

PAIR/P.651/94

KARAKTERISASI FILM PRAPOLIMER AKRI-
LAT SYNOCURE 3131 HASIL IRADIASI
BERKAS ELEKTRON

Sugiarto Danu, Marsongko M,
dan Made Sumarti

KARAKTERISASI FILM PRAPOLIMER AKRILAT SYNOCURE 3131 HASIL IRADIASI BERKAS ELEKTRON

Sugiarto Danu*, Marsongko M* dan Made Sumarti*

ABSTRAK

KARAKTERISASI FILM PRAPOLIMER AKRILAT SYNOCURE 3131 HASIL IRADIASI BERKAS ELEKTRON. Telah dilakukan percobaan penentuan sifat-sifat fisik dan mekanik film prapolimer akrilat dengan nama dagang Synocure 3131 hasil "curing" dengan radiasi berkas elektron. Monomer reaktif tripropilen glikol diakrilat (TPGDA) yang berfungsi sebagai pengencer ditambahkan dalam Synocure 3131 sebanyak 10, 20, 30, 40, dan 50 % berat campuran. "Curing" dilakukan dengan iradiasi berkas elektron pada dosis 20, 40, 60, dan 80 kGy. Hasil percobaan menunjukkan bahwa komposisi dan dosis optimum dicapai pada penambahan TPGDA sebanyak 30 % berat dan dosis iradiasi 60 kGy. Pada kondisi tersebut, film mempunyai kekerasan pensil sebesar 3H, tegangan putus 747 Kg/cm^2 dan perpanjangan putus adalah 2%. Kestabilan termal film tidak tampak dipengaruhi dosis iradiasi antara 20 dan 80 kGy. Penambahan TPGDA sampai 50 % berat dalam campuran, menyebabkan kenaikan suhu dekomposisi pada pengurangan berat 10 % naik dari 305 menjadi sekitar 320°C .

ABSTRACT

CHARACTERIZATION OF ACRYLATE-PREPOLYMER SYNOCURE 3131 FILM IRRADIATED BY ELECTRON BEAM. An experiment was carried out to determine the physical and mechanical properties of acrylate-prepolymer film with the trade name of Synocure 3131 cured by electron beam. Reactive monomer tripropylene glykol diacrylate (TPGDA) as diluent was added to the Synocure 3131 with the amount of 10, 20, 30, 40, and 50 % by weight of the mixture. Curing was conducted at the doses of 20, 40, 60, and 80 kGy. The experimental result showed that composition and optimum dose were achieved at the addition of 30 % by weight of TPGDA and irradiation dose of 60 kGy. At this condition, film has a pencil hardness of 3H, tensile strength 757 Kg/cm^2 , and elongation at break 2 %. Thermal stability of film was not affected very much by irradiation dose between 20 and 80 kGy. Addition of TPGDA up to 50 % by weight of the mixture, increased decomposition temperature at 10 % weight loss from 305 to 320°C .

* Pusat Aplikasi Isotop dan Radiasi, BATAN

PENDAHULUAN

Pada umumnya komponen utama bahan pelapis untuk radiasi terdiri dari prapolimer dan monomer reaktif. Prapolimer harus mengandung molekul yang tidak jenuh, sehingga jika mengalami proses tertentu akan dapat melakukan reaksi ikatan silang dengan molekul tak jenuh lainnya dan berubah dari fase cair menjadi padat [1]. Proses yang dialami dapat berupa pemanasan, radiasi atau oksidasi. Bahan yang mengandung molekul tidak jenuh tersebut harus tetap stabil, dan tidak terpolimerisasi sampai terjadinya reaksi ikatan silang yang diinginkan. Dalam perdagangan, resin atau prapolimer tersebut ada yang sudah dicampur dengan monomer reaktif dalam jumlah sedikit. Pencampuran ini dimaksudkan agar resin tidak terlalu kental sehingga memudahkan penuangan.

Bahan kimia pelapis yang ada dalam perdagangan pada umumnya dapat digolongkan menjadi 4 kelompok yaitu : poliester tak jenuh-stiren, "thiol/ene", akrilat, dan epoksi [2].

Sistem yang terdiri dari oligomer akrilat dan monomer akrilat banyak terdapat dalam perdagangan karena kecepatannya melakukan "curing" secara radiasi. Berdasarkan rantai pokok polimer, resin akrilat dapat digolongkan ke dalam senyawa poliester, akrilik, epoksi, poliuretan, polieter, dan silikon [3].

Dalam penelitian ini akan dipelajari karakterisasi film hasil "curing" prapolimer akrilat dengan nama dagang Synocure 3131 setelah dicampur dengan tripropilen glikol diakrilat (TPGDA) menggunakan radiasi berkas elektron. Sifat fisik dan mekanik yang diukur meliputi fraksi-gel, tegangan putus dan perpanjangan putus, kekerasan, serta kestabilan termal.

BAHAN DAN METODE

Bahan. Plat alumunium berukuran (200 x 100 x 1) mm, dipakai sebagai substrat. Prapolimer akrilat dalam TPGDA dengan nama dagang Synocure 3131 diperoleh dari Cray Valley Product, Inggris, dan monomer reaktif tripropilen glikol diakrilat (TPGDA) dibeli dari BASF, Jerman.

Alat. Sumber radiasi yang dipakai adalah mesin berkas elektron tipe "scanning, mempunyai tegangan operasi dan arus maksimum masing-masing 300 kV dan 50 mA, buatan Nissin High Voltage Co., Ltd. Jepang.

Percobaan. Plat alumunium dibersihkan permukaannya menggunakan air dan aseton sehingga bebas dari kotoran dan lemak. Prapolimer akrilat Synocure 3131 diencerkan dengan monomer reaktif TPGDA sehingga konsentrasi TPGDA dalam campuran dengan Synocure 3131 menjadi 0, 10, 20, 30, 40, dan 50 % berat. Sifat-sifat campuran yang diukur meliputi densitas, viskositas, dan kandungan bahan mudah menguap, terdapat pada Tabel 1. Pengukuran kandungan bahan mudah

menguap ("volatile content") dilakukan menurut ASTM D 2359 -81, dengan pemanasan bahan pelapis pada suhu $110 \pm 5^\circ\text{C}$ selama 60 menit. Kandungan bahan mudah menguap (K) dihitung menurut persamaan :

$$K (\%) = 100 - [\{ (W_2 - W_1) / S \} \times 100]$$

Dalam hal ini,

W_1 = berat cawan.

W_2 = berat cawan + sampel setelah pemanasan.

S = berat sampel.

Pembuatan sampel dilakukan dengan menuangkan campuran pada permukaan plat alumunium, kemudian diratakan dengan batang silinder kaca untuk mendapatkan tebal lapisan ± 100 m. Lapisan kemudian diiradiasi dalam atmosfer nitrogen (konsentrasi $\text{O}_2 < 500$ ppm) menggunakan mesin berkas elektron pada tegangan operasi 300 kV dan arus 30 mA dengan variasi dosis iradiasi 20, 40, 60, dan 80 kGy. Kekerasan ditentukan dengan pensil standar ("Uni" Mitsubishi) menurut JIS K 5401 [4]. Tegangan putus dan perpanjangan putus diukur menurut ASTM D 2370 - 68 [5], menggunakan "tensile tester" model Instron 1122. Fraksi gel film ditentukan dengan ekstraksi menggunakan aseton selama 16 jam. Kestabilan termal ditentukan dengan analisis termogravimetri (TGA), menggunakan TGA-30 buatan Shimadzu. Pengukuran dilakukan dalam atmosfer nitrogen dengan kecepatan aliran 40 ml/menit, dan kecepatan pemanasan $10^\circ\text{C}/\text{menit}$. Berat sampel antara 5 dan 6 mg. Pengukuran spektrum inframerah dilakukan terhadap resin prapolimer

Synocure 3131, TPGDA dan film hasil iradiasi, menggunakan Spektrofotometer Inframerah IR-435 buatan Shimadzu.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sebelum ditambah TPGDA, resin Synocure 3131 (senyawa prapolimer akrilat) yang dipakai dalam percobaan sudah mengandung TPGDA dalam jumlah sedikit. TPGDA merupakan monomer difungsional yang banyak dipakai sebagai pengencer untuk bahan pelapis radiasi. Hal ini karena sifatnya yang mudah melarutkan prapolimer akrilat, mempunyai reaktivitas yang tinggi, viskositasnya rendah, dan mempunyai "Draize Rating" yang rendah. Dari Tabel 1 terlihat bahwa kenaikan konsentrasi TPGDA, menurunkan densitas, viskositas, dan menaikkan kandungan bahan mudah menguap. Campuran mempunyai densitas antara 1,0672 dan 1,1032 gr/ml. Viskositas Synocure 3131 sangat tinggi yaitu lebih tinggi dari 9000 cp. Viskositas yang tinggi akan menyulitkan pemilihan alat pelapis pada proses pelapisan. Penambahan TPGDA sebanyak 30 % menurunkan viskositas Synocure 3131 menjadi 661 cp. sehingga memudahkan pelapisan. Penambahan TPGDA menaikkan kandungan bahan mudah menguap karena titik didih TPGDA relatif rendah dibanding titik didih prapolimer Synocure. Pada konsentrasi TPGDA 30 %, kandungan bahan mudah menguap dari campuran adalah 12,10 %.

Tingkat polimerisasi film hasil iradiasi campuran Synocure 3131 dan TPGDA dinyatakan dengan fraksi-gel, dan

datanya terdapat pada Tabel 2. Sebelum dicampur dengan TPGDA, film Synocure 3131 mempunyai fraksi-gel 98,51 % pada dosis iradiasi 20 kGy. Kenaikan dosis iradiasi hanya sedikit menaikkan fraksi-gel, dan tidak dapat mencapai 100 %. Kenaikan dosis lebih lanjut hanya menaikkan jumlah ikatan silang dan densitas ikatan silang, tetapi tidak menaikkan fraksi-gel. Fraksi-gel maksimum yang dapat dicapai adalah 99,84 % yaitu pada dosis 60 kGy dengan konsentrasi TPGDA sebesar 30 %. Nilai fraksi-gel ini terbatas karena adanya rantai yang berkembang ("growing chains") tidak dapat bergerak atau terperangkap pada saat pembentukan gel, sedangkan monomernya sendiri telah habis. Hal ini mirip dengan hasil penelitian CHARLESBY dan WYCHERLY yang dikutip oleh HOFFMAN [6] pada penelitian "curing" campuran poliester tak jenuh-stiren. Penambahan TPGDA hanya sedikit menaikkan fraksi-gel. Konsentrasi TPGDA lebih dari 30 % pada umumnya menurunkan fraksi-gel. Konsentrasi TPGDA yang terlalu tinggi menurunkan viskositas campuran sehingga meningkatkan mobilitas makroradikal. Mobilitas makro-radikal ini akan menyebabkan terjadinya reaksi terminasi bimolekuler lebih cepat dibandingkan reaksi propagasi rantai sehingga menurunkan efisiensi pembentukan gel. Selain itu konsentrasi TPGDA yang terlalu tinggi juga menyebabkan penurunan ketidak-jenuhan polimer. Akibatnya, film hasil "curing" selain terdiri dari polimer berikatan silang juga mengandung homopolimer dari TPGDA. Karena efisiensi pembentukan homopolimer umumnya

yang sama kenaikan konsentrasi TPGDA dalam campuran tidak berpengaruh pada kekersannya.

Kestabilan termal film ditentukan dengan mengukur pengurangan berat sampel pada kecepatan pemanasan $10^{\circ}\text{C}/\text{men.}$ menggunakan analisis termogravimetri. Suhu awal terjadinya dekomposisi T_0 dan suhu pada pengurangan berat 10 % (T_{10}) merupakan faktor terpenting untuk mengetahui kestabilan termal suatu polimer [9]. Penentuan T_{10} dari kurva termogram lebih mudah dan lebih teliti dibanding T_0 , sehingga dalam uraian kestabilan termal ditekankan pada harga T_{10} . Gambar 3 menunjukkan kurva termogravimetri film yang dibuat pada konsentrasi TPGDA 30 % dan dosis 60 kGy. T_{10} terjadi pada suhu 312°C. Dekomposisi termal film pada berbagai konsentrasi TPGDA dan dosis iradiasi terdapat pada Tabel 4. Kenaikan dosis tidak tampak berpengaruh pada kestabilan termal film. Kenaikan konsentrasi TPGDA sampai 50 % menaikkan kestabilan termal film. Hal ini terlihat jelas pada T_{10} . Kenaikan konsentrasi TPGDA sampai 50 % pada dosis 20, 40, 60, dan 80 kGy menyebabkan kenaikan T_{10} masing-masing dari 306 menjadi 320°C, $305 - 322,$ $304 - 319$ dan $305 - 318^{\circ}\text{C.}$

Spektrum inframerah Synocure 3131, monomer TPGDA, dan lapisan hasil "curing" terlihat pada gambar 4. Synocure 3131 sendiri sudah mengandung TPGDA sehingga memberikan daerah serapan yang sama seperti yang dihasilkan ketika mengukur TPGDA sendiri. Perbedaannya terletak pada kekuatan serapannya. Serapan gugus TPGDA dari Synocure lebih

lemah karena konsentrasinya lebih kecil dibanding pada monomer TPGDA. Serapan ini terlihat jelas pada bilangan gelombang dekat 1650 cm^{-1} ($C = C$), 3000 cm^{-1} (gugus vinil), dan dekat 1450 cm^{-1} (hidrokarbon) [10]. Synocure 3131 sebagai prapolimer mempunyai daerah serapan di dekat 3500 , antara $840 - 800$, dan $800 - 780\text{ cm}^{-1}$. Serapan di dekat 3500 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus fungsional amina. Amina terdapat pada gugus isosianat sedangkan reaksi antara gugus isosianat dan gugus hidroksil dari monomer akrilat membentuk uretan akrilat. Dengan demikian, prapolimer Synocure 3131 diduga merupakan suatu senyawa uretan akrilat. Spektrum film hasil iradiasi menunjukkan adanya gugus fungsional yang hilang atau berkurang baik yang ada pada TPGDA maupun Synocure 3131. Hilangnya atau berkurangnya gugus tersebut karena adanya reaksi polimerisasi membentuk jaringan ikatan silang pada saat iradiasi.

KESIMPULAN

1. Dosis iradiasi antara 20 dan 80 kGy mempengaruhi tegangan putus, perpanjangan putus serta kekerasan, tetapi tidak tampak mempengaruhi kestabilan termal campuran film Synocure 3131 dengan TPGDA. Konsentrasi TPGDA sampai 50 % mempengaruhi fraksi-gel, tegangan putus, perpanjangan putus dan kestabilan termal tetapi tidak mempengaruhi kekerasan film.
2. Kondisi optimum percobaan dicapai pada konsentrasi TPGDA 30 % dan dosis iradiasi 60 kGy. Pada kondisi terse-

but film mempunyai kekerasan 3H, tegangan putus 757 Kg/cm², perpanjangan putus 2 %, dan suhu dekomposisi 312°C pada pengurangan berat 10 %.

3. Sifat film pada umumnya kuat, keras, tetapi rapuh.

UCAPAN TERIMA KASIH

Para penulis mengucapkan terima kasih pada Sdr. Sungkono dan seluruh operator di fasilitas berkas elektron yang telah membantu penelitian ini hingga selesai.

DAFTAR PUSTAKA

1. HOLMAN, R., and OLDRING, P., UV & EB Curing Formulation for Printing Inks Coatings & Paints, SITA, London (1988) 21.
2. NATIONAL PAINT & COATINGS ASSOCIATION, Save Handling and Use of Ultra Violet / Electron Beam (UV/EB) Curable Coatings, NPCA, Washington (1980) 1.
3. SENICH, G.A., and FLORIN, R.E., Radiation Curing of Coating, Rev. Macromol. Chem. Phys. C 24 2 (1984) 283.
4. JAPANESE INDUSTRIAL STANDARD, Testing Methods for Organic Coatings, JIS K 5401 (1970) 72.
5. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, Annual Book of ASTM Standards, partb 27, ASTM, Philadelphia (1982) 477.
6. HOFFMAN, A.S., "Electron curing of coating : Present status," Radiation Processing Techniques (Proc. Panel Seoul, 1970), IAEA, Seoul (1970) 347.
7. SENG, H.P., Test methods for the characterization of UV - and EB - cured printing varnishes. Part 2, Beta - gamma 4 (1989) 25.
8. DANU, S., SUNDARDI, F., TRIMULYADI, G., KICKY, L.T.K., SUNARNI, A., and DARSONO., Radiation curing of commercial acrylate and polyester based compound for surface coating", First Indonesia - JICA Polymer Symposium Cum - Workshop, 1989, RDCAP-LIPI, Bandung

(1989) 160.

9. CHIANG, W.J., and CHIANG, W.C., Condensation polymerization of multifunctional monomers and properties of related polyester resins, J. Appl. Pol. Sc. 35 6 (1988) 1433.
10. SASTROHAMIDJOJO, H., Spektroskopi Inframerah, Penerbit : Liberty, Yogyakarta (1992) 17.

Tabel 1. Densitas, viskositas, dan kandungan bahan mudah menguap campuran Synocure 3131 dan TPGDA.

% TPGA dalam Synocure 3131	Densitas (28°C), gr/ml	Viskositas (28°C), cp	Kandungan bahan mudah menguap, %
0	1,1032	> 9064	9,83
10	1,1004	7490	10,54
20	1,0868	1930	11,45
30	1,0848	661	12,10
40	1,0772	249	12,44
50	1.0672	110	14,03

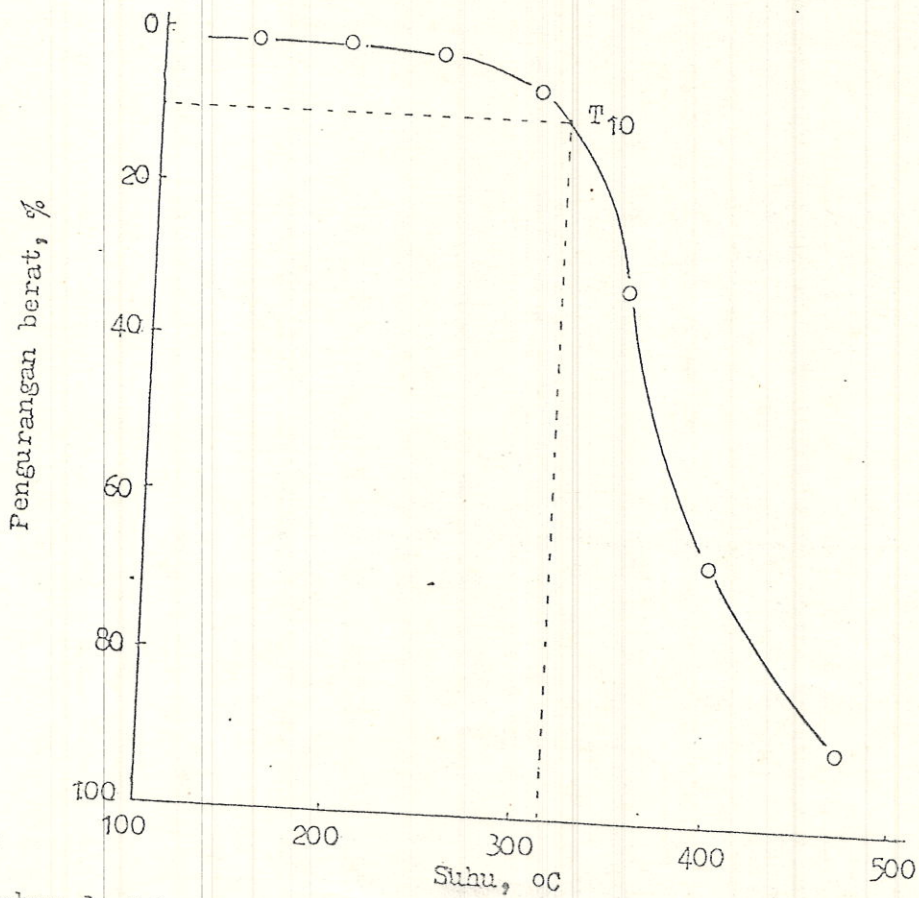
Tabel 2. Fraksi-gel film Synocure 3131 hasil iradiasi berkas elektron.

% TPGDA	Fraksi-gel, % dalam Dosis, kGy			
	Synocure 3131		Dosis, kGy.	
	20	40	60	80
0	98,51	98,73	99,16	99,03
10	98,58	99,17	99,24	98,73
20	98,77	99,25	99,58	99,45
30	99,32	99,68	99,82	99,79
40	99,38	99,54	99,84	99,68
50	98,81	99,05	99,54	99,48

Tabel 3. Kekerasan film Synocure 3131 hasil iradiasi berka elektron

% TPGDA dalam Synocure 3131	Kekerasan pensil*			
	Dosis, kGy.			
	20	40	60	80
0	H	2H	3H	3H
10	H	2H	3H	3H
20	H	2H	3H	3H
30	H	2H	3H	3H
40	H	2H	3H	3H
50	H	2H	3H	3H

* Urutan kekerasan dari lunak ke keras : H , 2H , dan 3H

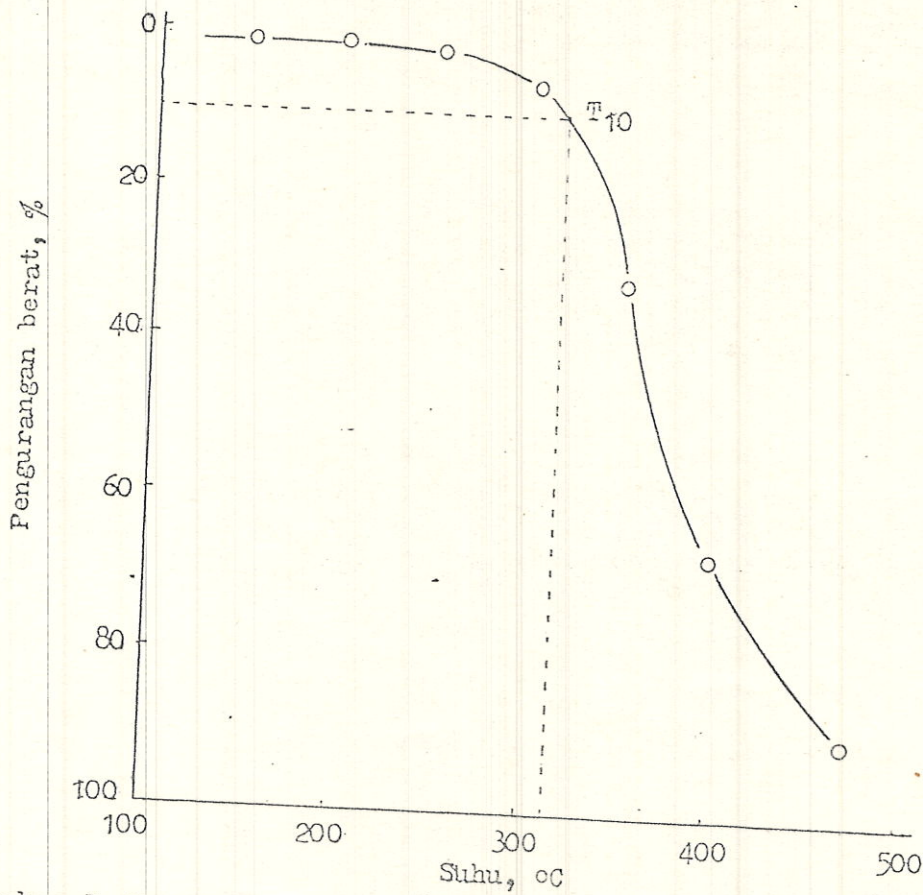


Gambar 3. Dekomposisi termal film campuran Synocure 3131 dan TPGDA, pada konsentrasi TPGDA 30% dan dosis iradiasi 60 kGy. Kecepatan pemanasan : 10^oC/menit ; N₂ : 40 ml/menit.

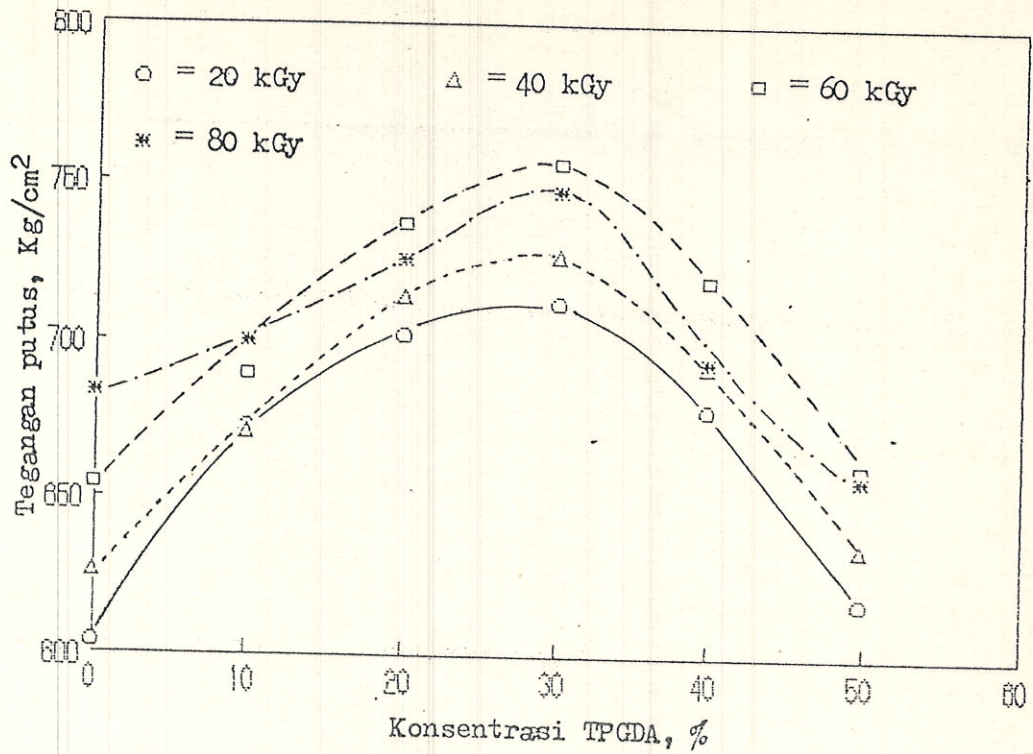
Tabel 3. Kekerasan film Synocure 3131 hasil iradiasi elektron

% TPGDA dalam Synocure 3131	Kekerasan pensil*			
	Dosis, kGy.			
	20	40	60	80
0	H	2H	3H	3H
10	H	2H	3H	3H
20	H	2H	3H	3H
30	H	2H	3H	3H
40	H	2H	3H	3H
50	H	2H	3H	3H

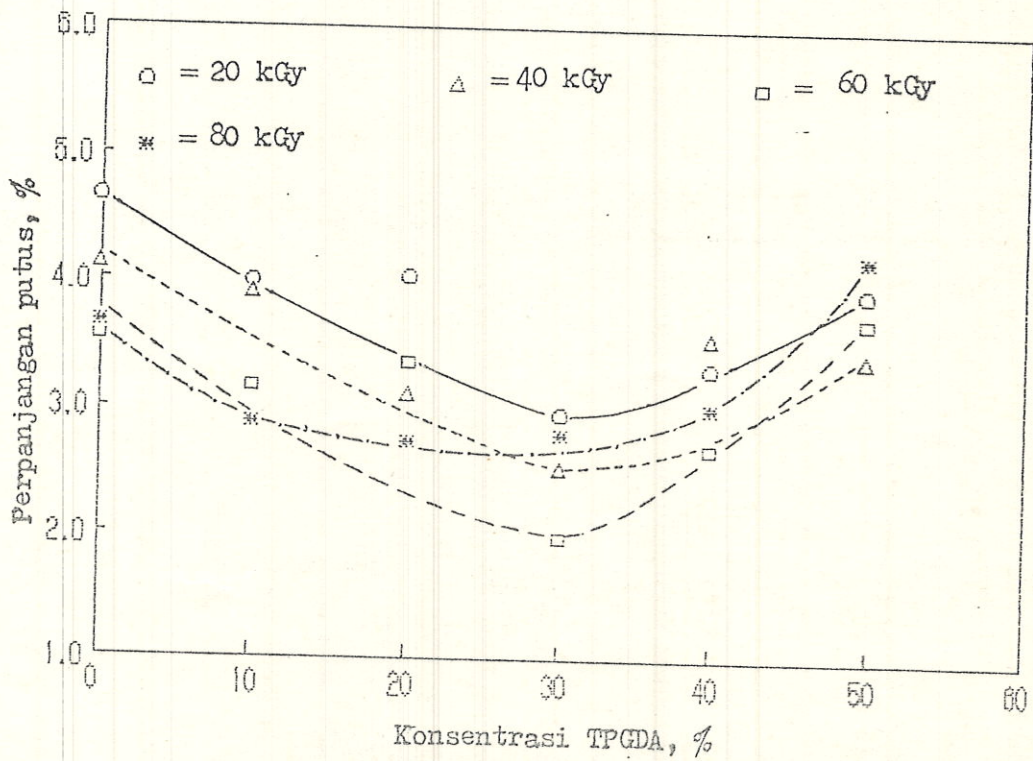
* Urutan kekerasan dari lunak ke keras : H , 2H , dan 3H



Gambar 3. Dekomposisi termal film campuran Synocure 3131 dan TPGDA, pada konsentrasi TPGDA 30% dan dosis iradiasi 60 kGy. Kecepatan pemanasan : 10°C/menit ; N₂ : 40 ml/menit.



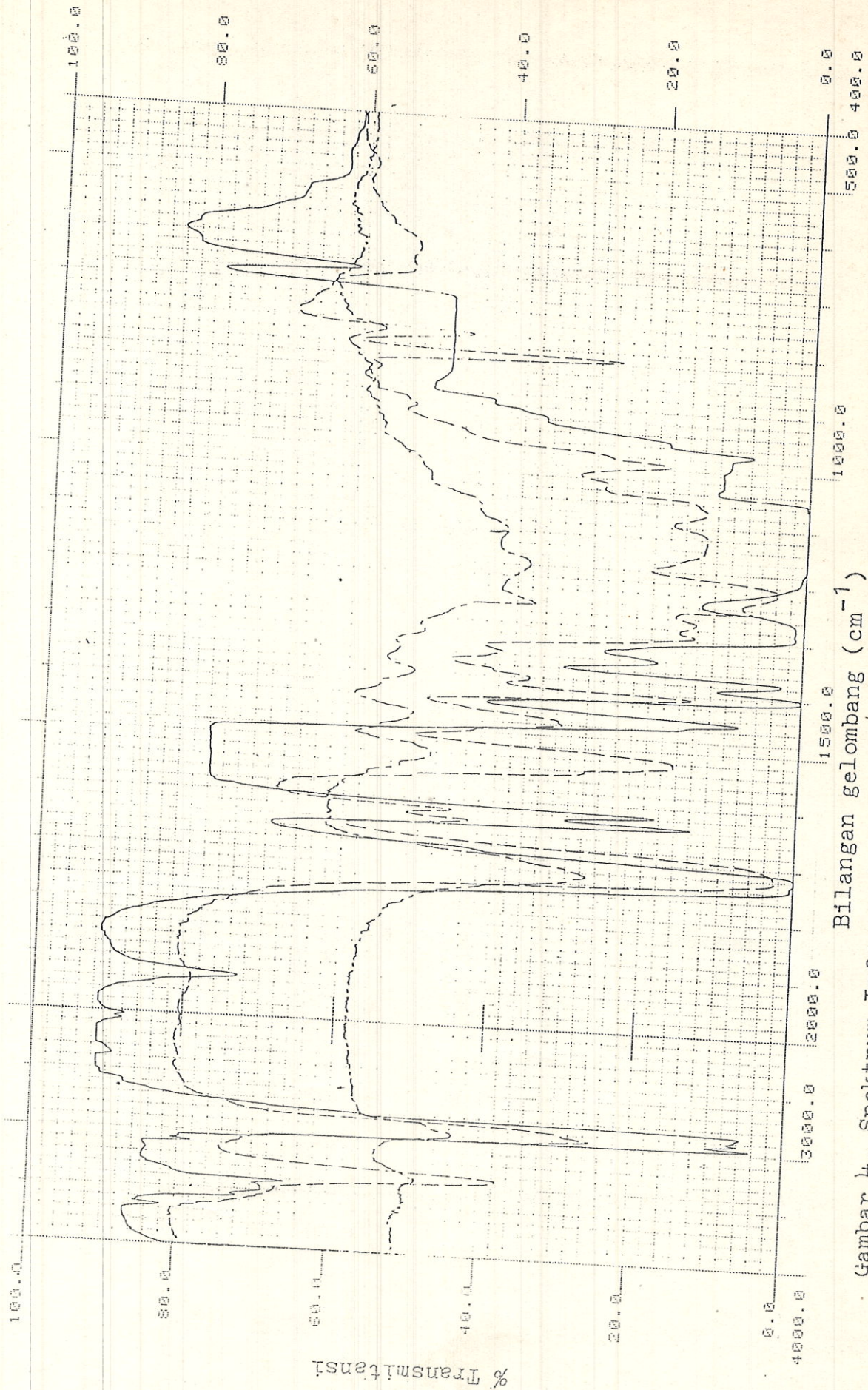
Gambar 1. Tegangan putus film pada berbagai konsentrasi TPGDA dan dosis iradiasi.



Gambar 2. Perpanjangan putus film pada berbagai konsentrasi TPGDA dan dosis iradiasi.

Tabel 4. Kestabilan termal film Synocure 3131 hasil iradiasi berkas elektron. Kecepatan pemanasan 10°C.

% TPGDA dalam Synocure 3131	Dosis kGy.	Berat yang hilang. %								T ₁₀ , °C
		100	150	200	Subu. °C		350	400	450	
0	20	1,2	1,3	1,9	3,0	8,8	41,0	66,0	91,7	306
		1,0	1,5	1,8	2,8	8,2	38,0	68,5	90,5	306
		1,0	1,3	1,8	2,5	6,6	33,1	62,8	91,0	310
		1,1	1,3	1,8	2,3	6,0	30,7	65,8	90,9	312
		0,9	1,0	1,2	2,0	5,8	29,0	65,5	91,2	315
		1,0	1,2	1,5	2,1	5,8	30,0	64,7	92,7	320
10	40	1,0	1,3	2,0	3,2	8,6	38,1	68,0	92,2	305
		1,0	1,3	2,0	3,1	8,5	37,0	67,9	92,1	307
		1,0	1,0	1,5	2,3	6,4	31,8	66,1	90,8	309
		1,0	1,0	1,4	2,0	6,1	30,9	66,0	90,8	313
		0,8	0,9	1,0	1,7	5,7	28,0	67,5	91,1	315
		0,5	0,8	1,0	1,9	5,4	30,0	62,2	92,1	322
20	60	1,5	1,9	2,3	3,4	8,7	40,0	69,0	92,2	304
		1,5	1,8	2,0	3,0	8,6	37,0	71,0	92,6	305
		1,0	1,2	1,8	2,6	6,5	34,9	79,0	90,1	307
		1,0	1,1	1,5	2,2	6,5	32,7	67,0	90,0	312
		0,9	1,0	1,3	2,2	5,6	28,2	67,2	91,4	314
		1,0	1,2	1,8	2,4	5,7	29,0	68,0	90,5	319
30	80	1,4	2,0	2,2	3,2	8,8	38,9	65,2	93,9	305
		1,8	1,9	2,2	3,2	8,6	38,5	79,1	92,8	306
		1,2	1,4	1,7	2,3	7,0	32,9	76,5	93,0	310
		1,0	1,0	1,3	2,0	6,7	30,5	66,5	90,5	312
		0,8	1,0	1,6	2,1	5,8	29,0	68,0	93,5	315
		1,0	1,0	1,2	2,0	5,9	30,8	68,0	92,7	318



Gambar 4. Spektrum Inframerah prapolimer Synocure 3131, TPGDA, dan film hasil "curing" campuran Synocure/TPGDA (80/20) pada dosis 60 kGy.
 ---= Synocure 3131 ; — = TPGDA ; ---= Hasil "curing".