

STUDI KETAHANAN DAYA REGANG POLIPADUAN PEREKAT POLIKLOROPREN-RESIN FENOLIK-METIL METAKRILAT PADA KONDISI ASAM

(Research The Endurance Tensile Strength of Polychloroprene-Phenolic Resin-Methyl Methacrylate Adhesive Polyblend in Acid Condition)

Yani Kartika Pertiwi

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

Email : yani-k@kemenperin.go.id

ABSTRACT. *Adhesive polyblend polychloroprene-phenolic resin grafted with methyl methacrylate, best grafted composition due to tensile strength result will be tested the endurance of tensile strength in acid condition. The goal of this research is for knowing endurance of tensile strength after sunk in acetic acid solution with variation of sink time. Tensile strength analysis results showed that adhesive degradation was started after 56 hours. FT-IR spectogram showed C=C bond of polychloroprene which is the back bone structure of graft copolymer not founded in $\sim 1600\text{ cm}^{-1}$ that indicated adhesive polyblend degraded caused by polyblend and acetic acid reaction.*

Keywords : *acid degradation, polyblend adhesive, tensile strength*

1. PENDAHULUAN

Perekat dapat didefinisikan sebagai bahan yang mampu menyambung berbagai jenis bahan yang berbeda atau tidak sepadan ketebalannya. Perekat juga memudahkan penyambungan dan fabrikasi bentuk-bentuk rumit ketika cara lain tidak dapat dilakukan. Pembuatan perekat awalnya dibuat dari satu bahan saja, kemudian dikembangkan menjadi terbuat dari berbagai bahan yang sangat kompleks. Komponen dasarnya adalah zat perekat, yang menghasilkan kekuatan adhesif dan kohesif pada ikatannya, biasanya merupakan resin organik atau dapat pula karet, senyawa organik atau bahan lainnya (Hartomo, 1992).

Salah satu penerapan perekat yang populer adalah penggunaan resin fenolik pada perekat karet polikloropren karena mudah digunakan dan tidak perlu dijepit setelah direkatkan. Kombinasi keduanya juga membentuk ikatan yang kuat pada berbagai permukaan dan dapat direkatkan

melebihi waktu pembentukan ikatan. Perekat dari bahan karet polikloropren telah digunakan secara komersial dalam berbagai bidang, dari konstruksi hingga pabrik aksesoris pakaian. Reaktivitas tersembunyi dari resin fenolik berguna untuk menambah ketahanan panas dari perekat yang dihasilkan (Gardziella, 2000). Perekat polikloropren-fenolik digunakan untuk merekatkan berbagai substrat seperti aluminium, magnesium, baja tak berkarat, sisir logam, lembaran plastik, kaca, dan keramik. Perekat kayu-logam juga berasal dari paduan ini (Ebnesajjad, 2008).

Pengembangan perekat termoset akrilat, seperti paduan MMA (Metil Metakrilat) dengan polikloropren, saat ini mampu menyaingi perekat dari epoksi dan uretan walaupun masing-masing memiliki keunikan tersendiri (Eddy, 1997). MMA memiliki sifat membasahi (*wetting*) yang baik dan mudah menempel pada bahan plastik sehingga penyebaran ikatan merata. MMA juga mampu membasahi logam dan gelas. Homopolimer MMA memiliki sifat

mekanik yang bagus dan sangat tahan lama (Brockmann, 2009).

Kopolimer *graft* (tempel) tersusun dari satu polimer sebagai tulang punggung dan polimer lain yang menempel atau *grafting*, bisa berupa homopolimer keduanya atau campuran keduanya. Pada sistem yang mengandung ikatan rangkap, efisiensi *graft* yang optimum diperoleh melalui penambahan langsung *grafter* pada ikatan rangkap. Berdasarkan pada kurangnya efek sterik, senyawa akrilat umumnya memiliki level *graft* yang tinggi. *Grafting* metakrilat dihasilkan pada peningkatan berat molekul dan penurunan viskositas sebagaimana polimer lurus lebih kental daripada polimer bercabang (Bhattacharya, 2009).

Sifat polipaduan menurun dari interaksi antara fase pembentuknya. Sifat-sifat seperti kestabilan dimensional yang meningkat, kekuatan tumbukan, penurunan koefisien friksi, dan lain sebagainya, terdapat di polimer tertentu dengan cara memadukan dengan polimer tak larut lainnya. Faktanya, sejumlah resin polimer komersil berdasarkan pada perpaduan polimer tak larut dalam proporsi yang tepat sebagai syarat untuk menghasilkan suatu paduan dengan keseimbangan yang diinginkan dari sifat mekanik atau fisik. Sebagai tambahan, degradasi kimiawi polimer dapat meliputi efek asam dan basa dari hidrolisa katalis asam oleh asam konsentrat, seperti masalah yang disebabkan oleh air atau kelembaban (Scheirs, 2000).

Perekat yang digunakan untuk menyambung bahan dapat dipengaruhi atau terdegradasi oleh bahan kimia. Degradasi disebabkan perbedaan struktur polimer dalam perekat sehingga pada daerah sambungan bisa lebih lemah atau lebih kuat tapi rapuh (Storm, 2005). Penurunan kemampuan perekat dan degradasi substrat dapat terjadi melalui keasaman. Prosesnya secara auto katalitik, tapi dapat dicegah dengan hadirnya penerima asam, yang tidak hanya menetralkan asam tapi juga menghambat efek autokatalitik (Pocius, 2002).

Antioksidan berfungsi untuk mencegah atau menghambat proses

oksidasi pada polimer, biasanya diisi oleh senyawa yang dirinya sendiri mengalami oksidasi, meskipun di beberapa kasus antioksidan melakukan penggabungan dengan oksidator polimer untuk membentuk produk stabil. Secara umum antioksidan termasuk dalam golongan fenol, aromatik amina dan garam serta produk kondensasi dari amina dan aminofenol dengan aldehid, keton dan senyawa thio (Iremonger, 1990).

Salah satu jenis antioksidan yang paling sering digunakan adalah BHT (*Butylated Hydroxy Toluene*) yang merupakan senyawa antioksidan sintetik yang banyak digunakan sebagai pengawet. Dalam polimer umumnya dipakai sebagai senyawa antioksidan yang dapat menghambat reaksi oksidasi yang terjadi pada polimer. BHT yang ditambahkan pada polimer akan berfungsi sebagai penerima radikal sehingga menghambat reaksi degradasi yang disebabkan adanya oksigen (Hakwins, 1984).

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui ketahanan daya regang polipaduan adhesif polikloropren-resin fenolik yang dikopolimerisasi tempel dengan metil metakrilat terhadap kondisi asam. Asam yang digunakan adalah asam yang termasuk asam lemah yaitu asam asetat.

2. METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain polikloropren, resin fenolik jenis R 7529, toluen teknis, n-heksan teknis, etil asetat teknis, aquades, BHT, MgO, ZnO, hidroquinon, MEK, asam asetat 1 M dan metil metakrilat (MMA), kayu jenis kampar dipotong dengan ukuran 25 mm x 100 mm, dengan ketebalan 3 mm. Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitis, gelas beker, kaca arloji, pengaduk, penangas air, termometer, seperangkat alat *tensile tester "comten PSB 5000"*, pengaduk bor duduk, dan spektrofotometer FTIR type JASCO FT/IR-5300.

Polikloropren sebanyak 50 gram dimasukkan ke dalam wadah pengaduk bor duduk, ditambahkan toluen teknis 211,5

mL, etil asetat 26 mL, dan n-heksan teknis 174 mL kemudian diaduk selama 3 jam pada suhu 60°C dengan kecepatan 1220 rpm. Selanjutnya ditambahkan 1 gram MgO yang dilarutkan dalam 5 mL toluen teknis; 0,5 gram BHT dalam 3 mL toluen teknis serta 0,2 gram ZnO dalam 3 mL toluen teknis masing-masing pada suatu gelas beker. Larutan BHT, MgO dan ZnO yang telah dibuat dimasukkan dalam alat pengaduk bor serta diaduk hingga rata. Resin fenolik sebanyak 25 gram dimasukkan ke dalam gelas beker, ditambahkan toluen 28,5 mL, larutan n-heksan 42 mL kemudian diaduk hingga larut. MgO sebanyak 1,8 gram dimasukkan ke gelas beker yang lain, ditambahkan 5 mL toluen dan 1 mL aquades kemudian diaduk hingga larut. Larutan MgO dimasukkan ke dalam gelas beker berisi larutan resin fenolik kemudian diaduk dengan *stirrer* selama 7 jam hingga terbentuk kompleks resin yang ditandai dengan uji pH bersifat basa dimana nilai pH sebesar 8-9, selanjutnya didiamkan semalam.

Kompleks resin fenolik yang telah terbentuk dimasukkan ke dalam larutan polikloropren kemudian ditambahkan pelarut toluen dan n-heksan dengan perbandingan 5:1, selanjutnya diaduk selama 1 jam hingga didapatkan larutan homogen. Larutan polipaduan yang telah homogen diaduk dengan kecepatan 241 rpm selama 1 jam dan dikondisikan suhu lingkungan 30–90°C. Setelah dicapai suhu lingkungan 90°C, kecepatan pengadukan diturunkan hingga sekitar 150 rpm selama 1 jam dan dikondisikan suhu konstan. Larutan MMA yang divariasikan seperti tabel 1 ditambahkan ke dalam larutan polipaduan sesuai komposisi phr (*per hundred rubber*), diaduk dengan kecepatan 57 rpm selama 30 menit dan suhu lingkungan dijaga tetap 90°C. Masing-masing variasi ditambahkan 0,38 gram hidroquinon dalam 5 mL toluen dan 5 mL MEK kemudian diaduk hingga homogen pada kecepatan 241 rpm selama 30 detik. Selanjutnya kecepatan pengadukan diturunkan menjadi sekitar 57 rpm selama 3 jam dan suhu lingkungan dijaga tetap

90°C kemudian didinginkan pada suhu ruang.

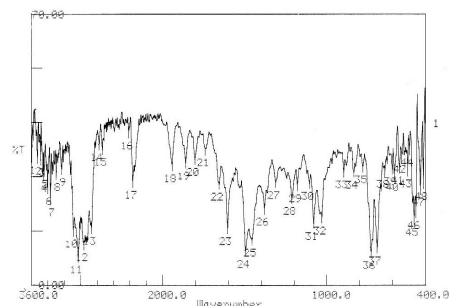
Tabel 1. Variasi komposisi polikloropren dengan MMA

Komposisi	I	II	III	IV
polikloropren(phr)	100	100	100	100
MMA (phr)	20	40	60	80

Larutan adhesif yang telah diuji sifat mekaniknya, diambil komposisi *grafter* MMA yang terbaik untuk diuji ketahanan degradasinya dalam keadaan asam. Uji ketahanan dalam kondisi asam ini dilakukan variasi waktu yaitu selama 16, 24, 32, 40, 48, 56, dan 64 jam. Spesimen kayu yang telah diberi perekat kemudian dijepit selama 3 jam, setelah penjepit dilepas spesimen kemudian dimasukkan ke dalam larutan asam asetat sesuai variasi waktu yang telah dilakukan. Selanjutnya diukur kekuatan regangan tiap spesimen setelah perendaman.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Polipaduan perekat dengan komposisi MMA terbaik berdasarkan uji daya regang yaitu 20 phr diuji ketahanan degradasinya dalam kondisi asam. Spesimen kayu yang telah direkatkan dibiarkan hingga perekat kering selama 3 jam, selanjutnya direndam dalam larutan asam asetat dengan pH 2,9. Penggunaan nilai pH tersebut diasumsikan sebagai keadaan ekstrem tanah, seperti pada tanah gambut dengan pH 2-3. Perendaman dalam larutan asam dilakukan variasi waktu 16, 24, 32, 40, 48, 56, dan 64 jam. Spektrum polipaduan adhesif dengan *grafting* MMA 20 phr dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Spektrum polipaduan dengan grafting MMA 20 phr

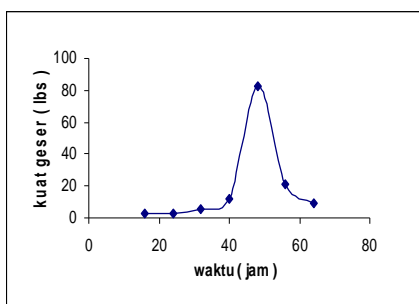
Adanya MMA pada tiap komposisi ditunjukkan dengan munculnya puncak pada daerah $1620\text{--}1680\text{ cm}^{-1}$ yaitu puncak gugus $\text{C}=\text{C}$ dan ikatan $\text{C}-\text{O}$ pada daerah 1250 cm^{-1} sedangkan pada polipaduan tanpa *grafting* MMA tidak ditemukan serapan pada daerah tersebut.

Spesimen kayu yang telah direndam dalam larutan asam sesuai variasi waktu kemudian diuji kuat regangannya untuk mengetahui apakah terjadi perubahan kuat regangan. Hasil uji kuat regangan dari setiap variasi waktu ditunjukkan Tabel 2.

Tabel 2. Hasil uji kuat regang tiap variasi waktu

Waktu (jam)	Kuat regang (lbs)
16	3,2
24	2,3
32	5,1
40	11,7
48	82,7
56	21
64	9,4

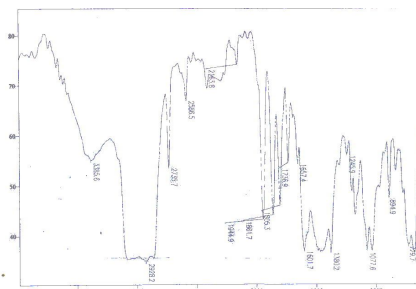
Hasil tersebut (Tabel 2) menunjukkan bahwa pada kisaran variasi waktu 16 jam sampai 48 jam terjadi kenaikan nilai kuat regang, nilai kuat regang tertinggi pada variasi waktu 48 jam yaitu sebesar 82,7 lbs kemudian turun menjadi 21 lbs pada variasi waktu 56 jam. Grafik variasi waktu perendaman terhadap kuat regang dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Grafik variasi waktu perendaman terhadap kuat regang

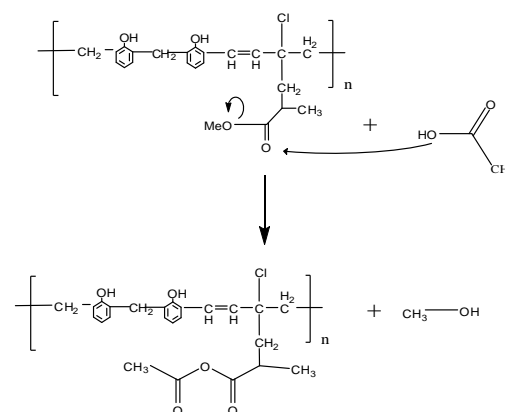
Perekat dengan komposisi MMA 20 phr ini memiliki ketahanan yang baik dalam kondisi asam selama 48 jam dan mulai mengalami degradasi setelah 56 jam. Uji spektrofotometer IR dilakukan pada

variasi waktu 48 jam dan 56 jam. Spektrogram polipaduan setelah perendaman 48 jam dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Spektrogram polipaduan setelah perendaman 48 jam

Hasil uji spektrofotometer IR menunjukkan bahwa pada variasi waktu 48 jam mengandung gugus anhidrida yang diketahui dari ikatan $\text{C}=\text{O}$ pada daerah $1870\text{--}1790\text{ cm}^{-1}$. Gugus anhidrida muncul sebagai hasil reaksi antara asam asetat dengan polipaduan, hasil samping reaksi ini adalah alkohol berupa metanol yang ditunjukkan oleh puncak pada daerah $3385,6\text{ cm}^{-1}$. Spektrogram di atas mengindikasikan bahwa belum terjadi pemutusan rantai polimer karena ikatan $\text{C}=\text{C}$ dari polikloropren masih muncul pada daerah $1601,7\text{ cm}^{-1}$ serta $\text{C}-\text{Cl}$ di $729,7\text{ cm}^{-1}$. Reaksi pembentukan anhidrida pada polipaduan ditunjukkan pada Gambar 4 (Fessenden, 1992).

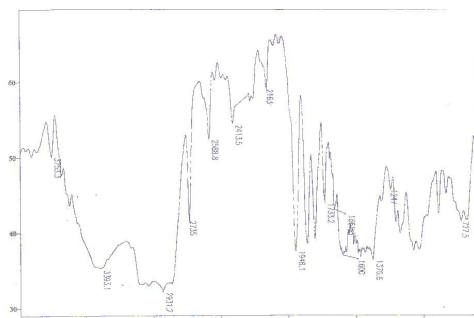


Gambar 4. Reaksi pembentukan anhidrida pada polipaduan

Proses degradasi telah menurunkan batas kuat ikatan perekat berdasar waktu elongasi. Faktor lingkungan mempengaruhi kuat ikatan perekat, tiga

indikator yang utama adalah penurunan daya regang pada ikatan perekat, penurunan kekuatan akhir perekat, perubahan mekanisme kerusakan ikatan perekat (Muller, 2010).

Degradasi rantai polimer pada variasi waktu perendaman selama 56 jam dibuktikan oleh hasil uji spektrofotometer IR dapat dilihat pada Gambar 5. Ikatan C=C dari polikloropren yang merupakan struktur tulang punggung kopolimer *graft* tidak ditemukan pada daerah $\sim 1600\text{ cm}^{-1}$ sehingga diindikasikan bahwa polipaduan telah terdegradasi. Hal lain yang menunjukkan degradasi polipaduan yaitu ikatan C-Cl di $727,5\text{ cm}^{-1}$ tidak begitu tajam bila dibandingkan dengan puncak C-Cl pada variasi 48 jam, disamping itu terdapat puncak yang tajam di daerah $3753,3\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan gugus -OH dari alkohol sebagai hasil reaksi polipaduan dengan asam asetat.



Gambar 5. Spektrum polipaduan setelah perendaman 56 jam

4. KESIMPULAN

Polipaduan perekat polikloropren-resin fenolik yang dikopolimerisasi tempel dengan Metil Metakrilat Adhesif dengan komposisi MMA yang terbaik, yaitu 20 phr diuji ketahanan degradasinya dalam kondisi asam menggunakan variasi waktu. Hasil uji kuat regang menunjukkan bahwa degradasi mulai terjadi pada variasi waktu 56 jam. Spektrogram FT-IR menunjukkan ikatan C=C dari polikloropren yang merupakan struktur tulang punggung kopolimer *graft* tidak ditemukan pada daerah $\sim 1600\text{ cm}^{-1}$ sehingga diindikasikan bahwa polipaduan telah terdegradasi. Hal tersebut disebabkan oleh reaksi polipaduan

dengan asam asetat sebagai pengkondisi suasana asam.

DAFTAR PUSTAKA

- Bhattacharya, Amit ., Rawlins, James W., dan Ray, Paramita., 2009, *Polymer Grafting and Crosslinking*, John Wiley and Sons, New Jersey.
- Brockmann, Walter., Geiss, Paul Ludwig., Klingen, Jürgen., Schröder, dan K. Bernhard., 2009, *Adhesive Bonding: Materials, Applications and Technology*, Wiley-VCH, Weinheim.
- Ebnesajjad, Sina., 2008, *Adhesives Technology Handbook*, 2nd edition, William Andrew, Norwich.
- Eddy, Tano., 1997, *Pedoman Membuat Perekat Sintetis*, Rineka Cipta, Jakarta.
- Fessenden, R.J dan Fessenden, J.S, diterjemahkan oleh Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, 1992, *Kimia Organik Jilid 2 edisi kedua*, Erlangga, Jakarta.
- Gardziella, A., Pilato, Louis., Knop, A., 2000, *Phenolic Resins: Chemistry, Applications, Standardization, Safety, and Ecology* 2nd completely revised edition, Springer, Heidelberg.
- Hartomo, A.J., Rusdiharsono, A., dan Hardjanto, D., 1992, *Memahami Polimer dan Perekat*, Andi Offset, Yogyakarta.
- Hakwins, W.L., 1984, *Polymer Degradation and Stabilization*, Springer-Verlag, New York.
- Iremonger, 1990, *Dasar Analisa Tegangan*, Penerbit UI, Jakarta.
- Muller, Miroslav., Valasek, dan Petr., 2010, *Adhesive Bonds Degradation*, Proceedings of the International Scientific Conference (27-28 May 2010), Jelgava.
- Pocius, Alphonsus V, 2002, *Adhesion and adhesives technology: an introduction*, Carl Hanser Verlag, Munich.

Scheirs, John, 2000, *Compositional and failure analysis of polymers: a practical approach*, John Wiley & sons, ltd., Chichester.

Storm, Birgit Kjærside., Gwisdalski, Milosz., Lindvang, Dan., Rann, dan

Michael, 2005, Investigation of Degradation of Structural Adhesives under Influence of Chemicals, *Journal Macromole-cular Symposia-Special Issue: Polymers in Novel Applications*, Vol. 225, 205–220.