

## KARAKTERISASI POLIMERISASI POLIIMIDA GUGUS UJUNG TETRAHIDROFTALIK DENGAN SPEKTROSKOPI INFRA MERAH

Sudirman, J. Ginting, A. Karo Karo, T. Darwinto dan I. M. Lahagu

*Pusat Penelitian Sains Materi, BATAN*

*Kawasan Puspiptek, Serpong 15314*

### ABSTRAK

KARAKTERISASI POLIMERISASI POLIIMIDA GUGUS UJUNG TETRAHIDROFTALIK DENGAN SPEKTROSKOPI INFRAMERAH. Telah diteliti polimerisasi dari dua jenis poliimida gugus ujung tetrahidroftalik. Poliimida dapat digunakan sebagai matriks polimer di dalam komposit dengan serat karbon/kevlar. Tetrahidroftalimida dan bistetrahidroftalimida disintesis dengan metode PMR-15 dan diperoleh rendemen sebesar masing-masing 78 % dan 80 %. Kisaran suhu polimerisasi dan suhu optimum polimerisasi dari setiap polimer ditentukan dengan pengukuran DTA dan analisis spektroskopi FT-IR. Pengukuran FT-IR berdasarkan kenaikan intensitas absorpsi gugus fungsional  $\nu_{C-N-C}$  ( $\pm 1186 \text{ cm}^{-1}$ ) dan penurunan serapan pada  $\delta_{C-H}$  ( $\pm 677 \text{ cm}^{-1}$ ),  $\delta_{O-C-N}$  ( $\pm 719 \text{ cm}^{-1}$ ) dan  $\delta_{C-C}$  ( $\pm 820 \text{ cm}^{-1}$ ) didapatkan suhu polimerisasi optimal pada 201 °C untuk tetrahidroftalimida dari kisaran suhu polimerisasi 186 - 206 °C dan 407 °C untuk bistetrahidroftalimida dari kisaran suhu polimerisasi 397 - 417 °C. Dengan memvariasi lamanya waktu pemanasan 1, 3, 5 dan 7 jam pada suhu optimal untuk masing-masing senyawa poliimida, berdasarkan pengukuran FT-IR diperoleh hasil untuk politetrahidroftalimida efektif selama 5 jam dan polibistetrahidroftalimida efektif selama 3 jam.

### ABSTRACT

CHARACTERIZATION IN TETRAHYDROPTHALIC END-GROUP POLIIMIDE POLIMERIZATION BY INFRARED SPECTROSCOPY. The Two kinds of tetrahydropthalic end group polyimide polymerization were investigated. The polyimides can be used as polymer matrices in composite with carbon fibre/kevlar fibre. The tetrahydropthalimide and bistetrahydropthalimide were synthesized by PMR-15 method with 78 % and 80 % yield, respectively. The polymerization temperature range and the optimum polymerization temperature for each polymer were determined by DTA measurements and FT-IR spectroscopy analysis. The increase of the absorption intensities at  $1186 \text{ cm}^{-1}$  ( $\nu_{C-N-C}$ ) and the decrease of the absorption intensities at  $677 \text{ cm}^{-1}$  ( $\delta_{C-H}$ ),  $719 \text{ cm}^{-1}$  ( $\delta_{O-C-N}$ ) and  $820 \text{ cm}^{-1}$  ( $\delta_{C-C}$ ) were observed and gave the optimum polymerization temperature 201 °C for tetrahydropthalimide and 407 °C for bistetrahydropthalimide with polymerization temperature range 186 - 206 °C and 397 - 417 °C respectively. The polymerizations were held in various times 1, 3, 5 and 7 h to determine the optimum polymerization time for each polymer. The optimum polymerization times were found to be 5 h for polytetrahydropthalimide and 3 h for polybistetrahydropthalimide.

### KATA KUNCI

Poliimida, Politetrahidroftalimida, Polibistetrahidroftalimida, PMR-15, Polimerisasi, Polimer komposit



1. PENDAHULUAN

Dalam perkembangan penelitian dan pengembangan ilmu bahan, komposit diyakinkan dapat digunakan sebagai bahan alternatif pengganti logam bahkan dalam beberapa hal lebih unggul daripada logam, yaitu ringan, anti korosi dan mudah dibentuk dengan variasi warna yang menarik [1].

Bahan komposit terdiri dari dua bagian utama yaitu penguat berupa serat karbon atau kevlar, dan matrik dapat berbentuk logam, keramik dan polimer. Komposit dengan matriks organik poliimida mulai dikembangkan. Hal ini dikarenakan komposit poliimida mempunyai beberapa keunggulan seperti daya tahan yang tinggi terhadap api, bahan kimia dan mempunyai stabilitas termal yang tinggi. [2,3]

Dalam proses pembuatan komposit poliimida, serat sebagai penguat direndam dalam bahan matriks poliimida gugus ujung tetrahidroftalik (senyawa tetrahidroftalimida dan bistetrahidroftalimida) selanjutnya dipanaskan secara bersama-sama dengan waktu dan suhu tertentu, mengingat pembentukan ikatan silang yang terjadi antara serat dan matriks poliimida mencapai optimal pada suhu dan waktu pemanasan tertentu. Oleh sebab itu agar proses pembuatannya mencapai optimal perlu diketahui parameter yang mempengaruhi reaksi polimerisasi yang terjadi, yaitu suhu polimerisasi dan waktu pemanasan yang optimal, sehingga komposit poliimida yang dihasilkan merupakan bahan yang terbaik. [4,5]

Untuk mengetahui suhu polimerisasi dan lamanya waktu pemanasan yang optimal, dapat dilakukan karakterisasi dengan spektroskopi inframerah (FT-IR) dan DTA. Dari hasil pengukuran DTA akan diperoleh kisaran suhu polimerisasi. Untuk menentukan suhu polimerisasi optimal dilakukan pengukuran FT-IR dengan mengamati kenaikan dan penurunan intensitas absorpsi gugus fungsional yang khas dari poliimida; gugus ujung tetrahidroftalik yaitu  $\delta_{=C-H}$ ,  $\delta_{O-C-N}$ ,  $\delta_{C=C}$  dan  $\nu_{C-N-C}$ . Kemudian pada suhu polimerisasi optimal dilakukan variasi lamanya waktu pemanasan dengan mengamati kenaikan dan penurunan

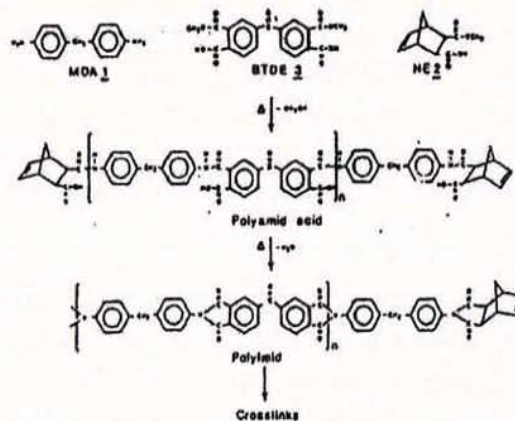
intensitas absorpsi gugus fungsional seperti tersebut diatas, sehingga akan diperoleh kondisi optimal dalam proses pembentukan komposit poliimida gugus ujung tetrahidroftalik tersebut [6,7]

Adanya harapan yang besar terhadap komposit sebagai bahan alternatif maka perlu diketahui suhu dan lamanya waktu pemanasan yang optimal sehingga pemakaian komposit poliimida tersebut menjadi efektif, efisien dan komparatif.

2. METODE

2.1 Bahan

Pada penelitian ini 2 (dua) jenis senyawa poliimida gugus ujung tetrahidroftalik (tetrahidroftalimida dan bistetrahidroftalimida) disintesis terlebih dahulu dengan metode PMR-15 (Gambar 1).



Gambar 1. Skema sintesis Resin PMR-15

Hasil sintesis yang diperoleh selanjutnya dilakukan pengukuran DTA untuk mengetahui kisaran suhu polimerisasi. Untuk mengetahui suhu polimerisasi optimal, hasil sintesis dimasukkan ke dalam tabung gelas dan ditambahkan gas nitrogen, selanjutnya dipanaskan dengan perbedaan  $\pm 5$  °C. Hasil pemanasan langsung dapat dianalisis dengan FT-IR sehingga akan diperoleh suhu optimal. Dengan memvariasikan lamanya waktu pemanasan pada suhu optimal seperti tersebut di atas, kemudian dilakukan pengamatan dengan FT-IR maka akan diperoleh waktu



pemanasan optimal.

2.2 Alat

Seperangkat DTA merk Setaram Tag24, Perancis, Spektrometer InfraMerah merk Shimadzu 8101/8101 N, Jepang dan Furnace merk Centurion, Amerika Serikat.

2.3 Metode

Untuk mengetahui suhu polimerisasi optimal dilakukan pengukuran DTA dan FT-IR. Sedangkan untuk memperoleh lamanya waktu pemanasan yang optimal dilakukan pengukuran FT-IR dengan variasi waktu (jam) dengan menggunakan Furnace.

**Pengukuran DTA.** Bubuk poliimida (tetrahydroftalimida dan bistetrahydroftalimida) hasil sintesis dimasukkan ke dalam tungku, yang sebelumnya diketahui beratnya. Selanjutnya kondisi alat diatur melalui komputer, setelah siap dilanjutkan sesuai dengan intruksi yang ada pada monitor komputer. Hasil yang diperoleh berupa kurva saluran *heat flow* terhadap suhu. Kisaran suhu polimerisasi langsung dapat diketahui dari kurva yang diperoleh.

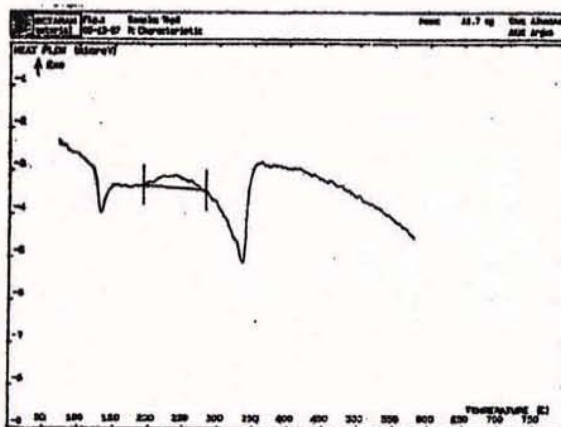
**Pengukuran FT-IR** Poliimida(tetrahydroftalimida dan bistetrahydroftalimida) hasil sintesis berbentuk bubuk ditimbang sebanyak 0,001 g selanjutnya ditambahkan ke dalamnya 0,01 g kalium bromida, kemudian ditempatkan ke dalam wadah cuplikan. Hasilnya akan terekam dalam kertas berkala berupa aliran kurva panjang gelombang terhadap intensitas. Kondisi alat meliputi : Suhu alat = ± 20 °C dan waktu rekam = 1 menit.

3. HASIL DAN DISKUSI

3.1 Tetrahydroftalimida

Dari hasil pengukuran DTA senyawa tetrahydroftalimida diperoleh termogram seperti Gambar 2 dan didapatkan beberapa parameter pengukuran DTA seperti Tabel 1 dibawah ini :

Untuk mengetahui suhu polimerisasi yang optimal dari harga kisaran suhu polimerisasi,



Gambar 2. Termogram Politetrahydroftalimida

Tabel 1. Hasil pengukuran DTA senyawa tetrahydroftalimida

Parameter Pengukuran (°C)	Politetrahydroftalimida
Titik Leleh	120,5
Kisaran suhu polimerisasi	186 – 206

dilakukan pengukuran FT-IR. Pengukuran FT-IR senyawa politetrahydroftalimida dengan melakukan pemanasan pada kisaran suhu polimerisasi dengan perbedaan pemanasan sebesar 5 °C (lihat Gambar 3).

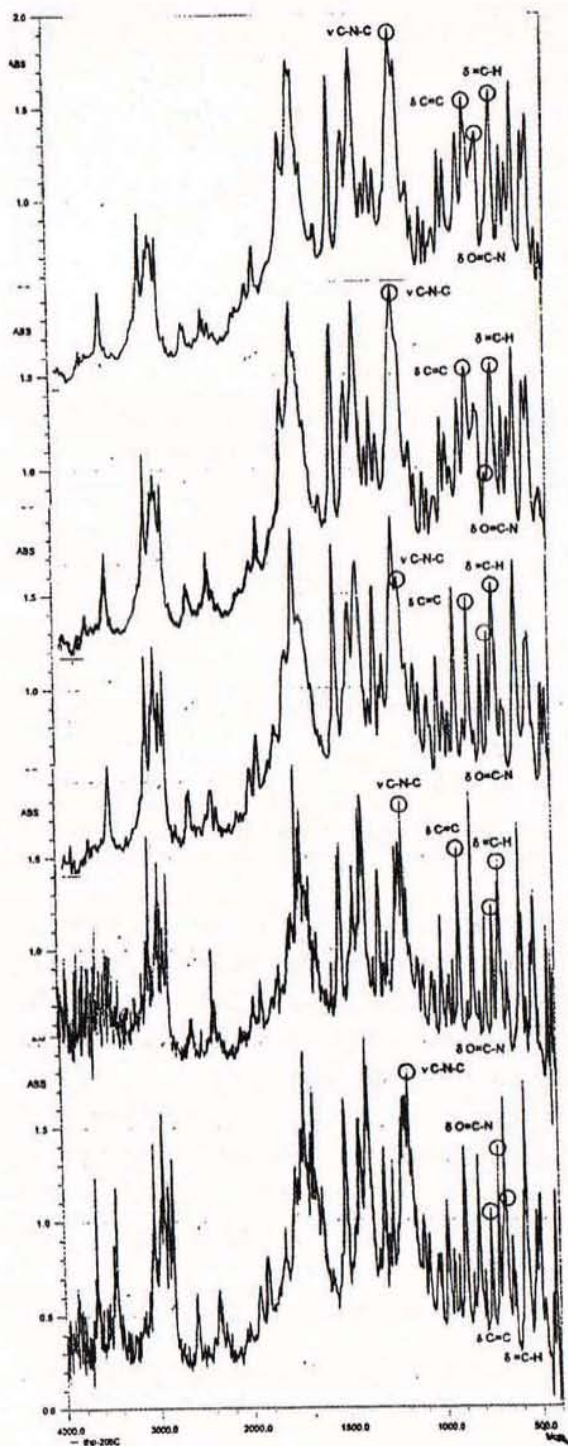
Selanjutnya dari spektrum FT-IR dilakukan pengukuran intensitas untuk gugus fungsional  $\delta_{C-H}$ ,  $\delta_{O-C-N}$ ,  $\delta_{C=C}$  dan  $\nu_{C-N-C}$  dan diperoleh hasil seperti pada Tabel 2.

Selanjutnya suhu polimerisasi optimal

Tabel 2. Panjang gelombang khas FT-IR tetrahydroftalimida pada suhu 186-206 °C

Gugus Fungsional	Intensitas (Absorbansi)				
	186 °C	191 °C	196 °C	201 °C	206 °C
$\delta_{C-H}$ (675-685 $cm^{-1}$ )	1,5782	1,5519	1,5515	1,2459	1,4763
$\delta_{O-C-N}$ (715-717 $cm^{-1}$ )	1,3812	0,9692	1,2819	1,2329	1,4007
$\delta_{C=C}$ (815-820 $cm^{-1}$ )	1,5544	1,5394	1,4692	1,0820	1,4425
$\nu_{C-N-C}$ (1178-1190 $cm^{-1}$ )	1,9179	1,7974	1,5842	1,9578	1,8098





Gambar 3. Spektra FT-IR politetrahydrofthalimida berbagai suhu pemanasan : I. 186 °C, II. 191 °C, III. 196 °C, IV. 201 °C, V. 206 °C

didapatkan dari pengamatan intensitas (absorbansi) dari gugus fungsional  $\nu_{C-N-C}$  yang semakin naik dan gugus fungsional  $\delta_{C-H}$ ,  $\delta_{O-C-N}$  dan  $\delta_{C=C}$  yang semakin turun. Dari

Tabel 3. Panjang gelombang khas FT-IR tetrahydrofthalimida pada suhu 201°C dengan variasi lama waktu pemanasan

Gugus Fungsional	Intensitas (Absorbansi)			
	1 jam	3 jam	5 jam	7 jam
$\delta_{C-H}$ (675-685 $cm^{-1}$ )	1,8741	1,5926	1,4125	1,6012
$\delta_{O-C-N}$ (715-717 $cm^{-1}$ )	1,5433	1,5351	1,3060	1,4923
$\delta_{C=C}$ (815-820 $cm^{-1}$ )	1,6563	1,7588	1,4221	1,5210
$\delta_{C=C}$ (815-820 $cm^{-1}$ )	1,6563	1,7588	1,4221	1,5210
$\nu_{C-N-C}$ (1178-1190 $cm^{-1}$ )	1,4075	1,2337	1,4821	1,4444

Tabel 2 menunjukkan bahwa suhu polimerisasi optimal terjadi pada suhu 201 °C.

Agar pembuatan komposit mencapai maksimum maka suhu optimal dan waktu pemanasan perlu diketahui. Untuk mengetahui waktu pemanasan yang maksimum dilakukan variasi lamanya waktu pemanasan sebanyak 1, 3, 5 dan 7 jam pada suhu 201 °C. Selanjutnya dilakukan pengukuran FT-IR dan diperoleh hasil seperti pada Tabel 3 dan Gambar 4. Penentuan waktu pemanasan dilakukan dengan cara yang sama seperti di atas yaitu dengan mengamati gugus fungsional  $\delta_{C-H}$ ,  $\delta_{O-C-N}$ ,  $\delta_{C=C}$  dan  $\nu_{C-N-C}$ . Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa waktu pemanasan efektif terjadi pada lama waktu pemanasan 5 jam.

### 3.2 Bistetrahydrofthalimida

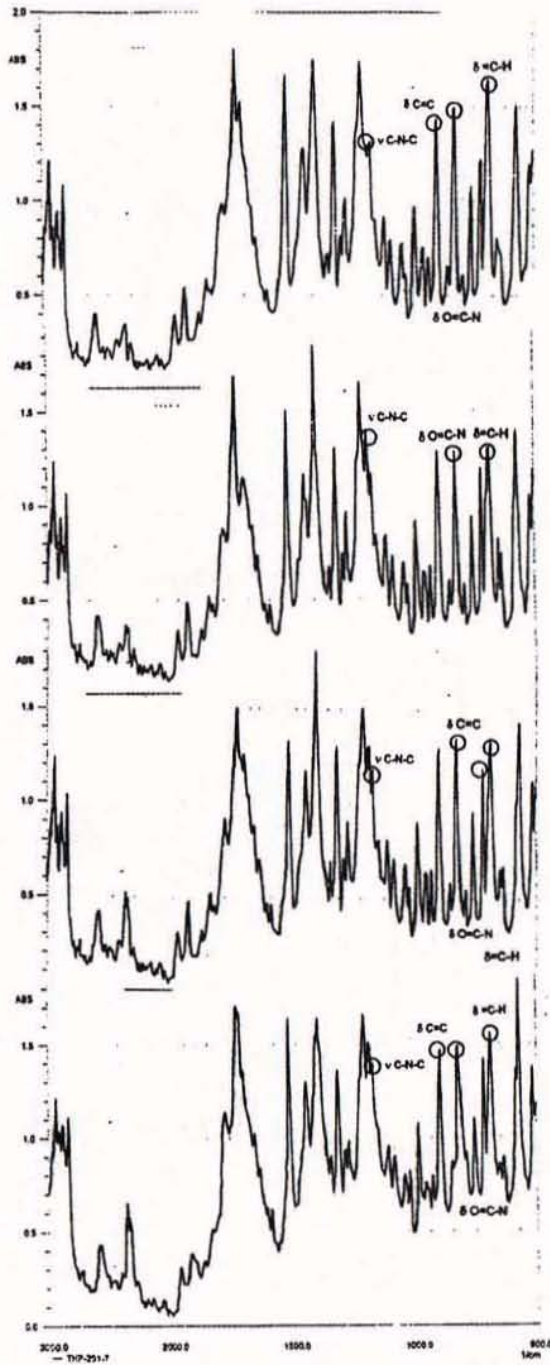
Dari hasil pengukuran DTA senyawa bistetrahydrofthalimida diperoleh termogram seperti pada Gambar 5 dan didapatkan beberapa parameter pengukuran DTA seperti Tabel 4.

Untuk mengetahui suhu polimerisasi yang optimal dari harga kisaran suhu polimerisasi,

Tabel 4. Hasil pengukuran DTA senyawa bistetrahydrofthalimida

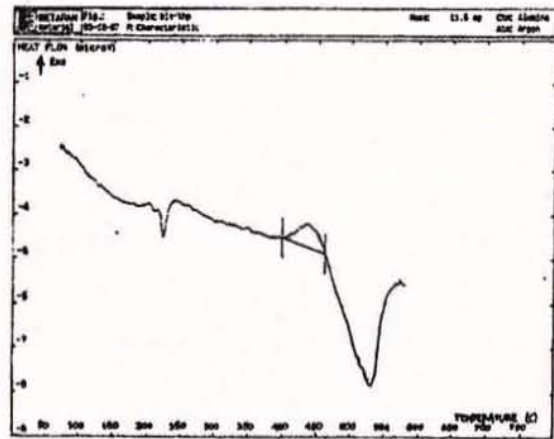
Parameter Pengukuran(°C)	Polibistetrahydrofthalimida
Titik Leleh	227
Kisaran suhu polimerisasi	397-417





Gambar 4. Spektra FT-IR politetrahydrofthalimida berbagai lama waktu pemanasan : A. 1 Jam, B. 3 Jam, C. 5 Jam, D. 7 Jam

dilakukan pengukuran FT-IR. Pengukuran FT-IR senyawa polibistetra-hidroftalimida dengan melakukan pemanasan pada harga kisaran suhu polimerisasi dengan perbedaan pemanasan sebesar 5 °C, artinya dilakukan pemanasan pada suhu 397, 402, 407, 412 dan 417 °C. Spektra FT-IR yang diperoleh seperti



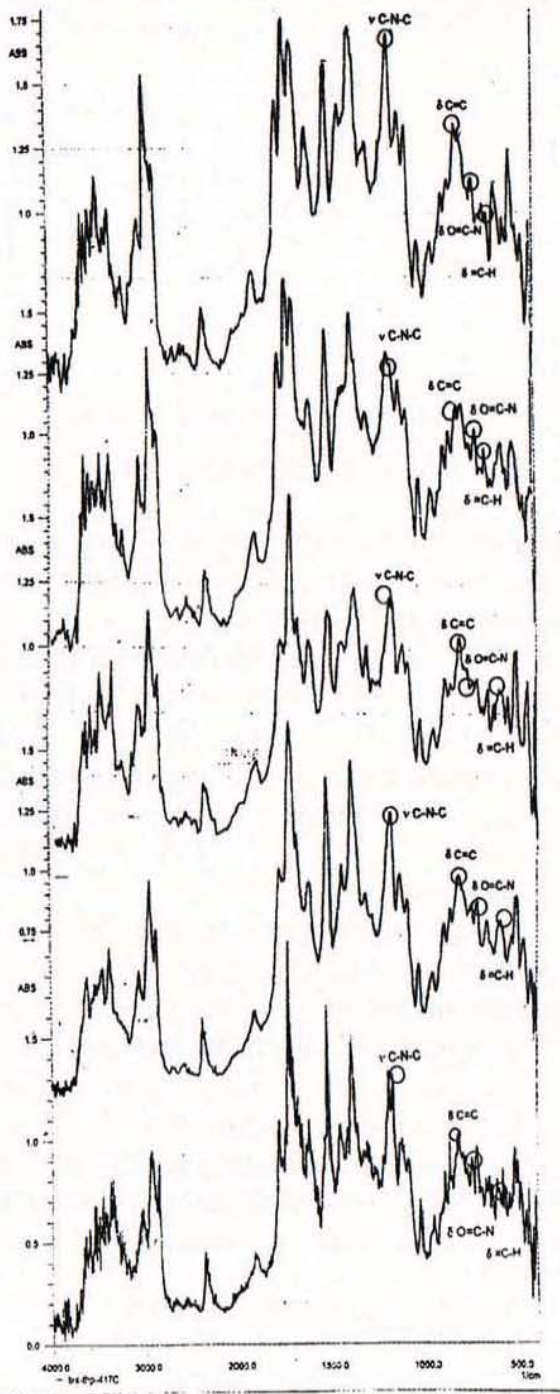
Gambar 5. Termogram Polibistetrahydrof-talimida

terlihat pada Gambar 6. Selanjutnya dari setiap suhu tersebut diatas dilakukan pengamatan absorbansi gugus fungsional  $\delta_{C-H}$ ,  $\delta_{O-C-N}$ ,  $\delta_{C=C}$  dan  $\nu_{C-N-C}$  dan diperoleh hasil seperti pada Tabel 5. Suhu polimerisasi optimal terjadi pada suhu 407 °C yang didasarkan dari pengamatan intensitas dari gugus fungsional  $\nu_{C-N-C}$  yang semakin naik dan gugus fungsional  $\delta_{C-H}$ ,  $\delta_{O-C-N}$  dan  $\delta_{C=C}$  yang semakin turun.

Agar pembuatan komposit mencapai maksimum, maka suhu optimal dan waktu pemanasan perlu diketahui. Untuk mengetahui waktu pemanasan yang maksimum dilakukan variasi lamanya waktu pemanasan sebanyak 1, 3, 5 dan 7 jam pada suhu 407 °C. Selanjutnya dilakukan pengukuran FT-IR dan diperoleh hasil seperti pada Gambar 7 dan Tabel 6. Penentuan waktu pemanasan dilakukan

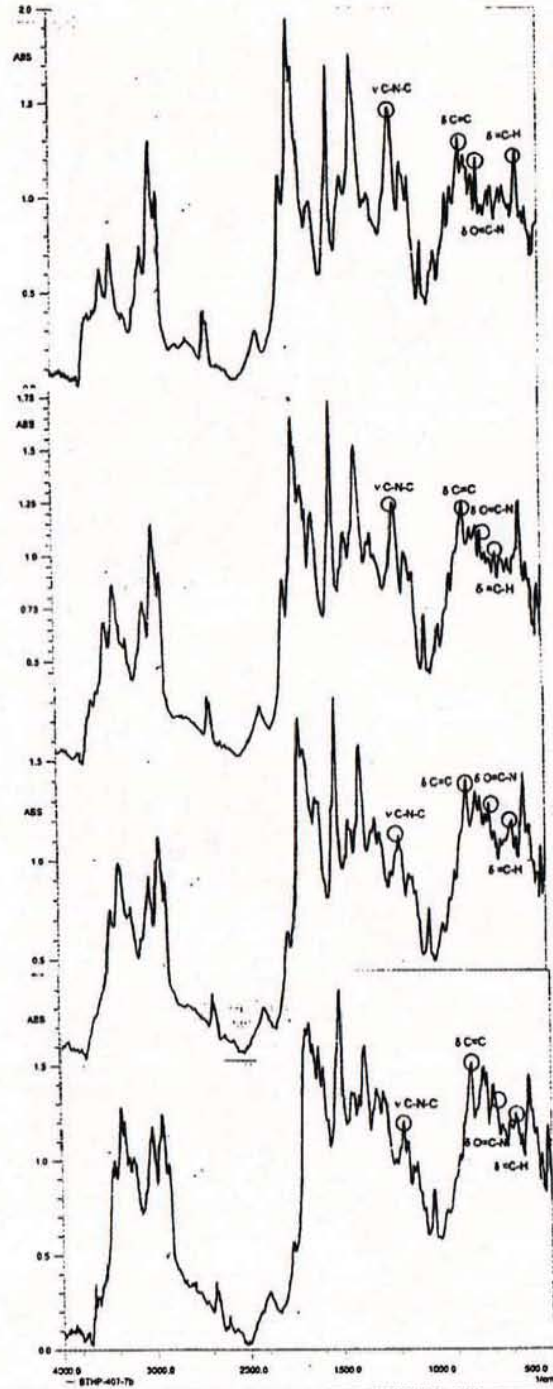
Tabel 5. Panjang gelombang khas FT-IR bistetrahydroftalimida pada suhu 397 - 417 °C

Gugus Fungsional	Intensitas (Absorbansi)				
	397 °C	402 °C	407 °C	412 °C	417 °C
$\delta_{C-H}$ (675-685 $cm^{-1}$ )	1,0026	0,9331	0,7705	0,8155	0,8501
$\delta_{O-C-N}$ (715-717 $cm^{-1}$ )	1,1366	1,0094	0,8841	0,8933	0,8987
$\delta_{C=C}$ (815-820 $cm^{-1}$ )	1,3475	1,1002	1,0016	1,0044	1,0482
$\nu_{C-N-C}$ (1178-1190 $cm^{-1}$ )	1,1934	1,2885	1,6979	1,2674	1,2439



Gambar 6. Spektra FT-IR polibistetrahydrofthalimida berbagai suhu pemanasan : I.397 °C, II. 402 °C, III. 407 °C, IV. 412 °C, V. 417 °C

dengan cara yang sama seperti diatas yaitu mengamati gugus fungsional  $\delta_{\text{C-H}}$ ,  $\delta_{\text{O=C-N}}$ ,  $\delta_{\text{C=C}}$  dan  $\nu_{\text{C-N-C}}$  dan diperoleh hasil pada harga efektif selama 3 jam.



Gambar 7. Spektra FT-IR polibistetrahydrofthalimida berbagai waktu lama pemanasan : A. 1 jam, B. 3 Jam, C. 5 Jam, D. 7 jam

#### 4. KESIMPULAN

Dari hasil pengukuran DTA dan FT-IR diperoleh bahwa suhu polimerisasi optimal tetrahydrofthalimida terjadi pada suhu 201 °C dengan lama waktu pemanasan selama 5 jam



Tabel 6. Panjang gelombang khas FT-IR tetrahidroftalimida pada suhu 407 °C dengan

Gugus Fungsional	Intensitas (Absorbansi)			
	1 jam	3 jam	5 jam	7 jam
$\delta$ C-H (675-685 $\text{cm}^{-1}$ )	1,2133	1,1010	1,1204	1,2053
$\delta$ O-C-N (715-717 $\text{cm}^{-1}$ )	1,2356	1,1675	1,2748	1,3065
$\delta$ C=C (815-820 $\text{cm}^{-1}$ )	1,3194	1,2517	1,4066	1,5512
$\nu$ C-N-C (1178-1190 $\text{cm}^{-1}$ )	1,2928	1,5345	1,1657	1,2587

sedangkan untuk bistetrahidroftalimida terjadinya polimerisasi optimal pada suhu 407 °C selama 3 jam.

#### UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih sebesar-besarnya kepada Ronald Iwan Mulyadi dan Revina Dharmastuti yang telah membantu penelitian ini hingga selesai. Ucapan terima kasih juga kami sampaikan kepada dosen Jurusan Teknik Kimia – ITI atas kerjasama penelitian.

#### DAFTAR PUSTAKA

1. J. GINTING, *Sintesis Komposit Suhu Tinggi Menggunakan Matriks Organik Termo-platik-Termoset*, RUT IV, KMRT-DRN, Jakarta, 1995.
2. ZWEBEN, CARL, *Polymer Matrix Composites, Materials Science Monographs*, 26, Elsevier Science Publisher, 1985.
3. J.J. SERNA et. al., *J. Appl. Polym. Sci.* 30 (1985).
4. R. W. LAUVER, *J. Polym. Sci.*, 17 (1979).
5. K.I.D, SUBAGIJO et. al., *Sintesis Dan Karakterisasi Monomer Tetrahidroftalimida Dan Bistetrahidroftalimida*, Prosiding Pertemuan Ilmiah Sains Materi-BATAN, Serpong, 1996.
6. STENZENBERGER, HORST, *British Polymer Journal*, 20, 383-396 (1988).
7. Ronald. I. M, Dan Revina, D, *Polimerisasi Poliimida Gugus Ujung Tetrahidroftalik Sebagai Matriks Polimer Bahan Komposit*, FTI-ITI, Serpong, 1997.