

MODIFIKASI PERMUKAAN *PRECIPITATED CALCIUM CARBONATE* (PCC) DENGAN *COATING AGENTS* ASAM STEARAT DAN GAMA MERCAPTOSILANE SEBAGAI *REINFORCING FILLER* PADA PEMBUATAN KOMPON KARET

Ummul Habibah Hasyim

Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Muhammadiyah Jakarta

Jl. Cempaka Putih Tengah No. 27

*ummulhh@gmail.com

ABSTRAK

Precipitated Calcium Carbonat (PCC) merupakan salah satu bahan pengisi (filler) karet bukan berwarna hitam. PCC yang telah dikembangkan merupakan filler semi reinforcing. Agar PCC dapat ditingkatkan menjadi PCC Reinforcing Filler maka diperlukan perlakuan terhadap permukaan filler PCC dengan memberikan coating agents.

Penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk mendapatkan berbagai informasi mengenai kondisi proses terbaik dalam modifikasi permukaan filler PCC dari PCC sebagai semi reinforcing filler menjadi PCC Reinforcing filler, dengan identifikasi keberhasilan distribusi ukuran partikel, luas permukaan, porositas. Metode modifikasi permukaan diawali dengan menghilangkan kontaminan dan kadar air PCC dalam oven. Kondisi operasi proses pemanasan PCC pada suhu 100°C dan waktu pemansan 1jam. PCC yang telah dihilangkan kontaminan dan difluidisasi di campurkan dengan coating agent dalam mixer dengan konsentrasi coating agents 1% s/d 5% dan berat PCC 75g. Coating agents yang digunakan adalah asam stearat ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$) dan gama mercaptosilane ($\text{HSC}_3\text{H}_6\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$). PCC yang telah di mixing difluidisasi kembali untuk mendapatkan pencampuran maksimal selama 1 jam.

Modifikasi permukaan PCC tidak mengubah secara signifikan terhadap luas permukaan total partikel PCC, porositas dan distribusi ukuran artikel. Penambahan coating agents 1-5% tidak dapat memberikan lapisan coating yang utuh. Hanya sebagian permukaan partikel yang terlapsi menjadi bagian permukaan PCC yang lebih aktif yang meningkatkan penguatan vulkanisat karet. Asam stearat berpengaruh meningkatkan kuat tarik, ketahanan sobek, dan kekerasan karet. Sedangkan gama mercaptosilane berpengaruh meningkatkan ketahanan kikis.

Kata Kunci : PCC, filler, coating agents, modifikasi permukaan, reinforcing

ABSTRACT

Precipitated Calcium Carbonate (PCC) is a type of filler which has been developed into semi reinforcing filler. To make this semi reinforcing filler improved to reinforcing type, it needs a treatment in the surface of the PCC filler by giving coating agents.

The research aims to gain information on the best process condition in the surface of PCC filler modification process. Also, it aims to identify the completion in modification process in the form of the distribution on particle size, the surface area, and the porosity of filter product. Surface modification process started with eliminating contaminant and level of water in the oven. PCC heating process conducted in the temperature of 100°C for an hour. The PCC which had no contaminant and fluidized mixed with coating agent in a mixer with 1 – 5% concentration and 75 g of PCC. The researcher used stearic acid ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$) and gama mercaptosilane ($\text{HSC}_3\text{H}_6\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$) as the coating agents. PCC resulted from coating process was refluidized for an hour to achieve maximum mixing.

PCC surface modification process can significantly change the parameter of PCC's total particle surface area, porosity, and fluidity minimum speed value. However, it does not give any significant impact on the parameter of particle size distribution. The optimal condition of the PCC modification process achieved by adding 4% of stearic acid and 3% of gama mercaptosilane. Stearic

acid tends to give strengthening effect to rubber vulcanization compared to the effect given by gamma mercaptosilane.

Keyword: PCC, Filler, the surface of PCC filler modification process

PENDAHULUAN

Dalam pembuatan barang karet diperlukan bahan pengisi (*filler*) yang dapat memperbaiki dan meningkatkan sifat fisik dan mekanik barang karet seperti *tear strength*, *abrasion resistance*, *stiffness*, dan *hardness*. Bahan yang ditambahkan disebut *reinforcing fillers* dan perbaikan yang ditimbulkan disebut *reinforcement*. Dalam industri karet, PCC telah dikembangkan sebagai alternatif bahan pengisi (*filler*) sebagai *semi reinforcing white filler*. Karenanya diperlukan perlakuan permukaan pada PCC agar tidak hanya digunakan sebagai bahan pengisi pada karet, namun dapat menjadi bahan pengisi penguat (*reinforce filler*) (Franta, 1989). Perlakuan permukaan pada PCC dapat dilakukan dengan melapisi permukaan PCC dengan coating agents.

Faktor penentu untuk tingkat penguatan adalah luas permukaan total bahan pengisi dan aktivitas dari permukaan filler dalam hubungannya dengan elastomer kompon karet. Hal ini ditentukan oleh luas permukaan spesifik dari bahan pengisi.

Penelitian ini bertujuan untuk Meningkatkan karakter filler PCC semi reinforce menjadi filler PCC reinforce dengan memodifikasi permukaan filler PCC menggunakan coating agents asam stearat dan gama mercaptosilane. Serta mendapatkan kondisi proses terbaik modifikasi permukaan filler PCC dengan pengukuran keberhasilan melalui identifikasi ; *average diameter*, luas permukaan, dan porositas serta uji penggunaan filler pada penambahan kompon karet, untuk mengetahui kualitas filler PCC hasil modifikasi permukaan dengan uji sifat mekanik/fisis filler PCC hasil modifikasi dalam vulkanisat karet.

TINJAUAN PUSTAKA

I. Bahan Pengisi (*Filler*) Karet

Bahan pengisi merupakan bahan yang ditambahkan dalam jumlah besar ke dalam karet untuk mengurangi jumlah karet yang dibutuhkan, memperbesar volume, penguat vulkanisat karet, pewarna maupun untuk menekan harga (Herminiwati, 1997). Semula

bahan pengisi diklasifikasikan sebagai bahan pengisi berwarna hitam (*black filler*) dan bahan pengisi bukan berwarna hitam (*non black filler*).

Namun berdasarkan kemampuannya untuk memperkuat sifat mekanik vulkanisat karet, maka bahan pengisi menurut Maurya (1981) dibedakan menjadi dua golongan, yaitu :

1. Bahan pengisi aktif, merupakan bahan pengisi yang mampu meningkatkan sifat mekanik vulkanisat karet, seperti tegangan putus, ketahanan sobek, ketahanan kikis sehingga memperpanjang umur pakai. Bahan pengisi jenis ini dinamakan juga sebagai bahan pengisi penguat (*reinforcing filler*), diantaranya adalah : *carbon black*, *silica*, aluminium silikat, kalsium silikat dan lain – lain.
2. Bahan pengisi tidak aktif, merupakan bahan pengisi yang tidak mempunyai efek penguatan terhadap sifat fisik mekanik vulkanisat karet, terutama berfungsi untuk memperbesar volume sehingga dapat mengurangi jumlah karet yang dibutuhkan, meningkatkan kekerasan dan menekan biaya. Bahan pengisi jenis ini dinamakan sebagai bahan pengisi bukan penguat (*non reinforcing filler*), contohnya kaolin, talk, chalk, kieselguhr dan lain – lain.

Bahan pengisi berwarna hitam contohnya adalah *carbon black* dan bahan pengisi bukan berwarna hitam contohnya adalah *Precipitated calcium carbonate* (PCC) dan *clay*. *White filler* atau bahan pengisi *non black filler* mempunyai

prospek yang cukup baik dalam industri karet, karena dasar bahan baku untuk memproduksi *carbon black* sudah sangat terbatas, selain itu kebutuhan bahan pengisi penguat barang karet semakin meningkat seiring dengan bertambahnya produksi barang – barang karet. Oleh karena itu diperlukan alternatif bahan pengisi baru yang mampu menggantikan bahan pengisi yang ada sekarang.

Bahan pengisi harus bersifat halus, seragam dan tidak terkontaminasi dengan

mangan (Mn), kobalt (Co) dan tidak lembab. Adanya kontaminasi logam mempercepat kerusakan karet sedangkan kelembaban akan mengakibatkan barang karet berpori bila divulkanisasi.

Menurut Hoffman (1989), penguatan suatu bahan pengisi adalah kemampuan bahan pengisi tersebut untuk meningkatkan kekakuan kompon dan memperbaiki sifat – sifat vulkanisat karet seperti tegangan putus, ketahanan sobek, dan ketahan kikis. Demikian pula dengan nilai tegangan tarik dan kekerasan juga naik, namun perpanjangan putus dan kepegasan pantul akan turun. Selain itu Hoffman (1989), juga menyebutkan apabila bahan pengisi yang ditambahkan hanya menimbulkan sedikit peningkatan dalam viskositas kompon dan bahkan memperburuk sifat – sifat mekanik vulkanisat karet, maka bahan pengisi tersebut bukan bahan pengisi penguat dan merupakan bahan pengisi tidak aktif. Penambahan bahan pengisi tidak aktif hanya akan menambahkan kekerasan dan kekakuan barang karet, sedangkan kekuatan dan sifat lainnya berkurang.

Menurut Abednego (1996), untuk memperoleh penguatan yang optimum, maka partikel bahan pengisi penguat harus terdispersi dengan baik dan merata dalam kompon karet.

Kebanyakan dari bahan pengisi bukan berwarna hitam adalah polar, dimana kebanyakan elastomer memiliki sifat non polar (Franta, 1989). Sifat dari bahan pengisi berwarna putih dapat ditingkatkan dengan perlakuan permukaan (*surface treatment*). Perlakuan harus meningkatkan dispersi bahan pengisi dalam elastomer dan aktivitas permukaannya untuk elastomer.

Perlakuan permukaan bahan pengisi mineral dapat dilakukan dengan modifikasi dari permukaan sisi aktif partikel bahan pengisi yang ditingkatkan dengan memberikan atom yang reaktif atau gugus yang mampu sebagai *co-vulcanized* dengan matriks karet. Dengan cara ini kekuatan ikatan karet dan bahan pengisi meningkat dan sifat mekanik dari karet yang telah diisi bahan pengisi aktif bertambah (Franta, 1989).

Diantara berbagai jenis *filler* yang ditambahkan dalam karet, CaCO_3 sejauh ini yang umum digunakan sebagai *filler* SBS *rubber*. (Sanchez dkk, 2006)

II. *Precipitated Calcium Carbonate (PCC)*

Precipitated Calcium Carbonate (PCC) adalah senyawa kimia yang memiliki rumus kimia CaCO_3 . Akan tetapi PCC memiliki struktur kristal yang berbeda dengan kalsium karbonat lain. PCC memiliki struktur kristal yang biasa disebut sebagai kalsit. Bentuk lain adalah struktur yang biasa disebut sebagai aragonit, yang lebih sedikit ditemukan.

PCC sebagaimana kalsium karbonat lain juga digunakan sebagai campuran dalam membuat bahan lain. Akan tetapi, terdapat perbedaan mengapa PCC perlu diproduksi. Pertama, dalam proses pembuatannya, terdapat proses pemurnian untuk menghilangkan pengotor dari senyawa lain yang mungkin ada pada proses pembentukan batuan. Pengotor-pengotor yang dapat dihilangkan termasuk senyawa-senyawa silika dan logam berat. Kedua, dalam proses pembuatannya, dapat dibentuk kristal-kristal yang berbeda bergantung pada waktu reaksi, tekanan, banyaknya penambahan zat asam arang, temperatur, pencampuran, dan pemrosesan paska kristalisasi. Perbedaan bentuk kristal-clustered needles, cubes, prism, dan rhombohedron akan menghasilkan sifat fisik yang berbeda seperti densitas, luas permukaan, dan kemampuan absorpsi minyak. Hal ini akan memungkinkan penggunaan PCC pada pemakaian yang tidak dapat dilakukan dengan kalsium karbonat biasa. Selain itu PCC juga dapat mencapai ukuran yang sangat kecil, mencapai nanometer, jauh lebih kecil dibanding kalsium karbonat biasa hasil penggerusan batu kapur.

Bentuk *precipitated calcium carbonate* (PCC) berupa material kristal atau *amorphous* dengan ukuran partikel dari 0,1 sampai dengan 3 μm dan densitas sekitar 2700 kg/m^3 . Pada *finer grade*, PCC memberikan ketahanan sobek pada saat divulkanisasi dan juga mempunyai efek penguatan yang nyata (Franta, 1989)

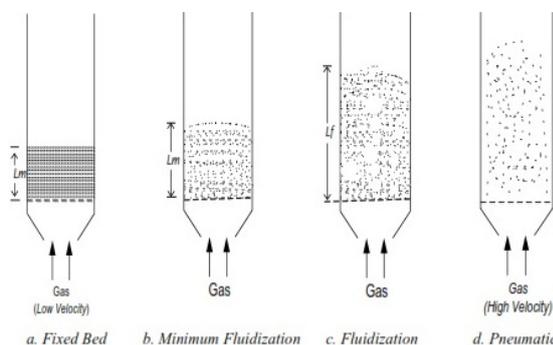
Precipitated calcium carbonate sebagai *semi reinforcing white filler* saat beban pencampuran yang tinggi cenderung membentuk gumpalan yang dapat mengganggu proses vulkanisasi, karenanya dimungkinkan untuk dilakukan perlakuan permukaan dari *precipitated calcium carbonate* dengan menambahkan asam stearat, kalsium stearat atau jenis asam lemak lainnya dengan jumlah sekitar 1-3 %. Perlakuan permukaan bahan pengisi mineral dapat dilakukan dengan

modifikasi dari permukaan sisi aktif partikel bahan pengisi yang ditingkatkan dengan memberikan atom yang reaktif atau gugus yang mampu sebagai *co-vulcanized* dengan matrik karet. Dengan cara ini kekuatan antara ikatan karet dan bahan pengisi meningkat, sifat fisik mekanik dari karet yang telah di isi dengan bahan pengisi bertambah (Franta, 1989). Penambahan silanes yang reaktif pada karet yang diisi dengan bahan pengisi berwarna putih akan meningkatkan tegangan tarik dari karet dan juga tegangan putus, *tear strength* dan juga ketahanan abrasi (Franta, 1989).

Ketika dievaluasi dalam formulasi karet ban organik, sampel karet yang mengandung *filler* PCC yang sudah diberi perlakuan permukaan menunjukkan modulus yang lebih tinggi dan meningkatkan rasio modulus, yang mencerminkan peningkatan kinerja ban mekanik. (Bergstrom dkk.,2004)

III. Fluidisasi

Fluidisasi dipakai untuk menggambarkan suatu keadaan khusus terhadap hubungan antara padatan dan fluida. Respons dari *bed* (yang berupa butiran) naik ke atas seiring dengan mengalirnya fluida.(Kuni, 1969).



Gambar 2.1. Gambaran Kondisi Terfluidisasi

Pada kecepatan yang rendah fluida hanya bergerak melalui rongga – rongga diantara partikel – partikel yang diam. Keadaan seperti ini disebut *fixed bed* seperti dapat dilihat pada gambar 1.a. Bila kecepatan fluida bertambah, sebagian partikel akan terlihat bergetar serta bergerak di daerah yang terbatas. Keadaan ini disebut *expanded bed*.

Pada kecepatan yang lebih tinggi, dimana butiran – butiran tersebut tersuspensi di

dalam aliran fluida, kondisi ini disebut sebagai kondisi *fluidisasi minimum* (Gb.1.b). Pada titik ini gaya friksi diantara partikel dan fluida berkeseimbangan dengan berat partikel dan sistem partikel fluida mulai bersifat seperti fluida dan akan mengalir di bawah pengaruh tekanan hidrostatis.

Penurunan tekanan sepanjang *bed* seimbang dengan berat fluida dan partikel pada bagian tersebut. Penurunan tekanan ini akan bertambah terus sampai keadaan minimum fluidisasi tercapai. Hal tersebut karena masih terdapat keadaan saling mengikat antar partikel.

Pada gambar 1.c, dengan bertambahnya kecepatan alir fluida melampaui fluidisasi minimum, besar ketidakstabilan aliran gas dapat teramati. Kecepatan alir yang lebih tinggi ini menyebabkan pergolakan menjadi lebih keras dan pergerakan partikel menjadi lebih kuat, sehingga tersuspensi merata sepanjang kolom. Keadaan inilah yang disebut dengan keadaan fluidisasi.

Pada kecepatan alir maksimum, di fase ini partikel padat akan melampaui batas atas permukaan sehingga terbawa keluar bersama aliran fluida yang menyebabkan hilangnya partikel padat. Kondisi ini disebut *pneumatic transport of solids*.

Dalam Kuni (1969), dikemukakan bahwa type kontak fluidisasi untuk sistem *gas-solid* dapat digunakan untuk rentang ukuran berbagai jenis *solid* hingga partikel yang halus sekalipun. Fluidisasi juga dimungkinkan untuk skala operasi yang besar dengan suhu yang seragam, baik dilakukan untuk sistem operasi batch, dan menghasilkan produk yield yang seragam.

Satu hal yang penting dalam sistem fluidisasi ini adalah ukuran dan distribusi ukuran padatan. Umumnya, partikel yang halus cenderung menggumpal dan membentuk *agglomerate* jika partikel halus tersebut lembab atau saling merekat. Maka pada olakan *bed* semacam itu memerlukan kondisi fluidisasi yang dapat mengatasi gumpalan dan *agglomerate* dengan baik. Salah satu cara yang dapat dilakukan adalah dengan pengaduk mekanik (*mechanical stirrer*) atau dengan kondisi operasi kecepatan yang tinggi dan menggunakan energi kinetik untuk memasukan gas dengan kecepatan yang tinggi agar terjadi olakan dengan partikel padatan.

Kirk dan Othmer (1982) mengemukakan bahwa *coating* proses *fluidized bed* merupakan proses pertama kali yang menerapkan 100% bahan polimer tidak menguap pada substrat untuk membentuk lapisan yang seragam. Proses pelapisan bahan dalam kolom fluidisasi adalah proses yang sederhana tetapi menarik untuk diterapkan dalam berbagai aspek kehidupan. Pelapisan yang dihasilkan dapat dimanfaatkan untuk isolasi peralatan elektronik, perlindungan logam terhadap korosi, abrasi, dan untuk tujuan khusus lainnya. Proses pelapisan ini biasanya menggunakan bahan dasar polimer. PCC bersifat polar karena mempunyai gugus karbonat yang bersifat mudah berikatan dengan air (hidrofilik). Akibatnya, PCC akan sulit terdispersi dalam karet dan menyebabkan vulkanisat berpori karena terjadinya penggumpalan. Oleh karena itu untuk mencegah terjadinya penggumpalan maka digunakan *coating agents* seperti asam pati atau lignin, kalsium stearat, dan asam stearat. Salah satu cara yang dapat digunakan untuk memperoleh PCC partikel/butiran kecil yang seragam pada PCC adalah dengan proses fluidisasi.

IV. Coating agents

Sifat dari bahan pengisi berwarna putih (*non black filler*) dapat ditingkatkan dengan perlakuan permukaan (*surface treatment*). Perlakuan harus meningkatkan dispersi bahan pengisi dalam elastomer dan mengatur aktivitas permukaan bahan pengisi terhadap elastomer. Kebanyakan permukaan dari bahan pengisi bukanberwarna hitam (*non black filler*) bersifat polar, dimana kebanyakan elastomer memiliki sifat non polar (Franta, 1989).

Perlakuan permukaan bahan pengisi mineral dapat dilakukan dengan modifikasi dari permukaan sisi aktif partikel bahan pengisi yang ditingkatkan dengan memberikan atom yang reaktif atau gugus yang mampu sebagai *co-vulcanized* dengan matrik karet. Dengan cara ini kekuatan antara ikatan karet dan bahan pengisi meningkat, sifat fisik mekanik dari karet yang telah di isi dengan bahan pengisi bertambah (Franta, 1989).

Dalam Setyawan, H.N., 2008., salah satu cara untuk meningkatkan *matrix compatibility* bahan filler adalah melapisi

permukaan filler menggunakan bahan yang bisa berinteraksi dengan permukaan filler dan compatible dengan polymer matrix

Bahan yang digunakan untuk melapisi PCC disebut sebagai *coating agents*. *Coating agents* yang banyak digunakan untuk meningkatkan dispersi PCC pada kompon karet adalah golongan dari asam lemak seperti asam stearat, dan *organofunctional silanes* yang disebut *silanes coupling agent* (Franta, 1989).

V. Asam Stearat

Asam stearate ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$), juga dikenal dengan nama *octadecanoic acid* ditemukan oleh Chevreul pada tahun 1816 adalah sejenis lilin padat. Dengan melalui kristalisasi dan distilasi fraksional akan menghasilkan asam stearate dengan kemurnian 90-97%. $\text{Mp } 69,6^\circ \text{C}$, praktis tidak larut dalam air (0,00029 gm/100gm pada 20°C). cukup larut dalam kloroform dan decreasingly larut dalam karbon disulfida, benzena, karbon tetrachloride, etanol, dan aseton. Asam stearat mendidih pada $183,6^\circ \text{C}/1\text{mm}$, $224,1^\circ \text{C}/8\text{mm}$, dan $376,1^\circ \text{C}/760\text{mm}$. digunakan dalam pembuatan lilin, karet artikel, tekstil, lapisan pelindung, pelumas, peralatan mandi (kosmetik krim, sabun cukur, farmasi krim), linoleum, dan metalik gemuk.

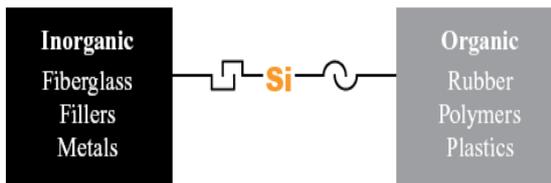
Asam stearat diproses dengan memperlakukan lemak hewan dengan air pada suhu dan tekanan tinggi. Asam ini dapat pula diperoleh dari hidrogenasi minyak nabati (Starrels, 1928). Penggunaan asam stearat dapat memperbesar area permukaan PCC sehingga meningkatkan kekuatan ikatan *filler* dengan karet (Franta, 1989).

Gamma-mercaptopropyltrimethoxysilanes

Gamma-mercaptopropyltrimethoxysilanes ($\text{HSC}_3\text{H}_6\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ atau disebut juga 3-(trimethoxysilyl) propanethiol merupakan salah satu contoh silane *coupling agents* yang banyak digunakan sebagai *reinforcing additives* yang berisi dua tipe reaktif ; organik dan inorganik dalam molekul yang sama, yang dikhususkan untuk karet.

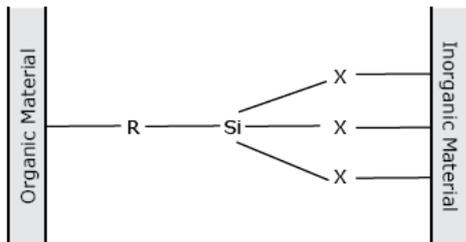
Mekanismenya Silane akan bertindak di interface sebagai media antara inorganik substrat (seperti mineral, metal) dan organik material (coating, organik polimer) untuk membentuk ikatan atau berpasangan pada 2 material yang berbeda (Anonim, 2009).

Mekanisme yang terbentuk secara sederhana ditunjukkan pada gambar di bawah ini.



Gambar 2.2. Mekanisme Mercaptosilane

Silicone (Si) adalah pusat dari molekul silane yang mengisi grup fungsi inorganik (seperti : vinyl, amino, chloro, epoxy, mercapto, dll), dengan sebuah X (contohnya : methoxy, ethoxy, dll). Grup fungsi (R) akan mengikat resin organik sementara grup fungsi (X) mengikat material inorganic atau substrat untuk menerima “coupling” efek. Silane secara dominan berfungsi sebagai mediator, mengikat material organik dengan material inorganic. Sebagai hasilnya silane akan meningkatkan sifat kekuatan mekanik dari material. Ilustrasinya seperti tergambar di bawah ini.



Gambar 2.3. Ilustrasi umum silane coupling agents

Merkaptosilane mempunyai sisi gugus polar yang dapat mengikat filler *precipitated calcium carbonate* (PCC) dan sisi gugus non polar yang dapat mengikat polimer karet. Penambahan silanes yang reaktif pada karet yang diisi dengan bahan pengisi berwarna putih akan meningkatkan tegangan tarik dari karet dan juga tegangan putus, *tear strength* dan juga ketahanan abrasi (Franta, 1989).

Landasan Teori

Peningkatan Karakter Filler

Sifat dari bahan pengisi berwarna putih (*non black filler*) dapat ditingkatkan dengan perlakuan permukaan (*surface treatment*). Perlakuan harus meningkatkan dispersi bahan pengisi dalam elastomer dan mengatur aktivitas permukaan bahan pengisi

terhadap elastomer. Kebanyakan permukaan dari bahan pengisi bukan berwarna hitam (*non black filler*) bersifat polar, dimana kebanyakan elastomer memiliki sifat non polar (Franta, 1989).

Perlakuan permukaan bahan pengisi mineral dapat dilakukan dengan modifikasi dari permukaan sisi aktif partikel bahan pengisi yang ditingkatkan dengan memberikan atom yang reaktif atau gugus yang mampu sebagai *co-vulcanized* dengan matrik karet. Dengan cara ini kekuatan antara ikatan karet dan bahan pengisi meningkat, sifat fisik mekanik dari karet yang telah di isi dengan bahan pengisi bertambah (Franta, 1989).

PCC merupakan bahan pengisi mineral yang berasal dari deposit alam yang digunakan secara luas sebagai *semi reinforcing white filler*. PCC sebagai *semi reinforcing white filler* saat beban pencampuran yang tinggi cenderung membentuk gumpalan yang dapat mengganggu proses vulkanisasi, karenanya dimungkinkan untuk dilakukan perlakuan permukaan dari PCC dengan menambahkan asam stearat, kalsium stearat atau jenis asam lemak lainnya dengan jumlah sekitar 1-3%. Perlakuan permukaan (*surface treatment*) ini membuat permukaan PCC menjadi lebih aktif dan meningkatkan kekuatan ikat dengan kompon karet (Franta, 1989).

Bahan yang digunakan untuk melapisi PCC disebut sebagai coating agents. Coating agents yang banyak digunakan untuk meningkatkan kekuatan ikat PCC pada kompon karet adalah golongan dari asam lemak seperti asam stearat, dan organofunctional silanes yang disebut silanes coupling agent (Franta, 1989).

Kondisi Proses Modifikasi Permukaan

Salah satu proses yang dapat dilakukan sebagai perlakuan terhadap permukaan PCC adalah melalui proses fluidisasi secara fisis (pelapisan). Mekanisme yang bisa dilakukan yaitu memanaskan *coating agents* mencapai suhu di atas suhu lebur dari bahan yang digunakan. Pemanasan yang cukup menyebabkan *coating agents* yang menempel di permukaan bahan akibat terfluidisasi kemudian menyatu dan mengalir membentuk

suatu lapisan dengan ketebalan tertentu sebagai pelindung bahan tersebut.

Keterkaitan Karakter Filler Dengan Sifat Vulkanisat Karet

Modifikasi permukaan mineral *filler* tidak hanya mempengaruhi ikatan vulkanisat karet tetapi juga mempengaruhi sifat mekanik vulkanisat karet. (Wu dkk, 2003)

Menurut Franta (1989), sifat fisika yang paling menentukan sifat bahan pengisi mineral dalam kompon karet atau vulkanisat adalah :

1. Ukuran partikel dan distribusinya luas permukaan spesifik dari bahan
2. Tingkat struktur dan bentuk partikel
3. Porositas partikel
4. Aktivitas gugus dipermukaan filler yang terlapisi.

Ukuran partikel atau luas permukaan spesifik merupakan karakteristik bahan pengisi terpenting, yang menentukan penguatan vulkanisat. Penguatan berarti kemampuan bahan pengisi untuk meningkatkan tegangan tarik dan memperpanjang waktu kerusakan sifat dari vulkanisat (tensile strength, tear strength, abrasion resistance). Umumnya tingkat penguatan dari vulkanisat meningkat dengan menurunnya ukuran partikel dan juga meningkatnya luas permukaan dari bahan pengisi.

Faktor penentu untuk tingkat penguatan adalah luas permukaan total bahan pengisi dalam hubungannya dengan elastomer kompon. Hal ini ditentukan oleh luas permukaan spesifik dari bahan pengisi dan oleh penambahannya. Luas permukaan menunjukkan besarnya permukaan yang dapat berinteraksi dengan bahan lain. Makin besar luas permukaan bahan pengisi, maka makin besar gugus aktif yang dapat berinteraksi dengan karet. Selain itu Hoffman (1989) menyebutkan pula bahwa makin besar permukaan bagian dalam, maka makin besar kemungkinan terjadinya reaksi antara bahan pengisi dengan molekul karet, namun demikian makin besar juga memberikan kemungkinan teradsorpsinya bahan – bahan kimia kompon karet pada permukaan bahan pengisi, sehingga tidak sesuai dengan elastomer. Namun kakuatan karet tidak dapat dicapai dengan meningkatkan area kontak polimer bahan pengisi dengan memperbesar pengisian bahan

pengisi kasar (*coarse filler*) karena hanya dengan ukuran partikel lebih kecil dari 0,1 mikro meter memiliki penguatan potensial (Franta, 1989).

Dengan adanya pelapisan, *Precipitated calcium carbonate* yang terlapisi diharapkan menjadi lebih kuat secara fisik daripada sebelum “terlapisi”. Pelapisan dengan *coating agents* bertujuan untuk memperbesar kekuatan ikat *precipitated calcium carbonate* terhadap kompon karet. *Precipitated calcium carbonate* dapat diaktivasi dengan menggunakan calcium stearate, asam stearate atau *fatty acids* lainnya dan organofungsional seperti mercaptosilane. (Franta, 1989).

Hipotesis

1. Karakter filler PCC yang dimodifikasi permukaannya lebih baik dari pada karakter filler PCC yang tidak dimodifikasi permukaannya ditinjau dari ukuran partikel, distribusi ukuran dan luas permukaan serta aktivitas gugus permukaan dengan komponen kompon karet.
2. Aktivitas gugus permukaan PCC dipengaruhi oleh jenis dan konsentrasi *coating agents*.

Rancangan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan metode mixing dilanjutkan dengan fluidisasi. Penelitian dilakukan dalam 3 tahapan, yaitu tahap persiapan terhadap bahan baku, tahap pelapisan/*coating process* dan tahapan analisis hasil. Variabel yang digunakan adalah suhu, waktu, dan rasio *coating agents*.

METODE PENELITIAN

A. Landasan Teori

Bahan pengisi merupakan bahan yang ditambahkan dalam jumlah besar ke dalam karet (Herminiwati, 1997). Bahan pengisi berwarna hitam contohnya adalah *carbon black* dan bahan pengisi bukan berwarna hitam contohnya adalah *Precipitated calcium carbonate* (PCC). Perlakuan permukaan bahan pengisi mineral dapat dilakukan dengan modifikasi permukaan sisi aktif partikel bahan pengisi dengan memberikan atom reaktif sebagai *co-vulcanized* dengan matriks karet. *Precipitated calcium carbonate* sebagai *semi reinforcing white filler* saat beban pencampuran yang tinggi cenderung membentuk gumpalan

yang dapat mengganggu proses vulkanisasi, karenanya dimungkinkan untuk dilakukan perlakuan permukaan dari *precipitated calcium carbonate*. (Franta, 1989). Bahan yang digunakan untuk melapisi PCC disebut sebagai *coating agents*. *Coating agents* yang banyak digunakan untuk meningkatkan dispersi PCC pada kompon karet adalah golongan dari asam lemak seperti asam stearat, dan *organofunctional silanes* yang disebut *silanes coupling agent* (Franta, 1989). Salah satu cara yang dapat digunakan untuk memperoleh PCC partikel/butiran kecil yang seragam pada PCC adalah dengan proses fluidisasi.

Menurut Franta (1989), sifat fisika yang paling menentukan sifat bahan pengisi mineral dalam kompon karet atau vulkanisat adalah :

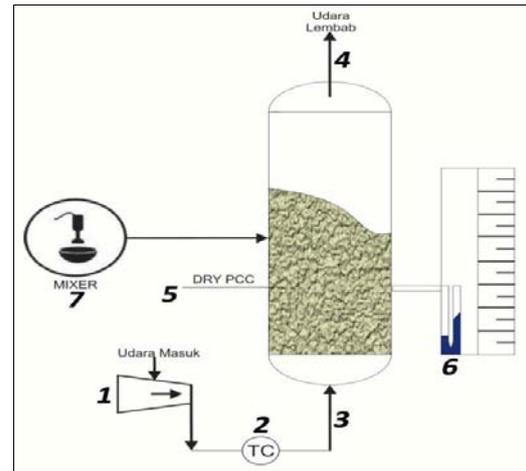
1. Ukuran partikel dan distribusinya luas permukaan spesifik dari bahan
2. Tingkat struktur dan bentuk partikel
3. Porositas partikel
4. Aktivitas gugus dipermukaan filler yang terlapisi.

Dengan adanya pelapisan, *Precipitated calcium carbonate* yang terlapisi diharapkan menjadi lebih kuat secara fisik daripada sebelum “terlapisi”. Pelapisan dengan *coating agents* bertujuan untuk memperbesar kekuatan ikat *precipitated calcium carbonate* terhadap kompon karet. *Precipitated calcium carbonate* dapat diaktivasi dengan menggunakan calcium stearate, asam stearate atau *fatty acids* lainnya dan organofungsional seperti mercaptosilane. (Franta, 1989).

B. Alat dan Bahan Penelitian

Untuk penelitian ini diperlukan alat – alat dan bahan-bahan sebagai berikut:

1. *Precipitated calcium carbonate (PCC)*.
2. *Stearic Acid* ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$).
3. Gamma Mercaptosilane ($\text{HSC}_3\text{H}_6\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$)
4. Aquadest.
5. PCC yang telah dilapisi oleh coating agents
6. Bahan – bahan kompon karet



mbar 3.1. Rangkaian Alat Fluidisasi

Keterangan ga mbar:

1. Kompresor
2. Temperatur kontrol
3. Inlet udara kering
4. outlet udara lembab
5. *Fluidized Bed*
6. *Differential Manometer*
7. *Mixer*

C. Metode Penelitian

Tahap – tahap yang dilakukan dalam penelitian ini meliputi:

1. Modifikasi PCC tanpa *Coating Agents*

PCC sebanyak 100 g dikeringkan menggunakan oven/furnace selama 1 jam pada suhu 100°C. Kemudian menimbang PCC yang telah kering. Bejana yang sudah terisi PCC dirangkai 6omogen *fluidized drying bed* yang dialirkan udara panas. Kondisi operasi fluidisasi yaitu pada suhu 100°C. Proses fluidisasi dilakukan selama waktu yang telah ditentukan (30 ,60, 90, 120, dan 150 menit) an hasilnya didinginkan dan ditimbang kembali lalu dianalisis.

2. Modifikasi Permukaan PCC dengan penambahan *Coating Agents*

PCC aktif difluidisasi sebanyak 75 g. Selanjutnya, penimbangan *coating agents* seberat [1, 2, 3, 4, 5]% dari berat PCC yang digunakan. PCC yang telah difluidisasi dan *coating agents* yang telah ditimbang dicampur dengan waktu yang telah ditentukan (30, 60, 90, 120, 150 menit). Hasil pencampuran selanjutnya difluidisasi kembali selama 1 jam.

3. Pembuatan Kompon Karet Untuk Uji Vulkanisat Karet

Pembuatan kompon karet dilakukan dengan menimbang bahan penyusun kompon karet sesuai formulanya. Proses komponding dilakukan dengan mesin two roll mill. Karet terlebih dahulu dimastikasi sampai lunak selama 2 sd. 3 menit, kemudian berturut-turut dimasukkan asam stearat dan ZnO lalu digiling sampai homogeny. Tambahkan *filler* dan *paraffinic oil* berselang seling sambil terus digiling. Selanjutnya masukkan antioksidan dan terakhir adalah sulfur. Kompon karet yang telah dibuat dikondisikan pada suhu ruang 25°C selama 24 jam. Vulkanisat dilakukan dengan mesin hidrolik press pada suhu 150°C.

D. Analisa Data

Analisa dilakukan terhadap PCC hasil proses modifikasi permukaan dengan atau tanpa coating agents. PCC hasil modifikasi dianalisis dengan karakterisasi yang meliputi distribusi ukuran partikel, luas permukaan total, pengaruh beda tekanan terhadap kecepatan minimum fluidisasi, porositas partikel dan gambar morfologi struktur permukaan. Selanjutnya untuk pengujian sifat fisis vulkanisat karet akibat penggunaan modifikasi PCC dilakukan di Balai Besar Kulit Karet dan Plastik, Jogjakarta.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini dilakukan dengan memvariasikan jenis *coating agents* dan rasio masing – masing *coating agents*. Kajian yang dibahas yaitu karakterisasi PCC sebelum dan sesudah diberi coating agents, dengan analisis screening terhadap distribusi ukuran partikel, porositas, luas permukaan total terhadap kualitas bahan pengisi karet yang dihasilkan, dan kecepatan minimum fluidisasi. Untuk mendukung hasil analisis dilakukan uji statistik dengan metode analisis varian (anava). Aplikasi PCC hasil *coated* sebagai bahan pengisi dilakukan dengan melakukan pengujian terhadap sifat fisis vulkanisat karet.

A. Karakterisasi Permukaan PCC

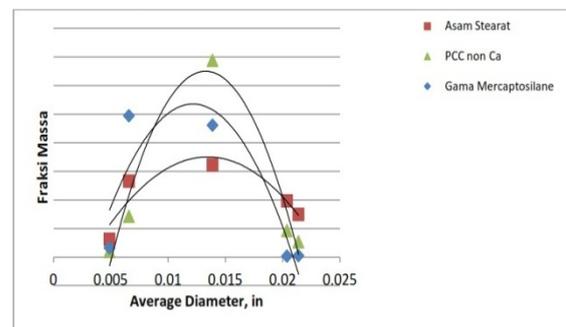
Sifat – sifat *filler* putih dapat ditingkatkan dengan memberikan perlakuan permukaan (surface treatment). Menurut Franta (1989), sifat fisika yang paling menentukan sifat bahan pengisi mineral dalam kompon

karet atau vulkanisat adalah : Ukuran partikel dan distribusinya, luas permukaan spesifik dari bahan pengisi (specific area surface), tingkat struktur dan bentuk partikel, porositas partikel, dan aktivitas gugus di permukaan filler.

B. Hasil Eksperimen

B.1. Pengaruh Penambahan *Coating agents* Pada Distribusi Ukuran Partikel

Hasil pengaruh penambahan konsentrasi *coating agents* pada PCC terhadap distribusi ukuran partikel dengan kondisi proses: berat bahan 75 g, lama pencampuran 1 jam, lama fluidisasi 2 jam, tekanan udara 2,5 mmHg, dan suhu udara yang masuk 40°C dapat ditunjukkan pada Grafik 1 dibawah ini. Gambar 4.3 di bawah ini menunjukkan perbandingan PCC sebelum dilapisi dengan coating agents dan sesudah dilapisi dengan coating agents asam stearat dan gama mercaptosilane.



Gambar 4.1 Perbandingan Distribusi Ukuran Partikel Rerata PCC Non CA dengan PCC Asam Stearat dan Gama Mercaptosilane

Dari perbandingan ketiganya dapat dilihat adanya perbedaan distribusi ukuran partikel. Gama mercaptosilane menunjukkan distribusi ukuran yang lebih sempit, sementara PCC dengan gama mercaptosilane justru menunjukkan hasil distribusi yang lebih besar. Distribusi ukuran partikel yang sempit diinginkan untuk semua jenis *filler* putih. Perbedaan tersebut kemudian dianalisis dengan menggunakan metode analisis perbandingan varian Dari Tabel 4.3 di bawah ini dapat dilihat hasil analisis varian (Anava) ketiga PCC baik sebelum dilapisi maupun sesudah dilapisi oleh coating agents.

Bahan	Mean	Nilai Anova (F)
PCC Non CA	0,2	1,0000
PCC Stearat	0,2	
PCC Mercaptosilane	0,2	

Dari hasil analisis didapat nilai anova 1,0000 yang menunjukkan tidak ada beda nyata signifikan dalam penambahan coating agents dalam PCC baik dengan asam stearat maupun dengan gama mercaptosilane, meskipun dari hasil analisis distribusi ukuran partikel menunjukkan adanya perbedaan antara coating asam stearat dan gama mercaptosilane. Hal ini menunjukkan bahwa dari percobaan yang dilakukan dengan penambahan coating agents 1-5%, jenis maupun rasio coating agents belum memberikan pengaruh terhadap distribusi ukuran partikel.

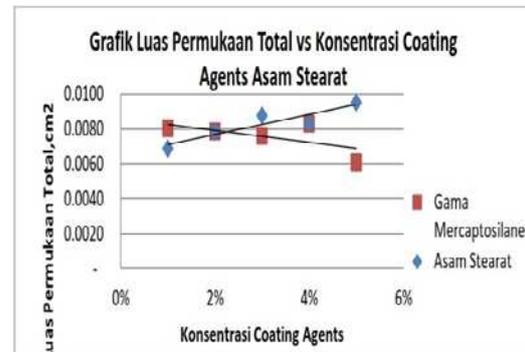
B.2. Pengaruh Penambahan Coating Agents Terhadap Porositas Partikel PCC

Dapat disimpulkan sementara bahwa apabila dalam uji kompon karet terjadi perubahan sifat karet, bukanlah disebabkan oleh pengaruh perubahan porositas filler akibat perlakuan pelapisan permukaan.

B.3 Pengaruh Penambahan Coating Agents Terhadap Luas Permukaan Total Partikel PCC

Faktor penentu untuk tingkat penguatan adalah luas permukaan total bahan pengisi dalam hubungannya dengan elastomer kompon. Hal ini ditentukan oleh luas permukaan spesifik dari bahan pengisi dan oleh penambahannya. Luas permukaan menunjukkan besarnya permukaan yang dapat berinteraksi dengan bahan lain. Makin besar luas permukaan bahan pengisi, maka makin besar gugus aktif yang dapat berinteraksi dengan karet. Biasanya tingkat penguatan vulkanisat naik akibat penurunan ukuran partikel sehingga menaikkan *specific surface area* dari filler. Hubungan antara partikel filler dan *specific surface area* masih belum jelas sepenuhnya, hubungan tersebut masih dipengaruhi oleh bentuk partikel, derajat/tingkat agregasi dan porositasnya. Semakin kecil partikel filler (menyebabkan luas permukaan eksternal makin

tinggi), maka akan meningkatkan sifat fisis vulkanisat karet. Berikut ini dalam Gambar 4.2 hasil perhitungan luas permukaan total partikel PCC yang telah dilapisi oleh *coating agents* dan sebelum dilapisi oleh *coating agents*



Gambar 4.2. Luas Permukaan Total vs Konsentrasi Coating Agents Gama Mercaptosilane dan Asam Stearat

Perubahan luas permukaan dengan adanya treatment coating, tidak mengubah luas permukaan aktif filler. Dapat disimpulkan bahwa apabila dalam uji kompon karet terjadi perubahan sifat karet bukan disebabkan oleh perubahan luas permukaan filler.

C. Perubahan Aktivitas Permukaan

Perlakuan pada PCC yang dapat menaikkan jumlah sisi *surface active* dari partikel filler dengan cara memasukkan atom reaktif atau gugus yang mampu untuk menjadi *covulcanized* dengan matriks karet. Tujuan pembahasan untuk menyatakan korelasi atau pengaruh porositas, luas permukaan total filler terhadap sifat fisis vulkanisat karet. Pembuatan barang-barang karet memerlukan filler yang dapat meningkatkan sifat fisik dan mekanik barang karet seperti tegangan putus, ketahanan sobek, ketahanan kikis dan kekerasan sehingga sesuai dengan persyaratan yang ditetapkan (Hofmann, 1989). Reinforcing *whitefiller* diperlukan untuk pembuatan barang-barang karet yang tidak berwarna hitam seperti sepatu olahraga yang memerlukan ketahanan kikis dan juga ban kendaraan bermotor. Reinforcing filler diharapkan dapat menaikkan sifat tegangan putus, ketahanan sobek, dan ketahanan kikis.

Untuk menguji keberhasilan pelapisan, filler PCC sebelum dilapisi dan sesudah dilapisi oleh coating agents di uji sifat fisik dan

mekaniknya dalam vulkanisat yang dilakukan oleh tim Balai Besar Kulit dan Karet Yogyakarta. Dengan hasil uji ditampilkan dalam Tabel 4.2 berikut ini.

Tabel.4.2 Hasil Uji Sifat Fisis PCC sebelum pelapisan dan PCC sesudah pelapisan terhadap efek penguatan yang meliputi kuat tarik/tegangan putus, ketahanan sobek, ketahanan kikis dan kekerasan

Kode	Kuat tarik (Mpa)	Ketahanan sobek (N/mm ²)	Ketahanan kikis (mm ³ /kgm)	Kekerasan (shore A)
PCC (tanpa treatment)	11,45	4,28	1,5	52,6
PCC + As. Stearat	12,52	8,58	1,36	55
PCC + Gama Mercaptosilane	11,21	4,02	1,71	52,6

D. Pengaruh Surface Treatment Filler PCC Terhadap Kuat Tarik / Tegangan Putus Vulkanisat Karet

Tegangan putus yang baik dan memenuhi persyaratan merupakan faktor yang penting karena menunjukkan kekuatan vulkanisat karet atau barang jadinya (Herminiwati, 2009). SNI menetapkan nilai tegangan putus minimum 10 N/mm². Berdasarkan Tabel dan Gambar di atas dapat dilihat bahwa filler PCC sebelum ditreatment sudah memenuhi standar minimum yang ditetapkan SNI sebesar 10 N/mm², hal ini menunjukkan PCC yang digunakan sebagai filler sudah merupakan PCC yang baik yang dapat memberikan efek penguatan.

D.1. Ketahanan Sobek Vulkanisat Karet

Nilai ketahanan sobek yang ditetapkan oleh SNI adalah minimum 3,5 N/mm². Vulkanisat karet diharapkan membentuk ikatan-ikatan silang antara molekul karet dan filler PCC sehingga dapat meningkatkan kekakuan dan kekuatan vulkanisat karet. PCC memberikan ketahanan sobek pada saat divulkanisasi dan juga mempunyai efek penguatan yang nyata (Franta, 1989).

D.2. Ketahanan Kikis Vulkanisat Karet

Ketahanan kikis menunjukkan kemampuan sol karet bertahan terhadap gesekan. Makin kecil volume terkikis per satuan usaha (mm³/kg.m) makin baik dan berarti makin besar ketahanan kikisnya. SNI menetapkan nilai maksimum ketahanan kikis sebesar 1,0

mm³/kg.m. Pada bagian ini, filler PCC tanpa coating dan dengan coating agents memberikan sifat penguatan yang melebihi batas maksimum SNI.

D.3. Pengaruh Surface Treatment Filler PCC Terhadap Sifat Kekerasan Vulkanisat Karet

Kekerasan merupakan sifat fisis vulkanisat karet yang mempengaruhi kelenturan produk karet seperti sol sepatu atau ban kendaraan bermotor. SNI menetapkan nilai kekerasan vulkanisat karet sebesar 50 – 70 shore A, diharapkan vulkanisat karet tidak terlalu keras ataupun terlalu lunak. Berikut ditampilkan hasil pengujian terhadap nilai kekerasan filler PCC non Coating dan yang terlapis coating. Dari ketiga jenis PCC yang dijadikan filler dalam kompon karet, asam stearat memberikan efek penguatan yang paling baik, sementara gama mercaptosilane meskipun memenuhi batas yang disyaratkan SNI, tidak lebih baik dari PCC yang belum dimodifikasi.

Rangkuman pengaruh modifikasi permukaan ditunjukkan pada Tabel 4.10 di bawah ini.

Tabel 4.3. Prosentase perubahan hasil uji sifat fisis kompon karet akibat penambahan coating agents

Kode	Kuat tarik (Mpa)	Ketahanan sobek (N/mm ²)	Ketahanan kikis (mm ³ /kgm)	Kekerasan (shore A)
PCC (tanpa treatment)	11,45	4,28	1,5	52,6
PCC + As. Stearat	Naik 9,3%	Naik 100%	Turun (-9,3%)	Naik 4,5%
PCC + Gama Mercaptosilane	Turun (-2%)	Turun (-6,07%)	Naik 14%	Tetap 0%

Dari Tabel 4.3 di atas dapat disimpulkan bahwa asam stearat menaikkan sifat fisis vulkanisat karet pada kuat tarik, ketahanan sobek dan kekerasan. Sementara gama mercaptosilane menaikkan sifat fisis vulkanisat karet pada ketahanan kikis.

SIMPULAN DAN SARAN

Simpulan

Dari hasil penelitian modifikasi permukaan precipitated calcium carbonate dengan coating agents gama mercaptosilane dan asam stearat sebagai penguat bahan

pengisi pada pembuatan kompon karet diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. PCC yang telah dimodifikasi dapat digunakan sebagai bahan pengisi kompon karet dan mempunyai potensi mensubstitusi PCC impor meskipun belum dapat menyamainya.
2. Modifikasi permukaan dengan asam stearat dan gama mercaptosilane tidak mengubah fisik dari *filler*, tetapi mengubah aktivitas gugus aktif permukaan *filler*.
3. Asam stearat meningkatkan kuat tarik, ketahanan sobek, dan kekerasan karet. Tetapi menurunkan ketahanan kikis.
4. Gama mercaptosilane meningkatkan ketahanan kikis, namun tidak menambah kuat tarik, ketahanan sobek dan kekerasan karet.

Saran

Gabungan asam stearat dan gama mercaptosilane akan meningkatkan kuat tarik, ketahanan sobek, kekerasan dan ketahanan kikis.

DAFTAR PUSTAKA

- Ansarifar, A., Azhar, A., Ibrahim, N., Shiah, S.F., dan Lawton, J.M.D., 2004, The Use Of Silanised Silica Filler To Reinforce And Crosslink Natural Rubber, *International Journal of Adhesion & Adhesives*, 25, 77-86.
- API, 2009, Silanes Coupling Agents, Advance Polymer Inc, USA.
- Barlow, F.W., 1993, *Rubber Compounding : Principles, Materials, and Techniques*, 2nd edition, Marcel Dekker, Ohio.
- Franta, I., 1989, *Elastomers and Rubber Compounding Materials*, Elsevier, New York.
- Herminiwati, 1997, *Aspek Mekanik Penggunaan Karbon Aktif Tempurung Kelapa Sebagai Bahan Pengisi Sol Sepatu Olahraga*, Thesis S-2, Program Pasca Sarjana, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Hoffman, W., 1989, *Rubber Technology Handbook*, Hanser Publisher, Munich, Vienna, New York.
- Kirk, R.E., and Othmer, D.F., 1981, *Encyclopedia of Chemical Technology*, John Wiley & Sons., Inc., New York
- Kirk, R.E., and Othmer, D.F., 1982, *Encyclopedia of Chemical Technology*, John Wiley & Sons., Inc., New York.
- Kunii, D. and Levenspiel, O., 1969, *Fluidization Engineering*, John Wiley and Sons, New York.
- Maurya, G.P., 1981, *Fiber Technology and Manufacture, Small Business Publication*, New Delhi.