

## Distribusi Berat Molekul Alkyd Resin Termodifikasi Minyak Jagung

**Heri Heriyanto<sup>1</sup>, Rochmadi<sup>2</sup>, Arief Budiman<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Jurusan Teknik Kimia, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa,  
Jl. Jendral Sudirman Km 3 Cilegon - Banten

Tel: +62-0254-395502, Fax: +0254-395502, E-mail: [herfais@yahoo.com](mailto:herfais@yahoo.com)

<sup>2</sup>Jurusan Teknik Kimia, Universitas Gajah Mada

### Abstrak

*Reaksi esterifikasi anhidrida ftalat dengan monogliserida merupakan reaksi kondensasi membentuk polimer dengan rantai linier. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh suhu dan perbandingan konsentrasi reaktan terhadap derajat polimerisasi alkyd resin. Proses penelitian ada dua tahap : tahap pertama reaksi alkoholisis antara minyak jagung dan gliserol, dan tahap kedua reaksi esterifikasi antara monogliserida dengan anhidrida ftalat.*

*Proses alkoholisis dan esterifikasi dijalankan secara batch dalam labu leher tiga, yang dilengkapi dengan pengaduk merkuri, jaket pemanas, thermometer. Tahap alkoholisis diawali dengan mereaksikan minyak jagung dan gliserol dengan perbandingan molar 1:2 pada suhu 250°C. Suhu 250°C tercapai sampel diambil dengan interval 30 menit selama 3 jam untuk dianalisis kadar gliserol bebasanya dengan metode iodometri. Tahap esterifikasi adalah mencampurkan anhidrida ftalat ke dalam reaktor batch yang berisi produk alkoholisis dengan perbandingan molar gliserol : anhidrida ftalat 3:2. Suhu esterifikasi dijaga tetap pada 250°C. Sampel diambil dengan interval 15 menit selama 75 menit untuk dianalisis kadar gugus OH dengan metode asetat anhidrida. Peubah-ubah yang dipelajari meliputi variasi suhu dari 230°C -260°C pada perbandingan ekuivalen OH/COOH 1:1, serta variasi perbandingan ekuivalen OH/COOH dari 1 – 1,25 pada suhu tetap 250°C.*

*Berdasarkan hasil penelitian diambil kesimpulan bahwa derajat polimerisasi berbanding lurus dengan suhu dan perbandingan konsentrasi reaktan.*

**Kata kunci:** Esterifikasi, gliserol, minyak jagung, phtalat anhidrida, coating

### PENDAHULUAN

Alkyd resin merupakan salah satu produk dari kimia polimer dengan mekanisme polimerisasi kondensasi. Jenis resin ini digunakan sebagai *binder* yang dimanfaatkan dalam industri cat, *coating*, pembentukan film (Sandler, 1994). Alkyd resin dapat digunakan untuk bahan pengikat tinta, dempul pesawat, bahan perekat (Jones, 1983). Dalam perkembangannya konsumen lebih tertarik pada bahan cat dan *coating* yang ramah lingkungan, sehingga banyak penelitian dengan topik modifikasi alkyd resin menggunakan minyak nabati yang ramah lingkungan.

Alkyd resin adalah suatu produk hasil reaksi esterifikasi antara asam dua basa (*dibasic acid*) dan *polyols* yang dimodifikasi oleh minyak kering atau asam lemak jenuh (Ikhuoria dkk., 2007). Minyak digunakan sebagai modifiers dari resin sehingga resin yang diproduksi memiliki karakteristik yang baik pada kemampuan pengeringan udara, lapisan keras dan daya tahan tinggi. Jenis minyak yang banyak diteliti adalah minyak kedelai, minyak jarak, minyak karet, dan minyak jagung (Killeffer, 1038). Penelitian yang akan dilakukan adalah sintesis alkyd resin termodifikasi minyak jagung tidak menggunakan katalis. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari derajat polimerisasi sintesis alkyd resin gliserol dan anhidrida ftalat yang dimodifikasi oleh minyak jagung. Variabel yang diteliti adalah suhu dan perbandingan mol reaktan.

Fisher dan Hayward (1998) menerangkan bahwa proses pembuatan alkyd resin ada dua metode yaitu :

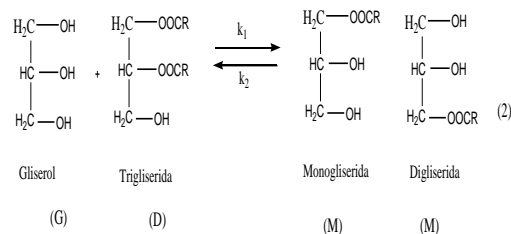
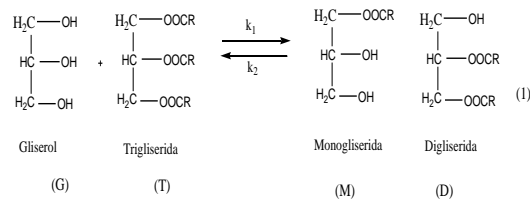
1. Proses Monogliserida yaitu reaksi antara gliserol dan minyak nabati membentuk monogliserida dilanjutkan dengan penambahan anhidrida ftalat membentuk alkyd resin.
2. Proses *Fatty Acid* (Asam Lemak), yaitu minyak nabati, gliserol, dan anhidrida ftalat dimasukkan bersama artinya tidak perlu memproduksi monogliserida.

Kontrol yang harus diperhatikan pada reaksi polimerisasi alkid resin adalah terjadinya *gelation* sebelum konversi polimerisasi tercapai. *Gelation* pada reaksi sintesis alkid resin tergantung pada gugus fungsi rata-rata dari reaktan (Prashantha dkk., 2008).

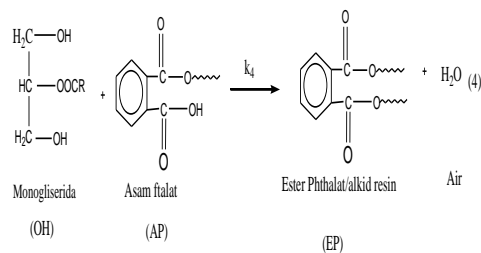
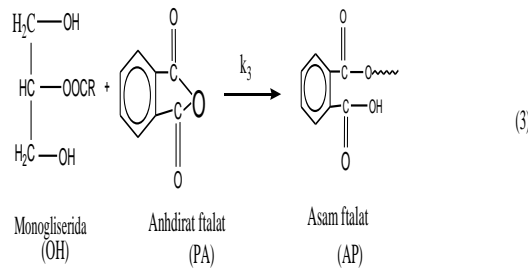
Proses yang dipakai adalah proses monogliserida. Penelitian ini menggunakan model dengan anggapan bahwa reaksi terjadi pada larutan ideal dimana reaktivitas gugus tidak dipengaruhi oleh perubahan berat molekul (panjang rantai).

Model matematika dari mekanisme reaksi sintesis alkid resin dengan metode monogliserida dapat disusun sebagai berikut :

1. Reaksi alkoholisis antara gliserol dan minyak jagung (trigliserida)

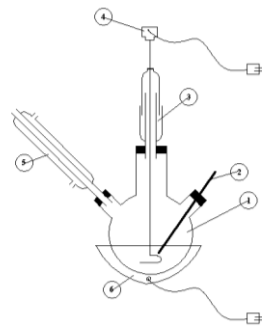


2. Reaksi esterifikasi antara asam anhidrida ftalat dan monogliserida



**Bahan dan Metode Penelitian**

Bahan utama penelitian alkid resin termodifikasi minyak jagung adalah Gliserol (C<sub>3</sub>H<sub>5</sub>(OH)<sub>3</sub>). Anhidrida ftalat (C<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>3</sub>) Anhidrida ftalat (p.a) dan minyak jagung Minyak jagung *refinery* memiliki fasa cairan dan densitas 0,918 g/m, bilangan iod 120-130 gI<sub>2</sub>/100 g minyak. Rangkaian alat yang digunakan ditunjukkan pada Gambar 1 berikut :



Keterangan Gambar :

1. Reaktor,
2. Termometer,
3. Pengaduk merkuri,
4. Motor pengaduk,
5. Pendingin balik,
6. Jaket pemanas

**Gambar 1.** Rangkaian alat pembuatan alkid resin termodifikasi minyak jagung

Proses alkoholisis dan esterifikasi dijalankan secara *batch* dalam labu leher tiga, yang dilengkapi dengan pengaduk merkuri, jaket pemanas, thermometer dan saluran pengambil sampel. Tahap alkoholisis diawali dengan mereaksikan minyak jagung dan gliserol dengan perbandingan molar 1:2 pada suhu 250°C. Suhu dan kecepatan pengadukan dipertahankan tetap. Sampel diambil pada selang waktu 30 menit selama 3 jam untuk dianalisa kadar gliserol bebasnya dengan metode iodometri. Tahap esterifikasi adalah mencampurkan anhidrida ftalat ke dalam reaktor batch yang berisi produk alkoholisis dengan perbandingan molar gliserol : anhidrida ftalat 3:2. Suhu esterifikasi dijaga tetap pada 250°C. Sampel diambil selang waktu 15 menit selama 75 menit, sampel diambil untuk dianalisis kadar gugus OH<sup>-</sup> dengan metode asetat anhidrida. Peubah-ubah yang dipelajari meliputi variasi suhu dari 230°C - 260°C pada perbandingan ekivalen OH/COOH 1:1, serta variasi perbandingan ekivalen OH/COOH dari 1 - 1,25 pada suhu tetap 250°C

### Hasil dan Pembahasan

Distribusi berat molekul pada penelitian ini lebih menekankan pada derajat polimerisasi alkid resin. Konversi reaksi esterifikasi antara monogliserida dan asam phtalat anhidrida dapat dihitung dengan menggunakan data penurunan konsentrasi hidroksil menggunakan persamaan (Bobalek and Chiang, 1964; Bobalek et al., 1964) :

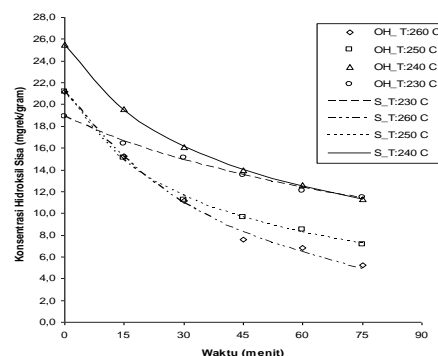
$$P = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \dots\dots\dots(5)$$

Dimana Co dan Ct adalah konsentrasi hidroksil pada waktu awal dan setelah waktu reaksi, t. Dan P adalah konversi reaksi esterifikasi alkid resin.

Sedangkan derajat polimerisasi , DP dihitung dengan menggunakan persamaan :

$$DP = \frac{1}{1 - P} \dots\dots\dots(6)$$

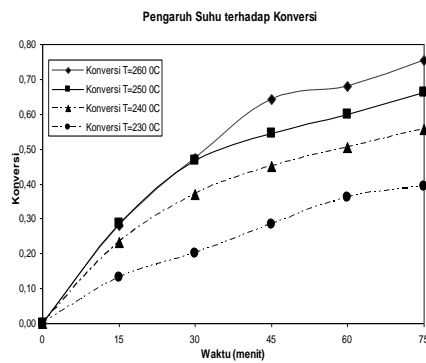
Hasil penelitian pengaruh suhu terhadap konsentrasi hidroksil sisa pada perbandingan komposisi tetap dapat dilihat pada Gambar 2.



**Gambar 2.** Hubungan konsentrasi hidroksil sisa pada berbagai suhu, dengan perbandingan ekivalen reaktan OH/COOH = 1

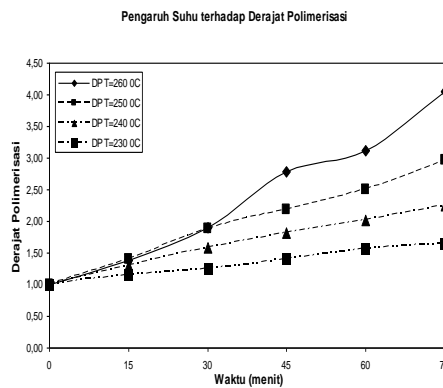
Gambar 2 memperlihatkan bahwa reaksi esterifikasi dipengaruhi oleh suhu. Makin tinggi suhu konsentrasi hidroksil sisa semakin kecil. Hal ini disebabkan karena semakin tinggi suhu, energi kinetik yang dimiliki oleh molekul-molekul akan meningkat dan makin banyak molekul yang bertumbukan yang menghasilkan reaksi kimia semakin cepat.

Konversi reaksi esterifikasi pada rentang suhu antara 230°C – 260°C ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Pengaruh suhu terhadap konversi Esterifikasi

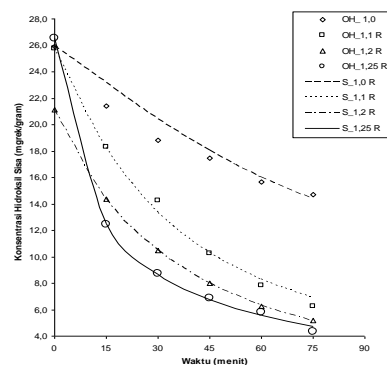
Gambar 3 menunjukkan bahwa konversi esterifikasi alkid resin antara monogliserid dan asam phtalat anhidrida dipengaruhi oleh suhu. Pada suhu 260<sup>0</sup>C konversinya lebih tinggi dibandingkan dengan suhu 230<sup>0</sup>C. Hal ini menunjukkan bahwa pada suhu yang lebih tinggi kecepatan reaksi esterifikasi lebih besar. Pengaruh suhu terhadap derajat polimerisasi dapat dilihat pada Gambar 4 :



Gambar 4. Pengaruh suhu terhadap derajat polimerisasi

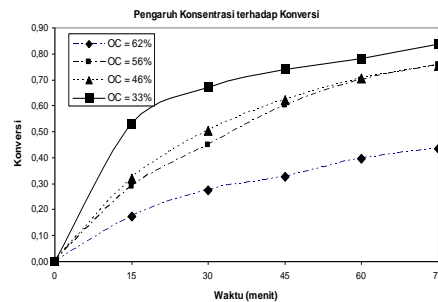
Suhu berbanding lurus dengan derajat polimerisasi semakin tinggi suhu maka derajat polimerisasi akan semakin besar. Hal ini terjadi karena pada suhu yang lebih tinggi konversi reaksi lebih besar.

Hasil penelitian pengaruh perbandingan ekivalen OH/COOH terhadap konsentrasi hidroksil sisa pada suhu tetap 250<sup>0</sup>C dapat dilihat pada Gambar 5. Terlihat bahwa reaksi esterifikasi dipengaruhi oleh perbandingan ekivalen reaktan. Dengan meningkatnya konsentrasi reaktan maka kecepatan reaksi akan meningkat. Hal ini ditunjukkan dengan konsentrasi hidroksi sisa pada perbandingan lebih besar yaitu 1,25 R konsentrasi hidroksi sisa lebih sedikit dibanding dengan perbandingan reaktan 1,0R.



Gambar 5. Hubungan konsentrasi hidroksil sisa (mg/gram) pada reaksi esterifikasi untuk suhu tetap 250<sup>0</sup>C.

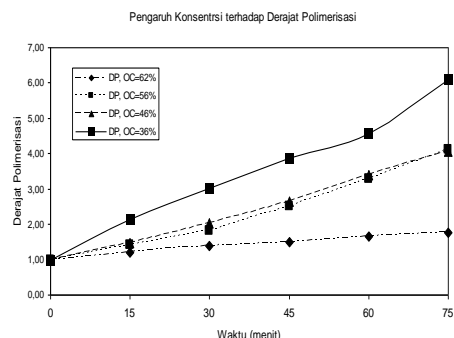
Konversi reaksi esterifikasi pada rentang perbandingan konsentrasi reaktan  $\text{OH}/\text{COOH} = 1 - 1,25$  R ditunjukkan pada Gambar 6.



**Gambar 6.** Pengaruh konsentrasi reaktan terhadap konversi esterifikasi

Gambar 6 menunjukkan bahwa konversi pada perbandingan reaktan ekuivalen  $\text{OH}:\text{COOH} = 1:1$  (kandungan minyak 62%) konversi reaksi esterifikasi lebih kecil dibandingkan dengan perbandingan reaktan ekuivalen  $\text{OH}:\text{COOH} = 1,25:1$  (kandungan minyak 33%). Hal ini disebabkan karena pada konsentrasi reaktan lebih tinggi maka tumbukan partikel-partikel monomer lebih cepat sehingga laju kecepatan reaksi lebih cepat. Gambar 6 memperlihatkan bahwa perbandingan konsentrasi reaktan mempengaruhi konversi esterifikasi alkid resin. Semakin besar perbandingan konsentrasi reaktan, maka konversi yang didapat semakin besar. Hal ini menunjukkan bahwa kecepatan reaksi berlangsung lebih cepat pada konsentrasi perbandingan reaktan yang lebih tinggi..

Pengaruh perbandingan konsentrasi reaktan terhadap derajat polimerisasi dapat dilihat pada Gambar 7.



**Gambar 7.** Pengaruh konsentrasi reaktan terhadap derajat polimerisasi

Gambar 7 menunjukkan bahwa derajat polimerisasi berbanding lurus dengan perbandingan konsentrasi reaktan. Pada perbandingan konsentrasi reaktan 1,25 derajat polimerisasi lebih besar dibandingkan dengan perbandingan konsentrasi reaktan 1. Hal ini disebabkan karena konversi berbanding lurus dengan konsentrasi reaktan.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa konversi dan derajat polimerisasi terjadi perubahan dengan kenaikan perbandingan konsentrasi ekuivalen reaktan. Hal ini terjadi karena pada pengolahan data dengan menggunakan cara Runge Kutta, nilai k akan dicoba-coba secara simultan sampai mendapatkan nilai SSE minimum. Pada saat SSE minimum itulah nilai konstanta kecepatan reaksi yang diperoleh hasil penelitian. Sehingga berapa pun nilai konstanta kecepatan reaksinya (k) yang penting bahwa nilai SSE adalah minimum.

## KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan bahwa minyak jagung dapat dipakai untuk memodifikasi alkid resin. Suhu dan perbandingan konsentrasi reaktan berbanding lurus dengan derajat polimerisasi, semakin tinggi suhu dan perbandingan konsentrasi reaktan maka derajat polimerisasi akan meningkat.

## Daftar Simbol

- AP = Asam ftalat
- D = Digliserida
- EP = Ester ftalat/Alkid resin

G	= Gliserol
OH	= Gugus hidroksil
PA	= Anhidrida ftalat
T	= Suhu mutlak (K)
T <sub>G</sub>	= Trigliserida
t	= waktu (menit)

#### DAFTAR PUSTAKA

1. Altiokka, M.R., and Citak, A., 2003, "Kinetics Study of Esterification of Acetic Acid with Isobutanol in The Presence of Amberlite Catalyst", *Applied Catalysis A:General*, 239, 141-148
2. Azam, M., Habib, U., Hamid, M., 2007, "Fatty Acid Composition of Tobacco Seed Oil and Synthesis of Alkyd Resin", *Chinese Journal of Chemistry*, 25, 705-708
3. Atimuttigul, V., Damrongsakkul, S., and Tanthapanichakoon, W., 2006, "Effects of Oil Type on The Properties of Short Oil Alkyd Coating Materials", *Korean J.Chem.Eng.*, 23, 672-677
4. [4] Bradshaw, G.B., Meuly, W.C. 1984, "Preparation of Detergents", US Patent 2, 360-844
5. Fisher, L.A., and Hayward, G.R., 1998, "The Basic of Resin Technology", *Oil and Colour Chemists' Association, United Kingdom*
6. Haryanto, Rochmadi, Budiman, A., 2005, "Kinetika Reaksi Poliesterifikasi Gliserol-Asam adipat", *Teknosains Jilid 18 UGM, Yogyakarta*
7. Hindarwanto, R., R., 1999, "Polimerisasi Heksameten Diamin Dengan Asam Adipat", Tesis diajukan kepada Program Pascasarjana UGM, Yogyakarta
8. Ikhuoria, E., U., Maliki, M., Okieimen, F., E., Aigbodion, A., I., Obaze, E., O., Bakare, I., O., 2007, "Synthesis and Characterisation of Chlorinated Rubber Seed Oil Alkyd Resin", *Progress in Organic Coating*, 59, 134-137
9. Jones, F., N., "Alkyd Resin", North Dakota University, Fargo, USA
10. Johnstone, R.E. and Thring, M.W., 1957, "Pilot Plants Model and Scale Up Methodes in Chemical Engineering", pp.63-73, McGraw-Hill Book Company Inc., New York
11. Kastanek, A., Hajek, K., and Dufka, O., 1986, "Analytical and Physical Investigation of Alkyd Resin in the Course of its Preparation Determination of Composition of Reaction Mixture Using Volatile Monocarboxylic Acid for Alkyd Synthesis", *Journal of Applied Polymer Science*, 31, 723-732
12. Montgomery, D., C., 2001, "Design and Analysis Experiment", 5<sup>th</sup> ed., Jhon Willey and Sons, Inc., New York
13. Nauman, E.B., 2002, "Chemical Reactor Design, Optimization, and Scaleup", pp.154, McGraw-Hill Companies, Inc., New York
14. Lundquist, E.G., 1995, "Catalyzed Esterification Process", U.S. Patents 5,426,199
15. Prashantha, M., A., B., Premachandra, J., K., and Amarasinge A., D., U., S., 2008, "Mathematical Model for Predicting Gel Point in The Process of Manufacturing Alkyd Resins", *Ind.Eng.Chem. Res*, 47, 8555-8560
16. Purwaningsih, I., S., 1987, "Kinetika Alkoholisasi Minyak Biji Karet", Tesis diajukan kepada Program Pascasarjana UGM, Yogyakarta
17. Sandler, S.R., 1994, "Polymer Syntheses", Vol.2<sup>nd</sup> ed, 157-187, Academic Press, Inc., California
18. Swern, D., 1982, "Bailey Industrial Oil and Fat Products", 4<sup>th</sup> ed., Jhon Willey & Sons, New York