

SIFAT LAPISAN CAMPURAN RESIN POLIESTER
TAK JENUH DAN TRIPROPILEN GLIKOL DIAKRILAT
HASIL RADIASI BERKAS ELEKTRON.

MARSONGKO, SUGIARTO DANU DAN MADE SUMATRI
KHARDA.

SIFAT LAPISAN CAMPURAN RESIN POLIESTER TAK JENUH DAN TRIPROPILEN GLIKOL DIAKRILAT HASIL IRADIASI BERKAS ELEKTRON

Marsongko*, Sugiarto Danu*, dan Made Sumarti Kharda*

ABSTRAK

SIFAT LAPISAN CAMPURAN RESIN POLIESTER TAK JENUH DAN TRIPROPILEN GLIKOL DIAKRILAT HASIL IRADIASI BERKAS ELEKTRON.

Percobaan penentuan sifat lapisan telah dilakukan terhadap campuran resin poliester tak jenuh dan tripropilen glikol diakrilat (TPGDA) yang diiradiasi menggunakan berkas elektron. Resin poliester tak jenuh dengan nama komersial Polylite 8009 dicampur monomer difungsional TPGDA dengan konsentrasi TPGDA dalam campuran divariasi pada taraf 0, 10 dan 20% berat. Campuran dilapiskan pada plat aluminium sehingga diperoleh tebal sekitar 100 μm . Lapisan kemudian diiradiasi pada dosis 60, 80 dan 100 kGy dalam suasana inert dengan variasi kecepatan aliran nitrogen 30, 50 dan 70 Nm^3/jam . Sifat lapisan yang diukur meliputi fraksi-gel, kekerasan pendulum, tegangan putus, perpanjangan putus, ketahanan kikis, dan ketahanan terhadap bahan kimia, pelarut dan noda. Hasil percobaan menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi TPGDA, semakin rendah fraksi-gel, kekerasan dan tegangan putus. Pada umumnya kenaikan dosis iradiasi dan kecepatan aliran nitrogen meningkatkan sifat-sifat lapisan.

* Pusat Aplikasi Isotop dan Radiasi - BATAN, Jakarta

ABSTRACT

THE PROPERTIES OF UNSATURATED POLYESTER RESIN AND TRIPROPYLENE GLYCOL DIACRYLATE MIXTURES FILM IRRADIATED BY ELECTRON BEAM. An experiment on radiation curing of unsaturated polyester - tripropylene glycol diacrylate (TPGDA) mixture has been done by using electron beam radiation. Unsaturated polyester with the trade name of Polyite 8009 was mixed with difunctional monomer of TPGDA to get the TPGDA concentration of 0, 10 and 20% by weight. The mixture was applied onto an aluminum plate to get the thickness of around 100 μm . Irradiation of the film was conducted at the doses of 60, 80 and 100 kGy in an inert atmosphere with variation of nitrogen flow rate at 30, 50 and 70 Nm^3/hr . The film properties observed were gel-fraction, pendulum hardness, tensile strength, elongation at break, abrasion resistance, and chemical, solvent and stain resistances. The experimental results showed that the higher the concentration of TPGDA, the lower the gel-fraction, hardness and tensile strength. It was observed that in general, increasing the irradiation dose and flow rate of nitrogen, increased the film properties.

PENDAHULUAN

Pada umumnya tujuan pelapisan suatu bahan misalnya kayu, logam, keramik, kulit dan lain-lain adalah untuk melindungi bahan tersebut dari pengaruh luar yang bersifat merusak serta diharapkan dapat meningkatkan penampilannya. Salah satu

cara pelapisan permukaan adalah dengan teknologi radiasi, yaitu dengan metode radiation curing.

Bahan pelapis yang digunakan pada sistem curing secara radiasi, umumnya terdiri dari oligomer dan monomer reaktif. Oligomer yang dapat digunakan sebagai bahan pelapis dalam pelapisan permukaan dengan radiasi berkas elektron digolongkan menjadi : epoksi akrilat, acrylic oil, uretan akrilat, poliester akrilat, polieter akrilat, vinil akrilik, poliester tak jenuh, dan polyene/thiol systems [1]. Monomer reaktif dapat berupa senyawa monofungsional atau polifungsional. Bahan tersebut yang digunakan sebagai komponen bahan pelapis, masih banyak yang diimpor dan harganya relatif mahal, sehingga biaya produksi suatu proses pelapisan permukaan akan menjadi mahal.

Batan, Pusat Aplikasi Isotop dan Radiasi (PAIR), telah melakukan penelitian modifikasi bahan pelapis untuk mengembangkan pelapisan permukaan suatu bahan dengan menggunakan resin poliester tak jenuh (PTJ) produksi dalam negeri [2,3]. Kebanyakan resin PTJ terdiri dari campuran oligomer PTJ dan monomer stiren. Salah satu resin poliester yang diperdagangkan adalah Polylife 8009. Resin ini mempunyai sifat sangat reaktif, viskositasnya sedang, hasil lapisan film keras, dan harganya relatif murah [4].

Dalam penelitian ini dipelajari sifat lapisan hasil curing campuran resin PTJ dan tripropilen gliserol diakrilat (TPGDA) menggunakan radiasi berkas elektron. Sifat film yang dipelajari meliputi kekerasan, fraksi gel, ketahanan terhadap bahan kimia/pelarut dan noda, tegangan putus dan perpanjangan putus.

BAHAN DAN METODE

Bahan. Plat aluminium berukuran 200 mm x 100 mm x 1 mm, dipakai sebagai bahan substrat. Resin poliester tak jenuh (PTJ) dalam stiren dengan nama dagang Polylife 8009 buatan Pt. Pardic Jaya Chemicals, Tangerang, Indonesia, dan monomer tripropilen glikol diakrilat (TPGDA) buatan BASF, Jerman.

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

Percobaan. Plat aluminium dibersihkan permukaannya menggunakan air dan aseton agar bersih dari kotoran dan lemak. Resin poliester P 8009 dicampur dengan monomer TPGDA, sehingga didapatkan campuran dengan konsentrasi TPGDA masing-masing adalah 0, 10, dan 20 % berat. Campuran dituangkan pada permukaan plat aluminium, kemudian diratakan dengan batang silinder kaca untuk mendapatkan tebal lapisan $\pm 100 \mu\text{m}$. Lapisan kemudian diiradiasi menggunakan mesin berkas elektron pada tegangan operasi 300 keV dan arus 30 mA dalam atmosfer nitrogen (konsentrasi $\text{O}_2 = 85 \text{ ppm}$). Kecepatan aliran N_2 divariasi menjadi 30, 50, dan 70 Nm^3/jam , dengan variasi dosis iradiasi 10, 20, dan 30 kGy. Fraksi gel film ditentukan dengan ekstraksi menggunakan aseton selama 16 jam. Kekerasan lapisan diukur menggunakan Pendulum Hardness Rocker dengan metode Koenig, sesuai ISO 1522-1973 (E) [5]. Tegangan putus dan perpanjangan putus diukur menurut ASTM D 2370 - 68 [6], menggunakan Strograph-R1 Tensile Tester, buatan Toyoseiki Co., Ltd. Jepang. Ketahanan kikis diukur menggunakan

metode pasir jatuhan (*Falling sand abrasion test*), sesuai dengan ASTM D 968-81 [7]. Pengujian dengan metode pasir jatuhan dilakukan dengan menjatuhkan pasir standar (pasir silika) berukuran 80 mesh dari ketinggian tertentu melalui corong pada permukaan contoh uji. Diameter pipa adalah 0,75 inch (± 19 mm). Contoh uji ditempatkan membentuk sudut 45° dengan vertikal dan jarak bagian terdekat pipa dengan contoh uji adalah 25 mm. Sebanyak 2000 ± 10 ml pasir dijatuhkan dari corong melalui pipa sehingga menumbuk permukaan contoh uji. Waktu pengaliran pasir sampai habis antara 21 dan 23 detik. Kikisan membentuk elip pada permukaannya.

Perhitungan dilakukan dengan rumus :

$$\text{Ketahanan kikis (\%)} = \frac{D - L}{D} \times 100$$

D = diameter dalam pipa, mm
L = panjang sumbu pendek elip, mm

Ketahanan terhadap bahan kimia, pelarut dan noda ditentukan dengan uji tetes (*spot test*) sesuai dengan ASTM 1308-79 [8]. Bahan penguji yang dipakai ialah NaOH 10 %, Na_2CO_3 1 %, H_2SO_4 10 %, asam asetat 5 %, alkohol 50 %, pengencer (*thinner*), dan spidol permanen warna merah, biru, dan hitam. Data pada Tabel adalah hasil rata-rata dari 2 ulangan percobaan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Viskositas. Resin dalam perdagangan umumnya merupakan oligomer yang telah dicampur dengan monomer reaktif agar tidak terlalu kental, sehingga memudahkan penuangan. Resin PTJ Polylite 8009 yang dipakai dalam percobaan sudah dicampur dengan sedikit monomer stiren, dan mempunyai kekentalan yang tinggi. Untuk memudahkan penggunaannya pada pelapisan permukaan dan agar menghasilkan lapisan yang lebih rata, perlu diencerkan dengan monomer lain. Dalam penelitian ini TPGDA dipilih sebagai pengencer karena mempunyai viskositas dan Draize rating rendah, serta mempunyai reaktivitas yang cukup tinggi.

Terlihat bahwa dengan penambahan TPGDA sebanyak 10% dapat menurunkan viskositas. Viskositas PTJ PolyLite 8009 yaitu lebih tinggi dari 9000 cp. Penambahan TPGDA sebanyak 20 % berat menurunkan viskositas campuran PTJ / TPGDA menjadi 2161 cp, sehingga lebih memudahkan pelapisan. Semua data ini disajikan pada Tabel 1.

Fraksi-Gel. Kesempurnaan proses polimerisasi campuran PTJ / TPGDA setelah iradiasi berkas elektron dapat diketahui dari parameter fraksi-gel. Fraksi-gel menunjukkan banyaknya pembentukan gel yang merupakan ikatan silang. Sedangkan bagian yang tidak berikatan silang disebut sol. Gel tidak dapat larut dalam aseton atau pelarut organik, sedangkan sol dapat larut. Hubungan antara fraksi-gel, dosis iradiasi, dan perbedaan kecepatan aliran N_2 diperlihatkan pada Tabel 2. Pada umumnya semakin tinggi dosis iradiasi, semakin tinggi nilai fraksi-gel, sedangkan semakin besar konsentrasi TPGDA, semakin rendah nilai fraksi-gel.

Konsentrasi TPGDA yang terlalu tinggi menurunkan viskositas campuran, sehingga meningkatkan mobilitas makroradikal. Mobilitas makroradikal ini menyebabkan terjadinya reaksi terminasi bimolekuler lebih cepat dibandingkan reaksi propagasi rantai, sehingga menurunkan efisiensi pembentukan fraksi-gel. Kenaikan kecepatan aliran N_2 dari 30 sampai dengan $70 \text{ Nm}^3/\text{jam}$ tidak terlihat berpengaruh terhadap nilai fraksi-gel. Nilai fraksi-gel tertinggi mencapai 99,4% tanpa penambahan TPGDA pada kecepatan aliran N_2 $70 \text{ Nm}^3/\text{jam}$ dan dosis iradiasi 60 kGy.

Kekerasan Pendulum. Sifat kekerasan erat kaitannya dengan fraksi-gel pada formulasi bahan pelapis. Semakin tinggi derajat ikatan silang, semakin tinggi fraksi-gel dan semakin keras suatu lapisan. Pada Tabel 3 terlihat bahwa semakin tinggi dosis iradiasi, semakin tinggi pula kekerasan lapisan yang terbentuk. Semakin tinggi dosis iradiasi, semakin banyak radikal yang terjadi. Selanjutnya dengan semakin banyak radikal yang terjadi, semakin banyak rantai yang terbentuk per satuan waktu, sehingga semakin banyak pula jumlah ikatan rantai yang terjadi. Kenaikan jumlah ikatan silang akan menaikkan kekerasan. Pengaruh kenaikan kecepatan aliran N_2 tidak begitu nyata, tetapi umumnya menaikkan kekerasan lapisan. Hal ini dapat dimengerti, karena ruang iradiasi yang terlalu besar menyebabkan penambahan kecepatan aliran N_2 tidak terlihat pengaruhnya. Kekerasan pendulum tertinggi ditemukan pada campuran PTJ / TPGDA setelah diiradiasi berkas elektron adalah 233 detik pada dosis iradiasi 100 kGy dan konsentrasi TPGDA 10% berat, serta kecepatan aliran N_2 sebesar $70 \text{ Nm}^3/\text{jam}$.

Tegangan Putus dan Perpanjangan Putus. Tegangan putus (T_b) dan perpanjangan putus (E_b) lapisan PTJ / TPGDA disajikan pada Tabel 4 dan 5.

Kenaikan konsentrasi TPGDA pada umumnya menurunkan Tb dan menaikkan Eb. PTJ sebelum dicampur dengan TPGDA sudah mengandung monomer stiren dalam jumlah sedikit. Dengan semakin banyak penambahan monomer TPGDA, fraksi homopolimer dalam campuran dengan kopolimer ikatan silang menjadi makin besar, sehingga menurunkan Tb. Pada kondisi demikian jumlah ikatan antara rantai-rantai polimer menurun. Jika film ditarik atau diregangkan rantai polimer yang tidak berikatan silang relatif mudah bergerak satu terhadap yang lain, sehingga menghasilkan regangan yang tinggi sebelum putus. Kenaikan kecepatan aliran N_2 menaikkan Tb pada masing-masing dosis iradiasi. Adanya udara menghambat terjadinya proses kopolimerisasi PTJ dan TPGDA. Oksigen yang ada di dalam ruang iradiasi, akan menangkap radikal-radikal dari PTJ yang terbentuk oleh radiasi yang akhirnya menghambat terjadinya kopolimerisasi. Dengan kenaikan kecepatan aliran N_2 , udara yang ada di dalamnya semakin berkurang sehingga proses kopolimerisasi berlangsung lebih cepat.

Ketahanan Kikis. Ketahanan kikis lapisan relatif sama, yaitu berkisar antara 35 - 45% pada konsentrasi TPGDA, dan dosis iradiasi, serta kecepatan aliran N_2 berbeda. Sifat suatu lapisan terhadap ketahanan dan kekerasan dipengaruhi oleh densitas ikatan silang yang terbentuk. Menurut MORRIS [9], semakin tinggi densitas ikatan silang, semakin tinggi kekerasan suatu lapisan, dan pada umumnya semakin tinggi kekerasan lapisan polimer, semakin tinggi ketahanan kikisnya.

Ketahanan Terhadap Bahan Kimia. Pengujian ketahanan terhadap bahan kimia, pelarut dan noda pada lapisan dilakukan dengan berbagai bahan kimia

seperti terlihat pada Tabel 7. Pada umumnya lapisan tidak tahan terhadap larutan NaOH 10%, Na_2CO_3 1%, dan H_2SO_4 10%. Hal ini terlihat adanya perubahan warna dan kilap serta kerusakan pada contoh uji. Pengujian dengan bahan kimia yang lain menunjukkan bahwa lapisan lebih tahan, yaitu tanpa adanya perubahan baik warna maupun kilap. Pengujian terhadap noda dilakukan dengan menggoreskan spidol permanen pada lapisan dengan 3 macam warna yaitu biru, merah dan hitam. Setelah dibersihkan dengan aseton, sedikit bekas noda biru pada seluruh contoh uji, sedang pada goresan dengan warna merah dan hitam tidak berbekas.

KESIMPULAN

Penambahan monomer tripropilen glikol diakrilat (TPGDA) pada resin poliester tak jenuh menghasilkan bahan pelapis yang lebih mudah diaplikasikan pada permukaan suatu bahan karena viskositasnya menjadi rendah.

Sifat lapisan hasil curing dengan radiasi berkas elektron menurun dengan penambahan TPGDA terutama sifat fraksi-gel, kekerasan, dan tegangan putus.

Kenaikan dosis iradiasi dan kecepatan aliran N_2 pada umumnya meningkatkan sifat-sifat lapisan. Lapisan pada umumnya tidak tahan terhadap bahan kimia, NaOH 10%, Na_2CO_3 1% dan H_2SO_4 10%, tetapi tahan terhadap bahan kimia yang lain. Noda dengan spidol permanen warna biru hampir semua lapisan terjadi perubahan sedikit, sedangkan dengan warna yang lain tidak terjadi perubahan.

DAFTAR PUSTAKA

1. HOLMAN, R., and OLDRING, P., UV & EB Curing Formulation for Printing Inks Coatings & Paints, SITA, London. (1988), 21 & 55.
2. DANU, S., DARSONO, dan ANIK, S., "Iradiasi Campuran Resin Epoksi Akrilat dan Resin Poliester tak Jenuh dengan Berkas Elektron", Prosiding Pertemuan Ilmiah Sains Materi, Pusat Penelitian Sains Materi - BATAN, Serpong (1996) 277.
3. DANU, S., DARSONO, dan ANIK, S., "Sifat lapisan poliester yang diiradiasi berkas elektron dan sinar ultra violet pada permukaan kayu jati (*Tectona grandis* L.f) dan Kayu Kapur (*Dryobalanops spp*)", Seminar Nasional Hasil Penelitian dan Pengembangan Fisika Terapan & Lingkungan (1996) 429.
4. PARDIC JAYA PRODUCTS, Synthetic Resin, Pt. Pardic Jaya chemicals (1987) 27.
5. ANONYMOUS, Paints and Varnishes Pendulum Damping Test [ISO 1522 - 1973 (E)] (1985) 348.
6. ANONYMOUS, Annual Book of ASTM Standards, Part 27 ASTM, Philadelphia, (1982) 477.
7. ANONYMOUS, Annual Book of ASTM Standards, Part 21 ASTM, Philadelphia, (1972) 477.
8. ANONYMOUS, Annual Book of ASTM Standards, Part 27 ASTM, Philadelphia, (1982) 188.
9. JERRY MORRIS, "Comparison of Acrylate Oligomers in Wood Finishes", *Journal of Coating Technology* 56 715 (1984) 49.

Tabel 1. Viskositas campuran PTJ / TPGDA

Konsentrasi TPGDA, %	Viskositas (25°C), cp.
0	9666
10	5016
20	2169

PTJ : Poliester tak jenuh
TPGDA : Tripropilen gllikol diakrilat

Tabel 2. Fraksi gel (%) lapisan campuran PTJ / TPGDA

N ₂ , Nm ³ /jam	TPGDA, %	Dosis iradiasi, kGy		
		60	80	100
30	0	87,5	90,1	91,4
	10	80,5	88,9	91,9
	20	80,4	87,7	89,8
50	0	86,6	91,3	92,5
	10	81,7	87,6	86,0
	20	66,8	86,7	89,0
70	0	99,4	89,7	96,0
	10	83,8	88,0	89,2
	20	64,9	87,1	89,7

Tabel 3. Kekerasan pendulum (detik) lapisan film campuran PTJ/TPGDA

N ₂ , Nm ³ /jam	TPGDA, %	Dosis iradiasi, kGy		
		60	80	100
30	0	141	195	218
	10	145	167	201
	20	127	96	187
50	0	133	204	219
	10	87	187	198
	20	26	124	167
70	0	132	220	230
	10	116	187	233
	20	17	97	175

Tabel 4. Tegangan putus (kg/cm²) lapisan campuran PTJ /TPGDA

N ₂ , Nm ³ /jam	TPGDA, %	Dosis iradiasi, kGy		
		60	80	100
30	0	287	303	312
	10	181	243	376
	20	158	265	283
50	0	163	243	354
	10	205	294	277
	20	165	286	320
70	0	367	364	308
	10	275	298	301
	20	120	291	-

Tabel 5. Perpanjangan putus (%) lapisan campuran PTJ / TPGDA

N ₂ , Nm ³ /jam	TPGDA, %	Dosis iradiasi, kGy		
		60	80	100
30	0	4,5	2,4	0,8
	10	16,8	5,0	1,6
	20	10,8	7,4	5,3
50	0	6,6	1,6	0,8
	10	10,2	6,0	5,6
	20	18,8	10,0	3,0
70	0	5,6	2,8	1,7
	10	10,0	3,8	1,5
	20	16,5	4,0	-

Tabel 6. Ketahanan kikis (%) lapisan campuran PTJ / TPGDA

N ₂ , Nm ³ /jam	TPGDA, %	Dosis iradiasi, kGy		
		60	80	100
30	0	45	45	40
	10	45	45	40
	20	35	45	45
50	0	40	40	35
	10	40	35	35
	20	40	25	40
70	0	40	40	35
	10	35	45	35
	20	40	35	45

Tabel 7. Ketahanan terhadap bahan kimia/pelarut dan noda lapisan campuran PTJ / TPGDA hasil iradiasi berkas elektron.

Aliran N_2 Nm^3/jam	Konsentrasi TPGDA, %	Dosis, kGy	Bahan kimia, pelarut dan noda								
			A	B	C	D	E	F	G	H	I
30	0	60	-	-	++	++	+	-	-	+	-
		80	-	-	+	++	-	-	+	+	+
		100	-	-	-	++	+	-	-	+	-
	10	60	-	-	+	++	+	-	-	+	-
		80	-	-	+	++	+	-	+	+	+
		100	-	-	-	++	-	-	-	-	-
	20	60	-	-	++	++	+	-	-	+	+
		80	-	-	-	++	+	-	-	+	-
		100	-	-	-	++	-	-	-	-	-
50	0	60	-	-	-	++	++	-	-	+	-
		80	-	-	-	++	+	-	+	+	+
		100	-	-	-	++	+	-	-	+	-
	10	60	-	-	+	++	+	-	-	+	-
		80	-	-	-	++	+	-	+	+	+
		100	-	-	-	++	+	-	+	+	+
	20	60	-	-	-	++	+	-	-	+	+
		80	-	-	-	++	-	-	+	+	+
		100	-	-	-	++	+	-	-	+	-
70	0	60	-	-	-	++	+	-	-	+	-
		80	-	-	-	++	+	-	-	-	-
		100	-	+	-	++	+	-	-	+	-
	10	60	-	+	-	++	-	-	-	+	-
		80	-	-	-	++	+	-	-	+	-
		100	-	-	-	++	+	-	-	+	-
	20	60	-	-	+	++	-	-	-	+	-
		80	-	-	-	++	+	-	-	+	-
		100	-	-	-	++	+	-	-	+	-

Keterangan :

A = CH_3COOH 5 %

C = H_2SO_4 10 %

E = Na_2CO_3 1%

G = spidol warna merah

B = C_2H_5OH 50 %

D = $NaOH$ 10%

F = *thinner*

H = spidol warna biru

I = spidol warna hitam

- = tanpa perubahan

+ = terjadi perubahan sedikit

++ = terjadi perubahan nyata