

Ketahanan Panas Liner Epoksi Dengan Penambahan Bubuk Fenolik

Sutrisno^{*)}

ABSTRACT

Liner is needed in rocket motor to avoid structural damage. The important required conditions are high strength adhesive, low thermal conductivity, low density and high heat resistance.

Epoxy was used as main liner material. To create the better characteristics, several liner samples had been made by adding phenolic powder. The density and heat resistance had been investigated. The results showed that an addition of phenolic powder to 8 % (part by weight) to the liner sample decreased both density and heat resistance by 3.08 % and 1.74 % respectively.

ABSTRAK

Guna menghindari kerusakan struktur motor roket akibat pembakaran propelan, bagian dalam dinding ruang bakar perlu dilapisi dengan liner. Persyaratan material ini yang penting adalah mempunyai daya rekat kuat, konduktivitas termal rendah, ringan dan tahan panas.

Material utama yang digunakan sebagai liner pada roket padat adalah senyawa epoksi. Guna memperoleh sifat-sifat yang lebih baik, beberapa sampel liner baru dibuat dengan memvariasi penambahan bubuk fenolik ke dalam komposisi lama dan beberapa sifatnya diuji. Di antara sifat-sifat yang diuji adalah berat jenis dan ketahanan panas. Hasil pengujian menunjukkan bahwa penambahan fenolik hingga 8% (bagian berat) menurunkan berat jenis liner hingga 3,08 % dan ketahanan panasnya juga turun sebesar 1,74 %.

1. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Pembakaran propelan pada roket padat akan menghasilkan gas dengan tekanan dan temperatur yang tinggi. Guna menghindari terjadinya kerusakan pada struktur motor roket akibat pembakaran tersebut, dinding ruang bakar perlu dilapisi dengan lapisan penahan panas. Sesuai dengan fungsinya material ini dibagi menjadi tiga bagian yaitu liner, inhibitor dan insulasi termal. Liner berfungsi sebagai perekat antara propelan dengan dinding tabung motor roket, inhibitor digunakan untuk melapisi permukaan yang tidak dikehendaki terjadinya pembakaran sedangkan insulasi termal merupakan material yang tahan terhadap temperatur tinggi.

Material liner untuk roket propelan padat harus memenuhi beberapa persyaratan, di antaranya mempunyai daya rekat yang kuat, laju abrasi rendah, konduktivitas termal rendah, ringan dan tahan temperatur tinggi. Berdasarkan persyaratan tersebut dipilih epoksi sebagai material utama liner pada roket padat. Bahan liner yang digunakan pada roket hasil rekayasa LAPAN selama ini dibuat dari tiga macam bahan kimia yaitu resin epoksi, *hardener* dan

polisulfid (LP3). Ada dua jenis resin epoksi yaitu: resin bis epi (dibuat dari bisphenol A dengan epiklorohidrin) dan resin epoksi novolak (dibuat dari resin novolak dan epiklorohidrin) di mana jenis epoksi yang digunakan pada liner di atas belum diteliti. Jenis yang kedua mengandung senyawa fenolik (novolak) dan lebih tahan panas dari pada jenis yang pertama (Shields, 1976). Polimer yang tahan panas umumnya mengandung cincin aromatis (termasuk fenolik) karena panas yang dikenakan terlebih dahulu akan digunakan untuk mendelokalisasi elektron pada cincin aromatis sebelum merusakkan senyawa tersebut (Kirk-Othmer, 1950). Berdasarkan hal ini penambahan senyawa fenolik ke dalam komposisi liner lama dapat diharapkan meningkatkan ketahanan panasnya.

1.2. Tujuan Penelitian

Penelitian ini dimaksudkan untuk melihat pengaruh penambahan bubuk fenolik ke dalam liner epoksi terhadap berat jenis dan ketahanan panasnya.

1.3. Batasan Masalah

Pada tulisan ini hanya membicarakan pengaruh bubuk fenolik terhadap berat jenis dan ketahanan panas material epoksi. Ketahanan panas

^{*)} Peneliti Bidang Propelan - Puspropen - LAPAN

yang dimaksud adalah temperatur dekomposisi awal dari sampel liner yang dapat diamati menggunakan alat uji *Differential Scanning Calorimetry* (DSC).

2. TINJAUAN PUSTAKA

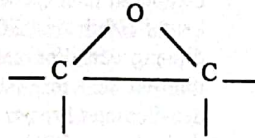
2.1. Resin Epoksi dan Fenolik

Resin epoksi adalah suatu molekul polimer perantara yang mengandung paling sedikit dua gugus epoksi. Gugus epoksi yaitu suatu cincin tiga atom yang terdiri dari sebuah atom oksigen yang

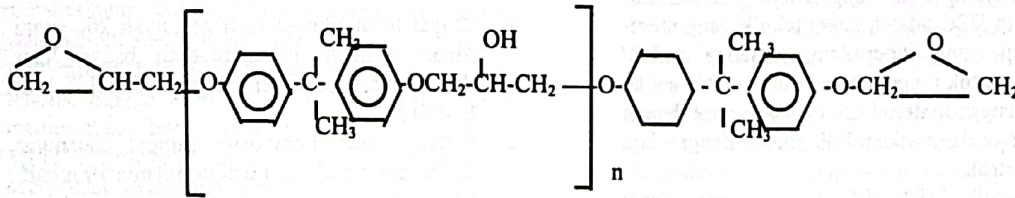
terikat oleh dua atom karbon yang berhubungan seperti terlihat pada Gambar 2-1 di bawah ini.

Resin epoksi yang berupa cairan kental dapat dipadatkan (*curing*) membentuk jaringan ikatan silang (*cross link*) dengan *hardener* melalui pembukaan cincin epoksi. Beberapa *hardener* yang dapat digunakan adalah: amina, asam anhidrida dan basa Lewis.

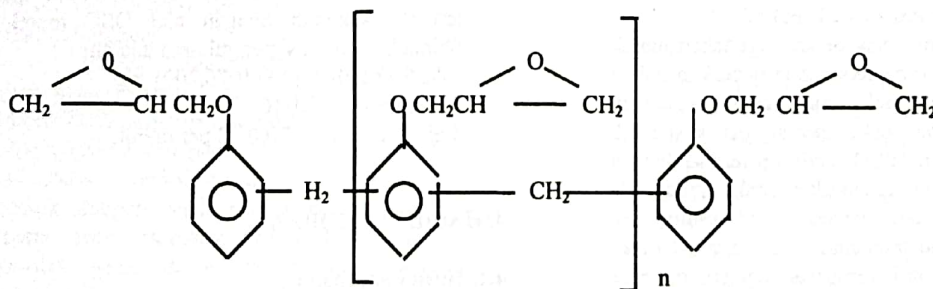
Seperti telah disebutkan di atas, terdapat dua jenis resin epoksi yaitu resin bis epi dan epoksi novolak. Struktur molekul dari kedua jenis epoksi ini dapat dilihat pada Gambar 2-2 dan Gambar 2-3.



Gambar 2-1 : Gugus epoksi

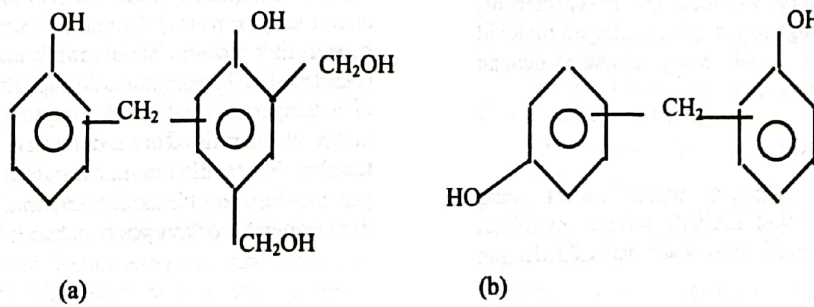


Gambar 2-2 : Struktur molekul fenolik bis-epi



(b)

Gambar 2-3 : Struktur molekul epoksi-novolak



(a)

(b)

Gambar 2-4 : Resin (a) Resol (b) Novolak

Resin fenolik adalah suatu senyawa yang merupakan hasil reaksi antara fenol dengan formaldehid. Resin fenolik ada beraneka ragam tergantung pada: jenis fenol yang digunakan, perbandingan molar fenol terhadap formaldehid, katalis dan waktu reaksi. Secara umum resin fenolik digolongkan menjadi dua jenis, yaitu: resol (jika polimer yang terbentuk berakhir dengan gugus methyol) dan novolak (jika berakhir dengan gugus fenol). Gambar 2-3 memperlihatkan kedua jenis resin ini.

2.2. Analisis Termal

Keadaan atau sifat polimer sebagai fungsi temperatur dapat diketahui melalui analisa termal. Salah satu alat yang digunakan untuk tujuan ini adalah *Differential Thermal Analysis* (DTA) dan *Differential Scanning Calorimetry* (DSC). DTA adalah suatu teknik yang merekam perbedaan temperatur antara suatu zat dan material acuan, terhadap waktu atau temperatur, jika keduanya dipanaskan/didinginkan dengan laju yang terkontrol. Adapun DSC adalah suatu teknik yang merekam energi yang diperlukan, terhadap waktu/temperatur, untuk membuat beda temperatur antara suatu zat dengan material acuan sebesar nol derajat jika keduanya dipanaskan/didinginkan dengan laju yang terkontrol.

Teknik DTA-DSC secara umum dapat digunakan untuk mengukur sifat-sifat polimer sebagai berikut:

- a. Temperatur transisi gelas (T_g)
- b. Titik leleh (T_m)
- c. Temperatur dekomposisi (T_{dec})

Selain itu alat ini juga dapat digunakan untuk mengukur energi yang terserap/terbebaskan dalam mempelajari panas peleburan, panas penguapan, panas reaksi, panas dekomposisi, panas spesifik dan lain-lain (Turi, 1981). Pada uji termal dengan DSC, jika suatu zat dipanaskan maka mula-mula panas yang dikenakan tersebut (endotermis) dan setelah tak mampu menahan panas tersebut maka zat mulai mengalami kerusakan dengan melepas panas (eksotermis). Temperatur dimana zat mulai melepas panas dinamakan temperatur dekomposisi (T_{dec}). Pada temperatur ini zat mulai mengalami kerusakan yang berupa terjadinya pemutusan ikatan antar atom. Proses selanjutnya terjadi pemutusan beberapa fragmen baru dari zat tersebut yang ditandai dengan puncak-puncak (*peaks*) eksotermis. Selain itu dapat juga terjadi penggabungan molekul dengan senyawa induk yang ditandai dengan puncak endotermis.

3. METODOLOGI

Lapisan penahan panas (liner) yang digunakan pada roket LAPAN selama ini dibuat dari campuran epoksi, *hardener* dan LP3 dengan

perbandingan berturut-turut 1:1:1 (bagian berat). Penambahan fenolik ke dalam komposisi lama ini diharapkan dapat meningkatkan karakteristik bahan liner yang lebih baik, di antaranya adalah lebih ringan dan tahan panas.

Pada penelitian ini, sampel liner dibuat dengan komposisi dan prosedur yang ada di LAPAN. Sampel lain dibuat dengan menambahkan bubuk fenolik ke dalam komposisi lama. Guna mempersingkat penelitian, penambahan fenolik dilakukan sebanyak 4% hingga 8% (bagian berat) dengan interval 2%. Jumlah fenolik dibatasi hingga 8% karena di atas harga tersebut menyebabkan campuran liner (sebelum memadat) menjadi sangat kental (lebih dari 300 poise) sehingga sulit untuk dituang dan diproses dengan teknologi liner yang dimiliki saat ini. Berat jenis sampel diuji dengan densitometer Precisa 180A dan ketahanan panasnya diuji dengan DSC untuk dibandingkan.

Langkah kerja percobaan yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Empat buah sampel liner sebanyak 200 gram dibuat dengan mencampurkan bahan liner dengan komposisi seperti pada Tabel 3-1 di bawah ini.
2. Untuk setiap komposisi sampel dicampur dalam gelas piala dan diaduk selama 10 menit. Selanjutnya campuran dituang ke dalam cetakan dari aluminium foil dan didiamkan selama 24 jam.
3. Berat jenis sampel diukur menggunakan alat Densitometer Precisa 180 A sedangkan uji termal dilakukan dengan alat DSC merek Shimadzu. Kondisi pengukuran adalah:
Ukuran sampel: (4,900-76,200) mg
Pemanasan : 600 °C
Laju pemanasan: 20,0 °C per menit.

4. HASIL PERCOBAAN

4.1. Hasil Percobaan

Hasil percobaan yang berupa data berat jenis dan temperatur dekomposisi awal dapat dilihat pada Tabel 4-1. Termogram hasil uji termal menggunakan DSC dapat dilihat pada Gambar 4-1 hingga Gambar 4-4. Termogram berjalan dari titik acuan 0 mW (titik dimana sampel belum menyerap atau melepas panas) kemudian berjalan lagi di bawah titik acuan (endotermis) dan di atasnya (eksotermis). Temperatur dekomposisi ditunjukkan oleh temperatur saat mulai terjadinya perubahan kurva eksotermis dan endotermis pada gambar tersebut. Berdasarkan semua kurva tersebut, adanya penambahan fenolik akan menurunkan berat jenis dan temperatur dekomposisi bahan liner.

Tabel 3-1 : KOMPOSISI SAMPEL LINER

No.	Kode Sampel	Komposisi (perbandingan berat)	Keterangan**
1.	L1	epoksi:harderner:LP3:fenolik = 1:1:1:0*	fenolik = 0 %
2.	L2	epoksi:harderner:LP3:fenolik = 1:1:1:0,125	fenolik = 4 %
3.	L3	epoksi:harderner:LP3:fenolik = 1:1:1:0,192	fenolik = 6 %
4.	L4	epoksi:harderner:LP3:fenolik = 1:1:1:0,261	fenolik = 8 %

* Komposisi liner yang digunakan selama ini.

** Fenolik berbentuk butiran yang digerus dan diayak lolos ayakan 120 mesh.

4.2. Pembahasan

Bahan fenolik yang ditambahkan ke dalam komposisi liner lama diperoleh dengan cara menggerus dan mengayaknya hingga lolos ayakan 120 mesh. Penambahan bahan tersebut pada liner hingga 8 % dapat menurunkan berat jenis tetapi juga ketahanan panasnya (Tabel 4-1). Dari aspek berat jenis maka penambahan bahan tersebut dapat memperingan struktur roket, namun dari aspek yang kedua justru merugikan karena mengurangi kemampuan fungsi liner pada roket. Penambahan fenolik hingga 8 % ke dalam liner lama dapat menurunkan berat jenis hingga 3,08 % (dari 1,15255 gram/cm³ menjadi 1,12176 gram/cm³) sedangkan ketahanan panasnya menurun hingga 1,74 % (dari 230,2 °C menjadi 226,2 °C). Terlihat bahwa turunnya berat jenis lebih besar dari pada ketahanan panasnya. Pada roket dengan waktu pembakaran propelan singkat (kurang dari 10 detik) penambahan fenolik tersebut masih bisa dianggap menguntungkan.

Upaya meningkatkan ketahanan panas liner epoksi dengan cara menambahkan bubuk fenolik pada penelitian ini tidak sesuai dengan yang diharapkan seperti pada teori. Hal ini dimungkinkan karena reaksi pencampuran antara bubuk fenolik dengan resin epoksi hanya berlangsung secara fisis, akibatnya tidak terbentuk epoksi novolak yang dapat meningkatkan ketahanan terhadap temperatur tinggi. Reaksi fisis ini dapat dibuktikan dari dua hal seperti diuraikan berikut ini. Pertama, berat jenis fenolik lebih kecil dari pada liner tanpa fenolik sehingga jika pencampuran tersebut bereaksi secara fisis maka makin banyak fenolik yang ditambahkan akan menurunkan berat jenisnya seperti terlihat pada percobaan. Alasan kedua adalah ketahanan panas liner yang menurun. Apabila penambahan fenolik tersebut bercampur secara fisis maka akan mengurangi kesempatan terjadinya ikatan silang (*cross link*) ke arah tiga dimensi pada proses pembentukan massa padat (*curing*) hasil reaksi epoksi dengan harderner. Hal ini mengakibatkan kekuatan ikatan antar molekul berkurang akhirnya dapat menurunkan ketahanan panas liner tersebut. Ketahanan panas sistem epoksi akan meningkat jika lebih banyak mengandung senyawa yang mempunyai struktur cincin aromatis seperti fenolik (resin novolak) (Kirk-Othmer, 1950). Sistem epoksi yang demikian akan diperoleh jika penambahan resin novolak ke dalam epoksi

Tabel 4-1 : BERAT JENIS DAN TEMPERATUR DEKOMPOSISI SAMPEL LINER

No.	Kode Sampel	Berat Jenis (gram/cm ³)	Temperatur Dekomposisi (°C)
1.	L1	1,15255	230,2
2.	L2	1,13747	228,1
3.	L3	1,13154	227,3
4.	L4	1,12176	226,2
5.	P*	1,04589	

* Sampel berupa butiran fenolik

tersebut bereaksi secara kimia sehingga membentuk sistem epoksi dengan *cross link* yang optimal. Hasil uji termal yang menunjukkan terjadinya penurunan panas akibat penambahan bubuk fenolik ini menunjukkan bahwa reaksi pencampuran senyawa di atas berlangsung secara fisis di mana malah menurunkan ketahanan panasnya.

Selama ini bahan liner lama yang digunakan baru memiliki berat jenis sebesar 1,15255 gram/cm³ dan ketahanan panas sebesar 230,2 °C. Bahan liner dengan karakteristik ini mampu untuk digunakan pada roket padat dengan sistem pembakaran radial di mana proses perambatan panas ke arah dinding motor roket berjalan relatif lama dibanding sistem pembakaran ujung (*cigarette burning*). Roket dengan sistem pembakaran yang terakhir ini memerlukan bahan liner dengan ketahanan panas yang lebih tinggi.

5. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian di atas dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Pencampuran bubuk fenolik ke dalam resin epoksi berlangsung secara fisis.
2. Penambahan bubuk fenolik ke dalam liner sistem epoksi menguntungkan jika ditinjau dari berat jenisnya tetapi merugikan berdasarkan ketahanan panasnya dibandingkan bahan liner yang digunakan selama ini.
3. Penambahan fenolik hingga 8 % (bagian berat) ke dalam liner epoksi menurunkan berat jenis sebesar 3,08 % dan ketahanan panas sebesar 1,74 %.

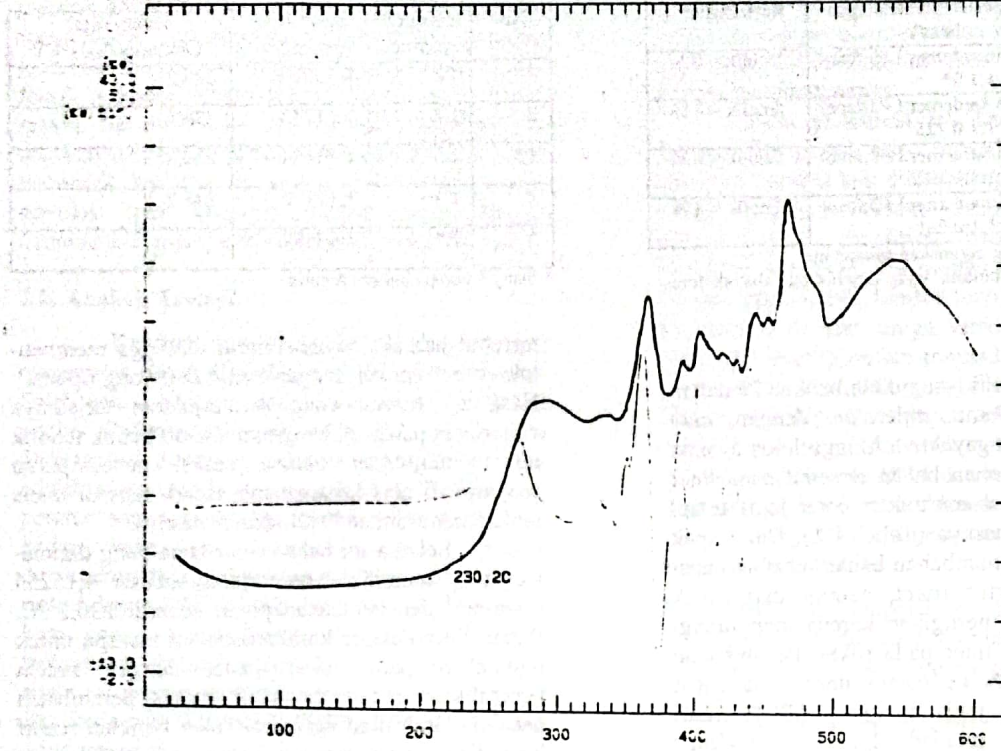
DAFTAR RUJUKAN

- Davenas, Alain, 1993, *Solid Rocket Propulsion Technology*, 1st ed, Pergamon Press, Oxford.
- Irving, Skeist, 1976, *Epoxy Resin Adhesives- Handbook of Adhesives*, 2nd ed, Van Nostrand Reinhold Company, New York.
- Kirk-Othmer, 1950, *Encyclopaedia of Chemical Technology*, Vol. 10, John Wiley & Sons, New York.
- Rabek, J.F, 1980, *Experimental Methodes in Polymer Chemistry*, John Wiley & Sons, Chichester
- Shields, J, 1976, *Adhesives Handbook*, 2nd ed, Newness-Butterworths, London
- Turi, Edith. A, 1981, *Thermal Characterization of Polymeric Materials*, Academic Press Inc, New York.

THERMAL ANALYSIS DATA

DATE 97/12/02

FILE NAME AZ02I27.000 [DSC]



MEASURING CONDITIONS
 SAMPLE NAME L1
 SAMPLE SIZE 69.300 mg
 SAMPLING INT 0.1 sec
 ACC. DATE 97/12/02
 COMMENT

HEATING PROGRAM
 RATE TEMP TIME
 1 20.0 600.0 0

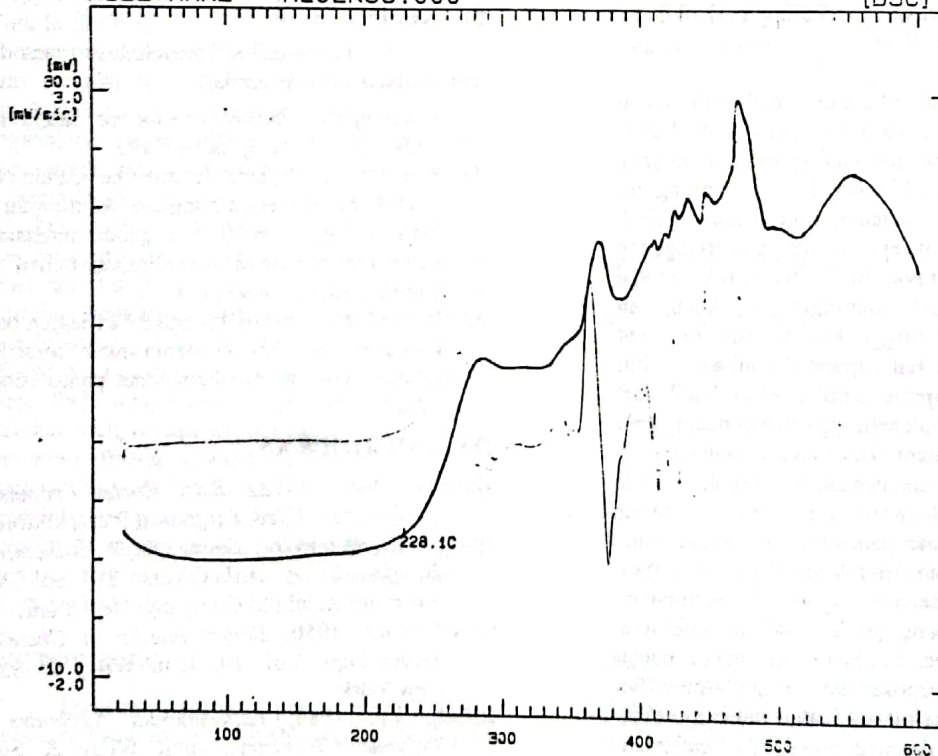
SHIMADZU

Gambar 4-1 : Terowongan uji termal sample L1

THERMAL ANALYSIS DATA

DATE 97/12/02

FILE NAME AZ02K56.000 [DSC]

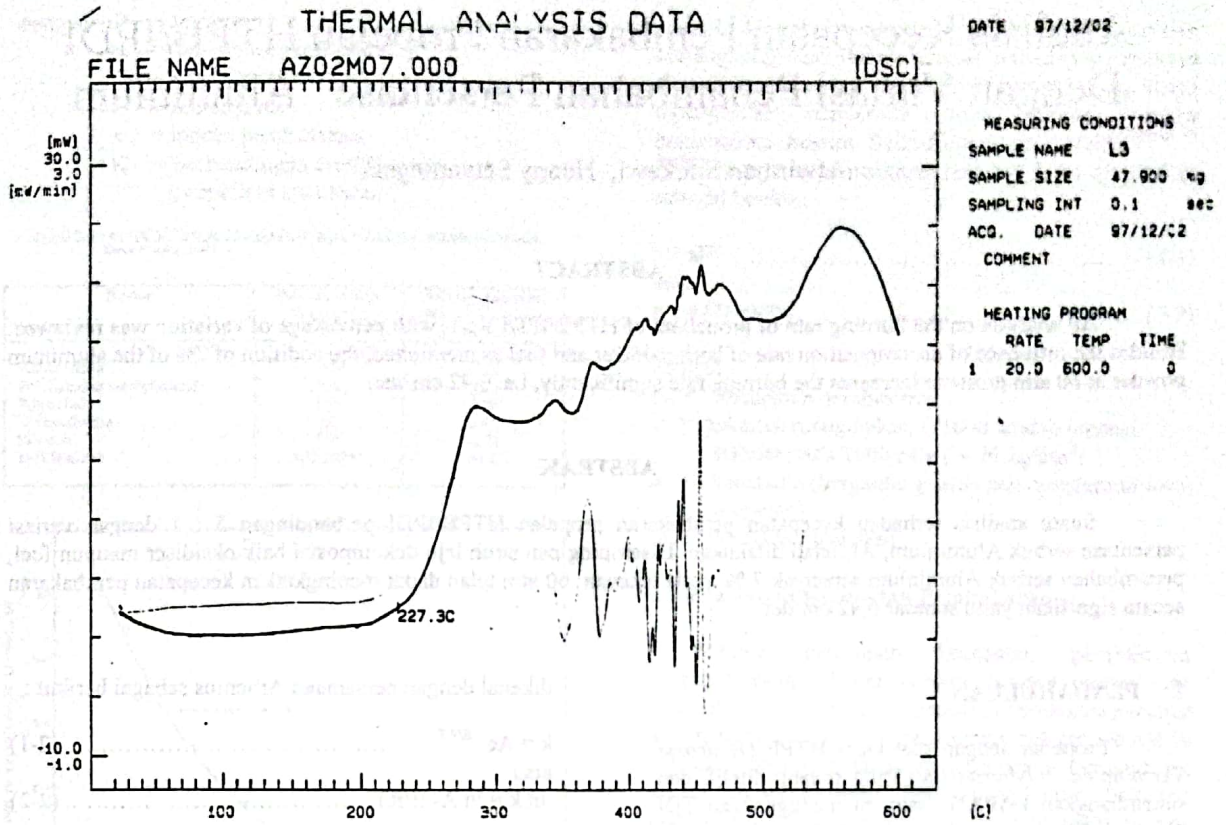


MEASURING CONDITIONS
 SAMPLE NAME L2
 SAMPLE SIZE 55.300 mg
 SAMPLING INT 0.1 sec
 ACC. DATE 97/12/02
 COMMENT

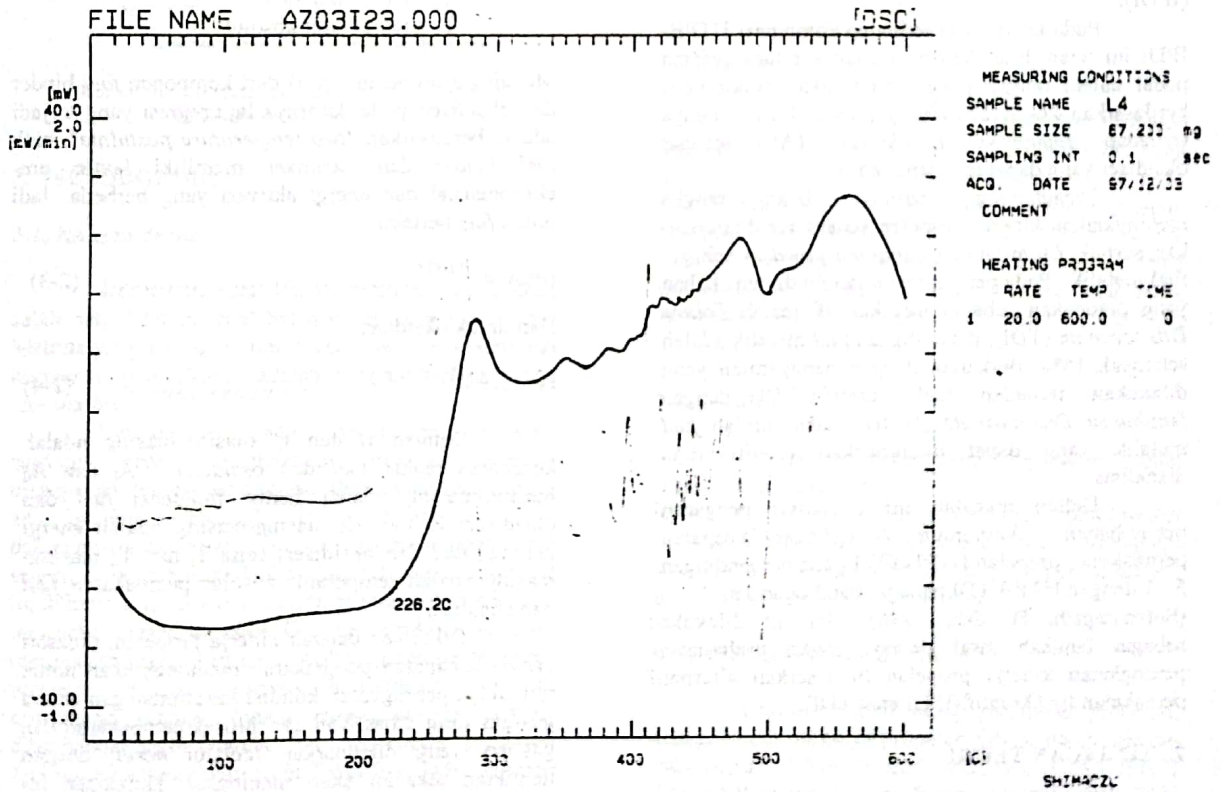
HEATING PROGRAM
 RATE TEMP TIME
 1 20.0 600.0 0

SHIMADZU

Gambar 4-2 : Terowongan uji termal sample L2



Gambar 4-3 : Terowongan uji termal sample L3
 THERMAL ANALYSIS DATA



Gambar 4-4 : Terowongan uji termal sample L4