

LAPORAN PENELITIAN
HIDROLISIS SENYAWA
3-GLYCIDOXYPROPYLTRIMETHOXYSILANE (SILQUEST)
DAN APLIKASINYA PADA MODIFIKASI EPOKSI
TUGAS AKHIR

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh
Gelar Diploma Empat (D-IV) Program Studi Teknologi Kimia Industri



Disusun oleh :

Zulfikar **1511018**

Dony Satrio **1511036**

KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN REPUBLIK INDONESIA
SEKOLAH TINGGI MANAJEMEN INDUSTRI
TEKNOLOGI KIMIA INDUSTRI
2015

**LAPORAN PENELITIAN
HIDROLISIS SENYAWA**

***3-GLYCIDOXYPROPYLTRIMETHOXYSILANE (SILQUEST) DAN
APLIKASINYA PADA MODIFIKASI EPOKSI***

TUGAS AKHIR

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh Gelar Diploma Empat (D-IV)

Program Studi Teknologi Kimia Industri Pada Sekolah Tinggi Manajemen Industri



Disusun Oleh :

Zulfikar (1511018)

Dony Satrio (1511036)

KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN REPUBLIK INDONESIA

SEKOLAH TINGGI MANAJEMEN INDUSTRI JAKARTA

PROGRAM STUDI TEKNOLOGI KIMIA INDUSTRI

2015

ABSTRAK

Penggunaan bahan pelapis antikorosi banyak digunakan didalam industri, otomotif, serta perkapalan. Pelapis *hybrid* dapat dibentuk dari pencampuran antara epoksi atau poliuretan dengan senyawa yang memiliki gugus siloksan dan dapat menghasilkan bahan campuran cat untuk antikorosi. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui reaksi pembuatan poliuretan-*silquest* dengan beberapa modifikasi variasi. Sedangkan secara spesifik dari penelitian ini adalah membuat bahan pelapisan pada logam untuk menghindari terjadinya korosi pada logam dengan tingkat ketahanan pelapis yang lebih tinggi serta memiliki sifat mekanik dan sifat thermal yang lebih unggul jika diaplikasikan pada logam. Modifikasi dihasilkan dari proses hidrolisis dengan mereaksikan senyawa silane (*silquest*) pada pH, waktu, serta rasio mol larutan : *silquest* yang ditambahkan akuades 0,367 N sebagai katalisnya. Analisis dari hasil penelitian ini dilakukan dengan 3 analisis yaitu analisis *fourier transform infra red* (FTIR), analisis viskositas, dan analisis NCO. Pengujian FTIR dilakukan untuk mengetahui terbentuknya senyawa apa saja pada sampel yang dianalisa. Analisis viskositas bertujuan untuk membandingkan nilai viskositas dari semua variasi sampel. Analisa NCO untuk mengetahui kandungan isosianat didalam produk. Hasil pengamatan suhu optimum untuk proses hidrolisis 60 °C dan 50°C untuk proses pembentukan Epoksi Termodifikasi Poliuretan Siloksan (ETPS). Hasil uji viskositas yang terbaik adalah variasi pH yaitu *Silquest* pH 4 2:1 mol hidrolisis 30 menit (12,017), variasi rasio mol larutan *Silquest* pH 4 2:1 mol, hidrolisis 180 menit (17,485), dan variasi rasio mol larutan pH 4 2:1 *silquest* hidrolisis 30 menit (12,017). Hasil dari analisis FTIR didapatkan variasi yang optimum pada penelitian ini adalah variasi pH yaitu *silquest* pH 2 2:1 mol hidrolisis 30 menit, variasi rasio mol larutan 6 : 1 *silquest* hidrolisis 30 menit, dan variasi waktu yaitu *silquest* pH 4 2:1 mol hidrolisis 120 menit serta *silquest* pH 4 2:1 mol hidrolisis 150 menit. Hasil dari analisis NCO didapatkan variasi yang bagus antara lain, variasi pH ETPS pH 2 2:1 mol hidrolisis 30 menit hasil evaporasi (90,7%), variasi rasio mol larutan : *silquest* yaitu ETPS pH 4 2:1 mol hidrolisis 30 menit hasil evaporasi (44,71 %), dan variasi waktu ETPS pH 4 2:1 mol hidrolisis 60 menit hasil evaporasi (88,29 %).

Kata kunci : akuades, *silquest*, viskositas, *transform infra red* (FTIR), analisis NCO.

ABSTRACT

The anti-corrosion coatings are use in industrial, automotive and shipbuilding. Hybrid coatings can be formed from mixing between epoxy or polyurethane with a compound which has a group siloksan and can produce material for anti-corrosion paint mixture. This research aims to determine the reaction of the manufacture of polyurethane-silquest with some modifications variations. While the specifics of this research is to make the coating material on the metal to prevent corrosion on the metal coating resistance level that is higher and has mechanical properties and thermal properties that are superior when applied to metals. Modifications resulting from the hydrolysis process by reacting a silane compound (silquest) on ph, time, and the mole ratio aquadest : silquest who added a aquadest of 0,367 N HCl as a catalyst. Analysis of the results of this research conducted with 3 analysis : analysis of fourier transform infra red (FTIR), viscosity analysis, and analysis of NCO. FTIR testing was conducted to determine the formation of any compounds in the samples that were analyzed. Viscosity analysis aimed to compare the viscosity values of all variations of the sample. NCO analysis to determine isosianide content in product. The results observations of optimum temperature for hydrolysis process are 60°C and 50°C for the formation process ETPS. The test results are the best that the viscosity of the ph variation is silquest ph 4 2:1 mol hydrolysis 30 minutes (12,017), variations in the mole ratio of silquest aquadest ph 4 2:1 mol hydrolysis 180 minutes (17,485) and variations of aquadest ph 4 mole ratio of 2:1 silquest hydrolysis 30 minutes (12,017). The result of the fourier transform infra red (FTIR) analysis be found the optimum variation in this research is ph variation in silquest ph 2 2:1 mol hydrolysis 30 minutes, variations aquadest mole ratio 6:1 silquest hydrolysis 30 minutes, and the time variation is silquest ph 4 2:1 mol hydrolysis of 120 minutes and silquest ph 4 2:1 mol hydrolysis 150 minutes. The result of the NCO analysis be found are ph variation ETPS ph 2 2:1 mol hydrolysis 30 minutes resulted evaporation (90,7%), variation of ratio of aquadest : silquest are ETPS ph 4 2:1 mol hydrolysis 30 minutes resulted evaporation (44,71%/), and variation of ETPS time ph 4 2:1 mol hydrolysis 60 minutes resulted evaporation (88,29%).

Keywords: aquadest, silquest, viscosity, FTIR, analysis NCO.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kami panjatkan kehadiran Tuhan Yang Maha Esa atas segala karunia serta Ridho-Nya sehingga dapat menyelesaikan Laporan Penelitian. Ungkapan terimakasih dan hormat, penyusun tujukan kepada semua pihak yang telah memberikan bimbingan serta motivasi hingga terselesaikannya Laporan Penelitian yang dilaksanakan pada tanggal 04 Februari - 04 April 2015 di Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Bidang Polimer Serpong, Tangerang.

Dalam menyelesaikan Laporan Penelitian ini penyusun mendapat bantuan dari berbagai pihak, oleh karena itu dalam kesempatan ini penyusun ingin mengucapkan terima kasih kepada :

1. Kedua orang tua, keluarga, dan para sahabat yang tidak bisa saya sebutkan satu per satu yang selalu memberikan dukungan baik secara materil, motivasi dan bimbingan.
2. Bapak Drs. Ahmad Zawawi, M.A., M.M., selaku Ketua Politeknik STMI Jakarta Kementerian Perindustrian RI.
3. Bapak Dr.Ir. Gatot Ibnu Santosa, DEA selaku Ketua Teknik Kimia Polimer, Politeknik STMI Kementerian Perindustrian RI.
4. Bapak DR. Agus Haryono selaku ketua Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) bidang polimer Serpong, Tangerang.
5. Ibu Evi Triwulandari, MSi selaku pembimbing penelitian Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) bidang polimer.
6. Bapak Ir. Parulian Leonard Marpaung, MM selaku dosen pembimbing.
7. Para Dosen yang membantu materi perkuliahan selama masa kuliah.
8. Seluruh peneliti Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) bidang polimer atas bimbingannya selama penelitian.
9. Serta semua pihak dengan tidak mengurangi rasa hormat dan terima kasih yang tidak disebutkan satu persatu.

Semoga Laporan Penelitian ini dapat bermanfaat bagi pembaca pada umumnya, serta mahasiswa Teknologi Kimia Industri Sekolah Tinggi Manajemen Industri Kementerian Perindustrian RI pada khususnya. Mohon maaf jika laporan Penelitian ini yang masih jauh dari sempurna, oleh karena itu kritik dan saran yang sifatnya membangun sangat penyusun harapkan untuk penyempurnaan Laporan Penelitian ini.

Jakarta, 4 Mei 2015

Penyusun

DAFTAR ISI

LEMBAR PERSETUJUAN DOSEN PEMBIMBING.....	i
ABSTRAK.....	ii
KATA PENGANTAR.....	iii
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR TABEL.....	vi
DAFTAR GAMBAR.....	vii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	2
1.3 Batasan Masalah.....	2
1.4 Tujuan Penelitian.....	3
1.5 Manfaat Penelitian.....	3
1.6 Sistematika Penulisan.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Silquest (3-glycidoxypropyltrimethoxysilane).....	5
2.2 Asam Klorida (HCl)	5
2.3 Epoksi.....	6
2.3.1 Aplikasi Epoksi.....	6
2.3.2 Sifat Fisik, Kimia, dan Mekanik Epoksi.....	7
2.4 Isosianat.....	7
2.5 Polipropilena Glikol (PPG)	8
2.6 Dibutiltin Dilaurat (DBTDL)	8
2.7 Reaksi Hidrolisis.....	9
2.8 Fourier Transform Infrared (FTIR)	9
2.9 Analisis Kandungan Isosianat (%NCO)	11
2.10 Viskositas.....	12
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	14
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	14
3.2 Alat dan Bahan Penelitian.....	14
3.2.1 Alat.....	14
3.2.2 Bahan.....	14

3.3	Alur Percobaan.....	16
3.3.1	Variasi pH.....	17
3.3.2	Variasi Waktu.....	19
3.3.3	Variasi Perbandingan Mol.....	21
3.4	Pembuatan Epoksi Termodifikasi Polyurethane Siloksan (ETPS).....	23
3.4.1	Mereaksikan Campuran ETP + <i>3-Glycidoxypropyltrimethoxysilane</i> dengan Semua Variasi.....	23
3.4.2	Analisa Kandungan Isosianat (%NCO)	24
3.5	Pembuatan Film.....	25
3.5.1	Pembuatan Film Dengan Mencampurkan ETPS dan Versamide (Hardener)	25
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....		27
4.1.	Hasil Analisa dan Pembahasan.....	27
4.1.1.	Hasil pengujian viskositas silquest tehidrolisis.....	27
4.1.2.	Hasil pengujian FTIR (<i>Fourier Transform Infra Red</i>) silquest tehidrolisis.....	30
4.1.3.	Hasil perhitungan kandungan isosianat (% NCO) sisa pada sampel ETPS (Epoksi Termodifikasi Poliuretan Siloksan).....	35
4.1.4.	Hasil perhitungan % konversi kandungan isosianat.....	36
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....		40
5.1	Kesimpulan.....	40
5.2	Saran.....	40
DAFTAR PUSTAKA.....		41

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Sifat Fisika <i>Silquest</i>	5
Tabel 2.2 Sifat Kimia dan Sifat Fisik DBTDL.....	9
Tabel 4.1 Tabel hasil pengujian viskositas variasi pH.....	27
Tabel 4.2 Hasil pengujian viskositas variasi waktu.....	28
Tabel 4.3 Hasil pengujian viskositas variasi perbandingan mol.....	28
Tabel 4.4 Gugus fungsi dan rentang bilangan gelombang <i>silquest</i> terhidrolisis.....	30
Tabel 4.5 Hasil analisa sampel <i>silquest</i> terhidrolisis setelah pengujian dengan ftir variasi pH.....	31
Tabel 4.6 Hasil analisa sampel <i>silquest</i> terhidrolisis setelah pengujian dengan ftir variasi waktu.....	32
Tabel 4.7 Hasil analisa sampel <i>silquest</i> terhidrolisis setelah pengujian dengan ftir variasi rasio mol akuades : <i>silquest</i>	32
Tabel 4.8 Hasil perhitungan kandungan isosianat (% NCO) sisa variasi pH.....	35
Tabel 4.9 Hasil perhitungan kandungan isosianat (% NCO) sisa variasi perbandingan rasio mol akuades : <i>silquest</i>	35
Tabel 4.10 Hasil perhitungan kandungan isosianat (% NCO) sisa variasi perbandingan waktu.....	36
Tabel 4.11 Hasil perhitungan % konversi kandungan isosianat sisa pada variasi pH.....	36
Tabel 4.12 Hasil perhitungan % konversi kandungan isosianat sisa pada variasi waktu.....	37
Tabel 4.13 Hasil perhitungan % konversi kandungan isosianat sisa pada variasi perbandingan mol.....	38

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Reaksi Pembentukan Polipropilena Glikol.....	8
Gambar 2.2 Regangan Simetris dan Regangan Asimetris.....	10
Gambar 2.3 Viskometer Ostwald.....	14
Gambar 3.1 Diagram Proses Modifikasi Epoksi Dengan Poliuretan dan Silquest Terhidrolisis.....	16
Gambar 4.1. Grafik viskositas variasi pH.....	27
Gambar 4.2. Viskositas variasi waktu.....	28
Gambar 4.3. Viskositas variasi perbandingan mol.....	29
Gambar 4.4. Over lay hasil analisa FTIR variasi pH.....	31
Gambar 4.5. Over lay hasil analisa FTIR variasi waktu.....	32
Gambar 4.6. Over lay hasil analisa FTIR variasi perbandingan rasio mol akuades : <i>silquest</i>	34
Gambar 4.7. Hasil perhitungan % konversi kandungan isosianat variasi pH.....	37
Gambar 4.8. Hasil perhitungan % konversi kandungan isosianat Variasi waktu.....	38
Gambar 4.9. Hasil perhitungan % konversi kandungan isosianat variasi rasio mol larutan : <i>silquest</i>	3

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Polimer sintesis memainkan peran utama dalam perekonomian masyarakat industri modern. Material plastik telah berkembang pesat dan saat ini mempunyai peranan yang sangat penting di bidang elektronika, tekstil, transportasi, furnitur, konstruksi, dan produk-produk industri lainnya seperti alat komunikasi, pakaian, komponen otomotif, karpet, alat tulis, perlengkapan laboratorium dan lain-lain.

Karakteristik fisik dari polimer salah satunya ditentukan oleh perbedaan struktur rantai molekulnya. Struktur molekul polimer dapat dibedakan menjadi linier, bercabang, berikatan silang (*cross link*) dan jaringan. Molekul besar polimer dibangun oleh pengulangan kesatuan kimia yang kecil dan sederhana yang disebut monomer. Jika pengulangan kesatuan berulang itu lurus, maka molekul-molekul polimer digambarkan sebagai molekul rantai linier. Beberapa rantai lurus atau bercabang dapat bergabung melalui ikatan silang membentuk polimer berikatan silang. Jika ikatan silang terjadi ke berbagai arah maka akan terbentuk polimer jaringan dari ikatan-ikatan tersebut dalam struktur tiga dimensi.

Dalam bidang industri, bahan pelapis (*coating*) sangat sering digunakan untuk melindungi alat atau bahan berlogam dari ancaman degradasi material. Teknologi pelapisan *hybrid coating* sendiri adalah penggabungan dua bahan yang berbeda tetapi tetap mempertahankan karakter bahan-bahan tersebut. Konsep *hybrid* sendiri baru mulai dikenal oleh masyarakat umum sejak diterapkannya pada beberapa aplikasi salah satunya digunakan sebagai pelapisan antikorosi. Pelapisan antikorosi selain tergolong murah, juga mudah dibuat dan diaplikasikan pada logam. Sistem pelapis berbasis epoksi sudah banyak diaplikasikan di bidang industri otomotif, industri perminyakan, interior, dan alat-alat rumah tangga berbahan logam (Savitri dkk, -).

Aplikasi pelapisan antikorosi telah banyak dimanfaatkan di berbagai negara di dunia. Pelapisan ini biasanya menggunakan bahan dari resin organik, misalnya epoksi atau senyawa Silquest. Sistem epoksi adalah suatu kopolimer

yang terbentuk dari dua bahan kimia berbeda yang terdiri dari resin dan pengeras. Resin terdiri dari monomer atau polimer rantai pendek dengan gugus epoksida pada kedua ujung molekulnya. Resin epoksi paling umum dihasilkan dari reaksi antara epiklorohidrin dan *bisphenol-A*. Epoksi tergolong senyawa reaktif dengan cincin oksirena bersifat tidak stabil dengan perlakuan panas. Kelebihan dari penggunaan resin epoksi sebagai material pelapis adalah sifat mekanik yang tinggi dan ketahanan terhadap korosi, adesi, serta lingkungan yang baik.

Pelapis *hybrid* yang dikembangkan pada penelitian ini adalah campuran antara epoksi dengan poliuretan dan senyawa yang memiliki gugus siloksan. Tujuan dari penambahan gugus siloksan ini adalah untuk memberikan sifat ketahanan terhadap degradasi oleh atmosfer, panas, bahan kimia, dan paparan sinar UV karena ikatan Si-O pada siloksan memiliki energi yang cukup besar yaitu 445 kJ/mol yang lebih tinggi dari ikatan C-C yaitu 358 kJ/mol.

Pada penelitian ini telah dilakukan pembuatan pelapis *hybrid* Epoksi Termodifikasi Poliuretan Siloksan (ETPS). Dari penelitian ini diharapkan material pelapis ETPS ini dapat diaplikasikan pada industri otomotif dan perkapalan. Proses hidrolisis digunakan pada Silquest dengan HCl sebagai katalis sehingga terbentuk gugus -OH. Dari proses hidrolisis terbentuk Silquest terhidrolisis yang akan digunakan sebagai campuran pembuatan ETPS. Modifikasi dari epoksi oleh poliuretan dan Silquest akan menghasilkan hasil sintesis yang memiliki sifat mekanik, ketahanan termal, serta ketahanan terhadap kondisi lingkungan atau media pelapisan.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, dapat dirumuskan masalah sebagai berikut:

1. Variasi apa saja yang digunakan ?
2. Pengujian dan analisis apa saja yang dilakukan untuk produk *silquest* terhidrolisis dan ETPS (Epoksi Termodifikasi Poliuretan Siloksan)?
3. Variasi mana berdasarkan pengujian dan analisis yang dilakukan, yang menghasilkan hasil terbaik?

1.3 Batasan Masalah

1. Variabel-variabel yang divariasikan pada penelitian ini meliputi pH, waktu dan rasio mol akuades-Silquest.
2. Variabel tetap meliputi suhu 60 ° C dan laju pengadukkan 600 rpm.
3. Proses yang digunakan adalah proses hidrolisis untuk memecah molekul air agar membentuk gugus -OH pada Silquest.
4. Pada penelitian ini, uji yang dilakukan untuk produk adalah pengujian viskositas, analisis FTIR, dan perhitungan konversi isosianat.

1.4 Tujuan Penelitian

1. Menentukan variasi terbaik hidrolisis silquest berdasarkan pengujian menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infrared*)
2. Menentukan variasi terbaik hidrolisis silquest berdasarkan analisis viskositas
3. Menentukan variasi terbaik pembuatan ETPS (Epoksi Termodifikasi Poliuretan Siloksan) dengan menggunakan analisis konversi kandungan isosianat

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini dilakukan untuk membuat produk pelapis dari resin epoksi yang termodifikasi poliuretan dan polisiloksan. Hasil modifikasi dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku cat pelapis. Pelapis yang terbentuk diharapkan tahan terhadap korosi dan memiliki sifat mekanik dan sifat termal yang lebih unggul jika diaplikasikan pada logam. Pelapis ini dapat digunakan dalam industri, otomotif, dan perkapalan untuk melapisi bahan logam yang ada pada kendaraan ataupun alat-alat logam yang sering digunakan dalam kehidupan sehari-hari.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 *3-glycidoxypropyltrimethoxysilane (Silquest)*

Senyawa *3-glycidoxypropyltrimethoxysilane* atau $C_9H_{20}O_5Si$ dengan nama dagang *silquest* berwujud cair pada suhu dan tekanan standar. Bahan ini tidak mudah terbakar berdasarkan titik nyala dan suhu dari pengapian. Senyawa ini tidak mudah meledak dan tidak mengoksidasi. Silquest merupakan bahan utama yang digunakan sebagai bahan kimia antara dan sebagai promotor adhesi dalam pelapisan. Bahan ini juga diklasifikasikan sebagai bahan korosif dan dapat menyebabkan kerusakan mata yang serius.

Aplikasi dan penggunaan senyawa ini secara umum, yaitu:

1. meningkatkan adhesi antara permukaan bahan organik dan anorganik, juga dapat digunakan dalam perekat untuk memperkuat adhesi (resin yang cocok termasuk epoksi, fenol aldehyd, melamin, *polysulfide-polyamino ester*, *en-polyphenyl*, dll.),
2. meningkatkan adhesi antara anorganik isian, bahan dasar dan resin, sehingga meningkatkan kekuatan mekanik, dan ketahanan yang tinggi pada keadaan basah,
3. sebagai bahan pengunci epoksi untuk cetakan pasir, dll (Sigma, 2011).

Tabel 2.1 Sifat Fisika Senyawa Silquest

Sifat	Nilai
Berat molekul	236,34 gram/mol
Titik didih	120 °C
Berat jenis	1,07 gram/ml
Indeks bias	1,428

2.2 **Asam Klorida (HCl)**

Asam klorida adalah larutan gas hidrogen klorida (HCl) dalam air yang merupakan asam kuat dan merupakan komponen utama asam lambung. Senyawa ini juga digunakan secara luas dalam industri. Asam klorida harus ditangani

dengan hati-hati karena merupakan cairan yang sangat korosif dan berbau menyengat. HCl termasuk bahan kimia berbahaya atau B3.

Sejak revolusi industri, senyawa ini menjadi sangat penting dan digunakan untuk berbagai tujuan, meliputi produksi antara lain senyawa kimia organik seperti vinil klorida untuk plastik PVC dan MDI/TDI untuk poliuretana. Sekitar 20 juta ton gas HCl diproduksi setiap tahunnya dengan konsentrasi 38%.

Asam klorida mempunyai manfaat sebagai berikut:

1. penghilang karat atau kerak besi oksida dari besi atau baja pada industri logam,
2. bahan baku pembuatan vinil klorida, yaitu monomer untuk pembuatan plastik polivinilklorida atau PVC,
3. bahan baku pembuatan besi (III) klorida (FeCl_3) dan polialuminiimklorida (PAC), yaitu bahan kimia yang digunakan sebagai bahan baku koagulan dan flokulan, yang digunakan pada pengolahan air,
4. pengatur pH (keasaman) air limbah industri,
5. bahan regenerasi resin penukar kation (*cation exchange resin*),
6. penitrasi dalam penentuan larutan basa di laboratorium,
7. bahan pembuatan cairan pembersih porselen,
8. bahan penunjang dalam proses pengolahan kulit,
9. seperti halnya asam sulfat, bahan ini juga bisa digunakan sebagai katalis, misalnya pada reaksi hidrolisis.

2.3 Epoksi

Sistem epoksi adalah suatu kopolimer yang terbentuk dari dua bahan kimia berbeda yang terdiri dari resin dan pengeras. Resin epoksi dapat dihasilkan dari reaksi antara epiklorohidrin dan *bisphenol-A*. Pengeras terdiri dari monomer *polyamine*, misalnya *triethylenetetramine* (Teta). Ketika senyawa ini dicampur bersama, gugus amina bereaksi dengan gugus epoksida untuk membentuk ikatan kovalen. Setiap gugus -NH dapat bereaksi dengan gugus epoksida sehingga polimer yang dihasilkan berikatan silang. Dengan demikian polimer tersebut kaku dan kuat. Proses polimerisasi ini disebut *curing* yang dapat dikontrol dari

temperatur, jenis resin, dan pengeras yang membutuhkan waktu proses dalam beberapa menit sampai beberapa jam (Ghanie, 2011).

2.3.3 Aplikasi Epoksi

Aplikasi bahan berbasis epoksi mencakup pelapis, perekat, dan material komposit yang menggunakan serat karbon ataupun serat kaca. Namun bahan berbasis lain seperti poliester, vinyl ester, dan resin termoset lainnya juga dapat digunakan sebagai matriks komposit. Secara umum epoksi dikenal memiliki sifat kimia, adhesi, ketahanan termal, dan sifat mekanik yang baik dan merupakan isolator listrik. kebanyakan sifat epoksi dapat dimodifikasi misalnya konduktivitas listrik yang baik. Untuk aplikasi elektronik, kombinasi epoksi dengan bahan lain dapat menawarkan insulasi panas atau tahanan listrik yang tinggi (Ghanie, 2011).

2.3.4 Sifat Fisik, Kimia, dan Mekanik Epoksi

Sebagaimana kebanyakan jenis plastik lain, produk epoksi adalah isolator listrik dan konduktor panas yang buruk, kecuali bila ditambahkan campuran, misalnya serbuk logam. Dalam hal sifat kimia sebagaimana umumnya plastik, produk epoksi tidak mudah bereaksi. Meskipun terpapar sinar ultraviolet dalam jangka waktu yang lama, struktur kimianya tidak mudah terpengaruh. Jika ditinjau dari sisi mekanik resin epoksi murni keras dan getas. Tetapi dalam penggunaannya epoksi hampir selalu mengandung bahan campuran lain untuk menyesuaikan sifat mekaniknya. Sifat mekanik epoksi sangat banyak dimodifikasi, baik dari sisi kekuatan, kekenyalan, keuletan, sampai ke arah sobekan (Ghanie, 2011).

2.4 Isosianat

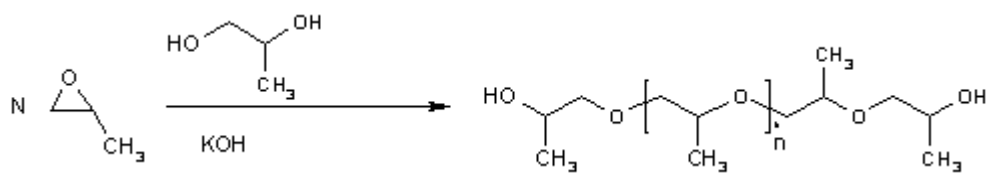
Isosianat yang biasanya digunakan untuk pembentukan polimer poliuretan adalah isosianat dengan dua atau lebih gugus fungsi aromatik. Isosianat dengan gugus alifatik dan sikloalifatik juga penting untuk bahan poliuretan, tetapi dalam volume yang jauh lebih kecil. Ada sejumlah alasan untuk ini. Pertama, isosianat dengan gugus aromatik jauh lebih reaktif dari yang alifatik. Kedua, isosianat aromatik lebih ekonomis untuk digunakan. Isosianat alifatik digunakan hanya jika ada sifat-sifat khusus yang diperlukan untuk produk akhir. Misalnya, pelapis yang stabil ringan dan elastomer hanya dapat diperoleh dengan isosianat alifatik.

Dua produk yang paling komersial dari isosianat aromatik adalah toluena diisosianat dan difenil diisosianat. Toluena diisosianat terdiri dari campuran dari isomer 2,4- dan 2,6- toluena diisosianat. Produk yang paling penting adalah TDI-80 yang terdiri dari 80% isomer 2,4- dan 20% isomer 2,6-. Campuran ini digunakan secara luas dalam pembuatan poliuretan *slabstock* fleksibel. Prapolimer TDI-polieter dan TDI-poliester digunakan dalam lapisan aplikasi kinerja tinggi dan elastomer. Pada prapolimer yang tersedia, dilakukan perlakuan vakum untuk menghilangkan monomer TDI, agar toksisitas berkurang.

2.5 Polipropilena Glikol (PPG)

Polipropilena glikol atau polipropilena oksida adalah polimer dari propilena glikol. Pada tiap molekul polipropilena glikol terdapat dua gugus $-OH$ pada kedua ujungnya. Kedua gugus $-OH$ ini yang membuat senyawa tersebut reaktif. Polimer ini diproduksi dari propilena oksida yang reaksinya ditampilkan pada Gambar 2.1.

Polipropilena glikol diproduksi dengan reaksi polimerisasi pembukaan cincin dari propilena oksida. Inisiator yang digunakan adalah alkohol dengan katalis kalium hidroksida. Inisiator yang lazim digunakan adalah etilena glikol. Inisiator dengan banyak gugus fungsi $-OH$ juga dapat digunakan seperti gliserin, pentaeritritol, atau sorbitol.



Gambar 2.1 Reaksi Pembentukan Polipropilena Glikol

Kegunaan dari polipropilena glikol :

1. bahan formulasi poliuretan sebagai pengubah reologi,
2. bahan aktif permukaan (surfaktan) dan dispersan dalam pemrosesan kulit,
3. sebagai referensi pada pengoperasian spektrometri massa,
4. sebagai bahan utama dalam pembuatan *paintball*.

2.6 Dibutiltin Dilaurat (DBTDL)

Dibutiltin dilaurat merupakan senyawa organik yang digunakan sebagai katalis. Senyawa ini adalah cairan berwarna kuning muda. Dalam hal struktur, molekulnya terdiri dari dua gugus laurat yang terikat pada dibutiltin (IV) sebagai pusatnya. Geometri molekul pada atom pusat berbentuk tetrahedral (Weng Ng dkk., 1990).

DBTDL digunakan sebagai katalis pada sintesis poliuretan dari isosianat dan senyawa dengan gugus -OH serta pada reaksi transesterifikasi dan vulkanisasi karet silikon. Selain sebagai katalis DBTDL juga digunakan sebagai *stabilizer* pada pembuatan PVC (Davies., 2004). Sifat kimia dan sifat fisika dari senyawa DBTDL dapat dilihat pada Tabel 2.2

Tabel 2.2 Sifat Kimia dan Sifat Fisik DBTDL

Sifat	Keterangan
Berat molekul	631,56 gram/mol
Tekanan uap	0,2 mmHg (160 °C)
Berat jenis	1,066 g/mL (25 °C)
Kemurnian	95%
Warna	kuning pucat
Tingkat bahaya	mudah terbakar dan beracun

2.7 Reaksi Hidrolisis

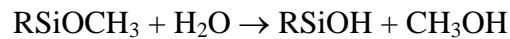
Hidrolisis adalah jenis reaksi kimia yang terjadi antara air dan senyawa lain. Selama reaksi, ikatan kimia akan rusak di kedua molekul, menyebabkan mereka menjadi pecah. Molekul air terpecah untuk membentuk ion hidrogen bermuatan positif (H^+) dan hidroksida bermuatan negatif (OH^-), dan molekul lainnya terbagi menjadi dua bagian sederhana, juga dengan muatan positif dan negatif. Ion H^+ dan OH^- melekat pada masing-masing bagian ini. Reaksi ini terjadi ketika beberapa senyawa ionik, misalnya, asam tertentu, basa, dan garam, larut dalam air; mereka terlibat dalam proses yang sangat penting untuk kehidupan.

Secara umum hidrolisis diartikan sebagai reaksi kimia yang melibatkan molekul organik, RX yang bereaksi dengan air menghasilkan pembentukan ikatan kovalen baru dengan gugus hidroksil, -OH dan pemutusan ikatan kovalen dengan X (gugus pergi) pada molekul asal. Dengan demikian terjadi substitusi antara gugus hidroksil dan gugus X tersebut.

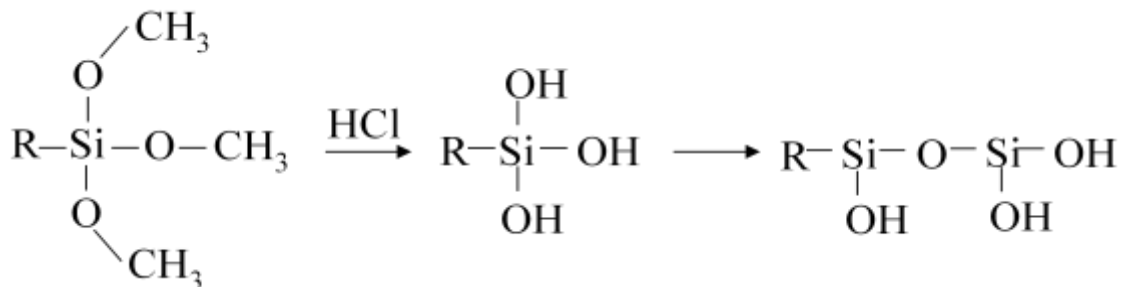
Hidrolisis merupakan contoh kelompok besar reaksi yang di dalamnya terjadi serangan nukleofil (spesi yang mengandung pasangan elektron bebas) terhadap atom elektrofil (pusat reaksi yang kekurangan elektron). Proses hidrolitik mencakup beberapa tipe mekanisme reaksi yang ditentukan oleh tipe atom pusatnya. Mekanisme reaksi meliputi substitusi nukleofilik maupun reaksi adisi-eliminasi nukleofilik. Reaksi bersih penggantian H oleh -OH digambarkan melalui reaksi di bawah (Larson dan Weber, 1994).



Untuk senyawa turunan *silane* reaksi hidrolisis dapat dituliskan sebagai berikut,



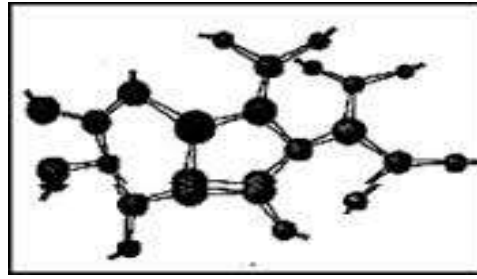
Reaksi hidrolisis yang diikuti reaksi kondensasi dari senyawa $C_9H_xO_ySi...$ atau 3-glicidoxy... ditunjukkan pada reaksi berikut:



Gambar 2.2 Reaksi hidrolisis dan kondensasi senyawa turunan silane (Silquest)

2.8 Polimer

Polimer merupakan senyawa kimia yang mempunyai molekul besar yang terbentuk dari unit-unit berulang sederhana. Kata polimer berasal dari bahasa Yunani yang terdiri dari dua kata yaitu *poly* artinya banyak, sedangkan *meros* berarti unit atau bagian.



Gambar 2.1 Struktur Molekul Polimer

Polimer tersusun atas rantai-rantai tunggal monomer yang bersusun banyak sehingga dapat disebut sebagai senyawa makromolekul. Makromolekul merupakan istilah yang sinonim dengan *polymer*. Pembentukan polimer dari rantai-rantai monomer menjadi polimer disebut reaksi polimerisasi yang membentuk rantai monomer menjadi polimer. Contoh makromolekul adalah protein, lipida dan karbohidrat, sedangkan contoh polimer adalah PVC, polietena, *polypropylene*, *polystyrene*, *politetrafluoroetilen*, dan masih banyak lainnya. Semua polimer merupakan makromolekul, sedangkan tidak semua makromolekul adalah polimer.

2.9 Pelapis Coating

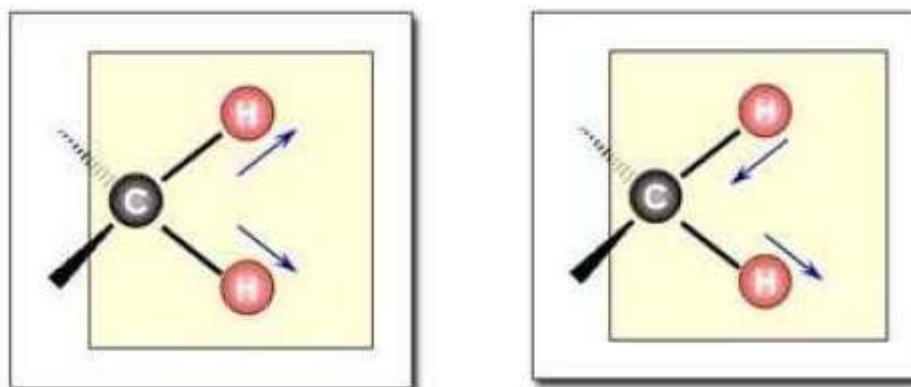
Teknologi pelapisan *hybrid coating* sendiri adalah penggabungan dua unsur yang berlawanan tetapi tetap mempertahankan karakter unsur - unsur tersebut. Konsep *hybrid* sendiri baru mulai dikenal oleh masyarakat umum sejak diterapkannya pada beberapa aplikasi salah satunya digunakan sebagai pelapisan antikorosi. *Hybrid coating* (penggabungan beberapa jenis pelapis) saat ini banyak dimanfaatkan sebagai bahan pelapisan pada logam agar antikorosi. Pelapisan antikorosi atau coating selain tergolong murah, juga mudah membuatnya serta diaplikasikan pada logam. Sistem pelapis (*coating*) berbasis epoksi sudah banyak diaplikasikan di bidang industri, transportasi, interior, perminyakan dan alat-alat rumah tangga yang berbahan dari logam.

2.10 *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

Spektrofotometer ini didasarkan pada penyerapan panjang gelombang inframerah. Cahaya infra merah terbagi menjadi inframerah dekat, pertengahan, dan jauh. Inframerah yang digunakan pada spektrofotometer adalah inframerah jauh dan pertengahan yang mempunyai panjang gelombang 2,5 – 1.000 μm . Pada spektrofotometer inframerah meskipun bisa digunakan untuk analisis kuantitatif, namun biasanya lebih kepada analisis kualitatif. Umumnya spektrofotometer inframerah digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi pada suatu senyawa, terutama senyawa organik. Setiap serapan pada panjang gelombang tertentu menggambarkan adanya suatu gugus fungsi spesifik. Dasar spektroskopi inframerah dikemukakan oleh *Hooke* dan didasarkan atas senyawa yang terdiri atas dua atom yang digambarkan dengan dua buah bola yang saling terikat oleh pegas seperti tampak pada Gambar 2.2. Jika pegas direntangkan atau ditekan pada jarak keseimbangan tersebut maka energi potensial dari sistem tersebut akan naik. Setiap senyawa pada keadaan tertentu mempunyai tiga macam gerak, yaitu :

- gerak translasi, yaitu perpindahan dari satu titik ke titik lain,
- gerak rotasi, yaitu putaran pada porosnya, dan
- gerak vibrasi, yaitu getaran pada tempatnya.

Bila ikatan bergetar, maka energi vibrasi secara terus menerus dan secara periodik berubah dari energi kinetik ke energi potensial dan sebaliknya. Jumlah energi total sebanding dengan frekuensi vibrasi, tetapan pegas (k), dan massa m_1 dan m_2 dari dua atom yang terikat. Energi yang dimiliki oleh sinar inframerah hanya cukup kuat untuk mengadakan perubahan vibrasi. Prinsip dari spektrofotometer inframerah adalah ketika suatu molekul dari suatu senyawa diberikan energi radiasi inframerah, maka molekul tersebut akan mengalami vibrasi dengan syarat energi yang diberikan terhadap molekul cukup. Vibrasi ada dua macam yaitu vibrasi regangan (*stretching*) dan vibrasi tekukan (*bending*). Vibrasi regangan ada dua tipe yaitu regangan asimetris dan regangan simetris. Regangan simetris merupakan perubahan panjang ikatan menjadi lebih panjang atau lebih pendek namun tidak menyebabkan perubahan momen dipol (momen dipol 0) sehingga tidak inframerah aktif.



Gambar 2.3 Regangan Simetris dan Regangan Asimetris

Spektrofotometer inframerah dapat digunakan untuk mengidentifikasi suatu senyawa. Yang menjadi parameter yaitu parameter kualitatif dan parameter kuantitatif:

1. Parameter kualitatif: Pada parameter kualitatif yang menjadi parameter pada spektrofotometer inframerah adalah bilangan gelombang yang muncul akibat adanya serapan oleh gugus fungsi yang khas dari suatu senyawa. Namun daerah gugus fungsi saja tidak dapat digunakan untuk menganalisis identitas senyawa. Pada umumnya identifikasi suatu senyawa didasarkan oleh vibrasi tekukan, khususnya goyangan (*rocking*), yaitu yang berada di daerah bilangan gelombang $2000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ karena daerah antara $4000 - 2000 \text{ cm}^{-1}$ merupakan daerah khusus yang berguna untuk identifikasi gugus fungsional. Daerah ini menunjukkan absorpsi yang disebabkan oleh vibrasi regangan. Sedangkan daerah antara $2000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ seringkali sangat rumit karena vibrasi regangan maupun tekukan mengakibatkan absorpsi pada daerah tersebut. Dalam daerah $2000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ tiap senyawa organik mempunyai absorpsi yang unik, sehingga daerah tersebut sering juga disebut sebagai daerah sidik jari (*fingerprint region*). Daerah sidik jari ini untuk setiap senyawa tidak akan ada yang sama sehingga merupakan identitas dari suatu senyawa.
2. Parameter kuantitatif: Spektrofotometer inframerah juga dapat digunakan dalam analisis secara kuantitatif jika dihubungkan atau dilanjutkan analisis dengan bantuan dari instrumentasi lain misalnya GC-MS, MS, dan sebagainya. Biasanya spektrofotometer inframerah digunakan sebagai analisis kuantitatif yaitu dalam menentukan indeks kemurnian yaitu jumlah konsentrasi sampel

yang dianalisis jika spektrum inframerah sampel dibandingkan dengan spektrum inframerah baku atau referensi standar.

Kelebihan dari FTIR adalah :

- respon cepat,
- sinar mengalami perubahan dahulu baru masuk ke sampel,
- lebih bagus dari spektrofotometer inframerah dispersi,
- lebih sensitif,
- sinar radiasi inframerah tidak mengganggu atau tidak terganggu,
- menggunakan monokromator *pyroelectric transducer*.

Secara berurutan, spektrofotometer infra merah terdiri dari komponen-komponen utama: sumber radiasi, sampel kompartemen, monokromator, detektor, *amplifier* atau penguat, dan perekam (*read out*) (Kriz, G.S., dan Vyvyan, J.R., 2009).

2.11 Analisis Kandungan Isosianat (NCO)

Analisis kandungan isosianat adalah analisis yang dilakukan untuk mengetahui jumlah kandungan isosianat di dalam produk ETPS. Analisis kandungan isosianat dilakukan untuk mengetahui ETPS dari variasi mana yang paling bagus konversi kandungan isosianat didalam sampel.

Analisis isosianat dilakukan dengan cara menitrasi blanko dan sampel dari semua variasi yang ada. Bahan yang digunakan antara lain ETPS, dibutyle amine, toluene, 2-propanol, metil orange, metil merah, akuades, dinatrium tetraborat, dan metanol. Titrasi untuk analisis isosianat dilakukan secara triplo untuk mengetahui perbandingan dari tiga kali titrasi tersebut. Hasil dari titrasi kemudian dihitung secara manual dengan rumus untuk mengetahui mana ETPS yang paling bagus.

Komponen penting pertamanya polimer poliuretan adalah isosianat. Molekul yang mengandung dua gugus isosianat disebut diisosianat. Molekul tersebut juga dikaitkan dengan monomer sebab digunakan untuk menghasilkan isosianat polimerik yang mengandung tiga atau lebih gugus fungsional isosianat. Isosianat dapat digolongkan sebagai aromatik, seperti difenilmetana diisosianat (MDI) atau toluena diisosianat (TDI); atau alifatik, seperti heksametilena diisosianat (HDI) atau isoforon diisosianat (IPDI). Isosianat bisa lebih jauh

dimodifikasi dengan mereaksikan sebagian dengan sebuah polioliol untuk membentuk sebuah prapolimer. Karakteristik untuk mengetahui seberapa besar kandungan isosianat adalah analisis kandungan isosianat (%NCO), dan viskositas.

2.12 Viskositas

Viskositas adalah ukuran fisik suatu fluida yang menunjukkan besar kecilnya gesekan internal fluida. Viskositas fluida berhubungan dengan gaya gesek antar lapisan fluida ketika satu lapisan bergerak melewati lapisan yang lain. Pada zat cair, viskositas disebabkan terutama oleh gaya kohesi antarmolekul sedangkan pada gas viskositas muncul karena tumbukan antarmolekul. Setiap fluida memiliki besar viskositas yang berbeda yang dinyatakan dengan η .

Viskositas dapat dengan mudah dipahami dengan meninjau satu lapisan tipis fluida yang ditempatkan di antara dua lempeng logam yang rata. Satu lempeng bergerak (lempeng atas) dan lempeng yang lain diam (lempeng bawah). Fluida yang bersentuhan dengan lempeng ditahan oleh gaya adhesi antara molekul fluida dan molekul lempeng. Dengan demikian, lapisan fluida yang bersentuhan dengan lempeng yang bergerak akan ikut bergerak, sedangkan lapisan fluida yang bersentuhan dengan lempeng diam akan tetap diam. Cara mudah untuk mengetahui viskositas dari zat cair yaitu dengan menggunakan alat viskometer, seperti viskometer ostwald.

Cara untuk mengetahui viskositas zat cair dengan menggunakan viskometer ostwald yaitu dengan cara mengukur waktu yang dibutuhkan bagi cairan dalam melewati dua tanda ketika mengalir karena gravitasi melalui viskometer ostwald. Fluida pembanding dalam pengukuran viskositas air yang sudah diketahui tingkat viskositasnya. Viskometer ostwald dapat dilihat pada Gambar 2.3



Gambar 2.3 Viskometer Ostwald

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.3 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Kimia, Pusat Penelitian Ilmu Pengetahuan dan Teknologi (PUSPIPTEK), Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Serpong, Tangerang. Penelitian ini dilaksanakan pada 4 Februari– 4 Mei 2015.

3.4 Alat dan Bahan Penelitian

3.4.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

- | | |
|--------------------------|------------------------|
| 1. gelas kimia | 15. magnet pengaduk |
| 2. aluminium <i>foil</i> | 16. viskometer ostwald |
| 3. pengaduk otomatis | 17. bola hisap |
| 4. gelas ukur | 18. statif |
| 5. labu leher tiga | 19. piknometer |
| 6. bar aplikator | 20. pipet volume |
| 7. termometer | 21. pipet tetes |
| 8. buret | 22. corong |
| 9. papan cetak | 23. batang pengaduk |
| 10. pemanas | 24. spatula |
| 11. <i>hot plate</i> | 25. <i>stopwatch</i> |
| 12. kertas saring | 26. neraca analitik |
| 13. labu erlenmeyer | 27. botol sampel |
| 14. kondensor | |

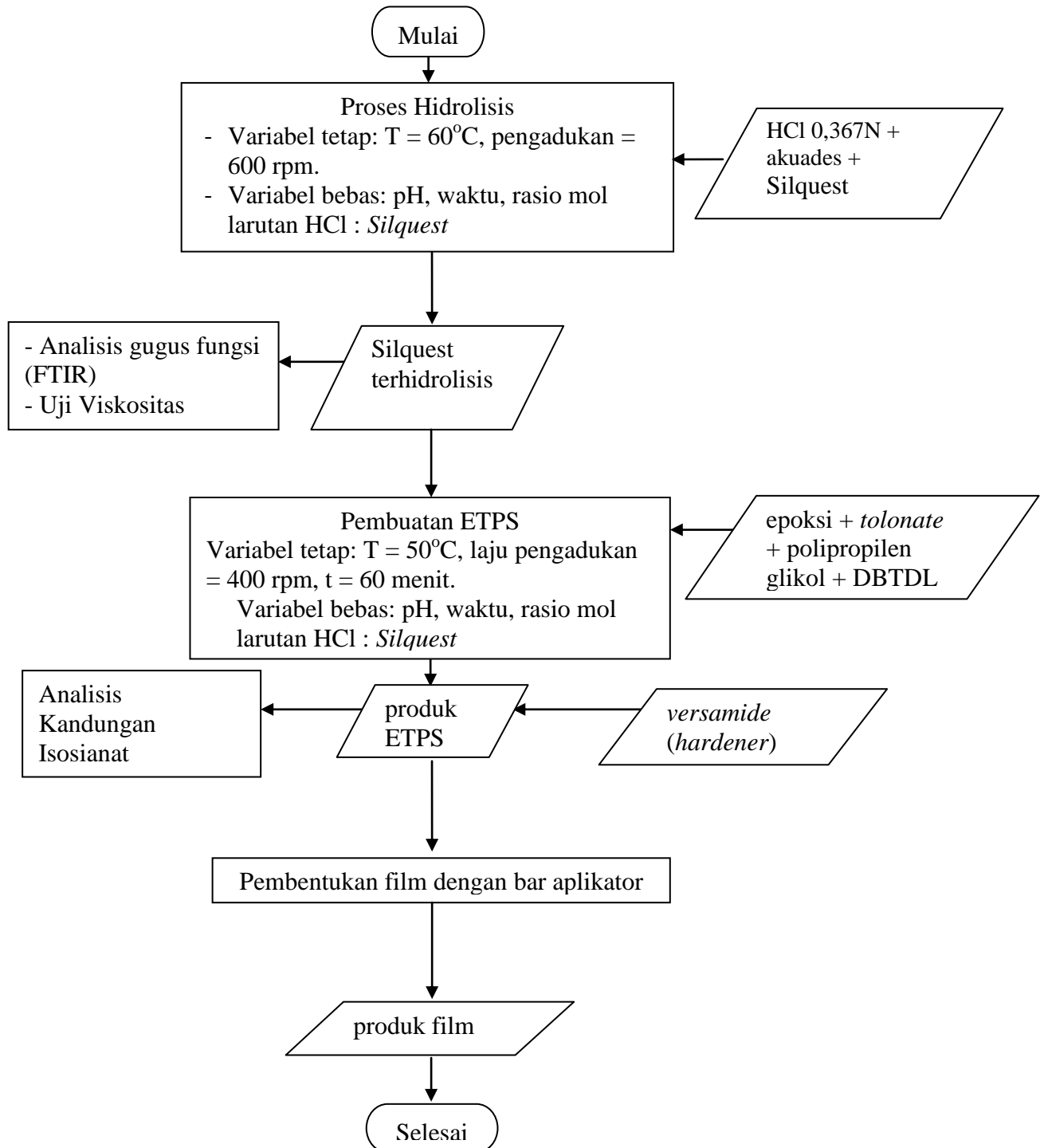
3.4.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

- a. Bahan baku untuk hidrolisis senyawa Silquest
 1. Silquest
 2. HCl (katalis)
 3. akuades
- b. Bahan baku untuk pembuatan ETPS

1. epoksi
 2. *tolonate*
 3. DBTDL (katalis)
 4. polipropilen glikol
 5. *silquest* terhidrolisis
- c. Bahan untuk membuat lapisan film
1. ETPS (Epoksi Termodifikasi Poliuretan Siloksan)
 2. *versamide* (*hardener*)
- d. Bahan untuk analisis kandungan isosianat
1. toluena
 2. dibutil amina
 3. natrium tetraborat
 4. metanol
 5. metil merah
 6. metil jingga
 7. HCl
 8. akuades
 9. 2-propanol
- e. Bahan penolong pada proses hidrolisis
1. *silicon oil*
 2. akuades
- f. Bahan baku untuk analisis
1. FTIR: KBr
 2. viskositas: akuades, sampel *silquest* terhidrolisis

3.3 Alur Percobaan



Gambar 3.1 Diagram Proses Modifikasi Epoksi Dengan Poliuretan dan Silquest Terhidrolisis

3.3.1 Variasi pH

A. Pembuatan Larutan Variasi pH Menggunakan HCL 0,367 N & Akuades Dengan Variasi pH 2, pH 3, pH 4 dan Perbandingan mol 2:1

Penelitian ini dilakukan dengan mereaksikan Silquest dan air pada variasi pH tertentu. Variasi pH dilakukan dengan menambahkan HCl pada air dengan volume tertentu. Variasi pH dilakukan untuk proses hidrolisis dengan Silquest. Variasi pH dilakukan untuk mencari hasil yang terbaik jika memakai beberapa variasi yang dilakukan. Dari beberapa variasi tersebut salah satu yang terbaik akan direaksikan kembali dengan bahan epoksi dan *tolonate* agar menjadi produk yang bagus untuk digunakan dalam jangka waktu yang lama. Tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Pembuatan larutan HCL 0,376 N dengan menambahkan HCl 3,11 ml dengan akuades sebanyak 96,85 ml hingga menjadi HCl 0,376 N dan volume total larutan menjadi 100 ml.
2. Variasi pH 2, pH 3, pH4 dengan menambahkan larutan HCl 0,376 N
3. Hal pertama yang disiapkan adalah gelas kimia 250 ml yang kemudian diisi dengan akuades sebanyak 50 ml.
4. Setelah itu teteskan HCl 0,376 N kedalam larutan akuades sebanyak 1 tetes, 2 tetes, 3 tetes, masing – masing di lakukan secara bertahap dengan dilakukan pengadukan dengan suhu ruangan (25°C) hingga mencapai pH 4 dan ukur larutan tersebut dengan kertas pH indikator apakah sudah tercapai dengan pH yang diinginkan.
5. Kemudian tahap selanjutnya adalah pembuatan larutan pH 2, pH 3.
6. Kedua pembuatan pH 3 dengan penambahan larutan HCl 0,376 N sebanyak 22 tetes dengan suhu ruang dan pengadukan hingga homogen. Kemudian ukur pH tersebut apakah sudah mencapai pH yang diinginkan.
7. Ketiga pembuatan larutan pH 2, hanya jumlah tetesan yang lebih banyak yaitu 190 tetesan yang ditetaskan secara perlahan kedalam larutan akuades 50 ml.

8. Setelah ditetaskan, aduk larutan tersebut dengan suhu ruang agar homogen dan tercapai pH yang diinginkan. Kemudian jika sudah homogen ukur larutan tersebut dengan kertas pH indikator.

B. Melakukan Pengukuran pH dengan Menggunakan pH Meter

Kalibrasi pH meter dilakukan untuk memastikan apakah pH yang terbentuk sesuai dengan yang diinginkan atau tidak. Sebelum pengukuran dengan pH meter, pH meter di kalibrasi dengan menggunakan larutan penyangga pH 7. Berikut adalah tahapan kalibrasi pH dengan pH meter.

1. Pertama kalibrasi pH meter dengan larutan penyangga pH 7 dengan cara siapkan *larutan penyangga* pH 7, kemudian rendam sebentar elektroda dalam akuades, bilas berkali-kali dengan menggunakan botol semprot (gunakan gelas kimia 250 mL untuk menampung air sisa semprotan dan keringkan dengan menggunakan kertas tissue (pastikan elektroda kering).
2. Kemudian rendam dalam larutan penyangga pH 7 (dalam gelas kimia 100 mL atau langsung dalam botol kecil) beberapa saat (untuk mencapai kesetimbangan) “On” kan pH meter dan tunggu beberapa saat, kemudian baca skala pH yang terlihat dilayar pH meter. Bila pH terbaca tidak sama dengan 7 putarlah tombol penyesuai pH agar pH menjadi terbaca 7.
3. Setelah itu cuci elektroda dengan akuades berulang-ulang, keringkan dan celupkan elektroda ke dalam larutan bufer pH 7 kemudian biarkan beberapa saat tunggu hingga pH meter *ready* menampilkan hasil pH yang dikalibrasi. Dalam kalibrasi larutan penyangga pH 7 terkalibrasi dengan nilai pH 7,00.
4. Kalibrasi pH 2, pH3, pH4 sama seperti kalibrasi larutan penyangga pH 7 dengan mencelupkan elektroda kedalam larutan akuades, bilas berkali-kali dengan menggunakan botol semprot (gunakan gelas kimia 250 mL untuk menampung air sisa semprotan dan keringkan dengan menggunakan kertas tissue (pastikan elektroda kering).
5. Pengukuran pH 4 dan tunggu hingga pH meter membaca sampai muncul *ready* dilayar alat, kemudian pH yang terkalibrasi pada pH 4 yaitu ber-pH 3,96, pH 3,92, pH 3,97, pH 4,08.

6. Kalibrasi pH 2 dan 3 dihasilkan dari pengukuran pH sampel tersebut dihasilkan bahwa pH 2 = 2.09, pH 3 = 3,05.
7. Setelah terbentuk, ketiga pH tersebut digunakan untuk diproses dengan Silquest agar terbentuk produk yang diinginkan.

C. Hidrolisis Silquest Dengan pH 2, pH 3, dan pH 4 Perbandingan Mol 2:1 Pada Waktu Proses 30 Menit dan Pemurnian Sampel Dengan Evaporator

- Perbandingan Mol

Akuades : Silquest

2 : 1

Perhitungan :

Akuades: $50 \text{ gr} \div 18 = 2,78$

Silquest: $1,389 \times 236,33 = 328,23 \text{ gr/ml}$

Cara Kerja A Hidrolisis dengan pH 4 :

1. Campurkan Silquest sebanyak 328,2 gr/ml dengan larutan pH 3,96 sebanyak 50 ml kedalam gelas beaker, setelah dicampurkan lalu masukkan campuran larutan kedalam labu leher 3 untuk diproses hidrolisis.
2. Pasang labu leher 3 kedalam rangkaian alat hidrolisis agar dapat langsung diproses.
3. Proses dimulai dengan memanaskan sampel pada suhu *heater* 110 °C dan aduk dengan pengaduk magnet pengaduk 600 rpm dan menyalakan air pada kondesor. Waktu proses selama 30 menit dihitung jika suhu pada larutan mencapai 60 °C.
4. Jaga suhu pada larutan tetap 60 °C, jika suhu lebih dari 60 °C maka suhu pada *heater* diturunkan.
5. Setelah proses selesai, pidahkan sampel hasil hidrolisis kedalam botol sampel untuk di Analisis FTIR dan digunakan pada proses selanjutnya.

Proses hidrolisis pada variasi pH terus berlangsung dengan perbandingan rasio mol larutan 2 : 1 Silquest, putaran pengaduk magnet 600 rpm, dan suhu 60°C sampai waktu proses 30 menit hingga semua variasi pH (pH 2, pH 3, dan pH 4) terhidrolisis.

3.3.2 Variasi Waktu

Melakukan Proses Hidrolisis Dengan Campuran Larutan Akuades pH 4 & Silquest Dengan Perbandingan Mol 2:1 Pada Waktu Proses 3 Jam Variasi Waktu 30 Menit, 60 Menit, 90 Menit, 120 Menit, 150 Menit, Dan 180 Menit

Metode hidrolisis merupakan proses kimia yang menggunakan H₂O sebagai pemecah persenyawaan kimia dalam pembentukan OH untuk rantai polimer. Berikut adalah proses hidrolisis yang dilakukan dalam penelitian ini :

- Perbandingan Mol

Akuades : Silquest

2 : 1

Perhitungan :

Akuades : $50 \text{ gr} \div 18 = 2,78$

Silquest : $1,389 \times 236,33 = 328,23 \text{ gr/ml}$

1. Larutan pH 4 sebanyak 25 ml ditambahkan Silquest 100 ml dalam gelas kimia.
2. Merangkai alat untuk hidrolisis campuran Silquest dengan air pH, alat tersebut terdiri dari statif, *hot plate & stirrer*, labu leher 3, kondensor, selang, *magnetic stirrer*, temperatur, dan silikon oil.
3. Campuran tersebut dimasukkan kedalam labu reaksi (labu leher 3) dan pasang labu leher 3 kedalam rangkaian alat hidrolisis untuk diproses.
4. Proses dimulai dengan menyalakan pengaduk mekanik 400 rpm dan pemanas serta air kondesor pada rangkaian alat.
5. Pemanasan dalam proses ini dilakukan dengan mempertahankan suhu larutan 60 °C.
6. Waktu proses dihitung jika suhu dalam larutan telah mencapai 60 °C dilihat dari termometer yang terpasang.

7. Pada proses ini dilakukan pengambilan sampel pada waktu 30 menit, 60 menit, 90 menit, 120 menit, 150 menit, dan 180 menit. Pengambilan sampel sebanyak 50 ml.
8. Dari hasil pengambilan sampel, sampel yang diambil dimasukkan kedalam botol sampel dan diberi label untuk setiap sampel.
9. Sampel disimpan untuk diproses selanjutnya.

3.3.3 Variasi Perbandingan Mol

Hidrolisis Silquest + pH 4 Waktu Proses 30 Menit Dengan Variasi Perbandingan Akuades pH 4 + *Silquest*, 2:1, 4:1, 6:1, Dan 8:1

- Perbandingan Mol

Akuades : *Silquest*

2 : 1

Perhitungan :

Akuades : $50 \text{ gr} \div 18 = 2,78$

Silquest: $1,389 \times 236,33 = 328,23 \text{ gr/ml}$

1. Masukkan 50 ml aquadest kedalam gelas beaker, kemudian teteskan HCL 0,376 N, sebanyak 2 tetes.
2. Uji akuades + HCL 0,376 N dengan pH meter apakah pH yang dihasilkan sesuai yang diinginkan atau tidak. Masukan elektroda pH meter kedalam larutan sampel, kemudian tunggu hingga alat membaca dan muncul kata *ready* pada layar.
3. Hasil uji pH pada sampel menghasilkan bahwa pH yang didapat untuk pH 4 = pH 3,96
4. Mencampurkan larutan akuades pH 4,08 sebanyak 50 ml kedalam gelas beaker yang sudah berisikan *Silquest* 328,23 gr/ml. Setelah dicampurkan kemudian masukan campuran tersebut kedalam labu leher 3 untuk proses hidrolisis.
5. Pasang labu leher 3 kedalam rangkaian alat hidrolisis untuk memulai prosesnya.

6. Proses dimulai dengan menyalakan *hotplate* dan *stirrer* untuk pengadukan pada sampel. Suhu pada *hotplate* 110 °C, putaran pada *stirrer* 400 rpm dan waktu proses 30 menit setelah suhu pada larutan mencapai 60 °C.
7. Setelah proses selesai, ambil sampel dari lau leher 3 dan pindahkan kedalam botol sampel untuk diproses selanjutnya.
8. Hasil yang didapat untuk sampel pH 4,08 8:1 mol dalam waktu proses 30 menit dengan volume total larutan 132 ml.

Proses hidrolisis pada variasi perbandingan rasio mol terus berlangsung. Putaran pengaduk magnet 600 rpm, dan suhu 60°C sampai waktu proses 30 menit hingga semua variasi perbandingan rasio mol (2:1, 4:1, 6:1 dan 8:1) terhidrolisis yang nantinya akan diproses selanjutnya.

3.3.4 Karakterisasi Silquest Terhidrolisis

A. Analisis FTIR

Analisis dengan FTIR dilakukan di Pusat Penelitian Kimia LIPI menggunakan alat *Fourier Transform Infra Red (FTIR) IR Prestige 21*, Shimadzu. Analisis FTIR dilakukan untuk mendeteksi enam gugus fungsi dari senyawa Silquest yang memiliki rentang bilangan gelombangnya masing-masing. Analisis ini akan menunjukkan keberhasilan proses hidrolisis dan kondensasi terhadap Silquest. Hasil hidrolisis dan kondensasi yang terjadi ditandai dengan pembentukan gugus fungsi Si-O-Si, Si-OH, dan -OH. Sebelum dilakukan analisis, sampel Silquest terlebih dahulu dicampurkan dengan KBr dalam mortar hingga tercampur homogen.

B. Analisis Berat Jenis

Analisis dilakukan untuk menentukan berat jenis Silquest yang terhidrolisis. Analisis ini memakai alat piknometer 5 ml yang telah dikalibrasi. Sampel yang akan dianalisis dimasukan ke dalam piknometer yang kemudian ditutup. Piknometer lalu ditimbang dengan neraca analitik untuk mengetahui berat dari sampel tersebut. Hasil dari analisis BJ kemudian dihitung dengan rumus di bawah.

$$BJ = \frac{b - a}{c}$$

Keterangan:

- BJ : berat jenis sampel, g/ml
 a : berat piknometer kosong, g
 b : berat piknometer dan sampel, g
 c : volume piknometer, ml

C. Analisis Viskometri

Analisis ini dilakukan dengan menggunakan viskometer Ostwald. Analisis digunakan untuk mengetahui viskositas dari Silquest terhidrolisis. Perhitungan viskositas sampel Silquest terhidrolisis menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\frac{\eta_1}{\eta_2} = \frac{BJ_1}{BJ_2} \times \frac{t_1}{t_2}$$

keterangan:

- η_1 : viskositas sampel *silquest* terhidrolisis
 η_2 : viskositas akuades = 1,00 cP (20°C)
 BJ₁ : berat jenis sampel *silquest* terhidrolisis
 BJ₂ : berat jenis akuades = 1,00 g/ml (20°C)
 t₁ : waktu alir sampel *silquest* terhidrolisis
 t₂ : waktu alir akuades

Cara penggunaan viskometer ostwald adalah :

1. Pergunakan viskometer yang sudah bersih.
2. Pipet cairan ke dalam viskometer.
3. Hisap cairan dengan menggunakan bola hisap (*balf*) sampai melewati kedua tanda batas.
4. Siapkan *stopwatch*, kendurkan bola hisap agar cairan sampai batas pertama lalu mulai penghitungan.
5. Waktu penghitungan dihentikan pada saat cairan sampai pada batas kedua.

6. Mencatat waktu alir, lalu lakukan pengulangan sebanyak 3x.

3.4 Proses Evaporasi Silquest Terhidrolisis

Proses evaporasi pada Silquest terhidrolisis bertujuan untuk menghilangkan atau mengurangi kadar air dalam sampel agar produk ETPS yang dihasilkan sesuai dengan yang diharapkan. Produk ETPS yang diinginkan memiliki viskositas yang stabil. Proses evaporasi berlangsung selama dua jam pada suhu 80°C dengan laju pengadukan 400 rpm.

3.5 Pembuatan Epoksi Termodifikasi Poliuretan Siloksan (ETPS)

3.5.1 Mereaksikan Campuran Epoksi, *Tolonate*, Polipropilen Glikol, DBTDL dengan Silquest terhidrolisis

Setelah evaporasi Silquest terhidrolisis, proses selanjutnya adalah mereaksikan semua sampel Silquest terhidrolisis yang telah dibuat dengan bahan utama pada reaksi ini seperti epoksi, *tolonate* dan poliol untuk menghasilkan ETPS. Berikut ini adalah tahapan dari proses reaksi ETPS dengan sampel Silquest terhidrolisis dari semua variasi (variasi pH, variasi waktu, dan variasi perbandingan mol).

1. Siapkan bahan utama seperti epoksi, *tolonate*, polipropilen glikol, DBTDL, dan Silquest terhidrolisis hasil evaporasi.
2. Timbang semua bahan dengan neraca analitik untuk setiap bahan.

Epoksi	: 45 g
Polipropilen glikol	: 4 g
DBTDL	: 0,5 g
<i>Tolonate</i>	: 5 g
Silquest terhidrolisis	: 4,5 g
3. Pasang rangkaian alat yang terdiri dari *hotplate*, statif, pengaduk otomatis, termometer, labu leher tiga, dan statif.
4. Masukkan epoksi, *tolonate*, polipropilen glikol, dan DBTDL ke dalam labu leher tiga yang sudah terangkai.
5. Pasang penutup labu didih dan termometer.

6. Nyalakan pengaduk otomatis dengan putaran 400 rpm dan jaga suhu reaksi pada 50°C.
7. Pada saat proses telah berlangsung 30 menit, sampel Silquest dimasukkan ke dalam labu didih untuk mereaksikan sampel dengan bahan utama.
8. Setelah proses berlangsung selama 1 jam, hentikan proses.
9. Dinginkan hasil proses sebelum dimasukkan ke dalam botol sampel.

3.5.2 Analisis Kandungan Isosianat (NCO)

Analisis ini dilakukan untuk menentukan kandungan isosianat yang tersisa setelah proses pembentukan ETPS. Dari perhitungan tersebut dilakukan perhitungan lebih lanjut untuk menghitung konversi isosianat menjadi ETPS.

Analisis isosianat dilakukan dengan cara menitrasi blanko dan sampel dari semua variasi. Bahan titrasi yang digunakan adalah dibutil amina, toluena, 2-propanol, metil jingga, metil merah, akuades, natrium tetraborat, dan metanol. Kandungan isosianat sisa dihitung dengan rumus di bawah.

$$\text{NCO sisa} = \frac{\{ (B - V) \times N \times 0,042 \}}{W} \times 100 \%$$

Keterangan:

- B : volume HCl untuk menitrasi blanko
 V : volume HCl untuk menitrasi sampel ETPS
 N : normalitas larutan HCl
 W : berat sampel ETPS

Setelah dilakukan perhitungan kandungan isosianat sisa, konversi dihitung dengan menggunakan rumus di bawah.

$$\text{Konversi} = \frac{\text{NCO awal} - \text{NCO sisa}}{\text{NCO awal}} \times 100 \%$$

Keterangan :

NCO awal : persentase isosianat awal (*tolonate*)

NCO sisa : persentase isosianat dalam sampel ETPS

3.6 Pembuatan Film

Setelah proses pembentukan ETPS selesai, hasil dari reaksi tersebut kemudian direaksikan kembali dengan *hardener* untuk pembuatan film. Proses pembuatan film terdiri dari langkah-langkah berikut.

1. Siapkan ETPS dan *versamide* yang berfungsi sebagai pengeras (*hardener*) dengan perbandingan berat 2:1 dengan total maksimum 60 g.
2. ETPS dan *versamide* dicampurkan dan diaduk dengan batang pengaduk selama 15 menit.
3. Tuang campuran ke atas papan media dan ratakan sesuai panjang bar aplikator.
4. Tarik bar aplikator secara perlahan dengan kecepatan tarikan konstan hingga ke ujung papan.
5. Keringkan film di udara terbuka selama minimal 24 jam hingga film benar-benar kering.

Lapisan tipis yang dihasilkan ini merupakan aplikasi bahan pelapis yang digunakan sebagai bahan antikorosi. Diamati penampilan/sifat fisiknya sebagai bahan pelapis (kelenturan, kilap).

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

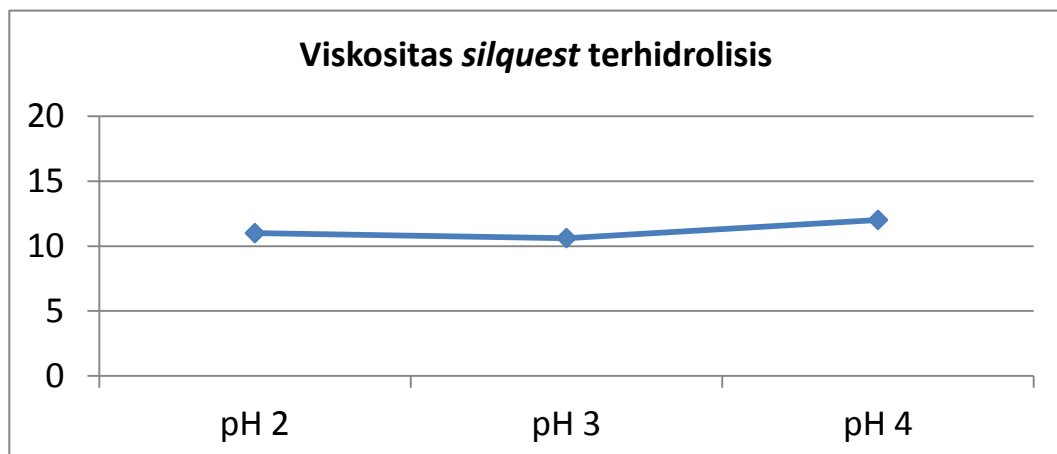
4.2. Hasil Analisis dan Pembahasan

4.1.5. Hasil pengujian viskositas silquest terhidrolisis

Pengujian viskositas ini menggunakan viskometer ostwald. Dimana fungsi viskometer ostwald adalah untuk mengetahui laju alir dari sampel *silquest* terhidrolisis. Uji viskositas pada sampel dilakukan dengan menggunakan suhu ruangan yaitu 25°C, setelah dilakukan perhitungan berat jenis dari sampel *silquest* terhidrolisis. Dimana kedua tahap itu dilakukan untuk bisa melakukan perhitungan viskositas sampel silquest. Setelah dilakukan perhitungan viskositas menggunakan rumus seperti pada BAB III, maka didapat hasil seperti pada tabel di bawah ini :

Tabel 4.1. Tabel hasil pengujian viskositas variasi pH

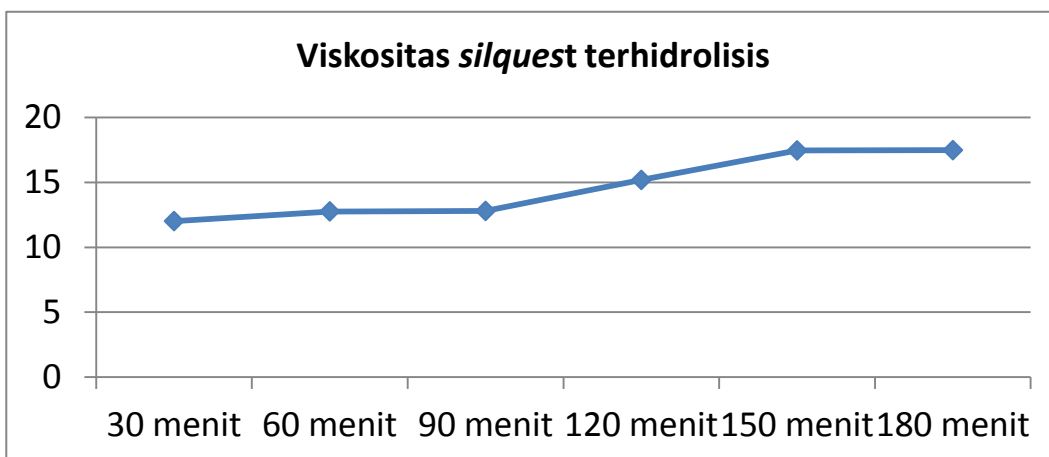
Variasi	Viskositas Silquest Terhidrolisis (cP)
pH 2	11,0
pH 3	10,62
pH 4	12,017



Gambar 4.1. Grafik viskositas variasi pH

Tabel 4.2. Hasil pengujian viskositas variasi waktu

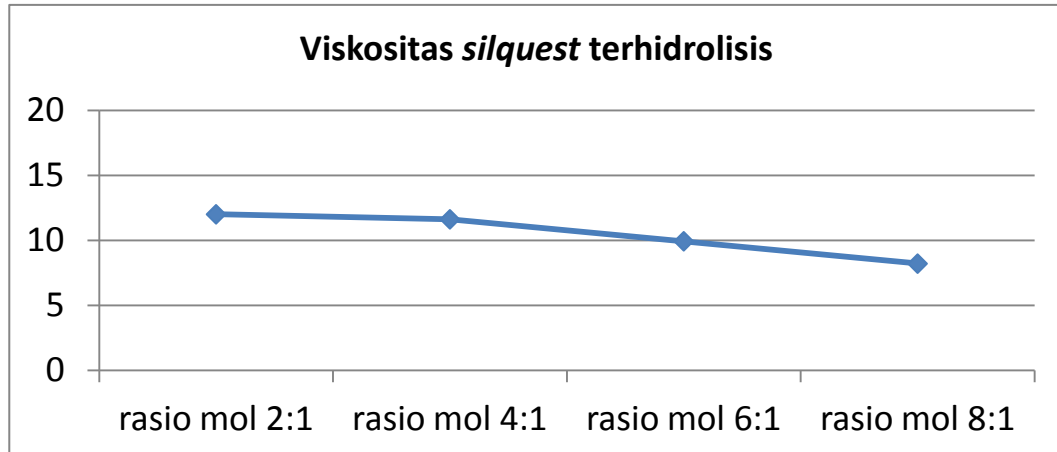
Variasi	Viskositas Silquest Terhidrolisis (cP)
30 menit	12,017
60 menit	12,763
90 menit	12,801
120 menit	15,187
150 menit	17,463
180 menit	17,485



Gambar 4.2. Viskositas variasi waktu

Tabel 4.3. Hasil pengujian viskositas variasi perbandingan mol

Variasi	Viskositas Silquest Terhidrolisis (cP)
2:1 mol	12,017
4:1 mol	11,63
6:1 mol	9,94
8:1 mol	8,22



Gambar 4.3. Viskositas variasi perbandingan mol

Viskositas dari hasil perhitungan yang terdapat pada tabel dan gambar diatas dapat diketahui bahwa viskositas pada setiap variasi berbeda. Pada variasi pH, viskositas yang paling tinggi adalah viskositas pada pH 4 dimana nilai dari hasil perhitungan viskositasnya adalah 12,017. Viskositas yang tertinggi dipH 4 bahwa proses hidrolisis yang terjadi pada pH 4 berlangsung secara sempurna sehingga banyaknya molekul-molekul air yang berubah menjadi OH sehingga kekentalan dari sampel pH 4 menjadi bertambah karena banyaknya OH yang terbentuk.

Sedangkan viskositas dari variasi waktu, nilai viskositas yang paling tinggi adalah pada viskositas variasi waktu 180 menit dengan nilai viskositas 17,485. Dari sampel yang paling tinggi tersebut dapat dijelaskan dari waktu 30 menit proses OH yang terbentuk baru sedikit sehingga viskositas pada waktu proses 30 menit tidak terlalu kental. Semakin lamanya waktu proses, semakin banyak molekul air berubah menjadi OH sehingga pada saat waktu 180 menit OH banyak yang terbentuk sehingga mempengaruhi viskositas pada sampel pH 4 dengan waktu proses 180 menit.

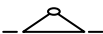
Viskositas pada perbandingan mol nilai yang tertinggi adalah pada variasi perbandingan mol 2:1 yaitu dengan nilai 12,017. Hasil tersebut dikarenakan campuran air dan senyawa silane (*silquest*) tidak terlalu banyak sehingga mempengaruhi proses hidrolisis yang dapat stabil. Sedangkan untuk nilai viskositas yang rendah dikarenakan banyaknya campuran air sehingga proses

hidrolisis yang terjadi belum maksimal dan memerlukan waktu yang cukup lama untuk berlangsungnya proses. Tinggi rendahnya viskositas pada suatu campuran larutan dapat dipengaruhi oleh proses yang terjadi dan lamanya waktu proses, serta kandungan di dalam sampel tersebut. Karena viskositas suatu senyawa mempengaruhi berat molekul (bm) suatu senyawa, yaitu semakin besar viskositas senyawa maka semakin besar juga berat molekul (bm) nya.

4.1.6. Hasil pengujian FTIR (Fourier Transform Infra Red) *silquest* terhidrolisis

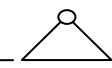
Pengujian menggunakan ftir ini di maksudkan untuk mengidentifikasi gugus fungsi pada senyawa *silquest* yang terbentuk dari reaksi hidrolisis yang telah dilakukan. Setelah melakukan pengujian menggunakan ftir, selanjutnya hasil pengujian tersebut dianalisis apakah terdapat gugus – gugus fungsi yang diinginkan didalam sampel – sampel tersebut. Dengan cara mengecek rentang bilangan gelombang dari gugus fungsi yang diinginkan terdapat atau tidak pada hasil pengujian ftir. Dimana gugus fungsi yang diinginkan dan rentang bilangan gelombang dari setiap gugus fungsi yaitu sebagai berikut :

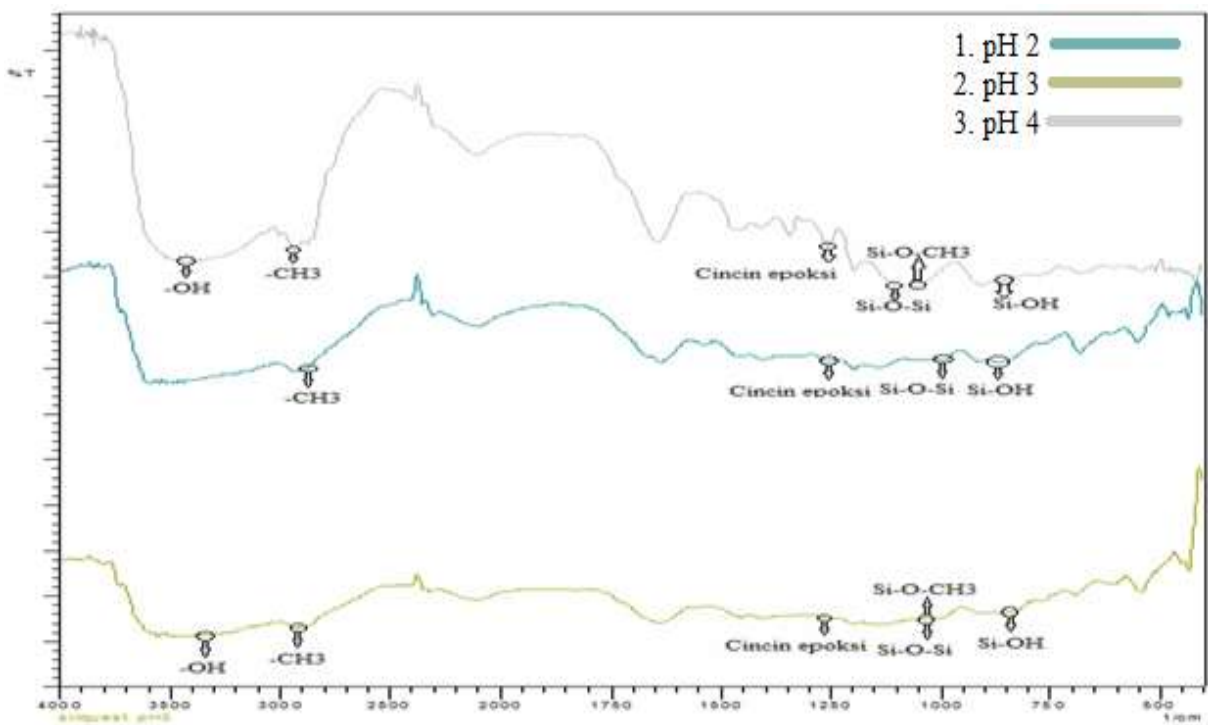
Tabel 4.4. Gugus fungsi dan rentang bilangan gelombang *silquest* terhidrolisis

Gugus Fungsi	Rentang Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)
Si-O-Si	910 – 1110
Si-OH	820 – 870
-CH ₃	2850 – 2970
-OH	3250 – 3370
Si-O-CH ₃	1050 – 1090
	1240 – 1255

Setelah dianalisis hasil pengujian ftir dengan melihat Tabel 4.4. maka didapatkan hasil analisis sampel *silquest* terhidrolisis tersebut dapat di lihat pada tabel di bawah ini :

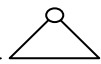
Tabel 4.5. Hasil Analisis Sampel *Silquest* Terhidrolisis Setelah Pengujian Dengan Ftir Variasi pH

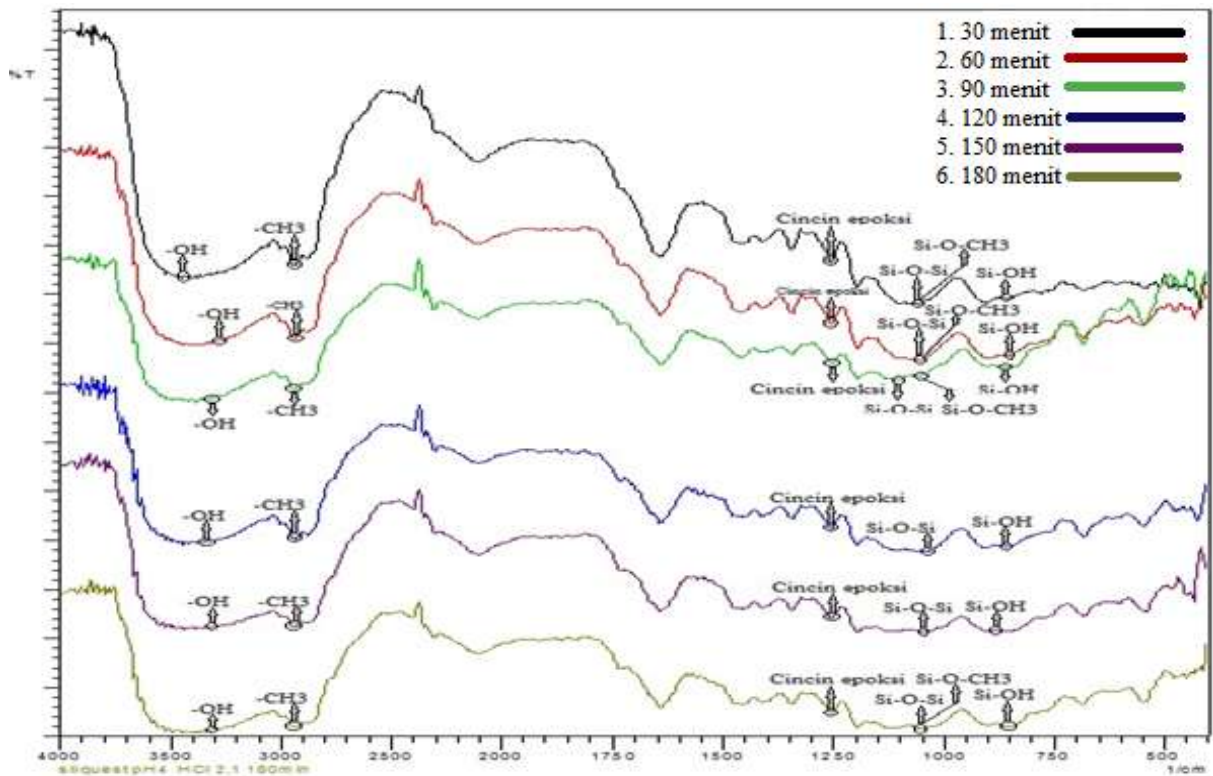
Gugus Fungsi	Si-O-Si	Si-OH	-CH ₃	-OH	Si-O-CH ₃	
Nama Sampel						
<i>silquest</i> terhidrolisis pH 2	1028,06	846,75	2933,73	3331,07	-	1255,66
<i>silquest</i> terhidrolisis pH 3	1097,50	852,54	2931,80	3302,13	1097,5	1253,73
<i>silquest</i> terhidrolisis pH 4	1095,57	842,89	2937,59	3304,06	1056,99	1255,66



Gambar 4.4. Over lay hasil Analisis FTIR variasi pH

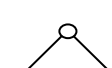
Tabel 4.6. Hasil Analisis sampel *silquest* terhidrolisis setelah pengujian dengan ftir variasi waktu

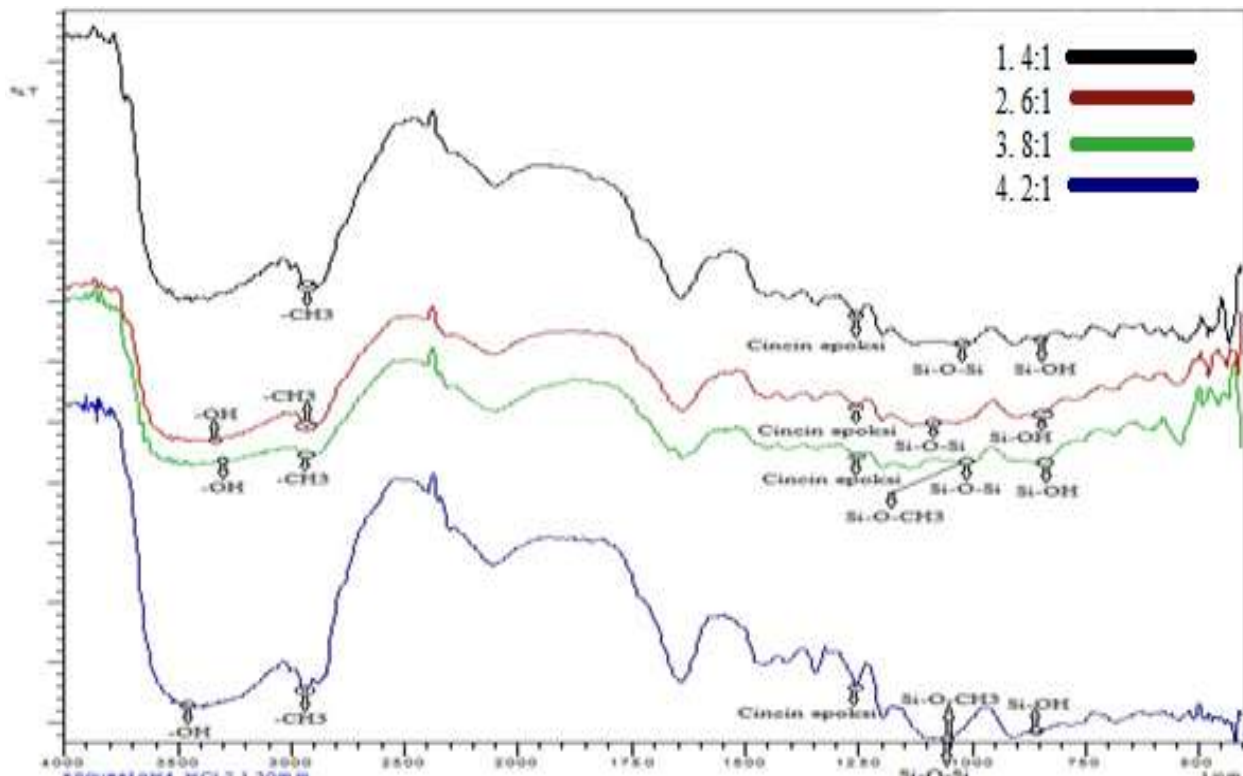
Gugus Fungsi						
Nama Sampel	Si-O-Si	Si-OH	-CH3	-OH	Si-O-CH3	
<i>silquest</i> terhidrolisis 30 menit	1095,57	842,89	2937,59	3304,06	1056,99	1255,66
<i>silquest</i> terhidrolisis 60 menit	1055,067	860,25	1939,52	3315,63	1055,06	1255,66
<i>silquest</i> terhidrolisis 90 menit	1053,13	833,25	2941,44	3305,99	1053,13	1253,73
<i>silquest</i> terhidrolisis 120 menit	1049,28	839,03	2939,52	3277,06	–	1253,73
<i>silquest</i> terhidrolisis 150 menit	1049,28	831,32	2872,01	3261,63	–	1253,73
<i>silquest</i> terhidrolisis 180 menit	1051,20	856,39	2875,86	3300,20	1051,20	1255,66



Gambar 4.5. Over lay hasil Analisis FTIR variasi waktu

Tabel 4.7. Hasil Analisis sampel *silquest* terhidrolisis setelah pengujian dengan ftir variasi rasio mol akuades : *silquest*

Gugus Fungsi	Si-O-Si	Si-OH	-CH3	-OH	Si-O-CH3	
Nama Sampel						
<i>silquest</i> terhidrolisis 2:1 mol	1095,57	842,89	2937,59	3304,06	1056,99	1255,66
<i>silquest</i> terhidrolisis 4:1 mol	1002,98	844,82	2924,09	3363,86	–	1253,73
<i>silquest</i> terhidrolisis 6:1 mol	1014,56	848,68	2929,87	3305,99	–	1253,73
<i>silquest</i> terhidrolisis 8:1 mol	1053,13	837,11	2935,66	3298,28	1053,13	1255,66



Gambar 4.6. Over lay hasil Analisis FTIR variasi perbandingan rasio mol akuades : *silquest*

Dari hasil pengujian menggunakan FTIR dan analisis yang dilakukan, maka didapat hasil yang optimal, yaitu dimana peak Si-O-CH₃ sudah tidak terbaca dan terbaca peak -OH, Si-O-Si dan Si-OH. Karena apabila peak Si-O-CH₃ masih terbaca, diasumsikan bahwa proses reaksi hidrolisis tidak terjadi, apabila terbaca peak -OH, Si-O-Si, Si-OH, diasumsikan bahwa proese reaksi hidrolisis dan reaksi kondensasi terjadi.

Hasilnya pada variasi pH adalah *silquest* terhidrolisis pH 2, dimana peak -OH terdapat bilangan gelombang 3331,07, peak Si-O-Si terdapat pada bilangan gelombang 1028,06, peak Si-OH terdapat pada bilangan gelombang 846,75. Pada variasi perbandingan mol adalah *silquest* terhidrolisis 4:1 mol, dimana peak -OH terdapat bilangan gelombang 3363,86, peak Si-O-Si terdapat pada bilangan gelombang 1002,98, peak Si-OH terdapat pada bilangan gelombang 844,82 dan *silquest* terhidrolisis 6:1 mol, dimana peak -OH terdapat bilangan gelombang 3305,99, peak Si-O-Si terdapat pada bilangan gelombang 1014,56, peak Si-OH terdapat pada bilangan gelombang 848,68. Pada variasi waktu adalah *silquest*

terhidrolisis 120 menit, dimana peak –OH terdapat bilangan gelombang 3277,06, peak Si-O-Si terdapat pada bilangan gelombang 1049,28, peak Si-OH terdapat pada bilangan gelombang 839,03 dan *Silquest* terhidrolisis 150 menit, dimana peak –OH terdapat bilangan gelombang 3261,63, peak Si-O-Si terdapat pada bilangan gelombang 1049,28, peak Si-OH terdapat pada bilangan gelombang 831,32.

Dari masing-masing grafik diatas menunjukkan bahwa ada senyawa-senyawa terkandung pada sampel yang mempengaruhi gerak dan letak peak pada setiap variasi yang dianalisis FTIR tersebut.

4.1.7. Hasil perhitungan kandungan isosianat (% NCO) sisa pada sampel ETPS (Epoksi Termodifikasi Poliuretan Siloksan)

Analisis kandungan isosianat sisa dilakukan untuk mengetahui ETPS dari variasi mana yang paling banyak kandungan isosianat didalam sampel. Analisis kandungan isosianat sisa dilakukan dengan cara menitrasi blanko, dan sampel dari semua variasi yang ada. Perhitungan kandungan isosianat sisa dilakukan dengan cara menitrasi sampel – sampel ETPS menggunakan HCl 0,3 N, sebelum melakukan titrasi sampel dilakukan standarisasi HCl. Setelah itu dilakukan perhitungan kandungan isosianat sisa dengan rumus seperti pada BAB III. Setelah dilakukan perhitungan kandungan isosianat sisa, maka di dapat hasil seperti pada tabel di bawah ini :

Tabel 4.8. Hasil perhitungan kandungan isosianat (% NCO) sisa variasi pH

Nama Sampel	Rata – rata
ETPS pH 2	2,935 %
ETPS pH 3	6,8 %
ETPS pH 4	16,39 %

Tabel 4.9 Hasil perhitungan kandungan isosianat (% NCO) sisa variasi perbandingan rasio mol akuades : *silquest*

Nama Sampel	Rata – rata
ETPS 4:1 mol	21,76 %
ETPS 6:1 mol	22,628 %
ETPS 8:1 mol	29,48 %
ETPS 2:1	16,39 %

Tabel 4.10 Hasil perhitungan kandungan isosianat (% NCO) sisa variasi perbandingan waktu

Nama Sampel	Rata – rata
ETPS 30 menit	16,39 %
ETPS 60 menit	3,7 %
ETPS 90 menit	16,33 %
ETPS 120 menit	16,055 %
ETPS 150 menit	20,755 %
ETPS 180 menit	7,913 %

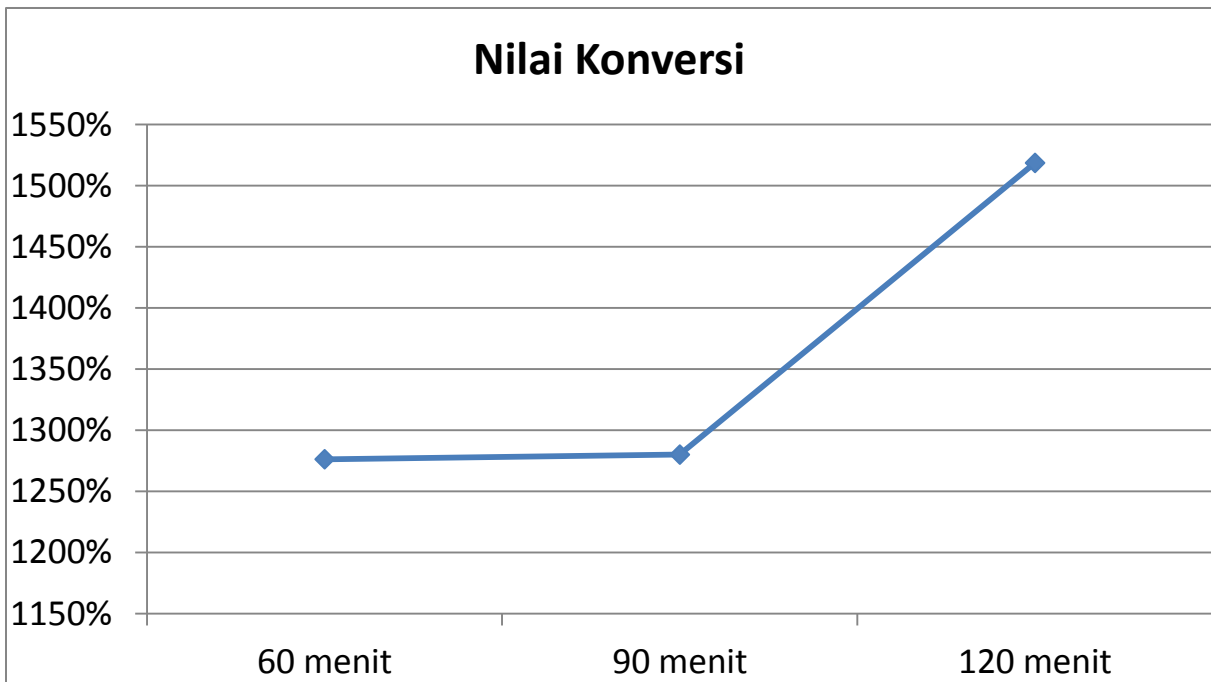
4.1.8. Hasil perhitungan % konversi kandungan isosianat

Setelah dilakukan perhitungan kandungan isosianat sisa, maka di hitung % konversi kandungan isosianat sisa. Perhitungan % konversi kandungan isosianat sisa dihitung dengan menggunakan rumus seperti pada BAB III.

Setelah dilakukan perhitungan % konversi kandungan isosianat sisa dengan menggunakan rumus tersebut, maka didapat hasil seperti pada tabel-tabel di bawah ini :

Tabel 4.11 Hasil perhitungan % konversi kandungan isosianat sisa pada variasi pH

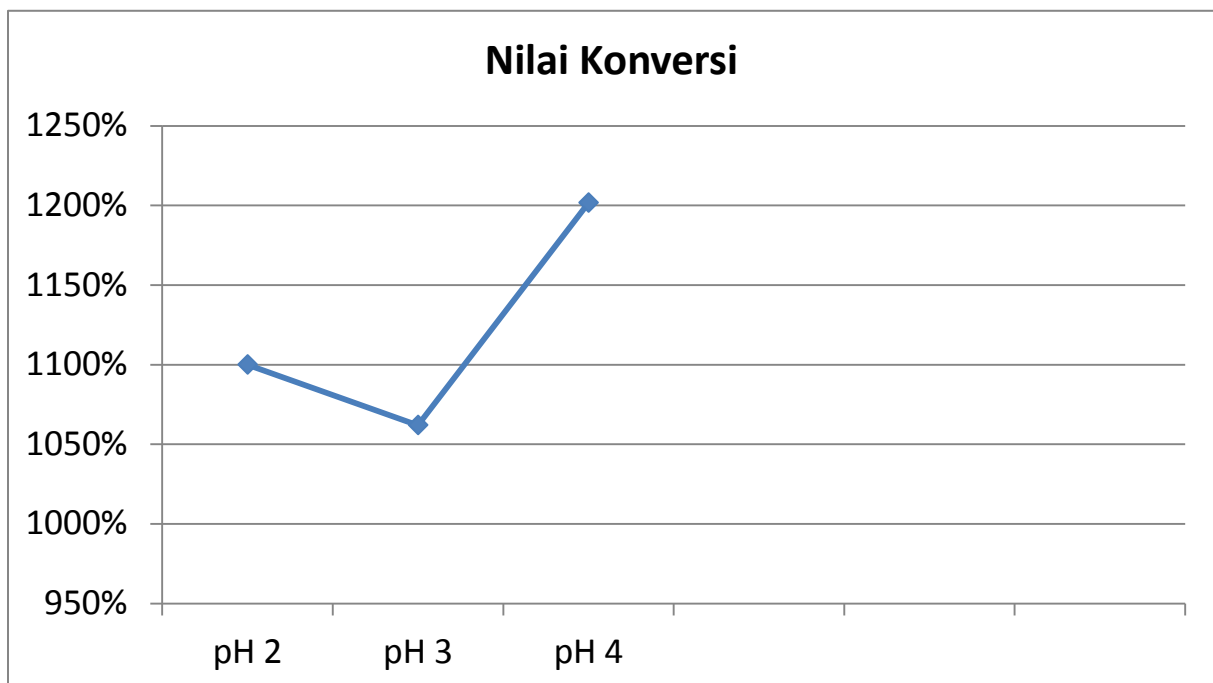
Nama Sampel	Nilai % Konversi
ETPS pH 2	90,7 %
ETPS pH 3	78,49 %
ETPS pH 4	44,71 %



Gambar 4.7. Hasil perhitungan % konversi kandungan isosianat NCO variasi pH

Tabel 4.12 Hasil perhitungan % konversi kandungan isosianat sisa pada variasi waktu

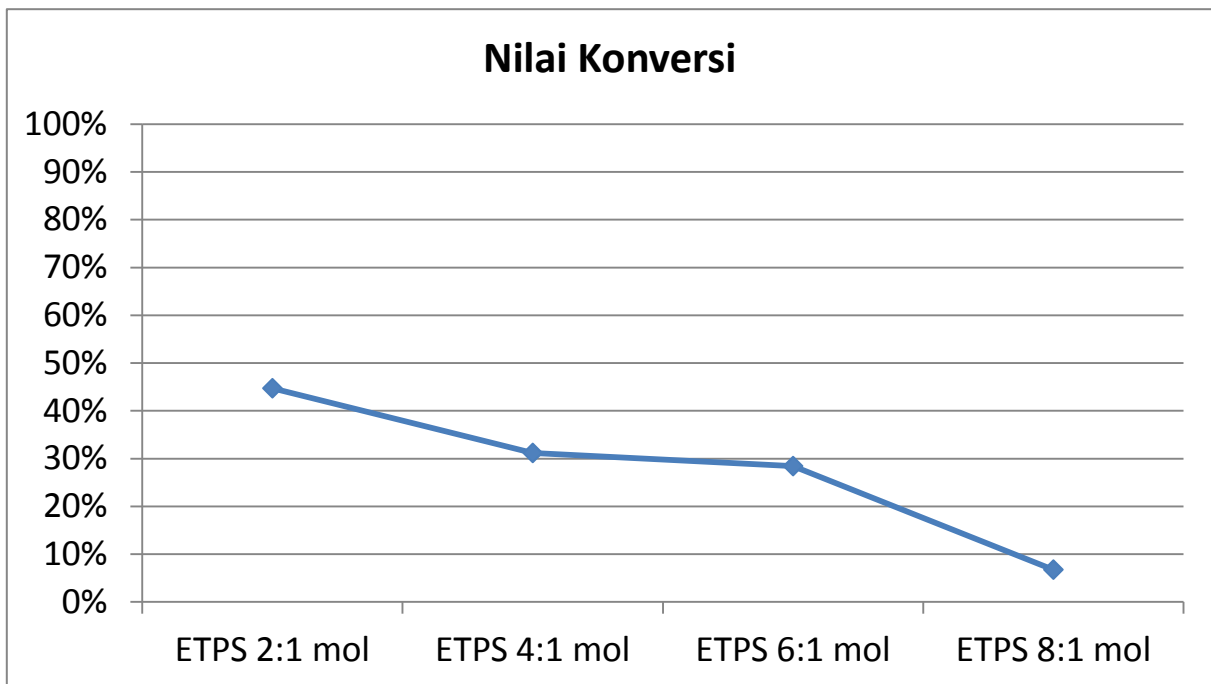
Nama Sampel	Nilai % Konversi
ETPS 30 menit	44,71 %
ETPS 60 menit	88,29 %
ETPS 90 menit	48,34 %
ETPS 120 menit	49,21 %
ETPS 150 menit	34,35 %
ETPS 180 menit	75 %



Gambar 4.8. Hasil perhitungan % konversi NCO variasi waktu

Tabel 4.13 Hasil perhitungan % konversi NCO variasi perbandingan mol

Nama Sampel	Nilai % Konversi
ETPS 2:1 mol	44,71 %
ETPS 4:1 mol	31,17 %
ETPS 6:1 mol	28,42 %
ETPS 8:1 mol	6,75 %



**Gambar 4.9. Hasil perhitungan % konversi NCO variasi rasio mol larutan :
*silquest***

Perhitungan % konversi kandungan isosianat dilakukan untuk mengetahui jumlah kandungan isosianat pada sampel atau produk yang dibuat. Maka dari hasil perhitungan % konversi kandungan isosianat pada variasi pH, variasi perbandingan mol dan variasi waktu yang telah dilakukan, didapatkan hasil % konversi kandungan isosianat yang terbesar pada setiap variasinya adalah sebagai berikut.

Pada variasi pH adalah ETPS pH 2 = 90,7 %. Pada variasi perbandingan mol adalah ETPS 2:1 mol = 44,71 %. Pada variasi waktu adalah ETPS 60 menit = 88,29 %. Dari hasil semua variasi didapatkan nilai % konversi kandungan isosianat yang paling banyak mengandung isosianat adalah pada variasi pH dengan % konversi kandungan isosianat = 90,7 %, sedangkan pada variasi perbandingan mol % konversi yang didapat sangat kecil sehingga dapat diasumsikan bahwa kandungan isosianat didalam sampel pada variasi perbandingan mol hanya terdapat sedikit.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan serta berdasarkan hasil pengolahan data yang didapat pada saat penelitian, maka dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Dari analisis FTIR, hasil yang paling baik diperoleh dari pH 2 dan pH 4, waktu 120 dan 180 menit, dan rasio mol 6:1.
2. Dari uji viskositas, hasil yang terbaik diperoleh dari pH 4 dengan viskositas 12,02; waktu 180 menit dengan viskositas 17,48; dan rasio mol 4:1 dengan viskositas 11,63.
3. Dari konversi NCO, nilai konversi tertinggi diperoleh dari pH 2 dengan hasil 90,7%, waktu 60 menit dengan hasil 88,29 %, rasio mol 2:1 dengan hasil 44,71 %.

5.2. Saran

1. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut agar mendapatkan hasil yang lebih optimal untuk diaplikasikan pada industri, otomotif dan perkapalan.
2. Fokus terhadap 1 atau 2 variasi saja agar tidak terlalu rumit dalam menentukan hasil yang akan diambil.
3. Uji sifat mekanik pada sampel *film* yang telah dibentuk agar dapat diketahui dari variasi mana yang benar-benar baik sifat mekaniknya sebelum digunakan dalam media logam diindustri.

DAFTAR PUSTAKA

1. Alwyn G. Davies.2004. aplikasi, isu lingkungan dan analisis di organotion kimia, Second Edition.
2. Larson, R.A. dan Weber, E.J. 1994. *Reaction Mechanisms in Environmental Organic Chemistry*. Lewis Publishers: Florida
3. Pavia, D.L., Lampman, G.M., Kriz, G.S., dan Vyvyan, J.R. 2009. *Introduction to Spectroscopy*.
4. Ripandi Ghanie. 2011. kegunaan dan aplikasi epoksi.
5. Savitri, Evi triwulandari, Ozi adi saputra. 2012. Pengaruh Silquest A-187 Terhadap Sifat Mekanik Material Pelapis Hibrid Epoksi Termodifikasi Poliuretan.
6. Sigma-aldrich. 2011. Spesifikasi produk silquest.
(<http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/440167>)
7. Weng Ng, S., Das, VGK, Yip, W.-H., Wang, R.-J., Mak, TCW.1990. Di-n-butyltin (IV) di-o-bromobenzoate, yang lemah-bridge dimer, *Journal of organologam Kimia*, Volume 393, 201-204.