

SINTESIS ORGANO Bentonit DAN PENGGUNAANNYA SEBAGAI ZAT TAHAN API PADA PROSES PENYEMPURNAAN TEKSTIL

SYNTHESIS OF ORGANO Bentonite AND ITS APPLICATION AS FLAME RETARDANT IN TEXTILE FINISHING PROCESS

Tatang Wahyudi¹, Cica Kasipah¹, Agus Wahyudi²

¹Balai Besar Tekstil, Jalan Jenderal Ahmad Yani No. 390 Bandung
E-mail : texirdti@bdg.centrin.net.id; E-mail : tatang_wahyudi61@yahoo.com

²Puslitbang Tekmira, Jalan Jenderal Sudirman No. 623 Bandung
E-mail: Wahyudi@tekmira.esdm.go.id

Tanggal diterima: 11 Maret 2014, direvisi: 16 April 2014, disetujui terbit: 6 Mei 2014

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian modifikasi nano bentonit alam yang berasal dari daerah Tasikmalaya Jawa Barat menjadi organobentonit dengan cara mereaksikannya dengan heksadesiltrimetilamonium bromida dan tetrabutylfosfonium bromida untuk dapat digunakan sebagai zat tahan api pada proses penyempurnaan tekstil. Proses pembuatan organobentonit dilakukan dengan cara pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* larutan suspensi nanobentonit sebanyak 2% dengan heksadesiltrimetilamonium bromida (HDTA)/tetrabutylfosfonium bromida (TBP) variasi kadar 0,4-2 %. Karakterisasi organobentonit hasil sintesis dilakukan dengan menggunakan FTIR dan SEM. Percobaan aplikasi organobentonit hasil sintesis pada kain kapas dilakukan dengan bantuan binder poliuretan serta surfaktan non ionik, sedangkan teknik yang digunakan adalah *pad-dry-cure*, dengan kondisi *pad* (90% WPU)-*dry* (110°C, selama 3 menit)-*cure* (140°C, selama 3 menit). Hasil percobaan menunjukkan bahwa HDTA-bentonit dan TBP-bentonit hasil sintesis dapat meningkatkan sifat tahan api sampel kain kapas meskipun belum secara signifikan, namun demikian telah memperlihatkan pembentukan arang kain sebagai sisa hasil pembakarannya. Pengarangan sampel kain hasil penyempurnaan dengan TBP-bentonit lebih tinggi dibanding dengan HDTA-bentonit.

Kata kunci: bentonit alam, organobentonit, tahan api, *pad-dry-cure*, kapas.

ABSTRACT

Modification of natural bentonite from Tasikmalaya West Java to organobentonite through its reaction with hexadecyltrimethylammonium bromide and tetrabutylphosphonium bromide to be used as a flame retardant in textiles finishing process was done. The synthesis of organobentonite was carried out by stirring 2% of nanobentonite and 0.4 to 2% of hexadecyltrimethylammonium bromide/tetrabutylphosphonium bromide using a magnetic stirrer. Characterization of synthesised organobentonite was performed by using FTIR and SEM. Their applications on cotton fabric were performed by pad-dry-cure technique with an assist of polyurethane resin as binder, where the condition of the pad (90% WPU), drying (110°C, for 3 minutes), curing (140°C, for 3 minutes). The results showed that HDTA-bentonite and TBP-bentonite could provide flame retardancy of cotton fabric slightly significant, however they have shown the formation of char as the rest of fabric combustion. The char forming of TBP-bentonite treated fabric was higher than with HDTA-bentonite.

Keywords: natural bentonite, organobentonite, flame retardant, *pad-dry-cure*, cotton.

PENDAHULUAN

Zat anti api (*flame retardant*) telah digunakan dalam proses penyempurnaan tekstil sandang maupun tekstil teknik sejak hampir 50 tahun yang lalu. Zat anti api yang tersedia secara komersial pada saat ini umumnya merupakan zat anti api terbrominasi seperti *hexabromocyclododecane* (HBCDD), *polybrominated diphenyl ether* (PBDE) dan sebagainya^{1,2}. Akan tetapi zat anti api tersebut ternyata dapat menghasilkan gas-

gas toksik seperti gas HBr yang berbahaya terhadap sistem pernapasan manusia serta dapat menghasilkan senyawa dioxin dan furan yang bersifat karsinogen ketika mengalami proses pembakaran^{3,4}.

Proses pengembangan zat anti api terus dilakukan hingga saat ini untuk mendapatkan sifatnya yang tidak membahayakan konsumen dan ramah lingkungan. Akhir-akhir ini salah satu bahan yang tersedia melimpah di alam dan dapat digunakan sebagai zat tahan api adalah mineral

montmorillonite yang terkandung dalam batuan bentonit⁵. Dalam aplikasinya pada bidang tekstil yang lain, *montmorillonite* dilaporkan juga dapat digunakan dalam memproduksi serat polipropilen yang lebih dapat menyerap zat warna asam serta sebagai zat anti kusut.^{3,6}

Penggunaan *montmorillonite* sebagai zat anti api (*flame retardant*) telah cukup banyak dilaporkan oleh para peneliti sebelumnya. Pada umumnya percobaan yang mereka lakukan adalah dengan mengkompositkan *montmorillonite* baik yang tanpa maupun yang telah termodifikasi menjadi organo-*montmorillonite* dengan berbagai macam polimer. *Organoclay* dapat dikompositkan antara lain dengan nilon 6/66, poliuretan, polistirena.⁷⁻⁹ Dalam hal komposit menggunakan organo *montmorillonite* akan memberikan hasil yang lebih baik, dikarenakan sifatnya yang menjadi kurang hidrofil sehingga dapat bergabung lebih kompatibel dengan polimernya.¹⁰ Lei Song dan kawan-kawan (2005) telah melakukan komposit poliuretan (PU), melamin polifosfat dan *organoclay*, hasil reaksi pertukaran ion *montmorillonite* menggunakan heksadesil trimetil amonium klorida. Hasilnya menunjukkan bahwa komposit tersebut dapat meningkatkan kapasitas pembentukan arang dan tahan api material dibandingkan dengan tanpa komposit.

Pada penelitian ini dilakukan aplikasi bentonit alam asal Tasikmalaya Jawa Barat berukuran submikron yang termodifikasi menggunakan amonium tersier/alkil fosfonium bromida sebagai zat tahan api pada proses penyempurnaan kain kapas dengan bantuan zat pengikat (*binder*) resin poliuretan. Teknik penempelan organo-bentonit pada permukaan serat kapas dilakukan dengan cara proses perendaman dan dilanjutkan dengan proses *pad-dry-cure*. Pengujian sifat tahan api contoh kain hasil percobaan dilakukan sesuai ASTM D1230-10.

METODE

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi bentonit alam yang berasal dari daerah Tasikmalaya Jawa Barat, bahan kimia heksadesiltrimetilammonium bromida (Merck) dan tetrabutylfosfonium bromida (Sigma-Aldrich) berkualitas p.a, binder resin poliuretan *Ruco Coat* (PT. Rudolf) dan *Baypret Nano PU* (Tanatex Chem) berkualitas teknis. Sampel kain kapas 100% yang mempunyai gramasi 107,12 gram/m² dipotong-potong dengan ukuran 35 x 35 cm sesuai dengan spesifikasi alat *curing* yang digunakan dalam penelitian ini.

Preparasi bentonit

Preparasi serbuk bentonit dilakukan dengan cara yang sama seperti yang telah digunakan dalam

penelitian sebelumnya.¹¹ Terhadap bongkahan bentonit yang telah mengalami proses penggilingan dengan menggunakan alat *jaw crusher* dilakukan proses *up grading* untuk meningkatkan kandungan *montmorillonite*-nya melalui serangkaian proses perendaman dalam air selama 24 jam, kemudian dilakukan pengadukan kasar (*scrubber*) berbentuk *cone* terbalik dengan kecepatan 2800 rpm selama 1 jam serta pengayakan basah menggunakan ayakan 40 mesh. Selanjutnya *slurry* bentonit mengalami proses pemisahan dengan menggunakan alat *magnetic separator* dengan kekuatan 20.000 gauss. Bentonit yang telah terpisahkan dari mineral-mineral magnetiknya kemudian dialirkan ke dalam alat *spray drier* pada suhu 250°C. Proses terakhir adalah penggilingan serbuk bentonit hasil *spray drier* menggunakan *ball mill* selama 20 jam. Bentonit tersebut mempunyai komposisi kimia Al₂O₃ 17,41%, SiO₂ 57,48%, Fe₂O₃ 2,85%, Na₂O 1,91%, CaO 3,03%, MgO 1,63%.

Preparasi organobentonit

Proses pembuatan nano bentonit termodifikasi (organobentonit) dilakukan dengan cara menambahkan 2 gram bentonit ke dalam larutan heksadesiltrimetilammonium bromida/ tetra butylfosfonium bromida 0,4-2,0% sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 500-700 rpm selama 1 jam. Setelah itu kemudian bentonit didekantasi dan dibilas dengan aquadest hingga bebas bromida.

Aplikasi organobentonit pada kain kapas

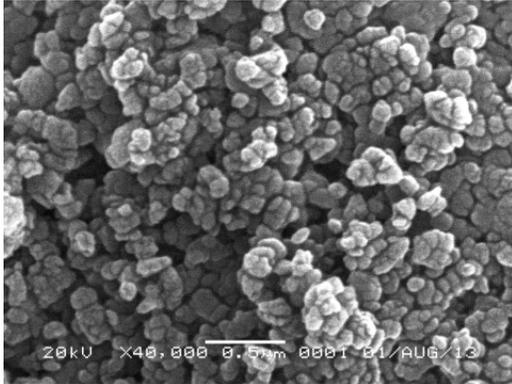
Untuk dapat diaplikasikan pada proses penyempurnaan tekstil ke dalam variasi larutan koloid organobentonit 2% ditambahkan variasi binder poliuretan (*Baypret nano PU/Ruco coat PU 1110*) sebanyak 1-5% v/v dan surfaktan nonionik sebanyak 0,5-1% v/v sambil terus diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 15 menit. Sampel kain kapas yang telah dipotong dengan ukuran 35 x 35 cm direndam dalam 200 mL larutan koloid organobentonit selama 1-2 menit sambil sesekali diaduk menggunakan batang pengaduk. Kemudian dilakukan proses *pad-dry-cure*. Proses peras dilakukan dengan *wpu* 90%, pengeringan pada 110°C selama 3 menit dan proses pemantapan pada 140°C selama 3 menit. Kain yang telah diproses selanjutnya diuji sifat tahan apinya sesuai ASTM D1230-10

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakteristik bentonit

Sebagaimana telah dijelaskan sebelumnya bahwa bentonit yang digunakan dalam penelitian ini adalah bentonit alam yang berasal dari daerah Tasikmalaya (Jawa Barat) yang dipreparasi sesuai dengan prosedur yang telah dilakukan oleh

Wahyudi T dan kawan-kawan. Gambar 1 merupakan morfologi partikel bentonit yang dihasilkan menggunakan alat *Scanning Electron Microscope* (SEM). Pengamatan secara visual menunjukkan bahwa ukuran partikel bentonit berada pada kisaran <100 nm.



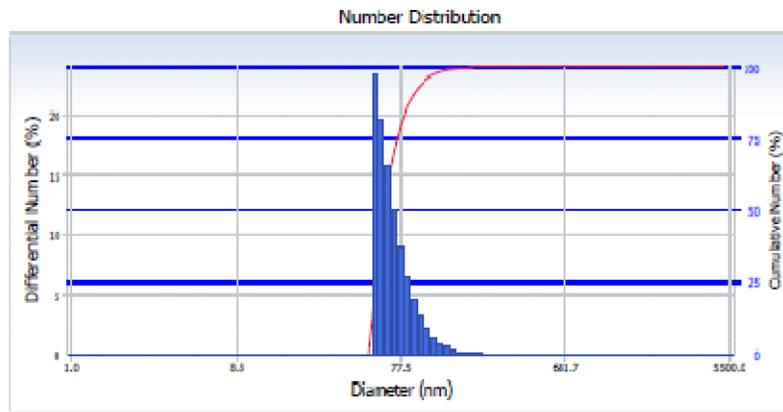
Gambar 1. Hasil Foto SEM nanobentonit asal Tasikmalaya

Sedangkan penentuan ukuran partikel bentonit dengan menggunakan alat *particle size analyzer* (PSA) menunjukkan partikel bentonit hasil

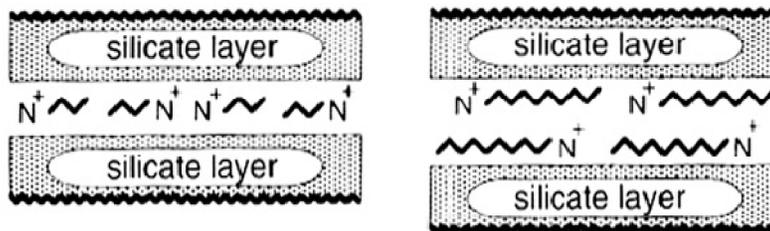
penggilingan selama 20 jam berukuran diameter rata-rata 70,9 nm (Gambar 2).

Karakterisasi organobentonit

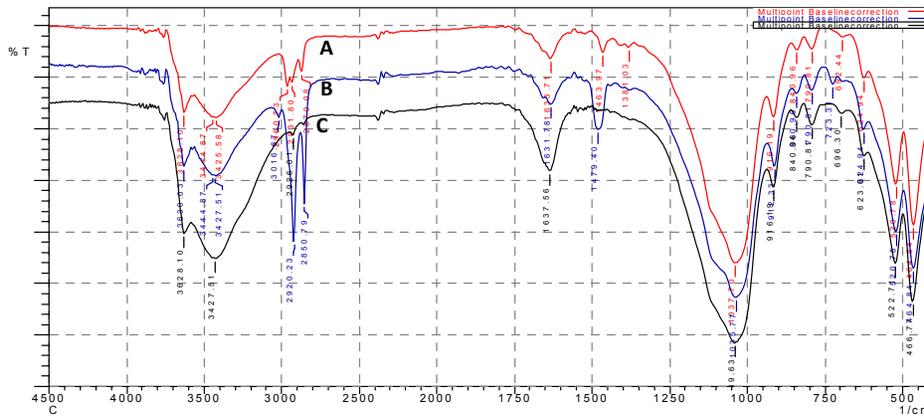
Organobentonit disintesis dengan cara mereaksikan bentonit sebagaimana pada 3.1 sebanyak 2-15% gram ke dalam larutan heksadesiltrimetil amonium bromida dan tetrabutyl fosfonium bromida dengan variasi 0,4-2%. Pengamatan secara visual terhadap sifat suspensi yang terjadi menunjukkan bahwa penggunaan kadar heksadesiltrimetil amonium bromida (HDTA) dan tetrabutyl fosfonium bromida (TBP) masing-masing sebesar 1,2% menghasilkan kestabilan suspensi yang optimal. Produk organobentonit yang dihasilkan merupakan persenyawaan heksadesiltrimetilamonium-bentonit (HDTA-bentonit) dan tetrabutyl fosfonium-bentonit (TBP-bentonit). Menurut Paiva L.B dan kawan-kawan (2008) bahwa mekanisme pembentukan organobentonit tersebut di atas didasarkan pada reaksi penukaran ion (*ion exchange*), dimana kation *interlayer* dalam bentonit bertukarkan dengan kation organik tetrabutyl fosfonium dan heksadesiltrimetil amonium. Berbagai bentuk penataan kation molekul organik dalam struktur bentonit dapat terjadi sebagai *monolayer* maupun *bilayer* sebagaimana diilustrasikan pada Gambar 3.



Gambar 2. Hasil penentuan ukuran diameter partikel bentonit dengan menggunakan PSA



Gambar 3. Orientasi penataan ion organik pada lapisan silikat¹³



Gambar 4. Spektra FTIR TBP-bentonit (A), HDTA-bentonit (B) dan bentonit (C)

Karakterisasi kedua jenis organobentonit hasil sintesis menggunakan FTIR menghasilkan spektra sebagaimana pada Gambar 4.

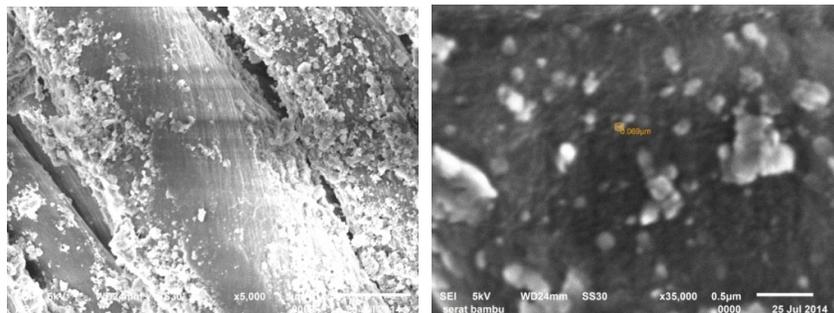
Untuk TBP-bentonit terkarakterisasi sebagaimana yang telah dilakukan oleh peneliti sebelumnya¹⁴. Pada spektra FTIR di atas terdapat pita serapan pada bilangan gelombang di sekitar 3500 cm⁻¹ dan 3700 cm⁻¹ yang menunjukkan *montmorillonite*. Puncak 2950 cm⁻¹ dan 2850 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi simetrik dan asimetrik dari gugus metilen (CH₂)_n rantai alifatik. Pada TBP-bentonit memperlihatkan intensitas vibrasi gugus -OH yang lemah pada 1637 cm⁻¹ yang disebabkan oleh adanya molekul air yang terabsorpsi. Puncak vibrasi 1430 cm⁻¹ menunjukkan gugus cincin fenil yang terikat pada atom fosfonium, serta puncak 1465 cm⁻¹ merupakan vibrasi regang gugus HCH.

Karakterisasi HDTA-bentonit menggunakan FTIR memperlihatkan pita-pita serapan struktur bentonit dan H₂O yang sama seperti pada TBP-bentonit. Puncak serapan yang khas untuk HDTA-bentonit adalah pita serapan pada 2920 cm⁻¹ dan 2850 cm⁻¹ yang menunjukkan vibrasi gugus metilen

(CH₂)_n rantai alifatik, C-H *stretching*. Pita serapan 1479 cm⁻¹ menunjukkan gugus C-N. Adanya pita serapan pada 520 cm⁻¹ dan 464 cm⁻¹ menunjukkan C-N-C *bending*.

Evaluasi aplikasi organobentonit pada kain kapas

Evaluasi yang dilakukan terhadap sifat tahan api sampel kain yang telah mengalami perlakuan proses *pad-dry-cure* menggunakan organobentonit hasil sintesis meliputi jumlah penggunaan binder, jumlah penggunaan bentonit serta pengulangan proses *pad-dry-cure* yang dilakukan. Maksud penggunaan binder dalam aplikasi organobentonit pada sampel kain kapas adalah untuk meningkatkan *durability* organobentonit pada sampel kain. Kedua binder yang digunakan dalam penelitian ini merupakan binder poliuretan yang berbasis polieter. Hasil pemotretan SEM kain hasil percobaan dapat dilihat pada Gambar 5. Pada Gambar 5 Tampak bahwa organobentonit terkandung pada permukaan serat kain. Pada perbesaran sebesar 35.000 kali partikel organobentonit yang terkecil berukuran kurang dari 70 nm.

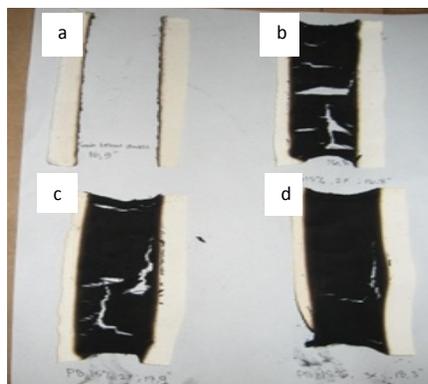


Gambar 5. Hasil pengujian SEM kain kapas yang dibroses dengan HDTA-bentonit 5%

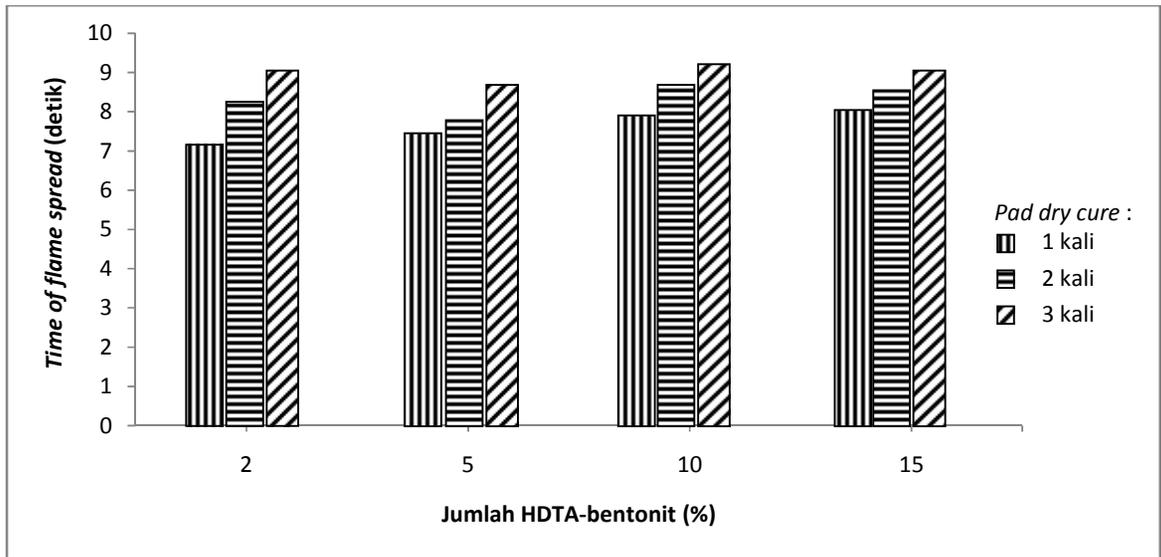
Tabel 1. Variasi penggunaan binder pada aplikasi heksadesiltrimetil amonium-bentonit (HDTA-Bentonit) pada sampel kain kapas.

Jumlah HDTA-Bentonit (%)	Binder <i>Ruco coat PU 1110</i>			Binder <i>Baypret nano PU</i>		
	Jumlah (%)	Waktu terbakar (detik)	Pengarangan (<i>char forming</i>) (-)/(+)	Jumlah (%)	Waktu terbakar (detik)	Pengarangan (<i>char forming</i>) (-)/(+)
0	0	7,1	-	-	-	
0	1	7,2	-	-	-	
2	0	7,6	+	-	-	
2	1	7,6	+	1	7,7	++
2	2	7,7	+	2	9,4	++
2	3	7,1	+	3	8,4	++
2	4	7,1	++	4	7,2	++
2	5	7,2	++	5	7,5	++

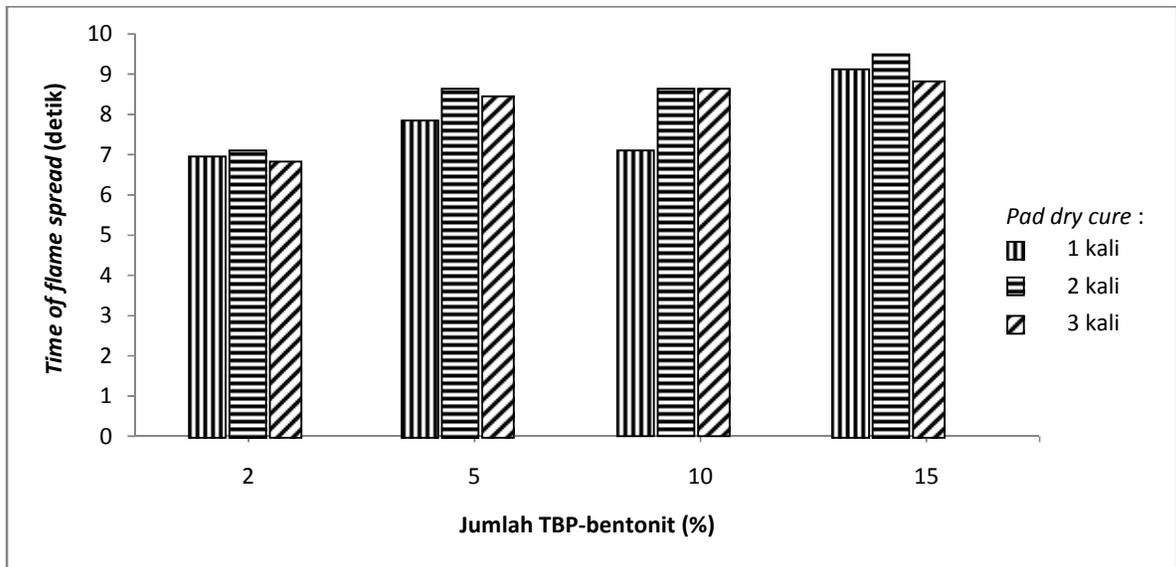
Tabel 1 merupakan hasil percobaan variasi penggunaan binder ketika organobentonit HDTA-bentonit diaplikasikan pada kain kapas dengan teknik proses *pad-dry-cure*. Dari data yang tertera pada Tabel 2 tersebut memperlihatkan bahwa jumlah penggunaan kedua binder berpengaruh terhadap variabel waktu pembakaran, dimana jumlah penggunaan optimumnya adalah sebesar 2%. Penggunaan binder *Baypret nano PU* memperlihatkan waktu pembakaran yang lebih lama dibandingkan binder *Ruco coat PU 1110*. Penggunaan binder di atas 2% memperlihatkan kecenderungan sampel kain mempunyai waktu pembakaran yang menurun. Waktu pembakarannya menjadi relatif sama dengan kain kontrol. Akan tetapi yang membedakan adalah terjadinya *char forming* kain, sedangkan pada kain kontrol tidak terbentuk pengarang kain. Tampak bahwa pembentukan arang kain semakin meningkat sejalan dengan meningkatnya penggunaan jumlah binder. Contoh pengarang kain dapat dilihat pada Gambar 6. Jumlah binder yang terlalu banyak pada permukaan kain dapat menyebabkan kain hasil perlakuan menggunakan organobentonit menjadi kembali mudah terbakar. Hal ini dapat dimengerti karena binder itu sendiri merupakan zat organik yang mudah terbakar.

**Gambar 6.** Hasil uji tahan api sampel kain kapas dengan TBP-bentonit 15%. a) tanpa, b) 1 kali, c) 2kali dan d) 3 kali proses *pad-dry-cure*.

Untuk mengetahui pengaruh jumlah organobentonit terhadap ketahanan apinya pada kain kapas, telah dilakukan dengan percobaan variasi jumlah organobentonit pada rentang 2-15%. Binder yang digunakan adalah *Baypret Nano PU* yang sebelumnya telah memperlihatkan hasil yang lebih baik dibandingkan dengan binder poliuretan lainnya dengan jumlah penggunaan pada kondisi optimum. Hasil percobaannya dapat dilihat pada Gambar 7 dan Gambar 8.



Gambar 7. Variasi penggunaan jumlah HDTA-bentonit dan pengulangan proses *pad-dry-cure*



Gambar 8. Variasi penggunaan jumlah TBP-bentonit dan pengulangan proses *pad-dry-cure*

Dari grafik pada Gambar 7 menunjukkan bahwa peningkatan jumlah HDTA-bentonit yang digunakan menyebabkan ketahanan api sampel kain menjadi meningkat pula, meskipun tidak terlalu signifikan. Penggunaan larutan suspensi HDTA-bentonit dengan kadar tertinggi yakni sebesar 15% hanya memberikan peningkatan waktu pembakaran <1 detik. Demikian pula jumlah pengulangan proses *pad-dry-cure* hingga 3 kali memperlihatkan peningkatan waktu pembakarannya yang kurang signifikan. Namun demikian pembentukan arang hasil pembakarannya secara kualitatif cukup meningkat. Gambar 8 adalah hasil percobaan aplikasi TBP-bentonit pada sampel kain yang

memperlihatkan fenomena waktu pembakaran yang sama dengan sampel kain hasil perlakuan dengan HDTA-bentonit. Namun demikian pembentukan arang sampel kainnya lebih baik dibanding dengan pembentukan arang sampel kain hasil perlakuan dengan HDTA-bentonit.

KESIMPULAN

Kesimpulan yang dapat ditarik dari penelitian yang telah dilakukan adalah bahwa bentonit alam asal daerah Tasikmalaya mengandung *montmorilonite* dan hasil pemurniannya menggunakan teknik *upgrading* telah berhasil dimodifikasi menjadi organo

bentonit. Aplikasi bentonit termodifikasi hasil sintesis yakni HDTA-bentonit dan TBP-bentonit dengan bantuan binder poliuretan dapat meningkatkan sifat tahan api sampel kain kapas dan memperlihatkan pembentukan arang kain sebagai sisa hasil pembakarannya. Dengan kata lain sampel kain kapas hasil perlakuan menggunakan bentonit termodifikasi tersebut menyebabkan kain tidak terbakar secara sempurna dibandingkan sampel kain tanpa perlakuan (kain kontrol). Sifat pembentukan arang kain yang mengandung TBP-bentonit lebih baik dibanding dengan HDTA-bentonit.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada Bapak Prof. Dr. Ir. Bambang Sunendar M.Eng selaku Mitra Bestari yang telah banyak memberikan arahan dan masukkannya yang konstruktif pada penulisan makalah ini.

PUSTAKA

- ¹ Horrocks A.R. (2010), Flame retardant chalanges for textiles and fibers : New chemistry versus innovatory solutions, *Journal Polymer Degradation and Stability*, 488-503.
- ² Alae, M., Arias, P., Sjodin, A., Bergman, A. (2003), An overview of commercially used brominated flame retardants their applications their use patterns in different countries/regions and possible modes of release, *Environment International*, 683-689.
- ³ Lerdkajornsuk, P., Charuchida, S. (2010), Study on flame retardancy and anti-dripping of poliester fabric treated with bentonite, diammonium hydrogen phosphate and aluminium hydroxide, *Journal of Metal Material and Mineral*, 20, 2, 63-70.
- ⁴ Kiliaris, P., Papaspyrides, C.D. (2010), Polymer/layered silicate (clay) nanocomposites : An overview of flame retardancy, *Progress in Polymer Science*, 35, 902-958.
- ⁵ Qian, L., Hineztroza, J.P. (2004), Application of nanotechnology for high performance textiles, *Journal of Textile and Apparel Technology and Management*, 4, 1, 1-7.
- ⁶ Bergaya, F et al. (2006), *Handbook of Clay Science*, Elsevier, Netherlands.
- ⁷ Kristofic, M., Ujhelyiova, A., Vassova, I., Ryba, J. (2011), Modification of PA 6 fibres with bentonite cloisite and concentrates (copolyamide + bentonite), *Fibres and Textiles in Eastern Europe*, 19,1(84), 24-29.
- ⁸ Song, L., Hu, Y., Tang, Y., Zhang, R., Chen, Z., Fan, We. (2005), Study on the properties of flame retardant polyurethane/organoclay nanocomposite, *Polymer Degradation and Stability*, 87, 111-116.
- ⁹ Yalcinkaya, S.E., Yildiz, N., Sacak, M., Calimli, A. (2010), Preparation of polystyrene/montmorillonite nanocomposite: Optimization by response surface methodology, *Turk J.Chem*, 34, 581-592.
- ¹⁰ Cardenas, M.A., Lopez, D.G., Vilchez, A.G., Fernandez, J.F., Merino, J.C., Pastor, J.M. (2009), Synergy between organo-bentonite and nanofillers for polymer based fire retardant application, *Applied Clay*, 45, 139-146.
- ¹¹ Wahyudi, T., Wahyudi, A. (2012), Penggunaan nanobentonit dalam proses penyempurnaan tekstil, Proceeding Seminar Balai Besar Tekstil.
- ¹² ASTM D1230-10, 2012, 229-244.
- ¹³ Paiva, L.B., Morales, A.R., Diaz F.R.V. (2008), Organoclays: Properties preparation and application, *Applied Clay Science*, 42, 8-24.
- ¹⁴ Hasmurkh, A.P., Somani R.S., Bajaj, H.C., Jasra R.V. (2007), Preparation and characterization of phosphonium montmorillonite with enhanced thermal stability, *Journal Applied Clay Science*, 35, 194-20

