

**KESAN PENGUBAHSUAIAN KIMIA GENTIAN TANDAN KELAPA
SAWIT KOSONG (EFB) TERHADAP SIFAT-SIFAT
BIO-KOMPOSIT EFB-POLIESTER TAK TEPU YANG
TERMATANG MELALUI SINARAN ULTRA UNGU**

ROZYANTY BINTI RAHMAN

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

2005

**KESAN PENGUBAHSUAIAN KIMIA GENTIAN TANDAN KELAPA SAWIT
KOSONG (EFB) TERHADAP SIFAT-SIFAT BIO-KOMPOSIT EFB-
POLIESTER TAK TEPU YANG TERMATANG MELALUI SINARAN ULTRA
UNGU**

ROZYANTY BINTI RAHMAN

Tesis diserahkan untuk memenuhi keperluan bagi Ijazah Sarjana Sains
Mac 2005

PENGHARGAAN

Setinggi kesyukuran kepada Allah S.W.T kerana dengan kurniaNya dapat saya menyiapkan penyelidikan dan tesis saya ini.

Di sini, saya ingin merakamkan setinggi-tinggi penghargaan kepada penyelia saya, Prof. Rozman Hj. Din yang telah banyak memberi bimbingan serta tunjuk ajar kepada saya sepanjang tempoh pengajian saya di Pusat Pengajian Teknologi Industri. Segala ilmu dan ajaran yang telah dicurahkan akan saya jadikan panduan di masa hadapan.

Saya juga ingin merakamkan penghargaan kepada pensyarah-pensyarah, staf-staf dan juga rakan-rakan di Devisi Biosumber, Kertas dan Penglitup, diatas kerjasama dan sokongan yang diberikan kepada saya dalam menyiapkan penyelidikan ini.

Seterusnya, saya ingin mengucapkan terima kasih yang tidak terhingga kepada semua ahli keluarga dan tunang saya yang sentiasa memberi dorongan kepada saya dalam tempoh penyelidikan saya ini. Akhir sekali, ucapan terima kasih kepada semua yang turut membantu secara langsung atau tidak langsung dalam penyelidikan ini.

ISI KANDUNGAN

PENGHARGAAN	ii
SENARAI JADUAL	vii
SENARAI RAJAH	viii
SENARAI SINGKATAN	xiii
ABSTRAK	xiv
ABSTRACT	xvi
1.0 PENGENALAN	1
1.1 Objektif Kajian	4
2.0 TINJAUAN LITERATUR	5
2.1 Sistem Pematangan Melibatkan Sinaran	5
2.1.1 Pengenalan	5
2.1.2 Sistem Pematangan Ultra Ungu (UV)	6
2.1.2.1 Pemulafoto	10
2.1.2.2 Sistem Pematangan Radikal	11
2.1.2.3 Oligomer	16
2.1.2.4 Monomer	19
2.2 Komposit	21
2.2.1 Matriks	21
2.2.1.1 Poliester Tak Tepu	23
2.2.2 Lignoselulosa sebagai Penguat dalam Komposit	25
2.2.2.1 Gentian Kelapa Sawit	29
2.2.3 Komposisi Kimia Bahan Lignoselulosa	32
2.2.3.1 Selulosa	32
2.2.3.2 Hemiselulosa	34
2.2.3.3 Lignin	35

2.2.4	Sifat Komposit Diperkuat Gentian Semulajadi	36
2.2.5	Pengubahsuaian Kimia Lignoselulosik	38
2.3	Pemulpaan	42
3.0	EKSPERIMENTAL	45
3.1	Bahan Mentah	45
3.2	Metodologi	51
3.2.1	Pemulpaan Organosolv	52
3.2.2	Tindakbalas Pengubahsuaian Kimia EFB	53
3.2.3	Penyediaan Tikar Gentian	54
3.2.4	Impregnasi Resin	54
3.2.5	Pematangan Komposit	55
3.3	Pengujian	56
3.3.1	Ujian Nombor Kappa	56
3.3.2	Ujian Kecerahan Gentian	56
3.3.3	Ujian Kandungan Gel	57
3.3.4	Ujian Fleksural	58
3.3.5	Ujian Tensil	59
3.3.6	Ujian Hentaman	61
3.3.7	Ujian Penyerapan dan Pembengkakan	61
3.3.8	Sifat Termal	62
3.3.9	FTIR	62
4.0	KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN	63
4.1	Sifat-sifat Gentian	63
4.1.1	Kesan pemulpaan terhadap nombor Kappa	63
4.1.2	Kesan pemulpaan terhadap kecerahan gentian	65
4.1.3	Kesan pengubahsuaian gentian dengan glisidil metakrilat (GMA)	67
4.1.3.1	Analisis FTIR terhadap gentian	68
4.1.3.2	Analisis DSC terhadap gentian	71

4.2	Sifat-sifat Komposit	74
4.2.1	Ujian Kandungan Gel	74
4.2.2	Sifat Mekanikal Komposit	79
4.2.2.1	Kesan peratus EFB dalam komposit terhadap sifat-sifat tensil	79
4.2.2.2	Kesan (peratus WPG) pengubahsuaian gentian EFB terhadap kekuatan tensil	84
4.2.3	Sifat-sifat Fleksural	93
4.2.3.1	Kesan pertambahan peratus EFB tanpa pengubahsuaian terhadap kekuatan fleksural	93
4.2.3.2	Kesan (peratus WPG) pengubahsuaian gentian EFB terhadap kekuatan fleksural	94
4.2.3.3	Kesan pemulpaan terhadap sifat-sifat fleksural	98
4.2.4	Sifat-sifat Hentaman	100
4.2.4.1	Kesan pertambahan peratus EFB tanpa pengubahsuaian terhadap kekuatan hentaman	100
4.2.4.2	Kesan (peratus WPG) pengubahsuaian gentian EFB terhadap kekuatan hentaman	102
4.2.4.3	Kesan pemulpaan terhadap kekuatan hentaman	104
4.2.5	Penyerapan Larutan dan Pembengkakan Gentian	106
4.2.5.1	Penyerapan Larutan	106
4.2.5.2	Pembengkakan Gentian	114
4.2.6	Analisis FTIR	123
4.2.7	Analisis DSC	125
5.0	KESIMPULAN DAN CADANGAN	128
5.1	Kesimpulan	128
5.2	Cadangan	130
6.0	RUJUKAN	131

SENARAI JADUAL

Jadual	Tajuk	Halaman
Jadual 2.1	Kesan kelikatan monomer terhadap masa pematangan	20
Jadual 2.2	Senarai jenis dan nama pemulpaan	42
Jadual 4.1	Nilai ΔH dan suhu puncak daripada termogram gentian EFB	72
Jadual 4.2	Nilai ΔH dan suhu puncak daripada termogram komposit EFB-UPS	126

SENARAI RAJAH

Rajah	Tajuk	Halaman
Rajah 2.1	Sistem Pematangan UV	8
Rajah 2.2	Sistem teraruh foto	10
Rajah 2.3	Jenis kefungsiian kimia	18
Rajah 2.4	Struktur kimia selulosa	32
Rajah 2.5	Struktur unit-unit asas lignin	34
Rajah 3.1	Metodologi penghasilan bod komposit	51
Rajah 4.1	Kesan peratus kepekatan NaOH terhadap nombor Kappa	65
Rajah 4.2	Kesan peratus NaOH dalam pemulpaan terhadap peratus kecerahan gentian	66
Rajah 4.3	Kesan pengubahsuaian kimia dengan GMA terhadap kecerahan	67
Rajah 4.4	Tindakbalas lignoselulosa dengan GMA	68
Rajah 4.5	Spektrum FTIR bagi EFB tidak terubahsuai dan terubahsuai GMA yang menjalani pemulpaan dengan kepekatan NaOH 20%	70
Rajah 4.6	Spektrum FTIR bagi EFB tidak terubahsuai dan terubahsuai GMA yang menjalani pemulpaan dengan kepekatan NaOH 30%	70
Rajah 4.7	Termogram bagi EFB tidak terubahsuai dan terubahsuai EFB yang menjalani pemulpaan dengan kepekatan NaOH 20%	73
Rajah 4.8	Termogram bagi EFB tidak terubahsuai dan terubahsuai EFB yang menjalani pemulpaan dengan kepekatan NaOH 30%	73
Rajah 4.9	Peratus kandungan gel bagi komposit yang mengandungi gentian EFB tidak terubahsuai.	75
Rajah 4.10	Kesan (peratus WPG) pengubahsuaian EFB yang telah menjalani pemulpaan dalam peratus NaOH berbeza terhadap peratus kandungan gel	78

Rajah 4.11	Kesan peratus pertambahan EFB yang tidak terubahsuai dalam komposit dan juga peratus NaOH terhadap kekuatan tensil.	83
Rajah 4.12	Kesan (peratus WPG) pengubahsuaian EFB pada peratus pertambahan EFB dan peratus NaOH yang berbeza dalam pemulpaan terhadap kekuatan tensil.	87
Rajah 4.13	Komposit terubahsuai 12% WPG (500 X)	87
Rajah 4.14	Komposit terubahsuai 12% WPG (2.04 K X)	88
Rajah 4.15	Komposit terubahsuai 12% WPG (2.04 K X)	88
Rajah 4.16	Komposit tidak terubahsuai 10% EFB (1.93 K X)	89
Rajah 4.17	Komposit tidak terubahsuai 15% EFB (500 X)	89
Rajah 4.18	Kesan peratus pertambahan EFB yang tidak terubahsuai dalam komposit terhadap modulus tensil	90
Rajah 4.19	Kesan (peratus WPG) pengubahsuaian EFB pada peratus pertambahan EFB dalam komposit dan peratus NaOH yang berbeza terhadap modulus tensil.	90
Rajah 4.20	Kesan (peratus WPG) pengubahsuaian EFB pada peratus pertambahan EFB dalam komposit dan peratus NaOH yang berbeza terhadap peratus pemanjangan pada takat putus.	92
Rajah 4.21	Kesan peratus pertambahan EFB tidak diubahsuai dalam komposit dan pemulpaan pada peratus NaOH yang berbeza terhadap kekuatan fleksural	94
Rajah 4.22	Kesan (peratus WPG) pengubahsuaian EFB pada peratus pertambahan EFB dalam komposit dan peratus NaOH yang berbeza terhadap kekuatan fleksural.	96
Rajah 4.23	Kesan (peratus WPG) pengubahsuaian EFB pada peratus pertambahan EFB dalam komposit dan peratus NaOH yang berbeza terhadap modulus fleksural.	98
Rajah 4.24	Kesan peratus pertambahan EFB yang tidak terubahsuai dalam komposit dan juga pemulpaan dalam peratus NaOH yang berbeza terhadap kekuatan hentaman.	102

Rajah 4.25	Kesan (peratus WPG) pengubahsuaian EFB pada peratus pertambahan EFB dalam komposit dan peratus NaOH yang berbeza terhadap kekuatan hentaman.	104
Rajah 4.26	Kesan peratus pertambahan EFB yang tidak terubahsuai dalam komposit dan mengalami pemulpaan 20% NaOH terhadap peratus penyerapan di dalam larutan berbeza	108
Rajah 4.27	Kesan peratus pertambahan EFB yang tidak terubahsuai dalam komposit dan mengalami pemulpaan 30%NaOH terhadap peratus penyerapan di dalam larutan berbeza.	109
Rajah 4.28	Kesan peratus pertambahan EFB yang terubahsuai GMA (5%WPG) dalam komposit dan mengalami pemulpaan 20% NaOH terhadap peratus penyerapan di dalam larutan berbeza.	111
Rajah 4.29	Kesan peratus pertambahan EFB yang terubahsuai GMA (5%WPG) dalam komposit dan mengalami pemulpaan 30% NaOH terhadap peratus penyerapan di dalam larutan berbeza	111
Rajah 4.30	Kesan peratus pertambahan EFB yang terubahsuai GMA (8%WPG) dalam komposit dan mengalami pemulpaan 20% NaOH terhadap peratus penyerapan di dalam larutan berbeza.	112
Rajah 4.31	Kesan peratus pertambahan EFB yang terubahsuai GMA (8%WPG) dalam komposit dan mengalami pemulpaan 30% NaOH terhadap peratus penyerapan di dalam larutan berbeza.	112
Rajah 4.32	Kesan peratus pertambahan EFB yang terubahsuai GMA (12%WPG) dalam komposit dan mengalami pemulpaan 20% NaOH terhadap peratus penyerapan di dalam larutan berbeza.	113
Rajah 4.33	Kesan peratus pertambahan EFB yang terubahsuai GMA (12%WPG) dalam komposit dan mengalami	114

	pemulpaan 30% NaOH terhadap peratus penyerapan di dalam larutan berbeza.	
Rajah 4.34	Kesan peratus pertambahan EFB yang tidak terubahsuai dalam komposit dan mengalami pemulpaan 20% NaOH terhadap pembengkakan gentian di dalam larutan berbeza.	116
Rajah 4.35	Kesan peratus pertambahan EFB yang tidak terubahsuai dalam komposit dan mengalami pemulpaan 30% NaOH terhadap pembengkakan gentian di dalam larutan berbeza.	117
Rajah 4.36	Kesan peratus pertambahan EFB yang terubahsuai GMA (5%WPG) dalam komposit dan mengalami pemulpaan 20% NaOH terhadap pembengkakan gentian di dalam larutan berbeza	117
Rajah 4.37	Kesan peratus pertambahan EFB yang terubahsuai GMA (5%WPG) dalam komposit dan mengalami pemulpaan 30% NaOH terhadap pembengkakan gentian di dalam larutan berbeza.	118
Rajah 4.38	Kesan peratus pertambahan EFB yang terubahsuai GMA (8%WPG) dalam komposit dan mengalami pemulpaan 20% NaOH terhadap pembengkakan gentian di dalam larutan berbeza.	119
Rajah 4.39	Kesan peratus pertambahan EFB yang terubahsuai GMA (8%WPG) dalam komposit dan mengalami pemulpaan 30% NaOH terhadap pembengkakan gentian di dalam larutan berbeza.	120
Rajah 4.40	Kesan peratus pertambahan EFB yang terubahsuai GMA (12%WPG) dalam komposit dan mengalami pemulpaan 20% NaOH terhadap pembengkakan gentian di dalam larutan berbeza.	121
Rajah 4.41	Kesan peratus pertambahan EFB yang terubahsuai GMA (12%WPG) dalam komposit dan mengalami pemulpaan 30% NaOH terhadap pembengkakan gentian di dalam larutan berbeza.	122
Rajah 4.42	Tindakbalas pengkopolimeran antara EFB diubahsuai GMA dengan poliester tak tepu (UPS).	123

Rajah 4.43	Spektrum FTIR komposit EFB-UPS yang tidak terubahsuai dan juga terubahsuai GMA dan melalui pemulpaan 20% NaOH	124
Rajah 4.44	Spektrum FTIR komposit EFB-UPS yang tidak terubahsuai dan juga terubahsuai GMA dan melalui pemulpaan 30% NaOH	124
Rajah 4.45	Termogram bagi komposit EFB-UPS tidak terubahsuai dan terubahsuai GMA yang menjalani pemulpaan 30%NaOH.	127
Rajah 4.46	Termogram bagi komposit EFB-UPS tidak terubahsuai dan terubahsuai GMA yang menjalani pemulpaan 20%NaOH.	127

SENARAI SINGKATAN

EFB	Tandan Buah Kelapa Sawit Kosong
EB	Bim Elektron
NaOH	Natrium Hidroksida
OH ⁻	Ion Hidroksil
OPT	Batang Kelapa Sawit
OPF	Pelepah Kelapa Sawit
SEM	Mikroskop Penskanan Elektron
FTIR	Fourier Transform Infrared
DSC	Differential Scanning Calorimeter
GMA	Glisidil Metakrilat
UPS	Poliester tak tepu
UV	Ultra Ungu
PP	Polipropilena
PU	Poliuretana

**KESAN PENGUBAHSUAIAN KIMIA GENTIAN TANDAN KELAPA SAWIT
KOSONG (EFB) TERHADAP SIFAT-SIFAT BIO-KOMPOSIT EFB-
POLIESTER TAK TEPU YANG TERMATANG MELALUI SINARAN ULTRA
UNGU
ABSTRAK**

Pembangunan biokomposit yang dimatangkan menggunakan sinaran ultra ungu dilaporkan dalam kajian ini. Komposit yang dihasilkan adalah daripada tandan kelapa sawit kosong (EFB) yang digunakan sebagai pengisi/penguat dan resin poliester tak tepu sebagai matriks. Proses pemulpaan yang digunakan ialah pemulpaan organosolv dimana EFB dirawat pada kepekatan NaOH yang berbeza. Kemudian, gentian EFB diubahsuai dengan glisidil metakrilat (GMA) pada peratus WPG yang berbeza dan seterusnya bod komposit dihasilkan dengan peratus kandungan EFB yang berbeza. Dalam pemulpaan organosolv, EFB yang dirawat pada kepekatan NaOH yang berbeza menunjukkan keputusan iaitu nombor Kappa menurun dengan peningkatan peratus NaOH. Komposit yang dihasilkan daripada gentian EFB terubahsuai GMA memaparkan sifat-sifat mekanikal (tensil, fleksural dan kekuatan hentaman) dan fizikal (penyerapan dan pembengkakan gentian) yang lebih baik berbanding komposit tanpa pengubahsuaian. Keputusan analisis termal menunjukkan suhu puncak yang lebih tinggi bagi gentian EFB yang terubahsuai GMA berbanding gentian EFB tanpa pengubahsuaian dan spektrometri ultra ungu (FTIR) bagi gentian terubahsuai GMA menunjukkan puncak-puncak kewujudan kumpulan GMA yang bercantum dengan OH pada gentian EFB. Bukti keserasian antara gentian EFB dan matriks yang terhasil dari pengubahsuaian GMA telah ditunjukkan oleh analisis mikroskop penskanan elektron. Secara keseluruhannya, sifat kekuatan mekanikal dan fizikal komposit menunjukkan penurunan dengan peningkatan % EFB. Dalam kajian ini, terdapat 2 faktor yang mempengaruhi sifat mekanikal komposit iaitu (a) penurunan penyerapan cahaya UV

(kehadiran lignin dalam gentian) (b) peningkatan keserasian gentian-matriks apabila gentian diubahsuai dengan GMA.

**THE EFFECT OF CHEMICAL MODIFICATION OF EMPTY FRUIT BUNCH
(EFB) ON THE PROPERTIES OF ULTRA-VIOLET RADIATION CURED
BIOFIBER EFB-UNSATURATED POLYESTER RESIN**

ABSTRACT

The development of bio-composites cured by ultra violet radiation is reported in this research. Composites were produced by using empty fruit bunch (EFB) as fiber reinforcement/filler and unsaturated polyester resin as the matrix. The pulping process employed was organosolv pulping in which the EFB was treated with different concentration of sodium hydroxide (NaOH) solution. The EFB pulp was chemically modified with glycidyl methacrylate (GMA) to different percentage of WPG and the composites were made with different percentage of fiber loading. Results showed that the Kappa number decreased with the increase of % NaOH in organosolv pulping. Composites which were made from modified EFB with GMA showed better mechanical properties (tensile, flexural and impact strength) and physical properties (absorption and thickness swelling) than those of untreated fibers. Thermal analysis showed higher endothermic peak for treated EFB and FTIR spectroscopy results showed band that proved the grafting reaction between GMA and OH from EFB fiber. Scanning electron microscopy (SEM) analysis showed the evidence of the enhancement of the compatibility between EFB-matrix. Overall, mechanical and physical properties decreased with the increase of % of fiber loading. It was believed that there were 2 factors affecting mechanical properties of the composites in this study; (a) reduction of UV radiation (caused by the presence of lignin in the fibres) (b) enhancement of compatibility between fiber-matrix of the modified fibers with GMA.

BAB 1

PENGENALAN

Penggunaan gentian semulajadi sebagai pengukuh dalam komposit polimer semakin mendapat perhatian dan telah digunakan untuk aplikasi teknikal dalam industri automotif dan pembungkusan. Sumber biojisim dari gentian semulajadi adalah sumber yang boleh diperbaharui dan boleh diperolehi dengan mudah pada harga yang murah berbanding gentian sintetik. Oleh itu, ia berpotensi menggantikan gentian sintetik yang memerlukan kos yang tinggi seperti gentian kaca, boron, Kevlar dan lain-lain lagi (Bledzki & Gasan, 1999). Gentian lignoselulosik digunakan sebagai pengganti kepada gentian kaca sebagai pengukuh dalam komposit semakin mendapat perhatian daripada para penyelidik. Hal ini adalah kerana gentian semulajadi ini menawarkan beberapa kelebihan berbanding penggunaan gentian kaca disebabkan oleh kosnya yang rendah, 'high performance/ nisbah berat', lebih ringan, mudah diproses, mempunyai permukaan kimia yang reaktif selain daripada dibuang atau dibakar sahaja sekiranya tidak digunakan (HPS Abdul Khalil *et al.*, 2001).

Salah satu bahan lignoselulosa yang penting dengan senario Malaysia adalah bahan buangan daripada minyak kelapa sawit. Salah satu sisa bahan buangan daripada industri tersebut adalah tandan kelapa sawit kosong (EFB). EFB dihasilkan sebagai bahan sampingan selepas biji kelapa sawit dikeluarkan daripada tandan untuk tujuan pengekstrakan minyak (Thomas *et al.*, 1997). Komponen-komponen daripada pokok kelapa sawit mempunyai beberapa potensi dalam pelbagai bidang seperti komposit komponen pokok kelapa sawit-plastik (Rozman *et al.*, 2001), komponen pokok kelapa sawit-getah (Ismail *et al.*, 2000), pulpa dan kertas. Dengan kelebihan yang ada pada gentian semulajadi, komposit diperkuat gentian semulajadi yang terdiri daripada termoset dan termoplastik giat dimajukan. Walaubagaimanapun, masa pemprosesan untuk pematangan in-situ adalah agak lama dan memerlukan jumlah

tenaga yang tinggi. Sistem pematangan yang biasa digunakan ialah sistem pematangan terma. Sistem tersebut memerlukan peralatan yang agak mahal seperti acuan dan penekan hidrolik.

Merujuk kepada tempoh masa pematangan yang panjang dan penggunaan tenaga yang tinggi dalam teknik penekan panas, kedua-dua keadaan ini boleh diatasi dengan menggunakan sistem pematangan ultra ungu. Sistem ini banyak digunakan dalam industri penglitupan permukaan terutamanya dalam industri kayu diikuti oleh industri percetakan, elektronik dan industri perekatan (Khairul Zaman *et. al.*, 1997). Sistem pematangan UV ini mempunyai kelebihan iaitu pemprosesan yang lebih murah kerana proses ini boleh dijalankan pada suhu bilik, tidak memerlukan masa yang panjang dan sumber sinaran yang digunakan juga lebih murah berbanding peralatan yang diperlukan bagi sistem pematangan pada suhu tinggi dan juga yang memerlukan 'post-cure' (Michael W. Boehm *et. al.*, 2002).

Merujuk kepada faktor-faktor yang mempengaruhi sifat-sifat komposit lignoselulosik-polimer, antara faktor yang penting ialah sifat antaramuka lignoselulosik-polimer. Sifat antaramuka didefinisikan sebagai bahagian peralihan dari satu fasa ke satu fasa yang lain. Sifat antaramuka menentukan mekanisme dan pemindahan tegangan di antara komponen dalam sistem komposit tersebut. Oleh itu, apabila wujudnya interaksi kimia antaramuka, sifat komposit tersebut dapat diperbaiki (Rials & Wolcott, 2001). Joseph *et. al.*, (1996), mengatakan bahawa gentian selulosa secara umumnya tidak serasi dengan polimer hidrokarbon disebabkan oleh sifat hidrofilik padanya. Maka beberapa rawatan boleh dilakukan untuk memperbaiki sifat perekatan antaramuka gentian-matriks. Felix *et. al.*, (1994) telah menjalankan kajian perawatan permukaan gentian selulosa dengan polipropilena terubahsuai maliek anhidrida. Selain itu, Raj *et. al.*, (1989) juga telah menjalankan beberapa rawatan iaitu dengan agen gandingan seperti silana dan isosianat.

Dalam kajian ini, teknik pematangan ultra-ungu akan digunakan untuk menghasilkan komposit lignoselulosik-polimer. Ia bertujuan untuk memendekkan masa pematangan dan menggunakan kelebihan-kelebihan yang ada pada pematangan jenis ini. Di samping itu, kajian ini juga akan menumpukan terhadap peningkatan interaksi antaramuka melalui pengubahsuaian kimia pada EFB. Dijangkakan melalui pengubahsuaian kimia ini, sifat-sifat fizikal dan mekanikal komposit akan meningkat.

1.1 Objektif Kajian

Objektif kajian ini adalah untuk mengkaji sifat-sifat mekanikal komposit resin poliester dengan gentian EFB yang telah diubahsuai sebagai penguat/ pengisi yang dimatangkan oleh sinaran UV. Tujuan kajian adalah seperti berikut;

- i. Menghasilkan komposit resin poliester dengan gentian EFB sebagai penguat yang dimatangkan oleh sinaran UV.
- ii. Menghasilkan komposit resin poliester dengan gentian EFB yang terubahsuai secara kimia yang dimatangkan oleh sinaran UV.
- iii. Mengkaji sifat-sifat fizikal dan mekanikal komposit resin poliester dengan gentian EFB dengan pengubahsuaian kimia dan tanpa pengubahsuaian kimia.
- iv. Mengkaji kesan kepekatan NaOH di dalam pemulpaan organosolv terhadap sifat-sifat komposit.

BAB 2

TINJAUAN LITERATUR

2.1 Sistem Pematangan Melibatkan Sinaran.

2.1.1 Pengenalan

Sistem pematangan yang melibatkan sinaran merujuk kepada proses penukaran cecair yang reaktif kepada pepejal yang mempunyai struktur paut-silang yang tinggi setelah didedahkan kepada sinaran terutamanya sinaran ultra ungu dan bim elektron (Bowling *et. al.*, 1996; Decker, 1993). Radiasi atau sinaran itu sendiri mempunyai sekurang-kurangnya tiga maksud yang berbeza dalam pelbagai konteks; (i) secara amnya, kesemua tenaga tersebar sebagai gelombang elektromagnetik atau partikel yang aktif seperti elektron dan ion, (ii) lebih terperinci adalah sebagai gelombang atau partikel iaitu unit asas (elementary units) yang membawa tenaga yang mencukupi untuk memecahkan ikatan kimia dan menyebabkan tindakbalas terus, agak berbeza daripada mana-mana kesan pemanasan; (iii) sinaran pengionan atau mendapat tenaga yang lebih banyak daripada cahaya ternampak atau sinaran ultra ungu (Senich & Florin, 1984).

Sistem pematangan sinaran boleh dibahagikan kepada sistem pematangan ultra ungu (UV), bim elektron (EB), inframerah, frekuensi radio, sinaran gamma dan gelombang mikro (Paul, 1996; Oldring *et. al.*, 1991). Walaubagaimanapun, sistem pematangan yang paling banyak digunakan dalam industri ialah sistem pematangan UV (Paul, 1996). Pematangan UV telah digunakan dengan meluas dalam industri terutamanya dalam pengeringan dakwat yang cepat, perekatan, penglitupan dan mikroelektronik (Mehnert, 1998).

2.1.2 Sistem Pematangan Ultra Ungu (UV).

Sistem pematangan UV mula diperkenalkan secara komersial pada awal tahun 1960-an di German (Dufour *et. al.*, 1991; Willard, 2000). Poliester tak tepu bersama stirena merupakan oligomer yang mula digunakan dalam proses kemasan permukaan kayu (Dufour *et. al.*, 1991; Gruber, 1998). Pada tahun 1960an, faktor pengurangan tenaga dan keperihatinan terhadap alam sekitar telah membawa kepada permintaan terhadap pembangunan teknologi pematangan radiasi atau sinaran (Oldring, 1991). Pada awal tahun 1970-an, oligomer yang berasaskan sistem akrilat mula digunakan untuk sistem pematangan UV (Koleske, 1997). Sistem akrilat tak tepu adalah lebih reaktif berbanding dengan poliester tak tepu. Sistem akrilat juga kurang berbau, kurang meruap dan tidak mudah terbakar (Dufour *et. al.*, 1991).

Kaedah sinaran ultra ungu (UV) dan elektron bim (EB) terhasil daripada tenaga cahaya. Sinaran UV dan EB kebanyakannya digunakan dalam industri untuk pematangan atau pemat-silangan penglitupan, dakwat dan perekat. Sebagai tenaga cahaya, ia dapat menukar cecair reaktif kepada pepejal dan tidak memerlukan tenaga pengcahayaan yang tinggi dalam sistem pemeruapan untuk menyingkirkan larutan atau air (Takavoli *et. al.*, 1997).

Pembentukan polimer dalam sistem pematangan UV melibatkan 2 jenis pempolimeran iaitu pempolimeran radikal bebas dan pempolimeran kationik. Kedua-dua pempolimeran tersebut melibatkan tiga peringkat dalam tindakbalas fotokimia (Price, 1995; Oldring *et. al.*, 1991);

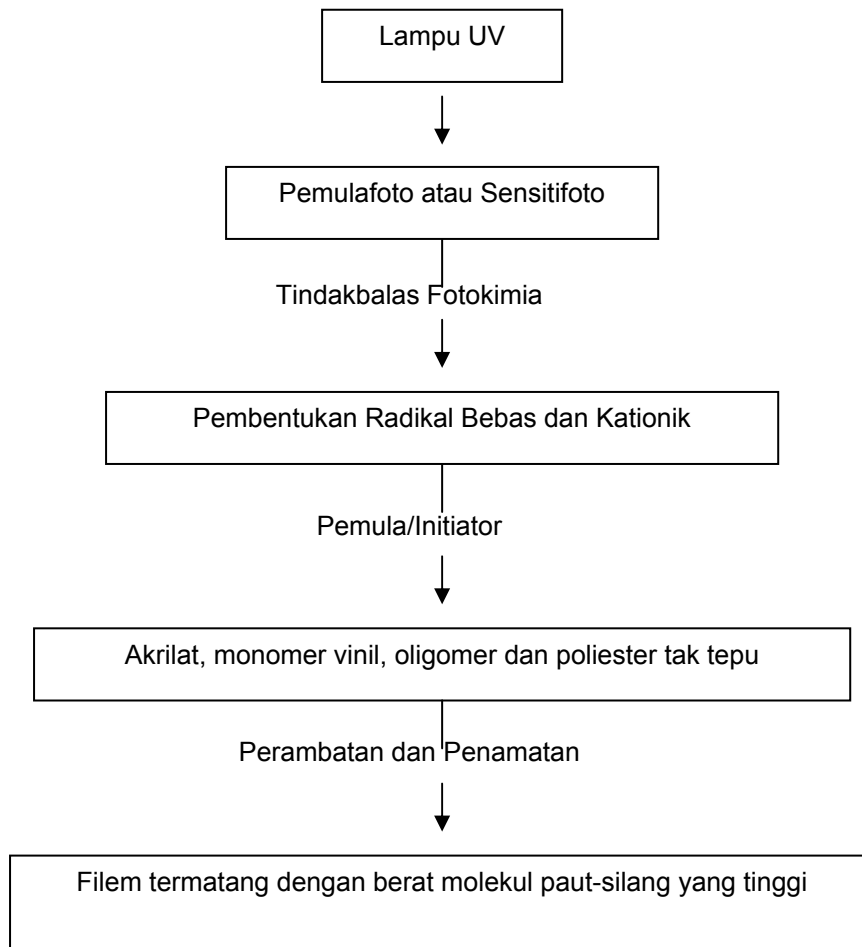
- 1) Penyerapan tenaga foton oleh molekul yang mempunyai kromofor untuk menyerap keadaan teruja.
- 2) Tindakbalas fotokimia primer yang melibatkan penyusunan semula konfigurasi elektron pada molekul teruja yang diaktifkan secara kimia atau elektrokimia.
- 3) Proses sekunder melibatkan penghasilan perantara yang terhasil daripada proses fotokimia primer.

Dalam kajian ini, pembentukan polimer dalam sistem UV yang digunakan adalah pemolimeran radikal bebas yang akan dibincangkan pada (Bahagian 2.1.2.2).

Dalam sistem pematangan UV, masa pematangan adalah bergantung kepada jumlah penembusan sinaran UV ke dalam suatu substrat (Oldring & Lowe, 1991). Lebih banyak cahaya yang mempunyai panjang gelombang yang sesuai dengan penyerapan pemulafoto, maka lebih banyak radikal bebas yang dihasilkan (Sharp, 1997). Sistem pematangan UV biasanya mengandungi oligomer, monomer, pemulafoto dan aditif (Sharp, 1997; Bowling *et. al.*, 1996; Joseph, 1991).

Dalam kebanyakan sinaran UV atau proses fotokimia cahaya, tenaga diserap daripada foton untuk membentuk keadaan bertenaga atau teruja. Keadaan teruja ini perlu menyingkirkan tenaga berlebihan untuk menjadi stabil dan ia boleh melibatkan penyinaran semula tenaga dan kaedah kedua ialah dengan tidak melibatkan penukaran tenaga radiasi. Dalam kedua-dua proses, keadaan teruja adalah saling penukaran antara satu sama lain ataupun keadaan asas 'ground state'. Proses ini boleh dipanggil sebagai proses fotofizikal. Secara amnya, kesan keseluruhan tenaga cahaya yang diserap ialah yang ditukarkan kepada cahaya (kepada panjang gelombang yang berbeza), pemanasan atau kepada komponen kimia reaktif yang berpotensi.

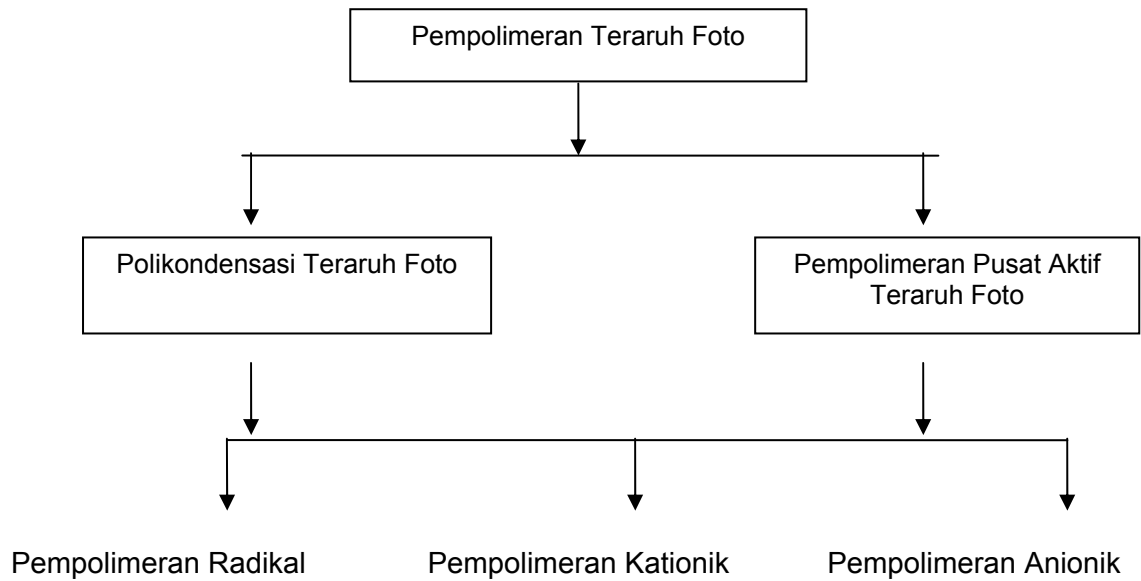
Oldring *et. al.*, (1991) telah memperkenalkan skematik sistem pematangan ultra ungu (UV) :



Rajah 2.1: Sistem Pematangan UV (Oldring *et. al.*, 1991)

Bagi penglitup, perekat ataupun dakwat yang termatang melalui kaedah pematangan melalui sinaran, ia mengandungi resin berberat molekul rendah atau sederhana (oligomer), monomer monofungsi atau multifungsi, aditif, pigmen dan dalam sistem pematangan UV, pemulafoto atau sensitifoto (Tavakoli, 1997). Menurut Joseph (1991), oligomer dalam sistem pematangan UV merupakan pra polimer yang mempunyai kumpulan ganda dua atau struktur yang berpotensi untuk mengalami pempolimeran radikal dan pempolimeran pembukaan gelang yang akhirnya membentuk rantai silang polimer. Monomer atau pelarut reaktif terdiri daripada monomer monofungsi atau monomer multifungsi yang membantu dalam menurunkan kelikatan dan ketumpatan paut-silang serta mempercepatkan masa pematangan (Bowling, 1996; Sharp, 1997).

Dua kelas utama dalam tindakbalas fotokimia yang diaplikasikan dalam penyediaan polimer ialah polikondensasi teraruh foto dan pempolimeran pusat aktif teraruh ditunjukkan pada Rajah 2.2. Terdapat banyak contoh polikondensasi teraruh foto (contohnya, pendimeran akrilketon dan akrilat) telah diketahui dan tindakbalas ini masih lagi kekal dalam teknologi fotoresist. Pempolimeran pusat aktif teraruh foto boleh dibahagikan kepada pempolimeran teraruh foto radikal, pempolimeran kationik dan pempolimeran anionik (Crivello, 1980).



Rajah 2.2: Pempolimeran teraruh foto (Crivello,1980)

2.1.2.1 Pemulafoto

Pemulafoto atau sistem pemulafoto boleh dikatakan sebagai molekul atau gabungan molekul di mana apabila didedahkan kepada sinaran akan memulakan pempolimeran pada kadar yang lebih cepat. Kebanyakan proses pemulafoto melibatkan proses uni atau bimolekul. Ini adalah berkait dengan kedua-keduanya iaitu bagi pemulafoto radikal bebas dan juga pemulafoto kationik (Oldring, 1991). Pemulafoto dikenali sebagai molekul yang menyerap tenaga, sama ada secara terus ataupun tidak daripada foton dan seterusnya memulakan pempolimeran (Bowling *et. al.* 1996; Oldring *et. al.*, 1991). Tenaga foton tipikal untuk foton UV adalah sekitar 5-100 eV dan pada proses ini ia hanya sekadar menguja molekul sahaja (Salleh *et. al.*, 2000).

Pemulafoto yang direka sama ada untuk digunakan dalam sistem kationik atau radikal haruslah memiliki sifat-sifat berikut: (Salthamer, 1996; Dietker, 1991; Decker, 1987).

- Keserasian dengan sistem kopolimer.
- Stabil secara kimia dan termalnya dalam keadaan gelap dan ketika disimpan.
- Memberi kesan yang sangat minimum atau tidak memberi kesan kepada sifat filem termatang.
- Mempunyai kebolehan sebagai pemula yang efisien.
- Secara amnya, pemulafoto adalah lebih mahal daripada monomer atau prapolimer.
- Keberkesanan kos untuk kegunaan komersial.
- Tiada kesan toksik dan bau.
- Mempunyai penyerapan yang kuat pada jarak gelombang yang tertentu bagi memastikan pematangan yang sempurna.

2.1.2.2 Sistem Pematangan Radikal.

Proses fotoinisiasi pempolimeran radikal bebas boleh dibahagikan kepada tiga peringkat (Price, 1995; Oldring *et. al.*, 1991; Pappas & McGrinniss, 1980).

- 1) Pembentukan kumpulan reaktif teruja yang memerlukan penyerapan cahaya. Proses ini mungkin melibatkan persilangan antara sistem.
- 2) Pembentukan pemula radikal melalui sama ada proses pengekstrakkan hidrogen atau fotorekahan.
- 3) Pemulaan pempolimeran melalui interaksi antara pemula radikal, monomer dan oligomer reaktif.

Dalam proses pembentukan molekul teruja, penyerapan tenaga cahaya oleh pemulafoto atau fotosensitif merupakan faktor yang sangat penting. Penyerapan ini ialah panjang gelombang yang diserap oleh pemulafoto adalah sama dengan panjang gelombang yang dipancarkan oleh sumber cahaya. Penyerapan oleh suatu substrat boleh ditentukan dengan menggunakan persamaan Lambert-Beer (Price, 1995; Oldring *et. al.*, 1991; Pappas & McGrinnis, 1980);

$$I = I_0 10^{-\epsilon \cdot c \cdot d} \text{ atau } OD = \log I_0/I = \epsilon \cdot c \cdot d \quad (1)$$

Dimana,

- I_0 = intensiti cahaya yang dipancar
- ϵ = koefisien penyerapan molar ($\text{cm}^{-1} \text{ Mol}^{-1}$)
- c = Kepekatan pemula dalam (M)
- d = Panjang gelombang optikal (cm)
- OD = Ketumpatan optikal.

Spektrum penyerapan oleh pemulafoto boleh diketahui dengan menggunakan spektrofotometer UV-cahaya nampak. Bacaan kadar penyerapan dan ketumpatan optik diperolehi melalui bacaan daripada alat tersebut, kemudiannya penyerapan molar (ϵ) dapat ditentukan melalui persamaan Lambert-Beer seperti di atas (Pappas & McGrinnis, 1980). Penyerapan maksimum dan penyerapan molar bergantung kepada pelarut yang digunakan (Oldring *et. al.*, 1991; Pappas & McGrinnis, 1980).

Terdapat dua faktor yang perlu diambil kira dalam proses penyerapan tenaga cahaya. Faktor pertama ialah emisi spektrum sumber cahaya, nilai ϵ adalah kadar penyerapan cahaya yang diserap. Walaubagaimanapun, penyerapan cahaya juga adalah bergantung kepada kepekatan cahaya yang dipancarkan. Faktor kedua ialah kedalaman penembusan cahaya dalam suatu substrat. Penyerapan molar adalah berkadar songsang dengan kedalaman penembusan ke dalam suatu substrat. Ini juga diperolehi melalui persamaan Lambert-Beer (Pappas & McGrinnis, 1980).

$$d = O.D/\epsilon.c \quad (2)$$

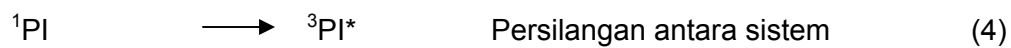
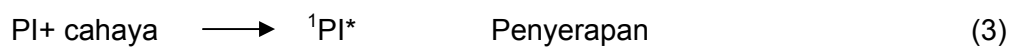
Kebanyakan cahaya pada panjang gelombang 250nm diserap dibahagian permukaan substrak, manakala cahaya pada panjang gelombang 350nm dapat menembusi bahagian dalam substrak. Bagi penyerapan cahaya yang berada pada jarak gelombang cahaya UV, penggunaan pemulafoto yang mempunyai banyak kumpulan penderma elektron pada kumpulan fenil dari kumpulan aril keton menghasilkan penyerapan yang tinggi. Bagi penyerapan cahaya yang mempunyai panjang gelombang antara sinaran UV dan cahaya nampak, penggunaan pemulafoto yang mempunyai kumpulan α -dikarbonil seperti benzil dan 9,10-phenanthrenequinone dapat menghasilkan penyerapan yang tinggi pada gelombang tersebut (Pappas & McGrinniss, 1980).

Apabila foton diserap oleh pemulafoto, ia akan dinaikkan kepada keadaan teruja (excited state). Pembentukan radikal berlaku pada keadaan triplet (triplet state). Transformasi segera dari keadaan singlet kepada keadaan triplet melalui persilangan antara sistem adalah keadaan yang diperlukan untuk menghasilkan bilangan radikal yang tinggi (Pappas & McGrinniss, 1980). Keadaan triplet mempunyai jangka masa hayat yang lebih panjang berbanding dengan keadaan singlet. Oleh itu, keadaan triplet adalah lebih stabil dan apabila mempunyai jangka masa hayat yang panjang, maka ia dapat bertindakbalas dengan molekul disekelilingnya dengan mudah dan seterusnya memulakan pempolimeran (Oldring *et. al.*, 1991).

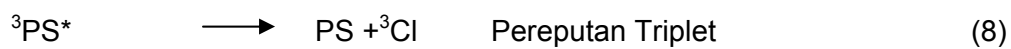
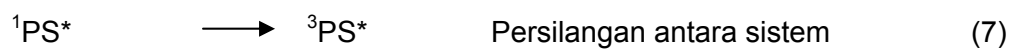
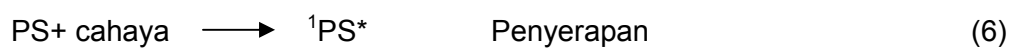
Kebanyakan pemulafoto yang digunakan dalam teknologi pematangan sinaran UV teraruh radikal bebas, kumpulan karbonil atau karbonil aktif adalah keadaan di mana melibatkan proses fotokimia primer. Terdapat beberapa cara keadaan teruja menghilangkan tenaganya dan sesetengahnya tidak membentuk pemulafoto. Tenaga

dihilangkan melalui proses fotofizikal ialah floresen dan fosforen dengan molekul teruja kembali kepada keadaan asalnya (ground state) (Oldring *et. al.*, 1991).

Persamaan bagi fenomena penyerapan cahaya oleh pemulafoto (PI) menghasilkan keadaan teruja adalah seperti Persamaan 3, persilangan antara sistem Persamaan 4 dan kehilangan tenaga melalui floresen dan fosforen Persamaan 5 iaitu (Pappas & McGinniss);

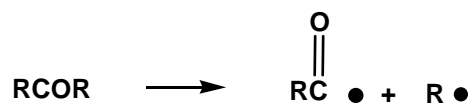


Persamaan bagi penyerapan cahaya oleh bahan sensitifoto (PS) dalam pembentukan keadaan teruja kimia Persamaan 6, persilangan antara sistem Persamaan 7 dan pemindahan tenaga pada keadaan triplet-triplet untuk menghasilkan keadaan teruja kimia ko-pemula (CI) Persamaan 8 adalah seperti berikut (Pappas & McGrinniss, 1980);



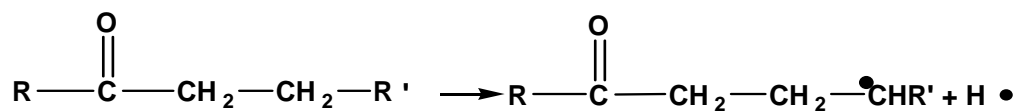
Sistem pemulafoto untuk pempolimeran radikal boleh diklasifikasikan kepada dua kumpulan utama iaitu penjanaan radikal dengan pengekstrakan hidrogen dan pembentukan radikal melalui proses rekahan foto (Pappas & McGrinnis, 1980).

Proses pembentukan radikal dengan rekahan foto berlaku apabila pengujaan molekul berlaku selepas penyerapan tenaga foton daripada sinaran UV. Sebatian karbonil aromatik merupakan sebatian yang mengalami pembelahan ikatan Norish jenis 1 (Norish Type 1) apabila didedahkan kepada sinaran UV. Tindakbalas jenis 1 mengalami pembelahan α -homolitik yang melibatkan karbonil dan karbon alfa yang bersebelahan (Price, 1995). Satu pasangan radikal akan terbentuk seperti di bawah (Price, 1995);



Pemulafoto jenis ini termasuklah benzoin eter, terbitan asetofenon, benzil ketal, alkilfosfin oksida dan hidroksilalkil fenon (Salleh, 2000).

Bagi Norish jenis 2 (Norish Type 2) pula melibatkan pengabstrakan hidrogen seperti berikut (Price, 1995);



Pemulafoto yang mengalami proses ini adalah benzofenon, Michler's keton, tiosanton, benzil dan quinon.

Fenomena yang berlaku dalam proses pembentukan radikal adalah pembentukan radikal Persamaan 11 mempunyai saingan dengan kehilangan tenaga molekul yang kembali kepada keadaan asal Persamaan 12 dan pelbagai proses pemadaman Persamaan 13 oleh oksigen ($Q = O_2$), radikal itu sendiri ($Q = PI$) dan monomer ($Q = M$) ditunjukkan di bawah (Pappas & McGinnis, 1980);



Pempolimeran foto Persamaan 15 perlu bersaing dengan percantuman pemula radikal Persamaan 15, tindakbalas antara radikal pemula dan oksigen Persamaan 16, tindakbalas perambatan Persamaan 17 bersaing dengan penambahan oksigen Persamaan 18 dan penamatan oleh radikal pemula Persamaan 19 untuk proses pematangan substrat (Pappas & McGinnis, 1980);



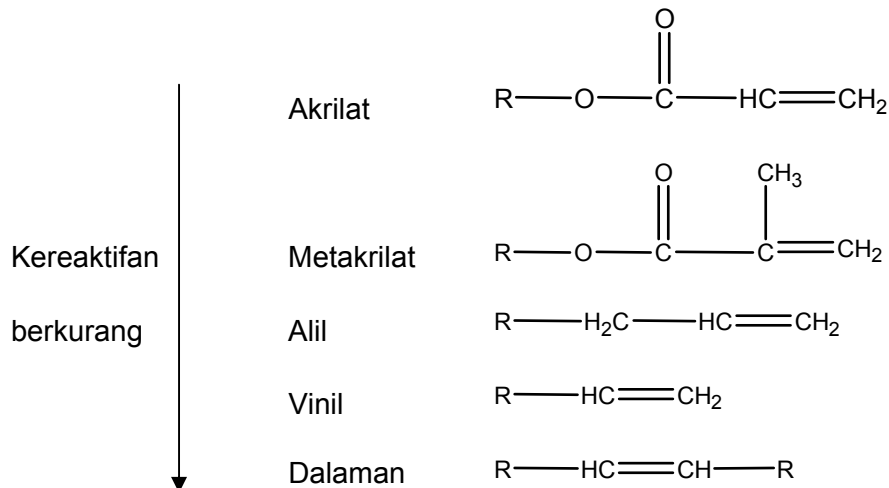
2.1.2.3 Oligomer

Oligomer ataupun pra polimer merupakan tulang belakang dalam sistem pematangan UV untuk penglitupan permukaan (Sharp *et. al.*, 1997). Sifat keseluruhan sama ada bagi pempolimeran penglitup, perekat atau dakwat ataupun pemaut-silangan daripada teknik sinaran adalah ditentukan oleh sifat oligomer yang digunakan dalam formulasi. Kebanyakan sistem pematangan sinaran adalah berasaskan oligomer yang mengandungi kumpulan berfungsi akrilat di mana ia boleh termatang oleh kedua-dua UV dan EB. Resin utama yang digunakan ialah epoksi akrilat, poliester, uretana dan silikon (Morris, 1984).

Pemilihan oligomer adalah bergantung kepada jenis pemulafoto yang digunakan iaitu sama ada kationik atau radikal. Oligomer untuk sistem radikal terdiri daripada tak tepu, pra polimer akrilat (uretana, epoksi, poliester, akrilat tak tepu) dan poliena/tiol (Salleh, 2001). Bagi sistem kationik pula, oligomer yang digunakan ialah sikloalifatik diepoksida, glisidil eter yang mempunyai rantai panjang alkohol, polibutadiena terepoksida, minyak soya terepoksida, epoksi novolek dan lain-lain resin yang mempunyai kumpulan epoksida (Salleh, 2001; Koleske, 1997).

Oligomer adalah bahan yang mempunyai berat molekul yang rendah atau tinggi dimana telah direka untuk memberi sifat-sifat yang diinginkan. Oligomer mempunyai berbagai berat molekul dari lebih kurang 400 hingga 7000. Proses pengakrilatan (akrilation) memberi atau menghasilkan kumpulan tak tepu atau kumpulan C=C pada penghujung oligomer. Setiap jenis oligomer akrilat memberi sifat spesifik kepada produk (Tavakoli *et. al.*, 1997).

Keberkesanan sesuatu pempolimeran dapat diperolehi dengan menggunakan oligomer yang mempunyai kefungsiakn akrilat (acrylate functionality) atau kurang pemanjangan, metakrilat, alil dan kefungsiakn vinil (vinyl functionalities) atau karbon-karbon yang mempunyai ikatan ganda dua. Kefungsiakn adalah seperti yang ditunjukkan pada Rajah 2.3 (Oldring, 1991).



Rajah 2.3: Jenis kefungsiakn kimia.

Poliester tak tepu merupakan oligomer yang mempunyai kos yang rendah. Ia mempunyai kadar pematangan yang rendah. Poliester tak tepu digunakan dengan meluas dalam penglitupan kayu pada kadar pematangan yang rendah dan tidak memberi masalah kepada proses tersebut (Bowling, 1996).

2.1.2.4 Monomer

Terdapat banyak monomer mono-, di- dan polifungsi yang boleh didapati secara komersial. Ia memerlukan pelarut untuk mengurangkan kelikatan formulasi campuran dan memulakan pematangan yang berterusan. Monomer atau pelarut reaktif berfungsi untuk mengurangkan kelikatan formulasi campuran supaya proses pematangan dapat ditingkatkan. Oleh itu, monomer akan mempengaruhi kadar pematangan, sifat mekanikal dan fizikal, kelikatan, bau dan kandungan toksid (Allan *et. al.*, 1991).

Monomer boleh dibahagikan kepada dua bahagian iaitu monofungsi dan multifungsi. Bagi monomer monofungsi, hanya mempunyai satu kumpulan reaktif atau struktur tak tepu (ikatan dubel). Ia membolehkan monomer bertindakbalas apabila didedahkan kepada tenaga cahaya dan bertukar kepada bahan termatang. Monomer monofungsi mempunyai kesan yang baik pada kelikatan, kebolehlenturan dan perekatan tetapi tindakbalas adalah lebih lambat (Tavakoli *et. al.*, 1997).

Bagi monomer multifungsi pula merujuk kepada monomer yang mempunyai dua atau lebih ikatan dubel yang berpotensi. Monomer multifungsi juga berperanan dalam mengurangkan kelikatan tetapi tujuan utama pemilihannya adalah untuk memperolehi filem yang boleh lentur, mempunyai ketumpatan paut-silang yang tinggi dan masa pematangan yang cepat (Allan *et. al.*, 1991).

Monomer yang baik ialah monomer yang tidak mudah meruap yang menyumbangkan kepada pembentukan pepejal paut-silang yang tinggi. Oleh itu, sistem pematangan UV tanpa menghasilkan bahan organik meruap dapat dibentuk (Allan *et. al.*, 1991). Contoh monomer pada kelikatan tertentu dan kesannya terhadap masa pematangan adalah seperti berikut (Bowling, 1996);

Jadual 2.1: Kesan kelikatan monomer terhadap masa pematangan (Bowling, 1996)

Monomer	Kelikatan (mPas)	Masa pematangan (M/min/lampu)
<i>Styrene</i>	1000	04
<i>Hydroxyethyl acrylate</i>	1180	20
<i>N-vinyl pyrrolidone</i>	1400	25
<i>1-6 hexanediol diacrylate</i>	2088	65
<i>Tripropyleneglycol diacrylate</i>	7550	35
<i>Trimethylopropane trimethacrylate</i>	10440	05
<i>Pentaerythritol triacrilate</i>	25000	35
<i>Trimethylopropane triacrylate</i>	25400	65

2.2 Komposit

Komposit boleh diterangkan sebagai bahan yang terbentuk apabila digabungkan dua atau lebih komponen bahan untuk menghasilkan sistem berbagai fasa yang mempunyai sifat fizikal yang berlainan dari yang asal. Komposit boleh dibahagikan kepada tiga kategori; partikulat (konkrit), gentian (poliester diperkuat gentian kaca) dan laminat (papan lapis) (Ismail *et. al.*, 2001). Menurut Stuart (1991), komposit boleh didefinisikan sebagai satu bahan yang terdiri daripada dua atau lebih komponen yang berlainan fasa. Komposit yang terhasil daripada campuran elemen dua atau lebih komponen (pengisi atau elemen pengukuhan dan pengikat matriks yang serasi) didapati mampu mencapai ciri-ciri dan sifat-sifat tertentu. Komposit terdiri dari sifat selanjar (matriks) dan fasa tidak selanjar (bahan pengukuh). Komponen termoplastik atau polimer digelar fasa matriks dan ia berfungsi untuk memegang komponen pengisi atau fasa penguat didalamnya.

2.2.1 Matriks

Menurut Richardson (1987), matriks adalah bahan yang memberi rupabentuk dan memegang bahan pengukuhan dalam komposit. Ia haruslah meliputi sekeliling pengisi dalam proses penghasilan komposit. Matriks berfungsi untuk memindahkan tegasan yang dikenakan kepada pengisi, memberi rupabentuk akhir komposit dan juga memegang pengisi atau agen pengukuh dalam komposit (Shwartz, 1996).

Dalam komposit polimer, matriks boleh dikategorikan kepada dua iaitu termoplastik dan termoset (Mallick, 1993). Termoplastik tidak mempunyai struktur paut-silang, maka sifat kekuatan dan kekakuannya disumbangkan oleh sifat unit monomer dan berat molekul (Hull & Clyne, 1996). Matriks termoplastik adalah polimer yang linear atau bercabang menjadi tegar apabila disejukkan dan menjadi lembut apabila dipanaskan. Contoh matriks termoplastik adalah polipropilena (PP), polietilena (PE) dan polivinilklorida (PVC) (Harper, 1992). Molekul dalam termoplastik terikat bersama

oleh ikatan sekunder (daya antara molekul) seperti ikatan Van der Waals dan ikatan hidrogen. Apabila termoplastik dikenakan haba dan tekanan, ikatan antara-molekul dalam pepejal termoplastik akan putus dan bergerak secara relatif ke tempat lain. Selepas disejukkan, ikatan sekunder yang baru akan terbentuk . Oleh itu, polimer termoplastik menjadi satu bahan yang boleh dilebur dan dibentuk semula beberapa kali (Mallick, 1993).

Dalam polimer termoset, resin yang berbentuk cecair boleh ditukar kepada pepejal yang keras dan rapuh melalui proses paut-silang kimia yang membentuk rantai polimer tiga dimensi (Brydon, 1995; Hull, 1981). Kebanyakan bahan polimer rantai termoset dipaut-silangkan melalui pempolimeran yang dicapai melalui pemanasan, tekanan atau dengan kehadiran mangkin. Ikatan kovalen kuat yang hadir di antara rantai memberikan kestabilan yang tinggi terhadap termal. Polimer tidak boleh berpatah balik resin dari berberat molekul rendah kepada jalinan polimer yang berpaut-silang (Azhar *et. al.*, 1992). Sifat mekanikal polimer termoset adalah bergantung kepada unit molekul yang membentuk rangkaian dan panjang unit molekul serta ketumpatan paut-silang (Hull, 1981).

Menurut Shwartz (1996), selain daripada kestabilan dimensi yang tinggi dan kerintangan terhadap suhu tinggi, polimer termoset juga mempunyai rintangan yang baik terhadap pelarut, disebabkan wujudnya struktur rintangan yang baik terhadap pelarut yang disebabkan oleh wujudnya struktur dimensi paut-silang. Sistem termoset yang utama ialah poliester tak tepu, epoksi dan fenolik. Poliester tak tepu merupakan matriks yang paling popular kerana ia mudah dikendalikan. Terdapat 85% plastik diperkukuh gentian (FRP) yang menggunakan poliester tak tepu. Pengisi ditambah untuk meningkatkan pengendalian, sifat pengacuan, sifat pematangan dan juga dapat mengurangkan kos (Saroja Devi *et. al.*, 1998).

2.2.1.1 Poliester Tak Tepu

Resin poliester tak tepu telah dikenali lebih daripada 100 tahun yang lalu. Pada peringkat awalnya, hanya pemula jenis radikal bebas digunakan untuk pematangan. Kemudiannya, barulah monomer jenis stirena digunakan untuk mempertingkatkan kadar proses sambung-silang untuk pematangan (Robert, 1982).

Pada masa kini, poliester tak tepu telah digunakan secara meluas dalam pembuatan komposit kerana ia mempunyai sifat-sifat mekanikal yang baik, harga yang murah dan kestabilan dimensi serta penebatan terhadap elektrik yang baik (Rosa *et. al.*, 2001; Shi & Ranby, 1994). Komposit daripada poliester tak tepu telah digunakan secara komersial dalam bidang angkasalepas, pembinaan, perabot dan industri pengangkutan (Sanchez *et. al.*, 1999; Shi & Randby, 1994).

Secara asasnya, komposisi poliester tak tepu terdiri daripada asid tepu, asid tak tepu dan glikol. Asid tak tepu berfungsi sebagai tapak untuk sambung-silang manakala asid tepu pula berfungsi sebagai penentu kepada darjah atau kepekatan asid tak tepu. Glikol berfungsi untuk menjalankan esterifikasi dan sebagai jambatan untuk menghubungkan asid-asid menjadi satu rantaian polimer. Bagi poliester pelbagai guna atau dikenali juga sebagai resin (orto) ftalik, ia dihasilkan dari asid ftalik, asid maleik dan juga propilena glikol. Maleik anhidrida menyediakan kumpulan vinil pada resin poliester, ftalik anhidrida dan propilena glikol pula sebagai penambah kepada rantai. Struktur aromatik pada ftalik anhidrida menjadikan rantai poliester lebih kaku dan serasi dengan monomer stirena (Jadhav *et. al.*, 1988).

Sifat poliester tak tepu yang termatang dipengaruhi oleh jenis dan nisbah asid dan glikol, berat molekul, taburan berat molekul, jenis kumpulan hujung, taburan unit ulangan dan ketidak tepuan (Abdel-Azim *et. al.*, 1995). Kadar tindakbalas pematangan adalah paling tinggi pada sistem poliester tak tepu–stirena yang mempunyai berat molekul yang tinggi (Liu *et. al.*, 1994).

Proses pematangan poliester tak tepu boleh dilakukan melalui tiga kaedah iaitu kaedah haba, sinaran dan suhu bilik. Dalam proses pematangan yang menggunakan haba, mangkin seperti organik peroksida atau bahan azo alifatik digunakan untuk memulakan pempolimeran dengan menghasilkan radikal bebas. Radikal bebas akan bertindakbalas dengan stirena dan memutuskan ikatan C=C. Radikal stirena akan menyerang bahagian tak tepu poliester untuk membentuk struktur paut-silang (Shi & Ranby, 1994; Mallick, 1993). Bagi yang memerlukan suhu tinggi, pematangan akan berlaku setelah suhu yang dikehendaki oleh pemangkin peroksida untuk terurai dikenakan. Sebaik sahaja radikal bebas terhasil, sambung-silang akan berlaku (Weatherhead, 1980). Bagi sistem pematangan yang menggunakan sinaran, proses pempolimeran poliester telah dibincangkan pada (Bahagian 2.1). Dalam proses pematangan pada suhu bilik pula, bahan organik peroksida seperti metil etil keton peroksida (MEKP) digunakan untuk menghasilkan radikal (Vilas *et. al.*, 2000). Tindakbalas pempolimerannya adalah sama dengan proses pematangan sinaran dan haba. Walaubagaimanapun, teknik pematangan pada suhu bilik ini mempunyai kelemahan kerana masa yang diperlukan adalah agak lama.