

KARAKTERISASI ALKYD RESIN DARI GLISEROL DAN ASAM ADIPAT YANG DIMODIFIKASI DENGAN MINYAK BIJI KARET SEBAGAI KOMPONEN SURFACE COATING YANG RAMAH LINGKUNGAN

Desi Nurandini¹, Rochmadi², Bardi Murachman²

¹ Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Lambung Mangkurat

² Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Gadjah Mada
e-mail: desi.nurandini@ulm.ac.id

ABSTRAK

Modifikasi *alkyd resin* dengan minyak nabati banyak dikembangkan untuk diaplikasikan dalam industri cat dan *coating*. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari karakteristik produk *alkyd resin* yang terbentuk dari reaksi poliesterifikasi gliserol dan asam adipat yang termodifikasi minyak biji karet. Sintesis *alkyd resin* yang dilakukan menggunakan proses monogliserida yang terdiri atas dua tahap dan reaksi dilakukan dengan variabel perbandingan ekuivalen OH/COOH 1,0 – 1,3 mgek/mgek. Tahap pertama adalah reaksi alkoholisis antara minyak biji karet dengan gliserol di dalam labu leher tiga dengan kecepatan pengadukan dan suhu reaksi dijaga tetap. Selanjutnya adalah tahap esterifikasi yang dilakukan dengan mencampurkan asam adipat ke dalam reaktor *batch* berisi hasil tahap satu. Hasil karakterisasi produk *alkyd resin* menunjukkan adanya pengaruh perbandingan ekuivalen OH/COOH (R_{ek}) pada karakteristik produk tersebut. Dari analisis FTIR ditemukan adanya gugus ester, hidroksil, dan karboksil. Sedangkan dari analisis bilangan asam diketahui bahwa semakin besar nilai R_{ek} , bilangan asam dalam produk *alkyd resin* semakin kecil. Sementara itu uji viskositas memberikan hasil bahwa viskositas cenderung semakin besar dengan semakin besarnya nilai R_{ek} , yang menjadi indikasi bahwa berat molekul relatif polimer yang terbentuk semakin meningkat dengan besarnya nilai R_{ek} .

Kata-kata kunci: *alkyd resin*, alkoholisis, esterifikasi, minyak biji karet, karakterisasi

PENDAHULUAN

Alkyd resin merupakan produk polimer yang banyak digunakan dalam industri cat dan *coating*. Hal ini dikarenakan keunggulan sifat-sifatnya sebagai *surface coating* yang meliputi fleksibilitas, kekuatan dan durabilitas, serta sifat adhesi yang baik [1]. *Alkyd resin* diperoleh melalui reaksi poliesterifikasi, yaitu reaksi pembuatan polimer dengan cara kondensasi yang menggabungkan dua jenis gugus yaitu karboksil dan hidroksil. Jika molekul pereaksi, salah satu atau keduanya mempunyai lebih dari dua gugus fungsional, maka akan terbentuk poliester jaring (poliester ikat silang). Adanya ikat silang (*crosslink*) menyebabkan berat molekul polimer menjadi lebih besar, akibatnya poliester tersebut akan menjadi lebih keras dan bersifat tahan lama [2].

Namun industri yang menggunakan *alkyd resin* sintetis banyak menghasilkan emisi komponen solven organik volatil *coating* yang berpotensi hazard ke lingkungan dan limbahnya sukar terdegradasi [3]. Minyak nabati memberikan efek yang baik pada aplikasi *alkyd resin* sebagai *coating* karena dapat mempercepat proses pengeringan dan limbahnya lebih mudah teruraikan [2]. Penelitian modifikasi *alkyd resin* dengan minyak nabati telah banyak dilakukan. Heriyanto (2009) telah meneliti kinetika reaksi poliesterifikasi anhidrida ftalat dengan gliserol termodifikasi minyak jagung [4]. Momodu et. al. (2011) meneliti tentang sintesis *alkyd resin* dari gliserol dan *phthalic anhydride* termodifikasi minyak biji walnut dengan proses dua tahap dan mengevaluasi karakteristiknya untuk formulasi *surface coating* [5]. Hlaing dan Oo (2008) meneliti pembuatan *alkyd resin* dari castor oil dengan proses dua tahap menggunakan katalis NaOH dan menguji karakteristiknya [6]. Sedangkan Atimuttigul, et al. (2006) melakukan sintesis *alkyd resin* dari beberapa jenis minyak *short oil* [7].

Pada penelitian ini digunakan modifikasi dengan minyak biji karet yang merupakan jenis minyak kering (*drying oil*) [8]. Hal ini dapat dilihat dari bilangan Iod-nya

yang tinggi yaitu 139,09 g Iod/100 g sampel, yang menunjukkan bahwa minyak biji karet banyak memiliki ikatan rangkap sehingga mudah dioksidasi untuk mempercepat pengeringan. Banyaknya ikatan rangkap dalam minyak biji karet karena minyak tersebut banyak mengandung asam lemak tak jenuh yang didominasi oleh asam linoleat [9]. Sifat yang diberikan dengan modifikasi dengan minyak biji karet ini sesuai dengan karakteristik produk *alkyd resin* yang diharapkan akan diaplikasikan sebagai *coating*. Terkait efek positif terhadap emisi solven ke lingkungan, Aigbodion, et. al. (2002) telah meneliti bahwa *alkyd resin* termodifikasi minyak biji karet mempunyai komponen solven organik volatil yang lebih rendah (1-1,5%) dibanding *alkyd resin* sintetis (sekitar 10%) [10]. Selain itu biji karet merupakan bahan baku terbarukan yang tersedia cukup melimpah di alam. Sehingga dengan penelitian ini dapat memanfaatkan limbah biji karet yang selama ini biasanya hanya dibuang saja, menjadi lebih bernilai guna.

Pada penelitian ini amengarah kepada sintesis dan karakterisasi produk *alkyd resin* yang dihasilkan, yaitu meliputi penetapan bilangan asam, analisis gugus fungsi dengan FTIR, dan penetapan viskositas. Penelitian yang akan dilakukan diharapkan dapat memberikan informasi mengenai proses pembuatan *alkyd resin* termodifikasi minyak biji karet dengan mengetahui karakteristik dan manfaat produk *alkyd resin* tersebut.

METODOLOGI

Bahan dan Alat

Bahan penelitian antara lain: minyak biji karet yang diperoleh dari ekstraksi biji karet dari Perkebunan Karet Cempaka, Kalimantan Selatan, serta gliserol dan asam adipat. Rangkaian alat yang digunakan untuk alkoholisis terdiri dari labu leher tiga 250 mL sebagai reaktor *batch*, dengan dilengkapi pengaduk merkuri yang dihubungkan dengan motor pengaduk, pemanas mantel,

regulator, dan sistem refluks dengan pendingin bola. Proses esterifikasi dilakukan dalam labu leher tiga 250 mL yang sama dengan tahap satu, dilengkapi dengan pemanas mantel, tabung nitrogen, termometer, serta *vacuum gauge*, dan dihubungkan ke pompa vakum.

Metode Sintesis Alkyd Resin

Proses alkoholisis dilakukan dengan cara: Minyak biji karet dan gliserol dengan komposisi tertentu dimasukkan ke dalam labu leher tiga, kemudian direaksikan pada suhu 240°C. Kecepatan pengadukan dan suhu reaksi dijaga tetap. Reaksi dilakukan dengan variabel perbandingan ekivalen OH/COOH 1,0 – 1,3 mgek/mgek.

Proses esterifikasi dilakukan dengan cara mencampurkan asam adipat ke dalam reaktor *batch* berisi hasil reaksi tahap satu. Suhu reaksi dipertahankan konstan pada 240°C pada kondisi vakum. Dilakukan variasi perbandingan ekivalen OH/COOH 1,0 – 1,3 mgek/mgek.

Analisis dan Karakterisasi Produk Alkyd Resin

Karakterisasi produk *alkyd resin* dilakukan melalui analisis gugus fungsi dengan FTIR, analisis bilangan asam, dan uji viskositas. Analisis gugus fungsi dilakukan terhadap sampel bahan baku dan produk *alkyd resin* menggunakan alat FTIR Shimadzu. Analisis bilangan asam dilakukan dengan cara dititrasi dengan larutan KOH-etanol. Sedangkan uji viskositas dilakukan dengan menggunakan viskometer Cannon-Fenske routine.

HASIL DAN DISKUSI

Analisis Gugus Fungsi dengan FTIR

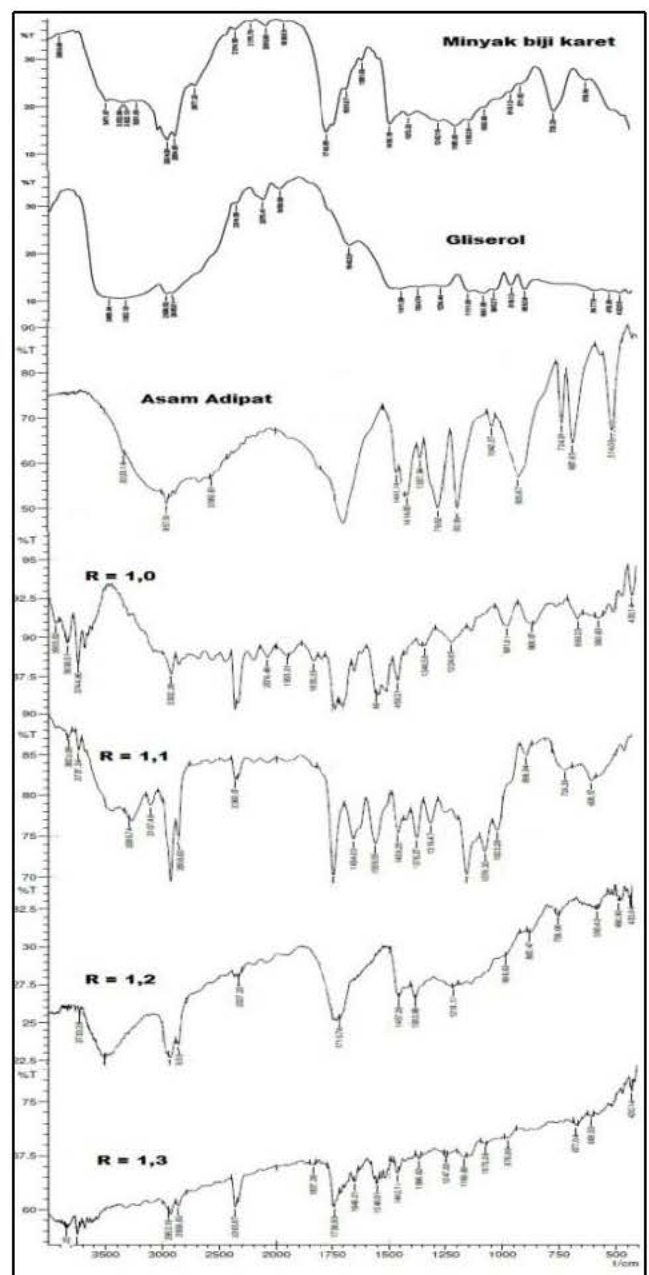
Analisis FTIR pada bahan baku dan produk *alkyd resin* dilakukan untuk memastikan ada atau tidaknya perubahan gugus fungsi pada bahan-bahan tersebut. Hasil analisis spektra FTIR pada bahan baku dan produk *alkyd resin* pada berbagai perbandingan ekivalen OH/COOH (R_{ek}) dapat dilihat pada Gambar-1.

Berdasarkan Gambar-1 dapat diketahui pada spektra minyak biji karet terdapat puncak karbonil (C=O) 1743,65 cm^{-1} yang diduga karena keberadaan trigliserida dan asam lemak bebas dalam minyak biji karet tersebut. Sementara pada puncak 3332,99 – 3201,83 cm^{-1} terlihat adanya puncak O-H yang hampir mendatar dan C-O stretch pada 1242,16 cm^{-1} yang menunjukkan keberadaan sedikit asam lemak bebas yang dalam minyak biji karet. Hal ini telah dibuktikan dengan analisis kuantitatif asam lemak bebas, yaitu sebesar 20,06%. Spektra gliserol pada Gambar-1 memperlihatkan puncak yang melebar pada 3456,44 cm^{-1} dan 3302,13 cm^{-1} yang menunjukkan banyaknya gugus -OH yang terdapat pada gliserol. Pada spektra asam adipat terlihat keberadaan puncak 1695,5 cm^{-1} yang diduga sebagai puncak karbonil (C=O). O-H stretch yang melandai terlihat pada area 3333,14 – 2560,61 cm^{-1} , sementara itu terlihat pula adanya puncak C-O yang sangat curam pada 1279,82 – 1193,99 cm^{-1} . Hasil analisis ini menunjukkan banyaknya gugus karboksil (-COOH) dalam asam adipat.

Gambar-1 juga menunjukkan adanya perbedaan spektra yang jelas antara bahan baku (minyak biji karet, gliserol, dan asam adipat) dengan produk *alkyd resin*. Pada spektra produk *alkyd resin* terlihat adanya puncak karbonil (C=O) baru yaitu pada daerah 1735 - 1750 cm^{-1} yang

diperkirakan menunjukkan terbentuknya produk ester. Hal ini diperkuat oleh pengurangan intensitas absorbansi puncak O-H pada daerah 3400 – 3200 cm^{-1} dan banyaknya serapan pada area 1300 - 930 cm^{-1} yang merupakan ciri khas dari gugus ester. Penyebab kondisi ini adalah jumlah OH pada hidroksil dan karboksil dari bahan baku berkurang dan membentuk ester dari reaksinya.

Analisis FTIR pada produk *alkyd resin* juga menunjukkan bahwa daerah serapan pada *alkyd resin* dengan konsentrasi yang berbeda tidak memperlihatkan adanya perbedaan yang signifikan pada nilai absorbansi dan indeks karbonil. Kemungkinan perbedaan absorbansi dan indeks yang kecil ini disebabkan karena perbandingan ekivalen OH/COOH tidak terlalu jauh perbedaannya yaitu hanya selisih 0,1. Namun dapat diketahui bahwa pada $R_{ek} = 1,2$ dan $R_{ek} = 1,3$ mempunyai absorbansi dan indeks karbonil terbesar untuk ikatan C-O yang merupakan ciri khas dari ester.



Gambar-1. Spektra FTIR bahan baku dan produk *alkyd resin* pada berbagai perbandingan ekivalen

Tabel-1. Hasil analisis bilangan asam *alkyd resin* dengan variasi perbandingan ekivalen reaktan

<i>Alkyd resin</i>	Bilangan asam (mg KOH/g sampel)
R _{ek} = 1,0	12,7495
R _{ek} = 1,1	11,9004
R _{ek} = 1,2	10,5113
R _{ek} = 1,3	7,6068

Analisis Bilangan Asam Produk Alkyd Resin

Karakterisasi ini dilakukan untuk menentukan kandungan asam bebas dalam sampel produk *alkyd resin*. Hasil analisis bilangan asam *alkyd resin* dapat dilihat pada Tabel-1.

Berdasarkan Tabel-1 dapat diketahui bahwa dengan semakin besarnya nilai R_{ek}, bilangan asam dalam produk *alkyd resin* semakin kecil. Hal ini disebabkan oleh pada nilai R_{ek} yang semakin besar, semakin besar jumlah reaktan adipat yang akan meningkatkan frekuensi tumbukan antarmolekul sehingga meningkatkan konversi gugus karboksil. Akibatnya adalah sisa gugus -COOH dalam produk *alkyd resin* semakin sedikit yang menghasilkan nilai bilangan asam yang semakin kecil.

Alkyd resin dengan bilangan asam yang rendah akan mengering lebih cepat ketika diaplikasikan sebagai *coating*. Karena gugus karboksil yang menghambat proses pengeringan telah banyak dikonsumsi dalam reaksi dan hanya tersisa sedikit dalam produk *alkyd resin*. Sementara itu rantai panjang ester yang banyak mengandung ikatan rangkap semakin banyak terbentuk sehingga mempercepat proses pengeringan.

Uji Viskositas Produk Alkyd Resin

Uji viskositas dilakukan terkait dengan berat molekul polimer *alkyd resin* pada berbagai perbandingan ekivalen reaktan (R_{ek}). Hasil uji viskositas *alkyd resin* ditunjukkan oleh Tabel-2. Tabel tersebut menunjukkan bahwa viskositas cenderung semakin besar dengan semakin besarnya nilai R_{ek}. Berdasarkan Persamaan Mark-Houwink (Persamaan 1) berikut ini dapat diketahui bahwa viskositas berbanding lurus dengan berat molekul relatif polimer [11].

$$[\eta] = K \cdot M^a \quad \dots(1)$$

dimana:

- [η] = *intrinsic viscosity*,
- M = berat molekul relatif polimer,
- K = konstanta karakteristik,
- a = konstanta karakteristik.

(Cowd, 1991)

Oleh karena itu, hasil uji viskositas mengindikasikan bahwa kecenderungan berat molekul relatif polimer yang terbentuk semakin meningkat dengan besarnya nilai R_{ek}. Karena semakin besar nilai R_{ek}, maka semakin banyak jumlah asam adipat yang ditambahkan sehingga terbentuk rantai polimer yang semakin panjang dan berat molekulnya pun semakin besar.

Tabel-2. Hasil uji viskositas *alkyd resin* dengan variasi perbandingan ekivalen reaktan

<i>Alkyd resin</i>	Viskositas (poise)
R _{ek} = 1,0	1,0316 x 10 ⁻²
R _{ek} = 1,1	1,0505 x 10 ⁻²
R _{ek} = 1,2	1,0787 x 10 ⁻²
R _{ek} = 1,3	1,1203 x 10 ⁻²

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan hal-hal sebagai berikut:

- Hasil analisis FTIR menunjukkan adanya perubahan gugus-gugus fungsional dari bahan baku menjadi produk *alkyd resin* yang mengindikasikan terbentuknya rantai poliester produk *alkyd resin*.
- Hasil analisis bilangan asam menunjukkan bahwa dengan semakin besar perbandingan ekivalen reaktan, maka bilangan asam dalam produk *alkyd resin* semakin kecil.
- Uji viskositas terhadap produk *alkyd resin* memberikan gambaran bahwa semakin besar perbandingan ekivalen R_{ek}, maka berat molekul relatif *alkyd resin* yang terbentuk semakin besar.

Saran untuk pengembangan penelitian selanjutnya yaitu perlu dilakukan karakterisasi lebih lanjut pada produk *alkyd resin* agar layak diaplikasikan sebagai komponen *coating*, misalnya: warna, *non-volatile matter*, uji sifat adhesi, fleksibilitas, ketahanan panas, ketahanan abrasi, ketahanan air, dan ketahanan terhadap bahan-bahan kimia.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada kepada Perkebunan Karet Cempaka Kalimantan Selatan atas penyediaan bahan baku biji karet.

DAFTAR PUSTAKA

[1] Aigbodian, A.I and Okieimen, F.E. 2001. An Investigation of the Utilisation of African Locustbean Seed Oil in the Preparation of Alkyd Resins. *Ind Crops & Products*. vol 13. hal 29-34.

[2] Stevens, M. P. 2001. *Polymer Chemistry: An Introduction*. Ed. 2. Oxford University Press, Inc.

[3] Ikhuoria, E.U., Maliki, M., Okieimen, F.E., Aigbodian, A.I., Obaze, E.O., and Bakare, I.O. 2007. Synthesis and Characterization of Chlorinated Rubber Seed Oil Alkyd Resin. *Prog. Org. C*. vol. 59. hal 134-137.

[4] Heriyanto, H. 2009. Kinetika Reaksi Pembuatan Alkid Resin Termodifikasi Minyak Jagung Dengan Asam Anhidrida Ftalat. *Tesis*. Program Pasca Sarjana Teknik Kimia. Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.

- [5] Momodu, V.M., Omorogbe, S.O., Ikhuoria, E.U., Obazee, E.O., and Aigbodion, A.I. 2011. Synthesis and Evaluation of Performance Characteristics of Walnut (*Tetracarpidium conophorum*) Seed Oil-Modified Alkyd Resin. *Researcher*. vol. 3. Hal 7.
- [6] Hlaing, N.N and Oo, M.M. 2008. Manufacture of Alkyd Resin from Castor Oil. *Proceed.Word Ac.Sci, Eng. & Tech*. vol. 36.
- [7] Atimuttigul, V., Damrongsakkul, S., and Tanthapanichakoon, W. 2006. Effect of Oil Type Properties of Short Oil Alkyd Coating Material. *Korean J. Chemeng*. no. 23. vol. 4. hal 672-677.
- [8] Mark, M. R. and Sandefur, K.. 2005. Vegetable Oils in Paint and Coatings. *Inform*. vol. 16. hal 8.
- [9] Umeobika U. C., Onuegbu, T.U., Iloamaeke, M.I., and Ekwueme, I.J.. 2013. Synthesis and Evaluation of Performance Characteristics of Rubber Seed Oil-Modified Short and Medium Alkyd Resins. *IJSID*. no. 1. vol. 3, hal 86-92.
- [10] Aigbodion, A.I and Okieimen, F.E. 2002. Utilisation of Maleinized Rubber Seed Oil and Its Alkyd Resin as Binders In Water-Borne Coatings. *Prog. Org. C*. vol. 46. hal 28–31.
- [11] Cowd, M.A. 1991. *Kimia Polimer*. Penerbit ITB. Bandung.