

PENCANGKOKAN METIL METAKRILAT PADA KARET ALAM SIKLIS DENGAN INISIATOR  
 DIKUMIL PEROKSIDA: EFEK KONSENTRASI MONOMER

Asmara Sari Nasution<sup>1</sup>, Efi Said<sup>1</sup>, Eddiyanto<sup>2</sup> dan M. Said Siregar<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Fakultas Pertanian Universitas Al Azhar Medan Indonesia

<sup>2</sup>Jurusan Kimia Universitas Negeri Medan Indonesia

<sup>3</sup>Fakultas Pertanian Univ. Muhammadiyah Sumatera Utara Medan Indonesia

Email: asmara\_nasution@yahoo.com

ABSTRACT

*The research of grafting methyl methacrylate onto Cyclized Natural Rubber has been carried out. Dicumyl Peroxide was used as a initiator and temperature condition at 90°C with variation of time 1 and 2 hours. Grafting process was done with technique of reflux in a tree-neck flask with condenser and oil bath. Spectra analysis FTIR performed for determine the presence of grafted MMA on the backbone of CNR. The results showed that the product CNR-g-MMA was formed with the marked appearance of the absorption peak wave numbers at 1731 cm<sup>-1</sup> (carbonyl group absorption) typical for carbonyl (C = O) of methyl methacrylate. The degree of grafting increased with the increasing time grafting.*

*Keywords: grafting, cyclic natural rubber, methylmethacrylate, dicumyl peroxide*

ABSTRAK

*Telah dilakukan penelitian grafting metil metakrilat pada Karet Alam Siklis dengan inisiator Dikumil Peroksida pada suhu 90°C dengan variasi waktu 1 dan 2 jam. Proses grafting dilakukan dengan teknik refluks dalam labu leher tiga yang dirangkai dengan kondensor dan oil bath. Analisis spektra FTIR dilakukan untuk menentukan adanya grafting MMA pada rantai CNR. Hasil penelitian menunjukkan bahwa produk CNR-g-MMA telah terbentuk dengan ditandai munculnya puncak serapan bilangan gelombang pada daerah 1731 cm<sup>-1</sup> (serapan gugus karbonil) khas untuk karbonil (C=O) dari metil metakrilat. Derajat grafting meningkat dengan meningkatnya waktu reaksi.*

*Kata unci: pencangkokan, karet alam siklis, metilmetakrilat, dikumil peroksida*

A. PENDAHULUAN

Karet alam merupakan produk terbarukan (*renewable*) yang terdapat dalam jumlah melimpah di Indonesia. Karet alam dapat dimodifikasi secara kimia melalui reaksi siklisasi menghasilkan karet alam siklis, (*Cyclised Natural Rubber/CNR*). Karet alam siklis pada saat ini banyak digunakan sebagai pengikat (*binder*) pada campuran cat dan tinta cetak (*printing ink*) karena memiliki sifat yang khas, yaitu ringan, kaku, tahan terhadap abrasi (daya gesek) serta mempunyai daya rekat yang baik terhadap berbagai material seperti logam, kayu, kaca, plastik, kulit, tekstil dan kertas<sup>1</sup>.

Karet alam siklis dihasilkan melalui perlakuan karet alam dengan asam-asam kuat<sup>2</sup> (seperti asam sulfat, asam p-toluensulfonat) atau katalis friedel-crafts<sup>3</sup> (seperti FeCl<sub>3</sub>, SnCl<sub>4</sub>, TiCl<sub>4</sub>). Dalam reaksi tersebut, karet kehilangan sifat elastisitasnya dan berubah menjadi material yang keras dan rapuh<sup>4</sup>. Rata-rata ukuran struktur siklis yang terbentuk selama proses siklisasi ditemukan bahwa tidak tergantung pada konsentrasi karet dan katalisnya tetapi ditentukan oleh temperatur reaksi siklisasi.

Ikatan rangkap yang masih terdapat pada produk karet alam siklis lebih kecil dari 20%<sup>5</sup>.

Karet alam siklis memiliki ikatan rangkap pada rantai polimernya dan merupakan polimer yang bersifat nonpolar. Karet alam siklis memiliki energi permukaan yang rendah sehingga menyebabkan interaksi antar-muka dan sifat adhesifnya rendah terutama bila dicampurkan dengan polimer polar. Karet alam siklis tidak kompatibel dengan polimer polar. Untuk mengatasi permasalahan ini, modifikasi kimia struktur kimia karet alam siklis menjadi penting untuk dilakukan.

Modifikasi kimia dengan pencangkokan (*grafting*) gugus telah banyak dilakukan untuk menghasilkan produk sesuai dengan spesifikasi yang diharapkan. Teknik grafting merupakan teknik yang relatif sederhana dan mudah dan secara luas telah banyak dilakukan. Berbagai zat telah digunakan sebagai monomer cangkok pada berbagai jenis rantai polimer menggunakan teknik grafting, seperti sintesis PP-g-MA<sup>6</sup>, NR-g-GMA<sup>6</sup> dan NR-g-MA<sup>7,8,9</sup>, MA tercangkok paraffin<sup>10</sup>, HDPE-g-MA<sup>11,12</sup>, LLDPE-g-AA<sup>13</sup>, PB-g-MA<sup>14</sup>, NR-g-MMA<sup>15</sup>

Metil metakrilat (*Methyl Metacrylic*) merupakan salah satu senyawa akrilat yang memiliki karakteristik umum yaitu stabilitas terhadap UV dan sifat mekanik yang baik sehingga cocok digunakan pada aplikasi eksterior. Kebanyakan pemicu yang digunakan secara luas adalah radikal bebas yang dihasilkan dari peruraian peroksida. Peroksida organik seperti Dikumul Peroksida merupakan sumber radikal bebas yang kuat.

Belum ada penelitian tentang CNR-g-MMA dengan inisiator Dikumul Peroksida. Dalam penelitian ini metil metakrilat diharapkan terangkai pada karet siklis (CNR) dengan menggunakan inisiator Dikumul Peroksida sehingga akan dihasilkan suatu produk yang lebih baik dari produk sebelumnya. Pada proses grafting tersebut, monomer cangkok secara kovalen dikaitkan pada rantai polimer. Kehadiran metil metakrilat pada rantai polimer akan menyebabkan perubahan sifat dari struktur polimer tersebut sehingga polimer yang telah dicangkok tersebut dapat berinteraksi dengan zat polar maupun nonpolar.

#### B. METODE PENELITIAN

Bahan kimia yang digunakan terdiri dari Toluena, Metanol, Etanol, CNR (*Cyclised Natural Rubber*) komersial produksi PTPN 3, DCP (Dikumul Peroksida), MMA (Metil Metakrilat) dan Oli.

Peralatan : alat-alat gelas, seperangkat alat refluks, neraca digital, pemanas listrik, termometer, oven, spektrofotometer inframerah.

Prosedur Kerja

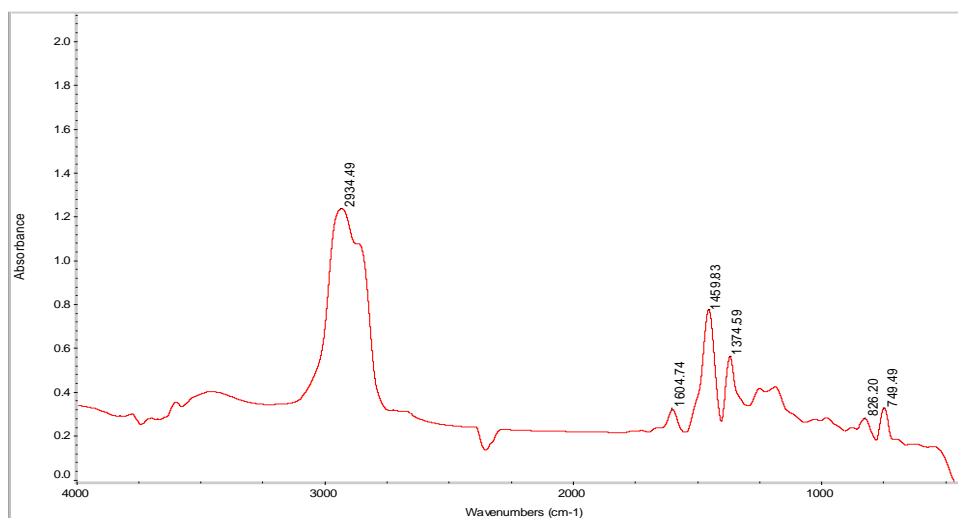
Ditimbang sebanyak 20 gram CNR (*Cyclised Natural Rubber*) dan dimasukkan ke dalam gelas beaker yang telah berisi 80 mL pelarut toluena. Campuran diaduk menggunakan

stirer sambil dipanaskan menggunakan hot plate sampai sekitar 60 °C sehingga dihasilkan larutan CNR 20%. Larutan CNR 20% dimasukkan ke dalam labu leher tiga. Disediakan 10 mL metil metakrilat di dalam dropping funnel. Labu leher tiga yang berisi larutan CNR 20% dirangkai dengan pendingin refluks pada leher bagian tengah. Pada leher labu lain dirangkai dengan dropping funnel yang berisi metil metakrilat sedangkan leher yang satu lagi ditutup menggunakan penutup karet. Rangkaian peralatan refluks ini dipanaskan menggunakan oil bath sambil tetap diaduk dengan stirer sampai suhu 90 °C. Pada suhu 90 °C ditambahkan metil metakrilat (MMA) yang diikuti dikumul peroksida (DCP). Campuran CNR, MMA dan DCP yang terdapat di dalam labu direfluks sambil diaduk menggunakan stirer magnetik selama 1 jam. Hasil refluks dipresipitasi dengan memasukkannya secara perlahan-lahan ke dalam 500 mL metanol dan campurannya dipisahkan. Kemudian endapan dimasukkan ke dalam 500 mL etanol dan diaduk-aduk dan dibiarkan. Campuran dipisahkan kemudian endapannya dikeringkan di oven suhu 60 °C selama satu hari. Produk yang sudah dimurnikan dikarakterisasi dengan spektrometer infra merah.

#### C. HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisa FTIR CNR-g-MMA

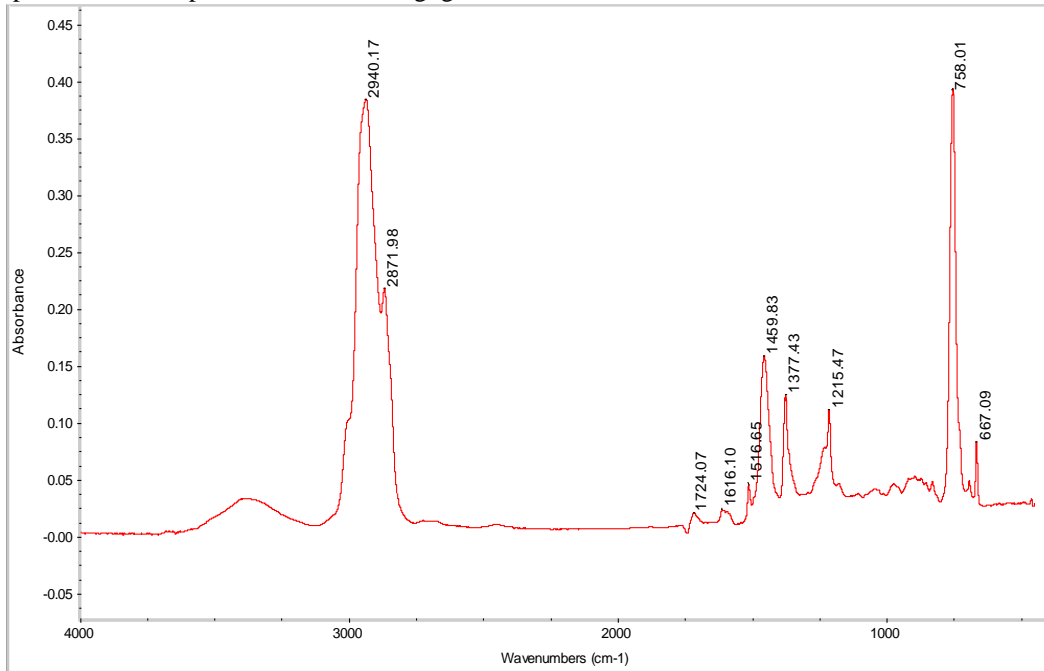
Penerapan spektroskopi infra merah dalam penelitian ini lebih menekankan aspek kualitatif berupa penentuan struktur dengan cara mengamati frekuensi-frekuensi yang khas dari gugus fungsi spektra FTIR yang didapat dengan cara membandingkan spektra karet alam siklis murni dengan spektra karet alam siklis yang telah digrafting dengan metil metakrilat yang dapat dilihat pada gambar 1.



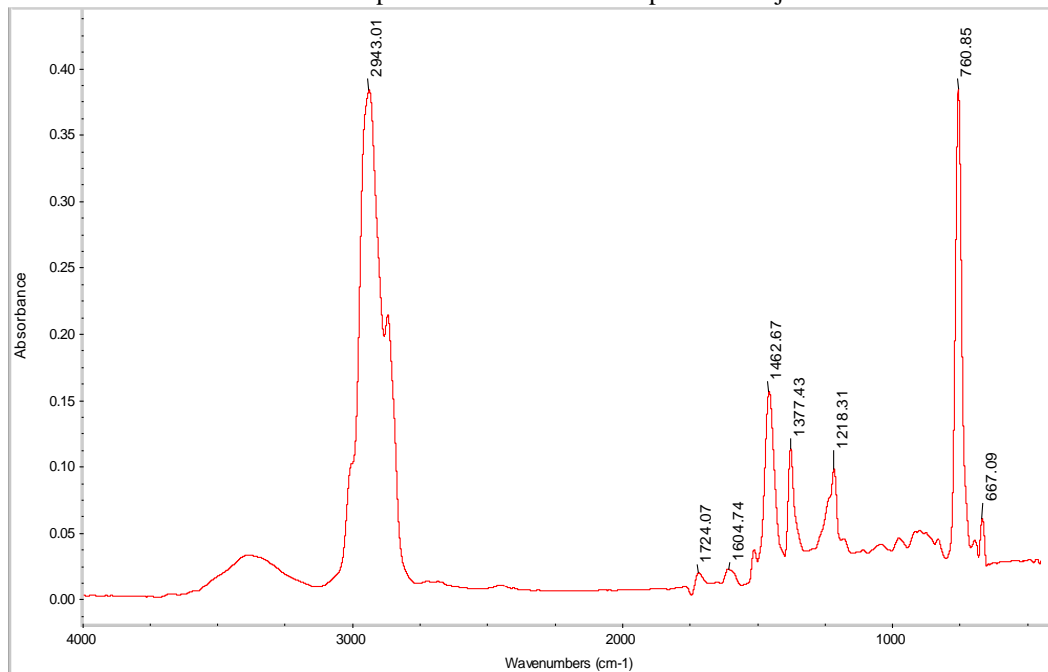
Gambar 1. Spektrum FT-IR Karet Alam Siklis/cyclic Natural Rubber(CNR)

Spektrum FT-IR karet alam siklis segar dapat dilihat seperti Gambar 1. Kemudian sampel yang merupakan produk reaksi epoksidasi karet alam siklis dikarakterisasi dengan FT-IR, untuk melihat perubahan gugus yang terjadi dengan reaksi epoksidasi. Spektrum FT-IR produk epoksidasi dapat dilihat seperti Gambar 2 dan 3. Gambar 2 merupakan spectrum FT-IR produk epoksidasi dengan lama reaksi 5 jam. Dibandingkan dengan Gambar 1 maka pada Gambar 2 terlihat serapan baru pada bilangan gelombang 760-an  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan serapan khas gugus

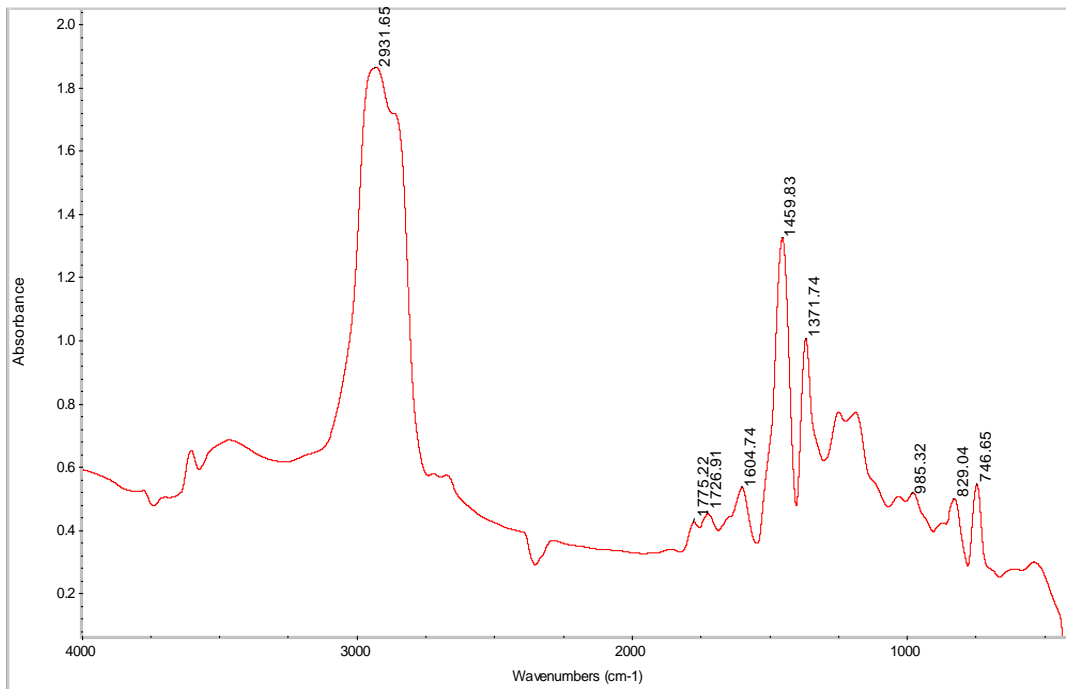
oksiran/epoksida. Serapan ini menandakan bahwa telah terjadi epoksidasi pada ikatan rangkap karet alam siklis. Gambar 3 merupakan spectrum FT-IR produk epoksidasi dengan lama reaksi 6 jam. Dari spektrum FT-IR yang dihasilkan produk epoksidasi dengan lama 5 jam dan 6 jam tidak terlihat perbedaan nyata. Intensitas serapan pada daerah  $760 \text{ cm}^{-1}$  untuk produk reaksi 5 dan 6 jam tidak berbeda. Hal ini berarti bahwa reaksi dengan waktu 5 dan 6 jam memberikan produk epoksida yang tidak berbeda.



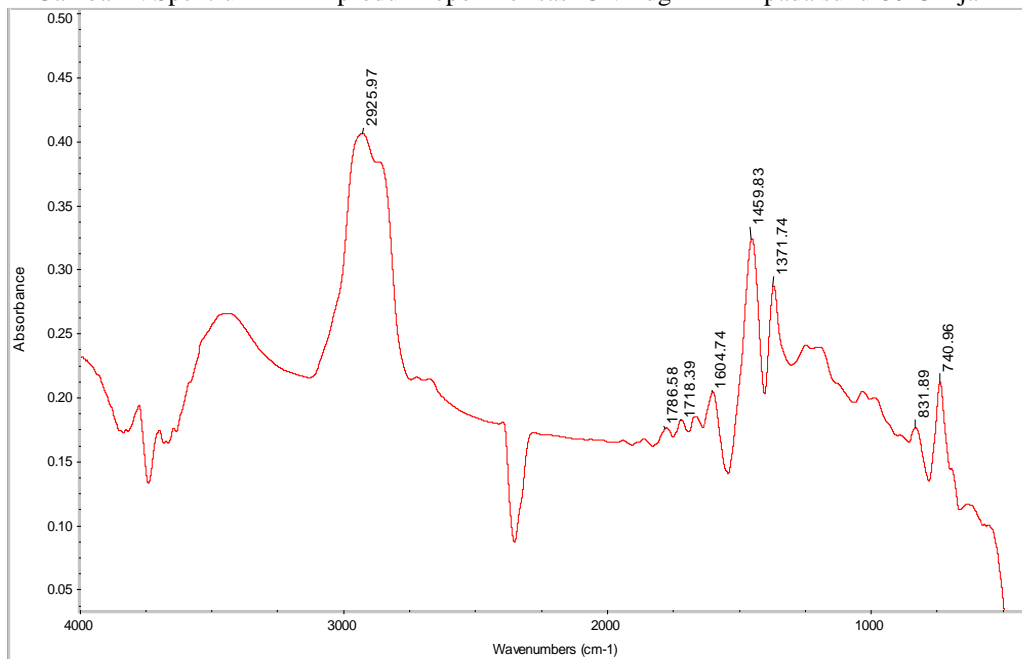
Gambar 2. Spektrum FT-IR CNR-terepoksidasi 5 jam



Gambar 3. Spektrum FT-IR CNR-terepoksidasi 6 jam



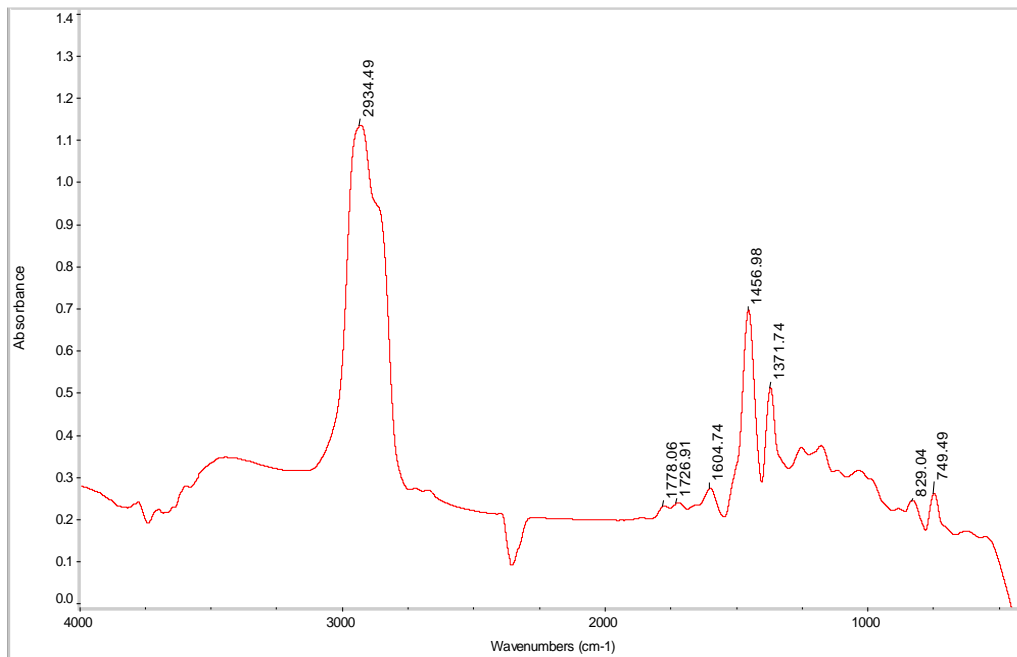
Gambar 4. Spektrum FT-IR produk kopolimerisasi CNR dgn MMA pada suhu 80°C 1 jam



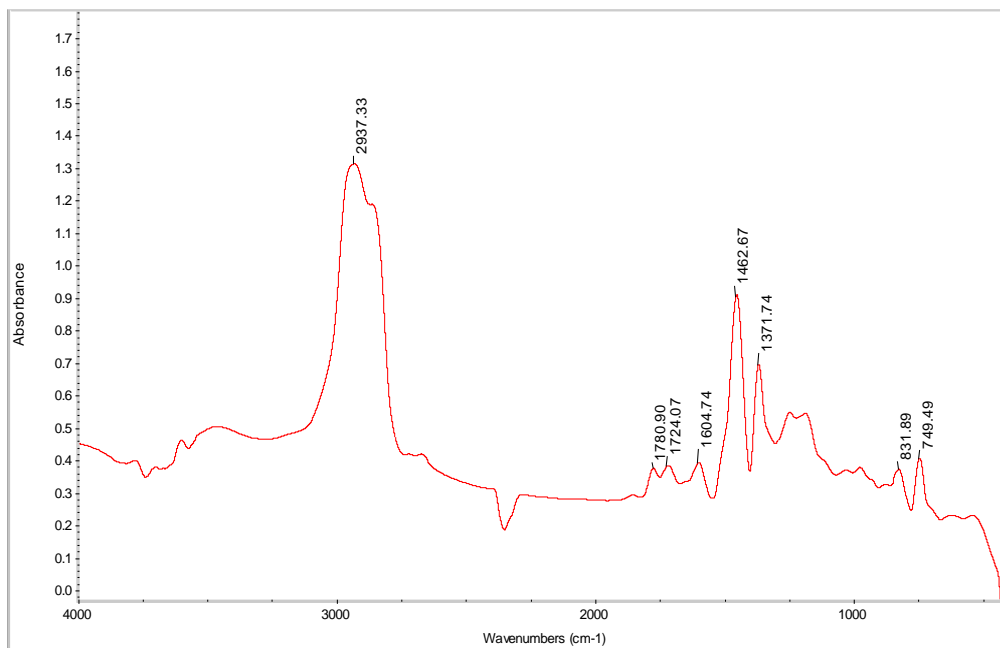
Gambar 5. Spektrum FT-IR produk kopolimerisasi CNR dengan MMA pada 80°C 2 jam

Dari Gambar 4 dan 5 dapat dilihat bahwa pencangkakan MMA pada KAS telah terjadi. Hal dikonfirmasi dengan munculnya serapan baru pada daerah 1700-an yang merupakan serapan khas karbonil (C=O) yang berasal dari molekul MMA. Dari Gambar 4 dan 5 dapat dilihat bahwa derajat pencangkakan MMA pada KAS dipengaruhi oleh lama reaksi.

Semakin lama reaksi berlangsung maka produk cangkok makin banyak. Hal ini dapat dilihat dari intensitas serapan pada 1700-an. Semakin lama reaksi berlangsung maka semakin tinggi intensitas serapan pada 1700-an. Hal ini dapat diartikan bahwa semakin lama reaksi berlangsung maka semakin banyak MMA yang tercangkok pada KAS.



Gambar 6. Spektrum FT-IR produk kopolimerisasi CNR dengan MMA pada 90°C 1 jam



Gambar 7. Spektrum FT-IR produk kopolimerisasi CNR dengan MMA pada 90°C dan 2 jam

Dari Gambar 6 dan 7 dapat dilihat bahwa telah terjadi pencangkokan MMA pada KAS, yang dikonfirmasi dengan munculnya serapan pada bilangan gelombang pada 1700-an, yang merupakan serapan khas C=O yang berasal dari molekul MMA. Hal yang sama dengan reaksi pada 80°C juga ditemukan pada spektrum FT-IR produk reaksi pada 90°C. Semakin lama reaksi maka intensitas serapan pada 1700-an  $\text{cm}^{-1}$  semakin tinggi. Hal ini dapat dikatakan bahwa semakin lama reaksi

berlangsung maka semakin tinggi derajat pencangkokan MMA pada KAS.

#### D. KESIMPULAN

Grafting metil metakrilat pada karet alam siklis pada suhu 90°C dapat menghasilkan produk MMA-g-CNR. Semakin lama reaksi grafting berlangsung maka derajat grafting meningkat.

#### DAFTAR PUSTAKA

1. Direktorat Jenderal Industri Agro dan Kimia, (2009), *Roadmap Industri*

- Pengolahan Karet Dan Barang Karet*, Departemen Perindustrian, Jakarta.
2. Golub, A.M., & Heller, J.,(1963), The Reaction Of Polyisoprene With Titanium Tetrachloride, *Canadian Journal Of Chemistry*, Vol.41.
  3. Mirzatheri, M., (2000), The Cyclization of Natural Rubber, *Iran J. Chem. & Chem. Eng.*, Vol.19.
  4. Riyajan, S., Sakdapipanich, J.T., (2006), *Cationic Cyclization Of Deproteinized Natural Rubber Latex Using Sulfuric Acid*, Mahidol University.
  5. Saunders, K.J.,(1988), *Organic Polymer Chemistry, Second Edition*, Blackie Academic & Professional, Glasgow.
  6. Eddyanto, (2007), *Functionalitation Of Polymers: Reactive Processing, Structure and Peformance Characteristics*, Thesis, Aston University.
  7. Nakason, C., A. Kaesaman., Z.Samoh., S.Homsin., S.Kiatkomjornwong., (2002), Rheological properties of maleated natural rubber and natural rubber blends, *Polymer Testing* 21: 449-455.
  8. Nakason, C., A. Kaesaman., P. Supasanthitikul., (2004), The grafting of maleic anhydride onto natural rubber, *Polymer Testing* 23; 35-41.
  9. Nakason, C., S. Saiwaree., S Tatun., A. Kaesaman., (2006), Rheological, thermal and morphological properties of maleated natural rubber and its reactive blending with poly(methyl methacrylate), *Polymer Testing* 25: 656-667.
  10. Krump, H., P. Alexy., A.S. Luyt., (2005), Preparation of a maleated Fischer-Tropsch paraffin wax and FTIR analysis of grafted maleic anhydride, *Polymer Testing* 24: 129-135.
  11. Sitepu, Iwan P., (2009), *Pengaruh Konsentrasi Maleat Anhidrat Terhadap Derajat Grafting Maleat Anhidrat Pada High Density Polyethylen (HDPE) Dengan Inisiator Dikumil Peroksida*, Skripsi, FMIPA, USU, Medan.
  12. Harahap, Halomoan., (2009), *Pengaruh Waktu Terhadap Derajat Grafting Maleat Anhidrat Dalam High Density Polyethylen (HDPE) Dengan Inisiator Dikumil Peroksida*, Skripsi, FMIPA, USU, Medan.
  13. Yohan., Rifaid M.Nur., Lilik Hendrajaya., E.S. Sirajd., (2006), Sintesis Kopolimer Tercangkok Asam Akrilat pada Film LLDPE, *Jurnal Kimia Indonesia*, Vol.1(1): 32-38.
  14. Ferrero, F., (2005), Solvent effect in grafting of liquid polybutadienes with maleic anhydride, *Progress in Organic Coatings* 53: 50-55.
  15. George, Valsa., I. Jhon Britto., M.Sunny Sebastian., (2003), Studies on radiation grafting of methyl methacrylate onto natural rubber for improving modulus latex film, *Radiation physics and chemistry* 66: 367-37.