

PELAPIS POLIURETAN BERBASIS MINYAK JARAK DAN BENTONIT SEBAGAI KETAHANAN PANAS

Teuku Rihayat¹, Mashura¹

¹Jurusan Teknik kimia Politeknik Negeri Lhokseumawe

Email: teukurihayat@yahoo.com

ABSTRAK

Penelitian tentang pelapis cat poliuretan berbasis minyak jarak dengan bahan pengisi bentonit yang dimodifikasikan dengan CTAB menjadi montmorillonit (MMT). Penambahan MMT pada poliuretan minyak jarak berfungsi sebagai zat ketahanan panas. Pembuatan polioliol dari asam risinoleat minyak jarak sebagai bahan baku utama pembuatan poliuretan melalui reaksi epoksidasi dan hidroksilasi. Polioliol minyak jarak hasil sintesis direaksikan dengan isosianat berupa toluene diisosianat (TDI) sebagai bahan baku pembuatan poliuretan. Poliuretan merupakan bahan utama pembuatan pelapis cat dan masih memiliki kekurangan seperti ketahanan terhadap suhu yang tinggi. Pada penelitian ini dilakukan penambahan MMT yang telah terpurifikasi kedalam pelapis cat poliuretan sebagai zat ketahanan panas. Pada penelitian ini sifat ketahanan panas dengan suhu tertinggi berada pada MMT 8%.

Kata Kunci: Poliuretan, Minyak Jarak, Bentonit, Ketahanan Panas

ABSTRACT

Research on castor oil based polyurethane paint coatings with bentonite fillers modified with CTAB into montmorillonite (MMT). The addition of MMT to castor oil polyurethane functions as a heat resistance agent. Manufacture of polyols from castor oil Ricinoleic acid as the main raw material for making polyurethane through epoxidation and hydroxylation reactions. The castor oil polyol synthesized was reacted with isocyanate in the form of toluene diisocyanate (TDI) as the raw material for making polyurethane. Polyurethane is the main ingredient in making paint coatings and still has disadvantages such as high temperature resistance. In this study, the addition of purified MMT into polyurethane paint coatings as heat resistance substances was carried out. In this study the properties of heat resistance with the highest temperature were at 8% MMT.

Keyword: Polyurethane, Castor Oil, Bentonite, Heat Resistance

PENDAHULUAN

Polyurethane merupakan bahan polimer yang mempunyai ciri khas adanya gugus fungsi urethane (-NHCOO-) dalam rantai utama polimer. Gugus fungsi urethane dihasilkan dari reaksi antara senyawa yang mengandung gugus hidroksil (-OH) yang biasa disebut polyol dengan senyawa yang mengandung gugus isocyanate (-NCO-). Poliuretan umumnya disintesis dari minyak nabati yang dikonversi menjadi turunan, misalnya, resin alkid dan berdasarkan alkid polioli. Polioli kemudian direaksikan dengan diisosiyanat yang berbeda untuk mendapatkan pelapis poliuretan (H. Janik, M. Marzec, 2015). Beberapa jenis poliuretan yang telah dibuat antara lain yaitu elastomer, perekat, busa, cat, film, serat dan pelapis (Chattopadhyay dan Raju, 2007; Stefanović et al., 2017; Reddy et al., 2018).

Dalam industri cat (paint) poliuretan merupakan salah satu jenis cat yang memiliki banyak kelebihan dibandingkan dengan jenis cat lainnya yaitu daya tahan terhadap cuaca, daya kilap tinggi, tingkat kekerasan yang cukup baik, dan daya rekat yang baik pada berbagai jenis bahan (logam, plastik dan kayu).

Dua sumber utama terbarukan yang hadir di bumi dalam jumlah besar untuk pembuatan polimer yaitu selulosa dan minyak nabati. Penggunaan selulosa dalam lapisan polimer dibatasi

sementara minyak nabati yang digunakan sebagian besar untuk mempersiapkan binder polimer untuk coating formulasi, aplikasi resin dan bahan lantai [Dasa, dkk (2013); Opera, dkk (2010)]. Pada umumnya poliuretan terbuat dari polioli berbasis minyak bumi. Namun, kondisi minyak bumi saat ini semakin menipis.

Masalah dan resiko lingkungan menjadi kekhawatiran utama sebagai berkurangnya cadangan minyak bumi konvensional. Maka untuk itu perlu dilakukan pengalihan bahan baku pembuatan polioli yaitu minyak nabati seperti minyak kedelai, minyak bunga matahari, minyak canola minyak biji rami dan minyak jarak. Pemanfaatan minyak nabati saat ini sedang dalam sorotan industri kimia karena mereka adalah salah satu platform bahan kimia terbarukan yang paling penting karena ketersediaan mereka universal, biodegradabilitas, harga rendah, dan redensial lingkungan luar biasa (yaitu, kadar racun lingkungan rendah dan toksisitas rendah terhadap manusia).

Sekarang bahan-bahan alami sedang mengambil keuntungan dari dalam penelitian dan pengembangan, dengan minyak nabati yang berasal polimer / komposit yang digunakan dalam berbagai aplikasi termasuk cat dan pelapis, perekat, dan biomedis (Gerard Lligadas, dkk, 2013).

Bentonit adalah tanah liat yang dihasilkan dari dekomposisi abu vulkanik yang berasal dari letusan gunung berapi. Partikel-partikel tanah

liat secara ekstensif telah dieksplorasi dalam nanocomposites polimerik untuk meningkatkan ketepatan mekanik serta berpotensi sebagai pengubah pengiriman obat. Bentonit merupakan kelompok mineral lempung (mineral clay) yang sebagian besar terdiri dari mineral montmorillonit (85%) dengan rumus kimia $M_x(Al_4xM_x)Si_8O_{20}(OH)_4n(H_2O)$.

Mineral bentonit terdiri dari berbagai macam phyllosilicate yang mengandung silika, aluminium oksida dan hidroksida yang mengikat air. Struktur bentonit terdiri dari dua lapisan (tiga layer) yang tersusun dari dua layer silika tetrahedral dan satu sentral oktahedral. Lapisan tetrahedral mengandung atom silikon/silikat dan lapisan oktahedral yang terbuat dari aluminium atau magnesium hidroksida. Diantara lapisan oktahedral dan tetrahedral terdapat kation monovalent maupun bivalent, seperti Na^+ , Ca^{2+} dan Mg^{2+} (Bapan Adak, dkk, 2018).

Saat ini, mineral lempung atau silikat berlapis digunakan secara luas sebagai bahan penguat untuk meningkatkan banyak sifat polimer seperti mekanik, penghalang gas, tahan panas, tahan api, daya tahan celupan dan banyak lainnya. Manfaat utama mineral lempung sebagai bahan penguat adalah kepadatannya yang rendah, ketersediaan berlimpah, biaya rendah, rasio aspek tinggi dan luas permukaan spesifik yang besar, yang menyebabkan peningkatan besar dalam sifat polimer (Kim et al., 2003; Park et

al., 2013; Ray, 2013; Reddy et al., 2018).

Mineral montmorillonit mempunyai kapasitas penukar kation yang tinggi. Sehingga ruang antar lapis montmorillonit mampu mengakomodasikan kation dalam jumlah yang besar serta menjadikan montmorillonit sebagai mineral yang unik. Struktur bangun montmorillonit terdiri dari dua lapisan tetrahedral yang disusun unsur utama Si (O,OH) yang mengapit satu lapisan oktahedral yang disusun oleh unsur M (O,OH) (M=Al, Mg, Fe). Ruang dalam lembaran montmorillonit dapat mengembang dan diisi oleh air dan kation-kation lain.

Poliuretan memiliki banyak kelebihan tetapi juga memiliki kekurangan seperti ketahanan suhu yang rendah dibandingkan dengan polimer-polimer lainnya. Oleh sebab itu peneliti melakukan modifikasi pada cat pelapis poliuretan agar lebih tahan pada suhu yang tinggi. Pada penelitian ini dilakukan penambahan bentonit berupa MMT yang berfungsi sebagai zat ketahanan panas.

METODE PENELITIAN

Bahan dan Alat

Poliol berbasis minyak jarak, Toluene Diisocyanat (TDI), Cetyl trimethyl ammonium bromotride (CTAB), Bentonit, $AgNO_3$ 0.1 N, Asam asetat, aquades, H_2O_2 30 %, dan asam sulfat.

Tahapan penelitian ini meliputi tiga tahap yaitu: 1) epoksidasi minyak jarak dilanjutkan dengan hidroksilasi untuk mendapatkan senyawa polioliol minyak jarak. 2) persiapan bentonit menjadi montmorillonit. 3) pembuatan cat pelapis poliuretan melalui polimerisasi polioliol dengan toluene diisosiyanat dan bentonit beserta karakteristiknya.

Epoksidasi dan Hidroksilasi Minyak Jarak

Pada tahap epoksidasi, proses sintesa polioliol dilakukan di labu leher 3 ukuran 350 mL yang dilengkapi dengan pengaduk mekanik dan sistem pendingin. Kedalam reaktor dimasukkan 60 mL CH₃COOH 100% dan 30 mL H₂O₂ 30% secara perlahan-lahan sambil diaduk. Melalui corong penetes ditambahkan 2 mL H₂SO₄ pekat dan diaduk perlahan pada suhu 30°C selama 1 jam. Selanjutnya melalui corong penetes ditambahkan secara perlahan-lahan asam oleat minyak jarak sebanyak 100 mL. Suhu dipertahankan pada 30°C dan terus diaduk selama 3 jam. Hasil reaksi merupakan senyawa epoksidasi asam oleat, yang diinginkan dengan suhu kamar dan pemisahan fase minyak sebagai minyak terepoksidasi yang selanjutnya akan digunakan pada proses hidroksilasi.

Pada tahapan hidroksilasi sebanyak 100 mL metanol ditambahkan 50 mL gliserin, katalis H₂SO₄ pekat 2 mL dan 5 mL air ke dalam labu leher tiga 350 mL, dipanaskan sampai suhu

40°C. Campuran ditambahkan larutan minyak yang terepoksidasi ke dalam labu leher tiga, diaduk pada suhu 50°C selama 2 jam. Selanjutnya didinginkan pada suhu kamar dan dipindahkan pada labu pisah untuk dipisahkan polioliol yang terbentuk untuk kemudian disimpan dalam botol kaca. Selanjutnya dianalisa dengan FTIR untuk mengetahui gugus OH pada polioliol.

Pengolahan Bentonit

Sebanyak 18,2 gram cetyl trimethyl ammonium bromide (CTAB) dilarutkan dengan 250 mL aquades di dalam 500 mL beaker glass, larutan ini dipanaskan pada suhu 80°C selama 1 jam. Ditempat terpisah 20 gram bentonit dilarutkan dengan 250 mL aquades pada beaker glass 1000 mL. Selanjutnya dispersi larutan bentonit dimasukkan ke dalam larutan CTAB dan diaduk selama 1 jam. Disaring bentonit lalu dicuci dengan aquades beberapa kali sampai tidak terdapat lagi bromida. Filtrat diuji dengan meneteskan AgNO₃ 1 M sampai terbentuk endapan putih. Bentonit dimasukkan ke dalam oven pada suhu 60°C, selanjutnya disaring dengan menggunakan sieve tray dengan ukuran 100 µm.

Karakteristik *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Spektroskopi inframerah dari poliuretan yang diperoleh dengan pellet KBr menggunakan Shimadzu FTIR spektrofotometer. Spektra yang diperoleh di wilayah inframerah

pertengahan ($4000-400\text{ cm}^{-1}$) pada suhu kamar.

Pembuatan Cat Poliuretan

Sejumlah polioli minyak jarak dicampurkan dengan organoclay pada wadah pencampuran dan pada suhu kamar selama 55 menit dan dengan putaran pengaduk 200 rpm untuk mendapatkan campuran homogen, kemudian ditambah isosianat (TDI) dan diaduk lagi selama 5 menit sampai campuran homogen. Kemudian diaplikasikan pada spesimen logam material yang telah disiapkan, hasil panel uji didiamkan pada suhu ruang untuk menguapkan pelarut. Lapisan film poliuretan pada specimen logam diuji termografimetri, FTIR, dan SEM.

Karakteristik Fisiokimia

Fourier Transform Infrared (FTIR)

Spektroskopi inframerah dari poliuretan yang diperoleh dengan pellet KBr menggunakan Shimadzu FTIR spektrofotometer. Spektra yang diperoleh di wilayah inframerah pertengahan ($4000-400\text{ cm}^{-1}$) pada suhu kamar.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Minyak epoksida dari minyak jarak diperoleh dari hasil reaksi antara asam parasetat dan asam risinoleat atau minyak jarak, sedangkan asam parasetat dihasilkan dari reaksi antara hidrogen peroksida dan asam asetat glasial dengan bantuan katalis asam

Scanning Electron Microscope (SEM)

Sebuah pistol elektron memproduksi sinar elektron dan diperoleh dengan anoda. Lensa magnetik memfokuskan elektron menuju ke sampel. Sinar electron yang terfokuskan memindai (scan) keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh koil pemindai. Ketika electron mengenai sampel maka sampel akan mengeluarkan electron baru yang akan diterima oleh detector dan dikirim ke monitor. Analisa SEM untuk mengamati permukaan objek secara langsung.

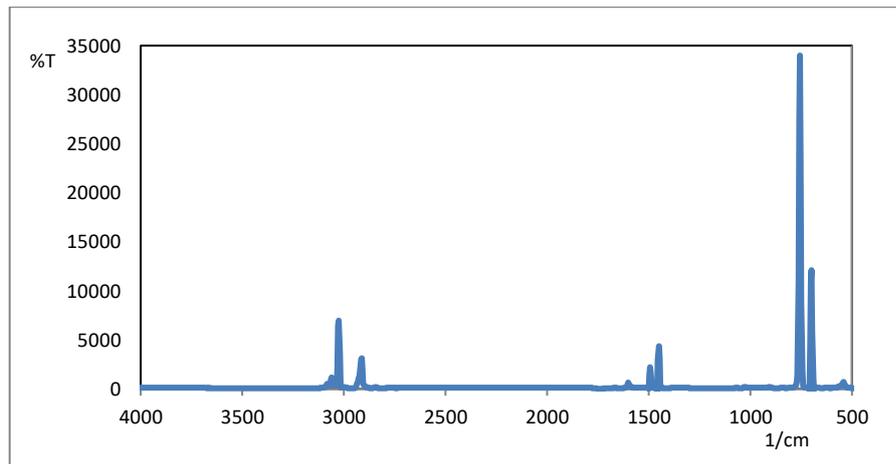
Thermo Gravimetry Analyzer (TGA)

Analisa TGA dilakukan dengan menggunakan instrument Shimadzu DTG-60. Sampel ditimbang dengan massa mg dan dipanaskan pada suhu kamar sampai $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan laju pemanasan $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{menit}$. Analisis dilakukan dengan menaikkan suhu sampel secara bertahap dan menentukan kehilangan berat terhadap perubahan temperatur. Semua spesimen yang diuji dibawah aliran gas nitrogen.

sulfat pekat. Hidrogen peroksida digunakan untuk mengoksidasi ikatan rangkap menjadi gugus epoksida pada proses epoksidasi. Hasil epoksi minyak jarak yang diperoleh memiliki warna yang lebih terang dibandingkan dengan warna asam oleat minyak jarak. Minyak epoksida yang terbentuk merupakan senyawa antara yang dapat bereaksi

lebih lanjut membentuk senyawa diol, karena mempunyai dua tempat reaktif yaitu gugus karbonil yang dapat menghubungkan gliserida dengan asam

lemak dan juga gugus epoksida. Sehingga proses pembentukan poliol akan terjadi apabila gugus epoksida bereaksi dengan alcohol.



Gambar 1. Spektrum FTIR Poliol Minyak Jarak

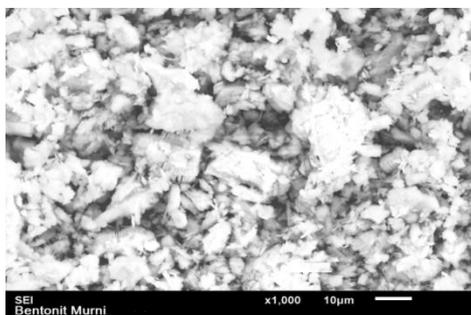
Hasil analisis FTIR telah menunjukkan terbentuknya gugus hidroksil pada senyawa epoksida minyak jarak, reaksi berlangsung selama 2,5 jam pada suhu 50 °C yang dibuktikan dengan serapan

bilangan gelombang O-H yang melebar pada 3400 cm^{-1} gugus hidroksi yang terbentuk adalah gugus hidroksi pada atom C sekunder.

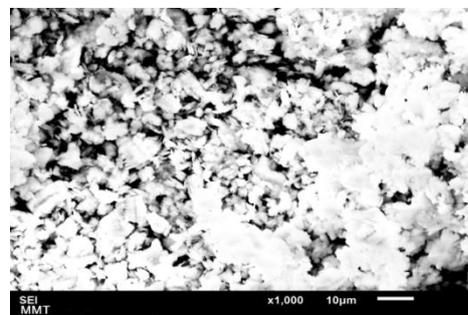
Hasil Karakterisasi Menggunakan SEM

Berdasarkan hasil karakteristik morfologi menggunakan SEM. Dapat

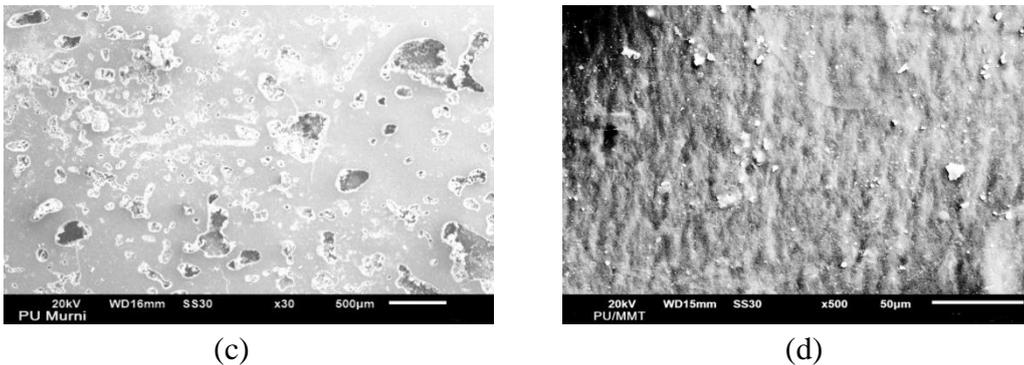
dilihat permukaan pada bentonit, MMT, PU murni dan PU-MMT.



(a)



(b)



Gambar 2. Analisis SEM (a) Bentonit Murni (b) Montmorillonite (c) Poliuretan Murni (d) Poliuretan-Montmorillonite

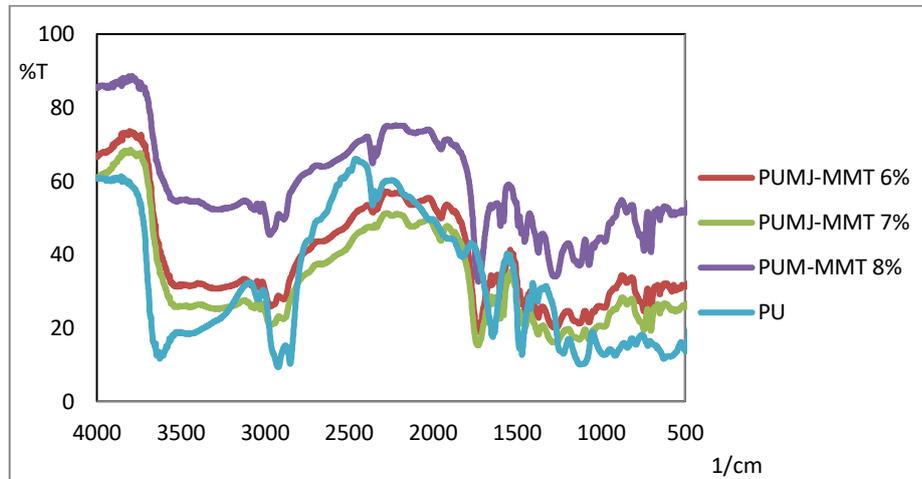
Struktur permukaan dari masing-masing sampel berbeda-beda. Pada gambar 1 struktur bentonit murni memiliki permukaan lebih kasar sedangkan pada gambar 2 struktur montmorillonit memiliki struktur permukaan yang lebih halus dibandingkan dengan bentonit. Untuk

permukaan struktur PU murni pada gambar 3 memiliki permukaan yang berlubang sedangkan pada gambar 4 yaitu PU yang telah ditambahkan MMT memiliki struktur permukaan yang tidak terlalu berlubang akan tetapi terdapat bercak dikarenakan adanya penambahan MMT.

Hasil Karakterisasi Pelapis Cat Poliuretan Menggunakan FTIR

Hasil analisis FTIR telah menunjukkan terbentuknya gugus uretan N-H pada senyawa poliuretan minyak jarak, reaksi berlangsung selama 2,5 jam pada suhu 50°C yang dibuktikan dengan

serapan bilangan gelombang N-H yang melebar pada 2800 cm^{-1} Sedangkan serapan bilangan gelombang gugus C=O uretan melebar pada 2000-1650 cm^{-1} , dan sedangkan gugus C-H pada serapan 1600-1300 cm^{-1}

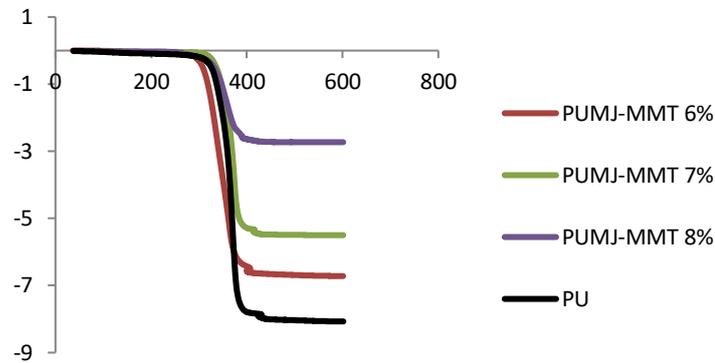


Gambar 3. Spektrum FTIR Poliuretan Minyak Jarak (PUMJ), Poliuretan-MMT (PUMJ-MMT) 6%,Poliuretan-MMT (PUMJ-MMT) 7%,Poliuretan-MMT (PUMJ-MMT) 8%.

Dari hasil analisa menunjukkan bahwa terbentuknya poliuretan dilihat dari adanya serapan panjang gelombang pada gugus fungsi N-H, C=O uretan, dan C-H. Gugus fungsi yang terdeteksi mewakili dari gugus fungsi poliuretan (-NHCOO-) berupa serapan panjang gelombang ikatan-ikatan gugus fungsi yang terpisah. Berdasarkan hasil analisa dapat diketahui bahwa gugus fungsi dari PUMJ murni, PUMJ-B 6%, PUMJ-B 7%, PUMJ-B 8% tidak mengalami perubahan gugus fungsi, hal tersebut disebabkan pada proses pencampuran bentonit dengan poliuretan yang terjadi hanya ikatan fisika saja bukan ikatan kimianya

Hasil Karakteristik Pelapis Cat Poliuretan Menggunakan TGA (Thermal Gravimetry Analysis)

Karakterisasi termogravimetri (TGA) dapat digunakan untuk mengkarakterisasi setiap bahan yang menunjukkan perubahan berat bahan pada saat pemanasan, dan untuk mendeteksi perubahan karena proses dekomposisi. Pada temperatur dari 45 °C-150 °C mengindikasikan kehilangan berat karena penguapan air dan senyawa volatil.



Gambar 4. Karakterisasi termogravimetri (TGA) dari PU murni (A), PUMJ-MMT 6% (B), PUMJ-MMT 7% (C), PUMJ-MMT 8% (D)

Tabel 1. Kehilangan berat polimer A,B,C,D dan E pada variasi temperatur

Suhu °C	A (mg)	B (mg)	C (mg)	D (mg)
0-150	-0,01	0	-0,02	-0,01
150-300	-0,09	-0,04	-0,04	-0,03
300-450	-7,82	-6,62	-5,4	-2,66
450-600	-8,05	-6,7	-5,5	-2,73

Pada temperatur 450 °C terjadi peningkatan termal. Untuk polimer A terdegradasi -8,05 mg dan tersisa 1,95 mg, untuk polimer B terdegradasi -6,7 mg dan tersisa 3,3 mg, untuk polimer C terdegradasi -5,5 mg dan tersisa 4,5 mg,

untuk polimer D terdegradasi -2,73 mg dan tersisa 7,27. Dari hasil yang didapatkan, dapat disimpulkan bahwa untuk PUMJ-MMT 8% mengalami ketahanan termal paling baik.

SIMPULAN

Dari hasil penelitian yang dilakukan ini dapat disimpulkan bahwa poliuretan dapat disintesis dengan cara mereaksikan dua komponen kimia reaktif berupa senyawa diisosiyanat dan polioliol. Diisosiyanat yang digunakan adalah TDI. Dari hasil analisa karakterisasi dengan menggunakan TGA mengalami peningkatan kestabilan termal. Ketahanan termal tertinggi pada PUMJ-MMT 8%. Gugus fungsi dari PUMJ murni, PUMJ-B 6%, PUMJ-B 7%, PUMJ-B 8%

tidak mengalami perubahan gugus fungsi, hal tersebut disebabkan pada proses pencampuran bentonit dengan poliuretan yang terjadi hanya ikatan fisika saja bukan ikatan kimianya.

DAFTAR PUSTAKA

Janik, H., Marzec, M. (2015). A review: Fabrication of porous polyurethane scaffolds. *Materials Science and Engineering C*, 48, 586-591.

- Lilgas, G., Ronda, J. C., Galia, M., Ca'diz, V. (2013). Renewable polymeric materials from vegetable oils: a perspective. *Materials Today*, 16, Coloration Technol. 134, 117–125.
- Adak, B., Butola, B. S., Joshi, M. (2018).Effect of organoclay-type and clay-polyurethane interaction chemistry for tuning the morphology, gas barrier and mechanical properties of clay/polyurethane nanocomposites.*Applied Clay Science*, 161, 343-353.
- G. Dasa, RD Kalita, H. Dekaa, AK Buragohainb, N. Karaka, *Prog. Org. Mantel.* 76 (2013) 1103-1111.
- Chattopadhyay, D.K., Raju, K.V.S.N., 2007. Structural engineering of polyurethane coatings for high performance applications.*Prog.Polym. Sci.* 32, 352–418.
- Stefanović, I.S., Špírková, M., Ostojić, S., Stefanov, P., Pavlović, V.B., Pergal, M.V., 2017. Montmorillonite/poly (urethane-siloxane) nanocomposites: morphological, thermal, mechanical and surface properties. *Appl. Clay Sci.* 149, 136–146.
- Reddy, G.V.R., Joshi, M., Adak, B., Deopura, B.L., 2018.Studies on the dyeability and dyeing mechanism of polyurethane/clay nanocomposite filaments with acid, basic and reactive dyes. *Coloration Technol.* 134, 117–125.
- Kim, B.K., Seo, J.W., Jeong, H.M., 2003. Morphology and properties of waterborne clay/polyurethane nanocomposites. *Eur. Polym. J.* 39, 85–91.
- Park, Y.T., Qian, Y., Lindsay, C.I., Nijs, C., Camargo, R.E., Stein, A., Macosko, C.W., 2013. Polyol-assisted vermiculite dispersion in polyurethane nanocomposites. *ACS Appl.Mater. Interfaces* 5, 3054–3062.
- Ray, S.S. (Ed.), 2013. *Clay-Containing Polymer Nanocomposites: From Fundamentals to Real Applications.* Elsevier, Newnes.
- Reddy, G.V.R., Joshi, M., Adak, B., Deopura, B.L., 2018.Studies on the dyeability and dyeing mechanism of polyurethane/clay nanocomposite filaments with acid, basic and reactive dyes. *Coloration Technol.* 134, 117–125.