

APLIKASI POLIETILENA GLIKOL SEBAGAI *PHASE CHANGE MATERIAL* (PCM) PADA KAIN CAMPURAN POLIESTER/CATIONIC DYEABLE POLYESTER DAN POLIESTER/RAYON

APPLICATION OF POLYETHYLENE GLYCOL AS PHASE CHANGE MATERIAL (PCM) ON POLYESTER/CATIONIC DYEABLE POLYESTER AND POLYESTER/RAYON BLEND FABRICS

Jakariya Nugraha, Doni Sugiyana, Tatang Wahyudi

Balai Besar Tekstil, Jalan Jenderal Ahmad Yani No. 390 Bandung 40272

Telp. (022) 7206214, 7206215, Fax (022) 7271288

E-mail: bbt@kemenperin.go.id

Tanggal diterima: 31 Desember 2019, direvisi: 18 Desember 2020, disetujui terbit: 18 Desember 2020

ABSTRAK

Pada saat ini pengembangan produk tekstil fungsional cukup pesat, salah satunya adalah produk tekstil fungsional yang memiliki sifat *thermo-regulating*. Untuk maksud tersebut, pada penelitian ini telah dilakukan penerapan *phase change material* (PCM) yang berbasis polietilena glikol (PEG) pada kain campuran poliester/*cationic dyeable polyester* (CDP) dan campuran poliester/rayon (T/R) dengan cara *pad-dry-cure*. Formula PCM yang digunakan merupakan campuran PEG (berat molekul 1000) 5%/ N-metiloldihidroksietilenurea (N-MDHEU) 3%/ katalis $MgCl_2$ 0,3 % dalam suasana asam. Karakterisasi dan pengujian kain hasil percobaan dilakukan dengan menggunakan *fourier transform infrared* (FTIR), *scanning electron microscope* (SEM) dan *differential scanning calorimeter* (DSC). Hasil penelitian menunjukkan bahwa kain poliester/CDP yang diberi perlakuan memiliki aktivitas termal dengan nilai $T(m) = 36,95^\circ C$, $\Delta H_f = 4,98$ J/g dan $T(c) = 20,06^\circ C$, $\Delta H_c = 5,30$ J/g, sedangkan kain T/R yang juga diberi perlakuan mempunyai aktivitas termal dengan nilai $T(m) = 34,56^\circ C$, $\Delta H_f = 0,079$ J/g, dan $T(c) = 19,49^\circ C$, $\Delta H_c = 0,024$ J/g. Hasil uji pencucian terhadap kain hasil percobaan menunjukkan hasil yang belum optimal, dimana pada uji pencucian yang setara dengan 1 kali pencucian rumah tangga menunjukkan PCM masih terdegradasi dari permukaan kain.

Kata kunci: polietilena glikol, *phase change materials*, poliester/*cationic dyeable polyester*, poliester/rayon.

ABSTRACT

Functional textiles products are developing quite rapidly, one of the examples is the development of functional textile with thermo-regulating property. For this purpose, a research on the application of phase change material (PCM) of polyethylene glycol (PEG) based onto polyester/cationic dyeable polyester (CDP) and polyester/rayon blend fabrics by pad-dry-cure method were carried out. The formula of PCM used in this study consists of 5% PEG (molecular weight 1000), 3% N-methyloldihydroxyethyleneurea (N-MDHEU), and 0.3% $MgCl_2$ as catalyst under acidic condition. Characterization and testing of the treated fabrics were performed using Fourier transform infrared (FTIR), scanning electron microscope (SEM), and differential scanning calorimeter (DSC). The results showed that the treated polyester/CDP fabric had thermal activity with the values of $T(m) = 36.95^\circ C$, $\Delta H_f = 4.98$ J/g, and $T(c) = 20.06^\circ C$, $\Delta H(c) = 5.30$ J/g, while the treated T/R fabric had thermal activity with $T(m) = 34.56^\circ C$, $\Delta H_f = 0.079$ J/g, and $T(c) = 19.49^\circ C$, $\Delta H_c = 0.024$ J/g. Durability to washing of both fabrics treated with PCM has not given the optimum result, considering in the washing test equivalent to 1 time of household washing, the treated fabrics showed degradation of PCM from the surface of the fabrics.

Keywords: polyethylene glycol, *phase change materials*, polyester/*cationic dyeable polyester*, polyester/rayon.

PENDAHULUAN

Pengembangan tekstil fungsional dan tekstil cerdas saat ini telah banyak dilakukan, diantaranya dengan cara mengaplikasikan bahan *phase change materials* (PCM) untuk menghasilkan tekstil yang mempunyai kemampuan pengaturan panas atau yang lebih dikenal dengan *thermoregulated textiles*. Suatu

material PCM mempunyai kemampuan menyerap/melepaskan panas laten yang disertai perubahan fisik dari bentuk padat ke bentuk cair atau sebaliknya ketika suhu lingkungan mengalami perubahan. Berbagai jenis PCM tersedia dalam bentuk senyawa organik maupun anorganik, namun demikian, penggunaannya dalam bidang tekstil

cenderung dalam bentuk senyawa organik seperti polietilena glikol dan parafin.¹⁻⁵

Polietilena glikol (PEG) merupakan salah satu kandidat bahan yang dapat digunakan sebagai PCM untuk diaplikasikan pada kain atau bahan tekstil. Berbagai teknik penerapan PEG sebagai PCM pada kain atau bahan tekstil dapat dilakukan dengan berbagai macam teknik seperti *pad-dry-cure* dan *electrospinning*.⁶⁻¹⁰ Cara mengaplikasikan PEG pada bahan tekstil dapat dilakukan secara langsung dengan bantuan bahan pengikat silang (*crosslinking agent*) atau melalui proses enkapsulasi terlebih dahulu, proses *grafting*, dan kopolimerisasi.¹¹⁻¹⁴ Dari sekian banyak teknik penerapan PEG sebagai bahan PCM pada kain/tekstil, teknik *pad-dry-cure* merupakan teknik yang cukup sederhana dan teknik ini masih banyak digunakan dalam proses penyempurnaan (*finishing*) di industri tekstil hingga saat ini.

Penelitian penerapan bahan polietilena glikol (PEG) sebagai bahan PCM pada tekstil telah diawali oleh Vigo dan Frost (1985) menggunakan PEG (berat molekul 600 dan 3360) dan material plastik dimetilpropanadiol/hidroksi metil propanediol.⁶ Penelitian ini menemukan bahwa kain dengan aplikasi PCM menghasilkan sifat *thermoregulated* lebih tinggi 2-2,5 kali dibanding kain tanpa aplikasi PCM.⁶ Penelitian lanjutan dilakukan dengan aplikasi PEG (berat molekul 1000/1450) dan bahan pengikat silang *dimethylol dihydroxyethyleneurea* (DMDHEU) dan katalis $MgCl_2$ pada kain kapas dan campurannya dengan poliester serta polipropilen.¹⁵ Hasil penelitian ini menyimpulkan bahwa kondisi proses *curing* berpengaruh terhadap kandungan panas laten serta $T(m)$ dan $T(c)$ yang dihasilkan.¹⁵

Dalam penelitian ini dilakukan aplikasi PEG (BM 1000) pada kain campuran poliester/*cationic dyeable polyester* (CDP) dan poliester/rayon (T/R) dengan bantuan *crosslinking agent* N-metiloldihidroksietilenurea (N-MDHEU) serta katalis $MgCl_2$ menggunakan metoda *pad-dry-cure*. Metode tersebut digunakan mengingat kelayakannya pada saat ini untuk dilakukan di industri tekstil.

METODE

Bahan dan peralatan penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini kain campuran poliester/*cationic dyeable polyester* (CDP) jenis anyaman *twill* dengan gramasi 172 g/m², kain campuran poliester/rayon (T/R) anyaman polos 1/1 dengan gramasi 213,3 g/m². Sedangkan bahan kimia terdiri atas polietilena glikol (BM 1000), $MgCl_2$ dan asam sitrat produksi Merck. *Crosslink agent* N-metilol dihidroksietilenurea (N-MDHEU) dan surfaktan nonionik berkualitas teknis produksi PT. Rudolf Chemicals.

Persiapan larutan PCM

Pembuatan larutan katalis $MgCl_2$ /asam sitrat (rasio molar 5:1) dilakukan dengan melarutkan 101,65 gram $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ dan 21,01 gram asam sitrat dalam air demineralisasi hingga volume 100 mL. Formula larutan polietilena glikol (PEG) dibuat dengan melarutkan 50 gram PEG (BM 1000) dengan sedikit air, kemudian ditambah 30 gram N-metiloldihidroksietilenurea (N-MDHEU) dan 3 gram larutan katalis $MgCl_2$ /asam sitrat, larutan terus diaduk dan diencerkan hingga volume 1000 mL.

Imobilisasi PCM pada kain

Percobaan imobilisasi PCM pada sampel kain dilakukan menggunakan pendekatan teknis yang telah dilakukan Vigo dkk (1985) yakni *pad-dry-cure*, mengingat cara ini masih relevan dengan teknis yang masih banyak digunakan di industri tekstil hingga saat ini.⁶ Sampel kain yang digunakan untuk percobaan dipotong dengan ukuran 30 x 40 cm kemudian direndam dalam formula larutan PEG selama kira-kira 1 menit sambil sesekali diaduk. Selanjutnya kain diproses *padding* (WPU 80-90%), *drying* (suhu 100°C selama 3 menit) dan *curing* (suhu 150°C selama 3 menit).

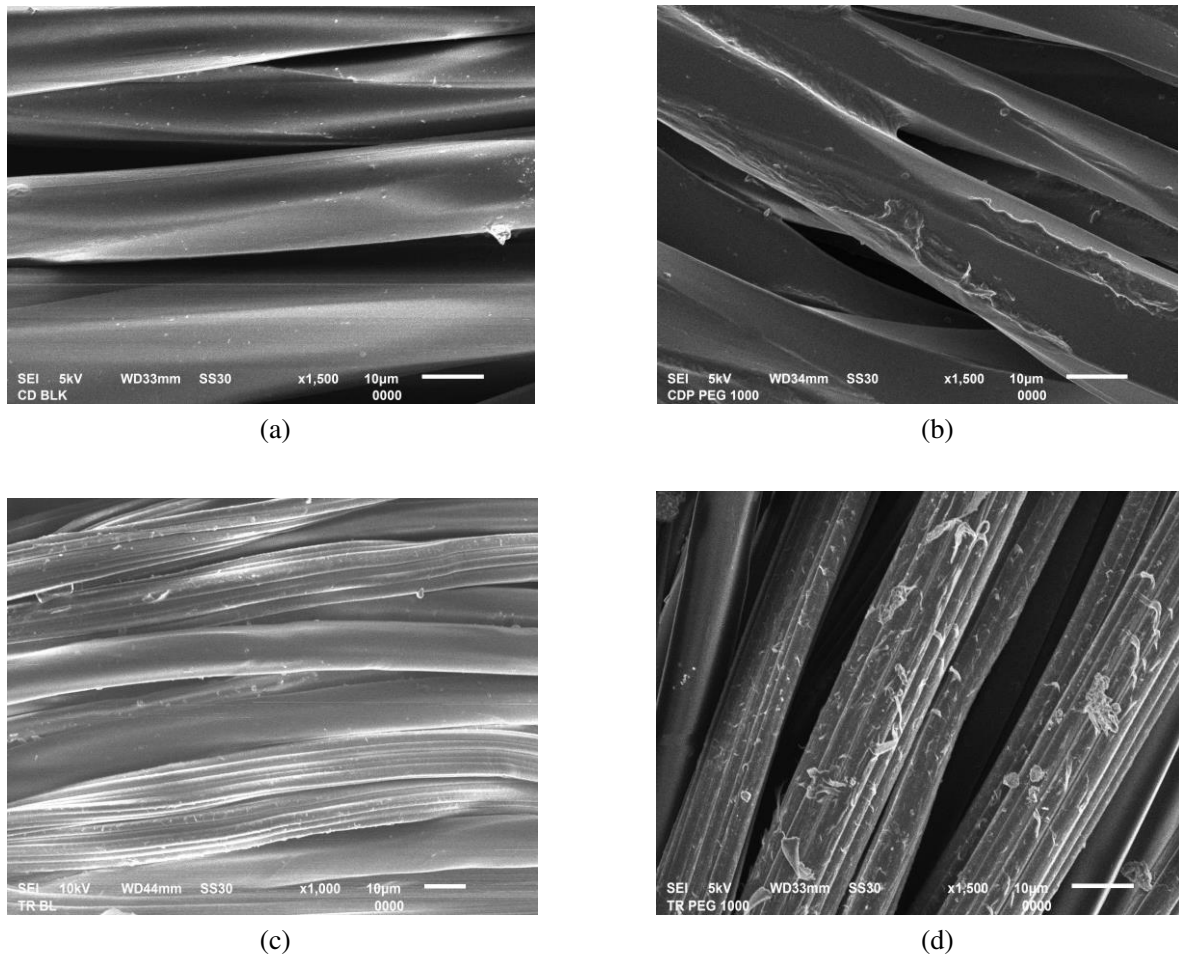
Karakterisasi dan Pengujian

Karakterisasi dan pengujian performa kain poliester dilakukan dengan SEM untuk melihat morfologi kain. Sifat termal kain diuji dengan menggunakan alat differential scanning calorimeter (DSC) dengan rentang suhu -30 – 80°C dan kecepatan 10°C/menit. Spektrometer *fourier transform infrared* (FTIR) digunakan untuk mengkarakterisasi gugus reaktif kain CDP serta kemungkinan adanya gugus baru yang muncul dari dari ikatan yang terjadi antara bahan yang digunakan dengan sampel kain. Pengujian tahan cuci PEG pada permukaan kain hasil percobaan dilakukan sesuai standar SNI ISO 105-C06.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Morfologi kain setelah perlakuan dengan PCM

Untuk memastikan adanya deposit PCM pada permukaan sampel kain, maka dilakukan pengamatan secara mikroskopik menggunakan SEM sebelum dan sesudah perlakuan imobilisasi PCM. Hasilnya memperlihatkan bahwa deposit PCM tampak melekat pada permukaan serat kain sebagaimana pada Gambar 1. Deposit PCM pada kain poliester/CDP tampak berupa lapisan yang menyalut seluruh serat (Gambar 1b), sedangkan pada permukaan kain T/R deposit PCM dengan jelas lebih menempel pada serat rayonnya.



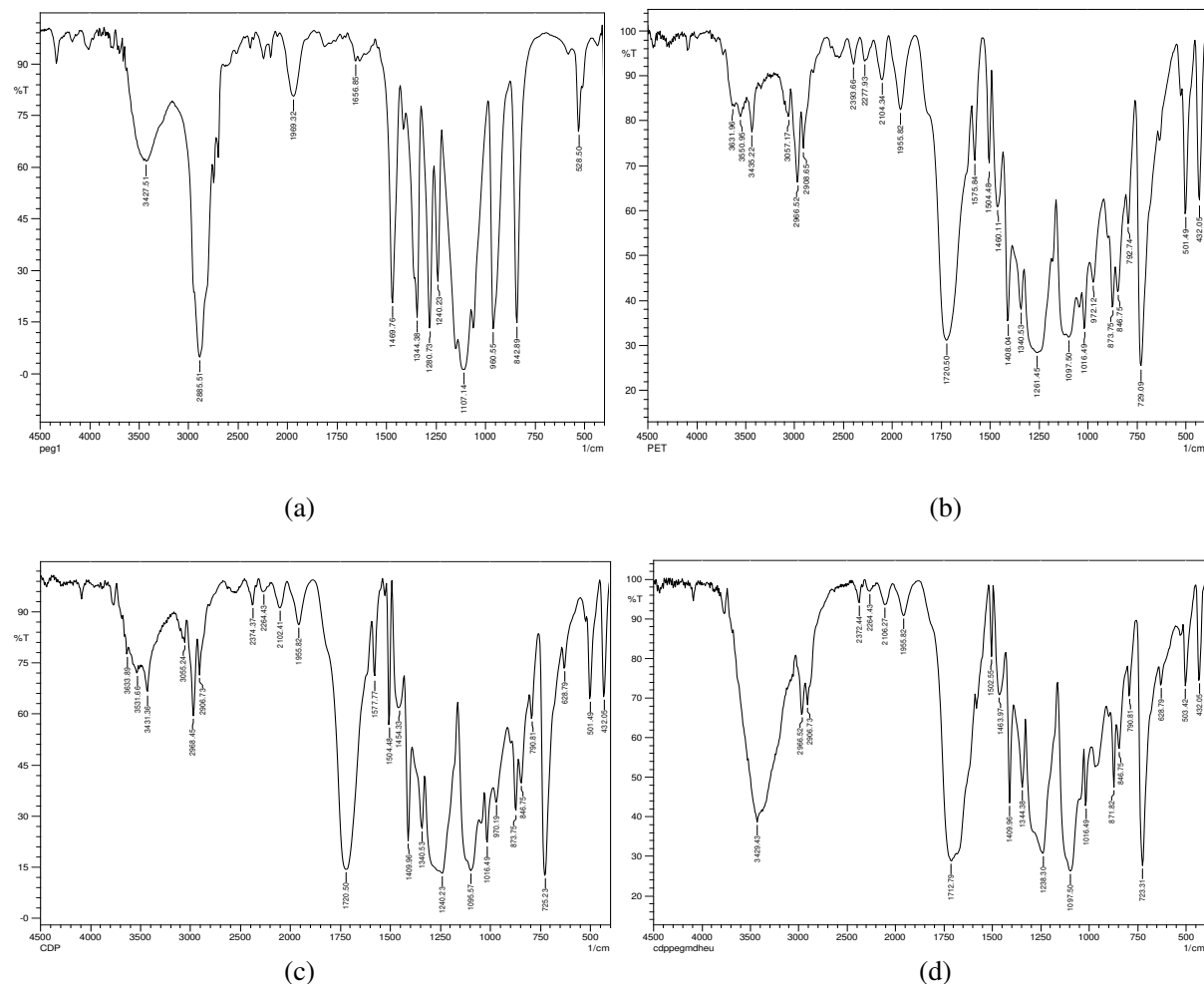
Gambar 1. Hasil SEM kain setelah perlakuan PCM (PEG 1000/N-MDHEU). a) Kain poliester/CDP (blanko), b) Kain poliester/CDP dengan perlakuan PCM, c) Kain T/R (blanko), dan d) Kain T/R dengan perlakuan PCM

Penambahan berat sampel kain hasil percobaan sebagai akibat perlakuan dengan PCM (PEG/N-MDHEU) menggunakan teknik *pad* (WPU 80%) - *dry* (100°C, selama 3 menit) - *cure* (150°C, selama 3 menit) dapat dilihat pada Tabel 1. Penambahan berat pada kain poliester/CDP setelah perlakuan PCM dibandingkan pada kain T/R menghasilkan nilai paling tinggi yakni sebesar 7,6%.

Hal ini diduga berhubungan dengan sifat gugus reaktif yang terkandung dalam jenis serat kainnya. Pada kain poliester/CDP gugus SO_3^- yang terkandung pada serat CDP berperan dalam melakukan ikatan silang dengan PEG/N-MDHEU, sedangkan pada kain T/R yang berperan adalah gugus OH yang berasal dari serat rayonna.

Tabel 1. Penambahan berat kain hasil perlakuan PCM (PEG 1000/N-MDHEU)

Jenis Kain	Berat Kain (g/cm^2)		Penambahan berat kain (%)
	Sebelum perlakuan PCM	Setelah perlakuan PCM	
Poliester/CDP	0,0172	0,0185	7,6
Poliester/ rayon (T/R)	0,0215	0,0222	3,3



Gambar 2. Spektra FTIR: a) Polietilen glikol, b) Kain poliester (PET), c) Kain campuran Poliester/CDP, d) Kain campuran poliester/CDP dengan perlakuan PEG dan N-MDHEU.

Dari hasil percobaan dapat disimpulkan bahwa ikatan silang yang terjadi pada kain poliester/CDP lebih baik dibanding dengan ikatan silang yang terjadi pada kain T/R.

Hasil uji FTIR

Hasil pengukuran spektra FTIR PEG dan kain hasil percobaan dapat dilihat pada Gambar 2. Gugus fungsi yang terkandung dan terbaca hampir seluruhnya sama dari bahan PEG sebagai PCM, poliester dan poliester/CDP (Gambar 2-a, 2-b dan 2-c) adalah gugus OH, ulur C-H alifatik, ulur C-O, dan tekuk C-O-H berturut-turut pada 3435 – 3431 cm^{-1} , 1344 – 1340 cm^{-1} dan 1261 – 1240 cm^{-1} . Regang – SO_3 dari CDP pada bilangan gelombang sekitar 1250 cm^{-1} bertumpang tindih dengan gugus C-O sehingga menyebabkan intensitas dan lebar puncak menjadi lebih lebar.¹⁶ Gugus fungsi lainnya yang terbaca sama untuk poliester dan poliester/CDP adalah ulur C-H aromatik, ulur C=O, C-C aromatik, tekuk bidang C-H aromatik dan tekuk keluar bidang C-H aromatik berturut-turut pada 3055 dan 3057 cm^{-1} , 1720 cm^{-1} , 1577 dan 1454 cm^{-1} , 1097 dan 1095

cm^{-1} , serta 972 dan 790 cm^{-1} . Gugus fungsi khas yang teridentifikasi hanya terdapat pada poliester/CDP adalah ikatan C-S aril pada 628 cm^{-1} (Gambar 2-c).

Pada kain campuran poliester/CDP yang telah mengalami perlakuan dengan PEG dan N-MDHEU sebagai *crosslinking agent* (Gambar 2-d) teridentifikasi adanya pergeseran dan perubahan intensitas serta lebar puncak gugus OH alkohol yang disebabkan oleh adanya PEG pada 3431 cm^{-1} menjadi 3429 cm^{-1} . Gugus N-H yang berasal N-MDHEU muncul teridentifikasi pada bilangan gelombang 1502 cm^{-1} .

Sifat termal kain hasil percobaan

Analisis termal dengan menggunakan *differential scanning calorimeter* (DSC) dimaksudkan untuk mengetahui ada atau tidaknya serta sejauh mana peningkatan sifat penyerapan atau pelepasan panas laten dari sampel kain yang digunakan dalam percobaan aplikasi PCM ini. Kondisi proses pengujian DSC dilakukan pada rentang suhu -20 – 80°C dengan kecepatan sebesar

Tabel 2. Hasil uji sifat termal kain hasil percobaan

Jenis Kain	T _(m) (°C)	ΔH _f (J/g)	T _(c) (°C)	ΔH _c (J/g)
Poliester/ CDP	36,95	4,98	20,06	5,30
Poliester/ rayon(T/R)	34,56	0,08	19,49	0,02

Tabel 3. Hasil uji kain terhadap pencucian

Jenis kain	Sebelum perlakuan PCM-PEG	Setelah perlakuan dengan PCM-PEG (Jumlah pencucian setara pencucian rumah tangga)				
		Sebelum dicuci	1 x	5 x	10 x	15 x
		Berat kain (g/cm ²)				
Poliester/CDP	0,0170	0,0185	0,0167	0,0168	0,0166	0,0169
T/R	0,0214	0,0222	0,0208	0,0206	0,0207	0,0203

10°C/menit. Hasil pengujian kain menggunakan DSC dapat dilihat pada Tabel 2.

Dari Tabel 2 tampak bahwa kain poliester/CDP yang mengalami perlakuan dengan PEG 1000/N-MDHEU/katalis teridentifikasi adanya aktivitas termal pada pengujian menggunakan DSC pada rentang suhu -30 – 80°C. Kain poliester/CDP sifat pelelehan dan kristalisasi berturut-turut T_(m)= 36,95°C dan T_(c)= 20,06°C dengan nilai ΔH_f= 4,98 J/g dan ΔH_c = 5,30 J/g. Serat kain poliester/CDP meskipun sedikit mengandung gugus OH akan tetapi cukup tinggi mengandung gugus negatif SO₃ (gugus sulfonat) yang dapat melakukan ikatan silang dengan PEG/N-MDHEU. Demikian pula halnya yang terjadi pada sampel kain T/R yang memperlihatkan sifat termal dengan nilai T_(m)= 34,56°C dan T_(c)= 19,49°C dengan nilai ΔH_f = 0,079 J/g dan ΔH_c = 0,024 J/g. Serat kain T/R mengandung lebih banyak gugus OH dibanding dengan serat poliester 100% yang berasal dari serat rayonnya. Jika dibandingkan jumlah panas pelelehan/kristalisasi yang terjadi antara sampel kain poliester/CDP dan T/R, maka kain poliester/CDP memiliki nilai ΔH_f dan ΔH_c lebih besar.

Hasil uji terhadap ketahanan pencucian

Hasil uji tahan cuci terhadap sampel kain yang telah mengalami perlakuan dengan PEG berdasarkan cara uji yang berlaku dapat dilihat pada Tabel 3. Keberadaan PEG pada permukaan kain dilakukan dengan cara penimbangan. Selisih berat kain sebelum dilakukan pencucian dan setelah

pencucian diasumsikan sebagai berat PEG yang menempel pada permukaan kain. Tampak bahwa penurunan berat kain setelah pencucian hingga 15 x setara pencucian rumah tangga tidak terjadi secara gradual, dimana berat kain hasil pencucian 1 x (kali) hingga pencucian 15 x setara pencucian rumah tangga tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan. Kesimpulannya adalah bahwa ketahanan PEG pada permukaan kain terhadap pencucian belum memenuhi standar yang baik. Dengan kata lain bahwa pada pencucian 1 kali saja PM-PEG telah hilang pada permukaan kain. Hal ini disebabkan karena sifat *crosslinker* N-MDHEU yang kurang kuat dibandingkan dengan *crosslinker* DMDHEU, dimana pada N-MDHEU hanya mengandung satu gugus metilol, sedangkan pada DMDHEU mengandung 2 gugus metilol yang berperan dalam proses ikatan silang dengan PEG dan gugus reaktif (O⁻ dan SO₃⁻) pada serat kain.

KESIMPULAN

Formulasi larutan PCM PEG/N-MDHEU/katalis MgCl₂ dapat aplikasikan sebagai PCM pada kain campuran poliester/CDP dan T/R. Hal ini terbukti dari hasil analisis DSC pada rentang temperatur -30 – 80°C, sampel kain hasil percobaan memiliki aktivitas termal, yakni menyerap dan melepas panas laten. Kain poliester/CDP hasil percobaan memiliki aktivitas termal laten dengan nilai T_(m)= 36,95°C dan T_(c)= 20,06°C, sedangkan kain T/R dengan nilai T_(m)= 34,56°C dan T_(c)= 19,49°C. Hasil analisis menggunakan SEM

memperlihatkan bahwa polietilena glikol (PEG) tampak sebagai deposit yang menempel pada permukaan serat kain. Pengujian ketahanan terhadap pencucian, baik kain poliester/CDP maupun T/R hasil percobaan memperlihatkan hasil yang belum memuaskan, dimana pada 1 kali pencucian setara pencucian rumah tangga PEG telah menghilang dari permukaan kain.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penelitian ini terlaksana dengan bantuan anggaran penelitian DIPA Balai Besar Tekstil tahun 2019.

PUSTAKA

1. Mondal, S. Phase change materials for smart textiles - An overview. *Appl. Therm. Eng.* **28**, 1536–1550 (2008).
2. Sarier, N. & Onder, E. Organic phase change materials and their textile applications: An overview. *Thermochim. Acta* **540**, 7–60 (2012).
3. Arjun, D. & Hayavadana, J. Thermal energy storage materials (PCMs) for textile application. *J. Text. Appar. Technol. Manag.* **8**, (2014).
4. Iqbal, K. *et al.* Phase change materials, their synthesis and application in textiles—a review. *J. Text. Inst.* **110**, 625–638 (2019).
5. Prajapati, D. G. & Kandasubramanian, B. A Review on Polymeric-Based Phase Change Material for Thermo-Regulating Fabric Application. *Polym. Rev.* **60**, 389–419 (2020).
6. Vigo, T. L. & Frost, C. M. Temperature-Adaptable Fabrics. *Text. Res. J.* **55**, 737–743 (1985).
7. Seifpoor, M., Nouri, M. & Mokhtari, J. Thermo-regulating nanofibers based on nylon 6,6/polyethylene glycol blend. *Fibers Polym.* **12**, 706–714 (2011).
8. Chen, C., Wang, L. & Huang, Y. Electrospun phase change fibers based on polyethylene glycol/cellulose acetate blends. *Appl. Energy* **88**, 3133–3139 (2011).
9. Chen, C., Zhao, Y. & Liu, W. Electrospun polyethylene glycol/cellulose acetate phase change fibers with core-sheath structure for thermal energy storage. *Renew. Energy* **60**, 222–225 (2013).
10. Chen, H., Ma, Q., Wang, S., Liu, H. & Wang, K. Morphology, compatibility, physical and thermo-regulated properties of the electrospinning polyamide 6 and polyethylene glycol blended nanofibers. *J. Ind. Text.* **45**, 1490–1503 (2014).
11. Ghosh, S. & Bhatkhande, P. Encapsulation of PCM for thermo-regulating fabric application. *Fiber Soc. 2012 Spring Conf. Fiber Res. Tomorrow's Appl.* **2012**, 366–370 (2012).
12. Kuru, A. & Aksoy, S. A. Cellulose–PEG grafts from cotton waste in thermo-regulating textiles. *Text. Res. J.* **84**, 337–346 (2014).
13. Sarier, N. *et al.* Production of PEG grafted PAN copolymers and their electrospun nanowebs as novel thermal energy storage materials. *Thermochim. Acta* **643**, 83–93 (2016).
14. Sundararajan, S., Samui, A. B. & Kulkarni, P. S. Synthesis and characterization of poly(ethylene glycol) acrylate (PEGA) copolymers for application as polymeric phase change materials (PCMs). *React. Funct. Polym.* **130**, 43–50 (2018).
15. Vigo, T. L. & Bruno, J. S. Temperature-Adaptable Textiles Containing Durably Bound Polyethylene Glycols. *Text. Res. J.* **57**, 427–429 (1987).
16. Sun, Y. *et al.* Structures and properties of modification copolyester fiber. *Adv. Mater. Res.* **301–303**, 104–108 (2011).