

PROSES PEMBUATAN SERTA ANALISA BENTON-38 DARI BENTONIT SEBAGAI BAHAN ADITIF PADA CAT

Tasrif, Nuryatini dan Siti Isnijah

Puslitbang Kimia Terapan -LIPI
Kawasan PUSPIPTEK, Serpong - Tangerang 15310

INTISARI

Telah dilakukan pembuatan benton dari Ca-bentonit, berdasarkan pada proses pertukaran ion. Terjadi dua tahap pertukaran ion, yaitu pertukaran ion Ca^{++} dari Ca-bentonit dengan ion Na^+ dari larutan jenuh $NaCl$, membentuk Na-bentonit. Selanjutnya pertukaran ion Na^+ dari Na-bentonit dengan ion $\{(R1)_2N(R2)_2\}^+$ dari garam alkil ammonium kuaterner $\{(R1)_2N(R2)_2\}X^-$, membentuk benton. Dari hasil percobaan telah didapatkan jumlah larutan jenuh $NaCl$ optimum yang diperlukan adalah 140 ml per 100 g Ca-bentonit. Hal ini dapat dilihat dari produk dengan angka pengembangan 15,56. Jumlah garam dimetil distearil ammonium klorida (DAM) optimal yang diperlukan untuk proses pembuatan benton-38-H adalah 60 g per 100 g Na-bentonit. Hal ini berdasarkan kepada kapasitas pertukaran ion (Kpi), angka pengembangan dan viskositas, yaitu nilai Kpi adalah 69 meq/100 g benton-38-H, angka pengembangan adalah 39 kali dalam pelarut spirit mineral terpin (SMT), 54 kali dalam campuran pelarut SMT+etanol (17:3), viskositas 7,2 cps. Nilai Kpi dari benton-38-R referensi adalah 64, angka pengembangan 24,5 kali dalam pelarut SMT, 55 kali dalam pelarut SMT+etanol (17:3), dan viskositas 6,5 cps.

ABSTRACT

The production of bentone for paint additive from Ca-bentonite was carried out by ion exchange process. The process has two steps, i.e. Ca^{++} ion in Ca-bentonite is exchanged by Na^+ ion in saturated solution of $NaCl$ to produce Na-bentonite. Then, Na^+ ion in Na-bentonite is exchanged into $\{(R1)_2N(R2)_2\}^+$ by using alkyl quaternary ammonium salt to produce bentone. In terms of swelling characteristic the ion exchange using 140 ml of saturated solution of $NaCl$ for 100 g Ca-bentonite produced best product with a swelling characteristic of 15.56. The amount of dimethyl distearyl ammonium salt (DAM) used for production of bentone-38 was 60 g/100 g bentonite. This is based on the ion exchange capacity of bentone-38, i.e. 69 meq for 100 g bentonite. Swelling characteristics of the above bentone-38-R (reference) and bentone-38-H (experiment) were 24.5 and 39 in Spirit Mineral Terpine (SMT), 55 and 54 in SMT + ethanol (17:3 v/v), and the viscosity of bentone-38-R, and bentone-38-H are 7.2 cps and 6.5 cps respectively.

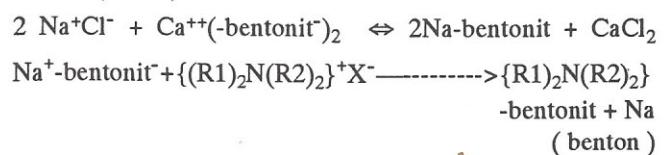
PENDAHULUAN

Benton adalah suatu bahan aditif cat berupa senyawa organo-bentonit atau alkil ammonium bentonit, yang berguna sebagai bahan pengental, anti pengendap (1, 2).

Benton mempunyai sifat yang berbeda dengan Na-bentonit diantaranya adalah sifat pengembangannya. Na-bentonit mengembang dengan baik di dalam air, sedangkan benton tidak mengembang di dalam air tetapi membentuk gel di dalam pelarut organik (2, 6, 7, 8). Sifat pengembangan dan gel yang baik dari benton dapat diperoleh apabila benton tersebut dibuat dari bentonit yang mengembang di dalam air Na-bentonit (7, 8, 9).

Bahan galian bentonit alam dapat dibedakan atas dua jenis, yang pertama adalah bentonit yang banyak menyerap air dengan angka pengembangan yang besar dan tetap terdispersi beberapa waktu bila direndam di dalam air, seperti Na-bentonit (6, 11). Yang kedua adalah dari jenis Ca-bentonit, yang tidak mengembang serta tidak terdispersi bila direndam dalam air. Di Indonesia umumnya terdapat bentonit dalam bentuk Ca-bentonit (10, 11).

Dalam pembuatan benton dengan bahan baku Ca-bentonit dilakukan proses pertukaran ion pada Ca-bentonit melalui dua tahap pertukaran ion, yaitu pertukaran ion kalsium (Ca^{++}) dengan ion natrium (Na^+), kemudian adalah pertukaran ion Na^+ dengan ion garam alkil ammonium kuaterner $\{(R1)_2N(R2)_2\}^+X^-$, dengan reaksi sebagai berikut (7, 8, 9);



Tahap pertama dilakukan karena yang diperlukan dalam proses pembuatan benton adalah bentonit dalam bentuk Na-bentonit (4, 5, 6, 9). Proses pertukaran ion Ca^{++} dengan ion Na^+ dalam pembuatan Na-bentonit dapat dilakukan dengan mencampurkan larutan $NaCl$ dengan Ca-bentonit (5, 7). Berdasarkan hasil penelitian terdahulu serta perhitungan kapasitas pertukaran ionnya, maka volume $NaCl$ yang diperlukan relatif kecil dibandingkan dengan banyaknya bentonit yang akan diproses, sehingga campuran yang diperoleh berupa adonan yang sangat kental (10). Secara operasional hal ini akan menimbulkan kesulitan dalam pengadukannya. Dengan demikian volume larutan $NaCl$ diperlukan berlebihan sehingga proses pengadukan dapat dilakukan secara baik.

Pada penelitian proses pembuatan benton-38-H ini dilakukan penentuan jumlah larutan jenuh NaCl yang dibutuhkan pada proses pembuatan Na-bentonit, pengamatan pengaruh variasi penambahan larutan jenuh NaCl dengan tujuan mendapatkan kondisi operasi dengan meminimumkan kelebihan larutan jenuh NaCl, dan dengan memperhatikan kekentalan sehingga secara teknis dapat dilakukan pengadukan dengan baik, serta penentuan jumlah garam alkil amonium kuaterner yang optimal.

Evaluasi serta uji hasil terhadap produk Na-bentonit dilakukan dengan menentukan angka pengembangan di dalam air serta berat jenisnya, sedangkan produk benton-38-H yang dihasilkan diuji dengan mengamati pola spektrum infra merah, angka pengembangan dalam pelarut spirit mineral terpin (SMT) dan dalam campuran pelarut SMT+etanol (17:3), viskositas dalam pelarut SMT dan kapasitas pertukaran ion (Kpi) (3).

BAHAN DAN METODA

Bahan yang dipergunakan dalam percobaan adalah Ca-bentonit produksi PD. Kerta Pertambangan, Jawa Barat yang diperoleh dari pasar dengan ukuran bubuk lolos ayakan 200 mesh.

Garam dapur (NaCl) teknis yang dibeli di pasar dilarutkan dalam air menjadi larutan jenuh NaCl (35%, b/v). Garam alkil amonium klorida, seperti dimetil distearil ammonium klorida (DAM) sebagai pembuat benton-38-H dilarutkan dalam pelarut 2-propanol dengan konsentrasi; 30, 40, 50, 60 dan 70 gram dalam 1000 ml pelarut. Garam alkil amonium kuaterner ini diperoleh dari impor asal Jerman.

Sebagai bahan pembanding benton-38-H hasil percobaan, digunakan benton-38 import dari Amerika produksi NL-Chemicals dengan kode benton-38-R.

Pada pembuatan Na-bentonit, bubuk bentonit sebanyak 100 g ditambah dengan larutan jenuh NaCl dalam gelas piala 1000 ml kemudian diaduk selama 1 jam dengan kecepatan putaran 250-260 rpm.

Jumlah larutan jenuh NaCl yang dipergunakan dalam semua proses adalah 120, 130, 140 dan 150 ml. Setelah selesai pengadukan campuran diperlakukan sebagai berikut:

1. Dibiarkan satu malam kemudian sisa larutan garam NaCl dibuang, dilakukan pencucian dengan air secara dekantasi (Proses 1).
2. Ditambah air 2:1 (volume air/berat bentonit), dibiarkan satu malam kemudian sisa larutan garam NaCl dibuang, lalu dicuci dengan air secara dekantasi (Proses 2).
3. Ditambah air sekitar 5:1 (volume air/berat bentonit) dibiarkan satu malam sisa larutan garam NaCl dibuang, kemudian dicuci dengan air secara dekantasi (Proses 3).
4. Dilakukan langsung pencucian dengan air secara dekantasi setelah pengadukan selesai dan sisa larutan

garam NaCl dibuang (Proses 4). Setelah pencucian selesai, diambil padatannya kemudian dikeringkan dalam oven pada temperatur 105-110 °C, selanjutnya digiling dan disaring. Diambil bubuk dengan ukuran partikel lolos ayakan 200 mesh.

Pengujian produk Na-bentonit yang diperoleh, dilakukan dengan cara menentukan berat jenis serbuk berukuran partikel lolos 200 mesh dengan menggunakan piknometer, dan angka pengembangannya dengan mempergunakan gelas ukur 100 ml.

Berat jenis Na-bentonit ditentukan dengan cara sebagai berikut: Piknometer 25 ml di isi dengan minyak tanah sampai penuh, kemudian ditimbang sehingga diketahui berat dari minyak tanah. Berat jenis dari minyak tanah dapat dihitung dengan menggunakan persamaan (1). Selanjutnya piknometer dibersihkan dan dikeringkan, ke dalam piknometer tersebut dimasukkan 0,5 gram Na-bentonit, kemudian di isi dengan minyak tanah sampai penuh dan ditimbang kembali.

Berat jenis Na-bentonit dapat dihitung dengan menggunakan persamaan (2).

$$\text{Berat jenis minyak tanah } (d_m) = \frac{(b - a)}{v} \dots \text{ Persamaan..1}$$

$$\text{Berat jenis Na-bentonit } (d_b) = \frac{g \cdot d_m}{b - (c - g)} \dots \text{ Persamaan..2}$$

Dimana: a = berat piknometer kosong (gram), v=volume piknometer (25 ml), b = berat piknometer + 25 ml minyak tanah (gram), c = berat piknometer + berat Na-bentonit + berat minyak tanah (gram), g = berat natrium bentonit (0,5 gram), d_m = berat jenis minyak tanah, d_b = berat jenis bentonit

Angka pengembangan Na-bentonit ditentukan dengan cara sebagai berikut: sejumlah volume tertentu Na-bentonit dimasukkan ke dalam gelas ukur, kemudian ditambahkan air hingga 100 ml, diaduk sampai terdispersi dan didiamkan semalam sampai pengendapan kembali sempurna, diamati volume endapan. Angka pengembangan adalah merupakan perbandingan volume setelah pengembangan dan volume padatan semula.

Percobaan pembuatan benton-38-H dilakukan dengan mereaksikan Na-bentonit yang didispersikan dalam air (bentonit:air=1:25) (9), dengan larutan garam DAM dalam pelarut 2-propanol dengan jumlah yang divariasi, yaitu bentonit : DAM: 2-propanol = 1:0,3:10; 1:0,4:10; 1:0,5:10; 1:0,6:10 dan 1:0,7:10. Campuran diaduk selama satu jam dengan kecepatan pengadukan 250-260 rpm. Kemudian dilakukan penyaringan dan pencucian, selanjutnya padatan disaring, dikeringkan dalam oven pada temperatur 85 °C, dibuat bubuk dengan ukuran partikel lolos 200 mesh (7).

Pengujian produk benton-38-H yang diperoleh, dilakukan dengan mengamati pola spektrum infra merah, pengujian angka pengembangan di dalam pelarut SMT dan campuran pelarut SMT+etanol, pengujian viskositas di dalam pelarut SMT dan pengujian kapasitas pertukaran ion (Kpi) (3).

Cara pengujian benton-38-H menggunakan FTIR adalah dengan mengamati pola spektrum infra merah benton-38-H hasil percobaan dibandingkan dengan spektrum infra merah dari benton-38-R pembanding dan spektrum infra merah Na-bentonit.

Angka pengembangan benton-38-H ditentukan dengan cara sebagai berikut: sejumlah volume tertentu benton-38-H dimasukkan ke dalam gelas ukur, kemudian ditambahkan pelarut hingga 100 ml, diaduk sampai terdispersi dan diamkan semalam sampai pengendapan kembali sempurna, diamati volume endapan. Angka pengembangan adalah merupakan perbandingan volume setelah pengembangan dan volume padatan semula.

Pengujian kapasitas pertukaran ion (Kpi) dilakukan dengan menggunakan alat thermogravimetric analyzer (TGA), yaitu dengan cara ditimbang sejumlah tertentu benton-38-H, kemudian dipanaskan hingga 950°C selama 30 menit. Pengurangan berat dari benton-38-H menunjukkan jumlah ion garam alkil ammonium $\{(R1)_2N(R2)_2\}^+$ dari dimetil distearil ammonium yang terikat dalam benton-38-H yang telah menggantikan ion Na^+ . Viskositas benton-38-H ditentukan dengan cara sebagai berikut: sejumlah berat tertentu benton-38-H (4%, b/v) dimasukkan ke dalam gelas piala 300 ml, kemudian ditambahkan campuran pelarut SMT hingga 100 ml, pengukuran viskositas dilakukan dengan membaca alat Brookfield synchro-lectric viscometer.

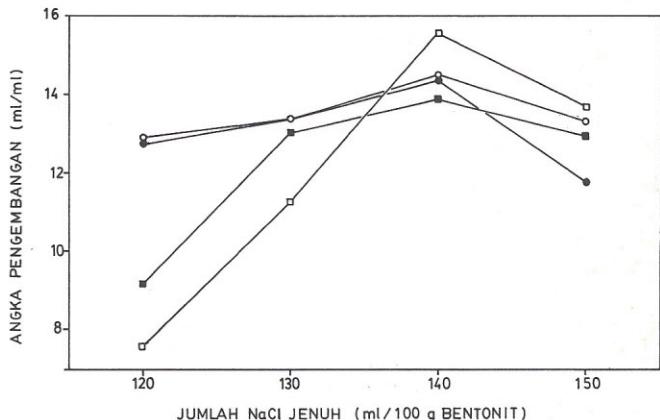
HASIL DAN PEMBAHASAN

Proses pembuatan Na-bentonit dilakukan untuk menukar ion Ca^{++} dari Ca-bentonit dengan ion Na^+ dari larutan NaCl. Karena valensi Na lebih kecil dari Ca maka proses pertukaran ion dilakukan dalam larutan jenuh NaCl. Dalam larutan encer maka ada kemungkinan terjadinya pertukaran kembali Na^+ dengan Ca^{++} , sehingga dalam percobaan ini diamati pengaruh pengenceran sebelum dilakukan pencucian.

Hasil pengamatan terlihat pada Tabel 1, yang menunjukkan berat jenis dan angka pengembangan dari produk yang dihasilkan dari proses menggunakan jumlah larutan jenuh NaCl berbeda. Gambar 1 menunjukkan angka pengembangan dari berbagai Na-bentonit yang dihasilkan dari proses yang menggunakan jumlah larutan jenuh NaCl bervariasi. Angka pengembangan dipergunakan sebagai parameter pengamatan karena dengan angka pengembangan lebih baik menunjukkan terbentuknya Na-bentonit lebih banyak.

Tabel 1: Berat jenis (B.J) dan angka pengembangan (AP) hasil pembuatan Na-bentonit dari Ca-bentonit.

No.	Kondisi proses	Penggunaan larutan NaCl jenuh (ml / 100 g bentonit)			
		120	130	140	150
1.	Setelah pengadukan di biarkan semalam, kemudian dicuci	B.J = 1,86	B.J = 2,49	B.J = 2,25	B.J = 2,50
		A.P = 9,16	A.P = 13,03	A.P = 13,86	A.P = 12,92
2.	Setelah pengadukan tambah air 200 ml, di biarkan semalam, kemudian dicuci	B.J = 1,86	B.J = 2,41	B.J = 1,98	B.J = 2,03
		A.P = 12,47	A.P = 13,37	A.P = 14,34	A.P = 11,76
3.	Setelah pengadukan tambah air 600 ml, di biarkan semalam, kemudian dicuci	B.J = 2,08	B.J = 2,38	B.J = 2,07	B.J = 2,25
		A.P = 12,91	A.P = 13,37	A.P = 14,46	A.P = 13,30
4.	Setelah pengadukan langsung dicuci	B.J = 1,66	B.J = 2,13	B.J = 2,55	B.J = 2,27
		A.P = 7,56	A.P = 11,27	A.P = 15,56	A.P = 13,67



Gambar 1. Angka pengembangan Na-bentonit dari proses dengan variasi jumlah larutan jenuh NaCl.

(■) proses-1 (○) proses-3
(●) proses-2 (□) proses-4

Angka pengembangan pada proses mempergunakan larutan jenuh NaCl sebanyak 140 ml/100 g bentonit dengan proses langsung pencucian, menghasilkan produk dengan angka pengembangan 15,56 kali, berat jenis 2,55. Ternyata bahwa, penambahan larutan jenuh NaCl sebanyak 140 ml per 100 g bentonit menghasilkan produk dengan angka pengembangan lebih tinggi dari proses yang lain, hal ini disebabkan karena campuran reaksi yang diperoleh mempunyai kekentalan yang cukup baik, sehingga pengadukan dapat berlangsung lebih baik dan proses pertukaran ion dapat lebih sempurna.

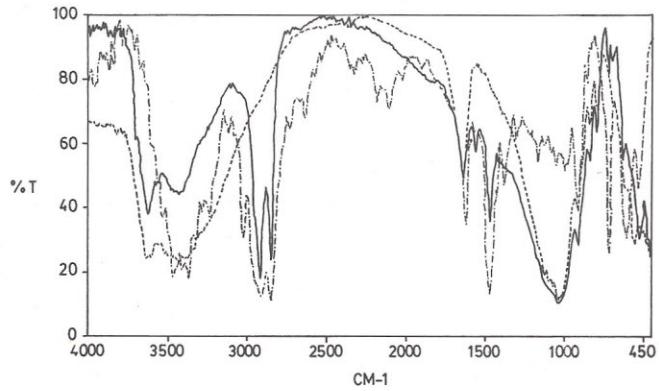
Dalam proses pembuatan Na-bentonit dapat disarankan menggunakan larutan NaCl sebanyak 140 ml/100 g bentonit dan langsung dicuci setelah pengadukan selesai.

Dari percobaan yang telah dilakukan didapatkan jumlah pemakaian larutan jenuh NaCl adalah sebanyak 140 ml untuk setiap 100 g Ca-bentonit (bentonit : larutan jenuh NaCl = 1:1,4).

Proses pembuatan benton-38-H dapat dilakukan dengan cara mendispersikan Na-bentonit ke dalam air dengan perbandingan 1 : 25, kemudian direaksikan dengan garam alkil ammonium kuaterner (DAM) (9). Spektrum IR nomor 1 dan 2 dari Na-bentonit dan benton-38-H pada Gambar 2, memperlihatkan bahwa telah terjadi reaksi antara Na-bentonit dengan garam alkil ammonium (DAM) membentuk benton-38-H, dapat dibuktikan dengan adanya puncak-puncak tambahan pada angka gelombang 2924, 2852 dan 1466 cm^{-1} (gugus metil dan metilen dari alkil ammonium) pada benton-38-H.

Tabel 2: Pengaruh jumlah penambahan DAM terhadap Kpi garam DAM pada proses pembuatan benton-38-H.

No.	DAM (g/100 g bentonit)	Kpi ion Na dgn ion garam DAM (mek / 100 g benton)
1	30	45.00
2	40	53.00
3	50	60.00
4	60	69.00
5	70	70.00
6	Benton-38-R	64.00



Gambar 2. Spektrum infra merah dari Bentonit (1), Benton-38-H (2), dan Dehyquart-DAM (3).

- (1) -----
- (2) ———
- (3) - - -

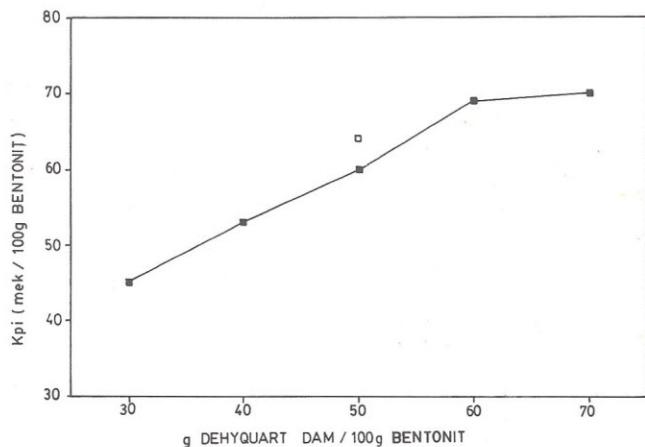
Pada percobaan proses pembuatan benton-38-H ini, setelah Na-bentonit diperoleh didispersikan ke dalam air kemudian direaksikan dengan garam DAM dengan jumlah bervariasi, menunjukkan bahwa jumlah DAM yang optimal untuk pembuatan benton-38-H, yaitu; 60 g untuk setiap 100 g bentonit, seperti terlihat pada Gambar 3. Apabila dibandingkan dengan benton-38-R, maka benton-38-H hasil percobaan mempunyai nilai Kapasitas pertukaran ion (Kpi) hampir sama, yaitu masing-masing 64 mek/100 g benton-38 untuk benton-38-R dan 69 mek/100g benton-38 untuk benton-38-H.

Tabel 3: Pengaruh jumlah penambahan DAM terhadap angka pengembangan pada proses pembuatan benton-38-H dalam pelarut SMT dan campuran SMT + etanol (17:3).

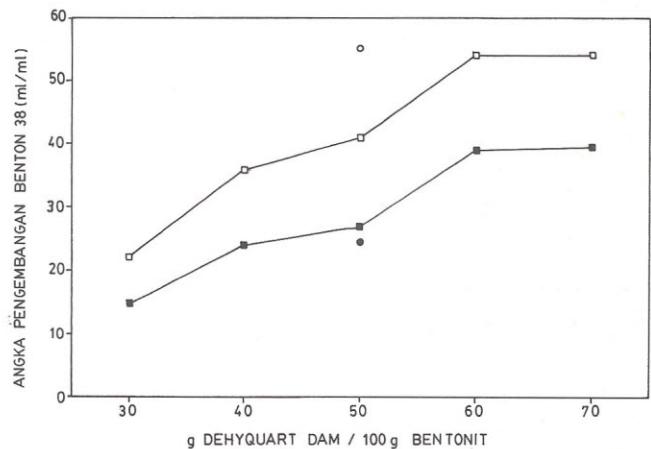
No.	DAM (g/100 g bentonit)	Angka pengembangan benton - 38	
		SMT	SMT + etanol
1	30	14.5	22.0
2	40	24.0	36.0
3	50	27.0	41.0
4	60	39.0	54.0
5	70	39.5	54.0
6	Benton-38-R	24.5	55.0

Tabel 4: Pengaruh jumlah penambahan DAM terhadap viskositas pada proses pembuatan benton-38-H dalam pelarut SMT. (4 % b/v).

No.	DAM (g/100 g bentonit)	Viskositas (cps) BENTON-38-H
1	30	3.4
2	40	4.0
3	50	5.2
4	60	7.2
5	70	13.0
6	Benton-38-R	6.5

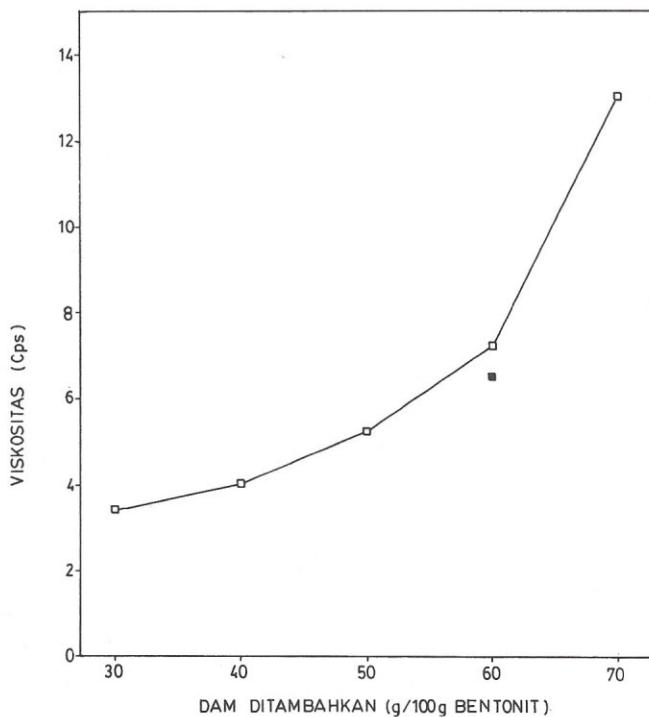


Gambar 3. Hubungan jumlah Dehyquart-DAM yang ditambahkan pada 100 g bentonit dengan kapasitas pertukaran ion pada Benton-38-H. (■) Kpi B-38-Sample; (□) Kpi B-38-Referensi.



Gambar 4. Hubungan Jumlah Dehyquart-DAM yang ditambahkan pada 100 g bentonit dengan angka pengembangan pada Benton-38-H. (■) B-38 (SMT); (□) B-38 (SMT + Etanol); (●) B-38-R (SMT); (○) B-38-R (SMT + Etanol).

Hasil ini juga dapat dilihat pada Gambar 4, yaitu pengujian angka pengembangan dan viskositas dari produk benton-38-H di dalam pelarut SMT dan di dalam campuran pelarut SMT + etanol (17:3) dengan berbagai variasi jumlah DAM ditambahkan pada 100 g bentonit bila dibandingkan dengan benton-38-R. Jelas terlihat bahwa, benton-38-H memberikan nilai angka pengembangan yang cenderung naik bila jumlah DAM yang direaksikan bertambah. Bila dilihat kemiringan sudut nilai viskositas seperti pada Gambar 5 dari benton-38-H, maka jumlah DAM yang optimal pada proses pembuatan benton-38-H adalah 60 g DAM/100 g bentonit dan nilai viskositas ini hampir sama dengan benton-38-R.



Gambar 5. Hubungan jumlah Dehyquart-DAM yang ditambahkan pada 100 g bentonit dengan viskositas pada benton-38-H dalam pelarut SMT.

(□) Benton-38-H
(■) Benton-38-R.

KESIMPULAN

1. Proses pembuatan Na-bentonit dengan menggunakan larutan NaCl jenuh sebanyak 140 ml/100 g bentonit akan menghasilkan produk dengan angka pengembangan yang baik, dan proses pencucian dilakukan langsung setelah pengadukan selesai.
2. Jenis bentonit yang dipergunakan dalam pembuatan Na-bentonit mempengaruhi produk yang dihasilkan.
3. Jumlah garam alkil ammonium kuaterner (DAM) yang optimal dalam proses pembuatan benton-38-H adalah 60 g/100 g bentonit.
4. Reaksi antara bentonit dengan garam alkil ammonium klorida membentuk benton telah dapat berlangsung, hal ini dapat diamati dengan jelas pada spektrum IR yang dihasilkan.

PUSTAKA

1. Benton 38 A Gelling Agent for Organic system, National Lead Pigment and Chemicals Div, USA, 1980.
2. F.P. Henry, Organic Coating Technology, Vol II, John Wiley & Sons, New York, pp. 794-803, 1961.
3. M.J. Wilson, Hand-book of Determinative Methods in Clay Mineral, Blackie & Son Ltd, Glasgow, pp. 99-271, 1987.
4. M. Koizumi, Syntetic Montmorillonit With Variabel Exchange Capacity, Am Mineralogist, 44, pp. 788-805, 1959.
5. R.C. Kirk, and D. F. Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, Second edition, vol 5 & 7, Interscience Publisher John Wiley & Sons Inc, New York, pp. 339-358, 1957.
6. W.E. Worrall, Clays their nature, origin and general properties, Maclarens and Sons, London, 1983.
7. J.W. Jordan, B.J. Hook and C.M. Finlayson, Organophilic Bentonites II, *J.Phys Colloid Chem*, 54, pp. 1196 -1208, 1950.
8. J.W. Jordan, and F.J. William, Organophilic bentonites III, *J. Phys Colloid Chem*, 137, pp. 40 -48, 1954.
9. E.A. Hauser, Modified gel forming clay and process of producing same, US Patent 2.531.427, pp. 1-10, 1950.
10. Nuryatini, Siti Isnijah dan Tasrif, Studi potensi bentonit dari daerah Karangnunggal, Nanggulan, Boyolali dan Pacitan untuk bahan baku aditif cat, Proceedings Seminar Nasional Kimia Dan Pembangunan, HKI, Bandung, 23 - 26 November 1992.
11. Samsa Gandadisastra, Tinjauan perkembangan bentonit untuk masa kini dan yang akan datang di Indonesia, Direktorat Jenderal Pertambangan Umum, PPTM, 1984.