

Efek penambahan asam p-toluensulfonat (PTSA) dalam produksi perekat poliamida dari kitosan dan asam adipat

Muhammad Hanief Haifa^{1)*}, Bima Prasetya Pancasakti²⁾, Budhijanto³⁾, Vincent⁴⁾, Masyta Dinda Riani⁵⁾

¹²³⁴⁵ Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Gadjah Mada, Jl. Grafika No. 2, Yogyakarta, 55281, Telp : (0274) 555320

hanifhaifa@gmail.com*

*Penulis Koresponden

ABSTRAK

Permintaan bahan perekat kayu semakin meningkat seiring dengan berkembangnya industri perkayuan. Di sisi lain, perekat sintetis yang dihasilkan dari turunan minyak bumi sangatlah berbahaya bagi kesehatan manusia. Polimerisasi kitosan-asam adipat merupakan salah satu bahan alam untuk menghasilkan *bioadhesive*. Penelitian ini membahas mengenai analisis pengaruh asam P-Toluenasulfonat (PTSA) sebagai katalis terhadap karakteristik perekat sehingga dapat diperoleh perekat alami yang optimal melalui reaksi polimerisasi kitosan dan asam adipat. Polimerisasi *cross linking* digunakan dalam penelitian ini sehingga didapatkan struktur rantai poliamida. Sampel dirancang dengan komposisi kitosan dan asam adipat 1:13,3 (mol/mol) dan penambahan 0,1 mol minyak sawit/mol kitosan. Kondisi reaksi dikontrol pada suhu 70°C dan 1 atm selama 90 menit. Jumlah asam P-Toluensulfonat (PTSA) divariasikan menjadi 0; 1,5; 2; 2,5; 3; dan 3,5 mol PTSA/mol kitosan. Perekat poliamida diawetkan selama tujuh dan 14 hari sebelum diaplikasikan pada papan kayu. Kekuatan tarik perekat dianalisis menggunakan *Universal Testing Machine*. Kuat tarik terbaik adalah 409 kPa yang diperoleh sampel tanpa penambahan minyak sawit dengan waktu pemeraman tujuh hari. Viskositas dan FTIR dilakukan untuk mengetahui karakteristik perekat. Hasil penelitian menunjukkan bahwa penambahan asam P-Toluensulfonat meningkatkan pembentukan air dan menurunkan kekuatan rekat.

Kata kunci : kitosan, asam P-Toluenasulfonat, poliamida, perekat

ABSTRACT

The demand of wood adhesives increases along the development of wood industry. On the other side, synthetic adhesives that produced from petroleum derivation are dangerous for human health. Chitosan-adipic acid polymerization is one of natural materials to produce bioadhesive. In this research, we analyzed the effect of P-Toluenesulfonic Acid (PTSA) as catalyst to the characteristic of adhesive in order to acquire well qualified optimal polyamide adhesive through polimerization reaction. Cross-linking polimerization being carried out to generate polyamide chain structure. The samples were designed with the composition of chitosan and adipic acid 1:13.3 (mole/mole) and 0,1 mole palm oil/mol chitosan addition. The condition of reaction was controlled at 70 °C and 1 atm for 90 minutes. P-Toluenesulfonic acid (PTSA) was varied to 0; 1.5; 2; 2.5; 3; and 3.5 mole PTSA/mole chitosan. The polyamide adhesive was cured for seven and 14 days before applied to the wooden board. The tensile strength of adhesive was analysed using Universal Testing Machine. The best tensile strength was 409 kPa that obtained by sample without palm oil addition with seven days of curing time. The viscosity and FTIR was carried out to know the characteristic of adhesive. The result showed that the addition of P-Toluenesulfonic acid enhanced water formation and reduced the strength of adhesive.

Keywords : chitosan, P-Toluenesulfonic acid, polyamide, adhesive

diunggah : Februari 2022, direvisi : Juni 2022, diterima : Juni 2022, dipublikasi : Juni 2022

Copyright (c) 2022 Muhammad Hanief Haifa, Bima Prasetya Pancasakti, Budhijanto, Vincent, Masyta Dinda Riani
This is an open access article under the CC-BY license

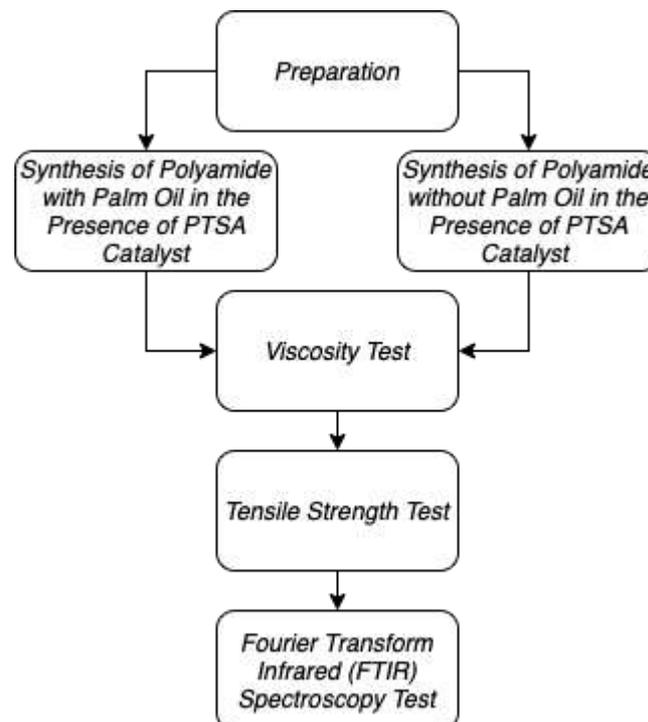
PENDAHULUAN

Pengembangan *bioadhesive* merupakan suatu bahasan yang menarik untuk dipelajari. Ketergantungan penggunaan perekat sintetis yang tidak terbarukan selalu meningkat seiring dengan berjalannya waktu. Jenis perekat sintetis yang paling umum digunakan dalam industri kayu adalah polikloroprena, polivinil alkohol, polimer berbasis akrilat dan poliester (Xu dkk., 2016). Fenol formaldehida dan urea formaldehida juga merupakan perekat turunan minyak bumi yang cukup terkenal pada industri kayu. Hal ini dikarenakan kedua perekat ini memiliki daya rekat yang cukup kuat dan mudah untuk diaplikasikan (Kumar & Pizzi, 2019). Di sisi lain, perekat sintetis memiliki kandungan zat volatil yang cukup tinggi sehingga berbahaya untuk kesehatan manusia (Jang dkk., 2011).

Bioadhesive atau perekat alami adalah jenis perekat yang dapat diproduksi dari sumber daya alam (Balgude dkk., 2017). Poliamida merupakan salah satu contoh bahan baku alami yang dapat digunakan dalam pembuatan *bioadhesive*. Molekul ini didapat dari proses polimerisasi antara senyawa karbosiklat dan amina dengan asam karbosiklat sebagai *cross linking agent* (Solomons dkk., 2011). Senyawa yang mengandung amina dapat ditemukan pada tumbuhan dan gelatin. Asam adipat dan asam sitrat merupakan contoh senyawa yang memiliki gugus fungsi karbosiklat dalam struktur molekulnya (Fessenden & Fessenden, 1982). Dalam penelitian ini, dipelajari tentang pengaruh asam P-Toluensulfonat (PTSA) sebagai katalis pada sintesis *bioadhesive* berbasis poliamida dari kitosan dan asam adipat. Penelitian juga mengkaji pengaruh penambahan minyak sawit terhadap kualitas perekat. Pengujian viskositas dan kuat tarik dilakukan untuk mengevaluasi sifat perekat. Reaksi kimia yang terjadi dianalisis dengan menggunakan FTIR oleh LPPT UGM, Indonesia.

METODE

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kemampuan perekat poliamida dari kitosan melalui reaksi *cross linking* polimerisasi kitosan dan asam adipat dengan adanya katalis Asam P-Toluensulfonat (PTSA). Alur penelitian dapat dilihat pada gambar dibawah ini.



Gambar 1. Diagram alir sintesis poliamida

Bahan penelitian

Bahan dari penelitian ini adalah *aquadest* (CV. Jaya Sentosa, Indonesia), *food grade chitosan* (CV. Bio Chitosan Indonesia), asam adipat (C₆H₁₀O), asam P-Toluensulfonat (PTSA), kelapa sawit (Laboratorium Reaksi Kimia dan Katalis UGM), dan papan kayu (UD. Sutarjo Indonesia)

Sintesis perekat poliamida dengan penambahan asam p-toluensulfonat (PTSA) dan minyak sawit

Sebanyak 0,0699 mol asam adipat (rasio kitosan dan asam adipat = 1:13,3 mol/mol) dilarutkan ke dalam 100 mL *aquadest*. Larutan ini dicampur dengan 0,000262 mol minyak sawit (rasio kitosan dan minyak sawit = 1:0,1 mol/mol) ke dalam labu leher tiga 1000 mL. Kemudian sebanyak 0,0052 mol kitosan dan PTSA dengan perbandingan PTSA/kitosan 1,5 (mol/mol) ditambahkan ke dalam reaktor. Proses diatur pada suhu 70°C dan tekanan atmosferis. Setelah 30 menit, ditambahkan minyak sawit dengan perbandingan minyak sawit/kitosan 0,1 (mol/mol). Kemudian, proses sintesis dilanjutkan selama 60 menit. Proses tersebut diulangi untuk rasio PTSA/kitosan pada 0, 2, 2,5, 3 dan 3,5 (mol/mol).

Sintesis perekat poliamida tanpa penambahan minyak sawit

Sebanyak 0,0699 mol asam adipat (rasio kitosan dan asam adipat = 1:13,3 mol/mol) dilarutkan ke dalam 100 mL *aquadest*. Larutan tersebut dicampur dengan PTSA sebanyak 1,5/1 mol/mol (rasio kitosan dan PTSA = 1:1,5 mol/mol) dan dimasukkan ke dalam labu leher tiga 1000 mL. Kemudian sebanyak 0,0052 mol kitosan ditambahkan ke dalam reaktor. Kondisi operasi proses reaksi diatur pada suhu 70°C dan tekanan atmosferis selama 90 menit. Proses ini diulangi untuk rasio PTSA/kitosan dalam 0, 2, 2,5, 3 dan 3,5 (mol/mol).

Pengujian viskositas

Viskositas perekat dievaluasi dengan menggunakan viskometer DV-E *Brookfield*. Setelah tujuh hari sintesis, sampel dimasukkan ke dalam gelas beker 200 mL. Kemudian *spindle* dipasang pada viskometer DV-E *Brookfield*. Kecepatan putaran *spindle* diatur pada tiga rpm. Viskositas yang ditunjukkan pada monitor dicatat ketika nilainya konstan. *Error* yang diperbolehkan untuk nilai viskositas berada pada kisaran 10 – 90%.

Pengujian kuat tarik

Sampel yang telah disimpan selama 7 dan 14 hari diaplikasikan pada papan kayu. Ukuran papan kayu adalah 4 cm × 4 cm × 2 cm. Papan kayu yang disambung disimpan selama tujuh hari. Setelah itu, kekuatan tarik perekat diuji dengan *Universal Testing Machine* Lloyd LR5K dengan kecepatan 2 mm/menit. Beban maksimum sampel yang ditampilkan di monitor dicatat. Kekuatan tarik dihitung menggunakan persamaan tekanan dari maksimum sampel. Analisis diulang sebanyak tiga kali dan dirata-rata.

Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy

Kitosan, perekat (PTSA) dan rasio kitosan 3,5 (mol/mol). Sampel perekat dalam rasio yang sama dengan penambahan minyak sawit dianalisis dengan spektrofotometer FT-IR Mb 3000 di LPPT UGM, Yogyakarta. Panjang spektrum antara 4000 dan 650 cm⁻¹ dengan 32 pemindaian.

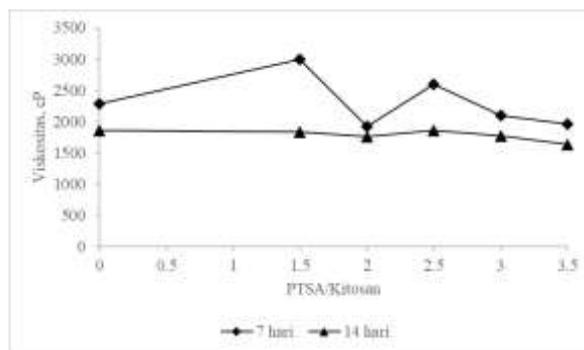
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini, berbagai sampel PTSA dan kitosan dirancang untuk menentukan komposisi terbaik sebagai perekat kayu alami. Perbandingan antara PTSA dan kitosan adalah 0, 1,5, 2, 2,5, 3 dan 3,5. Sampel dirancang sebagai H1, H2, H3, H4, H5 dan H6 untuk

penambahan minyak dan M1, M2, M3, M4, M5 dan M6 untuk tanpa penambahan minyak. Sampel H1 dan M1 merupakan sampel terkontrol tanpa penambahan PTSA. Karakteristik seperti viskositas, kekuatan tarik dan FTIR dievaluasi.

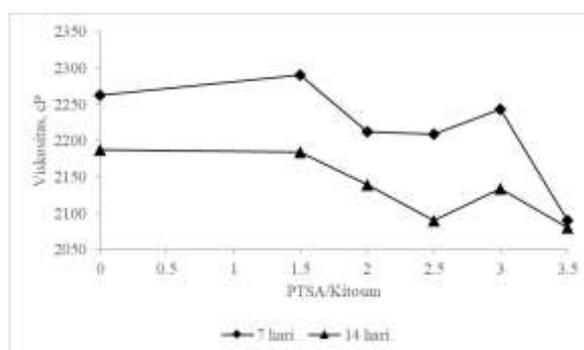
Pengujian viskositas

Viskositas perekat ditentukan dengan menggunakan viskometer DV-E *Brookfield* yang mengukur torsi yang diperlukan untuk memutar *spindle* yang direndam dalam cairan. Pada penelitian ini digunakan jenis *spindle* nomor 3 dengan kecepatan putar 3 rpm untuk semua sampel. Berdasarkan hasil uji viskositas diperoleh nilai viskositas minimum pada sampel dengan penambahan minyak sebesar 1631 cP dan sampel tanpa penambahan minyak sebesar 2080 cP. Nilai viskositas maksimum yang diperoleh pada sampel dengan penambahan minyak sebesar 2990 cP dan sampel tanpa penambahan minyak sebesar 2290 cP. Hasil uji viskositas ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 2. Viskositas sampel perekat dengan penambahan minyak

Berdasarkan Gambar 2, nilai viskositas sampel H1 hingga H6 secara keseluruhan menurun dengan meningkatnya jumlah PTSA. Selain itu, sampel dengan waktu pemeraman selama tujuh hari memiliki viskositas yang lebih tinggi dibandingkan sampel dengan waktu pemeraman selama 14 hari. Sebaliknya, terjadi penyimpangan tren pada sampel 2, 3 dan 4 yang dengan waktu pemeraman selama tujuh hari. Kecenderungan penurunan sampel dengan penambahan minyak dipengaruhi oleh adanya kandungan air pada perekat. Kadar air meningkat dengan penambahan PTSA. Sedangkan sampel tanpa penambahan minyak ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Viskositas sampel perekat tanpa penambahan minyak

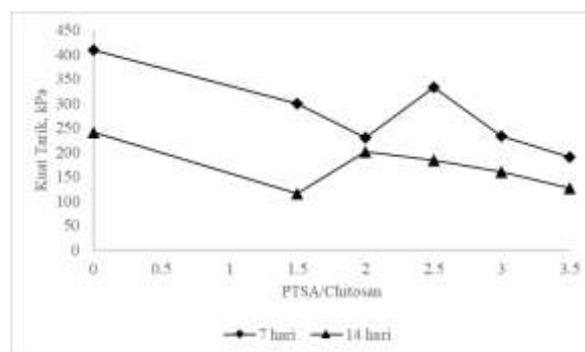
Berdasarkan Gambar 3, nilai viskositas sampel M1 sampai M6 tanpa penambahan minyak mengalami penurunan secara keseluruhan. Hasil yang sama juga terjadi pada sampel dengan penambahan minyak meskipun masih terdapat beberapa penyimpangan pada sampel. Sampel dengan waktu pemeraman selama tujuh hari memiliki viskositas yang lebih tinggi

dibandingkan sampel dengan waktu pemeraman selama 14 hari. Terjadi penurunan tren akibat penambahan air seiring dengan peningkatan jumlah PTSA.

Peningkatan kadar air pada perekat disebabkan oleh adanya PTSA dan waktu pemeraman yang lama. Kehadiran PTSA sebagai katalis memudahkan reaksi dimana polimerisasi polimer poliamida menghasilkan air dengan koefisien reaksi dua. Dapat disimpulkan bahwa semakin tinggi jumlah PTSA, semakin mudah reaksi terjadi sehingga jumlah air yang dihasilkan akan semakin meningkat. Sedangkan semakin lama waktu pemeraman, maka akan semakin banyak jumlah air yang dihasilkan dikarenakan adanya reaksi polimerisasi. Reaksi polimerisasi tetap berjalan selama proses penyimpanan meskipun tidak dalam kondisi optimum. Hal ini terjadi karena adanya katalis PTSA pada sampel. Di sisi lain, keberadaan PTSA memberikan kondisi asam yang dapat meningkatkan kelarutan kitosan dalam pelarut. Sampel dengan penambahan minyak umumnya memiliki nilai viskositas yang lebih rendah dibandingkan sampel tanpa minyak. Nilai viskositas yang lebih rendah disebabkan oleh adanya minyak yang berperan sebagai *plasticizer*.

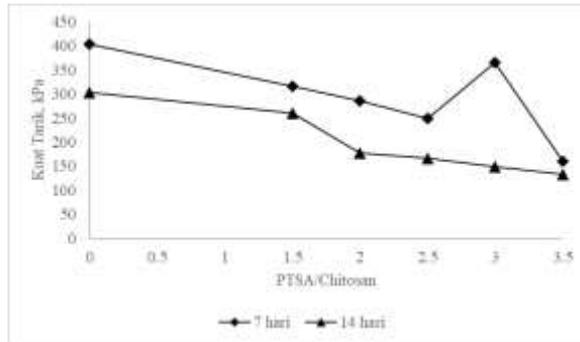
Pengujian kuat tarik

Kekuatan Tarik merupakan salah satu indikator untuk menentukan kualitas suatu perekat. Pengukuran didasarkan pada tegangan maksimum yang dapat ditahan untuk menghilangkan perekat dari media uji. Media uji adalah kayu jati yang memiliki sifat keras dan kuat yang dapat menahan kekuatan perekat. Pengujian dilakukan dengan merekatkan dua balok kayu menggunakan sampel perekat. Kekuatan tarik perekat poliamida berbasis kitosan diukur menggunakan *Universal Testing Machine* (Lloyd LR 5K) dengan spesifikasi: rentang beban 0 – 5000 N, rentang ekstensi 0 – 1000 mm dan kecepatan *cross head* 100 mm/menit. Nilai kuat tarik pada penelitian ini dipengaruhi oleh variabel manipulasi yaitu asam P-Toluenasulfonat (PTSA), minyak dan waktu pemeraman yang ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Kuat tarik sampel perekat dengan penambahan minyak

Kuat tarik sampel H1 sampai H6 dengan penambahan minyak mengalami penurunan meskipun terdapat beberapa hasil yang menyimpang. Sampel dengan waktu pemeraman selama tujuh hari memiliki nilai kuat tarik yang lebih tinggi dibandingkan sampel dengan waktu pemeraman selama 14 hari. Kuat tarik maksimum yang diperoleh sebesar 409 kPa pada sampel H1 dengan waktu peram selama tujuh hari sedangkan kuat tarik minimum sebesar 116 kPa pada sampel 2 dengan waktu peram selama dua hari. Penurunan nilai kuat tarik pada sampel H1 hingga H6 disebabkan oleh meningkatnya kadar air pada perekat. Sedangkan nilai kuat tarik sampel tanpa penambahan minyak ditunjukkan pada Gambar 5.



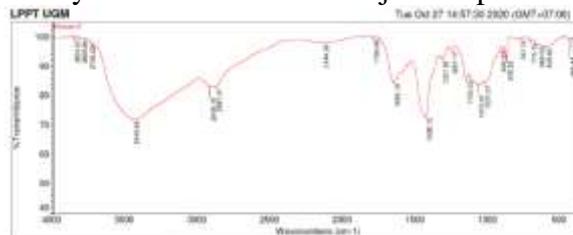
Gambar 5. Kuat tarik sampel perekat tanpa penambahan minyak

Sampel M1 sampai sampel M6 mengalami tren penurunan dengan kuat tarik maksimum 404 kPa dan kuat tarik minimum 132 kPa. Penurunan nilai kuat tarik juga dipengaruhi oleh meningkatnya kadar air pada perekat. Sama halnya dengan sampel dengan penambahan minyak, sampel tanpa penambahan minyak yang dirawat selama tujuh hari memiliki nilai kuat tarik yang lebih tinggi daripada sampel yang dirawat selama 14 hari.

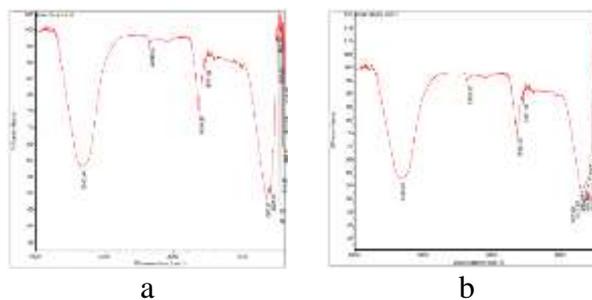
Secara keseluruhan, tren penurunan tersebut disebabkan oleh meningkatnya kadar air. Kandungan air dalam perekat menurunkan konsentrasi poliamida yang menyebabkan berkurangnya interaksi antara media perekat dan perekat itu sendiri. Selain itu, sampel dengan penambahan minyak memiliki nilai kekuatan tarik yang sedikit lebih rendah daripada sampel tanpa penambahan minyak. Hal ini disebabkan adanya minyak sebagai *plasticizer* yang berperan dalam meningkatkan kegetasan perekat sehingga menurunkan kekuatan tarik perekat.

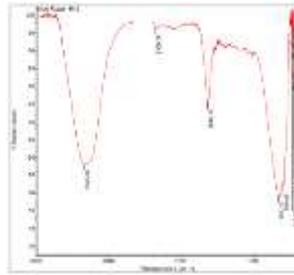
Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy

Analisis FTIR dilakukan untuk kitosan sebagai bahan baku, sampel perekat M6, H1 dan H6 yang memiliki beda komposisi yang signifikan satu sama lain. Sampel M6 memiliki perbandingan molar kitosan : PTSA 1 : 3,5 dan kitosan : minyak 1 : 0,1. Sampel 12 memiliki perbandingan molar kitosan : PTSA 1 : 3,5 tanpa penambahan minyak. Sampel H1 tidak mengandung PTSA atau minyak. Hasil analisis ditunjukkan pada Gambar 6 dan Gambar 7.



Gambar 6. Hasil analisis FTIR pada bahan baku kitosan





c

Gambar 7. Hasil analisis FTIR pada sampel M6 (a), sampel H1 (b) dan sampel H6 (c)

Hasil analisis FTIR menunjukkan bahwa terdapat perbedaan antara sampel kitosan dan perekat. Hal ini dibuktikan dengan adanya ikatan nitrogen pada bilangan gelombang 1630 – 1690 cm^{-1} (amida) dan 3300 – 3500 cm^{-1} dimana terdapat puncak pada sampel M6, H1 dan H6. Hal ini menunjukkan terbentuknya poliamida pada sampel. Nilai transmitansi kitosan, sampel M6, sampel H1 dan sampel H6 pada bilangan gelombang 1630 – 1690 cm^{-1} adalah 84,642%; 75,036%; 74,953% dan 74,947%. Sedangkan nilai transmitansi pada bilangan gelombang 3300 – 3500 cm^{-1} adalah 72,228%; 58,298%; 57,922% dan 57,999%. Nilai transmitansi sampel tanpa penambahan minyak dan PTSA atau sampel yang menggunakan PTSA (sampel 7 dan sampel 12) lebih rendah daripada sampel dengan penambahan minyak. Ini menandakan bahwa konversi poliamida meningkat dengan adanya PTSA.

SIMPULAN

Penambahan asam P-Toluenenasulfonat (PTSA) meningkatkan laju reaksi polimerisasi perekat. Sebaliknya, proses ini juga meningkatkan kadar air perekat yang dapat menurunkan kualitas perekat yang ditandai dengan menurunnya viskositas dan kuat tarik. Penambahan minyak sawit dapat meningkatkan daya tahan perekat dengan cara mengurangi kekentalan perekat. Akan tetapi hal tersebut dapat menurunkan kuat tarik perekat. Penambahan minyak memberikan kekuatan tarik yang lemah pada perekat. Kuat tarik terbaik adalah 409 kPa yang diperoleh oleh sampel tanpa penambahan minyak sawit dengan waktu pemeraman 7 hari. Analisis FTIR menunjukkan bahwa konversi poliamida meningkat dengan adanya PTSA.

DAFTAR PUSTAKA

- Balgude, D., Sabnis, A., & Ghosh, S. K. (2017). Synthesis and characterization of cardanol based reactive polyamide for epoxy coating application. *Progress in Organic Coatings*, 104, 250–262. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2016.11.012>
- Fessenden, R. J., & Fessenden, J. S. (1982). *Organic Chemistry* (6th ed.). W. Grant Press.
- Jang, Y., Huang, J., & Li, K. (2011). A new formaldehyde-free wood adhesive from renewable materials. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 31(7), 754–759. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2011.07.003>
- Kumar, R. N., & Pizzi, A. (2019). *Adhesives for Wood and Lignocellulosic Materials (Adhesion and Adhesives: Fundamental and Applied Aspects)* (1st ed.). Wiley-Scrivener. <https://doi.org/10.1002/9781119605584>
- Solomons, G., Fryhle, C., & Snyder, S. (2011). *Organic Chemistry* (11th ed.). Wiley.
- Xu, Q., Wen, J., & Wang, Z. (2016). Preparation and properties of cassava starch-based wood adhesives. *BioResources*, 11(3), 6756–6767. <https://doi.org/10.15376/biores.11.3.6756-6767>