

STUDI AWAL PEMBUATAN NANOKOMPOSIT DENGAN FILLER ORGANOCLAY UNTUK KEMASAN

(Preliminary Studies with Filler Organoclay Nanocomposite Making for Packaging)

Yoyon Suyono

Baristand Industri Pontianak, Jl. Budi Utomo No. 41 Pontianak 78243

E-mail : yo2nsu@yahoo.com

Naskah diterima tanggal 07 September 2012 dan disetujui untuk diterbitkan tanggal 29 November 2012

ABSTRAK. Tanah lempung (*clay*) Kalimantan Barat hingga saat ini masih digunakan sebagai bahan baku dalam industri keramik dan belum ada pengolahan secara khusus untuk pembuatan produk lain. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh penambahan filler organoclay pada sifat fisik kuat tarik nanokomposit tanah lempung yang diaplikasikan pada kemasan makanan. Nanokomposit tanah lempung dibuat dengan tahapan pemurnian, penggilingan, pembuatan organoclay dan pembuatan nanokomposit tanah lempung. Karakterisasi dilakukan dengan cara mengukur kapasitas tukar kation (KTK), difraksi sinar-X (XRD), *particle size analysis* (PSA), *scanning electron microscopy* (SEM), uji kuat tarik dan perpanjangan putus. Pemurnian menggunakan asam klorida dapat meningkatkan nilai KTK dan menghilangkan pengotor. Metode *high energy milling* (HEM) dengan waktu 2 jam diperoleh nanopartikel ukuran 225,3 nm sebagai bahan baku organoclay. Penambahan filler organoclay 1% dapat meningkatkan kuat tarik nanokomposit tanah lempung, memenuhi grade 2 dan cocok untuk kemasan sekunder atau kemasan yang tidak langsung berhubungan dengan bahan pangan.

Kata kunci : kemasan, nanokomposit, organoclay, tanah lempung

ABSTRACT. Clay from West Kalimantan is still used as a raw material in the ceramic industry and it doesn't have specific processes for the manufacture of other products. The objective of this study is to determine the effect of organoclay filler on the physical properties of tensile strength clay nanocomposite food packaging applications. The step for clay nanocomposite were produced by purification, milling, organoclay, clay nanocomposite. Clay nanocomposite were characterized by analysis cation exchange capacities (CEC), X-ray diffraction (XRD), *particle size analysis* (PSA), *scanning electron microscopy* (SEM), tensile strength test and elongation at break. The purified with hydrochloric acid can increase the value of CEC and remove of the impurities. High energy milling (HEM) technique are with a time of 2 hours gained 225.3 nm sized nanoparticles as raw material organoclay. The addition of 1% organoclay filler increases the tensile strength of nanocomposite clay, according grade 2 and is suitable for second packaging or not directly contact to food.

Keywords: clay, nanocomposite, organoclay, packaging

1. PENDAHULUAN

Penelitian di bidang nano teknologi dalam 10 tahun terakhir mengalami perkembangan yang cukup pesat dalam berbagai bidang aplikasi. Dalam pengembangan material polimer telah banyak dilakukan penelitian untuk mengembangkan material nanokomposit, dimana *filler* berukuran nano terdispersi ke

dalam sistem matrik polimer. Jenis nano partikel yang banyak digunakan sebagai objek penelitian dan sudah diproduksi secara komersial, terutama bidang polimer-nanokomposit adalah tanah lempung (*clay*) (Syuhada, dkk., 2009).

Nanokomposit dapat dianggap sebagai struktur padat dengan dimensi berskala nanometer yang berulang dengan jarak antar-bentuk penyusun struktur yang

berbeda. Material-material dengan jenis seperti itu terdiri atas padatan anorganik yang tersusun atas komponen organik. Selain itu, material nanokomposit dapat terdiri atas dua atau lebih molekul anorganik/organik dalam beberapa bentuk kombinasi dengan pembatas antar keduanya minimal satu molekul atau memiliki ciri berukuran nano (Hadiyawardana, dkk., 2008).

Nanokomposit dibuat dengan menyisipkan nanopartikel (*nanofiller*) ke dalam sebuah material makroskopik (matriks). Pencampuran nanopartikel ke dalam matriks penyusun merupakan bagian perkembangan dunia nanoteknologi. Setelah menambahkan sejumlah nanopartikel ke dalam material matriks, nanokomposit yang dihasilkan menunjukkan sifat yang lebih unggul dibandingkan sifat material sebelumnya. Sedangkan matriks yang biasa digunakan berupa matriks polimer, logam dan keramik (Chitraningrum, N., 2008).

Nanokomposit berbasis polimer memiliki banyak keunggulan dibandingkan material komposit konvensional, makro maupun mikro. Keunggulannya dapat meningkatkan sifat elektrik, konduktivitas termal, sifat mekanik dan resistensi terhadap suhu tinggi. Semua keunggulan ini tergantung pada struktur dan sifat serta komposisi penyusun material komposit. Bahan nanokomposit berbasis polimer dengan nanopartikel tanah lempung (*organoclay*) atau yang lebih dikenal dengan istilah *polymer layered silicate nanocomposite* (PLSNs) merupakan salah satu alternatif dalam membangun bahan baru. PLSNs membutuhkan hanya sedikit tanah lempung sebagai *filler* untuk menghasilkan kekuatan yang sama dengan komposit polimer konvensional. Penggunaan tanah lempung sebagai nanopartikel akan meningkatkan nilai tambah yang akhirnya akan memberikan keuntungan (Chitraningrum, N., 2008).

Nanopartikel tanah lempung jenis bentonit (*montmorillonite*) sudah diproduksi secara komersial dalam pembuatan *polymer clay nanocomposite* (PCN) oleh Toyota pada tahun 1980. Beberapa sifat seperti kekuatan mekanik, sifat termal,

mudah terbakar dan *barrier properties* (oksigen, karbon monoksida, ultra violet, kelembaban dan penguapan) terbukti meningkat jika menggunakan PCN dibandingkan *neat polymer counterpart* (Ray, *et al.*, 2006; Cabedo, *et al.*, 2004). Prospek pasar PCN sendiri cukup potensial yaitu lebih dari 1 juta *pounds* dimana untuk kemasan (*packaging*) menempati posisi teratas disamping untuk otomotif, bangunan dan konstruksi, pelapisan, serta industri lainnya (Patel *et al.*, 2006).

Propinsi Kalimantan Barat secara geologis merupakan daerah yang memiliki bahan galian industri seperti tanah lempung yang potensial. Tanah lempung tersebut terdapat di hampir seluruh wilayah Kalimantan Barat, terutama kabupaten Sambas, Bengkayang, Ketapang, Sanggau dan kota Singkawang. Deposit tanah lempung yang terukur, tereka, terindikasi dan hipotek sekitar 229.229.633 ton. Eksploitasi tanah lempung yang dilakukan industri besar yaitu sebesar antara 6.000 ton sampai dengan 36.000 ton. Sampai saat ini tanah lempung Kalimantan Barat digunakan sebagai bahan baku dalam industri keramik dan belum ada yang mengolah secara khusus untuk pembuatan produk lain.

Tanah lempung Kalimantan Barat berdasarkan susunan tetrahedral dan oktahedral dapat diklasifikasikan kelompok tanah lempung 1:1 dimana terdiri dari satu lapisan tetrahedral dan satu lapisan oktahedral, contohnya adalah kaolin dan bola tanah lempung. Lapisan tetrahedral dan oktahedral ini bersama-sama membentuk suatu lapisan yang masing-masing lapisannya berikatan melalui gaya *Van der Waals*, gaya elektrostatis serta ikatan hidrogen. Antara lapisan satu dengan lapisan lainnya memiliki ruang (*interlayer*) atau *gallery* yang dapat ditempati oleh sejumlah kation, molekul air, maupun molekul lainnya (Chitraningrum, N., 2008).

Adanya ruang pada tanah lempung memungkinkan untuk dilakukan modifikasi menggunakan molekul organik menjadi *organoclay*. Tanah lempung yang organofilik dapat diperoleh dari tanah lempung hidrofilik melalui pertukaran ion

dengan kation organik seperti dimetil sulfoksida (DMSO). Ruang (*interlayer*) tanah lempung terjadi pertukaran ion dengan DMSO. Penggunaan molekul organik dalam modifikasi didasarkan sifat tanah lempung sendiri yang secara alami bersifat hidrofilik dan bercampur di dalam larutan organik. Salah satu fungsi *organoclay* adalah sebagai bahan *filler* dalam pembuatan nanokomposit (Chitraningrum, N., 2008). Tanah lempung sebagai bahan *filler* dalam pembuatan polimer tanah lempung nanokomposit PCN memiliki keunggulan, seperti harganya relatif murah, tersedia cukup banyak, memiliki kapasitas untuk dimodifikasi secara kimia maupun fisika, serta pemanfaatan lainnya.

Berdasarkan hal tersebut di atas, maka perlu studi awal pengembangan *organoclay* dalam pembuatan nanokomposit berbasis tanah lempung Kalbar untuk aplikasi kemasan makanan. Pengembangan nanokomposit tanah lempung diharapkan mampu meningkatkan sifat fisik komposit terutama kuat tarik.

2. METODOLOGI PENELITIAN

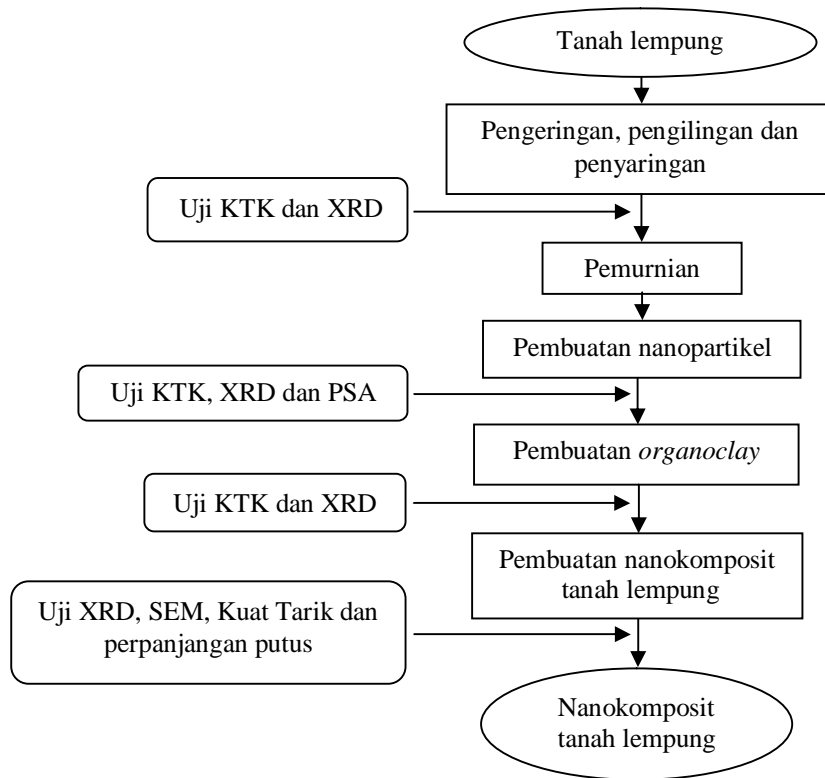
Bahan yang digunakan meliputi tanah lempung, asam klorida, etanol, polietilen massa jenis rendah (LDPE), dimetil sulfoksida (DMSO), minyak silikon, maleat anhidrida dan bahan untuk pengujian. Peralatan yang digunakan dalam penelitian timbangan analitik, pH meter, oven, *sieveshaker*, *hotplate with stirrer*, gelas beker, pipet, erlenmeyer, gelas ukur, sentrifus, *hotpress*, *rheomix*, *shaker*, dan peralatan untuk pengujian.

Tanah lempung dikeringkan, digiling menggunakan *hotmill* dan disaring menggunakan saringan 325 mesh. Kemudian dilakukan penyiapan contoh untuk pengujian karakterisasi seperti kapasitas tukar kation (KTK) dan difraksi sinar-X (XRD). Tanah lempung yang lolos saringan 325 mesh dimurnikan secara kimia menggunakan asam klorida (HCl) 0,5M dengan perbandingan 1:8. Suspensi tersebut diaduk selama 4 jam yang selanjutnya disentrifugasi dengan kecepatan 3500 rpm selama 10 menit.

Supernatan dipisahkan dan residu dicuci dengan akuades. Proses ini diulang hingga 3-4 kali. Selanjutnya residu berupa tanah lempung dikeringkan pada suhu 150°C selama 4 jam. Tanah lempung yang sudah dimurnikan, disintesis nanopartikel metode *high energy milling* (HEM) di Nanotech Indonesia, Serpong dengan waktu penggilingan 2 jam untuk mendapatkan ukuran < 2 µm. Karakterisasi melalui pengujian KTK, XRD dan *particle size analysis* (PSA).

Pembuatan *organoclay* menggunakan pelarut organik dimetil sulfoksida. Tanah lempung yang sudah dimurnikan dengan ukuran < 2 µm dilarutkan dalam dimetil sulfoksida selama 2 hari pada suhu 60°C dengan pengadukan. Suspensi yang diperoleh disentrifugasi dengan kecepatan 2000 rpm selama 10 menit untuk menghilangkan dimetil sulfoksida. Penghilangan dimetil sulfoksida dilanjutkan dengan menggunakan etanol melalui sentrifugasi 2000 rpm selama 10 menit. Supernatan dipisahkan dan residu dicuci dengan akuades. Proses ini diulang hingga 3-4 kali. Residu berupa *organoclay* dikeringkan pada 60°C selama 2 hari. Karakterisasi *organoclay* diuji melalui pengujian KTK dan XRD.

Pembuatan nanokomposit tanah lempung dilakukan melalui pencampuran *organoclay* dalam matrik polietilen massa jenis rendah dengan penambahan 1%, 3% dan tanpa penambahan *organoclay* menggunakan alat *rheomix*. Nanokomposit tanah lempung yang diperoleh dibuat lembaran plastik menggunakan *hotpress*. Nanokomposit tanah lempung dikarakterisasi menggunakan XRD, *scanning electron microscope* (SEM), serta uji kuat tarik dan perpanjangan putus. Diagram alir proses pembuatan nanokomposit tanah lempung dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Proses pembuatan nanokomposit tanah lempung

3. HASIL DAN PEMBAHASAN Purifikasi Tanah Lempung

Pemurnian tanah lempung menggunakan asam klorida (HCl) 0,5M dapat mengurangi pengotor. Hal ini dapat dilihat dari hasil uji nilai kapasitas tukar kation (KTK) seperti yang ditunjukkan dalam Tabel 1. Tanah lempung yang sudah dimurnikan memiliki KTK yang lebih besar. Nilai KTK *organoclay* mengalami penurunan jika dibandingkan dengan tanah lempung mentah (*raw*) maupun nanopartikel tanah lempung. Dalam *organoclay* kation anorganik telah tergantikan dengan kation organik dimetil sulfoksida (Syuhada, dkk., 2009).

Tabel 1. Hasil uji kapasitas tukar kation (KTK)

Contoh	KTK (meq/100 g)
Tanah lempung	10,7
Nanopartikel tanah lempung	28,3
<i>Organoclay</i>	27,1

Sumber: Laboratorium Penguji Baristand Industri Pontianak

Pembuatan *Nanoclay* dan *Organoclay*

Berdasarkan hasil uji *particle size analyzer* (PSA) seperti dalam Tabel 2, tanah lempung digiling menggunakan HEM selama 2 jam untuk mendapatkan ukuran dibawah 2 μm . Proses penggilingan dapat menimbulkan penghancuran partikel-partikel dalam tanah lempung akibat terjadinya tumbukan antara tanah lempung dengan bola bola penggilingan (Yusnafi, 2011). Ukuran partikel tanah lempung dibawah 2 μm bertujuan untuk memudahkan pembuatan *organoclay*.

Tabel 2. Hasil uji *particle size analyzer* (PSA)

Contoh	Size (nm)
Bahan baku (tanah lempung)	24.216,7
Tanah lempung hasil penggilingan (2 jam)	225,3

Sumber : Laboratorium Nanotech Indonesia, Serpong-Tangerang

Data difraksi sinar-X tanah lempung nanopartikel dan *organoclay* dari difraktogram berdasarkan nilai intensitas (I %) tertinggi dirangkum dalam Tabel 3.

Puncak-puncak difraksi mineral tanah lempung adalah khas, sudut difraksi 2θ ($^{\circ}$) berhubungan dengan bidang kisi kristal yang dianalisis. Identifikasi komponen penyusunnya dilakukan dengan mencocokkan atau membandingkan nilai d (jarak antar bidang kristal) yang ada pada difraktogram contoh dengan nilai d mineral yang terdapat pada *American Mineralogist Crystal Structure Database*

(Dows, R.T. dan Hall-Wallace, M., 2003). Berdasarkan nilai-nilai d yang telah dibandingkan menunjukkan mineral kaolin dan kuarsa (Sunardi, dkk., 2009; Carrol, 1978 dalam Wahyuni, 2003). Nilai dengan intensitas 100% diperoleh spektrum yang tajam menunjukkan semakin tinggi spektrum difraksi akan meningkatkan/semakin kuat kekristalan (Carrol, 1978 dalam Wahyuni, 1993).

Tabel 3. Hasil uji XRD

Nanoclay			Organoclay			Nanokomposit			Mineral
2θ	d (\AA)	I (%)	2θ	d (\AA)	I (%)	2θ	d (\AA)	I (%)	
12,2660	7,2101	100	12,3150	7,1845	25	-	-	-	Kaolin
20,0966	4,4180	42	20,0200	4,4316	45	-	-	-	Kuarsa
-	-	-	-	-	-	21,725	4,0875	100	Kuarsa
-	-	-	-	-	-	23,905	3,7194	53	Kaolin
24,8480	3,5804	72	-	-	-	-	-	-	Kaolin
-	-	-	26,6570	3,3414	100	-	-	-	Kuarsa

Sumber : Laboratorium Tekmira, Bandung dan Laboratorium Material Batan Serpong, Tangerang

Hasil uji difraksi sinar-X untuk posisi *basal peak* 2θ ($^{\circ}$), terutama mineral kaolin pada *nanoclay* dan *organoclay* dalam Tabel 3. Proses interkalisasi (*intercalate*) kaolin yaitu pertukaran kation anorganik dengan kation pelarut organik dimetil sulfoksida tidak bereaksi secara sempurna. Hal ini ditunjukkan dari nilai *d-spacing* yang tidak terjadi peningkatan yang signifikan, ini mengindikasikan mineral tersebut termasuk tipe C yaitu tidak reaktif (*non-reactive*). Menurut Range *et al.*, 1968, 1969; Fernandez-Gonzales *et al.*, 1971; and Lagaly, 1981 ada 3 (tiga) klasifikasi kaolin yaitu tipe A, kelompok yang sangat reaktif (*reactive*) terhadap interkalisasi dimetil sulfoksida, urea dan pelarut organik lainnya. Tipe B, bereaksi

(*reacts*) dengan dimetil sulfoksida tetapi tidak dengan urea. Terakhir tipe C tidak bereaksi (*non reactive*). Salah satu upaya untuk meningkatkan nilai *d-spacing* semua tipe kaolin adalah menggunakan pelarut hidrazin-dimetil sulfoksida. Tanah lempung sebelum dilarutkan dalam pelarut tersebut dihaluskan yang dicampur dengan kesium klorida (Jackson dan Abdel Kader, 1978; Calvert, 1984).

Pembuatan Nanokomposit Tanah Lempung

Hasil uji lembaran nanokomposit tanah lempung untuk parameter tegangan putus (*tensile strength*) dan nilai perpanjangan putus (*elongation break*) dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Hasil uji tegangan putus (*tensile strength*) dan perpanjangan putus (*elongation at break*)

No.	Contoh	Tegangan Putus (kg/cm^2)	Perpanjangan Putus (%)
1.	Komposit LDPE tanpa nano	85,61	162,5
2.	Komposit LDPE + nano 1%	91,26	112,5
3.	Komposit LDPE + nano 3%	90,79	50,0

Sumber : Laboratorium Material FATIR Batan, Pasar Jumat, Jakarta.

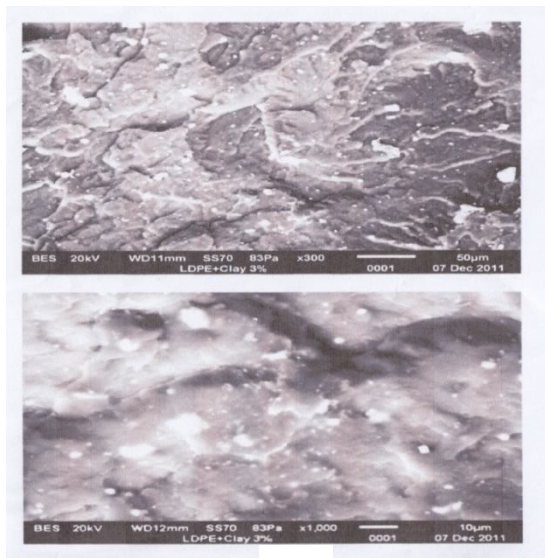
Penambahan 1% *organoclay* mampu menambah tegangan putus dari nanokomposit tanah lempung. Jika

penambahan *organoclay* dinaikkan hingga 3% tegangan putus cenderung turun. Semakin banyak penambahan *organoclay*

yang dimasukkan, kekuatan dari material nanokomposit juga bertambah sampai titik kritis (Hadiyawarman, dkk., 2008). Permukaan *organoclay* yang sangat luas berinteraksi dengan rantai polimer sehingga mereduksi mobilitas rantai polimer seperti terlihat pada Gambar 2. Interaksi ini meningkatkan kekuatan mekanik komposit tersebut jauh di atas kekuatan polimer itu sendiri.

Hasil uji tegangan putus nanokomposit tanah lempung jika dibandingkan dengan Standar Lembaran

Plastik untuk Makanan (JIZ Z.1707-1997), masuk dalam *grade 2*. Jika dilihat dari fungsinya, polimer tanah lempung nanokomposit lebih cocok untuk wadah kedua atau wadah yang tidak langsung berhubungan dengan bahan pangan. Sedangkan nilai perpanjangan putus cenderung turun jika *filler organoclay* ditambah. Ini menunjukkan polimer tanah lempung nanokomposit memiliki sifat kaku (*rigid*) dengan penambahan *organoclay*.



(a)



(b)

Gambar 2. (a) Hasil uji SEM nanokomposit tanah lempung penambahan 3% *organoclay* dan (b) Lembaran nanokomposit plastik. (Sumber: Lab. Material Batan Serpong, Tangerang)

4. KESIMPULAN

Pemurnian tanah lempung menggunakan asam klorida (HCl) 0,5M dapat mengurangi pengotor dan meningkatkan nilai kapasitas tukar kation (KTK) dari 10,7 menjadi 28,3 meq/100 g. Nilai KTK *organoclay* mengalami penurunan jika dibandingkan dengan bahan baku tanah lempung maupun nanopartikel tanah lempung akibat kation anorganik telah tergantikan dengan kation organik dimetil sulfoksida.

Penggilingan dengan waktu 2 jam menggunakan HEM diperoleh ukuran < 2 µm. Proses interkalasi (*intercalate*) pembuatan *organoclay* menggunakan

dimetil sulfoksida tidak menunjukkan perubahan signifikan *d-spacing*.

Penambahan 1% *filler organoclay* mampu menambah kuat tarik nanokomposit tanah lempung dan dilihat dari fungsinya sesuai Standar Lembaran Plastik untuk Makanan (JIZ Z.1707-1997) masuk dalam *grade 2*. Nanokomposit tanah lempung lebih cocok untuk wadah kedua atau wadah yang tidak langsung berhubungan dengan bahan pangan.

Nilai *d-spacing organoclay* dapat ditingkatkan melalui penghalusan campuran tanah lempung kesium klorida (CsCl) dan menggunakan pelarut hidrazin-dimetil sulfoksida pada proses interkalasi. Nanokomposit tanah lempung lebih cocok

untuk wadah kedua atau wadah yang tidak langsung berhubungan dengan bahan pangan.

UCAPAN TERIMA KASIH

Kepada anggota tim penelitian berdasarkan Surat Keputusan Kepala Baristand Industri Pontianak No. 016/BPKMI/BRS.Ptk/SK/12/2010 tanggal 31 Desember 2010 tentang Pembentukan Tim Riset Terapan TA 2011.

DAFTAR PUSTAKA

- Cabedo, L., E. Giménez, J.M. Lagaron, R. Gavara, dan J. Saura. 2004. Development of EVEOH-Kaolinite Nanocomposites. *Polymer* 45(15): 5233-5238.
- Chitraningrum, N. 2008. *Sifat Mekanik dan Termal pada Bahan Nanokomposit Epoxy-clay Tapanuli*. Skripsi. Departemen Fisika. FMIPA. UI. Depok.
- Downs, R.T., dan M. Hall-Wallace. 2003. The American Mineralogist Crystal Structure Database, *American Mineralogist* 88:247-250.
- Hadiyarwarman, A. Rijal, B.W. Nuryadin, M. Abdullah, dan Khairurrijal, 2008. Fabrikasi Material Nanokomposit Superkuat, Ringan dan Transparan Menggunakan Metode *Simple Mixing*. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi* 1 (1):14-21.
- Patel, H.A., R.S. Somani, H. C. Bajaj, dan R.V. Jasra. 2006. Nanoclay for Polymer Nanocomposites, Paints, Ink, Greases and Cosmetic Formulations, Drug Delivery Vehicle and Waste Water Treatment. *Bull. Mater. Sci.* 29(2):133-145.
- Ray, S., Allan E., S. Y. Quek, A. Easteal, dan X.D. Chen. 2006. The Potensial Use of Polymer-Clay Nanocomposites in Food Packaging. *Int. J. of Food Eng.* 2(4) article 5. 1-11.
- Syuhada, R. W., Jayatin, dan S. Rohman. 2009. Modifikasi Bentonit (Clay) Menjadi Organoclay dengan Penambahan Surfaktan. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi.* 2(1):48-51.
- Sunardi, Y. Arryanto, dan Sutarno. 2009. Adsorpsi Asam Giberelin pada Kaolin Alam Asal Tatakan Kalimantan Selatan. *Indo. J. Chem.* 9(3): 373-379.
- Wahyuni, E.T. 1993. Penggunaan Metode Difraksi Sinar-X Deteksi Perubahan Kristal Mineral Lempung Akibat Pemanasan dan Aktivasi. *Berkala Ilmiah FMIPA-UGM.* 4(3).
- Yusnafi, 2011, Karakterisasi Nanostruktur Karbon dari Grafit Hasil Miling. Dalam *Prosiding Seminar Nasional Kimia Terapan Indonesia*. Serpong.