21 yang merupakan ikatan C - H dimana puncak-puncak ini menunjukkan PET [47]. Puncak 751.91, 696.48, 515.28 merupakan karakteristik yang dimiliki oleh Ti - O anatase dimana karakteristik vibrasi  $\text{TiO}_2$  berada pada 500-800  $\text{cm}^{-1}$  [50].

Hasil karakterisasi kain dengan FTIR pada sampel (b) dengan metoda *spray* menggunakan air deionisasi pada gambar 1 menunjukkan bahwa kain poliester setelah dilapisi dengan 1 kali *spray* menunjukkan puncak 1709.60 C = O merupakan puncak keton yang menunjukkan carboxylic acid yang mengindikasikan adanya ikatan silang. Puncak 1090.91 merupakan ikatan eter, adanya keton dan eter mengindikasikan terjadinya reaksi ikatan silang [40,47]. Puncak 1239.15 merupakan C – H hidrokarbon yang berasal dari gugus metilen yang merupakan karakteristik dari sampel pada rantai asam dan ester pada PET [48]. Puncak 720.93 merupakan karakteristik yang dimiliki oleh Ti - O anatase dimana karakteristik vibrasi TiO<sub>2</sub> berada pada 500-800 cm<sup>-1</sup> [49].

Kain setelah dilapisi dengan 2 kali *spray* menunjukkan puncak 1714.29 C = O merupakan puncak keton yang menunjukkan reaksi ikatan silang carboxylic acid [46]. Puncak 1089.76 merupakan ikatan eter, adanya keton dan eter mengindikasikan terjadinya reaksi ikatan silang [47]. Puncak 1238.79 dan 1016.24 merupakan C – H hidrokarbon yang berasal dari gugus metilen yang merupakan karakteristik dari sampel pada rantai asam dan ester pada PET [48]. Puncak 723.23, 547.79 dan 513.47 merupakan karakteristik yang dimiliki oleh Ti - O anatase dimana karakteristik vibrasi TiO<sub>2</sub> berada pada 500-800 cm<sup>-1</sup> [49].

Kain setelah dilapisi dengan 3 kali *spray* menunjukkan puncak 1710.23 C = O merupakan puncak keton yang menunjukkan adanya reaksi ikatan silang carboxylic acid [46]. Puncak 1090.93 merupakan ikatan eter, adanya keton dan eter mengindikasikan terjadinya reaksi ikatan silang [47]. Puncak 1238.91 merupakan C – H hidrokarbon yang berasal dari gugus metilen yang merupakan karakteristik dari sampel pada rantai asam dan ester pada PET [48]. Puncak 720.51 merupakan karakteristik yang dimiliki oleh Ti - O anatase dimana karakteristik vibrasi TiO<sub>2</sub> berada pada 500-800 cm<sup>-1</sup> [50].

3.2.4 Uji Kekakuan Pada Kain. Katun terlapisi dilakukan uji kekakuan untuk melihat pengaruh pelapisan pada permukaan kain menggunakan alat Shirley Stiffness Tester. Katun terlapisi dilakukan uji kekakuan untuk melihat pengaruh pelapisan pada permukaan kain. Uji kekakuan kain dilakukan ke arah lusi dan pakan. Susunan serat tekstil yang terdiri dari dua jalur, benang vertikal disebut pakan dan benang horisontal disebut lusi, lapisan lapisan horisontal pada benang ini menyebabkan perubahan kekakuan kain. kode BC menjelaskan tekstil sebelum coating dan kode SC menjelaskan untuk tekstil setelah lapisan. Uji kekakuan dilakukan tes dengan cara uji pita potong (SNI 08-0314-1998).

Tabel 4: Data pengujian panjang lengkung sample kain

test number	Unwashed	After wash	Gramation
-------------	----------	------------	-----------

	Filling	warp	filling	warp	Unwashed	After wash
1	2.30	2.10	3.35	4.40	1.0388	1.6764
2	2.60	2.35	3.80	4.80	1.0342	1.6147
3	2.40	2.30	4.10	3.70	1.0348	1.5214
4	2.60	2.30	4.60	4.00	1.3720	1.5827
5	2.50	2.05	4.40	5.00	1.0213	1.6417
6	2.65	2.05	4.90	5.20	1.0333	1.6074
7	2.60	2.10	3.95	5.25		
8	2.40	2.25	4.45	5.35		
9	2.55	2.25	5.15	4.20		
10	2.65	2.20	5.00	4.90		
11	2.50	2.10	4.60	4.00		
12	2.50	2.15	4.40	4.60		
mean	2.52	2.18	4.39	4.62	102.9900	160.2100

Data Pengujian terdapat pada table dengan nilai perhitungan menggunakan rumus nilai kekakuan, terhitung nilai kekakuan kea rah lusi dan pakan kain yang terletak pada table

Rumus nilai kekakuan (SNI 08-0314-1998) :

*Stiffness value* = 0.1 x gramasi x (panjang lengkung)<sup>3</sup>

Nilai Kekakuan total =  $\sqrt{S_{pakan} \times S_{Lusi}}$

Dengan koreksi *round cutter* 0,1; gramasi adalah kain sebagai control

Tabel 5: Nilai kekakuan kain

	pakan	lusi	gramasi	kekakuan total
sampel 1	1357	1576.4	160.21	1462.59
sampel 2	1638.6	1478.8	124.99	1556.7
sampel 3	1277.9	1121.7	106	1197.3
sampel 4	868.2	760.8	108	812.7
Uncoating textile	165	107.2	102.99	132.99

Tabel 5: Nilai Tarik Mulur kain

	tarik (kgf)		mulur (mm %)	
	lusi	pakan	lusi	pakan
sampel 1	18.98	17.57	15.71	14.92
sampel 2	25.50	16.40	13.50	16.30
Uncoating textile	17.31	16.19	14.62	14.71

Dari percobaan lagi yang sudah dilakukan nilai terbaik saat ini adalah dengan kekakuan total kain pada sampel 4.

Proses *Heating* diduga meningkatkan kekakuan kain katun arah lusi maupun pakan. Polimer yang ikut tercampur pada bahan menyebabkan serat bertambah kompak sehingga lebih kaku. PVP yang merupakan Hidrofilik polimer apabila tidak terkena air akan lebih kaku namun setelah terkena air berubah lebih lentu dan digunakan sebagai stabilizer[45,51]. Polimer yang ikut tercampur pada bahan menyebabkan serat bertambah kompak sehingga lebih kaku. PVP yang merupakan Hidrofilik polimer apabila tidak terkena air akan lebih kaku namun setelah terkena air berubah lebih lentur.

Nilai kekakuan kain setelah dilapisi naik secara drastis. Nilai kekakuan kain awal adalah 165,0 gr/cm untuk arah pakan dan 107,2 gr/cm untuk arah lusi. Nilai Tarik Mulur tidak terlalu berubah. Dari hasil experiment menunjukkan bahwa hasil katun terlapisi belum seperti kain biasa pada umumnya. Mungkin untuk katun murni yang dilapisi dengan metode ini tidak dapat dipakai sebagaimana baju biasa, namun sifat antibakteri yang menempel pada katun bias dimanfaatkan dan teknik dip-heating efektif untuk menempelkan disperse pada serat katun murni

#### 4. Kesimpulan

Kedua metode menunjukkan kinerja yang baik dalam aktivitas antibakteri. Menggunakan metode plate count kita tahu bahwa *technical grade* TiO<sub>2</sub> anatase dari bratachem, Indonesia dapat menghambat pertumbuhan bakteri 99-100%. Anatase TiO<sub>2</sub> dapat menyerap cahaya tampak sehingga energi yang dibutuhkan untuk mengexcitasi elektron dan hole yang terbentuk cukup kecil, aktivitas fotokatalitik membentuk radikal OH yang dapat menurunkan bakteri lebih mudah. Untuk efektifitas lapisan, metode spray menunjukkan bahwa komposisi variasi metode spray TiO<sub>2</sub> tidak berpengaruh secara signifikan terhadap pengurangan massa TiO<sub>2</sub>. konsentrasi peningkatan massa TiO<sub>2</sub>, meningkatkan titania yang

menempel. Tapi dalam metode deposisi dip-heating terbaik di variasi massa terkecil dengan massa TiO<sub>2</sub> 33%. Untuk masing-masing metode juga menunjukkan kinerja berbeda dalam hasil coating. Titania dispersi dengan etanol dalam metode spray lebih merata dari dispersi lainnya. Dari percobaan telah berhasil mengembangkan metode pelapisan sederhana dalam tekstil, namun untuk digunakan sebagai pakaian, kain membutuhkan perbaikan teknik karena lapisan dengan metode ini kain menjadi lebih kaku. Nilai kekakuan kain awal adalah 165,0 gr/cm untuk arah pakan dan 107,2 gr/cm untuk arah lusi menjadi 868,0 ke arah pakan dan 760,4 ke arah lusi. Tapi untuk penggunaan lainnya misalnya mantel, tirai metode ini cukup baik.

## 5. Ucapan Terimakasih

Penelitian ini dibiayai Hibah PMDSU ( Program Mahasiswa Doktor Sarjana Unggul Tahun) Skema Beasiswa PMDSU DIKTI 2013-2017.

## 6. Referensi

- [ 1 ] A. G. Avila , J. P. Hinestroza , *Nat. Nanotechnol.* 2008, 3, 458 .
- [ 2 ] R. Rahal , T. Pigot , D. Foix , S. Lacombe , *Appl. Catal. B-Environ.* 2011, 104, 361 .
- [ 3 ] B. X. Leng , Z. Z. Shao , G. de With , W. H. Ming , *Langmuir* 2009, 25, 2456 .
- [ 4 ] R. F. Service , *Science* 2003, 301, 909 .
- [ 5 ] X. Y. Tao , L. X. Dong , X. N. Wang , W. K. Zhang , B. J. Nelson , X. D. Li , *Adv. Mater.* 2010, 22, 2055 .
- [ 6 ] A. Varesano , A. Aluigi , L. Florio , R. Fabris , *Synth. Met.* 2009, 159, 1082 .
- [ 7 ] G. H. Yu , L. B. Hu , M. Vosgueritchian , H. L. Wang , X. Xie , J. R. McDonough , X. Cui , Y. Cui , Z. N. Bao , *Nano Lett.* 2011, 11,2905 .
- [ 8 ] L. B. Hu , M. Pasta , F. La Mantia , L. F. Cui , S. Jeong , H. D. Deshazer ,J. W. Choi , S. M. Han , Y. Cui , *Nano Lett.* 2010, 10, 708 .
- [ 9 ] J. F. Gu , S. Gorgutsa , M. Skorobogatiy , *Smart Mater. Struc.* 2010, 19, 115006 .
- [10] J. Bae , M. K. Song , Y. J. Park , J. M. Kim , M. Liu , Z. L. Wang , *Angew. Chem. Int. Ed.* 2011, 50, 1683 .
- [11]Perelshtein, I., Lipovsky, A., Perkas, N., Tzanov, T., Arguirova, M., Leseva, M., *Gedanken,A.. Ultrason*, 2015 25, 82–88.
- [12]Ramachandran, T., Rajendrakumar, K., and Rajendran, R..*IE I Journal – TX* 84, 2004,42-47.
- [13]Ye, W., Xin, J.H., Li, P., Lee, K.D., and Kwong, T,*Journal of App Pol Sci.* 2006. 102 (2), 1787-1793.
- [14] Choi J-y, Kim K-H, Choy K-C, Oh K-T, Kim K-N. *J Biomed Mater Res Part B Appl Bio.*;80B(2) 2007:353-359
- [15] Santillán MJ, Quaranta NE, Boccaccini AR. *Surf Coat Tech.* 2010; 205(7):2562-2571
- [16]Dastjerdi, R., Montazer, M. 2010. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 79, 5-18.
- [17]Dizaj, S. M., Lotfipour, F., Barzegar-Jalali, M., Zarrintan, M. H., & Adibkia, K.2014. *Materials Science and Engineering: C*, 44, 278-284.
- [18]Cho,W.S.,Kang,B,C, Lee,J.K.,Jeong,J.,Che,J.H,Seok,S.H., *Toxicol.* 2013.10(9).

- [19] Allen, N. S., Edge, M., Verran, J., Caballero, L., Abrusci, C., Stratton, J., Maltby, J., Boygot, C. *Open Mater. Sci. J.* 2009, 3, 6-27.
- [20] Gregory, M., Chen, Q., Kleinhammes, A., Wu, Y., 2008. *Chem. Phys. Lett.* 460, 517-520.
- [21] Small, C., Chen, S., Subbiah, J., Amb, C., Tsang, S., Lai, S., Reynolds, J., So, F. *Photonics* 2012, 6, 115-120.
- [22] Bae, H. S., Lee, M. K., Kim, W. W., & Rhee, C. K. 2003. *Physicochemical and Engineering Aspects*, 220(1), 169-177.
- [23] Cai, K., Bossert, J., & Jandt, K. D. 2006. *Biointerfaces*, 49(2), 136-144.
- [24] Roessler, S., Zimmermann, R., Scharnweber, D., Werner, C., & Worch, H. 2002. *Biointerfaces*, 26(4), 387-395.
- [25] Seil, J. T., & Webster, T. J. *Int. J. of Nanomed.* 2012, 7, 2767-2781.
- [26] Nurmawati, & Mikrajuddin, A. *Jur. Nanosain & Nanotec.* 2009. ISSN 1979-0880.
- [27] Hill, H. 1992. *Indonesia's Textiles and Garment Industries*. Singapore: ISEAS.
- [28] Edwig V., Victor G. B.-M., Eric M. G., Sonia A. G., 2015, Development of an Efficient Strategy for Coating TiO<sub>2</sub> on Polyester-Cotton Fabrics for Bactericidal Applications. *Springer* 59:378–386 DOI 10.1007/s11244-015-0429-2
- [29] Adams MR, Moss MO 1995. “*Food Microbiology*”. Royal society of chemistry, Oxford: UK. p. 349.
- [30] Bennett RW, Monday SR 2003. *In: MD Miliotis, JW Bier (Eds), International Handbook of Foodborne Pathogens*. Marcel Dekker, Inc., New York
- [31] Suketa N, Sawase T, Kitaura H, et al. *Clin Implant Dent Relat Res.* 2005;7(2):105-111.
- [32] Livia Visai, Luigi D N, Carlo P, Lucio M, Alberto C, Marcella I, Carla R. A. *Int J Artif Organs* 2011 (9) 929-946.
- [33] X. Chen and H. J. Schulescner, *Toxicology Letters*, 2008, 176, 1
- [34] Feng Zhang, Xiaolan Wu, Yuyue Chen and Hong lin. *Fibers and Polymer*, 2009, 10, 4, 496-501
- [35] Fegna C, Xudong Y, Feng F Xu, Qiong Wu, Yiping Z, Envi, *Sci, Tech* 2009 43, 1180-1184
- [36] J. H. Xia, C. T. Hsu, *Mat, Res Bulle* 47. 2012, 3943-3946
- [37] David O. Scanlon, Charles W. Dunnill, John Buckeridge, Stephen A. Shevlin, Andrew J. Logsdail, Scott M. Woodley, C. Richard A. Catlow, Michael. J. Powell, Robert G. Palgrave, Ivan P. Parkin, Graeme W. Watson, Thomas W. Keal, Paul Sherwood, Aron Walsh, dan Alexey A. Sokol. *Nature materials*. 2013.
- [38] Dastjerdi, R., Montazer, M. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 2010, 79, 5-18.
- [39] Antelmann, H. *Molecular Medical Microbiology (Second Edition)*, 2015, 1, 249-273
- [40] Meilert KT, Laub D, Kiwi J. *J. Molecule Catalyt A* 2005, 365: 214-221
- [41] Coleman HM, Marquis CP, Scott JA, Chin SS, Amal R. 2005. *J. Chem Eng* 113: 55-63
- [42] Juno Lawrence et al. *Microsc Microanal 13(Suppl 2), Microscopy Society of America*. 2007.
- [43] EDAX Interactive Periodic Table of Elements [http://www.edax.com/periodic table/index.aspx](http://www.edax.com/periodic%20table/index.aspx)
- [44] ASM International. *ASM Handbook Material Characteritation vol. 10*. 1998
- [45] Doakhan, S., Montazer, M., Rashidi, A., Moniri, R., Moghadam, M. *B. Carbohydrate polymers*, 2013, 94, 737-748.
- [46] Silverstein, R. M., Bassler, G. C., Morrill, T. C. *Spectrometric identification of organic compounds*. 1976, 72-126.
- [49] Lobo, H., & Bonilla, J. V. (Eds.). *Handbook of plastics analysis*. Crc Press. 2003. 276-279.
- [50] Sasikala, R., Shirole, A., Sudarsan, V., Sakuntala, T., Sudakar, C., Naik, R., Bharadwaj, S. R. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2009, 34, 3621-3630.
- [51] Chen, C. C., Wang, C. C. *Journal of sol-gel science and technology* 2006, 40, 31-38  
SNI 08-0314-1998. Cara Uji Kekakuan Bahan. Pusat Standarisasi Industri. Departemen Perindustrian Indonesia. 66 pp.