

## SINTESIS DAN KARAKTERISASI *ORGANOCLAY* SEBAGAI PENGUAT MATERIAL NANOKOMPOSIT BERBASIS LEMPUNG LOKAL

Seto Roseno dan Agus Hadi S. W.

Pusat Teknologi Material (PTM) - BPPT

Gedung BPPT 2, Lantai 22, Jl.M.H. Thamrin No.8, Jakarta 10340

### ABSTRAK

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI *ORGANOCLAY* SEBAGAI PENGUAT MATERIAL NANOKOMPOSIT BERBASIS LEMPUNG LOKAL.** Riset pengembangan silika nanokomposit merupakan suatu awal dari tahapan menuju penguasaan nanoteknologi dalam rangka upaya meningkatkan daya saing produk lokal. *Organoclay* hasil sintesis dari bahan lempung montmorillonit alam Indonesia digunakan sebagai bahan dasar penyusun pembuatan material nanokomposit polimer yang akan diaplikasikan sebagai material komponen otomotif. Dalam penelitian ini telah dilakukan proses pembuatan *organoclay* dengan aktivasi asam menggunakan HCl dengan konsentrasi dan variasi waktu aktivasi tertentu yang kemudian ditambahkan surfaktan terpilih. Karakteristik morfologi *organoclay* hasil sintesis didapat dengan melakukan pengujian *XRD*, *FT-IR*, *TGA* dan dibandingkan karakteristiknya dengan *organoclay bentone* SD-1. Analisis terhadap spektrum *FT-IR* menunjukkan *organoclay* hasil sintesis maupun bentone SD-1 memiliki kemiripan yang tinggi untuk senyawa organik yang digunakan. Analisis terhadap Difraktometer *XRD* untuk *organoclay* hasil sintesis menunjukkan karakteristik intensitas serapan yang berbeda dengan *clay* alam dan terjadi peningkatan jarak antar lapis akibat interkalasi molekul organik yaitu dari semula 15,03 Å pada *clay* alam, akibat masuknya surfaktan pada antar lapis *clay* maka jarak antar lapisnya menjadi 39,18 Å untuk *organoclay* alam hasil sintesis. Dari analisis termogravimetri dapat disimpulkan *organoclay* hasil sintesis mulai mengalami kehilangan massa dalam jumlah yang cukup signifikan pada suhu 180 °C yang puncaknya pada suhu sekitar 220 °C. Total massa yang hilang pada proses tersebut hingga mencapai sekitar 30 %berat.

**Kata kunci :** *Organoclay*, Nanokomposit, *Bentone* SD-1, Spektrum *FT-IR*, Difraktogram *XRD*, Termogravimetri

### ABSTRACT

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF *ORGANOCLAY* AS REINFORCEMENT TO LOCAL CLAY BASED POLYMER NANOCOMPOSITE.** Research and development in silica based nanocomposite material has been the beginning phase towards national capacity to produce nanocomposite with improved local product competitiveness. Synthesized *organoclay* derived from Indonesian montmorillonite clay was used as reinforcement material of polymer nanocomposite that will be further applied to make automotive components. In this research, fabrication process of *organoclay* by means of acid activation using HCl at certain concentration level and activation time variable which was then added with chosen surfactant was carried out. Morphological properties of synthesized *organoclay* was obtained by undertaking *XRD*, *FT-IR*, and *TGA* analysis which was then compared to those of *organoclay bentone* SD-1. *FT-IR* spectra analysis shows that both synthesized *organoclay* and bentone SD-1 have large similarity in terms of organic compounds being used. On the contrary, the synthesized *organoclay* has different absorbed intensity as compared to that of natural clay and there is an increase in the interlayer d-space gallery from 15.03 Å of the natural *clay* to 39.18 Å for the synthesized *organoclay*, as indicated by *XRD* spectra analysis. Furthermore, it can be concluded from thermogravimetry analysis that the synthesized *organoclay* started to experience significant mass degradation at the temperature of 180 °C and continued to degrade and reached its peak mass loss of 30 % weight at 220 °C.

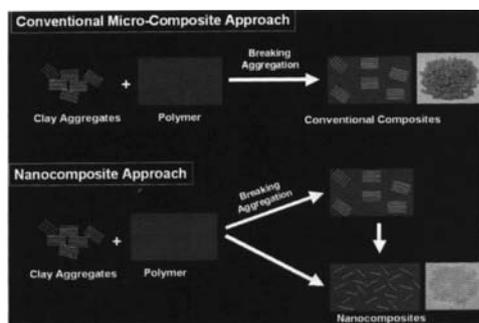
**Key words :** *Organoclay*, Nanocomposite, *Bentone* SD-1, *FT-IR* spectra, *XRD* Difractogram, thermogravimetry

### PENDAHULUAN

Polimer nanokomposit adalah suatu kelas dari material polimer dengan menggunakan sistem penguat dari partikel lempung berukuran nano (*nanometric-sized clay particles*) dengan hanya kuantitas kecil (< 5%) [1]. Bahan lempung ini ternyata dapat meningkatkan kekuatan mekanis dan ketahanan

panas polimer dengan cukup tinggi yaitu pada sifat mekanis (nilai modulus dan kekuatan), ketahanan panas (*thermal stability/fire resistance*), dan sifat daya hambat (*barrier properties*).

Selama ini, ketertarikan utama dalam pemanfaatan bahan lempung untuk peningkatan kinerja bahan polimer adalah dengan memecah agregat partikel lempung menjadi individual partikel untuk membentuk polimer berpenguat *filler* berukuran mikro seperti yang ditunjukkan Gambar 1. Munculnya keunggulan sistem penguat pada material silika nanokomposit terutama disebabkan oleh besarnya wilayah antarfasa (*interfacial area*) per unit volume atau berat fasa terdispersi. Salah satu potensi menarik yang penting untuk dikaji adalah sifat mineral lempung (*clay*) dari silikat *nanolayer* (tebal satu lapis silikat lempung kurang lebih sebesar 0,7 nm) memiliki kemampuan dispersi dengan aspek rasio yang tinggi.



Gambar 1. Prinsip fabrikasi komposit konvensional terhadap nanokomposit [1]

Meskipun demikian hambatan utama dalam sintesa bahan lempung yang dapat digunakan sebagai material penguat nanokomposit adalah secara alamiah permukaan bahan lempung (*clay*) memiliki sifat hidrofilik yang dapat menghambat kemampuan dispersi lapisan silikat *nanolayer* bahan lempung yang dimasukkan dalam bahan polimer.

Untuk meningkatkan kompatibilitas antara bahan lempung (*clay*) dan bahan polimer yang dipakai, maka dilakukan fungsionalisasi permukaan lempung dengan menggunakan semacam surfaktan, sehingga mengubah sifat permukaan lempung menjadi hidrofobik.

General Motors dan Basell telah mengumumkan pembuatan komponen pijakan kaki (*step assistant component*) pada kendaraan GMC Safari dan Chevrolet Astro Vans dengan menggunakan material poliolefin-silika nanokomposit [2]. Sementara, baru-baru ini Noble polymers juga telah mengembangkan suatu komponen otomotif yaitu struktur penopang kursi belakang (*structural seat backs*) pada kendaraan Honda Acura yang dibuat dari bahan polipropilen-silika nanokomposit [3].

Dengan alasan mendasar inilah, penelitian sistematis dalam silika nanokomposit bermatriks polimer telah meningkat dengan pesat beberapa tahun belakangan ini dan sangat penting untuk dilakukan

di tanah air. Potensi sumber daya alam Indonesia dalam penyediaan bahan mentah berupa bahan lempung sangat besar dan terbuka untuk suatu penelitian yang dalam.

Beberapa surfaktan (sebagai *clay modifier*) akan digunakan untuk menghasilkan bahan *organoclay* berbasis lempung lokal yang akan berfungsi menjadi penguat material nanokomposit. *Organoclay* yang dihasilkan kemudian dianalisis untuk mengetahui karakteristik morfologinya sehingga dapat diketahui pengaruhnya pada karakteristik mekanis, fisik, dan termis material nanokomposit. Diharapkan dengan pengembangan nanokomposit ini akan dihasilkan suatu kelas material baru berbasis lempung lokal dengan dispersi fasa *ultrafine* yang memiliki orde beberapa nanometer yang akan membuat bahan komposit ini memiliki nilai kompetitif berupa sifat yang unik, yang tidak dimiliki oleh material komposit dan polimer konvensional yang dapat menawarkan suatu peluang teknologi dan nilai ekonomi dan ekologi yang tinggi.

## METODE PERCOBAAN

### Bahan

*Clay* alam, bentone SD-1, larutan ammonium asetat, larutan asam klorida, larutan asam sulfat, aquades, NaOH, Kalium Bromida, dan surfaktan CTMABr.

### Alat

Oven, *ball mill*, *hot plate stirrer*, saringan 200 mesh, termometer, pH meter, tabung sentrifugal, spektrofotometer inframerah Shimadzu FT-IR 8201, XRD difraktometer sinar-X Shimadzu XRD-6000, *thermogravimeter* Seiko.

### Cara Kerja

Dalam penelitian ini, pembuatan *organoclay* dilakukan dengan melakukan aktivasi asam terhadap bahan *clay* menggunakan HCl dengan konsentrasi pada suhu tertentu dan variasi waktu. Optimasi terhadap jumlah surfaktan yang diberikan pada *clay* teraktivasi asam dilakukan dengan memperhatikan besarnya kapasitas tukar kation *clay*. *Organoclay* dibuat dari *clay* teraktivasi asam dengan karakteristik terbaik menggunakan surfaktan yang berbeda panjang rantai karbon dan gugus fungsionalnya. Kondisi suhu optimum pemberian ion surfaktan menggunakan data sekunder dari literatur.

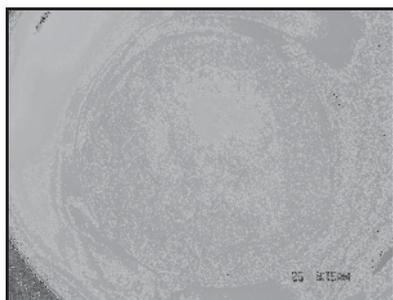
Karakterisasi menggunakan XRD, FT-IR, dan TGA terhadap *organoclay* diharapkan mampu memverifikasi karakteristiknya dan menghasilkan *organoclay* yang tepat sebagai bahan penguat nanokomposit.

### Pembuatan Clay Teraktivasi Asam

Clay dimasukkan dalam 250 mL larutan asam sulfat bersuhu 90 °C dan diaduk selama 6 jam. Larutan asam sulfat yang terkandung dalam larutan memiliki prosentase berat yang sama dengan berat clay yang dimasukkan. Clay teraktivasi dipisahkan melalui penyaringan dan dicuci beberapa kali menggunakan aquadest hingga bebas ion sulfat. Sampel dikeringkan pada suhu 80 °C selama 72 jam, dan dihaluskan hingga lolos saringan 200 mesh.

### Pembuatan Organoclay

Untuk setiap 5 gram clay teraktivasi asam dimasukkan ke dalam 100 mL larutan yang mengandung 410 mmol surfaktan CTMABr dengan suhu 60 °C. Suspensi ini diaduk selama 4 jam. Produk dipisahkan melalui penyaringan dan padatan dicuci menggunakan aquadest beberapa kali kemudian dikeringkan pada suhu ruang. Padatan ini kemudian dikeringkan kembali pada suhu 80 °C selama 48 jam. Setelah itu dihaluskan hingga lolos saringan 200 mesh.



Gambar 2. Organoclay hasil sintesis

### Pengujian Organoclay

Organoclay hasil sintesis dianalisis menggunakan spektroskopi FT-IR, XRD, dan TGA. Analisis terhadap data-data tersebut diharapkan dapat memberikan informasi mengenai karakteristik organoclay hasil sintesis untuk kemudian dibandingkan datanya dengan karakteristik morfologi dan stabilitas termal bentone SD-1 sebagai produk organoclay yang telah ada di pasaran yang digunakan sebagai tolak ukur.

Untuk keperluan analisis FT-IR dilakukan pencampuran 2 mg sampel dengan 200 mg KBr dan kemudian dibuat pelet. Pengukuran dilakukan pada bilangan gelombang 400 cm<sup>-1</sup> hingga 4000 cm<sup>-1</sup> menggunakan spektrofotometer inframerah Shimadzu FT-IR 8201.

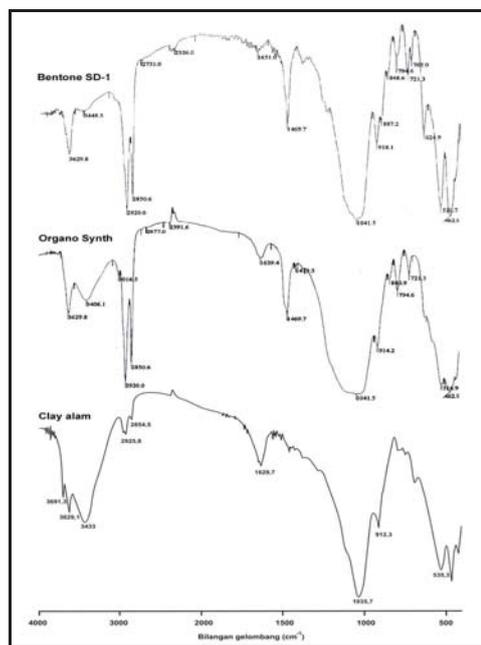
Pengukuran difraksi sinar-X (XRD) menggunakan difraktometer sinar-X Shimadzu XRD-6000 yang memiliki lampu Cu K<sub>α</sub> = 1,54Å, dioperasikan pada 40 kV dengan slit divergensi = 0,05 derajat, slit pantulan = 1 derajat dan slit penerima = 0,3 mm. Sampel padatan diletakan pada holder terbuat dari gelas. Pengambilan data pada daerah 2θ dari 1,5 derajat hingga 10 derajat dengan

kecepatan 2 derajat/menit, data direkam setiap 0,05 derajat dalam waktu setiap 0,6 detik.

Pengukuran TGA (Thermo Gravimetri Analysis) menggunakan thermogravimeter Seiko. Sebanyak 6 mg sampel dipanaskan dengan laju kenaikan suhu 5 °C/menit dengan gas alir nitrogen sebesar 260 mL/menit. Pengambilan data dari suhu 30 °C hingga 500 °C.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Data spektroskopi FT-IR diharapkan dapat memberikan informasi adanya gugus-gugus fungsional organoclay dan interaksi antara surfaktan dengan clay. Spektrum FT-IR pada Gambar 3 dibawah menunjukkan puncak-puncak serapan yang khas untuk bilangan gelombang 702 cm<sup>-1</sup> hingga 840 cm<sup>-1</sup>, 1469,7 cm<sup>-1</sup>, 2850 cm<sup>-1</sup> dan 2920 cm<sup>-1</sup>, serta 3929 cm<sup>-1</sup>. Puncak-puncak serapan yang berbeda ditunjukkan oleh spektrum FT-IR organoclay dan clay alam. Sementara itu, puncak serapan dengan kemiripan yang tinggi ditunjukkan oleh spektrum FT-IR organoclay hasil sintesis dengan organoclay bentone SD-1. Serapan pada bilangan gelombang 702 cm<sup>-1</sup> hingga 840 cm<sup>-1</sup>, 1469,7 cm<sup>-1</sup>, 2850 cm<sup>-1</sup> dan 2920 cm<sup>-1</sup> merupakan serapan khas untuk gugus alifatik yang berasal dari senyawa alkana [4].



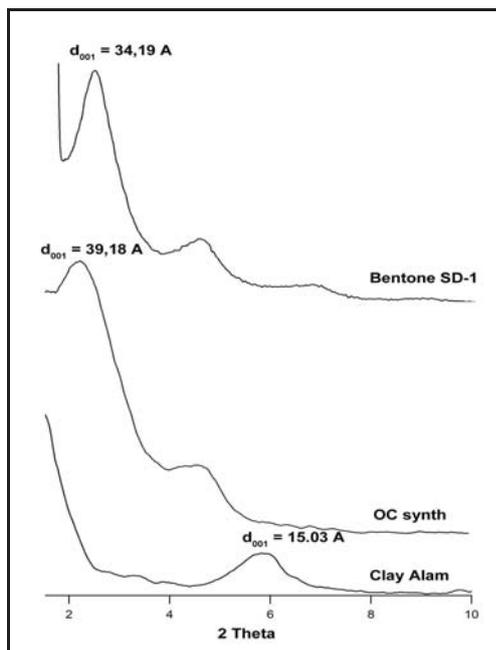
Gambar 3. Spektrum FT-IR organoclay bentone SD-1, organoclay hasil sintesis (organo synth) dan clay alam

Kuatnya intensitas serapan pada bilangan gelombang 2850 cm<sup>-1</sup> dan 2920 cm<sup>-1</sup> mengindikasikan panjangnya rantai alkana yang disebabkan oleh vibrasi gugus -CH<sub>2</sub>- dan -CH<sub>3</sub>. Serapan pada bilangan gelombang 3929 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya gugus amina quartener pada sampel yang diperiksa baik untuk organoclay hasil sintesis maupun organoclay bentone SD-1.

Perkiraan penataan dan orientasi surfaktan di antar lapis **clay** serta pengaruhnya terhadap morfologi **clay** diharapkan dapat diberikan dari analisis terhadap data **XRD**. Gambar 4 dibawah menunjukkan difraktometer **XRD** yang mengindikasikan orientasi dan morfologi **organoclay**. Puncak-puncak difraktometer **XRD** untuk **organoclay** hasil sintesis dan bentone SD-1 menunjukkan karakteristik intensitas serapan yang berbeda dengan **clay** alam. Bentone SD-1 memiliki dua puncak serapan kuat dan satu serapan lemah.

Sedangkan **organoclay** hasil sintesis menunjukkan dua puncak serapan kuat dan untuk **clay** alam hanya menunjukkan satu serapan kuat. Perbedaan yang paling khas untuk Difraktometer **XRD organoclay** dengan **clay** alam adalah tidak munculnya intensitas serapan di daerah  $2\theta$  sekitar  $5,8$  untuk **organoclay**, dimana puncak ini menunjukkan jarak antar lapis pada **clay** alam jika dihitung menggunakan hukum **Brag**.

Tidak munculnya puncak serapan di daerah ini pada **organoclay** mengindikasikan peningkatan jarak antar lapis akibat interkalasi molekul organik. Jarak antar lapis mula-mula pada **clay** alam adalah  $15,03 \text{ \AA}$ , akibat masuknya surfaktan pada antar lapis **clay** maka jarak antar lapisnya menjadi  $39,18 \text{ \AA}$  untuk **organoclay** hasil sintesis dan  $34,19 \text{ \AA}$  untuk bentone SD-1.

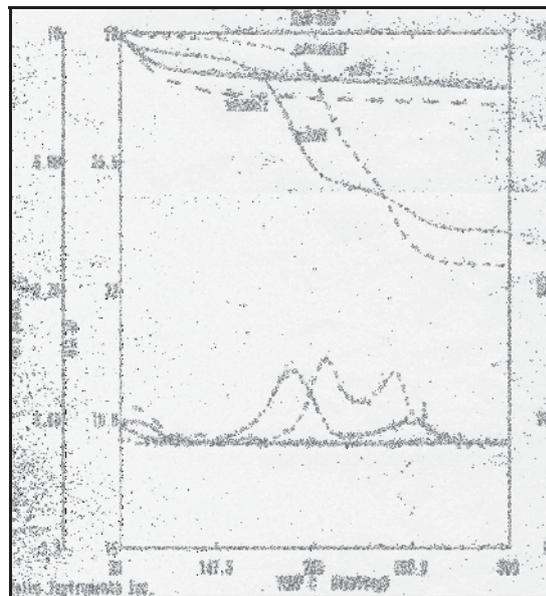


Gambar 4. Difraktogram **XRD organoclay** bentone SD-1, **organoclay** hasil sintesis (**OC synth**), dan **clay** alam

Besarnya jarak antar lapis **clay** secara tidak langsung juga menunjukkan orientasi molekul organik pada antar lapis. Seperti diketahui dari eksperimen yang pernah dilakukan untuk lapisan surfaktan dalam bentuk lapisan tunggal, ganda dan **pseudo-tiga** berturut-turut memiliki jarak antar lapis sebesar  $13,2 \text{ \AA}$ ;  $18,0 \text{ \AA}$  dan  $22,7 \text{ \AA}$ , sedangkan untuk struktur lereng parafin, jarak antar lapisnya lebih tinggi [5]. Gambar 4 diatas menunjukkan jarak antar lapis untuk **organoclay** hasil

sintesis dan bentone SD-1 lebih besar dari  $22,7 \text{ \AA}$ , sehingga dapat disimpulkan bahwa orientasi surfaktan pada **organoclay** hasil sintesis adalah berstruktur lereng parafin. Jarak antar lapis **organoclay** hasil sintesis yang lebih besar dari bentone SD-1 mengindikasikan orientasi surfaktan yang lebih tegak dan diduga mendekati vertikal.

Untuk mengamati kemampuan surfaktan dalam mempertahankan jarak antar lapis **clay**, digunakan metode analisis termogravimetri seperti yang diperlihatkan pada data **TGA**. Gambar 5 dibawah menunjukkan perilaku perbedaan stabilitas termal untuk masing-masing sampel **clay** yang diamati. Penurunan kurva menunjukkan pengurangan berat akibat hilangnya massa selama perlakuan termal.



Gambar 5. Termogram **TGA** bentone SD-1, **clay** teraktivasi (**ac 1.0**), **organoclay** hasil sintesis (**acoc 1.0**), dan **clay** alam (**bentonit**).

Pengurangan massa total terbesar terjadi setelah dipanaskan hingga  $500 \text{ }^\circ\text{C}$  yaitu pada **organoclay** bentone SD-1. Hal ini mengindikasikan besarnya komponen organik yang hilang selama pemanasan yakni hilang sekitar  $45\%$  berat. **Organoclay** hasil sintesis menempati urutan kedua dengan massa yang hilang sekitar  $40\%$  dari berat mula-mula. Pola hilangnya massa **organoclay** berbeda dengan **clay** alam.

**Organoclay** hasil sintesis memiliki tiga kali penghilangan massa, sedangkan **clay** alam dan **clay** teraktivasi alam hanya sekali. Hilangnya massa pada suhu sekitar  $100 \text{ }^\circ\text{C}$  untuk sampel **clay** alam, **clay** teraktivasi asam dan **organoclay** hasil sintesis diduga merupakan kontribusi dari keberadaan fraksi yang dapat hilang karena pengaruh interaksi antara gas nitrogen sebagai pembawa dan suhu [6] diduga dalam sampel yang diamati adalah hilangnya air dari **clay**. Sedangkan dua kali kehilangan berat pada suhu di atas  $200 \text{ }^\circ\text{C}$  adalah berasal dari hilangnya molekul organik yang berinteraksi dengan **clay**.

## Sintesis dan Karakterisasi Organoclay Sebagai Penguat Material Nanokomposit Berbasis Lempung Lokal (Seto Roseno)

**Organoclay** hasil sintesis mulai mengalami kehilangan massa dalam jumlah yang cukup signifikan pada suhu 180 °C yang puncaknya pada suhu sekitar 220 °C. Total massa yang hilang pada proses tersebut hingga mencapai sekitar 30 %berat dan sekitar 10% berikutnya pada suhu sekitar 280 °C. Massa yang hilang dengan puncak massa yang hilang sekitar 30 %berat diduga berasal dari senyawa organik yang berada di luar antar lapis **clay**, sedangkan massa yang hilang sekitar 10% diduga berasal dari surfaktan yang berada di antar lapis **clay**. Sedangkan bentone SD-1 mulai mengalami pengurangan berat pada suhu 220 °C dan puncaknya pada suhu 280 °C yang mencapai kehilangan massa sekitar 30%, yang pengurangan massanya berlanjut untuk yang kedua pada suhu sekitar 370 °C dengan massa yang hilang sekitar 15%. Hilangnya massa pada suhu sekitar 280 °C diduga kontribusi dari molekul organik yang ada di permukaan sedangkan yang hilang pada suhu 370 °C berasal dari molekul organik pada antar lapis **clay**.

Pola penghilangan massa yang mirip antara **organoclay** hasil sintesis dan bentone SD-1 menunjukkan pola interaksi yang mirip akibat interaksi antara molekul organik pada permukaan **clay** dan pada antar lapis **clay**. Molekul organik yang berada pada permukaan **organoclay** hasil sintesis lebih mudah dilepaskan yakni pada suhu sekitar 180 °C sedangkan untuk bentone SD-1 pada temperatur sekitar 220 °C diduga akibat keberadaan molekul air pada **organoclay** hasil sintesis yang mempercepat proses pelepasan senyawa dari permukaan **clay**.

## KESIMPULAN

**Organoclay** sebagai penguat material nanokomposit berbasis lempung lokal telah berhasil dibuat dengan melakukan aktivasi asam pada **clay** alam. Karakteristik morfologi **organoclay** hasil sintesis didapat dengan melakukan pengujian **XRD**, **FT-IR**, **TGA**. Analisis terhadap spektrum **FT-IR organoclay** baik untuk hasil sintesis maupun bentone SD-1 kemiripan yang tinggi untuk senyawa organik yang digunakan. Analisis terhadap Difraktometer **XRD** untuk **organoclay** hasil sintesis dan bentone SD-1 menunjukkan karakteristik intensitas serapan yang berbeda dengan **clay** alam dan terjadi peningkatan jarak antar lapis akibat interkalasi molekul organik yaitu dari semula 15,03 Å pada **clay** alam, akibat masuknya surfaktan pada antar lapis **clay** maka jarak antar lapisnya menjadi 39,18 Å untuk **organoclay** alam hasil sintesis. Dari analisis termogravimetri (analisis **TGA**), dapat disimpulkan **organoclay** hasil sintesis mulai mengalami kehilangan massa dalam jumlah yang cukup signifikan pada suhu 180 °C yang puncaknya pada suhu sekitar 220 °C. Total massa yang hilang pada proses tersebut hingga mencapai sekitar 30 %berat. Massa yang hilang ini diduga berasal dari senyawa organik yang berada di luar antar lapis **clay**, sedangkan massa yang

hilang sekitar 10% diduga berasal dari surfaktan yang berada di antar lapis **clay**. Secara umum, dari hasil analisis data **TGA** dapat disimpulkan bahwa molekul organik yang diberikan pada **clay** terdistribusi menjadi dua bagian. Bagian permukaan dan bagian antar lapis **clay**, yang keduanya memiliki stabilitas termal yang berbeda.

## DAFTARACUAN

- [1]. GAO, F., *Clay/Polymer Composites : The Story, Materials Today*, Nottingham, UK, (2004) 50-51
- [2]. COX, H., et al., *Nanocomposites Systems for Automotive Applications, Presented at 4<sup>th</sup> World Congress in Nanocomposites*, EMC, San Francisco, USA, (2004)
- [3]. PATTERSON, T., *Forte Nanocomposites-Our Revolutionary Breakthrough, Presented at 4<sup>th</sup> World Congress in Nanocomposites*, EMC, San Francisco, USA, (2004)
- [4]. SILVERSTEIN, R.M., WEBSTER, F.X., and KIEMLE, D.J., *Spectrometric Identification of Organic Compounds*, John Wiley & Sons, (2005) 72-110
- [5]. LeBARON, P., WANG, Z. and PINNAVIA, T., *Appl. Clay Sci.*, **15** (1999) 11-29
- [6]. TAKEYAMA, T., and QUINN, F.X., *Thermal Analysis, Fundamentals and Applications to Polymer Science, Second Edition*, John Wiley & Sons, New York, (1999)