



GRAFTING POLIPROPILENA DENGAN MALEAT ANHIDRIDA SEBAGAI PENGIKAT SILANG DENGAN INISIATOR BENZOIL PEROKSIDA

Tengku Rachmi Hidayani , Khairul Akli, Selfa Dewati Samah

Politeknik ATI Padang
Jl.Bungo Pasang Tabing Padang 25171 (0751-7055053 – 081374388030)
e-mail : rachmihidayani@gmail.com
DOI : 10.24036/eksakta/vol19-iss01/127

ABSTRACT

A research on the functionalization of polypropylene, maleic anhydride (MA) with the initiator benzoyl peroxide (BPO) through reflux method . Grafting reaction was carried out by refluxing method using xylene solvent at a temperature of 160oC with variations in composition (w / w) PP : MA : BPO , 97 : 1 : 2 , 95 : 3 : 2 , 92 : 6 : 2 , 89 : 9 : 2 , and 86 : 12 : 2 . The next is the determination of the degree of grafting by the method of titration and FTIR spectra analysis to determine the presence of maleic anhydride grafted polypropylene chain . The results showed that the grafting of maleic anhydride in polypropylene can occur and the weight ratio of the mixture PP : MA : BPO (95 : 3 : 2) is the highest degree of grafting of maleic anhydride.

Keywords : Polypropylene, Maleic Anhydride, Reflux, Functionalization

PENDAHULUAN

Polipropilena merupakan polimer termoplastik yang penting dan luas penggunaannya disamping polietilena dan polivinil klorida. Perkembangan berbagai variasi dan luasnya jenis penggunaannya, maka memungkinkan untuk memanipulasi dengan berbagai aditif untuk mendapatkan bahan polimer yang dapat dipakai untuk berbagai keperluan lainnya.

Fungsionalisasi yang mungkin dari polipropilena (baik polimer ataktik ataupun isotaktik) oleh monomer-monomer polar merupakan suatu cara yang efektif untuk meningkatkan kepolaran dari polipropilena tersebut. Dan kenyataannya berbagai jenis dari polimer-

polimer yang tergrafting telah digunakan secara luas untuk memperbaiki adhesi permukaan antara komponen pada campuran polimer. Modifikasi dari polipropilena isotaktik dan ataktik juga digunakan secara luas untuk meningkatkan penggunaan dari bahan-bahan mekanik dari komposit yang berbahan dasar polipropilena dan juga meningkatkan kekuatan dari komposit tersebut. (Collar, E.P., 1997)

Metode grafting terbagi empat diantaranya yaitu mekanisme ionik, mekanisme koordinasi, mekanisme coupling dan mekanisme radikal bebas yang terdiri dari metode kimia, fotografiting, radiasigrafting,

plasmagrafting dan kimia mekanik grafting. Dimana pada metode kimia radikal bebas dilepaskan oleh inisiator seperti benzoil peroksida (BPO) atau azobisisobutironitril (AIBN). (Singh, R.P., 1992).

Polipropilena adalah suatu polimer yang bersifat non polar. Polipropilena ini dapat diubah sifat non polarnya menjadi polar dengan cara menggrafting gugus fungsi polar kedalam rantainya dengan adanya suatu inisiator. Modifikasi suatu polimer dengan teknik grafting melibatkan pembentukan situs aktif berupa radikal bebas atau ion terlebih dahulu pada polimer induk. Pembentukan situs aktif dapat dilakukan dengan metode kimia dan fisika. Dengan metode kimia, radikal terbentuk pada polipropilena akibat abstraksi atom hidrogen oleh radikal inisiator seperti benzoil peroksida (BPO). (Afriando, 2009)

Penentuan derajat grafting maleat anhidrida pada beberapa polipropilena yang tergrafting dengan maleat anhidrida komersil dapat dilakukan dengan metode titrasi dan fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) untuk melihat gugus fungsi maleat anhidrida yang tergrafting pada polipropilena. (M. Sclavon, 1996)

Oleh karena itu, penulis berkeinginan meningkatkan kepolaran dari polipropilena dengan cara mendegradasi polipropilena dengan benzoil peroksida (BPO), selanjutnya polipropilena yang terdegradasi dapat digrafting dengan maleat anhidrida (MA). Diharapkan pada aplikasi selanjutnya dapat dijadikan sebagai bahan coupling agent dalam pembuatan komposit dengan serat alam.

METODE PENELITIAN

Penelitian ini bersifat eksperimen laboratorium, yaitu untuk memodifikasi struktur polimer polipropilena dilakukan beberapa tahap yaitu:

1. Proses degradasi polipropilena dengan inisiator benzoil peroksida dengan waktu penambahan inisiator benzoil peroksida selama 5 menit yang dilakukan dalam internal mixer pada suhu 170°C
2. Proses grafting maleat anhidrida kedalam polipropilena terdegradasi dengan perbandingan polipropilena terdegradasi (PPd): maleat anhidrida (MA) : benzoil peroksida (BPO) yaitu (97%;1%:2%),(95%:3%:2%),(92%:6%:2%),(89%:9%:2%), dan (86%:12%:2%) dengan penambahan inisiator benzoil peroksida selama 5 menit yang dilakukan dalam internal mixer pada suhu 165oC.
3. Proses Pemurnian PP-g-MA dengan cara merefluks PP-g-MA dengan 100 ml xylene sampai larut, setelah larut ditambahkan 40 ml aseton dan disaring. Endapannya dicuci dengan metanol berulang-ulang, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 120oC selama 6 jam.
4. Proses penghitungan derajat grafting dengan metode titrasi dengan cara endapan yang telah murni direfluks kembali dengan 100 ml xylene sampai larut. Setelah larut ditambahkan 1 tetes air dan refluks kembali selama 15 menit. Kemudian ditambahkan 3 tetes indikator fenoftalein dan dititrasi dengan KOH 0.05 N dalam keadaan panas. Dihentikan titrasi saat terjadi perubahan warna menjadi merah rose.

5. Proses perekaman spektra FTIR pada PPD-g-MA dengan derajat grafting tertinggi
6. Proses penentuan titik leleh dengan metode DTA

Variabel-variabel yang digunakan adalah :
 Variabel bebas : Konsentrasi polipropilena terdegradasi dan maleat anhidrida dalam campuran PPD:MA:BPO

Variabel terikat : 1. Derajat grafting maleat anhidrida pada polipropilena
 2. Suhu titik lebur

PP-g-MA
 3. Gugus Fungsi maleat anhidrida pada polipropilena

Variabel tetap :
 1. Benzoil peroksida (BPO) 2%

2. Waktu penambahan benzoil peroksida (BPO) selama 5 menit
3. Suhu internal mixer untuk proses degradasi 170oC
4. Suhu internal mixer pada saat proses grafting 165°C

HASIL DAN PEMBAHASAN

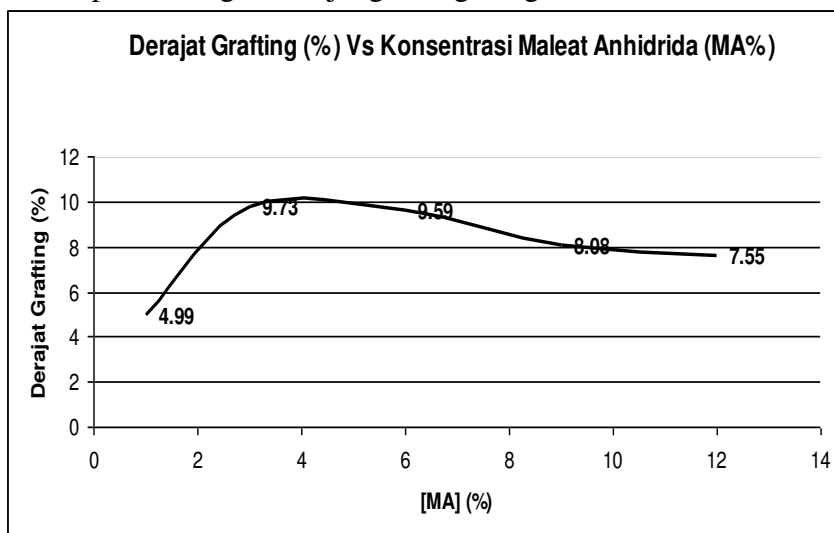
1.1 Hasil Pencampuran Polimer

Pada penelitian ini dilakukan pencampurn antara polipropileno terdegradasi (PPd), maleat anhidrida (MA), dan benzoil peroksida (BPO). Hasil pencampuran variasi komposisi campuran dapat dilihat pada tabel 3.1

Tabel 3.1 Data Hasil Pencampuran Polimer

No.	Sampel PPd (%)	MA (%)	BPO (%)	Berat Endapan (gram)	Volume KOH 0,05N (ml)	Derajat Grafting (%)
1	97	1	2	1,08	2,2	4,99
2	95	3	2	0,83	3,3	9,73
3	92	6	2	0,97	3,8	9,59
4	89	9	2	1,09	3,6	8,08
5	86	12	2	0,94	2,9	7,55

Grafik perbandingan derajat grafting dengan konsentrasi MA terlihat pada gambar 3.1



[MA] (%)	Derajat Grafting (%)
1	4,99
3	9,73
6	9,59
9	8,08
12	7,55

Gambar 3.1 Grafik perbandingan derajat grafting dengan konsentrasi MA

3.2. Perhitungan

$$\text{Bilangan Asam} = \frac{\text{ml KOH} \times N \text{ KOH} \times 56,1}{\text{Berat Endapan(g)}}$$

$$\text{Derajat Grafting} = \frac{\text{Bilangan Asam} \times 98}{2 \times 56,1}$$

Untuk sampel 1 diperoleh volume KOH = 2,2 ml dan berat endapan = 1,08 g, maka dari rumus diatas diperoleh :

$$\text{Bilangan Asam} = \frac{2,2 \times 0,05 \times 56,1}{1,08} = 5,71$$

$$\text{Derajat Grafting} = \frac{5,71 \times 98}{2 \times 56,1} = 4,99 \%$$

Dengan cara yang sama untuk sampel PP-g-MA 2,3,4 dan 5 diperoleh hasil :

Derajat grafting sampel 2 = 9,73 %

Derajat grafting sampel 3 = 9,59 %

Derajat grafting sampel 4 = 8,08 %

Derajat grafting sampel 5 = 7,55 %

3.3. Pembahasan

Reaksi radikal bebas dari monomer kedalam hidrokarbon (polyolefin) adalah jenis inisiasi melalui alkoksi radikal yang dibentuk dari dekomposisi peroksida. Pencangkakan maleat anhidrida kedalam polipropilena terjadi ketika polimer tersebut menjadi radikal oleh adanya suatu inisiator. Bentuk formasi pencangkakan maleat anhidrida kedalam polipropilena dapat berupa disproporsionasi dan cross-linking. Semakin banyak jumlah maleat anhidrida tergrafting pada polipropilena maka semakin tinggi juga derajat graftingnya, dimana penghitungan derajat grafting dilakukan dengan titrasi.

3.3.1. Pengaruh Konsentrasi Maleat Anhidrida Terhadap Derajat Grafting

Pengaruh konsentrasi maleat anhidrida terhadap derajat grafting dapat dilihat pada tabel dibawah ini :

Tabel 3.3.1 Perbandingan Konsentrasi Maleat Anhidrida terhadap Derajat Grafting

Konsentrasi MA (%)	Derajat Grafting (%)
1	4,99
3	9,73
6	9,59
9	8,08
12	7,55

Penentuan derajat grafting maleat anhidrida pada polipropilena dilakukan dengan cara titrasi. Dari hasil penelitian yang tertera pada tabel 2.3.1, persentase derajat grafting maksimum terjadi pada konsentrasi maleat anhidrida 3%. Dan persentase derajat grafting menurun ketika konsentrasi maleat anhidrida terus bertambah sampai 12%. Ini disebabkan karena terjadinya homopolimerisasi, yang menyebabkan monomer-monomer maleat anhidrida cenderung membentuk diri polimer sendiri dibandingkan menempel pada rantai polipropilena. Hasil ini didukung oleh Mousa Ghaemy yang telah meneliti proses grafting maleat pada polietilena. (Mousa, G. 2002)

3.3.2. Analisa FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy) dari campuran

PPd/MA/BPO dengan Derajat Grafting Maksimum

Penerapan Spektroskopi inframerah pada penelitian dilakukan untuk mengetahui perbedaan gugus-gugus fungsi yang terdapat pada polipropilena murni dan polipropilena yang tergrafting maleat anhidrida . Dimana gugus-gugus fungsi tersebut

mempunyai frekuensi yang khas. Hasil dari spektrum FTIR dari polipropilena murni dengan polipropilena yang tergrafting maleat anhidrida sebelum dan sesudah pemurnian dapat dilihat pada lampiran 1.a, 1.b dan 1.c. Bilangan gelombang FTIR polipropilena murni dapat dilihat pada tabel dibawah ini :

Tabel 3.3.2. Bilangan Gelombang Polipropilena

Sampel	Bil. Gelombang (cm ⁻¹)	Gugus Fungsi
Polipropilena	2862,36	CH ₃
	2839,22	CH ₂
	2924,09	CH

Bilangan gelombang FTIR dari PP-g-MA sebelum pemurnian dengan derajat grafting maksimum dapat dilihat pada tabel dibawah ini :

Tabel 3.3.2. Bilangan Gelombang PP-g-MA sebelum pemurnian dengan derajat grafting maksimum

Sampel	Bil. Gelombang (cm ⁻¹)	Gugus Fungsi
PP-g-MA (sebelum pemurnian)	2839,22	CH ₃
	2723,49	CH ₂
	1604,77	C=C
	1712,79	C=O

Bilangan gelombang FTIR dari PP-g-MA setelah pemurnian dengan derajat grafting maksimum dapat dilihat pada tabel dibawah ini :

Tabel 3.3.3. Bilangan Gelombang PP-g-MA setelah pemurnian dengan derajat grafting maksimum

Sampel	Bil. Gelombang (cm ⁻¹)	Gugus Fungsi
PP-g-MA (setelah pemurnian)	2924,09	CH ₃
	2954,95	CH
	1720,50	C=O

Dari tabel 3.3.2 dan 3.3.3 hasil spektra FTIR menunjukkan telah terjadi interaksi antara Polipropilena (PP), maleat anhidrida (MA) dan benzoil peroksida (BPO). Hal ini ditunjukkan dengan munculnya puncak serapan yang khas pada bilangan gelombang 1712,79 cm⁻¹ untuk gugus karbonil dari maleat anhidrida pada PP-g-MA sebelum pemurnian dan 1720,50 cm⁻¹ setelah pemurnian. Dan pada hasil spektra FTIR

dari PP-g-MA setelah pemurnian tidak ditemukannya gugus C=C, ini menunjukkan bahwa setelah pemurnian polipropilena yang tidak tergrafting telah larut pada proses pemurnian.

3.3.3. Analisa DTA (Diffrensial Thermal Analysis) dari campuran PPd/MA/BPO dengan Derajat Grafting Maksimum

Penerapan analisis thermal diffrensial pada penelitian ini untuk

mengetahui perubahan sifat-sifat khusus panas dari suatu bahan sampel, dengan mengukur perbedaan temperatur diantara sampel dengan suatu bahan pembanding yang stabil terhadap perubahan panas. Dimana pada penelitian ini sampel yang digunakan adalah polipropilena murni, PP-g-MA sebelum dan sesudah pemurnian dengan derajat grafting maksimum dan bahan pembanding yang digunakan adalah Al_2O_3 .

Dari termogram DTA yang dapat dilihat pada lampiran 2.a, 2.b dan 2.c dapat dilihat perubahan titik lebur pada polipropilena murni dengan PP-g-MA sebelum dan sesudah pemurnian dengan derajat grafting maksimum, dimana pada polipropilena murni titik lelehnya yaitu $165^{\circ}C$ dengan temperatur terdekomposisi sebesar $350^{\circ}C$ dan pada PP-g-MA baik sebelum ataupun sesudah pemurnian dengan derajat grafting maksimum titik lelehnya menurun menjadi $150^{\circ}C$ dengan temperatur terdekomposisi sebesar $400^{\circ}C$

Perubahan sifat dari polipropilena murni dan PP-g-MA sebelum dan sesudah pemurnian dengan derajat grafting maksimum diduga karena adanya proses degradasi yang menyebabkan terputusnya rantai polimer dari polipropilena.

KESIMPULAN

1. Reaksi grafting antara maleat anhidrida dengan polipropilena dapat terjadi yang dibuktikan dengan adanya serapan yang khas pada spektra FTIR dari setiap bahan campuran
2. Derajat grafting maksimum dihasilkan dari konsentrasi maleat

anhidrida sebesar 3% pada polipropilena

3. Perubahan titik leleh dari polipropilena murni dan PP-g-MA sebelum dan sesudah pemurnian dengan derajat grafting tertinggi dibuktikan dengan analisa DTA, dimana titik leleh dari polipropilena murni yaitu sebesar $165^{\circ}C$ dan titik leleh dari PP-g-MA sebelum dan sesudah pemurnian sebesar $150^{\circ}C$

DAFTAR PUSTAKA

- Afriando.2009.*Pengaruh Konsentrasi Benzoil Peroksida Pada Degradasi Thermal Poilipropilena*. Medan : USU.
- Allen, N.S. 1983. *Degradation and Stabilisation Of Polyolefins*. London : Applied Science Publishers
- Arifin, 1996. *Sintesis Kopolimer Stirena Maleat Anhidrida dan Karakterisasinya*. Tesis PPS Kimia. Bandung : Institut Teknologi Bandung Press.
- Billmeyer, F.W. 1962. *Textbook Of Polymer Science*. Second Edition. New York : John Wiley and Sons
- Collar, E.P.1997. *Chemical Modification of Polypropylenes by Maleic Anhydride Influence of Stereospecificity and Process Conditions*. Spain :Departemento de Fisica e Ingeniarta de Polimeros
- Cowd, M.A. 1991. *Kimia Polimer*. Bandung : Penerbit ITB
- Gachter,M., 1990. *Plastic Additives Handbook*. Third Edition. Munich: Hanser Publisher.

- Hartomo, A.J., 1995. *Penuntun Analisis Polimer Aktual*. Yogyakarta : Penerbit Andi
- Hartomo, A.J., 1996. *Polimer Mutakhir*. Yogyakarta : Penerbit Andi
<http://id.wikipedia.org/wiki/maleat>
anhidrida
<http://en.wikipedia.org/wiki/Polypropylene>
- Hummel, D.O., 1985. *Infrared Spectra Polymer in the Medium and long Wavelength Region*. London : John Wiley and Sons
- Sastrohamidjojo, H. 1992. *Spektroskopi Inframerah*. Yogyakarta : Penerbit Liberty
- Saihi, D. 2001. *Graft Copolymerization of a Mixture of Perfluorooctyl-2 Ethanol Acrylic and Stearyl Methacrylate Onto Polyester Fibers Using Benzoyl Peroxide as Initiator*. France : Ecole Nationale Supérieure des Arts et Industries de Strasbourg.
- Sclavons, M., 1996. *The Anhydride Content of Some Commercial PP-g-MA: FTIR and Titration*. Belgium ; John Wiley and Sons.
- Singh, R.P. 1992. *Surface Grafting Onto Polypropylene A Survey of Recent Developments*. India : National Chemical Laboratory.
- Stein, S., 1986. *Penyelidikan Spektrometri Senyawa Organik*. Edisi keempat. Jakarta : Erlangga.
- Seymour, 1984. *Structure-Property Relationship in Polymer*. New York : Plenum Press.
- Steven, M.P. 2001. *Kimia Polimer*. Jakarta : PT. Pradnya Paramita.
- Strepikheyev, A., 1971. *A First Course in Polymer Chemistry*. Moscow : MIR Publishers
- Wirjosentono, B. 1998. *Struktur dan Sifat Mekanis Polimer*. Medan : Intan Dirja Lela Press