

KARAKTERISTIK VISKOELASTISITAS BINDER PROPELAN KOMPOSIT MANDIRI BERBASIS HTPB

Oleh :
Heri Budi Wibowo*

Abstrak

Salah satu kunci dalam proses pembuatan propelan komposit adalah sifat viskoelastisitas. Karakteristik viskoelastisitas menunjukkan waktu dimana proses pemasukan bahan padatan masih memungkinkan untuk bercampur dengan baik. Penelitian untuk mempelajari karakteristik viskoelastisitas menjadi penting untuk propelan mandiri dalam rangka menentukan suatu binder propelan mandiri memenuhi syarat untuk propelan komposit.

Penelitian dilakukan dengan membuat adonan binder propelan komposit berbahan hydroxy terminated polybutadiene (HTPB) dan Toluene diisocyanate (TDI), dan ditentukan perubahan viskositas selama proses retikulasi (pemadatan). Selanjutnya dilakukan pengujian pencampuran bahan propelan (HTPB, TDI, amonium perklorat (AP), dan alumunium) dan diuji pot life-nya. Pencampuran propelan dilakukan dalam reaktor kapasitas 1 liter dan pada suhu 60^oC.

Hasil penelitian dengan menggunakan komposisi HTPB/TDI adalah 6/1 menunjukkan bahwa masa retikulasi matriks polimer sampai adalah 24 jam pada suhu 60^oC. Hasil pengujian menunjukkan bahwa nilai pot life komposisi propelan yang baik adalah 90 menit, sehingga binder propelan mandiri memenuhi persyaratan sebagai binder propelan komposit.

Kata kunci : binder propelan, viskoelastisitas

Abstract

Viscous-elasticity is one of important requirement in propellant composite tailoring. Viscous-elasticity properties is time requirement where solid particles is well distributed in composite matrixs. The aim of this research is determination the range of viscous-elasticity requirement for local propellant (propelan mandiri).

Binder propellant used are resin HTPB-TDI. The viscosity of resin is determinated along the reticulation process. The pot life of propellant mixing are determinated by propellant based on HTPB-TDI, AP, and alumunium. Proppellant is tailored by free standing methods at temperature 60^oC and 1 L reactor.

Resin HTPB-TDI with ratio HTPB:TDI = 6/1 need 24 hours to reticulated until the resin is solidification at temperature 60^oC. Propellant made by 1 L reactor at temperature 60^oC have pot life 90 minutes so its pass viscous-elasticity requirement for solid composite propellant.

Key words: propellant binder, viscous-elasticity

1. PENDAHULUAN

Dalam pembuatan propelan, senyawa isocianat direaksikan dengan poliol seperti HTPB membentuk senyawa rantai panjang melalui ikatan lurus dan ikatan silang (*crosslink*). Proses ini disertai dengan perubahan viskositas atau kekentalan dan dikenal dengan reaksi '*curing*', yaitu perubahan dari fasa cair menjadi fasa padat. Rentang waktu yang diperlukan dari cairan yang encer sampai menjadi cairan yang sangat kental disebut dengan *pot life*. Arti viskositas sangat kental adalah memiliki gerakan molekul yang sudah sangat terbatas. Definisi yang sering digunakan untuk *pot life* adalah rentang waktu suatu sistem reaksi *fuel-curative* dimana viskositasnya tetap cukup rendah untuk bisa digunakan dalam proses.

Pot life lebih mudah digambarkan dengan sistem grafik perubahan viskositas terhadap waktu dari suatu sistem reaksi *fuel-curative*. Titik *pot life* merupakan waktu yang diperlukan untuk terjadinya perubahan dari titik A ke titik B dimana viskositas masih relatif rendah untuk terjadi pencampuran. Perubahan viskositas dari B ke C terjadi sangat drastis dan selanjutnya menuju ke perubahan konstan.

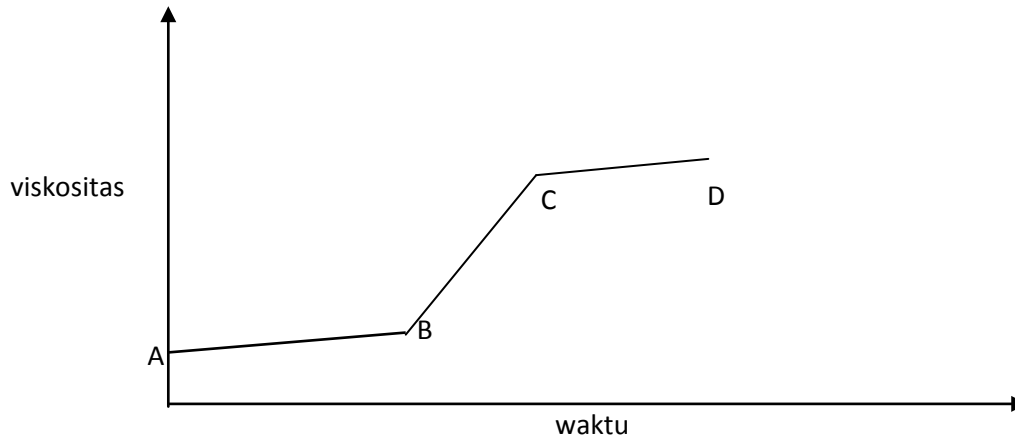
Pada pembuatan propelan padat, proses *premixing* sampai dengan *casting* harus dikerjakan sebelum titik *pot life* terlampaui. Hal ini dimaksudkan agar bahan butiran yang dicampurkan ke dalam

*Peneliti Bidang Propelan, Pusat Teknologi Roket, LAPAN

resin masih dapat terdistribusi dengan baik. Semakin tinggi pot life suatu resin, maka kemungkinan proses pembuatan komposit atau perekat semakin baik karena dapat tercampur dengan homogen. Permasalahan yang muncul adalah dalam rangka pengembangan resin untuk komposit propelan padat, diperlukan pengetahuan kecenderungan senyawa HTPB-TDI yang memiliki pot life yang baik sehingga bahan baku propelan dapat terdistribusi dengan baik. Dengan mengetahui profil perubahan viskositas resin selama proses pemadatan, maka pemerolehan formula untuk mendapatkan formula propelan padat yang baik akan lebih mudah diperoleh.

2. LANDASAN TEORI

Istilah Pot life biasa digunakan di dunia teknik perekat, menunjukkan proses perekatan yang masih terjadi jika perekat dengan dua komponen saat dicampur, ditandai dengan belum terjadi pengerasan. Penandaan suatu nilai pot life adalah jika sudah tidak lagi memiliki daya rekat. Untuk menentukan pot life atau working life, menurut ISO 10364:1993, pot life dapat ditentukan dengan uji perubahan viskositas dan atau kuat rekat pada spesies yang tetap. Waktu dimana terjadi perubahan viskositas yang drastis disebut dengan pot life.



Gambar 2.1. Diagram perubahan viskositas selama proses pemadatan

Untuk mempelajari perubahan viskositas yang terjadi selama proses retikulasi, maka dapat digunakan pendekatan reaksi polimerisasi poliurethan dimana selama reaksi berlangsung, terjadi pertumbuhan ukuran molekul dan panjang molekul serta terjadi ikatan lurus dan percabangan. Semakin panjang polimer yang terjadi, maka ukuran molekul akan semakin besar. Pertumbuhan ukuran molekul polimer mengakibatkan senyawa menjadi lebih berat, kekentalan menjadi semakin besar. Dengan demikian, besarnya kekentalan suatu senyawa akan sebanding dengan perubahan berat molekulnya.

Viskositas suatu senyawa polimer biasa didekati dengan Model Bola Ekuivalen, dimana molekul polimer dianggap berbentuk bola dan memiliki kebebasan bergerak dalam media (ξ) berbanding lurus dengan viskositas medium (η_0) dan radius medium (a), mengikuti hukum Stoke.

$$\xi = 6\pi\eta_0 a \quad (2-1)$$

Kebebasan bergerak biasa disebut pula koefisien friksi yang menyatakan kemampuan bergerak bola tersebut (f). Menurut Flory (1969), koefisien friksi tidak tergantung pada struktur molekul itu, tetapi hanya tergantung pada ukuran molekul tersebut, jadi tergantung pada volume bola dan berat molekulnya seperti ditunjukkan pada persamaan (2-2), dimana M adalah berat molekul dan Φ adalah tetapan Flory memiliki nilai $3,62 \times 10^{21}$.

$$[\eta] = \frac{\Phi(r^2)^{3/2}}{M} \quad (2-2).$$

Berdasarkan teori di atas, viskositas intrinsik suatu polimer proporsional dengan perbandingan volume efektif dalam larutan dibagi dengan berat molekulnya. Volume efektif proporsional dengan kubus berdimensi linier dari rantai polimer yang bersifat random, sehingga secara statistik dapat didekati dengan bilangan $(\overline{r^2})^{3/2}$. Apabila dianggap bahwa volume efektif dipisahkan antara pengaruh polimer (diwakili dengan berat molekul) dan pelarut (diwakili dengan $(\overline{r^2})^{3/2} = (\overline{r_0^2})^{3/2} \alpha^3$), maka persamaan (2-2) dapat dituliskan dengan persamaan (2-3) dimana K adalah konstanta hidrodinamik yang tidak tergantung pada pelarut dan polimer.

$$[\eta] = \Phi \left(\overline{r_0^2} / M \right)^{3/2} M^{1/2} \alpha^3 = KM^{1/2} \alpha^3 \quad (2-3)$$

Untuk senyawa polimer dengan berat molekul yang tidak homogen, maka viskositas intrinsik adalah gabungan viskositas senyawa masing-masing polimer dengan berat molekul yang berbeda-beda tersebut .

$$\eta_{sp} = \sum_i \eta_{sp_i} \quad (2-4)$$

Hubungan viskositas dengan berat molekul masing-masing polimer penyusun (M_i) dengan konsentrasi yang berbeda-beda tergantung kadarnya (C_i), ditunjukkan dengan persamaan (2-5) dimana K adalah tetapan gabungan.

$$\eta_{sp} = K' \sum_i M_i^a C_i \quad (2-5)$$

Apabila berat molekul rata-rata polimer didefinisikan sebagai total hasil kali berat molekul polimer penyusun dengan konsentrasinya dibagi total konsentrasinya ($\overline{M_n} = \frac{\sum_i M_i C_i}{\sum_i C_i}$), maka hubungan berat molekul rata-rata dengan viskositas dapat dituliskan dalam persamaan (2-6).

$$\eta_{sp} = K' \overline{M_n}^a \quad (2-6)$$

3. METODOLOGI

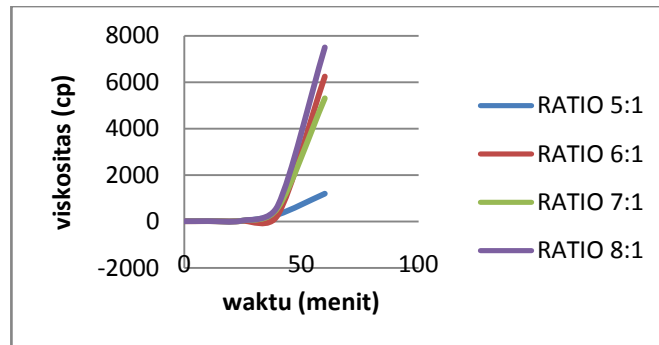
Bahan Baku yang digunakan adalah oksidator amonium perklorat (AP), binder hydroxy terminated polybutadiene (HTPB) dan toluen diisocianat (TDI), dan butir alumunium (Al). Bahan AP yang digunakan AP buatan LAPAN dengan ukuran butiran bervariasi (40 mesh, 80 mesh, dan 120 mesh), bentuk bola, kemurnian 98%. Bahan HTPB yang digunakan adalah HTPB buatan LAPAN dengan viskositas 15 cp, bilangan OH 200, berat molekul rata-rata 2500 gr/mol. Bahan TDI yang digunakan adalah TDI dengan kemurnian 98%, perbandingan isomer 2,4-:2,6- adalah 20/80. Alumunium yang digunakan adalah alumunium dengan kadar 99%, ukuran butiran 400 mesh.

Peralatan yang digunakan adalah peralatan pembuatan propelan ukuran diameter 60mm dan panjang 200mm, meliputi pencampur, pencetak, pelepasan cetakan, mandril, dan oven.

Proses pembuatan propelan dilakukan dengan standar pembuatan propelan diameter 60mm dan panjang 200 mm dengan teknik *free standing*, meliputi proses pencampuran selama 1 jam pada suhu 60°C, pemasukan adonan ke dalam cetakan, dan pelepasan cetakan. Propelan yang diperoleh dioven selama 20 jam pada suhu 60°C. Propelan yang diperoleh kemudian ditentukan viskositas tiap interval waktu.

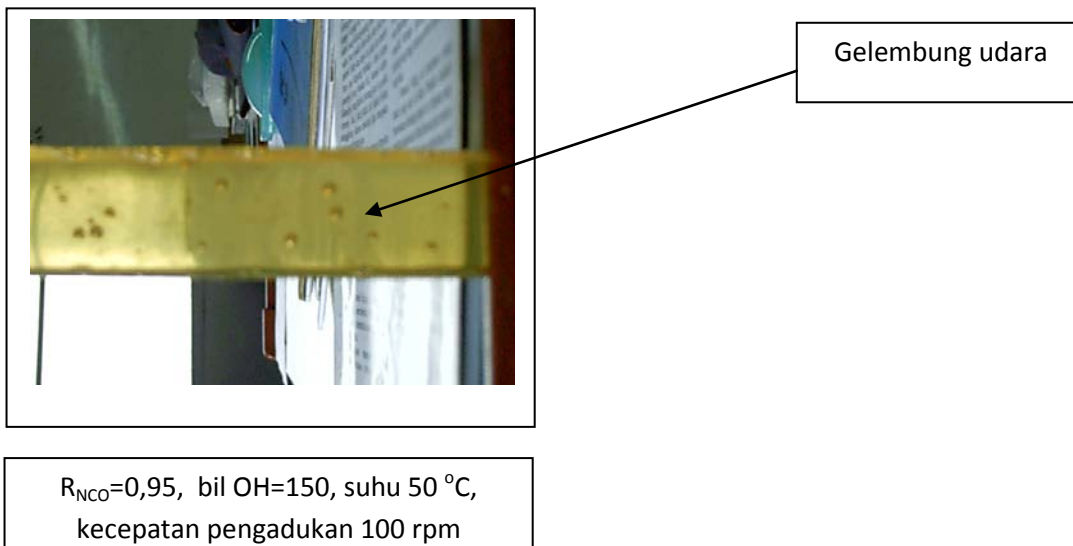
4. PEMBAHASAN

Untuk mendapatkan data yang baik, maka percobaan dilakukan dengan menggunakan perbandingan HTPB:TDI adalah 5:1 sampai dengan 10:1. Pada ujicoba pendahuluan, pada perbandingan HTPB:TDI di atas 10:1 maka tidak terjadi retikulasi sehingga binder tidak dapat menjadi keras. Pada percobaan dengan nilai perbandingan HTPB:TDI di di bawah 5 akan terjadi poliuretan yang keropos dan keras sehingga tidak dapat digunakan sebagai binder propelan padat. Selanjutnya hasil percobaan pengukuran *working life* untuk masing-masing komposisi diperlihatkan pada gambar 4.1 berikut. Terlihat bahwa *working life* naik seiring dengan kenaikan, namun pada saat komposisi di atas 6:1, maka mulai terjadi penurunan *working life*.

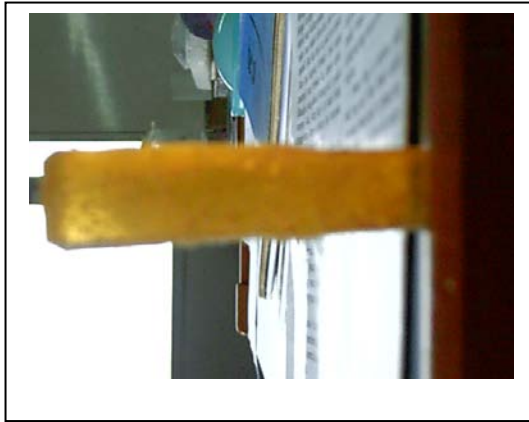


Gambar 4.1. Profil perubahan viskositas selama proses pengadukan propelan

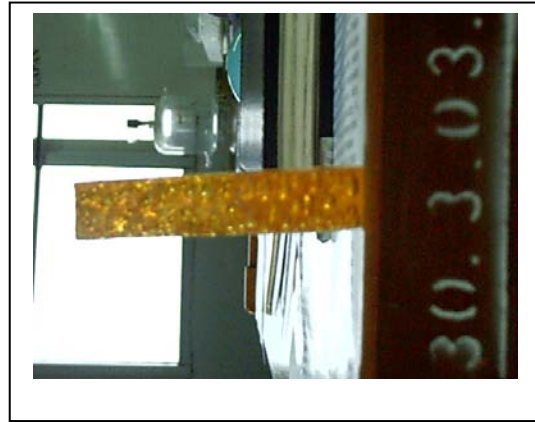
Penurunan *working life* ini diikuti dengan kharakter binder yang muncul udara yang terbentuk dan membuat lobang (*hole*) seperti ditunjukkan pada gambar 4-2. Semakin tinggi jumlah TDInya maka jumlah udara yang dibebaskan semakin banyak. Reaksi pembentukan poliuretan antara TDI dengan HTPB dapat terjadi reaksi ikatan lurus dan ikatan percabangan. Ikatan lurus terjadi melalui pembentukan gugus urethane hasil reaksi gugus hidroksil dengan gugus isocianat. Ikatan percabangan terjadi antara gugus urethane dengan gugus isocianat. Reaksi percabangan cenderung memberikan proses pengerasan dan pengembangan yang cepat sehingga muncul gelembung-gelembung udara yang terjebak dalam metriks polimer yang mengeras. Oleh karena itu, untuk kepentingan pembuatan propelan, maka diinginkan proses pematatan binder yang sedang dan tidak terjadi gelembung udara karena adanya gelembung udara dapat menyebabkan pembakaran yang tidak sempurna dari propelan tersebut. Sebagai data pendukung, fungsionalitas HTPB adalah 2 (terdapat rata-rata 2 gugus hidroksi dalam poliurethan) sedangkan fungsionalitas TDI adalah 2,2 (terdapat rata-rata 2,2 gugus isocianat dalam TDI), dengan demikian reaksi percabangan akan terjadi dengan kemungkinan yang sangat besar.



(a)



$R_{NCO}=1$, bil OH=150, suhu 50 °C,
kecepatan pengadukan 100 rpm



$R_{NCO}=1,5$, bil OH=150, suhu 50 °C,
kecepatan pengadukan 100 rpm

(b)

(c)



$R_{NCO}=1,1$, bil OH=150, suhu 50 °C,
kecepatan pengadukan 100 rpm



$R_{NCO}=2$, bil OH=150, suhu 50 °C, kec
pengadukan 100 rpm

(d)

(e)

Gambar 4.2. Contoh binder poliuretan HTPB-TDI dengan berbagai perbandingan

Berdasarkan hasil pengamatan pada gambar 4-1, maka dapat diambil komposisi terbaik untuk binder propelan adalah pada perbandingan HTPB:TDI adalah 6:1. Kemudian upaya penting adalah menentukan besaran K pada persamaan Flory (1969) sehingga dapat digunakan untuk mendapatkan analisis viskositas poliurethan yang dihasilkan. Berat molekul rata-rata dihitung dengan menggunakan teori kinetika yang dikembangkan oleh Wibowo (2009) untuk reaksi HTPB dengan TDI adalah $k=2 \times 10^5 \text{ mol.L}^{-1}.\text{det}^{-1}$, maka perubahan berat molekul setiap saat dihitung dengan persamaan (4-1), sementara perubahan konsentrasi setiap saat dihitung dengan persamaan kecepatan reaksi pada persamaan (4-2) dan (4-3).

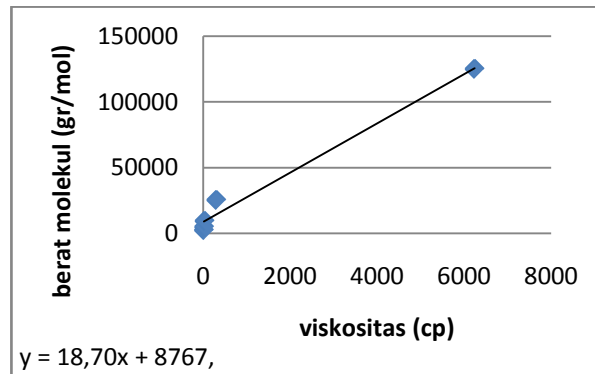
$$\overline{M}_n = \sum \frac{\overline{M}_{n_i}[P_i]}{[P_i]} \quad (4-1)$$



$$-\frac{d[\text{NCO}]}{dt} = k[\text{OH}][\text{NCO}] \quad (4-3)$$

$$[\text{Pi}]=[\text{NCO}] \quad (4-4)$$

Profil perubahan berat molekul polimer dihitung dan disajikan dalam gambar 4-3. Hasil perubahan berat molekul yang terjadi digunakan untuk menghitung nilai K. Nilai K adalah kemiringan dari grafik viskositas terhadap berat molekul, sedangkan nilai A adalah garis singgung grafik terhadap sumbu x. Nilai A dan K adalah 8767,5 dan 18,707.cp.mol/gr.



Gambar 4.3. Profil perubahan berat molekul terhadap viskositas

5. PENUTUP

Berdasarkan hasil pembahasan dari data yang diperoleh, maka dapat disimpulkan bahwa semakin tinggi kadar NCO, maka *working life* propelan semakin pendek. *Working life* propelan optimum diperoleh pada perbandingan HTPB:TDI adalah 6:1. Working life poliurethan berbanding dengan berat molekul polimer yang terbentuk mengikuti persamaan Flory. Nilai konstanta Hinderband dinamis poliurthan dari HTPB dan TDI adalah A adalah 8767,5 dan K adalah 18,707.cp.mol/gr.

DAFTAR PUSTAKA

- Alexander J. Smits, Jean-Paul, D.. “ *Turbulent shear layers in supersonic flow.*”. Birkhäuser. German. 2006.
- Barbero, E.J. “ *Finite Element Analysis of Composite Materials.*” Boca Raton. Findlandia. 2007.
- Edgeworth, R., Dalton, B.J., Parnell, T., “ *The pitch drop experiment.*”. University of Queensland. Glenn Elert. 2010, “ *The Physics Hypertextbook-Viscosity.*”. Physics.Info. New York. 2000.
- Glenn E. “ *Viscosity. The Physics Hypertextbook. by Glenn Elert*”. Hypertextbook.New York. 2010.
- Hirshfelder, J.O. , Curtis, C.F., and Bird, R.B. “ *Molecular theory of gases and liquids.*” Wiley. England. 1964.
- Jacak, B. dan Steinberg, P. “ *Creating the perfect liquid in heavy-ion collisions.*”. *Physics today.* New York. 2010.
- Maxwell, J. C. “ *On the viscosity or internal friction of air and other gases.*”. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London.* London. 1866.
- Meyers and Chawla. “ *Mechanical Behavior of Materials.*” New York. 1999.
- McCrum, Buckley, and Bucknell. “ *Principles of Polymer Engineering.*” New York. 2003.

- Raymond A. Serway. *“Physics for Scientists & Engineers.”* Saunders College Publishing. New York. 1996.
- Salmon, R.L. *“Lectures on geophysical fluid dynamics.”* Oxford University. Oxford. 1998.
- Silbey and Alberty. *“Physical Chemistry.”* John Wiley & Sons. England. 2001.
- Streeter, VL., Benjamin, E., Keith W., *“Bedford Fluid Mechanics.”* McGraw-Hill, New York. 1998.

DAFTAR RIWAYAT HIDUP PENULIS

DATA UMUM

Nama Lengkap : Dr Heri Budi Wibowo
Tempat & Tgl. Lahir : Boyolali, 21 Juni 1969
Jenis Kelamin : Laki-laki
Instansi Pekerjaan : LAPAN
NIP. / NIM. : 19690621 031993 002
Pangkat / Gol. Ruang : IVb
Jabatan Dalam Pekerjaan : Peneliti Madya
Agama : Islam
Status Perkawinan : Kawin

DATA PENDIDIKAN

SLTA	: SMA 1 Boyolali	Tahun: 1987
STRATA 1 (S.1)	: KIMIA UGM	Tahun: 1992
STRATA 2 (S.2)	: Teknik Kimia UGM	Tahun: 1999
STRATA 3 (S.3)	: Teknik Kimia UGM	Tahun: 2004

ALAMAT

Alamat Rumah : Perumahan Bukit Dago BDU-40, Rawa Kalong, Gunung Sindur,
Bogor 16350
HP. : 081317688191
Alamat Kantor / Instansi : LAPAN, Sukamulya Rumpin Bogor 16340
Telp. : 02175790383
Email : heribw@gmail.com