

KARAKTERISASI POLIMER BAHAN ADESIF UNTUK KULIT DAN PLASTIK

Roestamsjah dan Nuri Astrini
Puslitbang Kimia Terapan - LIPI
Jalan Cisitu - Sangkuriang, Bandung 40135

INTISARI

Karakterisasi polimer dari lima macam contoh adesif jenis elastomer untuk barang kulit dan plastik telah dilakukan. Contoh polimer diperoleh dengan cara isolasi larutan adesif secara presipitasi, sedangkan karakterisasinya meliputi spektroskopi FTIR, viskosimetri, GPC dan analisa termal. Hasil spektrum FTIR menunjukkan bahwa kelima adesif tersebut menggunakan bahan polimer kloroprena. Analisa termal menunjukkan adanya titik transisi gelas (T_g) -40 s/d -43°C untuk kelima adesif, dan tiga dari contoh adesif menunjukkan adanya titik transisi gelas yang kedua pada 1,4; 3,6 dan 13,5°C. Kelima adesif menunjukkan adanya titik leleh (T_m) polimer pada 43 - 48°C. Berat molekul rata-rata viskositas (M_v) menunjukkan adanya dua kelompok harga, yaitu M_v : 115.000-146.000 dan M_v : 357.000-425.000. Informasi sekunder untuk polikloroprena menunjukkan harga parameter kelarutan $\delta = 8,2 - 9,4$ (cal cm⁻³)^{0,5} atau 16,74 - 19,13 (kJ m⁻³)^{0,5} dan tegangan permukaan kritis $\gamma_c = 38$ dyne cm⁻¹ atau mN m⁻¹.

ABSTRACT

Characterization of polymer of five commercially available elastomeric adhesives claimed suitable for leather and plastics had been conducted. Polymer samples were isolated from adhesive solutions by precipitation, and then characterized through FTIR spectroscopy, viscometry, GPC and thermal analysis. The FTIR spectrograms indicate that five different samples of adhesives contained polychloroprene. Thermal analysis indicated similar glass transition points (T_g) of -40 to -43°C and three of them indicated the second glass transitions at 1.4; 3.6 and 13.5°C. Five adhesives indicated melting points (T_m) of polymers at 43 - 48°C. The average viscosity molecular weight (M_v) indicated two groups, i.e. M_v : 115,000 - 146,000 and M_v : 357,000 - 425,000. From secondary sources, polychloroprene has solubility parameter $\delta = 8.2 - 9.4$ (cal cm⁻³)^{0.5} or 16.74 - 19.13 (kJ m⁻³)^{0.5} and critical surface tension $\gamma_c = 38$ dyne cm⁻¹ or mN m⁻¹.

PENDAHULUAN

Adesif merupakan bahan yang dikenal oleh masyarakat luas karena fungsinya yang penting untuk merekatkan atau mengikat berbagai jenis bahan seperti kayu, logam, keramik, plastik, kulit, tekstil, menjadi satu kesatuan barang utuh yang dikehendaki. Meskipun dari segi volume yang digunakan relatif kecil dibandingkan dengan bahan atau barang yang direkatkan, adesif merupakan bahan yang sangat diperlukan dalam kehidupan masyarakat industri. Jenis industri yang banyak menggunakan adesif ialah industri konstruksi, pengemasan, tekstil, kayu dan perabot

rumah tangga, otomotif, kapal terbang, listrik, sepatu, dan penjiplidan buku (1).

Berbagai jenis adesif dapat digolongkan menurut bahan asalnya, yaitu bahan alam (seperti amilum, dekstrin, protein, karet alam), semisintetik (selulosa nitrat, poliuretan dari castor oil) dan sintetik (seperti polivinil dan polikondensat); cara penggunaannya (pendinginan dari lelehan bahan termoplastik, penguapan pelarut dari adesif, polimerisasi *in situ*); dan sifat kelarutannya (larut dalam pelarut ataupun tidak larut karena adanya struktur rantai silang).

Kekuatan dari suatu ikatan adesif ditentukan oleh kekuatan jenis bahan yang direkatkan, bahan adesifnya dan kekuatan dari dua antar permukaan yakni antar permukaan kedua bahan yang direkatkan dan adesif. Untuk suatu sistem adesif, kekuatan ikatannya ditentukan oleh kekuatan yang terlemah. Secara kimiawi hal ini berkaitan dengan jenis-jenis ikatan yang berperan seperti ikatan primer (ikatan elektrovalen, kovalen dan metalik), ikatan sekunder atau ikatan van der Waals, dan ikatan akibat interaksi antara dipol yang permanen seperti ikatan hidrogen (1).

Dalam bidang adesif ada dua konsep kimia permukaan yang perlu diperhatikan, baik untuk keperluan formulasi dan pembuatan bahan adesif maupun untuk pemilihan adesif yang sesuai bagi suatu permukaan substrat tertentu, yaitu konsep parameter kelarutan (δ) menurut Hilderbrand (1, 2, 3, 4) dan konsep tegangan permukaan kritis (γ_c) menurut Zisman (1, 2). Parameter kelarutan (δ) yang didefinisikan sebagai $\delta = (E/V)^{0,5}$, dimana E = energi penguapan; V = volume molar; dan E/V = kerapatan energi kohesi (cohesive energy density), merupakan alat untuk meramalkan kompatibilitas bahan-bahan komponen dalam adesif ataupun kompatibilitas bahan adesif dan bahan yang direkatkan. Tegangan permukaan kritis merupakan ukuran kemudahan terbasahi oleh suatu cairan dari suatu permukaan padat dan didefinisikan sebagai tegangan permukaan yang terendah dari suatu cairan dan masih menunjukkan sudut kontak lebih besar dari nol pada suatu permukaan padat. Secara praktis γ_c dari suatu permukaan merupakan harga tegangan permukaan yang maksimum yang dapat dipunyai oleh suatu sistem adesif yang akan digunakan pada permukaan tersebut, atau dengan kata lain tegangan

permukaan dari suatu adesif yang digunakan harus lebih kecil dari γ_c permukaan padat yang direkatkan.

Dalam pembuatan maupun pemilihan adesif, pengetahuan tentang jenis polimer untuk bahan adesif maupun bahan yang akan direkatkan sangatlah penting. Dalam makalah ini akan dilaporkan hasil karakterisasi polimer dari lima merek adesif jenis elastomer untuk bahan kulit dan plastik yang dicuplik dari pasaran. Preparasi contoh polimer dilakukan dengan cara isolasi polimer dari contoh adesif dalam bentuk larutan polimer, dan karakterisasinya dilakukan dengan spektroskopi inframerah, viskometri, GPC, dan analisa termal. Penelitian ini dimaksudkan untuk mengetahui jenis komponen polimer dari adesif yang digunakan pada barang-barang kulit dan plastik yang diperdagangkan, dalam usaha mengembangkan formulasi adesif yang sesuai. Selanjutnya dikemukakan pula informasi sekunder yang berkaitan dengan parameter kelarutan dan tegangan permukaan kritis dari jenis polimer yang diidentifikasi.

BAHAN DAN PERCOBAAN

Bahan

Contoh adesif jenis elastomer yang digunakan diproduksi di dalam negeri dan merupakan larutan polimer, serta diperoleh di pasaran kota Bandung dan diberi kode A-1, A-2, A-3, A-4, dan A-5.

Isolasi polimer

Isolasi polimer dari adesif dilakukan dengan cara pelarutan dalam toluena dan pengendapan dengan pelarut metanol. Ditimbang lima gram contoh adesif dan kemudian dilarutkan dalam 25 ml toluena. Selanjutnya larutan adesif tersebut ditambahkan tetes demi tetes ke dalam 100 ml metanol dan diaduk dengan kuat sehingga diperoleh polimer isolat. Polimer tersebut dikeringkan dalam oven pada temperatur 50°C selama satu hari sampai berat konstan, sehingga rasio antara berat polimer dan pelarut dalam adesif dapat dihitung.

Spektroskopi inframerah

Spektrum inframerah diperoleh dengan alat spektrofotometer FTIR Shimadzu tipe 4000, untuk contoh bentuk film hasil cetakan dari larutan polimer adesif. Dari spektrum tersebut dapat diketahui jenis polimer yang digunakan dalam adesif.

Analisa termal

Analisa termal dilakukan dengan DSC-200 merek Seiko pada kecepatan pemanasan $10^\circ\text{C}/\text{menit}$ dengan interval pengukuran temperatur antara -90°C hingga 90°C , dan berat contoh 7,3-7,7 mg. Dari termogram DSC ditentukan titik transisi gelas (T_g) dan titik leleh (T_m) dari polimer.

Penentuan berat molekul

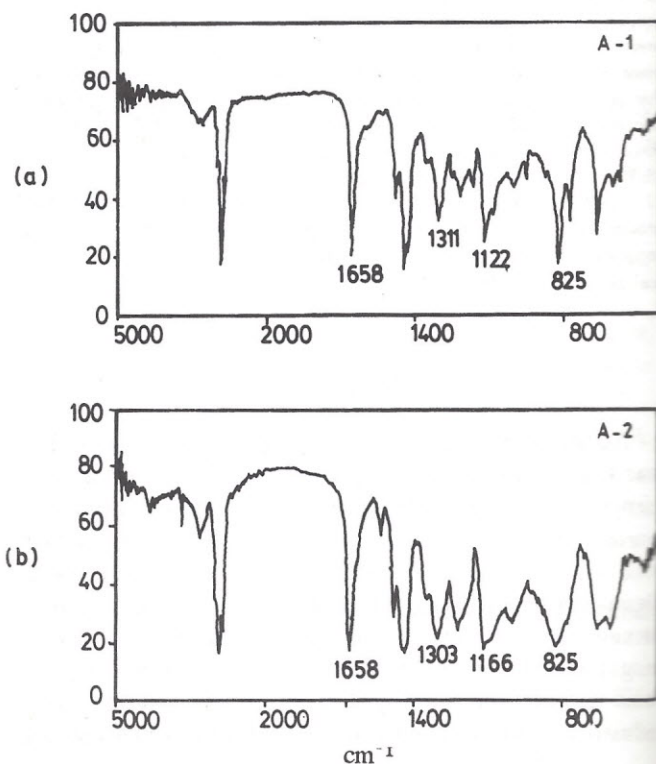
Polimer hasil isolasi ditentukan berat molekulnya secara viskometri dan Gel Permeation Chromatography.

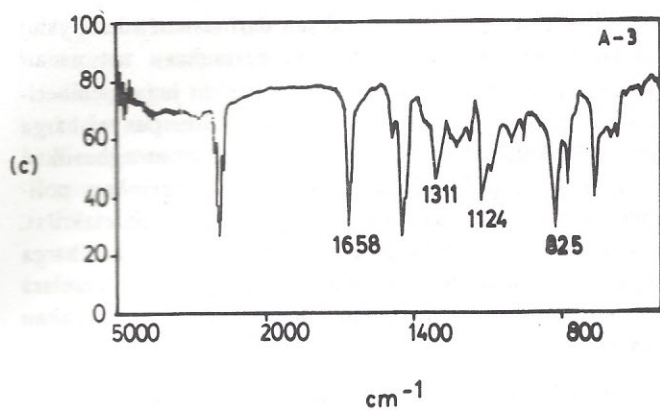
- i. *Viskometri*: Pengukuran viskositas larutan polimer dalam toluena dilakukan dengan alat viskometer Cannon-Fenske pada temperatur kamar ($25 \pm 0,1^\circ\text{C}$) untuk larutan polimer pada konsentrasi 0,10; 0,20; 0,30; 0,40 dan 0,50 (g/100ml) dalam toluena. Dari harga viskositas intrinsik $[\eta]$, yang merupakan harga viskositas tereduksi (η_{sp}/C) pada konsentrasi larutan nol, dihitung harga berat molekul rata-rata viskositas (\bar{M}_v) dari persamaan $[\eta] = K\bar{M}_v^a$, dimana K dan a merupakan tetapan untuk sistem larutan polimer tertentu (5, 8).
- ii. *Gel Permeation Chromatography (GPC)*: Penentuan berat molekul dilakukan dengan menggunakan alat GPC - Waters 150-C, standar polistirena (PS) untuk kalibrasi dan pelarut tetrahidrofur (THF). Berat molekul dari standar PS tersebut adalah $4,48 \times 10^6$; $3,55 \times 10^5$; $3,79 \times 10^4$; $1,96 \times 10^4$; $9,1 \times 10^3$ dan $2,98 \times 10^3$. Dengan metoda ini diperoleh harga berat molekul rata-rata jumlah (\bar{M}_n); berat molekul rata-rata viskositas (\bar{M}_v); berat molekul rata-rata berat (\bar{M}_w); berat molekul rata-rata z (\bar{M}_z) dan ratio \bar{M}_w/\bar{M}_n (5).

HASIL DAN DISKUSI

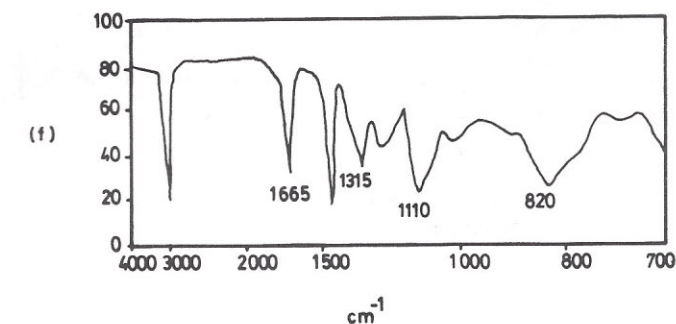
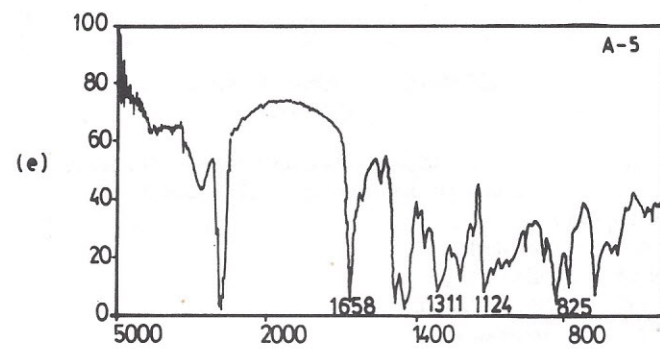
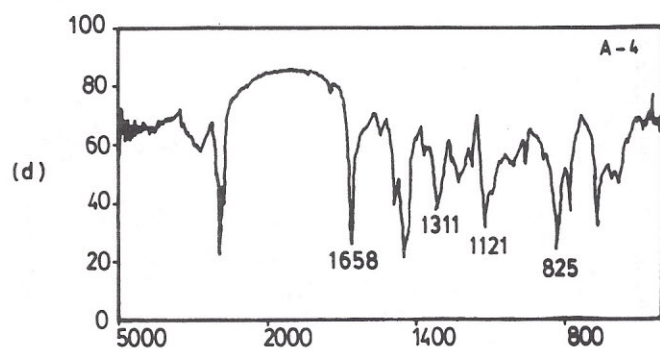
Dari hasil isolasi polimer untuk lima adesif yang diteliti diketahui konsentrasi larutan adesif antara 17-26g/100g pelarut.

Analisa spektra inframerah untuk polimer isolat dari kelima adesif A-1 s/d A-5 berturut-turut ditunjukkan pada Gambar 1a-e.





Gambar 1-a,b,c. Spektrum FTIR dari adesif A-1, A-2 dan A-3.



Gambar 1-d,e,f. Spektrum FTIR dari adesif A-4, A-5 dan standar polikloroprena (6).

Ternyata spektra tersebut menunjukkan struktur dari polikloroprena yang memiliki ciri-ciri utama pada puncak 1665 cm^{-1} sangat kuat untuk vibrasi regangan C=C trans

tak terkonyugasi, 1313 cm^{-1} untuk regangan C-Cl, 1110 cm^{-1} kuat untuk vibrasi regangan C-H, dan puncak 820 cm^{-1} kuat untuk vibrasi regangan C-Cl (6, 7).

Hasil penentuan berat molekul baik secara viskometri maupun GPC ditunjukkan pada Tabel 1. Data GPC menunjukkan berat molekul rata-rata $\bar{M}_n < \bar{M}_v = \bar{M}_w < \bar{M}_z$ untuk masing-masing contoh. Harga rasio $r (\bar{M}_w/\bar{M}_n) > 1$, yaitu 1,7 - 4,4, yang merupakan ukuran polidispersitas dari polimer isolat atau distribusi berat molekul. Penentuan secara viskometri menunjukkan adanya dua golongan berat molekul rata-rata viskositas dari polimer isolat, yaitu \bar{M}_v : 115.000 - 146.000 untuk adesif A-3 dan A-5 dan \bar{M}_v : 357.000 - 425.000 untuk adesif A-1, A-2, dan A-4.

Tabel 1. Data Karakterisasi Polimer untuk Adesif A-1 s/d A-5.

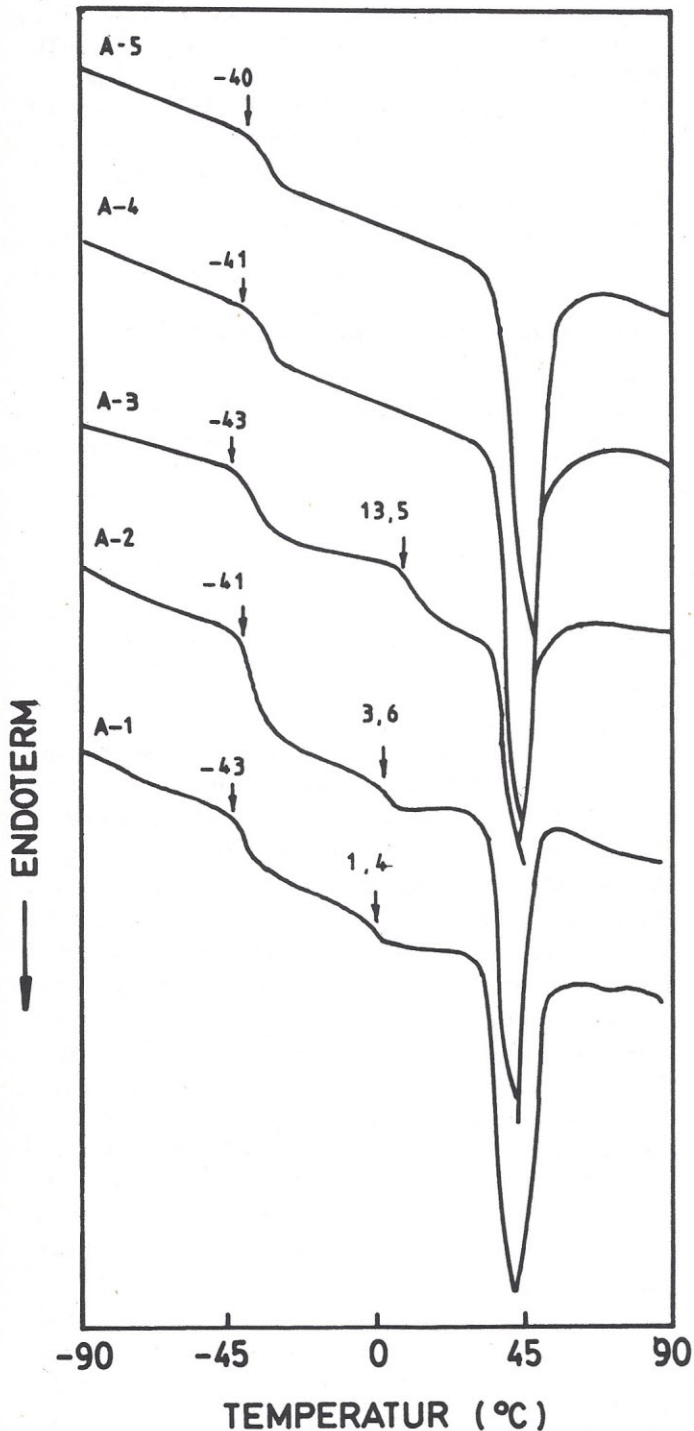
No. Kode adesif	Konsentrasi polimer (g/100g pelarut)	Warna polimer	\bar{M}_n	\bar{M}_w	\bar{M}_z	$\frac{\bar{M}_w}{\bar{M}_n}$	$[\eta]$ (dl/g)	\bar{M}_v ($\times 10^{-3}$)	T_g ($^{\circ}\text{C}$)	T_m ($^{\circ}\text{C}$)
1. A-1	17,0	kuning transparan	248	1.018	3.754	4,1	1,45	426	-43,0	46
2. A-2	23,3	kuning transparan	190	895	3.124	4,7	1,30	357	-41,0	43
3. A-3	18,9	kuning transparan	29	49	77	1,7	0,75	146	-43,0	45
4. A-4	26,0	kuning transparan	235	427	694	1,8	1,30	357	-41,0	45
5. A-5	24,9	kuning transparan	95	417	1.118	4,4	0,65	115	-40,0	48
6. CR *)									-45,0	58-63

*) Polikloroprena (4).

Gambar 2 memperlihatkan termogram DSC polimer isolat dari adesif A-1 s/d A-5 yang menyatakan adanya titik transisi gelas (T_g) yang hampir sama untuk kelima adesif yaitu antara -40 s/d -43 $^{\circ}\text{C}$, sedangkan termogram dari isolat A-1, A-2, dan A-3 menunjukkan adanya puncak kedua dari titik transisi gelas (T_g) masing-masing pada 1,4; 3,6; dan 13,5 $^{\circ}\text{C}$, yang berarti menunjukkan adanya dua fasa amorf dari polimer. Hal ini mungkin disebabkan adanya dua jenis struktur polimer hasil polimerisasi atau adanya campuran biner dari bahan elastomer sejenis misalnya yang linier dan bercabang yang digunakan sebagai bahan dasar adesif sehingga pada spektrum FTIR tidak terdeteksi (3). Selain dari pada itu terlihat pula puncak dari titik leleh (T_m) antara 43 - 48 $^{\circ}\text{C}$ untuk kelima adesif, yang dikaitkan dengan struktur trans dari polikloroprena pada fasa kristalin. Bila dibandingkan dengan harga T_g dan T_m yang pernah dilaporkan di literatur (4,5), yaitu -45 dan 58 - 63 $^{\circ}\text{C}$, maka untuk harga T_m dari kelima adesif berbeda antara 5 - 15 $^{\circ}\text{C}$, hal ini mungkin disebabkan adanya sisa oligomer/plastisator yang mempunyai sifat kompatibel terhadap bahan dan mengakibatkan penurunan titik leleh. Dari informasi sekunder didapatkan untuk polikloroprena harga parameter kelarutan (δ) = 8,2 - 9,4 (cal cm^{-3})^{0,5} atau 16,74 - 19,13 (kJ m^{-3})^{0,5} dan tegangan permukaan kritis (γ_c) = 38 dyne cm^{-1} atau mN m^{-1} (4).

Untuk campuran polimer biasanya digunakan aditif sehingga diperoleh kompon atau campuran yang kompatibel yang akan mempengaruhi harga tegangan permukaan

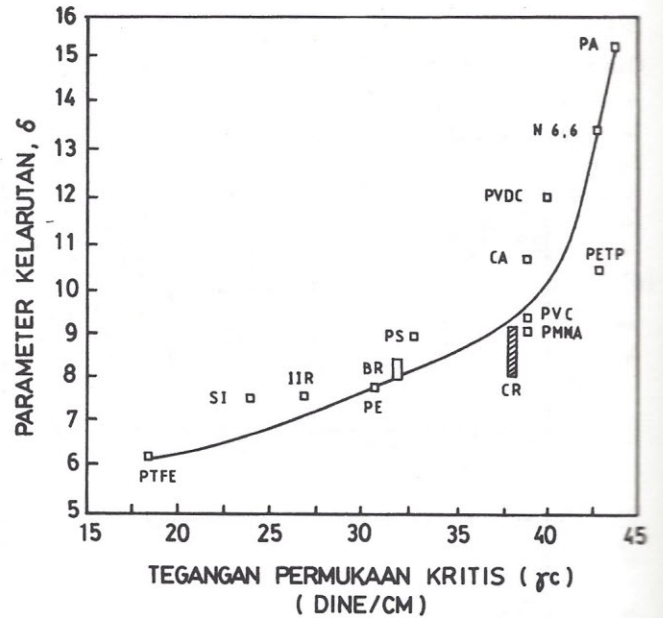
kritis (γ_c) dari campuran. Untuk pengembangan formulasi lebih lanjut perlu memperhatikan tegangan permukaan kritis (γ_c) dan parameter kelarutan (δ) dari bahan yang akan digunakan.



Gambar 2. Termogram DSC dari kelima polimer isolat.

Gambar 3 menunjukkan hubungan antara δ dan γ_c , dimana polaritas dan adanya ikatan hidrogen yang semakin meningkat akan menaikkan parameter kelarutan δ lebih cepat dari pada tegangan permukaan kritis γ_c . Diagram ini memberikan petunjuk praktis dalam melakukan formulasi

adesif artinya tegangan permukaan dari sistem adesif yang dibuat harus lebih kecil dari γ_c permukaan zat padat/polymer yang akan direkatkan. Gambar ini juga memberikan visualisasi polymer mana saja yang mempunyai harga parameter kelarutan yang sama, artinya dapat menghasilkan campuran yang kompatibel. Misalnya diharapkan polikloroprena dapat dicampur dengan polimetilmetakrilat, polistirena dan polibutadiena dan menghasilkan harga tegangan permukaan kritis yang berbeda yaitu diantara harga tegangan permukaan kritis masing-masing bahan asalnya.



Gambar 3. Hubungan tegangan permukaan kritis dan parameter kelarutan (δ) dari beberapa bahan adesif.

Keterangan :

- PA = poliakrilonitril
- N 6,6 = nilon 6,6
- PVDC = polivinilidina klorida
- CA = selulosa asetat
- PETP = polietilena tereftalat
- PVC = polivinil klorida
- PMMA = polimetil metakrilat
- PS = polistirena
- BR = polibutadiena
- PE = polietilena
- CR = polikloroprena
- IIR = karet butil
- SI = silikon, polidimetil
- PTFE = politetrafluoroetilena

KESIMPULAN

Dari hasil percobaan ini dapat disimpulkan bahwa :

1. Konsentrasi adesif dari larutan polymer dari contoh yang diteliti adalah 17-26 g/100 g pelarut.
2. Polymer yang digunakan untuk kelima adesif tersebut adalah polikloroprena dengan $T_g = -40 - -43^\circ\text{C}$ dan

- $T_m = 43 - 48^\circ\text{C}$, dimana tiga adesif menunjukkan adanya campuran polimer seperti ditunjukkan oleh adanya dua titik transisi gelas. Titik transisi gelas (T_g) kedua mempunyai harga 1,4 - 13,5°C.
3. Berat molekul rata-rata viskositas dari polimer mempunyai dua harga yaitu : \bar{M}_v ; 115.000 - 146.000 dan \bar{M}_w : 357.000 - 425.000 dengan rasio \bar{M}_w/\bar{M}_n berkisar antara 1,7 - 4,4.
 4. Data sekunder tentang kurva empiris tegangan permukaan terhadap parameter kelarutan berbagai polimer, yang menyebutkan antara lain : harga parameter kelarutan (δ) polikloroprena 8,2 - 9,4 (cal cm⁻³)^{0,5} atau 16,74 - 19,13 (kJ m⁻³)^{0,5} dan tegangan permukaan kritis (γ_c) 38 dyne cm⁻¹ atau mN m⁻¹, sangat berguna sebagai petunjuk dalam formulasi adesif maupun aplikasinya.

PUSTAKA

1. I. Skeist, Handbook of adhesives, 2nd edition, van Nostrand Reinhold Co, NY, 1977, pp. 3-16
2. A.W. Adamson, *Physical Chemistry of Surfaces*, 2nd edition, Interscience Publ. John Wiley & Sons, NY., 1967, pp. 366-388.
3. A.F. Barton, *Handbook of Solubility Parameters and Other Cohesion Parameters*, CRC Press, Inc., Boca Raton, Florida, 1985, pp. 245-315.
4. J. Brandup, and E.H. Immergut, (Eds.), *Polymer Handbook*, 2nd edition, John Wiley and Sons, New York, 1975.
5. F.W. Billmeyer Jr., *Textbook of Polymer Science*, 3rd ed., John Wiley and Sons, New York, 1984, pp. 151-180.
6. Annual Book of ASTM Standards, Part 37, D 3677, 1981.
7. C.J.Creswell, O.A.Runquist dan M.M.Campbell, *Analisa Spektrum Senyawa Organik*, Penerbit ITB, Bandung, 1982, pp. 342-345.
8. O.A. Battista, *Fundamental of High Polymers*, Reinhold Publishing New York, 1958, pp. 74-80

Proceedings dan majalah berikut ini dapat dipesan pada Dr. Julia Kantasubrata d/a HKI, Puslitbang Kimia Terapan-LIPI

DAFTAR HARGA PROCEEDINGS/MAJALAH DI UNION SHOP HKI

NO.	NAMA	HARGA JUAL
1.	Proceedings of the ASEAN-EC workshop on the scale up, cost evaluation and technology transfer of biotechnological processes.	Rp 12.500,-
2.	Proceedings on the first ASEAN workshop on biochemical engineering.....	Rp 12.500,-
3.	Proceedings lokakarya pertama evaluasi biologi kimia dan fisika limbah lignosellulosa	Rp 7.500,-
4.	Proceedings of the first ASEAN workshop on the technology of animal feed production utilising foodwaste materials.....	Rp 7.500,-
5.	Invited papers presented at the first ASEAN workshop on the technology of animal feed production utilising foodwaste materials	Rp 7.500,-
6.	Proceedings of the second ASEAN workshop on the technology of animal feed production utilising foodwaste materials.....	Rp 12.500,-
7.	ASEAN bibliography on fermentation technology	Rp 7.500,-
8.	Biogasification of various organic residues the ASEAN region.....	Rp 5.000,-
9.	Proceedings of the first ASEAN seminar workshop on biogas technology (+ supplementary information).....	Rp 12.500,-
10.	Buletin Limbah Pangan	Rp 1.500,-
11.	Proceedings of the First ASEAN Workshop on solid substrate fermentation	Rp 7.500,-
12.	Proceedings of the second ASEAN workshop on food analytical techniques	Rp 7.500,-
13.	Jurnal Kimia Terapan 1991-1992.....	Rp 3.500,-
14.	Warta Kimia Analitik	Rp 2.000,-