



PAPER – OPEN ACCESS

Modifikasi Resiprene-35 Dengan Asam Metakrilat Melalui Teknik Pencangkakan Dalam Sistem Pelarut

Author : I Mahendra dkk.,
DOI : 10.32734/st.v2i1.311
Electronic ISSN : 2654-7082
Print ISSN : 2654-7074

Volume 2 Issue 1 – 2018 TALENTA Conference Series: Science & Technology (ST)



This work is licensed under a [Creative Commons Attribution-NoDerivatives 4.0 International License](https://creativecommons.org/licenses/by-nd/4.0/).

Published under licence by TALENTA Publisher, Universitas Sumatera Utara



Modifikasi Resiprene-35 Dengan Asam Metakrilat Melalui Teknik Pencangkokan Dalam Sistem Pelarut

I Putu Mahendra^a, Basuki Wirjosentono^{a*}, Tamrin^a, Hanafi Ismail^b

^a*Sekolah Pascasarjana Ilmu Kimia, Jl. Bioteknologi No.1 Kampus USU Padang Bulan, Medan, 20155*

^b*School of Material and Mineral Resources Eng. Universiti of Sains Malaysia, Penang*

basuki@usu.ac.id

Abstrak

Modifikasi R-35 dilakukan dengan menggunakan monomer olefin turunan akrilat, yakni asam metakrilat. Tujuan modifikasi R-35 menggunakan asam metakrilat adalah untuk memperoleh material *adhesion promoter* yang sesuai untuk karet alam siklis yang kedepannya diharapkan dapat dimanfaatkan sebagai bahan cat untuk permukaan poliolefin. Proses modifikasi R-35 dengan monomer asam metakrilat dilakukan dalam sistem pelarut pada temperatur 110-140°C dan desain eksperimental dirancang dengan menggunakan software Qualitek V.4.0. Analisis material R-35 termodifikasi dilakukan dengan menggunakan FTIR dan ¹H-NMR. Analisis FTIR menunjukkan puncak khas daripada ikatan O-H, C-C, C=O, C=C, dan C-O yang mewakili keberadaan daripada R-35, asam metakrilat dan divinilbenzena. Analisis lebih lanjut %G dengan software Qualitek V.4.0. menunjukkan bahwa %G tertinggi dapat dicapai dengan mengkondisikan reaksi pada T = 140°C, %MAA = 20%, %DVB = 20, dan t = 180 menit, dengan estimasi %G yang diperoleh adalah 26.08%

Kata Kunci: Resiprene-35, asam metakrilat, Qualitek, FTIR

1. Pendahuluan

Karet alam siklis (resiprene-35) yang merupakan turunan dari karet alam tersiklisasi oleh adanya asam lewis, memiliki keunggulan pada daya tahan terhadap bahan kimia dan air serta merupakan resin yang sangat baik untuk diaplikasikan pada lingkungan yang rentan terhadap korosi, seperti untuk bahan pelapis/pengikat (binder) cat kapal (PT. IKN). Salah satu pengembangan yang direncanakan ialah material resiprene-35 akan diarahkan sebagai bahan cat untuk substrat poliolefin, karena hingga penelitian yang berkembang saat ini, permasalahan utama yang dihadapi adalah daya rekat cat yang sangat lemah pada substrat poliolefin. Sifat adhesi yang lemah tersebut dapat disebabkan oleh kompatibilitas yang kurang antara material cat dengan permukaan poliolefin. Ryntz [1] menyatakan kompatibilitas yang tidak bagus pada permukaan substrat poliolefin disebabkan oleh polipropilen ataupun substrat poliolefin yang digunakan merupakan polimer semi kristalin yang memiliki energi permukaan yang rendah sehingga sangat sulit untuk dilakukan proses pelapisan cat.

Pemanfaatan resiprene-35 sebagai *adhesion promoter* memiliki *roadmap* penelitian yang jelas, diantaranya sintesis resiprene-35 *grafting* maleat anhidrad dengan komonomer stirena yang kompatibel terhadap resin poliamida [2], resiprene-35 *grafting* asam akrilat melalui reaksi epoksidasi dan reaksi radikal bebas [3] dan uji pendahuluan antara kompatibilitas resiprene-35 dan PP dengan kehadiran inisiator. Mengatasi permasalahan kompatibilitas antara resiprene-35 dan PP dapat dilakukan dengan teknik *grafting*, beberapa jenis *adhesion promoter* diperoleh melalui teknik blok kopolimer dan *grafting*. Umumnya *adhesion promoter* yang dikembangkan menggunakan turunan akrilat, seperti isobornil akrilat dengan asam akrilat, butil metakrilat, dan butil akrilat [4, 5]. Pada penelitian ini akan dilakukan modifikasi resiprene-35 dengan asam metakrilat melalui teknik *grafting* dengan kehadiran DVB menggunakan sistem pelarut.

2. Metode

2.1. Bahan dan Alat

Bahan-bahan yang digunakan dalam modifikasi resiprene-35 meliputi resiprene-35 diperoleh dari PT. Industri Karet Nusantara. Benzoil peroksida, asam metakrilat, xilena, natrium hidroksida, akuades dan metanol diperoleh dari Merck. Seluruh bahan yang digunakan dalam penelitian ini dipergunakan tanpa adanya proses pemurnian. Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain FTIR spectrophotometer 8201PC Shimadzu.

2.2. Desain eksperimental

Desain eksperimental dirancang menggunakan *Software Qualitek V.4* dengan menggunakan parameter sebagai berikut:

	Level 1	Level 2	Level 3	Level 4
Temperatur (°C)	110	120	130	140
Asam metakrilat (%b/v)	5	10	15	20
Divinilbenzena (%b/v)	0	5	10	20
Waktu (menit)	30	60	120	180

2.3. Prosedur

Sebanyak 20 g resiprene-35 dilarutkan dalam xilene hingga diperoleh larutan dengan kadar resiprene 20 b.b % kemudian dimasukkan kedalam labu leher tiga. Inisiator benzoil peroksida ditambahkan ketika temperatur reaksi telah tercapai. Setelah terbentuk radikal resiprene-35 dalam rentang waktu tertentu monomer asam metakrilat ditambahkan ke dalam sistem dan diikuti dengan penambahan divinil benzena pada selang waktu berikutnya.

Produk resiprene-35 termodifikasi asam metakrilat dipisahkan dengan cara dituangkan kedalam larutan NaOH (akuades/metanol) panas dan dicuci berulang dengan akuades hingga pH netral dan dikeringkan dalam oven hingga diperoleh berat konstan. Proses pemurnian dilanjutkan dengan sokletasi PP termodifikasi dengan menggunakan pelarut metanol selama 24 jam.

3. Hasil Dan Pembahasan

Proses modifikasi PP dirancang dengan menggunakan *software Qualitek V.4.0* dengan beberapa parameter yang telah ditentukan pada metode penelitian. Adapun rancangan desain eksperimental yang dimaksud, ditunjukkan pada Tabel 1

Tabel 1. Rancangan desain eksperimental modifikasi PP-DVB-MAA

No	temperatur	%MAA	%DVB	t (menit)
1	110	5	0	30
2	110	10	5	60
3	110	15	10	120
4	110	20	20	180
5	120	5	5	120
6	120	10	0	180
7	120	15	20	30
8	120	20	10	60
9	130	5	10	180
10	130	10	20	120
11	130	15	0	60
12	130	20	5	30
13	140	5	20	60
14	140	10	10	30
15	140	15	5	180
16	140	20	0	120

Berdasarkan rancang desain eksperimental tersebut, diperoleh data derajat grafting (%G) dari tiap perlakuan diatas yang ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Derajat grafting KAS termodifikasi

No	Kode Sampel	%G
1	KASMAA-1	3.37
2	KASMAA-2	7.89

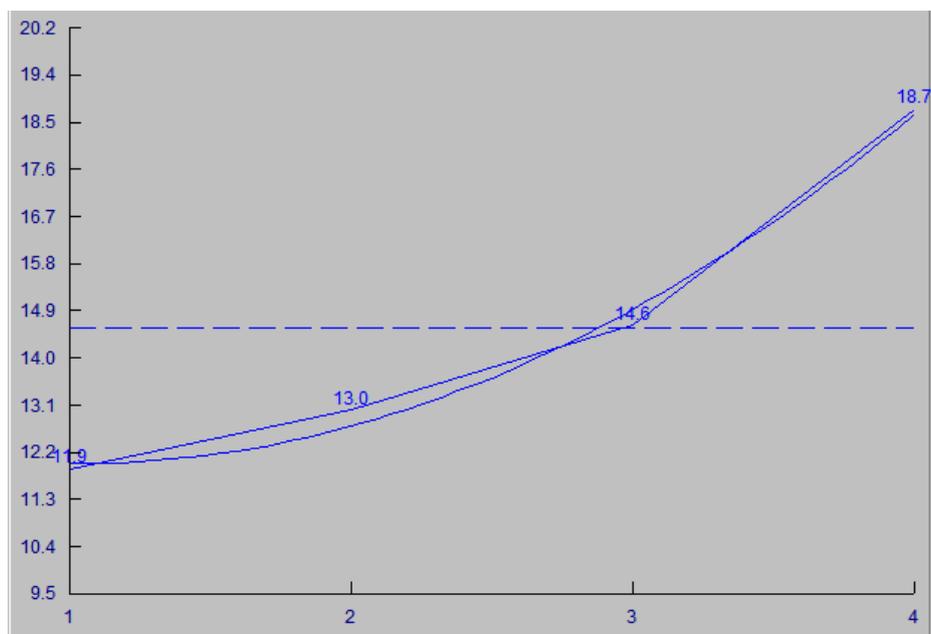
3	KASMAA-3	16.95
4	KASMAA-4	19.21
5	KASMAA-5	10.89
6	KASMAA-6	13.56
7	KASMAA-7	12.67
8	KASMAA-8	14.80
9	KASMAA-9	14.75
10	KASMAA-10	16.68
11	KASMAA-11	13.24
12	KASMAA-12	13.69
13	KASMAA-13	15.10
14	KASMAA-14	14.72
15	KASMAA-15	22.99
16	KASMAA-16	22.03

Pengolahan data %G lebih lanjut menggunakan *software Qualitek V.4.0* dapat memberikan informasi kontribusi tiap parameter terhadap %G yang ditunjukkan pada Tabel 3 dan pada Gambar 1-4.

Tabel 3. Kontribusi parameter terhadap %G

Parameter	Level 1	Level 2	Level 3	Level 4
Temperature	11.85	12.98	14.59	18.71
%MAA	11.03	13.21	16.46	17.43
%DVB	13.05	13.86	15.31	15.91
Waktu	11.11	12.76	16.64	17.63

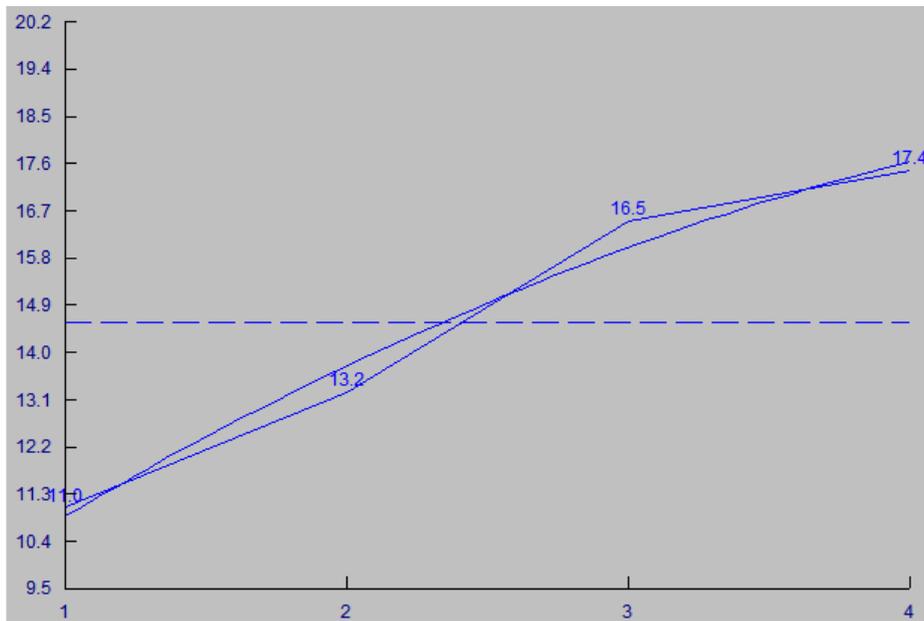
Kontribusi pengaruh temperatur terhadap %G Resiprene-35 termodifikasi asam metakrilat ditunjukkan pada Gambar 1. Seiring dengan peningkatan temperatur dari 110-140°C diikuti juga dengan peningkatan %G. Hal ini bersesuaian dengan kinetika reaksi, meningkatnya temperature menyebabkan molekul dalam sistem menjadi lebih reaktif dan menyebabkan kebolehjadian untuk terjadinya tumbukan akan lebih besar dan hal ini tentu akan meningkatkan nilai %G. Reaksi polimerisasi pada umumnya merupakan reaksi kompetitif antara terbentuknya produk grafting dan homopolimer daripada monomer yang digunakan. Sehingga dengan meningkatnya temperatur reaksi juga memiliki peluang untuk terbentuknya radikal monomer yang berlebih dalam sistem sehingga memiliki peluang untuk terbentuknya homopolimer.



Gambar 1. Kontribusi pengaruh temperature pada %G

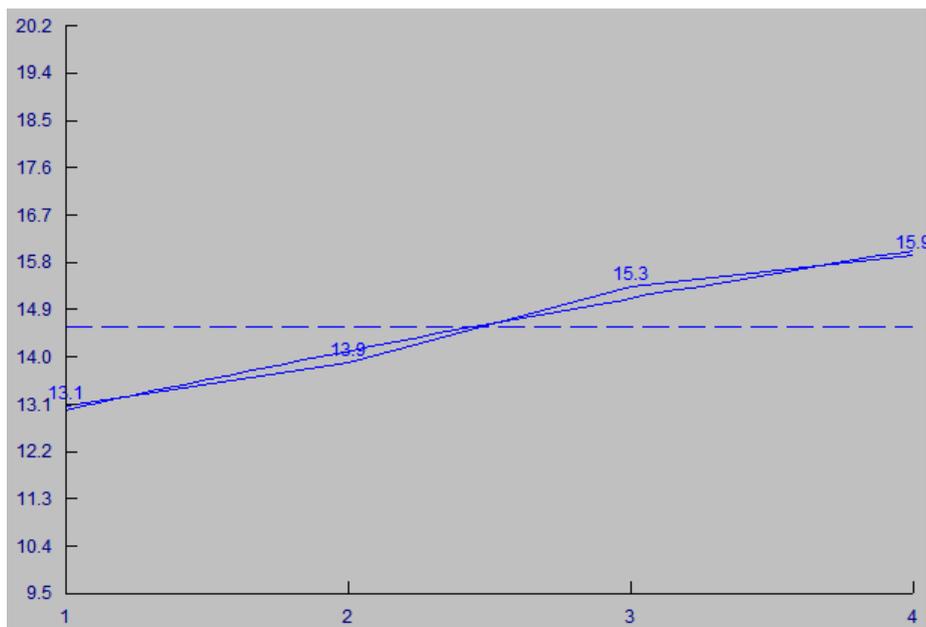
Dilain sisi, konsentrasi asam metakrilat 5-20% memiliki kontribusi positif terhadap peningkatan nilai %G (Gambar 2). Namun, terlihat dari bentuk kurva yang memiliki kecenderungan akan mengalami penurunan pada konsentrasi

asam metakrilat >20%, hal ini dapat dijelaskan oleh meningkatnya konsentrasi monomer dapat menyebabkan viskositas sistem mengalami peningkatan yang mana hal ini menyebabkan sistem menjadi lebih jenuh sehingga interaksi antara monomer dan rantai resiprene-35 akan lebih sulit terjadi.



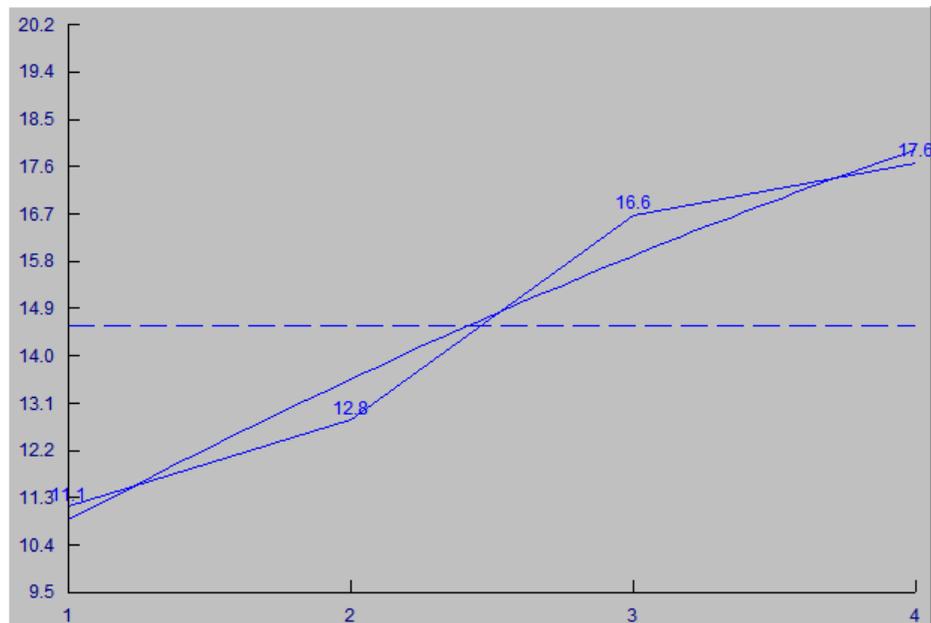
Gambar 2. Kontribusi pengaruh %MAA terhadap %G

Divinil benzena dalam reaksi ini diharapkan dapat berperan sebagai agen pengikat silang yang berdampak pada meningkatnya jumlah molekul asam metakrilat yang terikat pada rantai resiprene-35. Pemanfaatan divinilbenzena dalam reaksi memiliki kontribusi positif dengan meningkatnya nilai %G (Gambar 3). Pemanfaatan divinilbenzena sebagai agen pengikat silang didasari oleh pemanfaatan stirena yang umumnya digunakan sebagai komonomer untuk meningkatkan peluang terjadinya grafting. Hal ini didasari oleh gugus vinil yang terdapat pada stirena ataupun divinilbenzena yang mana ikut terlibat dalam proses resonansi molekul tersebut sehingga baik stirena ataupun divinilbenzena merupakan molekul yang kaya dengan awan elektron sehingga kebolehjadian terjadinya reaksi akan semakin tinggi.



Gambar 3. Kontribusi pengaruh %DVB terhadap %G

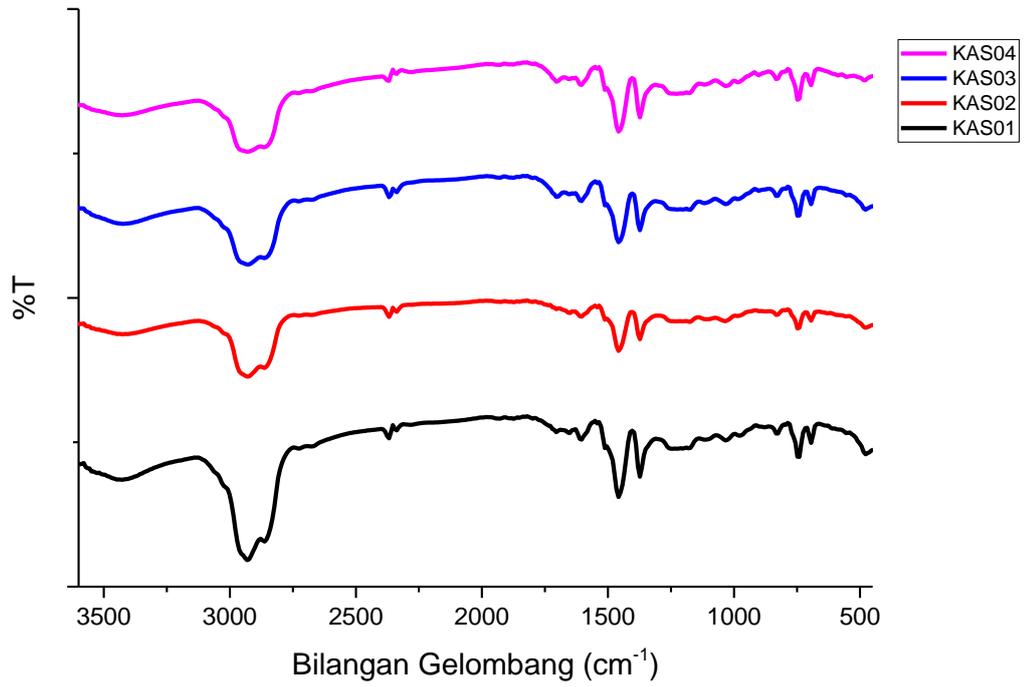
Pada Gambar 4 dapat dilihat bahwa pada rentang 30-180 menit reaksi modifikasi resiprene-35 dengan asam metakrilat memiliki kontribusi positif terhadap peningkatan %G. Namun, serupa dengan pengaruh penambahan monomer, dengan bertambahnya rentang waktu reaksi, %G memiliki kecenderungan untuk mengalami penurunan hal ini berkaitan dengan komposisi reaktan yang masih tersedia dalam rentang waktu tertentu.



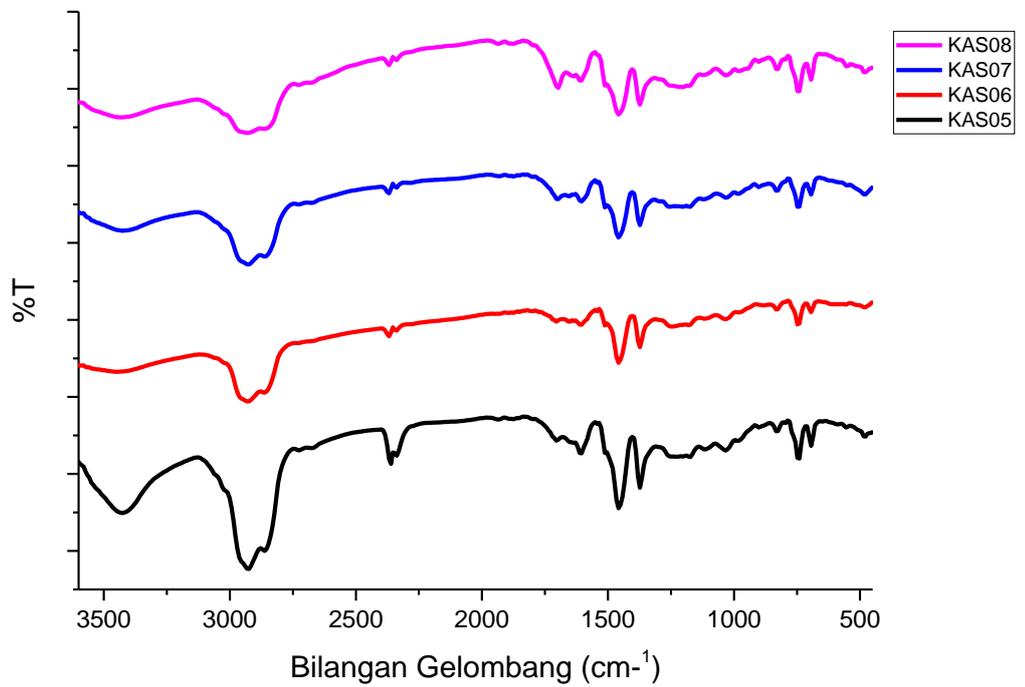
Gambar 4. Kontribusi pengaruh waktu reaksi terhadap %G

Berdasarkan pengolahan data %G menggunakan *Qualitek V.4.0* diperoleh kondisi optimum reaksi yakni, pada $T = 140^{\circ}\text{C}$, %MAA = 20%, %DVB = 20, dan $t = 180$ menit, dengan estimasi %G yang diperoleh adalah 26.08% dengan galat 0.74%.

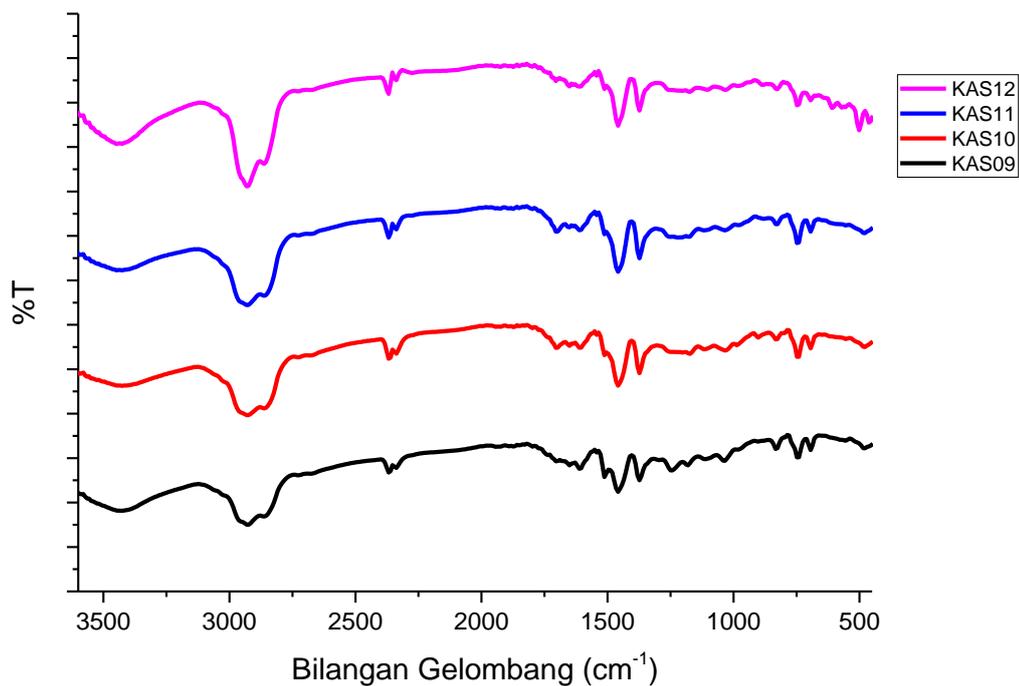
Konfirmasi terbentuknya KAS-DVB-MAA dilakukan dengan analisis FT-IR terhadap produk resiprene-35 termodifikasi yang ditunjukkan pada Gambar 5-8.



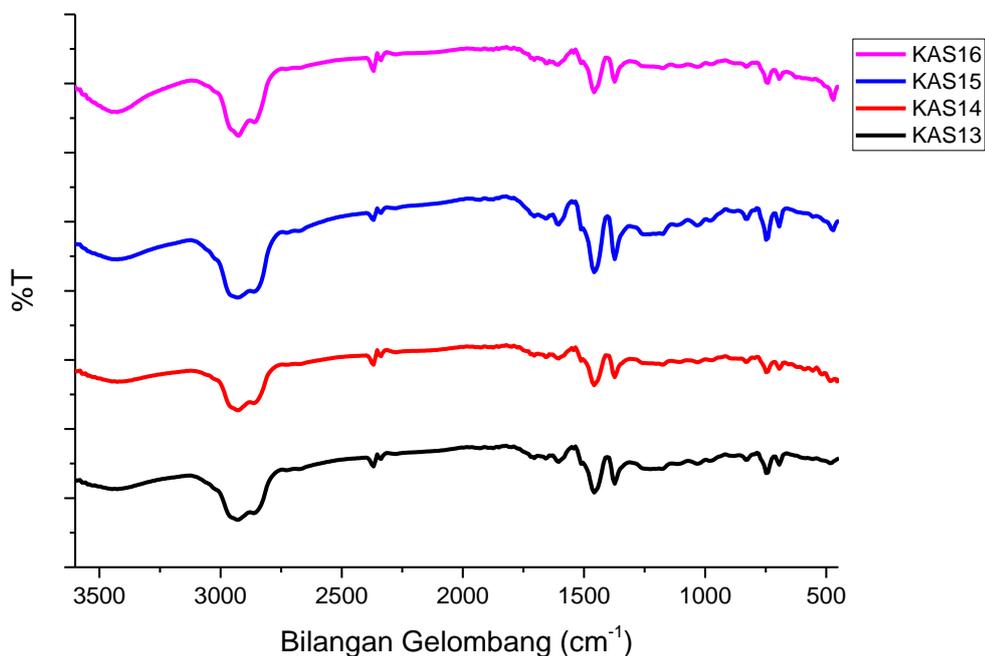
Gambar 5. Spektra FTIR KAS termodifikasi 1-4



Gambar 6. Spektra FTIR KAS termodifikasi 5-8



Gambar 7. Spektra FTIR KAS termodifikasi 8-12



Gambar 8. Spektra FTIR KAS termodifikasi 13-16

Pada Gambar 5-8 merupakan spektra FTIR resiprene-35 termodifikasi dengan formulasi sesuai Tabel 1. Pada ke-16 spektra FTIR memiliki kesamaan puncak pada bilangan gelombang tertentu. Puncak khas tersebut muncul pada bilangan gelombang 3425, 2965, 1704, dan 1465 yang berasal dari vibrasi ikatan O-H dari asam metakrilat, C-C berasal dari rantai utama resiprene-35, C=O berasal dari gugus karbonil asam metakrilat, dan C=C berasal dari divinil benzena.

4. Kesimpulan

Formulasi modifikasi resiprene-35 dirancang dengan menggunakan *Qualitek V.4.0* dengan beberapa parameter yang telah divariasikan. Nilai %G asam metakrilat pada rantai utama resiprene-35 dipengaruhi oleh parameter-parameter tersebut. Nilai %G optimum diperoleh pada $T = 140^{\circ}\text{C}$, %MAA = 20%, %DVB = 20, dan $t = 180$ menit, dengan estimasi %G yang diperoleh adalah 26.08% dengan galat 0.74%.

Ucapan Terima Kasih

Ucapan terimakasih kepada Ristek Dikti atas hibah PMDSU sehingga penelitian dapat diselesaikan dan dipaparkan dalam Seminar Nasional Kimia USU-UNIMED 2017.

Referensi

- [1] Ryntz RA. The Effects of Thermoplastic Poly(olefin) (TPO) Morphology on Subsequent Paintability and Thermal Shock Performance. *Prog Org Coatings* 1996; 27: 241–254.
- [2] Siregar MS. *Modifikasi dan Karakterisasi Karet Alam Siklis Substituen Bahan Pengikat Cat Sintetis Modifikasi dan Karakterisasi Karet Alam Siklis*. Universitas Sumatera Utara, 2014.
- [3] Dibyantini RE, Simanungkalit F. Modifikasi Cyclic Natural Rubber (CNR) Melalui Metode Epoksidasi dan Grafting Monomer Asam Aakrilat Menggunakan Benzoil Peroksida (BPO). 5, <http://digilib.unimed.ac.id/906/> (2013).
- [4] Schellekens M, Twene D, Van Der Waals A. Block Copolymers for Waterborne Coatings-a Novel Eco-Friendly Approach for Improved Coating Adhesion to Untreated Polypropylene Based Plastics. *Prog Org Coatings* 2011; 72: 138–143.
- [5] Schellekens MAJ, Overbeek GC, Nabuurs T, et al. *Adhesion to Plastic with Block Copolymers Obtained using RAFT*. US 2011/0111244 A1, Netherland. Epub ahead of print 2011. DOI: 10.3109/00952990.2011.553977.