

KARAKTERISASI DAN PENGUJIAN RESIN POLYALKYD ALAMI SEBAGAI ELASTOMER

Heri Budi Wibowo¹

¹*Pusat Teknologi Roket LAPAN Jakarta*

ABSTRAK

Wibowo, H. B., 2013. Karakterisasi dan Pengujian Resin Polyalkyd Alami Sebagai Elastomer

Penggunaan elastomer (karet sintetis) semakin besar dan selama ini digunakan bahan dasar elastomer yang berasal dari hasil minyak bumi seperti polibutadien, poliester dan polietilen. Adanya keterbatasan sumber minyak bumi di bidang industri elastomer perlu diatasi dengan penelitian bahan dasar alternatif yang dapat diperbaharui untuk mendapatkan elastomer. Polialkyd merupakan polimer alami dari asam lemak yang sangat memungkinkan diaplikasikan untuk resin elastomer. Salah satu penggunaan elastomer adalah sebagai bahan bakar dan resin untuk propelan, sebagaipengganti senyawa polibutadien. Elastomer juga dapat digunakan sebagai binder propelan. Tujuan tulisan ini adalah melakukan studi penggunaan polialkyd dari asam lemak nabati untuk elastomer. Minyak yang digunakan dalam penelitian ini dipilih minyak kedelai, minyak biji rami, minyak kelapa, dan minyak kelapa sawit. Penelitian dilakukan dengan proses alkoholisis asam lemak pada suhu 200 – 300 °C dan proses esterifikasi pada suhu 200 – 300 °C. Proses esterifikasi dihentikan dengan penambahan ptalat anhidrida, kemudian hasil resin polyalkyd yang diperoleh direaksikan dengan bahan retikulasi MAXPO untuk didapatkan elastomer. Variabel penelitian adalah komposisi. Analisis yang dilakukan adalah kuat tarik dan kekerasan. Hasil pengujian menunjukkan bahwa plyalkid dari minyak jenuh memberikan resin polyalkyd yang lebih bening, mudah kering, dan fleksibilitas tinggi. Polyalkyd dari minyak tidak jenuh memberikan polyalkyd yang lebih keras.

Kata kunci : polialkyd, minyak biji rami, minyak kedelai, minyak kelapa, minyak kelapa sawit

ABSTRACT

Wibowo, H. B., 2013. Characterization and testing of natural polyalkyd resin as elastomer

Most of elastomers (synthetic rubber) is produced from petroleum products such as polybutadiene, polyester and polyethylene. Limited petroleum resources in future, it's needs to find alternative renewable for elastomers. Polyalkyd is a natural polymer of fatty acids that is possible applied to elastomers resin that can substitute the polybutadiene as propellant binder. Elastomer compounds can also be used as a binder propelan. The aim of this paper is to study the application of fatty acids of vegetable polialkyd to produce elastomer. The fatty acids source are soybean oil, flax seed oil, coconut oil, and palm oil. Research carried out by the alcoholysis of fatty acid at temperature 200-300 °C and the esterification process at temperature of 200-300 °C. Esterification process was quenched by the addition of pthalat anhydride, then the results obtained polyalkyd resin reacted with MAXPO reticulation materials for elastomers obtained. The research variables are the composition of raw material. The analysis conducted is the tensile strength and hardness. The test results show that polyalkyd of oil saturated resin polyalkyd provide a more transparent, easy to dry, and high flexibility. Polyalkyd of unsaturated oils give harder polyalkyd.

Keywords : polialkyd, soybean oil, flax seed oil, coconut oil, and palm oil

PENDAHULUAN

Perkembangan kebutuhan elastomer atau karet sintetis saat ini sangat besar, mencapai lebih dari dua juta ton per tahun. Perkembangan karet sintetis mampu melebihi karet alam karena keterbatasan sifat yang dimiliki dan keterbatasan lahan untuk perkebunan karet sehingga tidak mampu memenuhi kebutuhan karet. Selain itu, karet alam memiliki sifat yang kurang baik daripada karet sintetis dalam modifikasi sifat-sifat mekaniknya sehingga tidak mampu bersaing. Karet sintetis umumnya dibuat dari

bahanbaku petrokimia atau hasil minyak bumi seperti polibutadien, poliester, dan polietilen. Bahan baku minyak bumi memiliki keterbatasan karena tidakdapat diperbaharui sehingga perlu dicarikan jalan keluar agar sedapat mungkin digunakan bahan baku yang dapat diperbaharui.

Bahan elastomer merupakan bahan karet sintetis atau polimer yang memiliki fleksibilitas seperti karet. Bahan elastomer banyak digunakan untuk alas sepatu, fiber, bearing, dan bahan-bahan industri otomotif

Korespondensi dialamatkan kepada yang bersangkutan :

¹*Pusat Teknologi Roket LAPAN Jakarta*

Phone : -, E-mail : -

maupun pesawat. Bahan elastomer alam memiliki sifat yang lunak dan mudah tergerus sehingga memiliki pemakaian yang terbatas. Bahan elastomer sintesis memiliki rentang sifat fleksibilitas dan kekerasan yang luas sehingga memiliki penggunaan yang sangat luas karena fleksibilitas sifat mekaniknya tergantung komposisi kimia yang digunakannya.

Indonesia adalah negara tropis yang memiliki kekayaan alam yang berlimpah dan memiliki tanah yang subur sehingga berbagai tanaman dapat tumbuh disana. Indonesia sebagai negara agraris terkenal dengan produksi bahan mentahnya seperti produksi minyak kelapa, minyak kelapa sawit, minyak kedelai (*soya oil*) dan minyak biji rami (*linseed oil*). Produksi minyak kelapa sawit di Indonesia adalah No 2 di dunia, namun pemanfaatannya dirasa masih kurang optimal. Karena nilai ekonomi yang dihasilkan masih relatif kecil, pemerintah umumnya masih cenderung dengan mengeksport bahan mentah tersebut, padahal pemanfaatan dari minyak tersebut dapat memiliki nilai ekonomi yang lebih tinggi jika diolah terlebih dahulu menjadi bahan yang lebih unggul. Minyak-minyak tersebut merupakan sumber alam yang terbaharukan sehingga dapat diperoleh secara terus menerus. Salah satu pemanfaatan asam lemak dari minyak-minyak tersebut adalah untuk pembuatan polialkid.

Penelitian tentang pembuatan resin alkyd dengan menggunakan minyak belum banyak dilakukan di Indonesia. Minyak biji rami dan minyak kedelai salah satu pemanfaatannya dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan resin khususnya resin alkyd. Resin alkyd biasanya dikembangkan untuk pelapis pada industri cat karena memiliki karakteristik perekat dan pelapis yang baik. Resin alkyd dapat menjadi polialkyd yang keras dengan penambahan agen retikulasi sehingga dapat bersifat seperti elastomer keras (Bahl, 2001). Oleh karena itu penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan elastomer polialkid dengan bahan baku minyak nabati.

Resin ialah polimer organik dalam bentuk kristal atau padatan *amorf* atau cairan viskos, baik dalam bentuk alam atau sintesis. Resin alam didefinisikan sebagai resin yang berasal dari tumbuh-tumbuhan dan hewan berupa rosin (gum, getah pohon damar), fosil resin, resin bahan tambang (*asphaltite*), dan *shellac* (sekresi serangga) (Ullmans, 2003). Resin alam biasanya transparan atau berwarna kuning kecoklatan dan umumnya larut dalam pelarut organik (Kirk & Othmer, 1965). Sedangkan resin sintesis adalah resin yang dibuat dengan polimer tinggi dari reaksi kimia antar dua atau lebih sustansi, biasanya dengan menggunakan panas tinggi dan katalis (Hawley & Gessner, 1987).

Pembuatan resin alkyd dengan menggunakan minyak biji rami dan minyak kedelai banyak

mengandung asam lenoleat yang bersifat asam tak jenuh tidak bisa langsung direaksikan dengan asam tetapi harus melalui proses alkoholisis terlebih dahulu. Selama alkoholisis, ester ditukar dengan polihidrat alkohol (poliol) dan minyak. Trigliserida dikonversikan menjadi monogliserida agar lebih reaktif, selanjutnya agar dapat direaksikan dengan asam pada proses polimerisasi. Diharapkan dengan diperoleh elastomer dari minyak nabati, maka dapat digunakan sebagai alternatif elastomer dari sumber alam yang terbaharukan, ramah lingkungan, dan murah serta bahan bakunya mudah diperoleh di Indonesia.

BAHAN DAN METODE

Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan dalam percobaan ini yaitu Minyak kedelai dengan spesifikasi *Colour Number* : 2, *Spesific Gravity* : 0,920. Minyak biji rami dengan spesifikasi *Colour Number* : 3, *Spesific Gravity* : 1,020. Minyak kelapa dengan spesifikasi *Colour Number* : 3, *Spesific Gravity* : 1,050. Minyak kelapa sawit dengan spesifikasi *Colour Number* : 3, *Spesific Gravity* : 1,110.

Metode

Proses alkoholisis dilakukan untuk memperoleh monogliserida dari minyak. Sejumlah minyak, poliol (gliserin) dan katalis (zinc stearat) sesuai komposisi kemudian dimasukkan kedalam flash reaktor, lalu dialirkan dengan N₂ gas kemudian dipanaskan ± 250 °C. Setelah panas mencapai ± 250 °C kemudian dilakukan pengujian PAA hingga jernih, jika belum jernih terus dilakukan sampai PAA test dihasilkan jernih. Setelah jernih kemudian pemanas dihentikan dan dilakukan pendinginan, untuk kemudian dimasukkan *Phtalic Anhydride Acid* (PAA).

PAA test dilakukan untuk mengetahui apakah PAA sudah bisa bereaksi dengan asam atau belum. PAA test dilakukan dengan mengambil sample resin 30 g kemudian masukkan PAA 10 g, sambil dipanaskan dan diaduk sampai jernih.

Proses Esterifikasi dilakukan dengan mereaksikan *Phtalic Anhydride Acid* dan pelarut *xylene* sesuai komposisi kemudian dicampurkan kedalam *flash reactor*, kemudian dipanaskan ± 200 °C, setelah tercapai pertahankan panas kemudian dilakukan pengetesan App, AV, CN, dan viscositas. Setiap saat air yang terbentuk diambil terus menerus untuk menggeser reaksi ke arah kanan. Pertahankan suhu dan ambil sample setiap 1 jam. Semakin lama nilai angka asam akan semakin berkurang dan viskositas semakin kental. Setelah

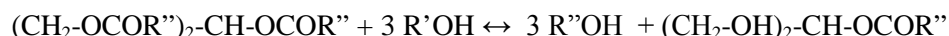
didapatkan nilai asam dan viscositas yang diinginkan, hentikan pemanasan kemudian dilakukan pendinginan dan pengenceran dengan menambahkan pelarut xylene. Selanjutnya cek *drying time* (waktu kering).

Pengetesan Drying Time (DT) dilakukan untuk menentukan waktu kering dari suatu resin. Uji dilakukan dengan mencampur resin dengan katalis (*dryer*), diaduk sampai merata, kemudian didiamkan selama satu malam. Letakkan campuran tersebut diatas plat kaca. Tempatkan plat kaca yang sudah ada sampel pada alat *Drying Time Recorder*. Tentukan waktu yang diinginkan (misalnya : 6 jam, 12 jam, 24 jam) dengan memutar tombol yang ada pada alat tersebut, setelah 1 malam amati goresan pada plat kaca tersebut kemudian ukur panjang goresan tersebut, catat hasil panjang goresan dan hitung sesuai skala yang digunakan.

Uji sifat mekanik dilakukan untuk mengetahui karakteristik mekanik elastomer yang dihasilkan. Uji dilakukan dengan menggunakan sifat kekerasan dan kemoloran dari elastomer, dihasilkan dari reaksi polialkyd dengan MAXPO selama 1 jam, kemudian didiamkan selama satu hari satu malam pada suhu kamar.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada dasarnya Resin alkyd adalah produk dari reaksi asam polybasic seperti phtalit atau *maleic anhydride* dengan polibasi alkohol seperti gliserol, pentaerithritol atau glycol dalam campuran minyak atau asam lemak (Kirk & Othmer, 1965).



Untuk menentukan bahwa waktu alkoholisis selesai dengan pengujian PAA, dimana apabila sampel dicampur dengan PAA dan berwarna jernih berarti proses alkoholisis telah sempurna. Yang dimaksud reaksi sempurna adalah semua minyak telah berubah menjadi asam lemak. PAA (*Pthalat Anhidrid Acid*) akan bereaksi dengan alkohol R''OH membentuk senyawa ester yang berwarna bening. Berdasarkan hasil reaksi kesetimbangan tersebut, maka dapat diketahui kapankah reaksi pembentukan asam lemak telah selesai. Waktu reaksi pembentukan alkoholisis ditandai dengan pembentukan larutan berwarna bening. Hasil analisis ditunjukkan pada Tabel 1. Waktu reaksi rata-rata yang dibutuhkan untuk terjadi

Pada pembuatan resin alkyd dengan menggunakan minyak biji rami dan minyak kedelai yang bersifat asam tak jenuh ini tidak bisa langsung direaksikan dengan asam tetapi harus melalui proses alkoholisis terlebih dahulu. Selama proses alkoholisis, alkohol bereaksi dengan trigliserid dari minyak dan terjadi penggantian gugus asam lemak seperti ditunjukkan pada reaksi berikut. Senyawa alkohol (R''OH) bereaksi dengan trigliserid dari minyak ((CH₂-OCOR'')(CH₂-OCOR'')-CH-OCOR'') dengan R' menunjukkan senyawa alkil yang mengikat alkohol, R₁, R₂, dan R₃ menunjukkan senyawa alkil yang mengikat asam lemak dan dapat bersifat jenuh maupun tidak jenuh. Reaksi terjadi reaksi kesetimbangan dengan hasil reaksi adalah monogliserid dimana memiliki satu asam lemak ((CH₂-OH)(CH₂-OCOR'')-CH-OH) dan alkohol (R''OH). Reaksi yang terjadi adalah reaksi kesetimbangan dimana reaksi dapat balik. Reaksi kimia mengikuti persamaan reaksi berikut, dengan perbandingan mol minyak : gliserin adalah 3:1. Untuk mengeser reaksi ke kanan, maka digunakan jumlah reaktan yang berlebih, terutama bahan alkoholnya sehingga menurut Hukum Le catelier, reaksi akan bergeser ke kanan jika salah satu komponen pereaksi dinaikkan. Dengan demikian, maka akan diperoleh asam lemak yang lebih banyak. Tujuan reaksi ini adalah mendapatkan monogliserid dengan gugus alkil seperti yang diinginkan dimana merupakan gugus tidak jenuh.

esterifikasi adalah 60-75 menit dengan suhu reaksi 255 – 265 °C. Suhu reaksi bervariasi karena setiap minyak memiliki titik lunak yang berbeda, memiliki titik cair yang berbeda. Waktu alkoholisis paling lama adalah alkoholisis minyak kelapa sawit. Berdasarkan hasil penelaahan terhadap struktur minyak kelapa sawit, minyak kelapa sawit memiliki kadar olein (senyawa asam lemak dengan ikatan rangkap) dan stearin (asam lemak dengan ikatan jenuh) dengan perbandingan 40/60. Sementara itu, senyawa minyak lain memiliki asam lemak jenuh yang dominan. Dengan demikian, maka struktur asam lemak dari minyak berpengaruh terhadap waktu reaksi esterifikasi.

Tabel 1. Waktu reaksi alkoholisis beberapa minyak

No.	Minyak	Waktu	Suhu (°C)
1	Minyak kelapa sawit	75	255
2	Minyak Kelapa	60	265
3	Minyak kedelai	60	256
4	Minyak rami	60	260

Setelah proses alkoholisis telah selesai dilanjutkan ke proses esterifikasi. Pada proses esterifikasi alkohol dari asam lemak jenuh direaksikan dengan asam polybasic (*Ptalat Anhydride*). Secara teknik, proses pembuatan resin alkyd ini menggunakan pelarut xylene, berfungsi sebagai pembawa air yang dihasilkan pada saat reaksi. Pada separator xylene yang membawa air masuk kembali ke

dalam reaktor, sedangkan air dibuang, xylene akan terus berputar melalui kondensor. Prinsip campuran antara xylene dengan air ini disebut dengan campuran azeotrop, karena pencampuran dua senyawa yang mempunyai titik didih yang berbeda dengan perbedaan titik didih yang dekat. Xylene memiliki titik didih yang lebih tinggi daripada air.



Waktu esterifikasi ditentukan dengan karakterisasi kadar asamnya sampai dengan konstan. Suhu esterifikasi adalah 180 °C dan hasil esterifikasi ditunjukkan pada Tabel 2. Berdasarkan reaksi esterifikasi seperti ditunjukkan persamaan berikut, maka reaksi yang terjadi adalah reaksi kesetimbangan. Untuk menggeser reaksi kesetimbangan tersebut,

maka dapat dilakukan dengan menggunakan pereaksi yang berlebih atau mengambil hasil reaksi secara terus-menerus. Dalam hal ini, maka hasil reaksi berupa air akan diambil terus menerus dengan menggunakan pelarut xylene yang akan mengambil air secara terus-menerus. Dengan demikian, berdasarkan asas Le Chatelier, maka reaksi akan bergeser ke kanan.

Tabel 2. Esterifikasi minyak dan kadar asam yang diperoleh.

No	Jenis Minyak	Waktu reaksi (jam)	Kadar asam akhir (%)
1	Minyak kelapa sawit	6	12,6
2	Minyak Kelapa	4	9,6
3	Minyak kedelai	4	9,4
4	Minyak rami	4	20,5

Berdasarkan data Tabel 2, waktu reaksi minyak kelapa sawit lebih lama daripada minyak yang lain sehingga kecepatan reaksi esterifikasi dari minyak kelapa sawit secara umum lebih lambat daripada kecepatan esterifikasi minyak yang lain. Kadar asam selama reaksi akan terjadi penurunan karena gugus karboksil yang terdapat pada asam telah bereaksi dengan alkohol membentuk ester, semakin lama akan semakin panjang sehingga akan membentuk polyester. Gugus asam semakin sedikit otomatis angka asam menjadi turun, sehingga dapat digunakan untuk menandai berakhirnya reaksi esterifikasi. Sebaliknya viskositas menjadi naik disebabkan oleh karena rantai

polyester semakin panjang terbentuk, sehingga akan terbentuk gel dengan sifatnya yang kental.

Reaksi esterifikasi adalah reaksi kesetimbangan dimana reaksi akan menghasilkan air. Oleh karena itu, untuk mendapatkan hasil yang maksimal maka setiap air yang terbentuk harus diambil terus-menerus sehingga reaksi bergeser ke kanan. Setelah proses esterifikasi selesai, maka resin yang telah mengental diencerkan dengan menggunakan xylene, sampai dengan kekentalan tertentu, kemudian dilakukan uji kecepatan kering dengan mengoleskan pada plat kaca dan dihitung waktu keringnya. Hasil pengujian ditunjukkan pada Tabel 3. Waktu kering paling lama adalah minyak kedelai dan minyak kelapa sawit.

Tabel 3. Kecepatan kering resin polialkyd

No	Jenis Minyak	Waktu kering (jam)
1	Minyak kelapa sawit	11
2	Minyak Kelapa	8
3	Minyak kedelai	12
4	Minyak rami	9

Selanjutnya uji karakteristik polyalkyd dilakukan dengan membuat elastomer polialkyd dengan mereaksikan resin polyalkyd dengan MAXPO pada perbandingan mol 1:1, selama 1 jam dengan kondisi suhu kamar, selanjutnya *slurry* yang diperoleh dituang ke dalam tempat alumunium ukuran 2 cm x 10 cm x 1 cm. Larutan dibiarkan 2 hari dan dilepas dari cetakan alumunium. Polyalkyd yang diperoleh diuji kekuatan mekanik meliputi kemoloran dan kekerasannya. Hasil uji mekanik resin polyalkyd ditunjukkan pada Tabel 4. Ternyata hasil uji kuat mekanik menunjukkan bahwa polyalkid memiliki kuat mekanik yang cukup baik. Polyalkyd dari minyak biji

rami memiliki kekerasan yang lebih besar dari minyak yang lain. Hal ini dikarenakan minyak rami memiliki berat molekul yang lebih rendah sehingga memiliki rantai yang pendek-pendek sehingga terjadi rantai yang lebih kuat. Selain itu, rantai dari asam lemak tidak jenuh memungkinkan terjadi reaksi *crossing* (ikatan silang) sehingga rantai polimer lebih kuat dan rapat. Sedangkan minyak kelapa sawit yang memiliki kadar ketidakjenuhan paling rendah menunjukkan polyalkid yang terjadi memiliki sifat elastomer yang kurang bagus. Elastomer dari kelapa sawit memiliki kemoloran tinggi dan tidak bisa keras.

Tabel 4. Uji kuat mekanik resin polialkyd

No	Jenis Minyak	Kuat tarik (kg/cm ²)	kemuluran (%)
1	Minyak kelapa sawit	7,5	18
2	Minyak Kelapa	4,2	45
3	Minyak kedelai	4,1	46
4	Minyak rami	4,5	48

KESIMPULAN

Pembuatan resin alkyd dengan menggunakan minyak kelapa, kelapa sawit, biji rami dan minyak kedelai dapat dilakukan dengan 2 tahap, yaitu proses alkoholisis dan proses esterifikasi. Alkoholisis minyak dengan menggunakan gliserin menunjukkan bahwa waktu alkoholisis minyak kelapa sawit adalah paling lama. Proses esterifikasi minyak kelapa sawit membutuhkan waktu yang lebih lama dibanding yang lain, tetapi kadar asam paling rendah ditunjukkan oleh polialkyd dari minyak biji rami.

Semua polialkyd dari minyak kelapa sawit, kelapa, rami, dan minyak kedelai menunjukkan diperoleh resin yang jernih, dengan kecepatan kering yang berbeda-beda. Kecepatan kering paling lama adalah minyak kedelai selama 12 jam dan kelapa sawit selama 11 jam. Uji kuat mekanik menunjukkan bahwa polyalkyd rata-rata memberikan kuat tarik 4 kg/cm² dan kemuluran 45%, sedangkan polyalkyd dari minyak kelapa sawit menunjukkan kuat tarik lebih tinggi yaitu 7,5 kg/cm². Elastomer yang diperoleh

adalah bening dan tidak terdapat gelembung-gelembung udara.

DAFTAR PUSTAKA

- Bahl, B. S., 2001. *Advanced Organic Chemistry*. New Delhi : S. Chand and Co. Ltd.
- Hawley & Gessner, 1987. *The Condensed Chemical Dictionary*. New York : Reinhol Company Inc.
- http://en.wikipedia.org/wiki/Soybean_oil
- <http://www.soya.be/soybean-oil.php>
- <http://www.wisegeek.com/what-is-soybean-oil.htm>
- http://en.wikipedia.org/wiki/Linseed_oil
- <http://www.wisegeek.com/what-is-linseed-oil.htm>
- http://www.chemicalbook.com/ChemicalProductProperty_EN_CB8497952.htm
- Kirk, R. E. & Othmer, D. F., 1965. *Encyclopedia of Chemical Technology*. New York : Interscience Encyclopedia, Inc.
- Tim, 2003. *Ulman's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, Vol :2. Germany: Willey-VCH