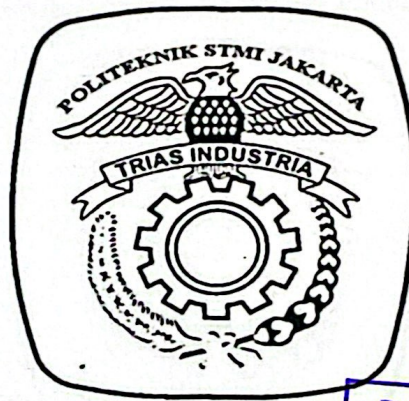


LAPORAN TUGAS AKHIR
SINTESIS RESIN ALKID DARI MINYAK KEDELAI,
GLISEROL, DAN FTALAT ANHIDRIDA YANG
DIMODIFIKASI DENGAN GAS AMONIA
DI BALAI BESAR KIMIA DAN KEMASAN
(Juli 2018-Mei 2019)



DATA BUKU PERPUSTAKAAN	
Tgl Terima	10/08/22
No Induk Buku	561/TRP/SB/TA/27

OLEH:

DICKY LASENDA SETIAJI (1515053)

PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA POLIMER
POLITEKNIK STMI JAKARTA
KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN R.I.
JAKARTA
2019

SUMBANGAN ALUMNI

LAPORAN TUGAS AKHIR
SINTESIS RESIN ALKID DARI MINYAK KEDELAI,
GLISEROL, DAN FTALAT ANHIDRIDA YANG
DIMODIFIKASI DENGAN GAS AMONIA
DI BALAI BESAR KIMIA DAN KEMASAN
(Juli 2018-Mei 2019)

Diajukan sebagai salah satu syarat penyelesaian akademik
Program Studi Teknik Kimia Polimer pada Politeknik STMI Jakarta



OLEH:

DICKY LASENDA SETIAJI (1515053)

PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA POLIMER
POLITEKNIK STMI JAKARTA
KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN R.I.

JAKARTA

2019

**POLITEKNIK STMI JAKARTA KEMENTERIAN
PERINDUSTRIAN R.I**

**LEMBAR PENGESAHAN DOSEN PEMBIMBING TUGAS
AKHIR**

JUDUL TUGAS AKHIR

SINTESIS RESIN ALKID DARI MINYAK KEDELAI, GLISEROL, DAN
FTALAT ANHIDRIDA YANG DIMODIFIKASI DENGAN GAS AMONIA

DISUSUN OLEH:


NAMA : DICKY LASENDA SETIAJI
NIM : 1515053
PROGRAM STUDI : TEKNIK KIMIA POLIMER

Telah diperiksa dan disetujui sebagai salah satu syarat penyelesaian akademik Program
Studi Teknik Kimia Polimer pada Politeknik STMI Jakarta.


Jakarta, 20 Mei 2019

Menyetujui

Ketua Program Studi
Teknik Kimia Polimer


Ir. Roosmariharso, MBA
NIP. 195405231980031004

Dosen Pembimbing


Ir. Rochmi Widjajanti M.Eng
NIP. 195609101984032002

LEMBAR PENGESAHAN PEMBIMBING TUGAS AKHIR

JUDUL TUGAS AKHIR

SINTESIS RESIN ALKID DARI MINYAK KEDELAI, GLISEROL, DAN
FTALAT ANHIDRIDA YANG DIMODIFIKASI DENGAN GAS AMONIA

DISUSUN OLEH:

NAMA : DICKY LASENDA SETIAJI
NIM : 1515053
PROGRAM STUDI : TEKNIK KIMIA POLIMER

Jakarta, 17 Mei 2019

Telah diperiksa dan disetujui oleh :
Pembimbing



Dr. Dwinna Rahmi, M.Eng
NIP. 196710051993032004



BADAN PENGEMBANGAN SUMBER DAYA MANUSIA INDUSTRI

POLITEKNIK STMI JAKARTA

Jl. Letjen Suprpto No. 26 Cempaka Putih, Jakarta 10510
Telp: (021) 42886064 Fax: (021) 42888206
www.stmi.ac.id



Nomor : 026 /BPSDMI/STMI/II/2019
Lampiran :
Perihal : Permohonan Penelitian

Jakarta, 15 Februari 2019

Kepada
Yth. Bapak/Ibu Pimpinan
Balai Besar Kimia dan Kemasan
Jl. Balai kimia No.1 Pekayon Pasar Rebo
Jakarta Timur

Dalam rangka menambah wawasan dan mengaplikasikan teori yang didapat Mahasiswa/i di Politeknik STMI Jakarta, Kementerian Perindustrian RI, dengan ini memohon bantuan Bapak/Ibu agar bersedia menerima mereka yang namanya tersebut di bawah ini untuk melakukan Penelitian di Perusahaan/Instansi yang Bapak/Ibu pimpin selama kurang lebih 6 (enam) bulan.

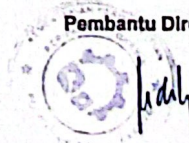
Adapun nama mahasiswa/i yang akan melakukan Penelitian adalah:

No.	Nama	NIM	Kompetensi yang diharapkan
1.	Dicky Lasenda Setiaji	1515053	Proses Produksi

Dalam pelaksanaannya kami mengharapkan bantuan bimbingan Bapak/Ibu agar mahasiswa/i kami dapat melakukannya dengan baik. Untuk selanjutnya kompetensi yang diperoleh dari hasil bimbingan Bapak/Ibu akan dipresentasikan dan mudah-mudahan dapat bermanfaat bagi perusahaan

Demikian atas bantuan dan kerjasama Bapak/Ibu, kami ucapkan terima kasih.

Pembantu Direktur I,



Dr. Rldzky Kramanandita, S.Kom, M.T
NIP : 19740302 200212 1 001

Tembusan:

1. Direktur STMI;
2. Ka Prodi TKP;
3. Mahasiswa yang bersangkutan;
4. Peringgal



Kementerian
Perindustrian
REPUBLIK INDONESIA

BADAN PENGEMBANGAN SUMBER DAYA MANUSIA INDUSTRI

POLITEKNIK STMI JAKARTA

Jl. Letjen Suprpto No. 28 Cempaka Putih, Jakarta 10510

Telp: (021) 42886064 Fax: (021) 42888208

www.stmi.ac.id



Nomor : 026 /BPSDMI/STMI/II/2019
Lampiran :
Perihal : Permohonan Penelitian

Jakarta, 15 Februari 2019

Kepada
Yth. Bapak/Ibu Pimpinan
Balai Besar Kimia dan Kemasan
Jl. Balai kimia No.1 Pekayon Pasar Rebo
Jakarta Timur

Dalam rangka menambah wawasan dan mengaplikasikan teori yang didapat Mahasiswa/i di Politeknik STMI Jakarta, Kementerian Perindustrian RI, dengan ini memohon bantuan Bapak/Ibu agar bersedia menerima mereka yang namanya tersebut di bawah ini untuk melakukan Penelitian di Perusahaan/Instansi yang Bapak/Ibu pimpin selama kurang lebih 6 (enam) bulan.

Adapun nama mahasiswa/i yang akan melakukan Penelitian adalah:

No.	Nama	NIM	Kompetensi yang diharapkan
1.	Dicky Lasenda Setiaji	1515053	Proses Produksi

Dalam pelaksanaannya kami mengharapkan bantuan bimbingan Bapak/Ibu agar mahasiswa/i kami dapat melakukannya dengan baik. Untuk selanjutnya kompetensi yang diperoleh dari hasil bimbingan Bapak/Ibu akan dipresentasikan dan mudah-mudahan dapat bermanfaat bagi perusahaan

Demikian atas bantuan dan kerjasama Bapak/Ibu, kami ucapkan terima kasih.

Pembantu Direktur I,



Dr. Rldzky Kramanandita, S.Kom, M.T








NIP : 19740302 200212 1 001





Tembusan:

1. Direktur STMI;
2. Ka Prodi TKP;
3. Mahasiswa yang bersangkutan;
4. Pertinggal

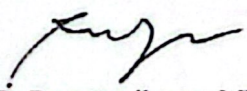
LEMBAR BIMBINGAN PENYUSUNAN TUGAS AKHIR

Nama : Dicky Lasenda Setiaji
NIM : 1515053
Judul Tugas Akhir : Sintesis Resin Alkid Dari Minyak Kedelai, Gliserol,
dan Ftalat Anhidrida yang Dimodifikasi dengan Gas
Amonia
Pembimbing : Ir. Rochmi Widjajanti M.Eng

Tanggal	BAB	Keterangan	Paraf
09-07-2018	-	Diskusi mengenai topik penelitian	
21-07-2018	-	Diskusi penentuan jurnal sesuai topik penelitian	
08-08-2018	-	Diskusi jurnal bersama pembimbing lapangan di balai	
05-09-2018	-	Diskusi persiapan alat dan bahan	
13-12-2018	-	Diskusi kendala-kendala	
16-03-2019	Judul bab	Penentuan judul tugas akhir	
30-04-2019	Bab I	Perbaikan latar belakang, rumusan, dan tujuan penelitian	

Tanggal	BAB	Keterangan	Paraf
04-05-2019	Bab II, III	Perbaiki tinjauan pustaka dan diagram alir penelitian	
07-05-2019	Bab IV	Perbaiki isi dan pembahasan	
11-05-2019	-	Perbaiki daftar pustaka	
20-05-2019	Bab I-V	Penyempurnaan seluruh bab	

Mengetahui,
Ketua Program Studi Teknik Kimia Polimer


Ir. Roosmariharso, MBA
NIP. 195405231980031004

Pembimbing


Ir. Rochmi Widjajanti, M.Eng
NIP.195609101984032002

POLITEKNIK STMI JAKARTA
KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN R.I

LEMBAR PENGESAHAN TIM PENGUJI SIDANG TUGAS AKHIR

JUDUL TUGAS AKHIR:

SINTESIS RESIN ALKID DARI MINYAK KEDELAI, GLISEROL, DAN
FTALAT ANHIDRIDA YANG DIMODIFIKASI DENGAN GAS AMONIA
DISUSUN OLEH :

NAMA : DICKY LASENDA SETIAJI

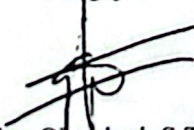
NIM : 1515053

PROGRAM STUDI: TEKNIK KIMIA POLIMER

Telah diuji oleh Tim Penguji Sidang Tugas Akhir Program Studi Teknik Kimia
Polimer pada Politeknik STMI Jakarta pada hari Rabu, 26 Juni 2019.

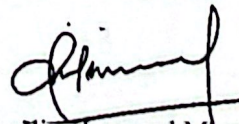
Jakarta, Juni 2019

Penguji I



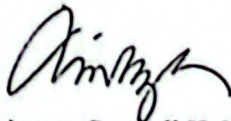
Dr. Erfina Oktariani, S.T., M.T.
NIP. 198210012014022001

Penguji II



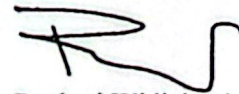
Ir. Parulian Leonard Marpaung, MM
NIP. 195702141985031002

Penguji III



Dr. Ir. Lintong Sopandi H, M.Che
NIP. 19580322198631002

Dosen Pembimbing



Ir. Rochmi Widjajanti, M.Eng
NIP. 1965091019432002

LEMBAR PERNYATAAN KEASLIAN TUGAS AKHIR

Saya Mahasiswa Program Studi Teknik Kimia Polimer, Politeknik STMI Jakarta,
Kementerian Perindustrian Republik Indonesia :

Nama : Dicky Lasenda Setiaji

NIM : 1515053

Program Studi : Teknik Kimia Polimer

Dengan ini menyatakan bahwa hasil karya Tugas Akhir yang saya buat dengan judul Sintesis Resin Alkid Dari Minyak Kedelai, Gliserol, dan Ftalat Anhidrida yang Dimodifikasi dengan Gas Amonia:

- Dibuat dan diselesaikan sendiri dengan menggunakan literatur hasil kuliah, survei lapangan, bimbingan dengan dosen pembimbing dan pembimbing penelitian, melalui tanya jawab maupun asistensi serta buku-buku jurnal acuan yang tertera dalam referensi pada karya tulis Tugas Akhir ini.
- Bukan merupakan duplikasi yang sudah dipublikasikan atau yang pernah dipakai untuk mendapatkan gelar sarjana di Universitas/Perguruan Tinggi lain, kecuali pada bagian-bagian tertentu digunakan referensi pendukung untuk melengkapi informasi dan sumber informasi dengan dicantumkan melalui referensi yang semestinya.
- Bukan merupakan karya tulis terjemahan dari kumpulan buku atau jurnal acuan yang tertera dalam referensi pada karya Tugas Akhir saya.

Jika terbukti saya tidak memenuhi apa yang telah saya nyatakan seperti apa yang diatas, maka karya Tugas Akhir saya ini dibatalkan.

Jakarta, Mei 2019


Dicky Lasenda Setiaji

ABSTRAK

Saat ini berkembang alternatif modifikasi untuk memperbaiki kelemahan yang ditemukan dalam senyawa resin alkid, namun tidak sedikit dari modifikasi tersebut membutuhkan waktu dan tahapan yang cukup panjang dalam prosesnya. Dalam penelitian ini dilakukan sintesis resin alkid dari minyak kedelai, gliserol dan ftalat anhidrida yang dimodifikasi dengan gas amonia. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui waktu proses sintesis yang menghasilkan karakteristik resin alkid yang paling baik, dan mengetahui pengaruh gas amonia sebagai senyawa pemodifikasi dalam hal tingkat kekerasan dan kecepatan pengeringan resin alkid. Proses sintesis resin alkid dilakukan dengan metode monogliserida melalui dua tahapan reaksi, yaitu reaksi alkoholisis antara gliserol dan minyak kedelai dengan membandingkan waktu proses selama 2 jam, 2,5 jam, 3 jam dan reaksi esterifikasi antara produk hasil reaksi alkoholisis dan ftalat anhidrida dengan membandingkan waktu proses selama 3 jam, 3,5 jam, 4 jam, kemudian dilakukan modifikasi melalui pencampuran gas amonia. Hasil penelitian menunjukkan proses yang optimal untuk tahapan proses sintesis adalah 3 jam untuk proses alkoholisis dan 4 jam untuk proses esterifikasi. Dari hasil penelitian mengungkapkan pencampuran gas amonia ke dalam resin alkid dapat meningkatkan kekerasan resin alkid dan secara signifikan tidak mempengaruhi kecepatan waktu pengeringannya.

Kata kunci: resin alkid, alkoholisis, esterifikasi, gas amonia, kekerasan, kecepatan pengeringan

KATA PENGANTAR

Puji syukur Allah SWT, karena atas limpahan rahmat, hidayah dan karunia-Nya penyusun dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir yang berjudul “Sintesis Resin Alkid dari Minyak Kedelai, Gliserol, dan Ftalat Anhidrida yang Dimodifikasi dengan Gas Amonia”. Penyusunan laporan ini merupakan salah satu syarat penyelesaian akademik Program Studi Teknik Kimia Polimer, Politeknik STMI Jakarta. Pengambilan data pada penelitian ini dilakukan di Laboratorium Balai Besar Kimia dan Kemasan (BBKK), Kementerian Perindustrian R.I, Jakarta Timur. Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Juli 2018 sampai dengan Mei 2019. Pada kesempatan ini penyusun juga ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada pihak-pihak yang telah banyak membantu dan mendukung selama pelaksanaan dan penyusunan laporan ini terutama kepada:

1. Allah SWT, atas berkat dan rahmat-Nya.
2. Orang tua penyusun, yang selalu mendoakan dan mendukung.
3. Dr. Mustofa, S.T., M.T., selaku Direktur Politeknik STMI Jakarta.
4. Ir. Roosmariharso, MBA., selaku Ketua Program Studi Teknik Kimia Polimer Politeknik STMI Jakarta.
5. Fitria Ika Aryanti, S.T., M.Eng., selaku Sekretaris Program Studi Teknik Kimia Polimer Politeknik STMI Jakarta.
6. Ir. Rochmi Widjajanti M.Eng. selaku dosen pembimbing penelitian di Politeknik STMI Jakarta.
7. Dr. Dwinna Rahmi selaku pembimbing penelitian di laboratorium Balai Besar Kimia dan Kemasan (BBKK).
8. Seluruh karyawan di Laboratorium Balai Besar Kimia dan Kemasan (BBKK).
9. Teman-teman Teknik Kimia Polimer Politeknik STMI Jakarta angkatan 2015 selaku kawan seperjuangan.
10. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Penyusun menyadari keterbatasan dan kemampuan dalam menyusun laporan ini. Oleh karena itu, penyusun mengharapkan saran dan kritik yang bersifat

membangun sehingga berguna bagi penyusun untuk menyempurnakan Laporan Tugas Akhir. Semoga laporan ini dapat bermanfaat bagi semua pihak.

Jakarta, Mei 2019

Penyusun

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PENGESAHAN DOSEN PEMBIMBING.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN PEMBIMBING TUGAS AKHIR.....	iii
LEMBAR PENGAJUAN TUGAS AKHIR.....	iv
LEMBAR BIMBINGAN PENYUSUNAN LAPORAN TUGAS AKHIR.....	v
LEMBAR PENGESAHAN TIM PENGUJI SIDANG TUGAS AKHIR.....	vii
LEMBAR PERNYATAAN KEASLIAN TUGAS AKHIR.....	viii
KATA PENGANTAR	ix
ABSTRAK.....	xi
DAFTAR ISI.....	xii
DAFTAR TABEL.....	xv
DAFTAR GAMBAR.....	xvi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Batasan Masalah.....	4
1.4 Tujuan Penelitian.....	5
1.5 Manfaat Penelitian.....	5
1.6 Sistematika Penulisan.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Resin Alkid.....	7
2.2 Jenis Resin Alkid.....	8
2.2.1 <i>Long Oil Alkyd (LOA)</i>	8
2.2.2 <i>Medium Oil Alkyd (MOA)</i>	9
2.2.3 <i>Short Oil Alkyd (SOA)</i>	9
2.3 Bahan Baku Resin Alkid	9
2.3.1 Minyak	10

2.3.2 Asam Polibasa.....	13
2.3.3 Polialkohol	16
2.4 Proses Monogliserida	19
2.4.1 Reaksi Alkoholisis	19
2.4.2 Reaksi Esterifikasi.....	22
2.5 Proses Asam Lemak	23
2.6 Modifikasi Resin Alkid	24
2.7 Perkembangan Modifikasi Resin Alkid dari Minyak Nabati	27
2.8 Analisis dan Pengujian Resin Alkid	28
2.8.1 Analisis Gugus Fungsi dengan Spektrofotometer FTIR	28
2.8.2 Pengujian Waktu Pengeringan	29
2.8.3 Pengujian Kekerasan (<i>Pencil Test</i>)	30
2.8.4 Pengujian Adhesi	31
2.8.5 Pengujian Ketahanan Kimia.....	31

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	33
3.2 Alat dan Bahan	33
3.2.1 Alat.....	33
3.2.2 Bahan.....	33
3.3 Variabel	33
3.3.1 Variabel Tetap.....	34
3.3.2 Variabel Berubah	34
3.4 Prosedur Penelitian.....	35
3.4.1 Sintesis Resin Alkid	36
3.4.2 Modifikasi Aminasi.....	37
3.4.3 Analisis dan Pengujian Resin Alkid.....	37

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Sintesis Resin Alkid	39
4.1.1 Hasil Reaksi Alkoholisis.....	39
4.1.2 Hasil Reaksi Esterifikasi	40
4.2 Pencampuran Resin Alkid dengan Gas Amonia	43

4.2.1 Pengaruh Gas Amonia terhadap Tingkat Kekerasan dan Daya Kering Resin Alkid	45
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan.....	47
5.2 Saran.....	47
DAFTAR PUSTAKA	49
LAMPIRAN A	
LAMPIRAN B	
LAMPIRAN C	
LAMPIRAN D	

DAFTAR TABEL

Tabel II.1 Klasifikasi Minyak Berdasarkan Sifat Meringinya	11
Tabel II. 2 Komposisi Asam Lemak Jenuh dan Tidak Jenuh Minyak.	13
Tabel II.3 Titik Leleh dan Titik Didih Senyawa Polioliol	19
Tabel II.4 Daftar Gugus Fungsi FT-IR.	29
Tabel III.1 Matriks Penelitian Proses Alkoholisis	34
Tabel III.2 Matriks Penelitian Proses Esterifikasi.....	35
Tabel III.3 Matriks Penelitian Utama.....	35
Tabel IV.1 Uji Kelarutan Hasil Proses Monogliserida	39
Tabel IV.2 Hasil Proses Esterifikasi	40
Tabel IV.3 Data Spektrum FTIR Senyawa Hasil Proses Esterifikasi	43
Tabel IV.4 Spektrum FTIR Senyawa Alkid- Amina	45
Tabel IV.5 Hasil Karakterisasi Resin Alkid-Amina	45

DAFTAR GAMBAR

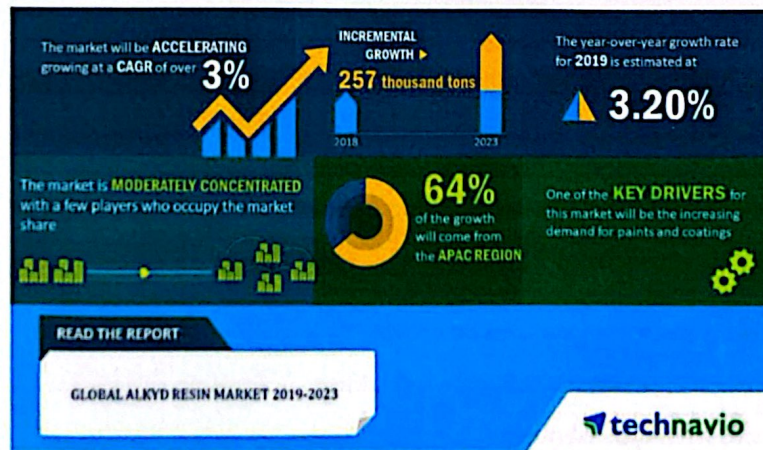
Gambar I.1 Riset Pasar Global untuk Resin Alkid Periode 2019-2023	2
Gambar II.1 Struktur Resin Alkid Ftalat	7
Gambar II.2 Struktur Ftalat Anhidrida.....	14
Gambar II.3 Struktur Asam Isoftalat.....	15
Gambar II.4 Struktur Maleat Anhidrida.....	15
Gambar II.5 Struktur Asam Dimer.....	16
Gambar II.6 Struktur Trimellitik Anhidrat.	16
Gambar II.7 Struktur Gliserol.	17
Gambar II.8 Struktur Trimetilolpropana	18
Gambar II.9 Struktur Pentaetriol	18
Gambar II.10 Struktur Propilen Glikol dan Dietilen Glikol	18
Gambar II.11 Pembentukan Monogliserida.....	20
Gambar II.12 Contoh Reaksi Esterifikasi.	22
Gambar II.13 Struktur Resin Alkid Proses Asam Lemak.....	23
Gambar II.14 Reaksi Sintesis Resin Alkid Proses Asam Lemak.....	23
Gambar III.1 Prosedur Penelitian.....	38
Gambar IV.1 Reaksi Esterifikasi Resin Alkid	40
Gambar IV.2 Hasil Uji FTIR Produk EF1	41
Gambar IV.3 Hasil Uji FTIR Produk EF2	41
Gambar IV.4 Hasil Uji FTIR Produk EF3	42
Gambar IV.5 Ilustrasi Reaksi Resin Alkid dan Gas Amonia.....	44
Gambar IV.6 Spektrum FTIR Senyawa Alkid-Amina.....	44

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Seiring perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi, keberagaman aplikasi senyawa polimer yang digunakan dalam kehidupan manusia menjadi bertambah luas. Salah satu aplikasi material polimer adalah pada sektor industri cat. Dalam komponen cat, polimer berfungsi sebagai binder (media perekat), digunakan untuk merekatkan komponen lain seperti pigmen dan ekstender pada permukaan yang dilapisi. Banyak hal dari performa cat ditentukan oleh jenis binder yang tercampur dalam formulasi cat (Goldschmidt dan Streitberger, 2007). Ada berbagai jenis senyawa polimer yang digunakan sebagai binder dalam formulasi cat, baik itu senyawa polimer alam maupun polimer sintetik, salah satunya adalah resin alkid. Resin alkid banyak digunakan sebagai binder dalam industri cat, dan pembentukan *film*. Hal ini dikarenakan keunggulan sifat-sifatnya sebagai *surface coating* yang meliputi fleksibilitas, durabilitas, sifat adhesi, retensi *gloss* dan stabilitas termal yang baik serta harga yang murah (Ibrahim dkk, 2014).



Gambar I.1 Riset Pasar Global untuk Resin Alkid Periode 2019-2023
Sumber: Technavio, 2018

Gambar di atas adalah laporan riset kebutuhan dan perkembangan produk resin alkid di pasar dunia yang dirilis technavio untuk periode 2019-2023. Di dalam data yang dilaporkan tingkat pertumbuhan pasar produk resin alkid untuk tahun 2019 diestimasikan meningkat sebesar 3.20%, hal tersebut didasarkan tingkat pertumbuhan pasar produk resin alkid dari tahun-tahun sebelumnya dan didasarkan dari peningkatan kebutuhan industri cat dan pelapis. Pertumbuhan industri otomotif juga menjadi faktor yang membuat tren penggunaan dan permintaan resin alkid meningkat. Dari data di atas dapat diketahui walaupun pada pertengahan abad ini telah banyak resin baru yang muncul, resin alkid tetap menjadi salah satu resin yang tingkat kebutuhannya terus mengalami peningkatan.

Namun, dilaporkan bahwa resin alkid murni memiliki beberapa kelemahan dan keterbatasan seperti rendahnya tingkat kekerasan dan lemahnya daya tahan terhadap air, alkali dan pelarut (Ling dkk, 2014). Selain itu, beberapa resin alkid seperti resin alkid berbasis minyak kelapa sawit membutuhkan waktu lama untuk mengering karena tingkat ketidajenuhannya yang lebih rendah dalam rantai asam lemak (Karak, 2012). Untuk meningkatkan keunggulan dan mengkompensasi kekurangan yang dimiliki resin alkid, umumnya dilakukan modifikasi dengan jalan mencampurkan resin alkid dengan senyawa lain seperti resin epoksi, resin amino, nitroselulosa, melamin formaldehid dan yang lainnya (Radmilaz, 2005).

Ada beberapa penelitian tentang modifikasi resin alkid yang telah dilakukan para peneliti dengan tujuan meningkatkan keunggulan dan mengkompensasi kelemahan yang ditemukan dalam senyawa alkid. Penelitian yang telah dilakukan oleh Jem Shan Ling, dkk (2014) memodifikasi resin alkid dengan tujuan meningkatkan sifat fisik dan mekanik dari senyawa resin alkid dan dalam penelitiannya berhasil mensintesis *poly(alkyd-urethane)*, modifikasi resin alkid dengan pencampuran senyawa uretan, *4,4 - methylenediphenyl diisocyanate*. Proses pencampuran kedua senyawa tersebut dilakukan selama 12 jam untuk membentuk ikatan amida dan membuat cabang ikatan *crosslinking* dalam rantai senyawa resin alkid menjadi bertambah banyak. Hal tersebut yang membuat

karakteristik senyawa *poly(alkyd-urethane)* yang dihasilkan memiliki keunggulan dalam hal kekeringan, kekerasan, dan ketahanan kimia.

Penelitian lain yang dilakukan oleh Assanvo, dkk (2015) meneliti tentang sintesis dan karakterisasi resin alkid berbasis minyak *Richinodendrom heudelotti* yang dicampurkan dengan resin epoksi. Proses pencampuran dilakukan sampai kondisi resin epoksi terhomogenisasi secara sempurna di dalam resin alkid. Dari hasil analisa karakterisasi penelitian yang dilakukan menunjukkan sifat senyawa resin alkid hasil pencampuran dengan resin epoksi memiliki sifat mekanik khususnya tingkat kekerasan yang lebih baik, waktu pengeringan lebih cepat dan memiliki ketahanan kimia serta termal yang stabil.

Pada dasarnya penelitian yang disebutkan di atas telah berhasil memberikan pilihan alternatif untuk memperbaiki kelemahan yang ditemukan dalam senyawa resin alkid, namun penelitian-penelitian tersebut membutuhkan waktu dan tahapan yang cukup panjang disertai pengamatan yang butuh kehati-hatian dalam prosesnya.

Penelitian ini mengarah pada sintesis dan proses modifikasi resin alkid. Pada penelitian ini jenis resin alkid yang akan disintesis adalah *long oil alkyd* dengan kandungan 60% minyak nabati. Minyak nabati yang digunakan adalah minyak kedelai, minyak kedelai merupakan salah satu minyak nabati yang dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan resin khususnya resin alkid karena karakteristiknya yang tergolong sebagai *drying oil* (Mamuaja, 2007). Minyak kedelai memiliki kandungan asam lemak tak jenuh yang lebih dominan dalam komposisinya, adanya ikatan rangkap asam lemak tidak jenuh akan mengurangi kemampuan minyak untuk membentuk konformasi menjadi padat, hal ini yang membuat reaksi transesterifikasi minyak kedelai pada proses sintesis resin alkid akan dapat berjalan baik pada suhu kamar maupun pada suhu yang lebih tinggi karena cenderung mempertahankan fase dalam kondisi cair. Pada penelitian ini digunakan bahan ftalat anhidrida sebagai senyawa asam polibasik yang berperan dalam pembentukan senyawa ester resin alkid. Pemilihan ftalat anhidrida sebagai bahan baku asam dalam penelitian ini didasarkan karena titik leleh senyawa ftalat anhidrida yang relatif rendah dibanding senyawa asam polibasik lainnya (senyawa

murni meleleh pada suhu 131°C), dan pada produksi resin alkid suhu yang digunakan untuk mereaksikan senyawa ini berkisar antara (230-250)°C (Issac dan Nsi, 2013). Hal ini membuat kristal ftalat anhidrat akan relatif lebih mudah meleleh dan melarut dalam campuran reaksi, sehingga dapat meminimalisasi waktu reaksi dalam proses sintesis.

Keterbaruan dalam penelitian ini adalah proses yang diajukan dalam memodifikasi kekurangan yang ditemukan dalam resin alkid, yaitu dengan pencampuran gas amonia ke dalam senyawa alkid murni yang telah berhasil disintesis, menurut Rahmi (2018) proses aminasi gas amonia relatif tidak membutuhkan tahapan yang panjang dalam preparasi dan waktu prosesnya. Gas amonia akan berperan sebagai pembentuk gugus fungsional amina dalam senyawa alkid, menurut Atta, dkk (2006) penambahan senyawa amina dapat berfungsi sebagai *hardener* yang memperbaiki sifat alami dari resin polimer serta meningkatkan *performance* saat digunakan dalam proses *coating*. Selain itu, penggunaan gas amonia juga lebih sesuai untuk skala industri dan ramah lingkungan, dimana penggunaan amonia sebagai pereaksi hanya menghasilkan air sebagai produk samping (Rahmi, 2018).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah dipaparkan, maka rumusan permasalahan dari penelitian ini adalah :

1. bagaimana waktu proses pada tahapan sintesis untuk mendapatkan senyawa alkid dengan karakteristik yang paling baik?
2. bagaimana pengaruh pencampuran gas amonia terhadap karakteristik resin alkid dalam hal tingkat kekerasan dan daya keringnya?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah :

1. variabel yang divariasikan adalah waktu reaksi sintesis alkid.
2. proses sintesis resin alkid dilakukan dengan menggunakan metode monogliserida.

3. bahan utama yang digunakan untuk mensintesis resin alkid adalah minyak kedelai, gliserol dan ftalat anhidrida.
4. proses modifikasi resin alkid dilakukan dengan pencampuran gas amonia.
5. proses karakterisasi yang dilakukan adalah dengan melakukan analisa gugus fungsi, pengujian waktu pengeringan dan kekerasan.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. mendapatkan waktu proses pada tahapan sintesis dengan karakteristik senyawa alkid yang paling baik.
2. mengetahui pengaruh pencampuran gas amonia terhadap karakteristik resin alkid yang dihasilkan dalam hal tingkat kekerasan dan daya keringnya.

1.5 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini:

1. bagi peneliti, penelitian ini berguna untuk menambah pengetahuan dan wawasan tentang modifikasi senyawa resin alkid dan karakteristiknya.
2. bagi akademik, penelitian ini berguna sebagai referensi yang diharapkan dapat mengembangkan aspek ilmu pengetahuan tentang material polimer. Dan dengan hasil yang dicapai maka akan bisa digunakan untuk memberikan sumbangsih pengetahuan dan informasi baru tentang alternatif cara meningkatkan peforma dan sifat senyawa resin alkid.

1.6 Sistematika Penulisan

Bagian ini merupakan gambaran secara keseluruhan yang diidalamnya terdapat lima bab yang masing-masing berkaitan erat. Adapun susunan ke lima bab tersebut sebagai berikut :

BAB I: PENDAHULUAN

Bab ini berisi penjelasan mengenai latar belakang diadakannya penelitian, rumusan masalah yang akan dibahas, batasan masalah dari penelitian yang akan dilakukan, tujuan dan manfaat dari dilakukannya penelitian ini, serta penjelasan mengenai sistematika penulisan laporan penelitian.

BAB II: TINJAUAN PUSTAKA

Bab ini berisi tinjauan umum dan landasan teori dari beberapa literatur yang mendukung pembahasan tentang studi kasus yang diambil mengenai resin alkid, jenis dan karakteristik resin alkid, bahan baku, proses pembuatan resin alkid, modifikasi resin alkid, karakterisasi resin alkid serta sejarah penelitian sintesis dan karakterisasi senyawa resin alkid yang dimodifikasi untuk meningkatkan sifat fisik, kimia dan mekaniknya.

BAB III: METODE PENELITIAN

Bab ini berisi penjelasan tentang waktu dan tempat penelitian, alat dan bahan yang digunakan, variabel penelitian, tahapan pembuatan resin alkid dengan basis minyak kedelai yang dimodifikasi dengan pencampuran gas amonia, dan prosedur penelitian.

BAB IV: HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Bab ini berisi data hasil pengujian, analisis data yang sudah diolah menjadi grafik, dan pembahasan terhadap hasil pengujian dan analisis data.

BAB V: PENUTUP

Bab ini berisi dua bagian, kesimpulan dan saran yang telah dilakukan berdasarkan hasil yang telah didapat pada bab sebelumnya.

DAFTAR PUSTAKA

Berisikan literatur-literatur atau referensi-referensi yang diperoleh penulis untuk menunjang penyusunan laporan penelitian.

LAMPIRAN

Terdiri dari data-data gambar yang mendukung atau hal-hal lain yang dianggap perlu.

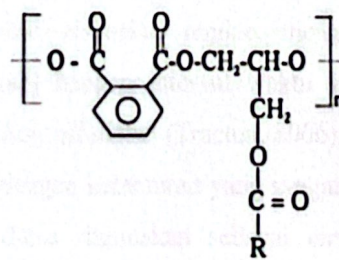
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Resin Alkid

Resin alkid merupakan salah satu produk dari kimia polimer hasil sebuah proses polimerisasi kondensasi dan digunakan sebagai binder yang dimanfaatkan dalam industri cat dan pelapis (Elliot, 1993). Resin alkid terbentuk dari hasil reaksi esterifikasi antara asam dua basa (*dibasic acid*) dan poliol yang dimodifikasi oleh minyak kering. Minyak tersebut digunakan sebagai *oil modifiers* dari resin sehingga resin yang diproduksi memiliki karakteristik yang baik pada kemampuan pengeringan udara, lapisan keras dan daya tahan tinggi (Elba dkk, 2017).

Resin alkid dikategorikan sebagai salah satu polimer tertua yang dibuat dari minyak trigliserida dengan proses esterifikasi antara polihidrik alkohol dan asam polibasik. Alkid resin yang dibuat dengan menggunakan minyak trigliserida umumnya disebut *oil modified polyesters* (Issac dan Nsi, 2013). Struktur molekul yang khas hasil reaksi antara minyak trigliserida, polihidrik alkohol, dan asam polibasik yang mengarah pada bentuk senyawa resin alkid ditunjukkan di bawah ini:



Gambar II.1 Struktur Resin Alkid Ftalat
Sumber: W. McKeen, 2006

Walaupun pada pertengahan abad ini telah banyak ditemukan berbagai macam resin sintesis, resin alkid tetap menjadi salah satu resin yang tetap diminati dalam industri *coating*. Hal tersebut dikarenakan senyawa alkid bersifat *single pack*, yang dapat stabil pada waktu yang lama sehingga biayanya pun tidak terlalu mahal dan dapat menghasilkan kinerja atau hasil yang memuaskan (Elliot, 1993). Selain itu, karena resin alkid merupakan senyawa poliester maka dapat digolongkan sebagai normal ester terhidrolisis yang sensitif terhadap air, asam dan alkali dan terlebih ketika mengering akibat oksidasi. Dengan kata lain struktur ester resin alkid membentuk ketahanan terhadap ultraviolet dan panas, sifat kilap yang kuat serta stabilitas mempertahankan warna (Deligny. P dan Tuck. N, 2000). Resin alkid juga dapat dimodifikasi untuk meningkatkan sifat fisik dan sifat mekanik yang ditemukan di dalam senyawa alkid. Resin alkid yang dimodifikasi atau dicampurkan dengan senyawa seperti melamin, penolik, stirena, akrilat dan resin poliamida akan dapat meningkatkan kekurangan yang dimiliki oleh senyawa resin alkid murni (Haken dan Green, 1987).

2.2 Jenis Resin Alkid

Jenis resin alkid dapat diklasifikasikan berdasarkan kandungan asam lemak yang digunakan. Ada 3 jenis alkid berdasarkan kandungan asam lemak:

2.2.1 Long Oil Alkyd (LOA)

Long oil alkyd adalah resin alkid yang mengandung 55-70% asam lemak. Karakteristiknya memiliki viskositas rendah, mengering secara autooksidasi, pengeringan udara terjadi dengan interval waktu yang lebih lama dibanding *Medium oil alkyd* dan *short oil alkyd* (Tracton, 2006). Keunggulan *long oil alkyd* yaitu memiliki lapisan dengan kelenturan yang sangat baik, dapat diformulasikan pada 100% padatan, dapat digunakan sebagai emulsi dalam air, dan lebih mengkilap. Akan tetapi kelemahannya adalah tingkat kekerasan yang kurang baik, sensitif terhadap pelarut, alkali dan hidrokarbon, ketahanan eksterior yang buruk, dan rentan terdegradasi. Selain itu *long oil alkyd* juga menunjukkan kecenderungan menguning, membentuk tampilan warna yang kurang baik dalam penggunaan akhir aplikasi cat (Tracton, 2006).

Umumnya resin berjenis *long oil alkyd* digunakan dalam aplikasi cat interior, cat dasar dan cat untuk kayu (noda dan pernis), dan digunakan dalam cat untuk industri kelautan sebagai cat *under coat* dan *top coat*.

2.2.2 *Medium Oil Alkyd (MOA)*

Medium oil alkyd adalah resin alkid yang mengandung 45-55% asam lemak (Tracton, 2006). Karakteristiknya adalah mengering secara autooksidasi, tingkat pengeringan udara lebih cepat dibanding *long oil alkyd*, viskositas relatif tinggi, retensi *gloss* yang baik namun sedikit berkurang dibandingkan *long oil alkyd*, dan dapat digunakan bersama *long oil alkyd* untuk meningkatkan sifat adhesi. Sementara itu kekurangan dari resin jenis ini, yaitu tingkat kekerasan yang buruk, sensitif terhadap senyawa hidrokarbon, alkali dan minyak. umumnya resin *medium oil alkyd* digunakan pada cat dasar antikorosi, dan untuk cat yang melapisi beberapa enamel mesin industri seperti mesin pertanian (Tracton, 2006).

2.2.3 *Short Oil Alkyd (SOA)*

Short oil alkyd adalah resin alkid yang mengandung asam lemak kurang dari 45%, Biasanya penggunaannya tidak berdiri sendiri, tetapi dicampur dengan polimer lain seperti melamin atau nitroselulosa menjadi *alkyd NC* (Tracton, 2006). Karakteristiknya adalah nilai viskositas yang tinggi, adhesi dan kekerasan yang baik, fleksibilitas yang baik, tahan terhadap air dan tahan cuaca, dan waktu pengeringan yang relatif lebih cepat dibanding jenis resin alkid lainnya . Dan kelemahannya adalah kompatibilitas yang terbatas. Aplikasi utama resin *short oil alkyd* adalah di sektor pelapisan industri, sebagai cat primer dan cat tersier anti korosif, lapisan enamel kompor, lapisan *top coat* mesin pertanian, cat pemeliharaan mobil, dan cat jalan. Selain itu juga dapat digunakan dalam dua sistem komponen dengan bahan pengawet isosianat (Tracton, 2006).

2.3 Bahan Baku Resin Alkid

Bahan baku utama dalam proses sintesis resin alkid adalah polialkohol, minyak (trigliserida), dan asam polibasik. Pemilihan dan nilai presentase ketiga jenis bahan tersebut dalam formulasi sintesis senyawa alkid akan mempengaruhi

hasil akhir dan sejumlah sifat fisik, kimia maupun mekanik pada senyawa alkid yang dihasilkan (Tracton, 2006).

2.3.1 Minyak

Minyak adalah salah satu kelompok yang termasuk pada golongan lipid, yaitu senyawa organik yang terdapat di alam serta tidak larut dalam air, tetapi larut dalam pelarut organik non polar, misalnya dietil eter, kloroform, benzena dan hidrokarbon lainnya (Mamuaja, 2017). Minyak digunakan sebagai *modifiers* dalam senyawa resin dimana presentase dan jenis minyak yang terkandung dalam senyawa alkid mempengaruhi hasil akhir dan mempengaruhi sejumlah karakteristik dari senyawa alkid yang dihasilkan, seperti kecepatan pengeringan, kelenturan, daya tahan, dan sebagainya.

Minyak yang diperoleh dari berbagai sumber mempunyai sifat fisikokimia yang berbeda satu sama lain, karena perbedaan jumlah dan jenis ester yang terdapat di dalamnya. Dalam struktur minyak, asam lemak terikat pada gliserol melalui ikatan kovalen sehingga terbentuk ester gliserol. Ikatan yang terbentuk adalah antara gugus karboksil pada asam lemak dan gugus hidroksil pada gliserin. Setiap pembentukan ikatan kovalen akan membebaskan satu molekul air sehingga reaksinya disebut reaksi polimerisasi kondensasi. Karena gliserin memiliki tiga gugus hidroksil maka gliserin dapat mengikat maksimum tiga rantai asam lemak dan dapat melepaskan maksimal tiga molekul air untuk membentuk trigliserida.

Pada dasarnya minyak dan lemak tidak berbeda dalam bentuk umum trigliseridanya dan hanya berbeda dalam bentuk (wujud), disebut minyak jika berbentuk padat pada suhu kamar. Minyak yang dapat dimakan (*edible fat*), dihasilkan oleh alam yang dapat bersumber dari bahan nabati atau hewani. Dalam tanaman atau hewan, minyak tersebut berfungsi sebagai sumber cadangan energi. Minyak dapat diklasifikasikan berdasarkan sumbernya, yaitu :

- a. biji-bijian palawija: minyak jagung, biji kapas, kacang, wijen, kedelai, dan bunga matahari.
- b. kulit buah tanaman tahunan: minyak zaitun dan kelapa sawit.
- c. biji-bijian dari tanaman harian: kelapa, cokelat, inti sawit, dan lain sebagainya.

Sementara itu berdasarkan sifat mengeringnya, minyak diklasifikasikan menjadi minyak mengering, semi mengering, dan tidak mengering. Jenis minyak mengering (*drying oil*) adalah minyak yang mempunyai sifat dapat mengering jika kena oksidasi, dan akan berubah menjadi lapisan tebal, bersifat kental dan membentuk sejenis selaput jika dibiarkan di udara terbuka. Istilah minyak setengah mengering berupa minyak yang mempunyai daya mengering lebih lambat.

Tabel II.1 Klasifikasi Minyak Berdasarkan Sifat Mengeringnya

Minyak Tidak Mengering	Minyak Setengah Mengering	Minyak Mengering
Minyak zaitun, kelapa, inti zaitun, kacang tanah, jarak dan <i>mustard</i> .	Minyak dari biji kapas, kapok, jagung, gandum, biji bunga matahari dan <i>croton</i> .	Minyak kacang kedelai, <i>safflower</i> , <i>walnut</i> , biji karet, <i>perilla</i> , <i>linseed</i> dan <i>candle nut</i> .

Sumber: Mamuja, 2017

Beberapa jenis minyak dengan karakteristik tertentu yang dapat digunakan sebagai *oil modified* dalam senyawa alkid (Karak, 2012), diantaranya:

a. Minyak Kedelai

Minyak kedelai adalah minyak nabati yang dihasilkan dari biji kedelai. Minyak ini memiliki komposisi asam lemak yang seimbang, bernilai baik dan dapat dimakan. Kandungan minyak dan komposisi asam lemak dalam kedelai dipengaruhi oleh varietas dan keadaan iklim tempat tumbuh. Lemak kasar terdiri dari trigliserida sebesar 90-95 persen, sedangkan sisanya adalah fosfatida, asam lemak bebas, sterol dan tokoferol. Minyak kedelai mempunyai kadar asam lemak jenuh sekitar 15% sehingga sangat baik sebagai pengganti lemak dan minyak yang memiliki kadar asam lemak jenuh yang tinggi seperti mentega dan lemak babi. Kandungan tersebut juga memberikan keunggulan sifat pada minyak kedelai yaitu memiliki tingkat pengeringan yang cukup baik dan lebih cepat dibandingkan minyak biji rami dan tampilan warna yang tidak rentan menguning.

b. Minyak Bunga Matahari

Minyak bunga matahari adalah minyak non volatil yang dihasilkan dari biji bunga matahari. Jenis minyak ini memiliki nilai iodium yang sama (tingkat ketidakjenuhan) dengan minyak kedelai sementara kandungan asam lemaknya menyerupai dengan minyak *safflower*. Tingkat pengeringan minyak ini hampir sama dengan minyak kedelai dengan tingkat kekuningan yang lebih rendah dalam kegelapan (memiliki retensi warna yang baik). Kekurangan dari minyak bunga matahari adalah biaya produksi yang cukup tinggi jika digunakan untuk industri resin.

c. Minyak *Safflower*

Minyak *safflower* adalah minyak yang berasal dari biji tanaman *Carthamus tinctorius*. Jenis minyak ini memiliki kandungan linoleat rendah, dan merupakan jenis minyak yang berkualitas tinggi. Selain itu, minyak ini memiliki tingkat pengeringan yang sangat baik dan tingkat kekuningan yang rendah, hanya saja kekurangannya adalah biaya produksinya yang cukup tinggi. Minyak *safflower* ketika diaplikasikan dalam formulasi resin untuk cat akan memungkinkan cat yang dihasilkan memiliki tingkat kecerahan yang tinggi.

d. Minyak Kelapa

Minyak ini memiliki tingkat pengeringan yang rendah dan daya rekat yang tidak optimal terhadap logam. Minyak kacang tanah memiliki aplikasi yang sangat baik untuk pernis nitroselulosa, karena kemampuannya yang sangat baik untuk menghilangkan pelarut.

e. Minyak Biji Rami

Minyak biji rami dihasilkan dari tanaman rami dan termasuk kelompok *drying oil*. Minyak biji rami adalah *drying oil* yang paling banyak digunakan dalam industri cat dan pernis. Minyak biji rami memiliki fraksi asam linolenat yang dominan dalam komposisinya sehingga dapat meningkatkan fleksibilitas dan mempercepat pengeringan senyawa resin alkid, akan tetapi minyak biji rami juga memiliki kecenderungan untuk menguning.

Sifat fisik minyak dan kemudahannya untuk teroksidasi akan ditentukan oleh jenis asam lemak penyusunnya. Asam lemak adalah asam karboksilat yang mempunyai rantai karbon panjang. Asam lemak penyusun trigliserida merupakan rantai hidrokarbon yang setiap atom karbonnya mengikat satu atau dua atom hidrogen. Asam lemak yang pada rantai hidrokarbonnya terdapat ikatan rangkap disebut asam lemak tidak jenuh dan apabila tidak terdapat ikatan rangkap pada rantai hidrokarbonnya disebut asam lemak jenuh. Sebagian besar minyak nabati berbentuk cair karena mengandung sejumlah asam lemak tidak jenuh, yaitu asam oleat, linoleat, dan asam linolenat. Bertambahnya ikatan rangkap pada asam lemak akan mengurangi kemampuan minyak untuk mempunyai konformasi yang menyebabkan perubahan fasa menjadi padat, sehingga minyak tetap berada dalam kondisi cair (Nurchorani, 2013). Minyak nabati mengandung trigliserida dari asam lemak jenuh dan tidak jenuh. Suatu lapisan minyak yang mengandung asam lemak tak jenuh ketika terpapar udara dengan atau tanpa panas secara bertahap akan mengering dan mengarah pada pembentukan lapisan yang keras (Karak, 2012).

Tabel II.2 Komposisi Asam Lemak Jenuh dan Tidak Jenuh Beberapa Minyak

Jenis Minyak	Asam Lemak Jenuh (%)		Asam Lemak Tidak Jenuh (%)		
	Palmitat	Stearat	Oleat	Linoleat	Linolenat
Minyak Kedelai	10,5	3,2	22,3	54,5	8,3
Minyak Bunga Matahari	6,3	4,2	18,3	69	0,4
Minyak Safflower	6,0	2,0	14	75	-
Minyak Kelapa	44	4	40	10	-
Minyak Biji Rami	10	8	21	15	61

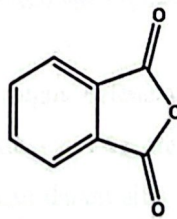
Sumber: Karak, 2012

2.3.2 Asam Polibasa

Asam polibasa berperan sebagai salah satu reaktan poliesterifikasi dalam sintesis resin alkid. Ester dari asam polibasik dapat bereaksi dengan alkohol membentuk poliester. Jenis senyawa asam polibasik yang digunakan akan mempengaruhi sejumlah karakteristik dari senyawa ester alkid yang dihasilkan (Lanson, 1985). Ada beberapa senyawa asam polibasa yang dapat digunakan untuk mensintesis resin alkid (Deligny dan Tuck, 2000), diantaranya:

a. Ftalat Anhidrida

Ftalat anhidrida adalah asam dikarboksilat aromatik. Senyawa ini adalah isomer dari asam isoftalat dan asam tereftalat. Ftalat anhidrida merupakan asam dwibasa yang paling banyak digunakan dalam industri resin alkid. Hal ini dikarenakan biaya produksinya yang murah, mudah digunakan dan efektif untuk penggunaan sebagai senyawa dwi basa dalam reaksi esterifikasi untuk membentuk alkid ester. Selain itu, ftalat anhidrida juga dapat memberikan kekerasan dan ketahanan kimia yang baik dan rentan terhadap hidrolisis pada senyawa alkid resin yang disintesis. Hal ini disebabkan resistensi rotasi dari gugus fenil. Kelemahan penggunaan senyawa resin alkid adalah daya tahan eksterior yang buruk dan cenderung menguning. Titik leleh senyawa ftalat anhidrida adalah 131°C , dan pada produksi resin alkid suhu yang digunakan untuk mereaksikan senyawa ini berkisar antara $(230-250)^{\circ}\text{C}$ (Issac dan Nsi, 2013).

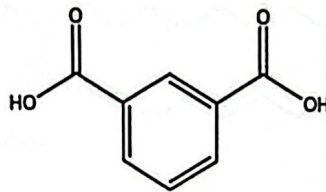


Gambar II.2 Struktur Ftalat Anhidrida
Sumber: Deligny dan Tuck, 2000

b. Asam Isoftalat

Asam isoftalat merupakan senyawa organik yang umumnya digunakan dalam resin poliester dan belum banyak digunakan untuk resin alkid karena biaya produksi yang cukup tinggi. Asam isoftalat memiliki bobot molekul yang lebih tinggi dibanding asam ftalat hal ini menyebabkan kecenderungannya yang lebih besar untuk siklisasi dengan diol. Hal tersebut akan meningkatkan ketahanan terhadap korosi, hidrolisis, dan kecenderungan untuk menguning. Selain itu asam dwi basa ini juga akan memberikan peningkatan terhadap tingkat pengeringan, serta kekerasan pada sifat akhir senyawa alkid yang disintesis.

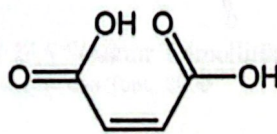
Senyawa ini biasanya digunakan dalam alkid untuk cat kayu eksterior yang memberikan ketahanan eksterior serta sifat mekanik yang baik yang memungkinkan cat untuk mengatasi deformasi dalam perubahan iklim. Namun, titik lelehnya yang sangat tinggi menyebabkan waktu reaksi yang lebih lama selama pembuatan alkid dibandingkan dengan asam ftalat serta menyebabkan peningkatan warna yang tidak diinginkan pada tampilan resin akhir, hal tersebut mengurangi kompatibilitas resin yang diperoleh. Selain itu titik leburnya yang sangat tinggi menjadikannya sulit untuk digunakan dan hanya dapat ditemukan pada serat dan resin poliester.



Gambar II.3 Struktur Asam Isoftalat
Sumber: Deligny dan Tuck, 2000

c. Maleat Anhidrida

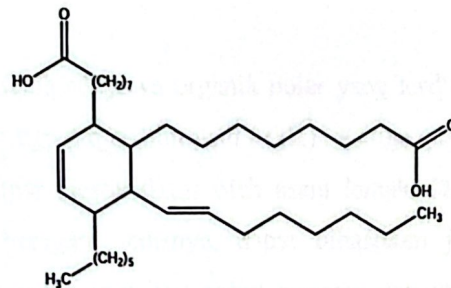
Molekul ini terdiri dari gugus etilena yang berikatan dengan dua gugus asam karboksilat. Penggunaan senyawa asam ini pada komposisi resin alkid dapat memberikan peningkatan dalam sifat pengeringan dan kekerasan resin. Selain itu maleat anhidrat juga digunakan dalam maleisasi asam lemak yang dapat menyebabkan senyawa alkid larut dalam air. Hal tersebut sering digunakan secara efektif untuk meningkatkan viskositas resin yang membutuhkan volume pelarut yang besar, sehingga dapat mengurangi biaya produksi resin tersebut.



Gambar II.4 Maleat Anhidrida
Sumber: Deligny dan Tuck, 2000

d. Asam Dimer

Penggunaan senyawa ini dapat memberikan peningkatan fleksibilitas pada resin. Namun, senyawa ini merupakan produk yang sedikit digunakan dalam resin alkid karena harganya yang cukup tinggi. Senyawa ini umumnya banyak digunakan dalam poliamida untuk perekat dan bahan pengawet (D. Gunstone, 2007).

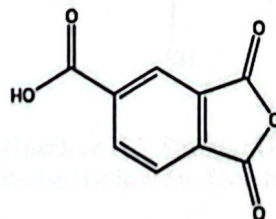


Gambar II.5 Struktur Asam Dimer

Sumber: Deligny dan Tuck, 2000

e. Trimellitik Anhidrat

Trimellitik anhidrat sering digunakan untuk aplikasi resin alkid yang larut terhadap air, karena memiliki kandungan gugus fungsi karboksil yang mudah untuk dinetralisasi. Selain itu, senyawa anhidrat ini juga efektif digunakan dalam resin alkid yang mengandung komposisi dengan sejumlah bahan padatan yang dominan (Deligny dan Tuck, 2000).



Gambar II.6 Struktur Trimellitik Anhidrat

Sumber: Deligny dan Tuck, 2000

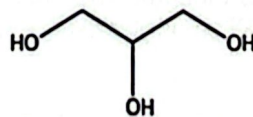
2.3.3 Polialkohol

Polialkohol atau alkohol polivalen adalah alkohol yang mengandung lebih dari satu gugus hidroksil. Keberadaan lebih dari satu gugus OH ini akan menyebabkan peningkatan kekuatan ikatan hidrogen antarmolekul alkohol.

Polialkohol berperan sebagai reaktan pembentukan monogliserida dalam proses sintesis resin alkid dan mempengaruhi karakteristik dari resin alkid yang dihasilkan (Deligny dan Tuck, 2000). Umumnya senyawa poliol yang paling dominan digunakan adalah gliserol, bukan hanya karena ketersediannya, tetapi juga dari segi karakteristiknya yang bisa terlibat terhadap banyak variasi teknis dalam produksi resin. Beberapa senyawa kimia yang dapat digunakan sebagai polialkohol (poliol) dalam pembuatan resin alkid, diantaranya:

a. Gliserol

Gliserol adalah senyawa organik polar yang terdiri atas tiga atom karbon yang mengikat tiga gugus hidroksil (-OH). Ketiga gugus karboksil ini bersifat reaktif dan dapat diesterifikasi oleh asam lemak. Dari ikatan dengan asam lemak yang beragam jenisnya, dapat dihasilkan juga jenis lemak yang beragam. Gliserol merupakan poliol pertama dan yang dominan digunakan dalam produksi resin alkid (Mamuaja, 2017). Kelemahan dari gliserol adalah ketika dalam fase monogliserida, pada suhu operasi (260-290)°C gliserol rentan mengalami dehidrasi yang mengarah ke pembentukan akrolein dimana akrolein tidak hanya bersifat *irritant*, tetapi juga mengurangi jumlah gliserin yang tersedia untuk reaksi. Gliserol mempunyai rumus struktur sebagai berikut:



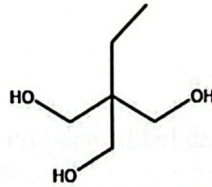
Gambar II.7 Struktur Gliserol

Sumber: Deligny dan Tuck, 2000

b. Trimetilolpropana

Poliol ini hanya mengandung gugus hidroksil primer. Resin yang diformulasikan menggunakan trimetilolpropana memiliki karakteristik dengan viskositas yang lebih rendah. Hal ini memungkinkan formulasi cat dengan peningkatan ketebalan *film*, mampu meningkatkan sifat ketahanan seperti resistensi terhadap air dan alkali. Karakteristik tersebut disebabkan karena

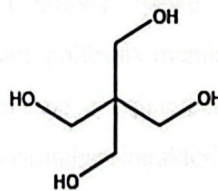
semua gugus hidroksil terikat pada atom karbon primer dan memiliki tingkat kerekatifan yang sama. Kekurangannya adalah ketika senyawa ini digunakan dalam produksi resin, reaksi esterifikasi menjadi bertambah lambat.



Gambar II.8 Struktur Trimetilolpropana
Sumber: Deligny dan Tuck, 2000

c. Pentaeritritol

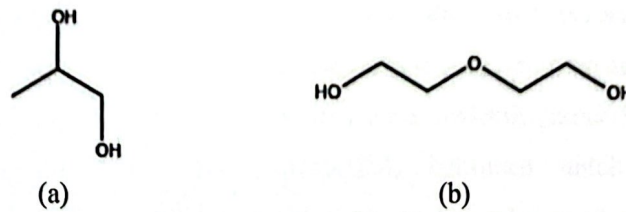
Cat alkid yang dibuat menggunakan poliol pentaeritritol memiliki daya rekat dan kilap yang sangat baik, lebih tahan terhadap cuaca, air, dan senyawa kimia jika dibandingkan dengan poliol seperti gliserol, dan juga memiliki daya pengeringan yang lebih baik dibandingkan senyawa poliol yang lain. Namun yang menjadi kendala utama adalah kebutuhan pentaeritritol di Indonesia dipenuhi dengan mengimpor dari beberapa negara.



Gambar II.9 Struktur Pentaeritritol
Sumber: Deligny dan Tuck, 2000

d. Glikol

Pada formulasi resin alkid dengan menggunakan senyawa glikol sebagai polialkohol akan menghasilkan karakteristik resin alkid dengan viskositas yang rendah, fleksibilitas yang tinggi dan tingkat kekerasan yang rendah. Ada dua senyawa glikol yang bisa digunakan dalam sintesis resin alkid, yaitu dietilen glikol dan propilen glikol.



Gambar II.10 Struktur (a) Propilen Glikol dan (b) Dietilen Glikol
Sumber: Deligny dan Tuck, 2000

Tabel II.3 Titik Leleh dan Titik Didih Senyawa Poliol

Poliol	Titik Leleh (°C)	Titik Didih (°C)
Gliserol	18	290
Trimetilolpropana	60	295
Pentaeritritol	260.5	276
Etien Glikol	-13	193-205
Propilen Glikol	-59	188.2

Sumber: Karak, 2012

2.4 Proses Monogliserida

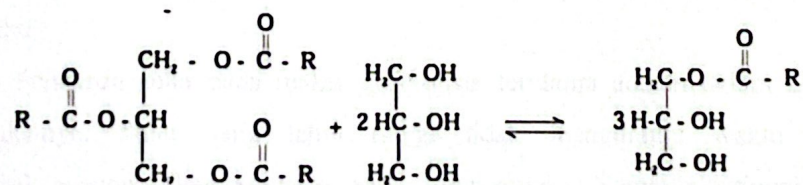
Proses Monogliserida yaitu metode sintesis resin alkid dengan cara mereaksikan senyawa poliol dan minyak nabati membentuk monogliserida dilanjutkan dengan penambahan asam polibasik membentuk resin alkid. Proses ini dilakukan ketika minyak digunakan sebagai bahan baku utama, sintesis dilakukan dalam dua tahap dikarenakan permasalahan karakteristik bahan baku yang tidak kompatibel ketika dicampurkan sekaligus pada awal reaksi (Karak, 2012). Tahapan proses monogliserida didahului oleh reaksi alkoholisis untuk memutus ikatan trigliserida asam lemak menjadi monogliserida, kemudian reaksi dilanjutkan dengan reaksi esterifikasi antara monogliserida dengan senyawa asam polibasik.

2.4.1 Reaksi Alkoholisis

Proses untuk membuat monogliserida dan digliserida disebut alkoholisis dengan mereaksikan minyak atau lemak dengan gliserol. Alkoholisis adalah reaksi penting antara gliserol dengan minyak atau lemak untuk menghasilkan campuran monogliserida, digliserida dan trigliserida. Reaksi ini akan berjalan lambat jika dilakukan tanpa menggunakan katalis untuk mendapatkan konversi yang tinggi, dengan waktu yang relatif singkat perlu adanya katalis. Reaksi dapat dijalankan

dengan adanya katalis asam maupun katalis basa. Reaksi dengan katalis basa biasanya lebih cepat (Karak, 2012). Reaksi alkoholisis berlangsung secara reversibel sehingga untuk memperoleh hasil reaksi yang optimum dapat dilakukan dengan menggunakan salah satu reaktan secara berlebih (*excess*). Penggunaan gliserol berlebih dalam reaksi gliserolisis bertujuan untuk mengurangi terbentuknya kembali trigliserida, karena dengan penambahan gliserol ke dalam campuran reaksi maka trigliserida akan mengalami gliserolisis untuk membentuk mono dan digliserida (Noureddini dkk, 1997). Pada prosesnya minyak dan senyawa alkohol yaitu gliserol dicampur pada awal reaksi, kemudian dipanaskan dengan suhu antara (220-240)°C jika menggunakan katalis (Karak, 2012). Campuran minyak dan gliserol dalam proses alkoholisis umumnya dapat dicapai kesetimbangannya apabila diberikan perlakuan pemanasan selama 1 sampai 4 jam (Stirton, 1964).

Reaksi monogliserida dikontrol dengan uji kelarutan media reaksi dalam metanol atau etanol. Minyak awal tidak larut dalam senyawa alkohol, tetapi ketika reaksi alkoholisis berhasil membentuk monogliserida, maka campuran polioliol dan minyak akan larut dalam senyawa alkohol. Monogliserida adalah monoester dari gliserol dengan asam lemak tinggi yang mempunyai sifat dapat larut dalam air karena mengandung dua gugusan hidroksil yang bebas namun juga dapat larut dalam minyak berkat gugusan alkil dari sisa asam lemak (Dzubaedah dkk, 1995).



Gambar II.11 Contoh Pembentukan Monogliserida
Sumber: Jayanudin dkk, 2011

Dalam proses alkoholisis lemak dan minyak akan terjadi tahapan-tahapan reaksi reversibel dimana monogliserida adalah hasil reaksi utama serta digliserida dan trigliserida juga dihasilkan dalam kesetimbangan reaksi. Faktor-faktor yang mempengaruhi reaksi alkoholisis antara lain:

a. Jenis Minyak Nabati

Berbagai jenis minyak nabati berbeda dalam hal komposisi kimianya terutama kandungan asam lemak jenuh dan tidak jenuh. Asam lemak ini menentukan sifat fisik minyak nabati pada kondisi tertentu. Minyak yang mengandung banyak asam lemak tak jenuh cenderung berbentuk cair sedangkan jika mengandung banyak asam lemak jenuh cenderung berbentuk padat. Penelitian yang dilakukan oleh Darnoko, dkk (2000) menyatakan bahwa transesterifikasi minyak sawit tidak efektif pada suhu kamar karena berbentuk semi padat. Sementara itu transesterifikasi minyak kelapa berbentuk cair dapat berjalan baik pada suhu kamar maupun pada suhu yang lebih tinggi.

b. Katalis

Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi katalitik. Ada 3 macam katalis yang sering digunakan dalam reaksi kimia yaitu katalis asam, basa dan katalis garam. Penggunaan katalis basa dalam reaksi alkoholisis akan menghasilkan sabun yang dapat menurunkan hasil gliserolisis dan akan membentuk emulsi antara gliserol dan hasil alkoholisis. Sedangkan katalis asam atau alkali sangat larut dalam senyawa polialkohol sehingga penggunaannya akan berdampak pada hasil alkoholisis yaitu terbentuknya katalis kembali pada akhir reaksi yang membutuhkan proses netralisasi dan sulit dalam pemisahan gliserol sehingga akan menambah biaya produksi.

c. Suhu

Pengaruh suhu pada reaksi gliserolisis terutama adalah dalam kinetika reaksinya. Suhu yang lebih tinggi tidak mengurangi waktu reaksi untuk menghasilkan konversi yang maksimal. Semakin tinggi suhu, kecepatan reaksi semakin bertambah namun suhu tinggi tidak menjamin produk yang dihasilkan akan bertambah.

d. Rasio Mol Minyak dan Gliserol

Stoikiometri gliserolisis menunjukkan bahwa 1 mol trigliserida bereaksi dengan 1 mol gliserol untuk membentuk mono dan digliserida. Dengan demikian rasio mol minyak dan gliserol 1:1 adalah yang paling sesuai untuk stoikiometri. Meskipun demikian gliserolisis merupakan reaksi kesetimbangan

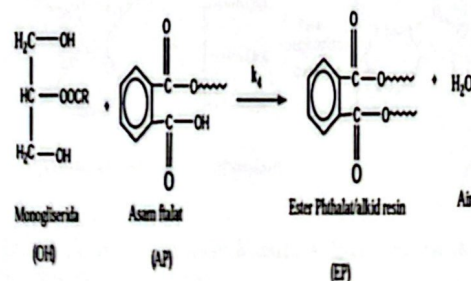
yang dapat digeser ke arah pembentukan produk dengan cara meningkatkan konsentrasi salah satu reaktan.

e. Kandungan Air dan Asam Lemak Bebas

Adanya kandungan air dan asam lemak bebas yang menyertai reaksi alkoholisis dapat mengakibatkan terjadinya reaksi penyabunan (saponifikasi). Air dapat secara alami berasal dari minyak, alkohol atau merupakan hasil reaksi antara katalis dengan gliserol. Pembentukan sabun selain akan mengurangi hasil ester juga akan mempersulit pemisahan gliserol akibat terjadinya sistem emulsi dalam campuran (Schuchardt dkk, 1997). Kandungan asam lemak bebas dalam minyak nabati sering menjadi pertimbangan dalam pemilihan katalis reaksi alkoholisis. Kandungan asam lemak bebas yang terlalu tinggi dapat merusak katalis. Studi Freedman, dkk (1984) menyimpulkan bahwa pada reaksi gliserolisis minyak yang baik digunakan adalah yang memiliki kadar air $\leq 0,5\%$ dan kadar asam lemak bebas $< 1\%$.

2.4.2 Reaksi Esterifikasi

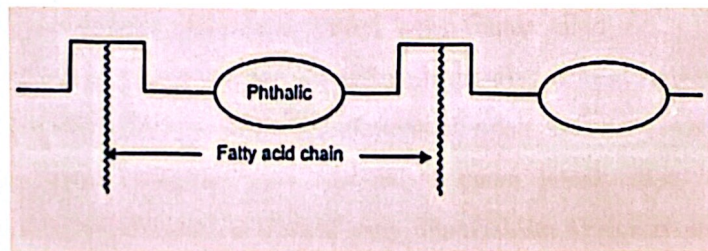
Fase ini umumnya berlangsung dalam interval waktu 2 jam hingga 4 jam, pada prosesnya temperatur reaksi terlebih dulu diturunkan hingga mencapai suhu 180°C , kemudian senyawa asam polibasik dicampurkan ke dalam reaksi, reaksi berlanjut dengan suhu berkisar 200°C sampai dengan 240°C (Deligny dan Tuck, 2000). Proses dikontrol dengan parameter penurunan nilai asam dan peningkatan viskositas. Proses kedua selesai dijalankan ketika nilai viskositas dan nilai asam yang diperoleh telah sesuai standar yang dibakukan untuk senyawa resin alkid. Nilai asam dinyatakan dalam mg KOH per gram sampel.



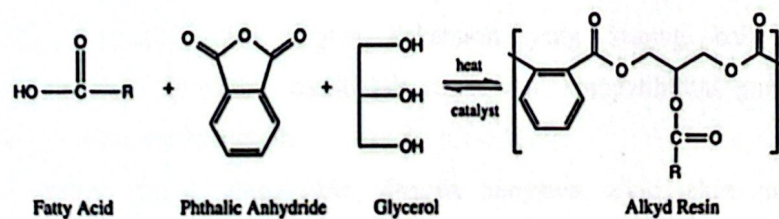
Gambar II.12 Contoh Reaksi Esterifikasi antara Monoglisericida dan Asam Ftalat
Sumber: Heriyanto dkk, 2010

2.5 Proses Asam Lemak

Proses asam lemak yaitu metode sintesis resin alkid yang dilakukan ketika asam lemak merupakan komponen utama. Teknik ini adalah proses tercepat sintesis resin alkid karena tidak memerlukan langkah perantara, dimana semua bahan baku ditambahkan dari awal dan dipanaskan dalam tekanan atmosfer gas inert dengan suhu operasi antara 220°C dan 260°C (Karak, 2012). Proses ini memiliki kelebihan tertentu dibandingkan dengan proses monogliserida, yaitu memungkinkan kontrol reaksi yang lebih baik dan bisa menghasilkan resin alkid dengan karakteristik viskositas tinggi, dan tingkat pengeringan serta kekerasan yang tinggi. Namun kelemahannya adalah nilai ekonomi asam lemak yang lebih tinggi jika dibandingkan minyak trigliserida dan sifat senyawanya lebih bersifat korosif (Karak, 2012). Secara analisis dalam proses asam lemak, gugus hidroksil primer gliserol akan bereaksi lebih cepat dengan gugus ftalat anhidrida karboksil dibandingkan dengan asam lemak (Deligny dan Tuck, 2000). Struktur alkid yang diperoleh dapat ditunjukkan seperti ditunjukkan pada gambar II.4 dan II.5:



Gambar II.13 Struktur Resin Alkid Proses Asam Lemak
Sumber: Deligny dan Tuck, 2000



Gambar II.14 Reaksi Sintesis Resin Alkid Proses Asam Lemak
Sumber: Deligny dan Tuck, 2000

2.6 Modifikasi Resin Alkid

Tidak ada resin polimer tunggal yang dapat menunjukkan ataupun memiliki semua sifat yang diinginkan dalam sistem pelapisan permukaan. Resin polimer setidaknya memiliki satu sifat yang kurang ideal. Kombinasi berbagai jenis resin sering digunakan untuk mendapatkan resin dengan karakteristik yang unggul dalam hal sifat mekanik, fisik, dan kimia. Resin alkid dapat dengan mudah dimodifikasi dan memiliki kompatibilitas yang baik ketika dicampurkan dengan berbagai macam bahan kimia reaktif dan bahan polimer seperti amino resin, resin fenolik, akrilik, vinil dan lain-lain (Tracton, 2006).

Modifikasi resin alkid dapat dilakukan dengan cara dicampurkan dengan jenis resin lain atau dengan modifikasi kimia. Modifikasi kimia mengacu pada sejumlah proses yang melibatkan perubahan konstitusi kimia atau struktur molekul melalui reaksi kimia. Berikut ini beberapa modifikasi kimia yang bisa dilakukan untuk mengatasi kelemahan yang ditemukan pada resin alkid, diantaranya (Elliot, 1993):

a. Modifikasi melalui Mekanisme Reaksi Ikatan Ganda Alkid

Modifikasi ini melibatkan modifikasi resin alkid dengan senyawa stirena, akrilik, atau senyawa vinil. Kopolimerisasi salah satu senyawa dilakukan dengan ikatan rangkap yang ada dalam rantai lemak alkid. Proses ini melibatkan pembuatan resin alkid yang ditambahkan monomer dan inisiator peroksida yang reaktif untuk melaksanakan polimerisasi adisi radikal bebas. Kelebihan utama dari modifikasi ini adalah pengeringan permukaan yang cepat, peningkatan ketahanan terhadap air, tidak mudah menguning dan kekurangannya adalah tingkat kekerasan yang kurang baik karena berkurangnya presentase lemak tak jenuh, dan kompatibilitas yang lebih rendah pada pelarut alifatik.

Stirena ketika direaksikan dengan senyawa alkid akan memiliki kecenderungan untuk mengalami homopolimerisasi daripada kopolimerisasi, karena reaktivitas ikatan rangkap dalam stirena lebih reaktif dibandingkan dengan rantai asam lemak. Oleh karena itu resin alkid harus mengandung ikatan rangkap dalam jumlah yang memungkinkan untuk mendukung

kopolimerisasi. Alkid yang dihasilkan terdiri dari campuran polistirena, alkid murni dan campuran stirena-alkid. Dalam alkid yang dimodifikasi, kandungan stirena bervariasi antara 15% dan 40%. Alkid stirena banyak digunakan dalam cat industri untuk tingkat pengeringan udara yang cepat, lapisan logam satu lapis, dan cat dasar anti korosif. Modifikasi resin ini memberikan peningkatan kecepatan dalam hal pengeringan, kekerasan, dan ketahanan alkali dan air, serta memiliki daya rekat yang baik terhadap logam. Namun kekurangannya adalah tingkat resistansi pelarut yang buruk dan sensitif terhadap goresan.

b. Modifikasi dengan Senyawa Epoksi

Resin epoksi digunakan sebagai polioliol yang akan bereaksi dengan fungsi karboksilat dari resin alkid. Jenis modifikasi ini akan meningkatkan daya rekat pada resin untuk aplikasi cat logam ringan seperti tembaga dan aluminium, ketahanan terhadap basa, serta ketahanan terhadap korosi. Resin alkid yang dimodifikasi resin epoksi cenderung memiliki biaya produksi yang lebih murah daripada produksi resin epoksi murni dan biasanya digunakan pada primer anti korosi yang berbiaya rendah. Namun kekurangannya adalah hasil dari modifikasi senyawa ini menunjukkan kecenderungan berwarna pucat.

c. Modifikasi dengan Senyawa Silikon

Polisiloksan yang digunakan adalah turunan fenil-metil dengan berat molekul rendah yang mengandung gugus hidroksil reaktif. Resin yang diperoleh dari modifikasi ini memiliki ketahanan panas yang kuat, ketahanan terhadap pelapukan, dan memiliki tingkat ketahanan yang sangat baik terhadap hidrolisis. Alkid yang dimodifikasi silikon digunakan secara terbatas sebagai alternatif untuk pengganti poliuretan dalam cat kendaraan komersial dan kapal pesiar. Namun resin ini memiliki kelemahan yaitu resistensi yang luar biasa terhadap pelapukan tidak diimbangi dengan ketangguhan dan ketahanan terhadap pelarut. Selain itu, harga resin ini juga dua kali lipat dibanding resin poliuretan.

d. Modifikasi Isosianat

Modifikasi resin alkid menggunakan senyawa isosianat akan menghasilkan resin alkid-uretan. Tujuan modifikasi ini adalah untuk

meningkatkan kekerasan film dan kompatibilitas serta parameter kelarutan dari resin alkid dasar. Ketahanan kimia dan ketahanan gores adalah salah satu kualitas yang dihasilkan dari modifikasi ini. Produk-produk modifikasi ini sering digunakan sebagai resin dasar untuk pernis parket, cat lantai, dan pelapis industri dengan kualitas perbaikan pada ketahanan terhadap bahan kimia.

e. Modifikasi dengan Senyawa poliamida

Jenis modifikasi ini bertujuan untuk meningkatkan reologi resin alkid dan mengubah struktur resin menjadi struktur tiksotropik. Prinsipnya melibatkan reaksi bersuhu tinggi antara resin poliamida dengan resin alkid. Tiksotropi resin diperoleh dengan pembentukan ikatan hidrogen yang dihasilkan dari ikatan NH dan CO. Tiksotropik resin alkid memiliki karakteristik, yaitu kecenderungan tingkat tetesan rendah dengan laju geser 10.000 s^{-1} , yang diterapkan untuk mengecat aplikasi dengan kuas, tingkat kekerasan yang sangat baik, struktur gel rendah untuk memaksimalkan tingkat kilap pada lapisan aplikasi. Namun, resin alkid tiksotropik memiliki kecenderungan kuat untuk menguning dan sintesisnya yang rumit. Resin poliamida yang digunakan umumnya berasal dari asam lemak minyak tinggi dengan berat molekul 2.000 gram/mol hingga 6.000 gram/mol. Resin poliamida tidak kompatibel dengan resin alkid dasar dimana saat reaksi berlangsung, kompatibilitas akan tercapai dengan tampilan campuran awal yang berwarna keruh. Dalam industri reaksi ini dimonitor dengan menggunakan nefelometer untuk mengukur tingkat kekeruhan. Para ahli resin, menjelaskan bahwa uretan dapat digunakan juga untuk menghasilkan resin tiksotropik yang jika dibandingkan dengan resin yang dimodifikasi dengan poliamida akan menghasilkan perbaikan sifat ketahanan panas yang lebih baik dan peningkatan ketahanan terhadap pelarut. Namun alkid yang dimodifikasi senyawa uretan tetap jauh lebih mahal. Selain itu proses sintesis yang dilakukan juga tetap rumit sama halnya sintesis dengan modifikasi poliamida.

2.7 Perkembangan Modifikasi Resin Alkid dari Minyak Nabati

Ada beberapa penelitian tentang modifikasi resin alkid dari minyak nabati yang telah dilakukan para peneliti dengan tujuan meningkatkan tingkat kekerasan dan kecepatan waktu pengeringannya.

Pada sebuah penelitian yang telah dilakukan oleh Ling, dkk (2014) berhasil mensintesis senyawa alkid-uretan, yang memodifikasi resin alkid dengan pencampuran senyawa uretan. Senyawa uretan yang digunakan adalah 4,4-metilen difenil diisosianat. Dalam proses pembuatan senyawa alkid-uretan dijelaskan bahwa terlebih dahulu disintesis monogliserida dari gliserol dan trigliserida minyak kedelai dengan waktu proses selama 3 jam dan suhu proses 235°C, kemudian proses dilanjutkan ke tahapan pembentukan resin alkid dengan mereaksikan monogliserida dan ftalat anhidrida selama 4 jam dengan suhu proses 190°C, resin alkid yang terbentuk dicampurkan dengan senyawa 4,4-metilen difenil diisosianat, proses pencampuran kedua senyawa tersebut dilakukan selama 12 jam untuk membentuk ikatan amida dan membuat cabang ikatan *crosslinking* dalam rantai senyawa resin alkid menjadi bertambah banyak. Hal tersebut yang membuat karakteristik senyawa alkid-uretan yang dihasilkan memiliki keunggulan dalam hal kekeringan, kekerasan, dan ketahanan kimia.

Assanvo, dkk (2015) meneliti tentang sintesis dan karakterisasi resin alkid berbasis minyak *Richinodendrom heudelotti* yang dicampurkan dengan resin epoksi. Proses pencampuran resin alkid dengan resin epoksi dilakukan setelah reaksi alkoholisis dan reaksi esterifikasi. Reaksi alkoholisis dilakukan dengan mereaksikan trigliserida minyak *Richinodendrom heudelotti* dengan gliserol untuk membentuk monogliserida, reaksi dijalankan selama 4,5 jam dengan suhu proses (190-200)°C. Sementara itu, reaksi esterifikasi untuk membentuk resin alkid dilakukan dengan mereaksikan monogliserida dan ftalat anhidrida selama 3 jam dengan suhu proses 200°C. Tahapan selanjutnya, yaitu proses pencampuran antara resin alkid dan resin epoksi dengan perbandingan rasio mol 1:1. Hasil dari analisa karakterisasi, menunjukkan sifat senyawa resin alkid hasil pencampuran dengan resin epoksi memiliki waktu pengeringan lebih cepat dan memiliki ketahanan kimia, termal serta sifat mekanik yang unggul.

Nosal, dkk (2016) meneliti tentang sintesis dan karakterisasi resin alkid berbasis minyak *Camelina sativa* yang dimodifikasi dengan pencampuran minyak nabati terepoksidasi. Dalam proses penelitiannya menggunakan minyak *Camelina sativa* digunakan sebagai komponen minyak dasar, dan minyak nabati terepoksidasi sebagai pemodifikasi untuk meningkatkan kecepatan pengeringan, tingkat kekerasan dan mengurangi kandungan senyawa yang mudah menguap. Minyak nabati yang diepoksidasi adalah minyak *Camelina sativa* dan minyak rami, keduanya diproses melalui reaksi epoksidasi selama 8 jam. Proses sintesis resin alkid dilakukan dengan metode monogliserida yang diawali dengan tahapan reaksi alkoholisis, yaitu reaksi antara gliserol dan minyak *Camelina sativa* untuk membentuk monogliserida, reaksi dijalankan selama 3 jam dengan suhu proses 220°C. Pencampuran minyak nabati terepoksidasi dilakukan pada tahapan reaksi alkoholisis. Kemudian dilanjutkan dengan reaksi esterifikasi, pencampuran ftalat anhidrida dengan monogliserida, reaksi dijalankan dengan suhu proses 230°C sampai campuran senyawa membentuk ikatan ester alkid. Hasil karakterisasi mengindikasikan bahwa senyawa alkid berbasis minyak *Camelina sativa* yang dimodifikasi dengan minyak nabati terepoksidasi memiliki waktu pengeringan yang lebih cepat, kekerasan yang lebih baik dan dapat mengurangi kadar kandungan senyawa yang mudah menguap. Selain itu, senyawa alkid berbasis minyak *Camelina sativa* yang dimodifikasi dengan minyak rami terepoksidasi memiliki kecepatan pengeringan yang lebih cepat dibandingkan senyawa alkid berbasis minyak *Camelina sativa* yang dimodifikasi dengan minyak *Camelina sativa* terepoksidasi.

2.8 Analisis dan Pengujian Resin Alkid

2.8.1 Analisis Gugus Fungsi dengan Spektrofotometer FTIR

Senyawa kimia tertentu (hasil sintesa atau alami) khususnya senyawa organik dapat diidentifikasi dengan menggunakan alat Spektrofotometer FTIR. Analisis ini dilakukan dengan melihat bentuk spektrumnya yaitu dengan melihat puncak-puncak spesifik yang menunjukkan jenis gugus fungsional yang dimiliki oleh senyawa tersebut. Senyawa kimia tertentu (hasil sintesa atau alami) mempunyai kemampuan menyerap radiasi elektromagnetik dalam daerah

spektrum inframerah. Absorpsi radiasi IR pada material tertentu berkaitan dengan fenomena bergetarnya molekul atau atom. Metode spektroskopi inframerah ini dapat digunakan untuk mengidentifikasi suatu senyawa yang belum diketahui, karena spektrum yang dihasilkan spesifik untuk senyawa tersebut (Yanyan Chen dkk, 2015). Metode ini banyak digunakan karena cepat dan relatif murah, dapat digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsional dalam molekul. Spektrum inframerah yang dihasilkan oleh suatu senyawa adalah khas dan oleh karena itu dapat menyajikan sebuah *fingerprint* (sidik jari) untuk senyawa tersebut (Nugraha, 2016).

Bila radiasi inframerah dilewatkan melalui suatu cuplikan, maka molekul-molekulnya dapat menyerap (mengabsorpsi) energi terjadilah transisi antara tingkat vibrasi dasar (*groundstate*) dan tingkat vibrasi tereksitasi (*exited state*). Pengabsorpsian energi pada berbagai frekuensi dapat dideteksi oleh spektrofotometer inframerah, dengan membuat plot jumlah radiasi inframerah yang diteruskan melalui suatu cuplikan sebagai fungsi frekuensi (atau panjang gelombang) radiasi. Plot tersebut disebut spektrum inframerah yang akan memberikan informasi penting tentang gugus fungsional suatu molekul (Dachriyanus, 2004). Berikut ini adalah daftar bilangan gelombang berbagai jenis ikatan yang ditunjukkan pada tabel II.1.

Tabel II.4 Daftar Gugus Fungsi FT-IR

Panjang Gelombang (cm^{-1})	Gugus Fungsi
3400-3480	O-H <i>stretching</i>
3000-3010	<i>Unsaturated</i> C-H <i>stretching</i>
2850-2925	<i>CH₂ asymmetric & symmetric stretching</i>
1735-1740	C=O <i>stretching</i>
1590-1650	C=C <i>stretching</i>
1150-1250	C-O-C <i>stretching</i>
980-990	C-C <i>stretching</i>
730-750	C-H <i>bending</i>

Sumber: Karak, 2012

2.8.2 Pengujian Waktu Pengeringan

Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui lama waktu pengeringan suatu resin setelah dilakukan aplikasi baik secara *dry to touch* (bila diraba dengan jari sedikit ditekan tidak meninggalkan tanda pada permukaan cat) maupun secara *dry*

to handle (bila permukaan resin telah kering dan dapat dipindahkan tanpa terjadi kerusakan). Kecepatan waktu pengeringan suatu resin termoset dipengaruhi oleh kandungan dan ikatan yang terjadi antara senyawa-senyawa penyusun resin tersebut (Karak, 2012).

Pengukuran waktu pengeringan resin dapat dilakukan dengan mengaplikasikan resin pada kertas aplikasi atau papan aplikasi. Resin yang telah dipersiapkan untuk uji kekeringan dan telah dicampurkan *dryer* diletakkan di atas kertas atau papan uji dan disapukan menggunakan *bar applicator* dengan ketebalan yang disesuaikan. Kertas atau papan uji yang telah berisi resin dibiarkan kering pada temperatur ruang dan diukur lama waktu pengeringan tersebut. Proses pengeringan yang dilakukan pada resin dipengaruhi oleh adanya ikatan *crosslink* yang terjadi antara senyawa yang tercampur di dalam resin dengan *dryer* maupun udara yang berasal dari lingkungan. Ikatan yang terbentuk akan semakin kuat dan membuat jarak antar molekulnya semakin dekat, ketika ikatan *crosslink* telah sepenuhnya terbentuk maka resin tersebut akan mengering (Perz, 2011).

2.8.3 Pengujian Kekerasan (*Pencil Test*)

Pengujian kekerasan merupakan pengujian yang digunakan untuk mengetahui tingkat kekerasan dari lapisan resin yang disintesis (Dwiyati, 2015). Pengertian kekerasan secara umum didefinisikan sebagai kriteria untuk menyatakan intensitas tahanan suatu bahan terhadap deformasi yang disebabkan objek lain. Dalam senyawa alkid, faktor yang mempengaruhi sifat kekerasan adalah kekentalan resin, dimana resin dengan tingkat kekentalan lebih tinggi memiliki jarak antar molekul yang lebih pendek, hal ini membuat ikatan yang terbentuk antara senyawa penyusunnya menjadi lebih kuat. Molekul akan lebih sulit bergerak ketika tingkat kekentalan resin tinggi, dan menunjukkan bahwa tingkat kekerasan yang dimiliki oleh resin tersebut lebih tinggi (Department of Defense United State of America, 2004). Pengujian kekerasan umumnya dilakukan pada suhu ruangan dengan menggunakan pensil dengan berbagai tingkat kekerasan yang berbeda. Pensil digunakan sebagai alat untuk menggores lapisan resin yang telah siap untuk pengujian kekerasan (Dwiyati, 2015).

2.8.4 Pengujian Adhesi

Uji adhesi pada resin yang akan diaplikasikan untuk pelapis atau *coating* dilakukan untuk mengetahui kemampuan resin melekat kuat sebagai pengikat atau binder di dalam komponen cat (Dwiyati, 2015). Ketika tingkat adhesi resin rendah, resin tidak bisa berfungsi optimal sebagai pengikat di dalam cat. Sehingga cat yang dihasilkan akan mudah mengalami kerusakan dan tidak bisa melindungi substrat yang dilapisinya dari gangguan lingkungan seperti jamur dan oksidasi dari udara. Kemampuan daya rekat resin akan memberikan perlindungan terhadap cat dari pengupasan, kerusakan maupun benturan terhadap bahan yang telah di cat (Department of Defense United State of America, 2004).

Uji adhesi resin alkid dapat dilakukan sesuai dengan metode uji adhesi *cross cut*. Resin alkid yang sudah dipersiapkan untuk uji adhesi diaplikasikan pada pelat aluminium dengan ketebalan 30 μm , 60 μm , 90 μm dan 120 μm menggunakan *SHEEN Hand Coater* dan dibiarkan pada suhu kamar dengan interval waktu 6-7 hari. Metode *cross cut* disebut juga *tape test* dilakukan dengan cara membuat sayatan pada panel yang telah dilapisi resin dengan bentuk *cross*, kemudian dilakukan penarikan tape pada sudut 45°. Semakin sedikit resin yang terkelupas maka semakin baik daya rekat cat, semakin tinggi pula nilai *cross cut* (Department of Defense United State of America, 2004).

2.8.5 Pengujian Ketahanan Kimia

Pengujian ketahanan kimia pada resin dilakukan untuk melihat ketahanan resin terhadap bahan-bahan kimia berupa solven dan yang lainnya. Pengujian ketahanan kimia resin dilakukan dengan melapisi cairan resin pada pelat kaca dan dibiarkan mengering selama 3 hari. Pelat dicelupkan ke dalam larutan alkali (2% NaOH), larutan asam, pelarut hidrokarbon (*xylene*) dan pelarut polar (aseton). Perubahan penampilan yang terjadi diamati setelah 48 jam (Jem Shan Ling et al. 2014).

Ketika hasil pengujian memperlihatkan perubahan penampilan yaitu berupa *cracking* lapisan resin, artinya resin yang diuji mengalami kerusakan. Kerusakan terjadi ketika adanya penambahan pelarut yang mengakibatkan adanya regangan ikatan antar monomer. Pelarut yang masuk akan memutus ikatan

crosslink antara monomer-monomer resin, hal ini mengakibatkan regangan pada ikatan molekul resin yang diuji (Plastics Design Library, 2008).

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Pengambilan data penelitian dilaksanakan di Balai Besar Kimia Kemasan (BBKK), dimulai pada bulan Juli 2018 sampai dengan bulan Maret 2019.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

1. Gelas kimia 500 mL , 250 mL dan 30 mL
2. Gelas ukur 50 mL
3. Timbangan digital
4. Spatula *stainless*
5. Batang pengaduk
6. Pipet tetes
7. Botol sampel 500 mL
8. Papan aplikasi
9. Aluminium foil
10. Reaktor tertutup merek PARR kapasitas 1 L yang dilengkapi dengan pemanas, pendingin, aliran pipa gas dan pengaduk.
11. Mesin uji FT-IR merek Cary 630 FTIR Spektrometer

3.2.2 Bahan

1. Gliserol dari PT. Wilmar, Gresik
2. Minyak kedelai dari PT. Kimia Farma, *Plant* Semarang
3. Ftalat anhidrida dari Merck
4. CaO dari Merck
5. Gas amonia dari PT. Windu

3.3 Variabel

Terdapat beberapa variabel dan beberapa kondisi yang mempengaruhi sintesis dan karakteristik resin alkid yang dihasilkan, yaitu komposisi bahan baku

utama yang digunakan, temperatur proses, waktu proses, dan senyawa yang digunakan sebagai pemodifikasi resin alkid. Penelitian ini terdiri dari penelitian pendahuluan dan penelitian utama. Kondisi yang diamati pada penelitian pendahuluan adalah menentukan variasi waktu proses pada tahapan sintesis, yaitu proses alkoholisis dan esterifikasi untuk mendapatkan senyawa alkid dengan karakteristik yang paling baik. Sementara itu kondisi yang diamati pada penelitian utama adalah mengenai pengaruh senyawa gas amonia terhadap karakteristik resin alkid yang dihasilkan.

3.3.1 Variabel Tetap

Variabel tetap adalah suatu variabel yang tidak berubah selama penelitian ini berlangsung. Variabel tetap yang digunakan selama penelitian ini, yaitu:

1. komposisi bahan baku utama yang digunakan, yaitu 18% gliserol, 60% minyak kedelai, dan 22% ftalat anhidrida.
2. temperatur proses.

3.3.2 Variabel Berubah

Variabel berubah adalah variabel yang divariasikan selama penelitian ini berlangsung, bertujuan untuk mencari nilai terbaik pada sampel senyawa alkid yang terbentuk. Matriks penelitian pendahuluan dapat dilihat pada tabel III.1, dan tabel III.2, yaitu variasi waktu proses alkoholisis dan esterifikasi. Sementara itu matriks penelitian utama dapat dilihat pada tabel III.3, yaitu perbandingan karakteristik antara senyawa alkid yang dicampurkan gas amonia dengan senyawa alkid yang tidak dicampurkan gas amonia.

Tabel III.1 Matriks Penelitian Reaksi Alkoholisis

Sampel	Waktu Reaksi (Jam)
Monogliserida 1	2
Monogliserida 2	2,5
Monogliserida 3	3

Variasi waktu proses alkoholisis dilakukan untuk mengetahui optimasi waktu pembentukan monogliserida. Variabel-variabel yang diusahakan terkontrol adalah aliran gas nitrogen (N_2), temperatur reaksi dan kecepatan pengaduk.

Tabel III.2 Matriks Penelitian Proses Esterifikasi

Sampel	Waktu Reaksi (Jam)
Ester-Alkid 1	3
Ester-Alkid 2	3,5
Ester-Alkid 3	4

Variasi waktu proses esterifikasi antara monogliserida yang dihasilkan pada proses sebelumnya dengan ftalat anhidrida dilakukan untuk mengetahui optimasi waktu pembentukan ester-alkid ftalat. Variabel-variabel yang diusahakan terkontrol adalah aliran gas nitrogen (N_2), temperatur reaksi dan kecepatan pengaduk.

Setelah mendapatkan hasil waktu yang optimal untuk sintesis produk alkid, untuk mengetahui pengaruh senyawa amonia terhadap karakteristik resin alkid, maka dilakukan variasi:

Tabel III.3 Matriks Penelitian Utama

Sampel	Bahan Baku
Alkid	Gliserol, Minyak Kedelai, Katalis CaO, & Ftalat Anhidrida
Alkid-Amina	Gliserol, Minyak Kedelai, Katalis CaO, Ftalat Anhidrida & Gas Amonia

Variabel-variabel yang diusahakan terkontrol adalah aliran gas nitrogen (N_2), temperatur reaksi, waktu reaksi dan kecepatan pengaduk.

3.4 Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian digunakan untuk menyelesaikan pengambilan data untuk mendapatkan hasil yang diharapkan, maka dilakukan beberapa tahapan proses. Tahapan proses yang dilakukan yaitu sintesis resin alkid yang terdiri dari proses reaksi alkoholisis membentuk monogliserida dan proses reaksi esterifikasi untuk membentuk senyawa alkid. Kemudian dilanjutkan tahapan modifikasi resin alkid dengan proses aminasi menggunakan gas amonia dan tahapan terakhir adalah analisis dan pengujian produk. Diagram alir penelitian ditampilkan pada gambar III.1.

3.4.1 Sintesis Resin Alkid

Pada penelitian ini metode yang digunakan untuk sintesis resin alkid adalah metode proses monogliserida, dimana langkah pertama yang dilakukan yakni mereaksikan gliserol dengan trigliserida minyak nabati. Trigliserida minyak nabati yang digunakan adalah minyak kedelai. Trigliserida dan gliserol mengalami reaksi transesterifikasi dengan bantuan katalis basa menghasilkan monogliserida. Langkah kedua yang dilakukan adalah transformasi monogliserida menjadi senyawa alkid melalui reaksi esterifikasi dengan ftalat anhidrida. Resin alkid kemudian direaksikan dengan gas amonia untuk menghasilkan alkid-amina. Pada penelitian ini jumlah massa bahan baku untuk produksi resin alkid adalah 300 gram.

a. Pembentukan Monogliserida

Sebanyak 180 gram minyak kedelai, 54 gram gliserol, dan katalis CaO dengan presentase 0.1% dari massa total minyak kedelai dimasukkan ke dalam wadah reaktor berkapasitas 1 liter. Selanjutnya reaktor ditutup, gas nitrogen dialirkan ke dalam reaktor dan pengaduk mekanis dijalankan dengan kecepatan 100 rpm. Campuran reaksi dipanaskan dan dikontrol pada suhu 240°C dengan variasi waktu yang tercantum pada tabel III.1.

Pembentukan monogliserida dibuktikan dengan uji kelarutan etanol. Sebanyak 5 mL sampel campuran reaksi diambil dan dilarutkan ke dalam 5 mL larutan etanol. Jika campuran reaksi larut secara menyeluruh dalam etanol, maka hal tersebut menunjukkan monogliserida telah terbentuk. Kemudian campuran reaksi didinginkan hingga 80°C untuk diproses ke tahap berikutnya, yaitu tahap pembentukan senyawa alkid.

b. Pembentukan Senyawa Alkid

Pada tahap kedua yaitu tahapan pembentukan senyawa alkid, dimana reaksi polikondensasi dilakukan dengan menambahkan ftalat anhidrida sebanyak 66 gram. Selanjutnya reaktor ditutup, gas nitrogen dialirkan ke dalam reaktor dan pengaduk mekanis dijalankan dengan kecepatan 100 rpm. Campuran reaksi dipanaskan dan dikontrol pada suhu 220°C. Lama waktu proses divariasikan sebagaimana tercantum pada tabel III.2.

3.4.2 Modifikasi Aminasi

Gas amonia dialirkan ke dalam reaktor yang berisi senyawa alkid, reaksi dijalankan dan dikontrol pada suhu 100°C dengan kecepatan pengadukan 100 rpm. Lama waktu proses yang dijalankan adalah selama 2 jam.

3.4.3 Analisis dan Pengujian Resin Alkid

Produk yang telah jadi kemudian dipersiapkan untuk dianalisis dan dilakukan pengujian.

1. Analisis Gugus Fungsi

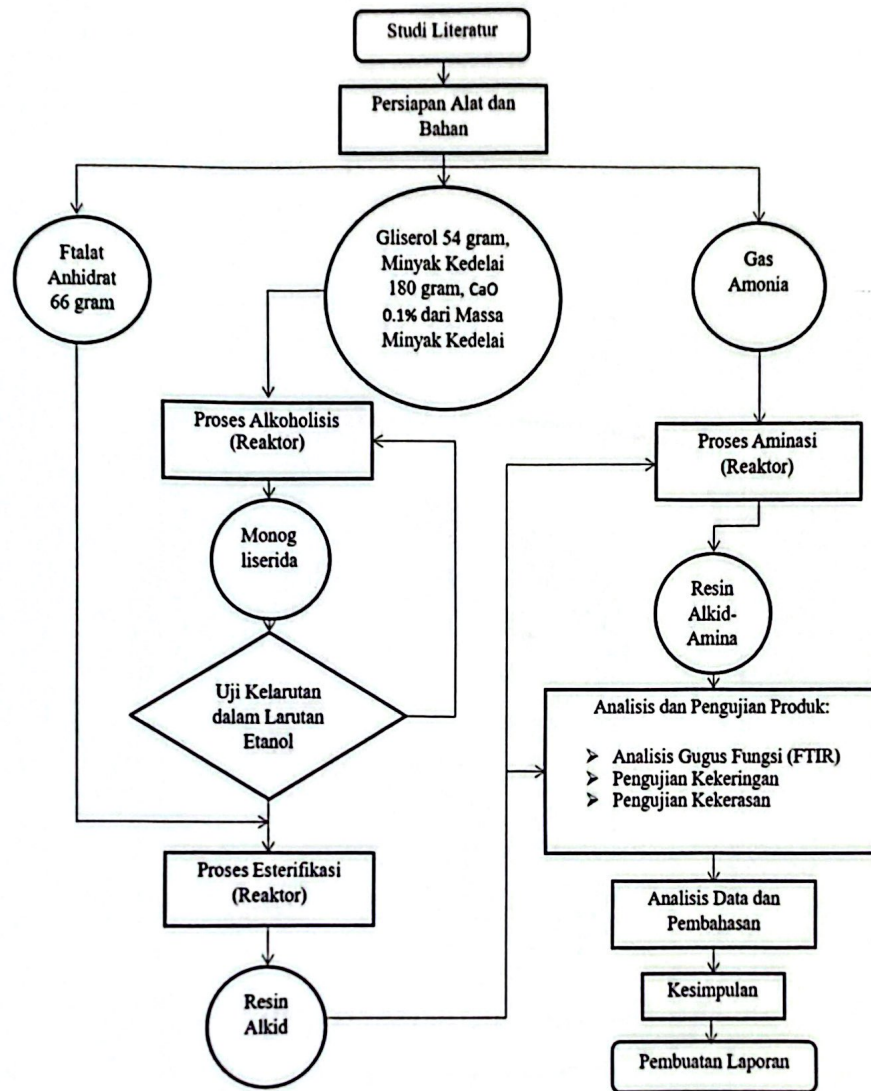
Komposisi produk dianalisis menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) Spektrometer Cary 630. Pengujian dilakukan dengan menggunakan seluruh sampel produk hasil proses esterifikasi dan produk hasil proses aminasi yang berbentuk cairan. Preparasi sampel cairan dengan cara mengambil sampel tersebut menggunakan pipet tetes. Setelah itu sampel tersebut ditetaskan dengan ketebalan setipis mungkin (cukup satu tetes sampel) ke dalam holder atau wadah sampel alat FTIR yang selanjutnya akan dianalisis.

2. Pengujian Kekeringan

Pengukuran waktu pengeringan resin alkid yang telah disintesis dilakukan dengan mengaplikasikan resin pada kertas aplikasi atau papan aplikasi. Resin alkid dioleskan pada papan uji dan diratakan dengan ketebalan yang sama. Papan uji yang telah berisi resin dibiarkan kering pada temperatur ruang dan diukur lama waktu pengeringan tersebut dengan sistem *touch dry*.

3. Pengujian Kekerasan

Pengujian kekerasan adalah jenis pengujian untuk mengetahui tingkat kekerasan lapisan resin. Pengujian ini berdasarkan ASTM D 3363 – 00. Dalam metode pengujiannya dilakukan pada suhu ruang dengan menggunakan pensil HB. Resin alkid terlebih dahulu diletakkan di atas papan uji dan dibiarkan mengering, kemudian pensil digunakan sebagai alat untuk menggores lapisan resin yang telah mengering untuk pengujian kekerasan. Pensil digoreskan ke permukaan cat dengan sudut 45°.



Gambar III.1 Diagram Alir Penelitian

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Sintesis Resin Alkid

Tahapan proses sintesis, yaitu pertama reaksi alkoholisis untuk menghasilkan monogliserida dan dilanjutkan dengan reaksi esterifikasi untuk menghasilkan resin alkid.

4.1.1 Hasil Reaksi Alkoholisis

Reaksi alkoholisis dikontrol dengan uji kelarutan media reaksi dalam etanol. Hasil reaksi alkoholisis terhadap uji kelarutan etanol diuraikan pada tabel IV.1.

Tabel IV.1 Hasil Reaksi Alkoholisis terhadap Kelarutan Etanol

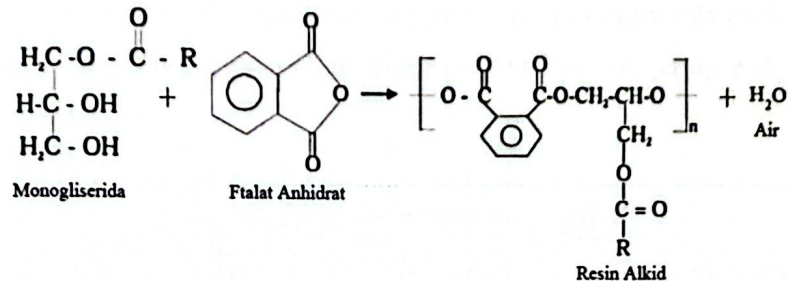
Sampel	Waktu Reaksi (Jam)	Kelarutan dalam Larutan Etanol*
Monogliserida 1	2	Larut Sebagian
Monogliserida 2	2,5	Larut Sebagian
Monogliserida 3	3	Larut Sempurna

*Dalam Kondisi Temperatur Ruang

Berdasarkan tabel IV.1, waktu reaksi selama 3 jam menghasilkan senyawa monogliserida dengan kadar yang lebih tinggi dibandingkan waktu reaksi 2 jam dan 2.5 jam, yang ditandai dengan tingkat kelarutan produk yang larut sempurna dalam larutan etanol pada temperatur ruang. Sedangkan produk hasil proses selama 2 jam dan 2,5 jam tidak melarut sempurna dalam larutan etanol yang menandakan pembentukan kadar monogliserida yang masih rendah. Dari data tersebut mengindikasikan waktu proses selama 2 jam dan 2,5 jam belum mencapai kesetimbangan, dengan semakin bertambahnya waktu pemanasan, maka jumlah kadar monogliserida akan bertambah dan pemecahan asam lemak dari ikatan trigliserida semakin sempurna. Berdasarkan pengamatan dari hasil pendahuluan ini maka perlakuan yang akan digunakan dalam penelitian utama untuk proses produksi monogliserida adalah waktu reaksi selama 3 jam dengan suhu 240°C.

4.1.2 Hasil Reaksi Esterifikasi

Tahapan selanjutnya adalah reaksi esterifikasi. Ilustrasi reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Gambar IV. 1 Reaksi Esterifikasi Resin Alkid

Hasil reaksi esterifikasi diuraikan pada tabel IV.2.

Tabel IV.2 Hasil Reaksi Esterifikasi

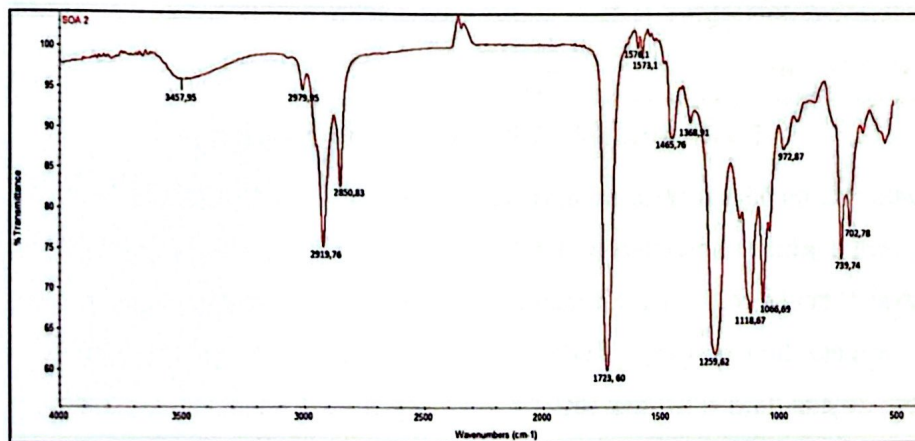
Sampel	Waktu Reaksi (Jam)	Massa Awal (gram)	Produk Utama		Produk Samping
			Massa Cair (gram)	Massa Endapan (gram)	Air (gram)
Ester-Alkid 1	3	300	269	20	10
Ester-Alkid 2	3,5	300	273	15	12
Ester-Alkid 3	4	300	282	0	18

Berdasarkan tabel IV.2 terdapat perbedaan hasil rmasa produk alkid yang dihasilkan pada variasi waktu proses. Proses yang menghasilkan massa produk yang optimal adalah proses selama 4 jam, karena produk utama yang dihasilkan sudah sepenuhnya berbentuk cair, tidak lagi mengandung massa endapan. Sementara untuk waktu proses selama 3 jam dan 3,5 jam masih terdapat massa endapan dengan berat 20 gram dan 15 gram pada produk yang dihasilkan. Hal ini menunjukkan masih adanya campuran bahan ftalat anhidrida dan monogliserida yang belum bereaksi membentuk polimer alkid.

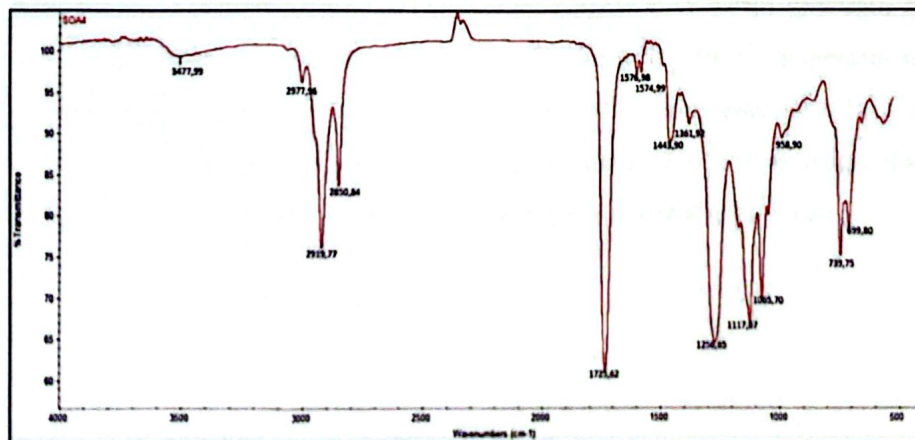
Dan dari tabel IV.2 dapat dilihat waktu proses selama 4 jam menghasilkan massa air sebanyak 18 gram, proses selama 3 jam menghasilkan massa air 15 gram, dan proses selama 4 jam menghasilkan massa air 13 gram. Perolehan air yang semakin tinggi menjadi salah satu indikasi yang menunjukkan semakin

panjang rantai polimer alkid yang terbentuk dari reaksi antara ftalat anhidrida dan monogliserida.

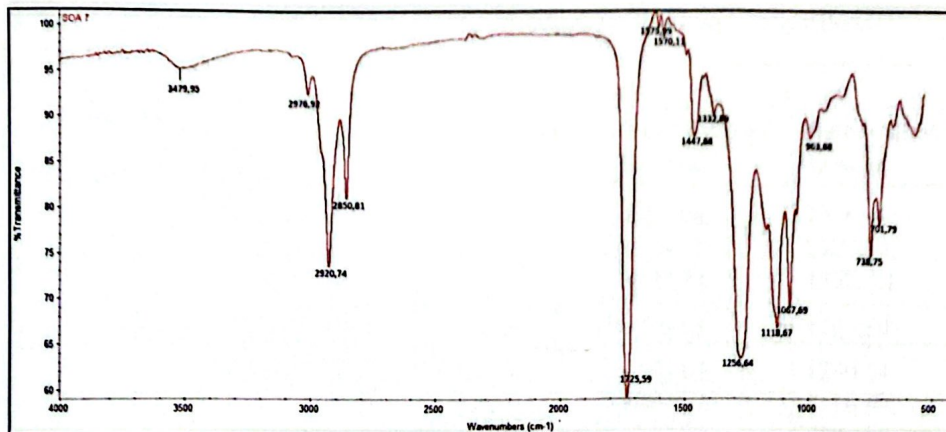
Kemudian dilakukan uji FTIR untuk mengetahui gugus fungsi produk dan memastikan bahwa reaksi antara ftalat anhidrida dan monogliserida telah berhasil membentuk gugus fungsi ester-alkid. Hasil uji FTIR produk tersaji pada gambar IV.2, IV.3 dan IV.4.



Gambar IV.2 Hasil Uji FTIR Produk Ester-Alkid 1



Gambar IV.3 Hasil Uji FTIR Produk Ester-Alkid 2



Gambar IV.4 Hasil Uji FTIR Produk Ester-Alkid 3

Gambar IV.2, IV.3, dan IV.4 menunjukkan spektrum IR produk ester-alkid 1, ester-alkid 2, dan ester-alkid 3. Pada ketiga spektrum ini terdapat puncak serapan pada frekuensi $1723,60\text{ cm}^{-1}$ untuk ester-alkid 1, $1725,62\text{ cm}^{-1}$ untuk ester-alkid 2, dan $1725,59\text{ cm}^{-1}$ untuk ester-alkid 3 ketiga puncak serapan ini menunjukkan keberadaan ikatan rangkap C=O. Dan terdapat puncak serapan pada daerah $1000-1300\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya ikatan tunggal C-O. Keberadaan ikatan rangkap C=O dan ikatan tunggal C-O dalam spektrum IR mengindikasikan terbentuknya ikatan ester (Ibrahim dkk, 2014). Sementara itu puncak serapan pada daerah $1570-1600\text{ cm}^{-1}$ dalam spektrum ester-alkid 1,2, dan 3 mengindikasikan adanya ikatan C=C aromatik ftalat anhidrida (Ling dkk, 2014). Pada tabel IV.3 dirangkum data spektrum IR senyawa ester-alkid 1,2, dan 3.

Tabel IV.3 Data Spektrum FTIR Senyawa Hasil Proses Esterifikasi

Gugus Fungsi	IR (cm ⁻¹)			
	SO-diol*	Ester-Alkid 1	Ester-Alkid 2	Ester-Alkid 3
-OH stretching	3445,42	3457,95	3477,99	3479,95
C-H stretching	3007,63; 2926,10; 2854,73	2979,95; 2919,76; 2850,83	2977,96; 2919,77; 2850,84	2976,92; 2920,74; 2850,81
C=O stretching	1739,19	1723,60	1725,62	1725,59
C-O	- - -	1259,62; 1118,67; 1066,69	1256,65; 1117,67; 1065,70	1256,64; 1118,67; 1067,69
Ar C=C	1580,03; 1550,49	1573,1; 1576,1	1576,98; 1574,99	1575,99; 1570,11

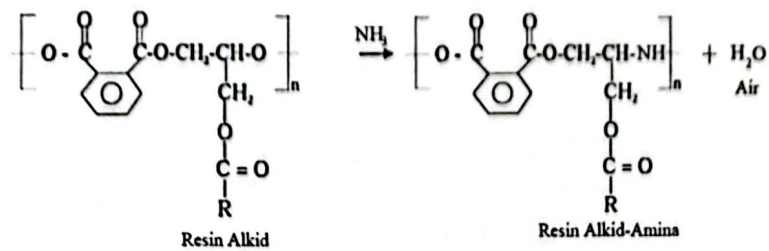
*SO-diol: Senyawa alkid hasil penelitian Ling, dkk (2014)

Berdasarkan hasil uji FTIR, produk hasil proses esterifikasi secara keseluruhan telah berhasil membentuk senyawa ester-alkid ftalat. Karena dari hasil pengamatan yang diperoleh terdapat spektrum IR yang mengindikasikan terbentuknya ikatan ester dalam senyawa.

Berdasarkan pengamatan dari hasil produk dan analisa gugus fungsi maka perlakuan yang akan digunakan untuk proses esterifikasi adalah waktu proses selama 4 jam dengan suhu 220°C karena dari lama waktu proses tersebut dihasilkan hasil produk dengan karakteristik yang lebih baik dibandingkan proses selama 3 jam dan 3,5 jam.

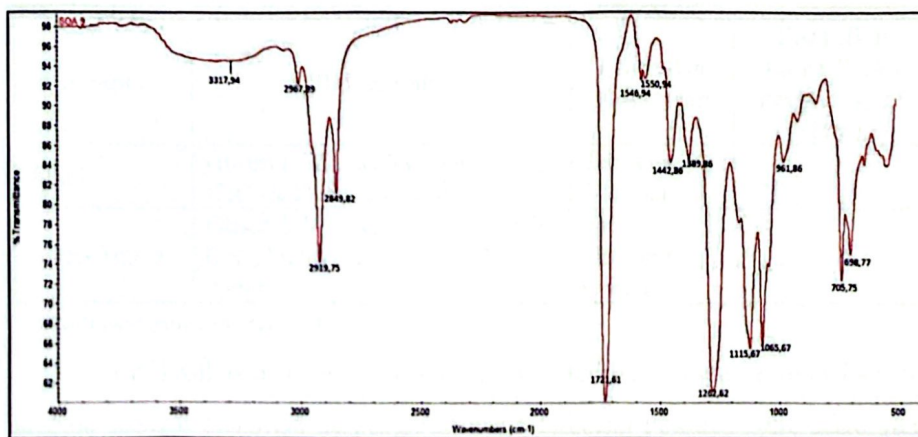
4.2 Pencampuran Resin Alkid dengan Gas Amonia

Setelah didapatkan hasil proses yang optimal untuk tahapan sintesis resin alkid, proses dilanjutkan ke tahapan modifikasi. Modifikasi dilakukan dengan cara mencampurkan resin alkid dengan gas amonia. Reaksi tersebut membentuk resin alkid-amina yang menghasilkan produk samping berupa air, ilustrasi mekanisme reaksi resin alkid dan gas amonia dapat dilihat pada gambar berikut:



Gambar IV.5 Ilustrasi Reaksi Resin Alkid dan Gas Amonia

Pada ilustrasi reaksi gambar IV.5 terlihat gugus C pada senyawa alkid mengikat gas amonia yang dialirkan ke dalam reaktor, sehingga terbentuk ikatan amina dalam resin alkid. Produk alkid-amina yang dihasilkan berwarna kuning kecoklatan yang selanjutnya diuji gugus fungsi dengan FTIR. Gambar IV.6 memperlihatkan spektrum senyawa alkid-amina hasil pengujian FTIR.



Gambar IV.6 Spektrum FTIR Senyawa Alkid-Amina

Ada beberapa gugus yang menandakan adanya ikatan amina, yaitu gugus amina (N-H) pada panjang gelombang $3300-3500 \text{ cm}^{-1}$, dan gugus C-N pada panjang gelombang $1180-1360 \text{ cm}^{-1}$, kedua daerah puncak serapan tersebut terlihat pada spektrum IR senyawa alkid-amina gambar IV.6. Pada tabel IV.4 dirangkum data spektrum IR senyawa alkid-amina.

Tabel IV.4 Spektrum FTIR Senyawa Alkid-Amina

Gugus Fungsi	IR(cm ⁻¹)
N-H <i>stretching</i>	3317,94
C-H <i>stretching</i>	2967,89; 2919,75; 2849,82
C=O <i>stretching</i>	1721,61
C-N	1262,62
Ar C=C	1550,94; 1546,94

4.2.1 Pengaruh Gas Amonia terhadap Tingkat Kekerasan dan Daya Kering Resin Alkid

Karakterisasi yang dilakukan untuk mengetahui pengaruh gas amonia adalah dengan melakukan uji kekerasan dan kekeringan. Hasil karakterisasi yang diperoleh disajikan pada tabel IV.3.

Tabel IV.5 Hasil Karakterisasi Resin Alkid-Amina

Sampel	Bahan Baku	Pengujian Kekerasan	Pengujian Lama Waku Pengeringan* (jam)
Alkid	Gliserol, Minyak Kedelai, Katalis CaO, & Ftalat Anhidrida	Terdapat Goresan	72
Alkid-Amina	Gliserol, Minyak Kedelai, Katalis CaO, Ftalat Anhidrida, & Gas Amonia	Tidak Terdapat Goresan	71,5

*Pengeringan pada suhu ruangan.

Dari hasil pengamatan pada tabel IV.3 terlihat bahwa penambahan gas amonia sebagai *modifiers* berpengaruh nyata terhadap performa resin alkid yang dihasilkan, khususnya tingkat kekerasannya. Resin alkid yang direaksikan dengan gas amonia memiliki tingkat kekerasan lebih baik yang ditandai dengan tidak terdapatnya goresan ketika dilakukan uji *pencil hardness* menggunakan pensil HB. Kekerasan dari suatu material erat kaitannya dengan sifat kimia yang dimiliki material tersebut. Sifat kimia dalam hal ini ikatan kimia pada senyawa organik, terbentuk dari ikatan antar gugus fungsi senyawa-senyawa penyusunnya. Gas amonia yang dicampurkan ke dalam resin alkid membentuk gugus fungsi polar amina NH pada monomer alkid. Gugus fungsi ini yang mengakibatkan bertambahnya ikatan hidrogen dalam senyawa yang terbentuk. Pada akhirnya,

kekuatan gaya antar molekul polimer meningkat dan meningkatkan kekerasan polimer.

Sementara itu penambahan gas amonia secara signifikan tidak berpengaruh terhadap kecepatan waktu pengeringan resin alkid, dimana hanya 30 menit lebih cepat mengering untuk resin alkid yang dicampurkan gas amonia. Faktor yang mempercepat waktu pengeringan resin alkid adalah ikatan silang yang terbentuk pada senyawa alkid tersebut, ikatan silang yang terbentuk membuat jarak antar molekul senyawa tersebut lebih rapat, ketika jarak antar molekul semakin dekat, maka ikatan silang yang terjadi antara senyawa yang tercampur di dalam resin dengan udara yang berasal dari lingkungan akan lebih cepat terbentuk, sehingga resin akan lebih cepat mengering. Pencampuran gas amonia ke dalam resin alkid tidak memperbanyak terbentuknya ikatan silang pada senyawa alkid yang dihasilkan, karena hanya membentuk gugus fungsi polar amina NH dalam perpaduannya, sehingga resin alkid yang dicampurkan dengan gas amonia memiliki waktu pengeringan yang relatif sama dengan resin alkid yang tidak dicampurkan dengan gas amonia.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Waktu proses pada tahapan sintesis dengan karakteristik senyawa alkid yang paling baik, yaitu:
 - Proses reaksi alkoholisis antara minyak kedelai dengan gliserol adalah selama 3 jam.
 - Proses reaksi esterifikasi antara monogliserida dengan ftalat anhidrida adalah selama 4 jam.
2. Pengaruh pencampuran gas amonia terhadap karakteristik resin alkid yang dihasilkan adalah:
 - Tingkat kekerasan resin alkid yang dicampurkan dengan gas amonia lebih tinggi dibandingkan resin alkid yang tidak dicampurkan dengan gas amonia.
 - Lama waktu pengeringan resin alkid yang dicampurkan dengan gas amonia relatif lebih cepat dengan resin alkid yang tidak dicampurkan dengan gas amonia.

5.2 Saran

1. Lama waktu proses aminasi yang perlu dikontrol, karena proses aminasi mempengaruhi kekeruhan tampilan warna pada produk resin alkid. Untuk itu perlu dilakukan penelitian selanjutnya untuk mencari waktu optimal proses aminasi yang dapat menghasilkan kualitas produk yang baik.
2. Perlu dilakukan pengujian kadar monogliserida pada produk hasil reaksi alkoholisis untuk mengetahui presentase monogliserida yang terkandung pada produk hasil reaksi alkoholisis.

3. Untuk penelitian selanjutnya perlu dilakukan pengujian aplikasi untuk mengetahui performa resin yang dicampurkan dengan gas amonia saat digunakan dalam proses *coating*.

DAFTAR PUSTAKA

- Assanvo, E.F., Gogoi, P., Dolui, S.K., and Baruah, S.D., "Synthesis, Characterization, and Performance Characteristics of Alkyd Resins Based On *Ricinodendron Heudelotii* Oil and Their Blending With Epoxy Resins", Elsevier Industrial Corp and Products, p.293-302, 2015.
- ASTM International "Standard Test Methods for Film Hardness by Pencil Test"
ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States
- Atta, A.M., Shaker, N.O., and Maysour, N.E., "Influence of the Molecular Structure on the Chemical Resisvity and Thermal Stability of Cured Schiff Base Epoxy Resin", Elsevier Progress in Organic Coatings, p.100-110, 2006.
- Chen, Y., Zou, C., Maria, M., Hu, S., Gasaway, C., and Tao, X., "Applications of Micro-Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) in the Geological", Sciences-A Review: International Journal of Molecular Sciences, 2015.
- Dachriyanus, "Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi", Lembaga Pengembangan Teknologi Infoormasi dan Komunikasi (LPTIK) Univeristas Andalas.
- Deligny, P. dan Tuck, N., "Resin For Surface Coatings Volume II : Alkyd and Polyester", Willey and Sons, Sita Technology Limited, London UK.
- Department of Defense United State of America, "Unfied Facilities Criteria (UFC): Protective Coatings and Paints". Department of Defense United State of America, 2004.
- Djubaedah, E., Moestofa, A., dan Mariana, "Pembuatan Zat Pengemulsi Monogliserida dari Minyak Kelapa", Warta IHP Vol. 12, No.1-2, pp. 59-63, 1995.
- Dwiyati, S.T., "Pengaruh Kadar *Hardener* Terhadap Kualitas Produk Pengecatan Plastik". Jurnal Konversi Energi dan Manufaktur UNJ, Edisi Terbit 11 Oktober 2015.
- Elba, M.E., Abdel Rehim, E.M., and Ashery, R.E., "Progress in Organic Coating : Synthesis and Characterization Alkyd Resin Based on Soya Bean Oil and Glycerin Using Zirconium Octoate as Catalyst". Chemical Technology : An Indian Journal, Vol 3(1), 2018.
- Elliot, W.T., "Surface Coatings : Alkyd Resins", Chapman & Hall, New York, 1993.

- Ernawati, S., dan Atmaja, L., "Pengaruh Variasi Komposisi Hibrid Epoksi-Nilon Dengan Poliamin Terhadap Kualitas Sifat Mekaniknya Sebagai Pelapis Kayu", *Jurnal Sains dan Seni Pomits*, p. 1-6, 2013.
- Goldsmith, H.A., "Polyhidric Alcohol Esters of Fatty Acids", Glyco Products Co., Inc., Brooklyn, New York, 1945.
- Goldschmidt, A., and Streitberger, H.J., "BASF Handbook On : Basics of Coating Technology 2nd revised edition", Vincentz Network, Germany, 2007.
- Haken, J.K. and Green, M.R., "Analysis of Cross-linked Alkyd Amino Formaldehyde Resin Systems", *Journal of Chromatography* : 396, p. 121-128, Elsevier Science Publisher B.V, Amsterdam, 1987.
- Heriyanto, H., Rochmadi., dan Budiman, A., "Distribusi Berat Molekul *Alkyd Resin* Termodifikasi Minyak Jagung". Seminar Rekayasa Kimia dan Proses ISSN :1411-4216, Universitas Diponegoro, 2010.
- Ibrahim, K.A., Abu-sheih, K.A., Al-Trawneh, I., and Bourghli, L., "Preparation and Characterization of Alkyd Resin of Jordan Valley Tomato Oil". *Journal Polymer Environment*, Springer Science Business Media ,New York, 2014.
- Isaac, I.O., Ekpa, O.D., Ekpe, U.J., and Odiongenyi, A.O., "The Effects of Polybasic Acid Type on Kinetics of the Preparation of Cottonseed Oil Based Alkyd Resins". *IOSR Journal of Pharmacy and Biological Sciences*, e-ISSN :2278-3008, p. ISSN :2319-7676, Vol(10), p. 25-33, 2015.
- Jayanudin, Rochmadi dan Budiman, A., "Pengaruh Suhu Reaksi Alkoholisis Terhadap Derajat Polimerisasi *Alkyd Resin* Termodifikasi Minyak Jagung", *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia "Kejuangan" : Pengembangan Teknologi Kimia untuk Pengolahan Sumber Daya Alam Indonesia*, ISSN: 1693-4393, Yogyakarta, 22 Februari 2011.
- Karak, N., "Vegetable Oil-Based Polymers : Properties, Processing and Applications", Elsevier, 2012.
- Lanson, H.J., "Chemistry and Technology of Alkyd and Saturated Reactive Polyester Resins", American Chemical Society, Washington, D.C., 1985.
- Ling, J.S., Mohammed, I.A., Ghazali, A., and Khairuddean, M. "Novel Poly(Alkyd-Urethane)s from vegetable oils : Synthesis and Properties", *Elsevier Industrial Corps and Product*, p. 74-84, 2014.
- Mamuaja C.F., "Lipida", Unsrat Press, Manado, 2017.
- Nosal, H., Nowicki, J., Warzala, M., Semeniuk, I., and Sabura, E., "Synthesis and Characterization of Alkyd Resins Based On *Camelia Sativa* Oil, Glycerol and Selected Epoxidized Vegetable Oils as Functional Modifiers". *Elsevier Progress in Organic Coatings*, p.553-568, 2016.

- Odetoye, T.E., Ogunniyi, D.S., Olatunji, G.A., "Improving *Jatropha Curcas* Linneaus oil Alkyd Drying Propertie", Elsevier Progress in Organic Coatings, p.374-381, 2012.
- Perz, Veronica., "New Enzymatic Methods for the Drying of Alkyd Resins". Technischen Universitat Graz. 2011.
- Streitberger., H.J., and Dossel, K.F., "Automotif Paints and Coatings", Willey-VCH Verlag GmbH & co. KgaA, Weinheim, 2008.
- Radmilaz., Radicevic., and Budinski-Simenic, J.K., "The Effect of Alkyd/Melamine Resin Ratio and Curing Temperature on The Properties Of The Coatings", Journal Serbian Chemical Society, p.593-599, 2005.
- Rahmi, Dwinnna., "Aminasi *Hyperbranched Polyglycerol (HPG)* Dengan Gas Amonia", Jurnal Kimia dan Kemasan, p.57-62, 2018.
- Technavio, "Global Alkyd Resin Market 2019-2023", 2018.
- Tracton, A.A., "Coatings Material and Surface Coatings", CRC Press : Taylor and Francis Group, 2007.
- Tracton, A.A., "Coatings Technology Handbook (3rd ed)", CRC Press : Taylor & Francis Group, 2006.
- Vincentz Network, "High Performance at a Low Cost", European Coatings Journal p. 42, Vincentz Network, 2006.
- Wibowo, H.B., "Karakterisasi dan Pengujian Resin Polialkid Alami sebagai Elastomer", Pusat Teknologi Roket LAPAN Jakarta, Vol 6(1), 2013

LAMPIRAN A
GAMBAR ALAT DAN BAHAN



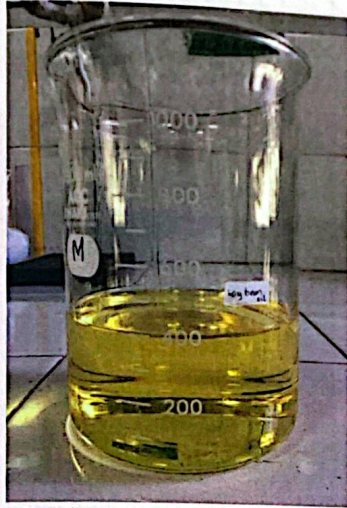
Gambar Reaktor *Batch*



Gambar Spektrometer Cary 630



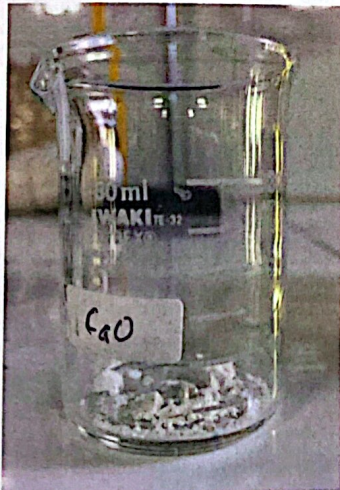
Gambar Timbangan Digital



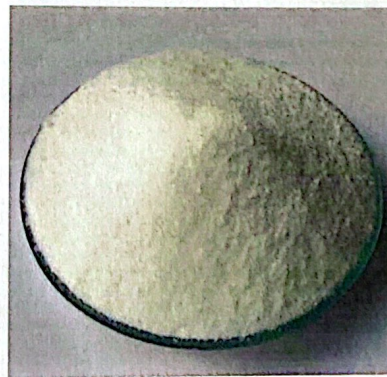
Gambar Minyak Kedelai



Gambar Gliserol

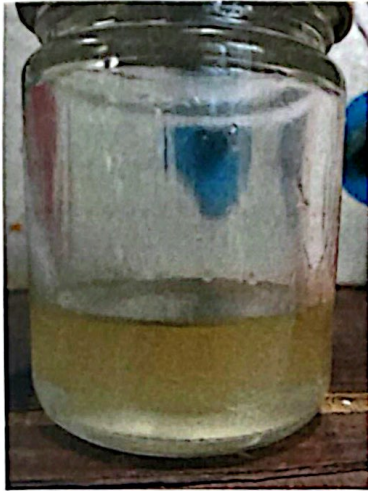


Gambar Katalis CaO



Gambar Ftalat Anhidrat

LAMPIRAN B
GAMBAR SAMPEL PENELITIAN



Gambar Sampel Mono 1



Gambar Sampel Mono 2



Gambar Sampel Mono 3



Gambar Sampel Ester-Alkid 1



Gambar Sampel Ester-Alkid 2



Gambar Sampel Ester-Alkid 3



Gambar Sampel Alkid-Amina

LAMPIRAN C

GAMBAR HASIL PENGUJIAN

Gambar Hasil Uji Kekeringan Sampel Ester Alkid



Sebelum Mengering



Sesudah Mengering

Gambar Hasil Uji Kekeringan Sampel Alkid-Amina



Sebelum Mengering

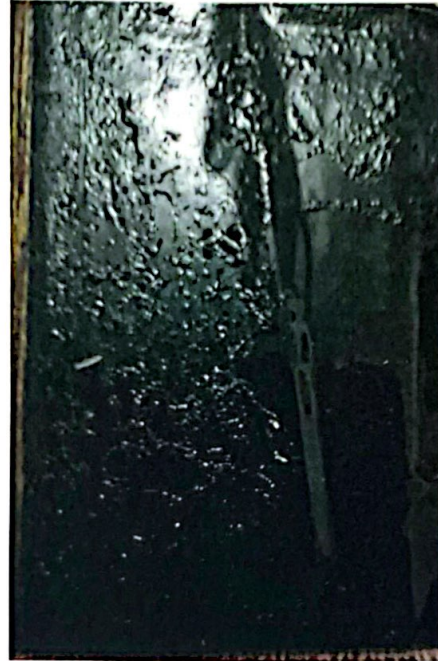


Sesudah Mengering

Gambar Hasil Uji Kekerasan



Sampel Ester Alkid



Sampel Alkid-Amina

LAMPIRAN D

PERHITUNGAN

Perhitungan presentase massa bahan baku:

Massa Total = 300 gram

Ftalat anhidrat = 22%

$$\text{Massa Ftalat Anhidrat} = \frac{22}{100} \times 300 \text{ g} = 66 \text{ g}$$

Minyak Kedelai = 60%

$$\text{Massa Minyak Kedelai} = \frac{60}{100} \times 300 \text{ g} = 180 \text{ g}$$

Gliserol = 18%

$$\text{Massa Gliserol} = \frac{18}{100} \times 300 \text{ g} = 54 \text{ g}$$