

**PENGARUH VARIASI TEKNIK POLIMERISASI DAN
VARIASI KONSENTRASI SURFAKTAN NATRIUM LAURIL SULFAT
TERHADAP UKURAN DAN DISTRIBUSI UKURAN PARTIKEL PADA
HOMOPOLIMER ETIL AKRILAT**

**ARIANI HIDAYAH
0304030073**



**UNIVERSITAS INDONESIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
DEPARTEMEN KIMIA
DEPOK
2008**

**PENGARUH VARIASI TEKNIK POLIMERISASI DAN
VARIASI KONSENTRASI SURFAKTAN NATRIUM LAURIL SULFAT
TERHADAP UKURAN DAN DISTRIBUSI UKURAN PARTIKEL PADA
HOMOPOLIMER ETIL AKRILAT**

**Skripsi ini diajukan sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains**

**Oleh:
ARIANI HIDAYAH
0304030073**



**DEPOK
2008**

SKRIPSI : PENGARUH VARIASI TEKNIK POLIMERISASI DAN
VARIASI KONSENTRASI SURFAKTAN NATRIUM LAURIL
SULFAT TERHADAP UKURAN DAN DISTRIBUSI UKURAN
PARTIKEL PADA HOMOPOLIMER ETIL AKRILAT

NAMA : ARIANI HIDAYAH

NPM : 0304030073

SKRIPSI INI TELAH DIPERIKSA DAN DISETUJUI

DEPOK, JULI 2008

Dr. EMIL BUDIANTO

PEMBIMBING

Tanggal Lulus Ujian Sidang Sarjana :

Penguji I :

Penguji II :

Penguji III :

Skripsi ini kupersembahkan untuk abby dan ummy tersayang

Terima kasih atas cinta dan kasih yang tulus

Terima kasih atas segala dukungan dan kepercayaan yang telah diberikan,

Serta doa yang tak pernah berhenti mengalir



"...Ingatlah, hanya dengan mengingat ALLAH hati menjadi tenang" (Ar-Ra'du : 28)

"...Ingatlah, sesungguhnya pertolongan ALLAH itu dekat" (Al-Baqoroh :214)

ABSTRAK

Tujuan dari penelitian ini adalah mencari kondisi optimum untuk menghasilkan homopolimer emulsi etil akrilat (PEA) dengan ukuran partikel berkisar 100 nm dengan distribusi ukuran partikel yang monodispers dan persen konversi yang tinggi. Optimasi PEA dilakukan dengan memvariasikan konsentrasi surfaktan *sodium lauryl sulfate* (SLS) yaitu 0,5 CMC, 1 CMC, 3 CMC dan 5 CMC, dan variasi teknik polimerisasi yaitu semikontinu, *batch*, *shot* 10%, dan *seeding* 10%. Konsentrasi monomer etil akrilat (EA) dan inisiator ammonium persulfat (APS) dibuat konstan, yaitu konsentrasi EA sebesar 18,38% dari total berat bahan, dan konsentrasi APS sebesar 3% dari total berat monomer yang digunakan. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi optimum berupa ukuran partikel sebesar 120,5 nm dengan distribusi ukuran partikel yang monodispers (PDI 0,053) dan persen konversi yang tinggi (93,3%) pada konsentrasi 5 CMC SLS dengan teknik semikontinu. Data spektrum IR dan suhu transisi gelas memperkuat bukti telah terjadi polimerisasi.

Kata Kunci : amonium persulfat, etil akrilat, monodispers, polimerisasi emulsi, *sodium lauryl sulfate*, ukuran partikel

xiv + 82 hlm.; gbr.; lamp.; tab.;

Bibliografi: 21 (1961 - 2007)

KATA PENGANTAR

Yaa Haadiy, Yaa Waliyy, Yaa Khobiir, Yaa Lathiif...Alhamdulillah, syukur tak terhingga penulis persembahkan kepada Allah SWT, Tuhan semesta alam yang dengan kuasa, kehendak, kasih sayang, dan petunjuk-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi ini tepat pada waktunya. Kepada Rasulullaah SAW yang dengan cinta dan bimbingannya hingga sampai detik ini penulis dapat menikmati indahny hidup dengan iman dan islam.

Terima kasih penulis ucapkan kepada aby dan ummy atas ajaran bahwa kita harus selalu bersyukur dan yakin pada-Nya. Kakak-kakakku (Kak Din, Kak Anjik, Mba'Iting, Mba'Lis, Mba'Isti, mba'Ririn) atas doa, dukungan dan bantuan yang tak akan pernah tergantikan. Kak Hani, atas ketulusan bakti sampai detik ini hingga rela berkorban dan menjalankan kewajiban yang tak bisa kutunaikan. Kakak-kakak iparku (Mba'Yuli, Mba'Diyah, Mas Hud, Mas Tadin, Mas Yusuf) atas pengertiannya. Syifa', Syahiid, Syuuhud, Diqi dan keponakanku yang lain atas keceriaan yang telah diberikan.

Kepada Bpk. Dr. Emil Budiarto selaku Pembimbing Penelitian atas motivasi, kesabaran, pengertian, dan bantuan yang telah diberikan selama penelitian hingga terwujudnya skripsi ini, juga atas ajaran tentang kedisiplinan dan kejujuran. Ibu Dra. Helmiyati atas segala bantuan selama penelitian, Bpk. Dr. Yoki Yulizar (Pembimbing Akademik), Bpk. Dr. Ridla Bakri (Ketua Departemen Kimia), Ibu Dra. Tresye Utari (koordinator penelitian) atas

segala bantuan sehingga memperlancar proses penelitian, dan seluruh dosen KIMIA yang telah mengajarkan begitu banyak hal.

Kepada Bpk. Dr. Nurudin Budiman, Bpk. Dedi Juniardi (PT. Clariant Indonesia), Bpk. Heru Santoso, Ibu Candra Liza (STP) yang telah membantu proses karakterisasi. Pak Amin, Pak Hedi, Teh ina, Teh Cucu, Pak Mardji, Pak Parno (Fisika UI) yang telah membantu kelancaran penelitian.

Kepada Teman-teman '04 : Ami, Kurnia, Atri, Citra, Janti (Tim Polimer '08), Iman, teman-teman lantai 3 (Atul, Opik, Ratna, Farida, Nur, Hamim, Bernat, Natali, Lany, Basit), teman-teman lantai 4 (Ima, Kiki, Fitri, Eka, Niezha, Tya, Isal, Vero, Irwan, Danar, Wahid), Ridlo, dan teman-teman '04 yang lain atas kebersamaan, doa, dukungan, bantuan, dan kenangan indah yang diberikan. Kakak-kakak '03 : kak Umi atas bantuannya sejak awal perkuliahan, kak Arin dan semua Tim Polimer terdahulu yang telah banyak membantu. Adik-adik '05 dan '06, terima kasih untuk motivasinya.

Kepada sahabat-sahabat di aksel SMA MUH1 dan SMP MUH2 Jogja, serta Bapak Ibu guru atas hubungan baik yang terjalin, doa dan dukungan yang sangat berarti. Mba'Narti, Mba'Warni, Bu Eni, Mba'Nunik, Mba'Wati, Mba'Widya, Mba'Ana, Bu Rodemah, Mba'Yani, dan adik-adik KT'07 (Aditha, fitri, nia, thika), terima kasih untuk segalanya.

Akhir kata, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua pihak. Dan mohon maaf jika masih banyak kekurangan.

Penulis

2008

DAFTAR ISI

| | |
|---|-------------|
| KATA PENGANTAR..... | i |
| ABSTRAK..... | iii |
| DAFTAR ISI..... | v |
| DAFTAR GAMBAR..... | ix |
| DAFTAR TABEL..... | xi |
| DAFTAR LAMPIRAN..... | xiii |
| | |
| BAB I PENDAHULUAN..... | 1 |
| 1.1 Latar Belakang Masalah..... | 1 |
| 1.2 Penelitian Sebelumnya..... | 2 |
| 1.3 Perumusan Masalah..... | 4 |
| 1.4 Tujuan Penelitian..... | 5 |
| 1.5 Hipotesis..... | 6 |
| | |
| BAB II TINJAUAN PUSTAKA..... | 7 |
| 2.1 Tinjauan Umum Mengenai Polimer dan Polimerisasi..... | 7 |
| 2.2 Polimer Emulsi..... | 8 |
| 2.2.1 Definisi Polimer Emulsi..... | 8 |
| 2.2.2 Komponen dalam Polimer Emulsi..... | 8 |
| 2.2.2.1 Monomer..... | 9 |
| 2.2.2.2 Air..... | 11 |

| | | |
|----------------|--|-----------|
| 2.2.2.3 | Surfaktan..... | 11 |
| 2.2.2.4 | Inisiator..... | 14 |
| 2.2.3 | Mekanisme Polimerisasi Emulsi..... | 16 |
| 2.2.4 | Teknik Polimerisasi Emulsi..... | 19 |
| 2.2.4.1 | Polimerisasi metode Kontinu..... | 19 |
| 2.2.4.2 | Polimerisasi metode Semikontinu..... | 19 |
| 2.2.4.3 | Polimerisasi metode <i>Batch</i> | 19 |
| 2.2.4.4 | Polimerisasi metode Semibatch..... | 20 |
| 2.2.4.5 | Polimerisasi metode <i>Seeding</i> | 20 |
| 2.2.5 | Karakterisasi Polimer Emulsi..... | 20 |
| 2.2.5.1 | Kandungan padatan (solid content)..... | 20 |
| 2.2.5.2 | Kekentalan (viskositas)..... | 21 |
| 2.2.5.3 | Ukuran dan distribusi ukuran partikel..... | 21 |
| BAB III | METODE PENELITIAN..... | 23 |
| 3.1 | Alat dan Bahan..... | 23 |
| 3.1.1 | Alat yang Digunakan..... | 23 |
| 3.1.2 | Bahan yang Digunakan..... | 24 |
| 3.2 | Formulasi dan Bagan Alir Polimerisasi..... | 24 |
| 3.2.1 | Formula yang digunakan..... | 24 |
| 3.2.2 | Bagan Alir Polimerisasi..... | 25 |
| 3.3 | Teknik Polimerisasi yang Digunakan..... | 26 |
| 3.3.1 | Teknik Semikontinu..... | 26 |

| | | |
|---------------|--|-----------|
| 3.3.2 | Teknik Shot 10%..... | 27 |
| 3.3.3 | Teknik Batch | 28 |
| 3.3.4 | Teknik Seeding 10%..... | 28 |
| 3.4 | Metode Pengujian Hasil Polimerisasi..... | 30 |
| 3.4.1 | Kandungan Padatan (ASTM D 4456)..... | 30 |
| 3.4.2 | Kekentalan (Metode Brookfield RVT)..... | 30 |
| 3.4.3 | Ukuran Partikel dan Distribusi Ukuran Partikel..... | 31 |
| 3.4.4 | Pengukuran Spektrum IR..... | 31 |
| 3.4.5 | Pengukuran menggunakan DSC | 32 |
| 3.4.6 | Penentuan pH..... | 32 |
| BAB IV | HASIL DAN PEMBAHASAN | 33 |
| 4.1 | Proses Polimerisasi | 33 |
| 4.2 | Pengaruh Konsentrasi Surfaktan SLS pada Homopolimer Etil Akrilat..... | 43 |
| 4.2.1 | Pengaruh Konsentrasi Surfaktan SLS terhadap Persen Konversi..... | 44 |
| 4.2.2 | Pengaruh Konsentrasi Surfaktan SLS terhadap Viskositas Larutan Polimer..... | 47 |
| 4.2.3 | Pengaruh Konsentrasi Surfaktan SLS terhadap Ukuran Partikel dan Distribusi Ukuran Partikel..... | 51 |
| 4.3 | Pengaruh Teknik Polimerisasi pada Homopolimer Etil Akrilat..... | 54 |

| | | |
|--------------|---|-----------|
| 4.3.1 | Pengaruh Teknik Polimerisasi terhadap Persen Konversi, Ukuran Partikel, Berat Molekul Dan Distribusi Ukuran Partikel..... | 54 |
| 4.3.2 | Pengaruh Teknik Polimerisasi terhadap Viskositas Larutan Polimer..... | 62 |
| BAB V | KESIMPULAN | 65 |
| | DAFTAR PUSTAKA..... | 67 |
| | LAMPIRAN..... | 70 |

DAFTAR GAMBAR

| | | |
|-------------|---|----|
| Gambar 2.1 | Rumus molekul etil akrilat..... | 7 |
| Gambar 2.2 | Komponen dalam polimerisasi emulsi..... | 9 |
| Gambar 2.3 | Pembentukan misel saat konsentrasi SLS di atas CMC..... | 12 |
| Gambar 2.4 | Struktur sodium lauril sulfat..... | 13 |
| Gambar 2.5 | Mekanisme dekomposisi persulfat di dalam air..... | 14 |
| Gambar 2.6 | Struktur amonium persulfat..... | 15 |
| Gambar 2.7 | Tahapan mekanisme polimerisasi emulsi menurut Harkins-Russian..... | 16 |
| Gambar 2.8 | Interval dalam polimerisasi emulsi menurut Harkins..... | 18 |
| Gambar 2.9 | Tahapan terbentuknya lateks polimer..... | 18 |
| Gambar 2.10 | Distribusi ukuran partikel (a) polidispers (b) monodispers..... | 22 |
| Gambar 3.1 | Reaktor skala laboratorium yang digunakan..... | 23 |
| Gambar 3.2 | Bagan Alir Polimerisasi..... | 25 |
| Gambar 3.3 | Bagan Alir Percobaan Teknik Semikontinu..... | 26 |
| Gambar 3.4 | Bagan Alir Percobaan Teknik Shot 10%..... | 27 |
| Gambar 3.5 | Bagan Alir Percobaan Teknik Batch..... | 28 |
| Gambar 3.6 | Bagan Alir Percobaan Teknik Seeding 10%..... | 29 |
| Gambar 4.1 | Produk polimer emulsi..... | 34 |
| Gambar 4.2 | Tahap inisiasi dan propagasi dalam polimerisasi etil akrilat dengan inisiator termal ammonium persulfat..... | 37 |

| | | |
|-------------|--|----|
| Gambar 4.3 | Tahap terminasi secara (a) kombinasi dan (b) disporposionasi..... | 39 |
| Gambar 4.4 | Perubahan struktur setelah terjadi polimerisasi..... | 41 |
| Gambar 4.5 | Grafik pengaruh konsentrasi surfaktan terhadap persen konversi pada masing-masing teknik polimerisasi..... | 45 |
| Gambar 4.6 | Grafik pengaruh konsentrasi surfaktan terhadap viskositas polimer pada masing-masing teknik polimerisasi..... | 49 |
| Gambar 4.7 | Grafik perbandingan data ukuran partikel dengan penelitian sebelumnya..... | 51 |
| Gambar 4.8 | Grafik perbandingan data distribusi ukuran partikel dengan penelitian sebelumnya..... | 53 |
| Gambar 4.9 | Grafik pengaruh teknik polimerisasi terhadap persen Konversi, ukuran partikel dan PDI pada konsentrasi SLS 5 CMC | 55 |
| Gambar 4.10 | Grafik perbandingan nilai PDI dengan penelitian sebelumnya..... | 60 |
| Gambar 4.11 | Grafik pengaruh teknik polimerisasi terhadap viskositas, ukuran partikel, persen konversi, dan PDI pada konsentrasi SLS 5 CMC..... | 62 |

DAFTAR TABEL

| | | |
|-----------|--|----|
| Tabel 2.1 | Spesifikasi etil akrilat..... | 10 |
| Tabel 2.2 | Spesifikasi sodium lauril sulfat..... | 13 |
| Tabel 2.3 | Spesifikasi inisiator APS..... | 15 |
| Tabel 4.1 | Hasil karakterisasi larutan homopolimer etil akrilat..... | 35 |
| Tabel 4.2 | Data waktu paruh ammonium persulfat pada beberapa suhu..... | 36 |
| Tabel 4.3 | Bilangan gelombang IR yang muncul. | 41 |
| Tabel 4.4 | Data nilai persen konversi dan viskositas untuk masing- masing variasi konsentrasi SLS dan teknik polimerisasi..... | 50 |
| Tabel 4.5 | Data perbandingan ukuran partikel dan PDI dengan penelitian sebelumnya..... | 53 |

DAFTAR LAMPIRAN

| | | |
|-------------|---|----|
| LAMPIRAN 1 | Formula Polimeriasi..... | 72 |
| LAMPIRAN 2 | Perhitungan Kandungan Padatan Teoritis..... | 74 |
| LAMPIRAN 3 | Ukuran Partikel, Indeks Polidispersitas dan Berat Molekul Rata-rata Homopolimer Etil Akrilat pada 5 CMC SLS dengan Teknik <i>Batch</i> | 75 |
| LAMPIRAN 4 | Ukuran Partikel, Indeks Polidispersitas dan Berat Molekul Rata-rata Homopolimer Etil Akrilat pada 5 CMC SLS dengan Teknik Semikontinu..... | 76 |
| LAMPIRAN 5 | Ukuran Partikel, Indeks Polidispersitas dan Berat Molekul Rata-rata Homopolimer Etil Akrilat pada 5 CMC SLS dengan Teknik <i>Shot</i> 10%..... | 77 |
| LAMPIRAN 6 | Ukuran Partikel, Indeks Polidispersitas dan Berat Molekul Rata-rata Homopolimer Etil Akrilat pada 5 CMC SLS dengan Teknik <i>Seeding</i> 10%..... | 78 |
| LAMPIRAN 7 | Spektrum FTIR Standar Monomer Etil Akrilat..... | 79 |
| LAMPIRAN 8 | Spektrum FTIR Standar Poli(Etil Akrilat) | 80 |
| LAMPIRAN 9 | Spektrum FTIR Poli(Etil Akrilat) pada 5 CMC SLS dengan Teknik <i>Seeding</i> 10%..... | 81 |
| LAMPIRAN 10 | Kurva DSC Poli(Etil Arilat) pada 5 CMC SLS dengan Teknik Semikontinu..... | 82 |

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Masalah

Zat kimia pewarna telah menjadi bagian penting di dalam industri kimia sejak 100 tahun yang lalu. Pewarna banyak digunakan diantaranya dalam industri tekstil, kosmetik, makanan, cat, pelapis (*coating*), kertas kulit, otomotif dan plastik. Zat warna yang digunakan umumnya adalah bahan kimia yang mengandung gugus kromofor yaitu ikatan rangkap terkonjugasi yang mengabsorpsi radiasi pada daerah sinar tampak. Zat warna juga dapat dihasilkan melalui pendekatan fisika dengan cara refleksi selektif. Efek ini dapat diamati pada lapis tipis minyak diatas air, pada sayap kupu-kupu, dan pada batuan opal alami yang merupakan model paling sesuai untuk refleksi cahaya yang sangat kuat^[1,2].

Produk-produk polimer emulsi merupakan bahan yang banyak digunakan dalam kehidupan sehari-hari dan dalam berbagai jenis sektor industri. Salah satu contoh yang biasa dikenal adalah poli(vinil asetat) atau disebut juga lem putih yang digunakan sebagai lem kayu dan kertas. Dalam industri tekstil berbagai macam emulsi digunakan dalam proses pengkajian (*sizing*), pencapan (*printing*), dan penyempurnaan (*finishing*). Dalam industri cat tembok berbagai macam polimer emulsi juga digunakan sebagai pengikat dan pengental. Polimer emulsi digunakan sebagai perekat dalam industri kayu lapis dan pengerjaan *furniture*^[3].

Polimer merupakan material yang menjanjikan untuk kreasi efek warna opal dengan tujuan aplikasi *coating*. Kondisi yang diperlukan untuk mensintesa polimer opaline tersebut sangat ketat, misalnya pada polimerisasi *core shell*, ukuran partikel harus sangat monodispers^[4] dan ukuran partikel polimer harus berkisar antara 200-300 nm. Pada saat ini metode yang menarik digunakan untuk menghasilkan partikel polimer yang monodispers adalah menggunakan metode polimerisasi emulsi, dimana pada metode ini dimungkinkan untuk mengontrol bentuk dari partikel polimer yang akan dihasilkan^[5]. Kondisi pada teknik polimerisasi emulsi dapat divariasikan, karena tersedia bermacam monomer, inisiator, surfaktan, bahkan teknik polimerisasi yang dapat digunakan.

1.2 Penelitian Sebelumnya

Karena kelarutannya dalam air yang cukup besar, pada polimerisasi yang menggunakan persulfat sebagai inisiator dan monomer etil akrilat (EA) dimulai dalam fasa air, dan harus dihasilkan lebih banyak radikal oligomer (dengan penambahan inisiator) hingga mencapai panjang rantai kritis^[6] dimana kelarutan amonium persulfat (APS) dalam air 620 gram/liter dan kelarutan EA dalam air 1,5 gram/100 gram H₂O. Nitri Arinda^[7] dalam tulisannya menjelaskan teori yang dikemukakan oleh Fitch dan Tsai tentang mekanisme polimerisasi menggunakan inisiator yang larut air, dimana saat inisiator dilarutkan dalam air maka radikal akan bertumbukan dengan monomer dan berpropagasi di dalam larutan. Setelah oligomer-oligomer

tersebut mencapai panjang rantai kritis dan bersifat hidrofobik maka oligomer tersebut masuk ke dalam misel dan selanjutnya mengalami terminasi.

Irja Piirma^[6] menuliskan tentang kinetika polimerisasi monomer akrilat polar menggunakan EA, inisiator termal APS dan surfaktan *sodium lauryl sulfate* (SLS). Didapatkan hasil bahwa jumlah partikel dan laju polimerisasi bertambah dengan bertambahnya konsentrasi surfaktan. Juga dituliskan mengenai perbedaan kinetika polimerisasi pada polimerisasi dengan monomer yang berbeda kepolaran yang diilustrasikan dengan polimerisasi metil akrilat (MA) dan butil metakrilat (BMA) pada beberapa variasi konsentrasi surfaktan *sodium alkylsulfonate* ($C_{15}H_{31}SO_3Na$). Fakta bahwa kelarutan monomer dalam air berbeda-beda adalah karena perbedaan kepolarannya. Snuparek *et al*^[8], menjelaskan bahwa kepolaran monomer, jenis dan konsentrasi surfaktan, inisiator, dan waktu polimerisasi sangat mempengaruhi ukuran partikel yang terbentuk. Capek^[9] menjelaskan bahwa emulsifier berperan dalam pembentukan dan kestabilan partikel.

Peneliti lain, Ruhl, T dkk^[4] menggunakan EA dan BA, yang merupakan monomer lunak, sehingga akan menghasilkan suatu elastomer. Jadi jika dipanaskan pada suhu yang tinggi, PEA atau PBA akan mengalir/meleleh seperti halnya polimer lainnya yang meleleh. Polimerisasi dilakukan dengan menggunakan surfaktan SLS dengan inisiator redoks.

Nitri Arinda^[7] di Departemen Kimia FMIPA UI juga telah melakukan penelitian dengan tujuan untuk menentukan kondisi optimum homopolimerisasi EA yang berupa ukuran partikel berkisar 100 nm dengan

distribusi ukuran partikel monodispers dan mendapatkan *solid content* yang tinggi. Optimasi PEA dilakukan dengan memvariasikan konsentrasi surfaktan (0,5 CMC, 2 CMC, 5 CMC, 10 CMC, dan 20 CMC SLS), variasi konsentrasi inisiator APS (1%, 2%, dan 3% dari berat monomer), variasi teknik polimerisasi (semikontinu, *batch*, dan *seeding*), dan variasi waktu *feeding* (3 dan 5 jam). Dari berbagai variasi yang dilakukan, maka diperoleh ukuran partikel 123 nm pada teknik *batch* 20 CMC SLS dan 3% APS dari berat monomer dengan waktu polimerisasi 5 jam, tetapi distribusi ukuran partikel masih bersifat polidispers (PDI 0,232).

1.3 Perumusan Masalah

Penelitian ini merupakan pengembangan penelitian homopolimerisasi yang telah dilakukan oleh Nitri Arinda^[7]. Pada penelitian sebelumnya didapatkan hasil untuk teknik *batch* ukuran partikel sebesar 123 nm, dengan persen konversi 95,80 % tetapi distribusi ukuran partikelnya masih polidispers (0,232), sedangkan untuk teknik semikontinu dan *seeding* 10% dihasilkan distribusi ukuran partikel yang monodispers (0,105 dan 0,121), tetapi ukuran partikelnya masih terlalu kecil (40,26 nm dan 62,21 nm).

Pada penelitian kali ini akan dilakukan variasi teknik polimerisasi dan variasi konsentrasi surfaktan karena pada penelitian sebelumnya telah didapatkan kondisi optimum untuk konsentrasi inisiator APS, yaitu 3% dari berat monomer yang menghasilkan persen konversi dan ukuran partikelnya lebih besar dibandingkan dengan variasi konsentrasi inisiator yang lain,

selain itu juga dihasilkan distribusi ukuran partikel yang monodispers. Pertimbangan lain tidak digunakannya konsentrasi APS yang lebih tinggi adalah karena jika konsentrasi inisiator terlalu tinggi dikhawatirkan dapat memicu pembentukan *secondary nucleation* sehingga distribusi ukuran partikelnya menjadi multimodal.

Pada penelitian ini teknik polimerisasi yang digunakan adalah teknik semikontinu, *shot* 10%, *batch*, dan *seeding* 10%. Sedangkan variasi konsentrasi surfaktan SLS diturunkan dengan tujuan agar didapatkan ukuran partikel yang lebih besar (sekitar 100 nm) dengan persen konversi yang tinggi.

1.4 Tujuan Penelitian

Pada penelitian ini akan disintesis suatu homopolimer emulsi Poli(etil akrilat). Beberapa variasi dalam formula akan dilakukan dan pengaruh dari perubahan-perubahan tersebut terhadap ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel akan diketahui melalui proses karakterisasi. Penelitian ini diharapkan akan memberikan data-data bagaimana pengaruh perubahan konsentrasi surfaktan SLS dan teknik polimerisasi yang digunakan terhadap sifat emulsi polimer sehingga pada kelanjutannya dapat diperoleh suatu data yang memberikan tuntunan pada saat mensintesis emulsi polimer dengan sifat-sifat tertentu. Hasil yang diharapkan adalah persen konversi yang tinggi dan ukuran partikel sekitar 100 nm serta bersifat monodispers.

1.5 Hipotesis

Optimasi etil akrilat yang merupakan monomer lunak (mempunyai $T_g - 22^\circ\text{C}$) dengan menggunakan variasi konsentrasi surfaktan SLS yang lebih kecil (0,5 CMC, 1 CMC, 3 CMC, 5 CMC) dapat menghasilkan homopolimer dengan ukuran partikel yang lebih besar dengan nilai persen konversi yang tinggi dan distribusi ukuran yang monodispers.



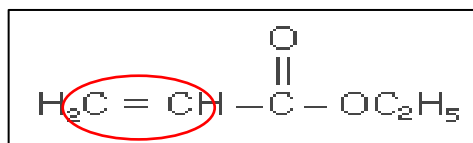
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tinjauan Umum Mengenai Polimer dan Polimerisasi^[3]

Polimer adalah molekul yang memiliki massa molekul besar yang dibangun secara berulang dari struktur kimia yang sama, unit berulang ini disebut monomer dan dengan demikian berat molekul bertambah besar selama reaksi polimerisasi berlangsung. Reaksi akan terus berlangsung sampai hampir semua pereaksi digunakan.

Berdasarkan polimerisasinya, polimer dibagi dalam dua kategori yaitu polimerisasi adisi (reaksi rantai) dan kondensasi (reaksi tahap). Pada polimerisasi kondensasi akan terbentuk polimer yang mengandung jumlah atom-atom yang lebih sedikit karena terbentuk produk samping selama proses plimerisasi. Pada polimerisasi adisi, pembawa rantai dapat berupa ion (biasa disebut polimerisasi ionik) atau substansi aktif berupa radikal bebas (biasa disebut polimerisasi radikal bebas). Radikal bebas ini dapat terbentuk melalui dekomposisi material yang tidak stabil yang disebut inisiator. Radikal bebas memiliki kemampuan untuk melepaskan ikatan rangkap, misalnya pada monomer vinil.



Gambar 2.1 Rumus molekul etil akrilat

Tahapan yang dilalui dalam polimerisasi adisi yaitu mekanisme radikal bebas diawali oleh proses inisiasi, yaitu tahap pembentukan radikal bebas, yang dilanjutkan dengan tahap propagasi, dimana monomer yang telah bereaksi dengan radikal bebas bereaksi dengan molekul lain sehingga terjadi perpanjangan rantai. Tahap terakhir adalah tahap terminasi, yang bisa terjadi secara disporposionasi atau kombinasi.

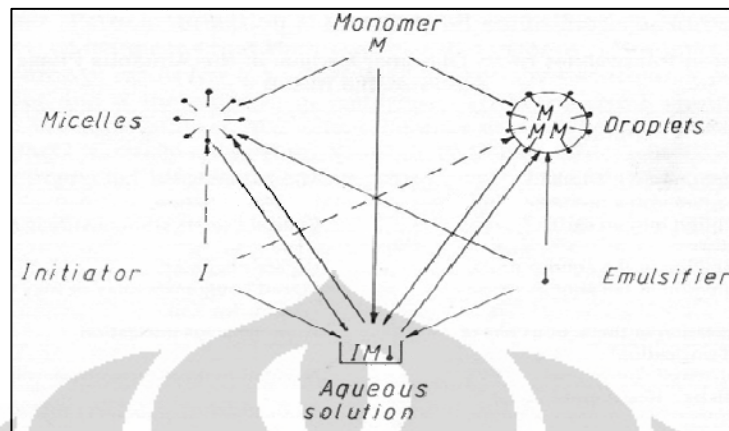
2.2 Polimer Emulsi

2.2.1 Definisi Polimer Emulsi

Batasan definisi dari penelitian ini mengenai polimer emulsi adalah polimer organik sintetik berbentuk koloid terdispersi dalam air. Polimer emulsi merupakan polimer yang proses sintesisnya terjadi di dalam misel-misel surfaktan dalam pelarut air. Proses polimerisasinya disebut juga sebagai polimerisasi heterogen karena terdapat perbedaan kepolaran antara monomer (nonpolar) dengan air (polar).

2.2.2 Komponen dalam Polimer Emulsi

Di dalam proses polimerisasi emulsi terdapat empat komponen utama yang mutlak diperlukan, yaitu monomer, air, surfaktan dan inisiator.



Gambar 2.2 Komponen dalam polimerisasi emulsi^[6]

2.2.2.1 Monomer

Monomer biasanya terdapat dalam bentuk monomer *droplet*, dan berdasarkan kepolarannya ada yang berada di luar dan ada yang masuk ke dalam misel. Tetesan-tetesan monomer *droplet* bertindak sebagai gudang penyedia monomer, tetesan tersuplai kepada partikel polimer yang sedang tumbuh dengan difusi melalui fasa air^[3].

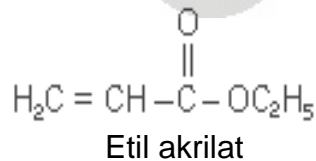
Banyak jenis monomer yang dapat digunakan dalam polimerisasi emulsi, pemilihan monomer didasarkan pada produk akhir polimer yang diinginkan. Salah satu kriteria yang dapat dipertimbangkan dalam pemilihan monomer adalah suhu transisi gelas (T_g). Suhu transisi gelas merupakan suhu dimana suatu polimer melepaskan sifat-sifat gelasnyanya dan berubah menjadi lebih condong elastis seperti karet.

Atas dasar suhu transisi gelasnyanya, monomer dibedakan menjadi monomer keras dan lunak. Monomer keras yaitu monomer yang jika

dipolimerisasi akan menghasilkan homopolimer dengan suhu transisi gelas tinggi (di atas suhu kamar), sehingga polimernya bersifat keras dan memiliki ketahanan yang tinggi, contohnya adalah stirena (T_g polistirena 100°C). Sedangkan monomer lunak yaitu monomer yang jika dipolimerisasi akan menghasilkan homopolimer dengan suhu transisi gelas rendah (di bawah suhu kamar), sehingga polimernya bersifat lunak atau *rubbery*, contohnya adalah etil akrilat (T_g poli(etil akrilat) -22°C). Berikut ini adalah spesifikasi dan gambar struktur dari etil akrilat.

Tabel 2.1 Spesifikasi etil akrilat ^[7]

| | |
|---|----------------------------------|
| Nama | etil akrilat |
| Rumus molekul | $\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2$ |
| Massa molekul | 100.1 g/mol |
| Penampilan | tidak berwarna |
| Fase | Cairan |
| Berat jenis (pada suhu 20°C) | 0.922 g/cm^3 |
| Titik didih | 100°C |
| Titik beku | $< -72^\circ\text{C}$ |
| Indeks refraksi | 1.404 |
| Flash point | 10°C |
| Kelarutan dalam air | 1.5g/100g H_2O |



2.2.2.2 Air

Air adalah salah satu bahan utama dalam polimerisasi emulsi. Air berfungsi sebagai sarana transfer panas, sebagai medium selama proses polimerisasi berlangsung, tempat dekomposisi inisiator dan pembentukan oligomer^[3]. Dalam fasa air nantinya akan terdapat ketiga bahan yang lain, yaitu inisiator, monomer, dan surfaktan.

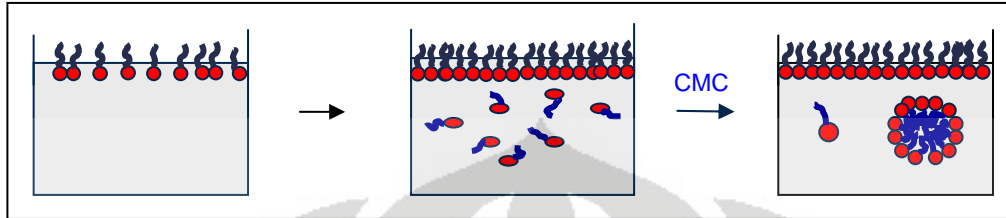
Air yang digunakan harus memiliki kualitas yang baik agar tidak mengganggu proses polimerisasi, karena air yang mengandung ion-ion logam dapat mengganggu kestabilan polimer yang terbentuk, maka dalam proses polimerisasi perlu digunakan air demineral.

2.2.2.3 Surfaktan

Surfaktan yang disebut juga zat aktif permukaan adalah zat yang mempunyai struktur karekteristik terdiri dari gugus yang memiliki daya tarik yang sangat kecil terhadap air, yaitu gugus hidrofob dan gugus yang memiliki daya tarik yang sangat kuat terhadap air yaitu gugus hidrofil, struktur ini dikenal dengan istilah struktur amfipatik. Struktur amfipatik dari surfaktan akan menyebabkan pengkonsentrasian surfaktan pada permukaan dimana grup hidrofilik akan berada difasa air dan grup hidrofobik terorientasi menjauh ke arah luar.

Ketika surfaktan dilarutkan dalam pelarut, maka molekul-molekulnya akan terletak dipermukaan, dengan orientasi gugus hidrofiliknya dalam fasa air dan gugus hidrofobiknya menjauhi permukaan. Penambahan surfaktan

selanjutnya sampai konsentrasi tertentu (pada konsentrasi di atas CMC) maka akan membentuk agregat yang disebut misel.



Gambar 2.3 Pembentukan misel saat konsentrasi SLS di atas CMC^[10]

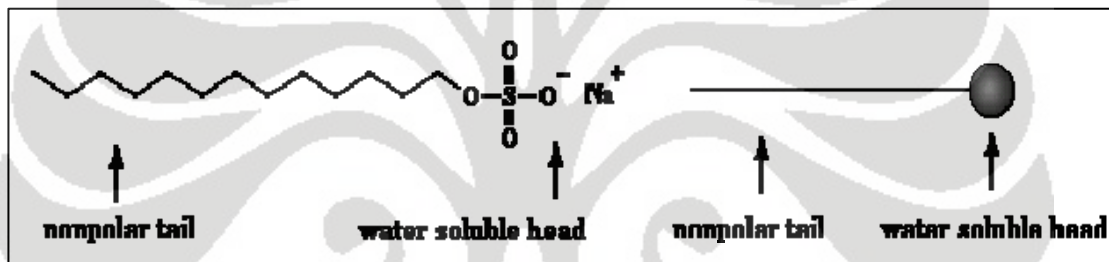
Bergantung grup hidrofiliknya, surfaktan diklasifikasikan sebagai berikut :

- a) Anionik, bagian aktif permukaan mengandung muatan negatif misalnya Sodium lauril sulfat dan Sodium dodesil benzena sulfonat.
- b) Kationik, bagian aktif permukaan mengandung muatan positif misalnya benzalkonium klorida.
- c) Zwitter ion, bagian aktif permukaan mengandung muatan negatif dan positif misalnya sulfobetaine.
- d) Non ionik, bagian aktif permukaan tidak bermuatan ionik misalnya poli(oksietilena) alkil fenol.

Surfaktan yang dalam hal ini bertindak sebagai pengemulsi berperan dalam penyediaan kedudukan untuk nukleasi partikel serta berfungsi sebagai penstabil koloid dari partikel yang sedang tumbuh. Dalam penelitian ini digunakan surfaktan *sodium lauryl sulfate* (SLS) yang termasuk surfaktan anionik. Berikut ini adalah spesifikasi dan rumus struktur dari SLS.

Tabel 2.2 Spesifikasi sodium lauril sulfat^[7]

| Parameter SLS | Nilai |
|---------------------|------------------------|
| Wujud | Bubuk kristal putih |
| Berat molekul | 288,38 g/mol |
| Berat jenis | 1,01 g/cm ³ |
| CMC (25°C) | 2,2 g/L |
| HLB | 40 |
| Titik leleh | 206°C |
| Kelarutan dalam air | 250 g/L (20°C) |



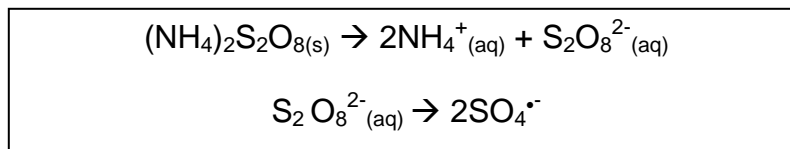
Gambar 2.4 Struktur sodium lauril sulfat

Pada penelitiannya, Nitri Arinda^[7] melakukan variasi konsentrasi surfaktan. Dan diperoleh hasil optimum (persen konversi) pada konsentrasi SLS 20 CMC, tetapi ukuran partikel yang dihasilkan terlalu kecil, sehingga pada penelitian ini akan dilakukan variasi dengan menurunkan konsentrasi surfaktan dengan harapan akan bisa menghasilkan ukuran partikel yang lebih besar.

2.2.2.4 Inisiator

Inisiator adalah komponen yang menginisiasi reaksi polimerisasi adisi monomer-monomer membentuk polimer. Inisiator merupakan sumber radikal bebas tapi bukan katalis yang sebenarnya karena inisiator dikonsumsi dalam jumlah tertentu pada suatu reaksi. Semua inisiator yang digunakan bergantung kereaktifannya menghasilkan radikal bebas. Inisiator yang umum digunakan dalam polimerisasi emulsi diantaranya adalah inisiator termal dan redoks. Pada inisiator termal, radikal bebas terbentuk akibat terjadinya dekomposisi inisiator pada suhu tinggi atau pemanasan. Sedangkan pada inisiator redoks, radikal bebas terbentuk akibat terjadinya reaksi reduksi oksidasi antara dua senyawa.

Inisiator yang proses dekomposisinya melalui termal paling banyak digunakan dalam polimerisasi emulsi. Dimana senyawa yang banyak digunakan adalah senyawa yang mengandung ikatan peroksida -O-O-. Contohnya adalah amonium persulfat, dekomposisi dari senyawa ini berdasarkan pada waktu paruhnya yang bervariasi sesuai dengan suhu digunakan. Amonium persulfat adalah inisiator yang umum digunakan karena memiliki kelarutan yang lebih baik. Peningkatan laju radikal bebas dipengaruhi oleh suhu dan suhu normal yang biasa digunakan adalah 70 – 90 °C^[12]. Berikut ini mekanisme dekomposisi persulfat di dalam air.

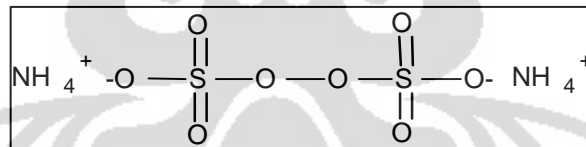


Gambar 2.5 Mekanisme dekomposisi persulfat di dalam air

Pada penelitian ini akan digunakan inisiator termal amonium persulfat, berikut spesifikasinya.

Tabel 2.3 Spesifikasi inisiator APS ^[7]

| Parameter | Amonium Persulfat |
|---|---|
| Rumus molekul | $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ |
| Berat molekul (g/mol) | 228,18 |
| Wujud fisik | Serbuk putih higroskopis |
| Titik leleh ($^{\circ}\text{C}$) | 120 |
| Berat jenis (g/cm^3) | 1,982 |
| Kelarutan (g/liter H_2O) | 620 (20°C) |
| Waktu paruh (jam) * | ± 192 (50°C) $\pm 8,4$ (70°C) $\pm 0,55$ (90°C) |



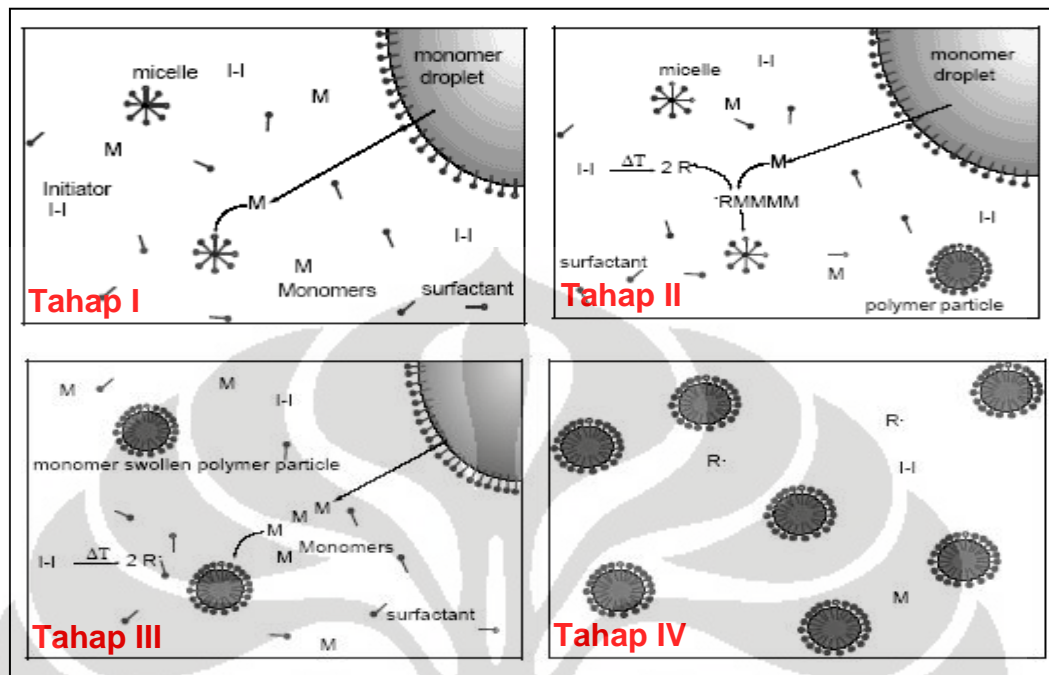
Gambar 2.6 Struktur amonium persulfat

Konsentrasi inisiator sangat mempengaruhi polimer yang dihasilkan. Dari penelitian Nitri Arinda^[7] pada polimerisasi etil akrilat diperoleh kecenderungan semakin meningkatnya persen konversi seiring dengan semakin besarnya konsentrasi inisiator yang digunakan. Hal ini dikarenakan semakin banyaknya radikal bebas yang dihasilkan sehingga laju polimerisasi

meningkat. Pada penelitian tersebut, dihasilkan konsentrasi inisiator optimum sebesar 3% APS dari total berat monomer yang digunakan, oleh karena itu pada penelitian ini akan digunakan konsentrasi tersebut.

2.2.3 Mekanisme Polimerisasi Emulsi

Mekanisme polimer emulsi dengan surfaktan merupakan mekanisme yang rumit. Mekanisme yang masih diterima sampai sekarang adalah mekanisme yang diusulkan oleh Harkins-Russian dkk. Pada proses ini monomer terlarut dalam misel surfaktan membentuk inti dari partikel polimer sebagai seed polimerisasi. Untuk pembentukan misel, surfaktan yang digunakan melebihi angka CMC. Monomer dimasukkan ke dalam air dapat melarut atau terstabilkan oleh surfaktan atau juga berdifusi ke dalam misel membentuk *swollen micelle*. Penambahan monomer dibarengi dengan adanya difusi monomer dari monomer *droplet* melalui fasa air. Jadi dalam hal ini dapat dikatakan monomer *droplet* berfungsi sebagai reservoir.



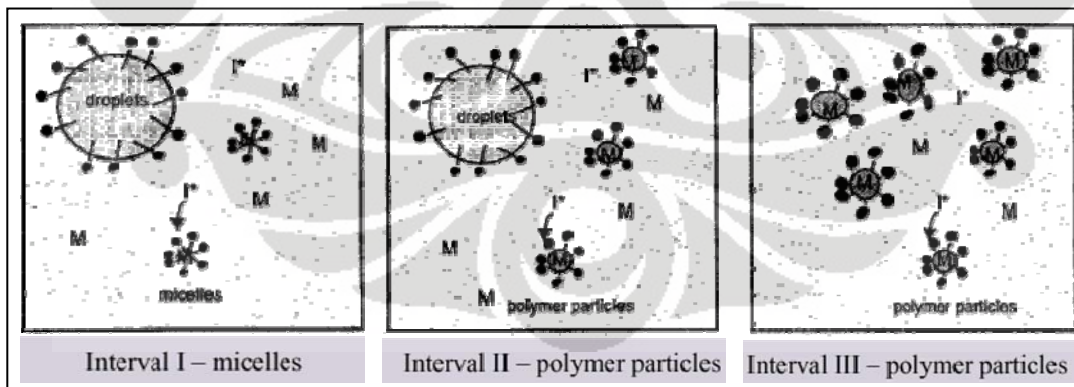
Gambar 2.7 Tahapan mekanisme polimerisasi emulsi menurut Harkins-Russian^[7]

- Tahap I, menunjukkan molekul monomer 'terlarut' di dalam misel
- Tahap II, terjadi pertumbuhan rantai polimer membentuk oligomer di dalam misel. Oligomer ini diinisiasi oleh radikal bebas yang diperoleh dari dekomposisi inisiator termal. Molekul monomer berdifusi keluar dari monomer *droplet* untuk memasuki misel. Surfaktan kemudian terdistribusi kembali untuk menghasilkan lebih banyak *swollen* partikel polimer, dan mengurangi jumlah monomer *droplet*.
- Tahap III, monomer yang dikonsumsi oleh pertumbuhan rantai polimer digantikan oleh monomer baru yang keluar dari monomer *droplet*.

- d) Tahap IV, setelah semua monomer habis dikonsumsi, terjadi pasca polimerisasi tanpa penambahan kembali monomer. Kemudian dihasilkan rantai polimer hingga tidak lagi terdapat monomer bebas.

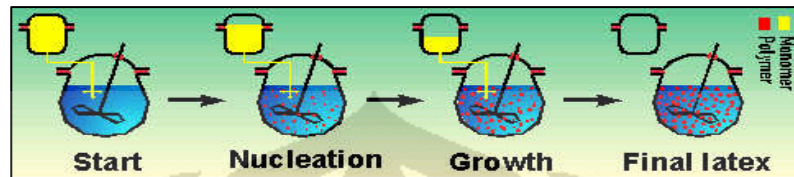
Selain itu, teori Harkins pada tahun 1947 menyatakan polimerisasi berlangsung dalam tiga interval^[10], yaitu :

- a) Interval I, dimana terdapat empat macam keadaan. Keadaan tersebut yaitu monomer di dalam misel, monomer di dalam *droplet*, monomer di dalam partikel polimer, dan sejumlah partikel polimer yang sedang tumbuh.
- b) Interval II, dimana tidak lagi terdapat miselar surfaktan, masih terdapat monomer *droplet*, monomer di dalam partikel polimer, dan terdapat jumlah partikel yang konstan.
- c) Interval III, dimana tidak lagi terdapat monomer *droplet*, masih terdapat monomer di dalam partikel polimer, dan jumlah partikel yang konstan



Gambar 2.8 Interval dalam Polimerisasi Emulsi Menurut Harkins^[13]

Secara umum tahapan terbentuknya lateks polimer dapat digambarkan sebagai berikut :



Gambar 2.9 Tahapan Terbentuknya Lateks Polimer^[13]

2.2.4 Teknik Polimerisasi Emulsi

2.2.4.1 Polimerisasi metode Kontinu

Yaitu sistem dimana semua komponen ditambahkan secara terus menerus dan reaktor di aduk secara kontinu. Kelebihan dari proses ini yaitu *set up* teknis yang sederhana. Kekurangan proses ini adalah hanya cocok untuk dispersi yang stabil terhadap tegangan, viskositas rendah dan berat molekul rendah.

2.2.4.2 Polimerisasi metode Semikontinu

Yaitu sistem dimana sebagian surfaktan dan air dimasukkan ke dalam reaktor kemudian larutan inisiator dan larutan monomer dimasukkan secara kontinu. Kelebihan proses ini diperoleh ukuran partikel seragam (pada konsentrasi surfaktan rendah) dan polimodal (pada konsentrasi surfaktan tinggi), kandungan padatan yang besar.

2.2.4.3 Polimerisasi metode *Batch*

Yaitu sistem dimana semua monomer, air, surfaktan dan inisiator ditambahkan secara langsung pada proses awal reaksi. Kelebihan proses ini yaitu berat molekul yang dihasilkan tinggi dan eksperimen yang sederhana. Kekurangannya yaitu kesulitan mengontrol suhu, distribusi ukuran partikel yang diperoleh besar.

2.2.4.4 Polimerisasi metode *Semibatch*

Yaitu sistem dimana semua sistem dimasukkan kedalam reaktor kecuali monomer yang ditambahkan secara bertahap. Jika pembentukan partikel tidak terjadi selama proses penambahan monomer maka distribusi ukuran partikel menjadi sempit tapi jika pembentukan partikel terjadi selama penambahan monomer maka distribusi ukuran partikel menjadi lebar.

2.2.4.5 Polimerisasi metode *Seeding*

Yaitu sistem dimana sebagian kecil monomer, inisiator, surfaktan dan air dimasukkan di awal reaksi (disebut juga *initial charge*) dan inisiator sisa (stream 1) serta monomer dan surfaktan sisa (stream 2) ditambahkan secara kontinu untuk kurun waktu tertentu. Metode ini menghasilkan distribusi ukuran partikel yang polimodal, ukuran partikel yang besar, viskositas rendah (pada konsentrasi surfaktan rendah) dan koagulum yang banyak (pada konsentrasi surfaktan tinggi).

2.2.5 Karakterisasi Polimer Emulsi

2.2.5.1 Kandungan padatan (*solid content*)

Kandungan dalam polimer emulsi terdiri dari zat padat dan cair. Bagian padat terdiri dari polimer, surfaktan dan garam-garam anorganik yang terbentuk karena dekomposisi inisiator sedangkan bagian air harus dihilangkan agar dapat dihitung jumlah monomer yang terpolimerisasi. Semakin banyak monomer yang terpolimerisasi maka *solid content* percobaan akan mendekati nilai *solid content* teoritis. Pada penelitian ini digunakan persen konversi yaitu perbandingan jumlah *solid content* percobaan dengan *solid content* teoritis yang diubah menjadi bentuk persen. Kandungan padatan diukur berdasarkan metode penguapan air menggunakan oven pada suhu 105°C selama 2 jam.

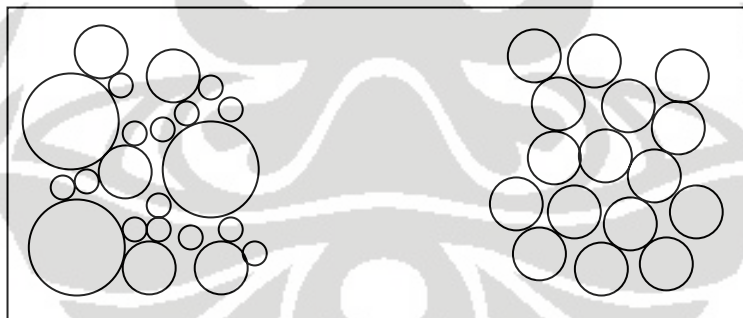
2.2.5.2 Kekentalan (viskositas)

Kekentalan didefinisikan sebagai gaya tahan suatu cairan terhadap gaya gesek/pengadukan. Semakin kental maka semakin besar gaya tahan terhadap pengadukan. Faktor yang mempengaruhi viskositas adalah persen konversi, struktur rantai polimer, belitan rantai polimer, ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel. Semakin banyak rantai polimer yang terbentuk (persen konversi besar) maka kekentalan akan semakin tinggi. Jika polimer yang terbentuk bercabang maka semakin tinggi viskositas yang dihasilkan. Semakin banyak belitan antar rantai polimer maka semakin besar nilai viskositas yang dihasilkan. Semakin kecil ukuran partikel maka jarak antar

partikel semakin dekat dan interaksi menjadi semakin kuat, sehingga viskositas akan semakin besar. Semakin seragam ukuran partikel polimer maka semakin besar nilai viskositas.

2.2.5.3 Ukuran dan distribusi ukuran partikel

Pembentukan ukuran partikel dipengaruhi oleh misel yang terbentuk dimana semakin besar konsentrasi surfaktan yang digunakan maka semakin banyak misel yang terbentuk, semakin banyak misel yang terbentuk berarti semakin banyak tempat yang tersedia untuk proses nukleasi partikel, sehingga akan dihasilkan ukuran partikel yang lebih kecil. Jika ukuran yang dihasilkan bervariasi dan mempunyai perbedaan yang cukup besar disebut distribusi yang polimodal atau polidispers, sedangkan ukuran partikel yang dihasilkan hampir sama disebut distribusi monomodal atau monodispers.



Gambar 2.10 Distribusi Ukuran Partikel (a) polidispers (b) monodispers^[7]

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat yang digunakan

Proses polimerisasi menggunakan peralatan diantaranya satu perangkat mini reaktor beserta asesorisnya (IKA *stirring* dan *stainless steel anchor*), *glass vessel* berkapasitas 2 kg, stopwatch, peralatan gelas, termometer, dan magnetik stirrer untuk menjaga pre-emulsi tidak terpisah sebelum dilakukan *feeding*.



Gambar 3.1 Reaktor skala laboratorium yang digunakan

Pengujian dan karakterisasi menggunakan oven, Malvern ZetaNano *Particle Analyzer Nano Series (Nano S)*, DSC Mettler Toledo Star, FTIR Shimadzu IR PRESTIGE – 21 ATR, dan Viskometer Brookfield RVT.

3.1.2 Bahan yang digunakan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah monomer etil akrilat (EA), surfaktan *sodium lauryl sulfate* (SLS), inisiator termal amonium persulfat (APS), kalium hidroksida (KOH), dan air demineralisasi.

3.2 Formulasi dan Bagan Alir Polimerisasi

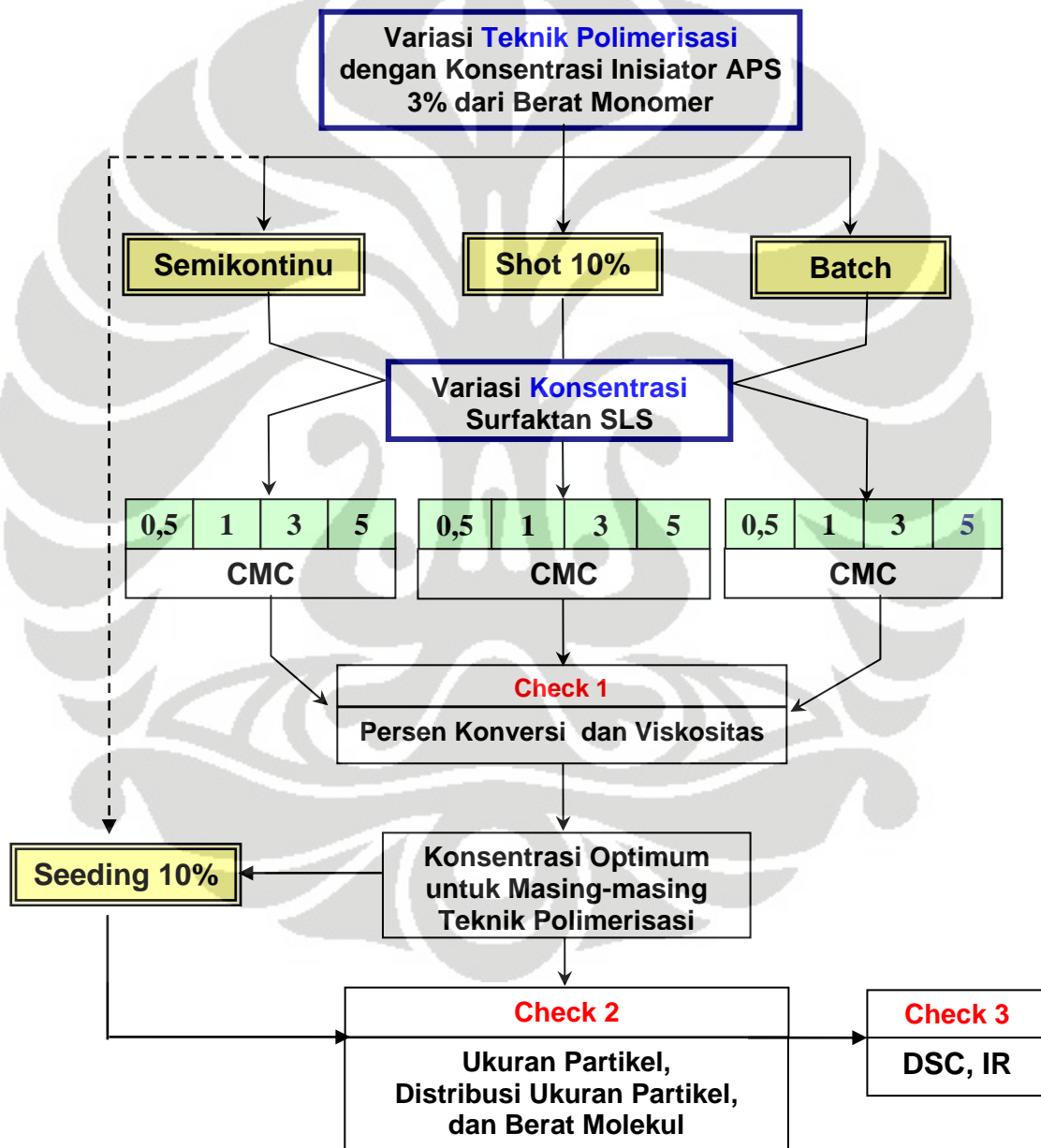
3.2.1 Formula yang Digunakan

Formulasi polimerisasi dilakukan dengan variasi teknik polimerisasi yaitu teknik semikontinu, *shot 10%*, *batch* dan *seeding 10 %*. Serta dilakukan variasi konsentrasi surfaktan SLS dengan nilai CMC 2,2g/L (0,5 CMC, 1 CMC, 3 CMC, dan 5 CMC), dimana konsentrasi monomer etil akrilat (EA) dan inisiator amonium persulfat (APS) dibuat tetap, yaitu konsentrasi monomer EA sebesar 18,38% dari total berat bahan yang digunakan, dan konsentrasi inisiator APS sebesar 3% dari total berat monomer yang digunakan (Lampiran 1). Variasi ini dilakukan untuk melihat pengaruhnya terhadap persen konversi, viskositas, ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel yang dihasilkan.

Pertama-tama yang dilakukan adalah melakukan polimerisasi pada masing-masing konsentrasi surfaktan SLS (0,5 CMC, 1 CMC, 3 CMC, dan 5 CMC) dengan teknik semikontinu, *batch*, dan *shot 10%*. Kemudian menguji persen konversi dari masing-masing hasil polimerisasi tersebut, dan ditentukan pada konsentrasi manakah yang menghasilkan persen konversi terbesar, selanjutnya formula dengan persen konversi terbesar tersebut

digunakan pada teknik *seeding* 10%, dan selanjutnya dilakukan karakterisasi lebih lanjut untuk mengetahui pengaruh variasi teknik polimerisasi terhadap hasil yang diperoleh.

3.2.2 Bagan Alir Polimerisasi

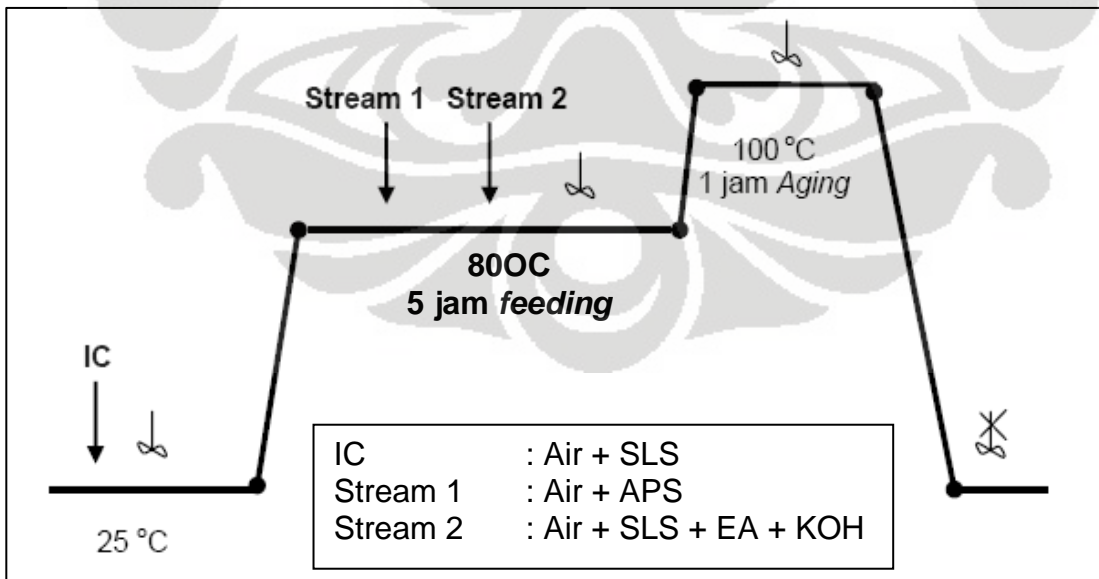


Gambar 3.2 Bagan alir polimerisasi

3.3 Teknik Polimerisasi yang Digunakan

3.3.1 Teknik Semikontinu

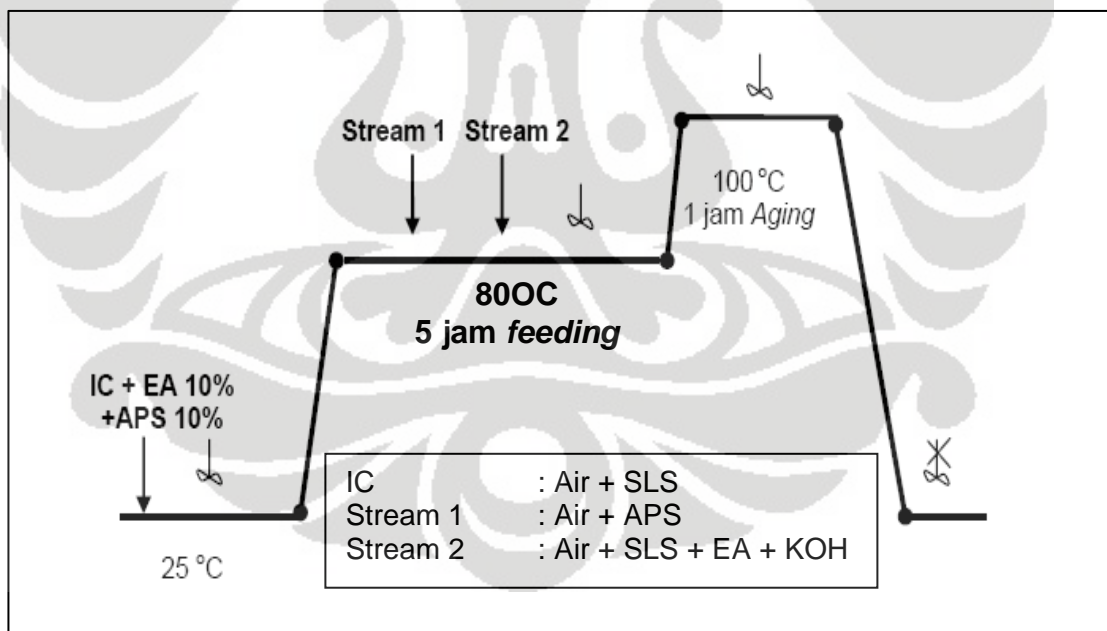
Pada metode semikontinu, sebelum proses *dropping* larutan stream, dibuat larutan pre-emulsi terlebih dahulu. Bejana reaktor diisi dengan campuran air, surfaktan yang disebut *initial charge*. *Initial charge* ini diaduk pada kecepatan sekitar 200 rpm dan suhu reaktor dinaikkan sampai mencapai 80°C untuk menginisiasi inisiator termal amonium persulfat (APS). Setelah dicapai suhu 80°C, mulai diteteskan larutan stream 1 dan stream 2 secara bersamaan dengan kecepatan konstan selama 5 jam sambil terus diaduk dengan suhu dijaga tetap. Setelah 5 jam, suhu dinaikkan menjadi 100°C. Tahapan ini adalah pasca polimerisasi (*aging*) yang dilakukan selama 1 jam dalam keadaan larutan tetap diaduk. Kemudian dilakukan tahap pendinginan sampai mencapai suhu kamar untuk dilakukan karakterisasi polimer yang dihasilkan.



Gambar 3.3 Bagan alir percobaan teknik semikontinu

3.3.2 Teknik *Shot* 10%

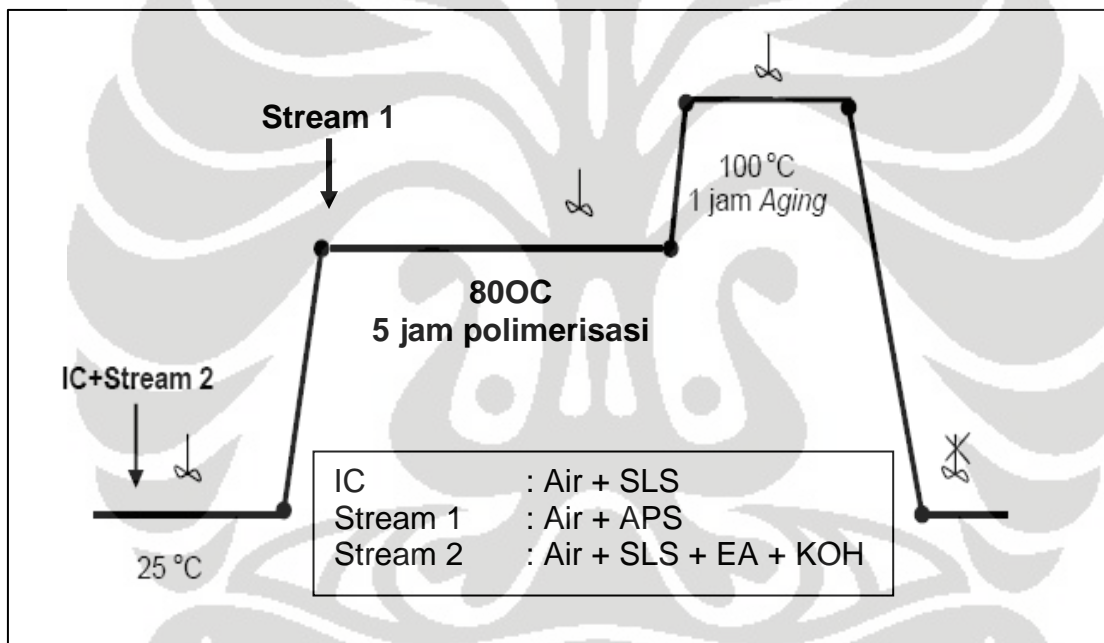
Larutan *initial charge* berisi surfaktan, air demineralisasi, ditambah dengan monomer dan inisiator sebanyak 10% dari jumlah total monomer dan inisiator yang digunakan. Larutan Stream 2 yang merupakan larutan pre-emulsi berisi surfaktan, air, dan semua monomer sisa. Larutan Stream 1 berisi larutan inisiator. *Initial charge* dimasukan terlebih dahulu ke bejana reaktor, kemudian diaduk dengan kecepatan sekitar 200 rpm dan dipanaskan sampai suhu 80°C. Selama reaksi, suhu dijaga tetap antara 80°C. Saat suhu pemanasan tercapai, diteteskan larutan stream 1 dan stream 2 dengan kecepatan konstan selama 5 jam. Dilakukan pasca polimerisasi selama 1 jam dengan suhu dinaikkan menjadi 100 °C dan larutan tetap diaduk.



Gambar 3.4 Bagan alir percobaan teknik *shot* 10%

3.3.3 Teknik Batch

Larutan *initial charge* berisi seluruh surfaktan, air demineralisasi, serta monomer. Larutan Stream 1 berisi larutan inisiator. *Initial Charge* dimasukkan ke dalam bejana reaktor, kemudian diaduk dengan kecepatan sekitar 200 rpm dan dipanaskan sampai suhu 80°C. Saat suhu pemanasan tercapai, ditambahkan semua larutan stream 1 secara langsung. Sambil terus diaduk sampai reaksi selesai (5 jam) dengan suhu yang dijaga tetap.

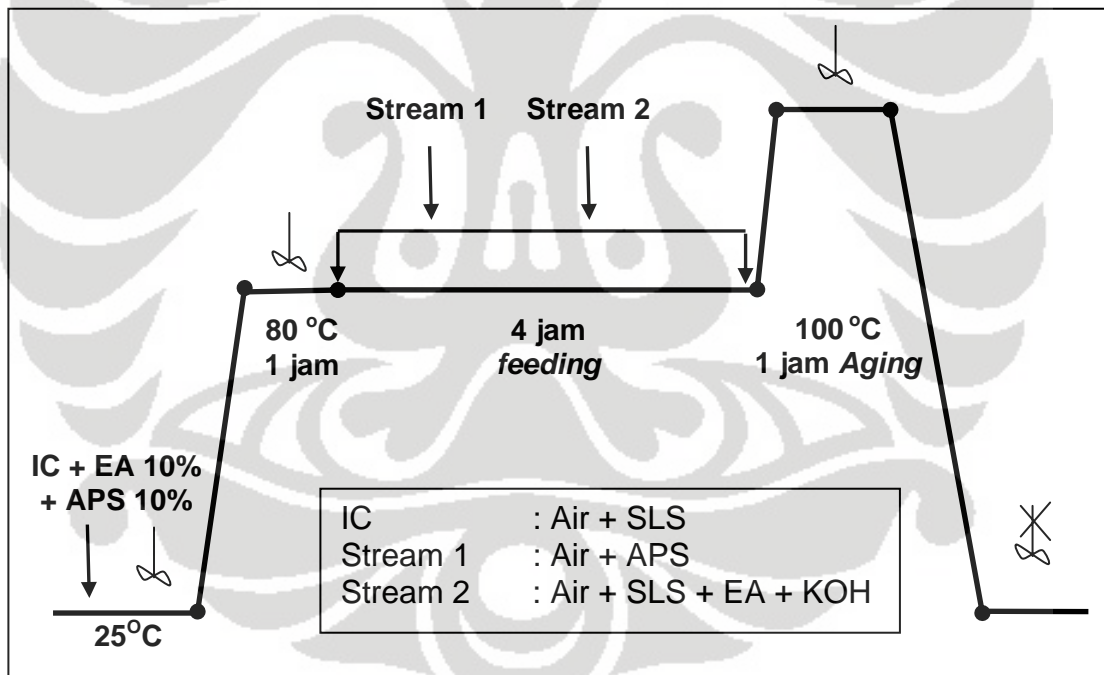


Gambar 3.5 Bagan alir percobaan teknik *batch*

3.3.4 Teknik Seeding 10%

Larutan *Initial Charge* berisi surfaktan, air demineralisasi, ditambah dengan monomer dan inisiator sebanyak 10% dari jumlah total monomer dan inisiator yang digunakan. Larutan Stream 2 yang merupakan larutan pre-

emulsi berisi surfaktan, air, dan semua monomer sisa. Larutan Stream 1 berisi larutan inisiator. *Initial Charge* dimasukkan terlebih dahulu ke bejana reaktor, kemudian diaduk dengan kecepatan sekitar 200 rpm dan dipanaskan sampai suhu 80°C. Selama reaksi, suhu dijaga tetap antara 80°C. Saat suhu pemanasan tercapai, larutan *initial charge* yang ada di dalam reaktor tidak ditambah apapun selama 1 jam. Setelah 1 jam, diteteskan larutan stream 1 dan stream 2 dengan kecepatan konstan selama 4 jam. Dilakukan pasca polimerisasi selama 1 jam dengan suhu dinaikkan menjadi 100 °C dan larutan tetap diaduk.



Gambar 3.6 Bagan alir percobaan teknik *seeding* 10%

3.4 Metode Pengujian Hasil Polimerisasi

3.4.1 Kandungan Padatan (ASTM D 4456)

Kandungan padatan diukur dengan cara memasukkan 2 gram emulsi ke dalam cawan uap yang telah diketahui berat kosongnya. Sampel kemudian dipanaskan dalam oven pada suhu 105°C selama 2 jam. Selanjutnya didinginkan dalam desikator dan ditimbang. Persen kandungan padatan diukur dengan persamaan berikut :

$$\% \text{ Kandungan padatan} = \frac{W_2 - W_1}{W_3} \times 100\%$$

Dengan W_1 : Berat wadah kosong
 W_2 : Berat wadah kosong+sampel emulsi kering
 W_3 : Berat sampel

3.4.2 Kekentalan (Metode Brookfield RVT)

Sampel ditempatkan dalam suatu wadah yang memiliki luas permukaan yang sama. Lalu kekentalannya diukur dengan mengatur *spindle* dan rpm yang tepat pada alat viskometer yang digunakan pada suhu ruang. Skala yang stabil selama beberapa detik yang diperoleh pada alat viskometer dicatat.

Misalnya pengukuran dilakukan dengan menggunakan :

Spindle : 5
 Rpm : 20
 Skala baca : 30

Maka kekentalannya adalah = $30 \times 500 = 15000$ cPs (angka 500 diperoleh dari tabel pada alat).

3.4.3 Ukuran Partikel dan Distribusi Ukuran Partikel

Sampel diambil dengan menggunakan ujung pengaduk, dilarutkan dalam 300 ml air demineral dan diaduk sampai homogen. Larutan sampel yang terbentuk harus sedikit transparan. Kemudian sampel dimasukkan ke dalam *disposeable plastic cuvet* dengan tinggi larutan maksimum 15 mm. Sampel diukur menggunakan *Zeta Nano Particle Analyzer* dengan *setting run* 5 kali pengukuran per sampel pada *attenuator* lebar *slit* yang optimum yaitu sekitar 6 – 8. Untuk sampel yang terlalu keruh maka *attenuator* akan berada di bawah 6, sehingga sampel perlu diencerkan. Untuk sampel yang terlalu transparan maka *attenuator* akan berada di atas 8 sehingga sampel perlu ditambah.

3.4.4 Pengukuran Spektrum IR

Dalam pengukuran ini, 0,5 – 1 gram sampel digerus sampai halus. Sebanyak 5% sampel diaduk dengan serbuk KBr, kemudian diletakkan dalam tempat sampel. Serbuk KBr sebagai blanko diletakkan dalam tempat sampel, ditempatkan pada ruang pengukuran. Selanjutnya dilakukan pengukuran blanko KBr secara otomatis dengan *setting range* panjang gelombang mulai 650 cm^{-1} sampai 4000 cm^{-1} .

3.4.5 Pengukuran Menggunakan DSC

Sampel ditimbang sebanyak 5 – 20 mg. Untuk sampel serbuk, sampel langsung digerus halus dan ditelakkan di dalam *pan*. Sedangkan untuk sampel *rubbery*, sampel *dicasting* pada plat kaca dan dikeringkan, kemudian film yang dihasilkan dipotong seukuran *pan* (diameter film sekitar 3-4 mm). Sampel dalam *pan* *dicrimping* dengan tutup *stainless steel* menggunakan alat *crimp*.

Selanjutnya alat DSC dihidupkan dengan mengalirkan gas nitrogen dan *setting* kenaikan suhu 2°C per menit. Untuk kalibrasi suhu dan panas DSC, pada alat diletakkan blanko berupa *pan* kosong dan sampel berisi zat pengkalibrasi yaitu indium dan seng. Setelah kalibrasi selesai, sampel indium dan/atau seng diganti dengan sampel polimer yang akan diukur, dan *pan* blanko tetap pada posisi semula selama pengukuran. Untuk sampel serbuk yang rapuh (T_g tinggi), alat *setting* 50 derajat celcius di bawah T_g sedangkan untuk sampel *rubbery* (T_g rendah) digunakan nitrogen cair untuk *setting* suhu sangat rendah.

3.4.6 Penentuan pH

Pengkalibrasian pH meter dilakukan dengan menggunakan larutan buffer pH 4 dan pH 7. Elektroda dicelupkan ke dalam larutan sampel yang akan diuji. Elektroda dibiarkan beberapa saat sampai pH meter menunjukkan angka yang stabil (tulisan “drift” hilang). Angka pH yang ditunjukkan oleh alat dicatat. Alat pH meter dimatikan, dan elektroda dicuci dengan bersih.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Proses Polimerisasi

Pada penelitian ini, pembuatan polimer emulsi dengan menggunakan monomer etil akrilat (EA) didahului dengan memvariasikan konsentrasi surfaktan *sodium lauryl sulfate* (SLS), yaitu pada 0,5 CMC, 1 CMC, 3 CMC, dan 5 CMC yang masing-masing dilakukan variasi teknik polimerisasi, yaitu semikontinu, *batch*, dan *shot* 10%. Selanjutnya masing-masing hasil polimerisasi tersebut dihitung persen konversinya. Kemudian ditentukan kondisi optimum berdasarkan persen konversi tersebut, yang selanjutnya digunakan untuk teknik *seeding* 10%. Tujuan optimasi ini adalah untuk menghasilkan homopolimer emulsi etil akrilat (PEA) dengan ukuran partikel berkisar 100 nm dengan distribusi ukuran partikel yang monodispers dan persen konversi yang tinggi.

Optimasi polimerisasi etil akrilat pada penelitian ini merupakan lanjutan dari optimasi yang sebelumnya telah dilakukan oleh Nitri Arinda^[7], dimana pada penelitian tersebut dihasilkan partikel poli(etil akrilat) dengan ukuran yang besar pada teknik *batch* (123,3 nm) tetapi masih bersifat polidispers (PDI 0,232), sedangkan pada teknik semikontinu dihasilkan distribusi ukuran yang lebih bersifat monodispers (PDI 0,105) tetapi ukuran partikelnya masih kecil (40,26 nm). Pada penelitian ini dilakukan polimerisasi dengan menurunkan konsentrasi surfaktan dengan harapan akan dihasilkan ukuran

partikel yang lebih besar dan seragam (monodispers). Konsentrasi monomer dan inisiator dibuat tetap, yang merupakan hasil optimasi penelitian sebelumnya^[7], yaitu konsentrasi monomer sebesar 18,38% dari total berat semua bahan yang digunakan, dan konsentrasi inisiator amonium persulfat (APS) sebesar 3% dari total berat monomer yang digunakan. Dilakukan juga variasi teknik polimerisasi untuk membandingkan hasil yang diperoleh pada masing-masing teknik polimerisasi yang digunakan.

Pengamatan fisik merupakan parameter awal untuk menunjukkan terjadinya kesempurnaan reaksi misalnya dari bentuk fisik polimer. Pada penelitian ini diperoleh larutan polimer emulsi yang stabil berwarna putih susu (Gambar 4.1). Bentuk fisik ini berbeda dengan bentuk fisik dari monomer etil akrilat yang bening dan berbau.



Gambar 4.1 Produk polimer emulsi

Berikut tabel hasil karakterisasi secara umum untuk masing-masing larutan polimer yang dihasilkan.

Tabel 4.1 Hasil karakterisasi larutan homopolimer etl akrilat

| Teknik | [SLS] | % K | Vis | UP | BM | PDI | pH |
|-------------|-------|------|-------|-------|---------|-------|------|
| Semikontinu | 0,5 | 84,4 | 62,5 | - | - | - | 1,84 |
| | 1* | 80,5 | 75 | - | - | - | 1,66 |
| | 3 | 92,1 | 87,5 | - | - | - | 1,65 |
| | 5 | 93,3 | 100 | 120,5 | 54668,9 | 0,053 | 1,69 |
| Batch | 0,5 | 75,9 | 75 | - | - | - | 1,85 |
| | 1 | 90,0 | 62,5 | - | - | - | 1,91 |
| | 3* | 89,2 | 75 | - | - | - | 1,82 |
| | 5* | 90,7 | 75 | 148,2 | 79774,5 | 0,133 | 1,69 |
| Shot 10% | 0,5 | 86,2 | 87,5 | - | - | - | 1,88 |
| | 1* | 93,9 | 112,5 | - | - | - | 1,84 |
| | 3 | 89,3 | 100 | - | - | - | 1,73 |
| | 5 | 98,6 | 112,5 | 105,9 | 36370,1 | 0,072 | 1,71 |
| Seeding10% | 5 | 91,8 | 62,5 | 112,8 | 42134,6 | 0,039 | 1,64 |

Keterangan : [SLS] = Konsentrasi SLS (CMC) % K = Persen konversi
 Vis = Viskositas (mPa.s) UP = Ukuran partikel (nm)
 BM = Berat molekul PDI = Polidispersitas indeks
 * = Ada sedikit grit

Selain bentuk fisik, kandungan padatan juga menunjukkan reaksi berjalan sempurna atau tidak. Kandungan padatan merupakan kandungan dalam suatu larutan yang terdiri dari polimer, surfaktan, serta garam anorganik hasil dekomposisi inisiator, yang dibandingkan dengan berat total formula yang digunakan^[18]. Dimana kandungan padatan berhubungan erat dengan monomer sisa karena monomer sisa menunjukkan jumlah monomer yang tidak terpolimerisasi selama proses polimerisasi berlangsung. Dengan kata lain, kandungan padatan menunjukkan jumlah konversi monomer

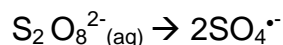
menjadi polimer dimana jika konversinya mendekati 100% berarti nilai kandungan padatan percobaan mendekati nilai teoritis dan reaksi polimerisasi berjalan sempurna.

Pada penelitian ini digunakan inisiator amonium persulfat (APS) yang merupakan inisiator termal, sehingga laju dekomposisinya dipengaruhi oleh suhu. Semakin tinggi suhu yang digunakan, maka waktu paruh inisiator semakin pendek, sehingga laju dekomposisinya meningkat. Berikut data waktu paruh APS pada beberapa suhu^[14].

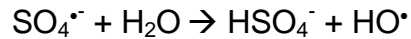
Tabel 4.2 Data waktu paruh amonium persulfat pada beberapa suhu^[14]

| Suhu (°C) | Waktu paruh (jam) |
|-----------|-------------------|
| 50 | 192 |
| 70 | 8,4 |
| 90 | 0,55 |

Suhu polimerisasi yang digunakan pada penelitian ini adalah 80°C, karena diperkirakan pada suhu tersebut waktu paruh inisiator APS tidak terlalu singkat dan juga tidak terlalu lama, dan tetap masih dapat bekerja dengan baik selama proses polimerisasi berlangsung (waktu polimerisasi adalah 5 jam). Amonium persulfat adalah garam yang larut dalam air, maka dekomposisinya terjadi dalam fasa air. Hasil dekomposisi termalnya sebagian besar berupa radikal anion sulfat^[14].

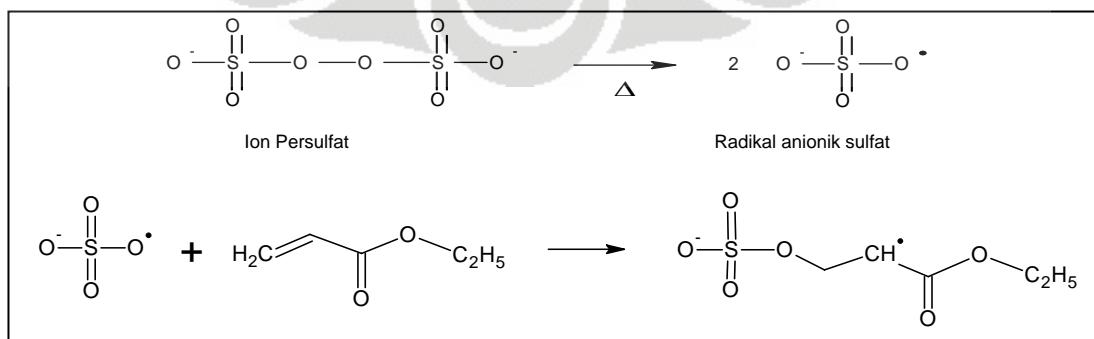


Sebagian kecil radikal sulfat yang terbentuk juga dapat bereaksi dengan air menghasilkan radikal hidroksil.

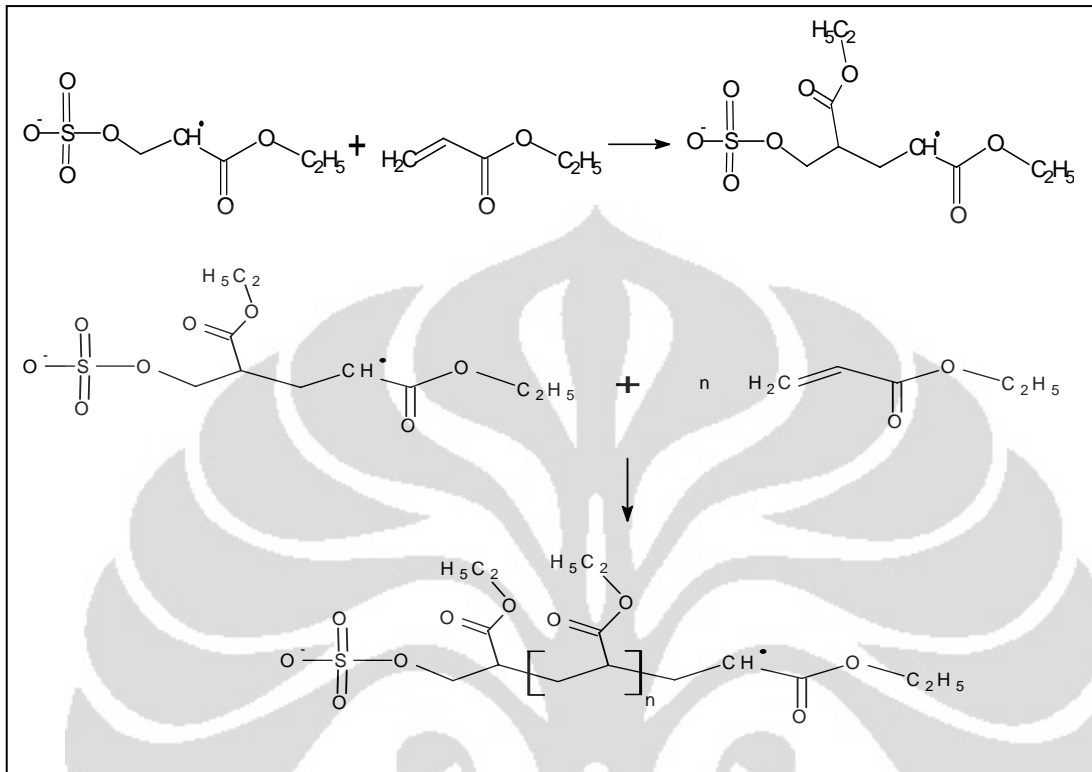


Radikal anion sulfat yang terbentuk akan bereaksi dengan monomer etil akrilat (EA) dan membentuk radikal monomer dalam fasa air, proses dekomposisi inisiator dan inisiasinya ke monomer ini disebut dengan tahap inisiasi. EA yang memiliki gugus ester yang cukup polar dan rantai karbon yang tidak terlalu panjang sehingga cenderung larut dalam air (polar), maka memungkinkan terjadinya inisiasi dalam fasa air. Selanjutnya, penggabungan beberapa monomer akan menghasilkan rantai yang lebih panjang sehingga terbentuk radikal oligomer yang sudah cukup nonpolar dan dapat masuk ke dalam misel yang kemudian dilanjutkan dengan proses pertumbuhan di dalam misel, dimana penambahan monomer selanjutnya dapat masuk ke dalam misel dengan bantuan pengadukan. Tahap perpanjangan ini disebut dengan propagasi. Berikut ini gambaran tahapan reaksi inisiasi dan propagasi dari polimerisasi EA dengan inisiator APS.

Inisiasi



Propagasi



Gambar 4.2 Tahap inisiasi dan propagasi dalam polimerisasi etil akrilat dengan inisiator termal amonium persulfat

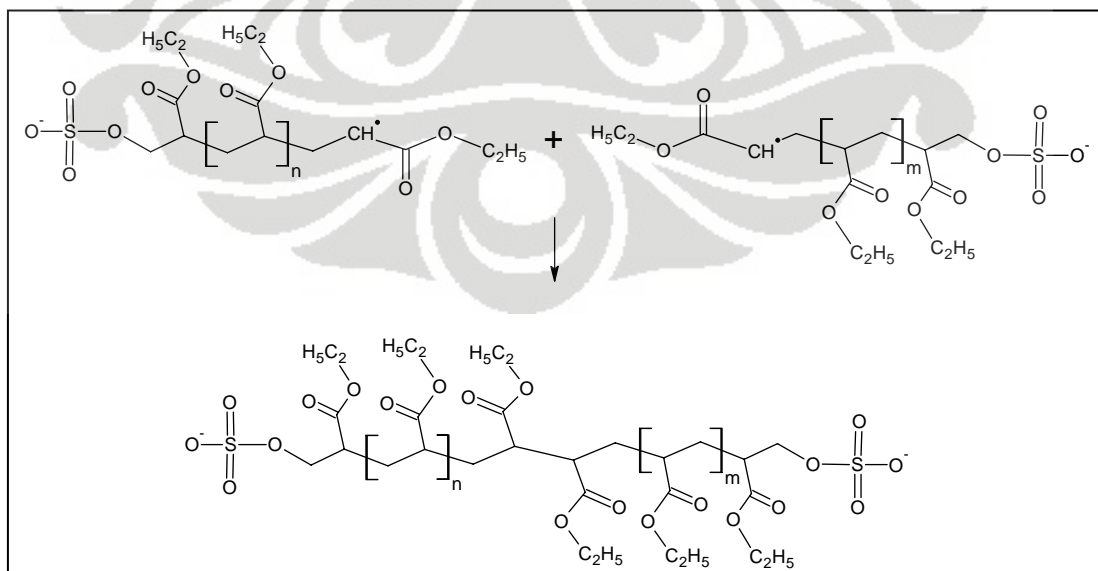
Setelah *feeding* pre-emulsi habis atau waktu polimerisasi berakhir, maka dilakukan *aging* selama satu jam yaitu pasca polimerisasi tanpa penambahan monomer atau bahan lainnya tapi tetap dilakukan pengadukan dan suhu reaksi dinaikkan menjadi 100°C , dengan tujuan untuk menyempurnakan reaksi polimerisasi karena kemungkinan masih terdapat monomer yang belum bereaksi/terpolimerisasi. Pada suhu ini, laju dekomposisi inisiator meningkat dan waktu paruhnya menjadi lebih pendek (kurang dari 0.55 jam). Dengan waktu paruh yang singkat ini diharapkan

semua inisiator sudah terdekomposisi menjadi radikal, sehingga semua monomer pun dapat terpolimerisasi dengan sempurna.

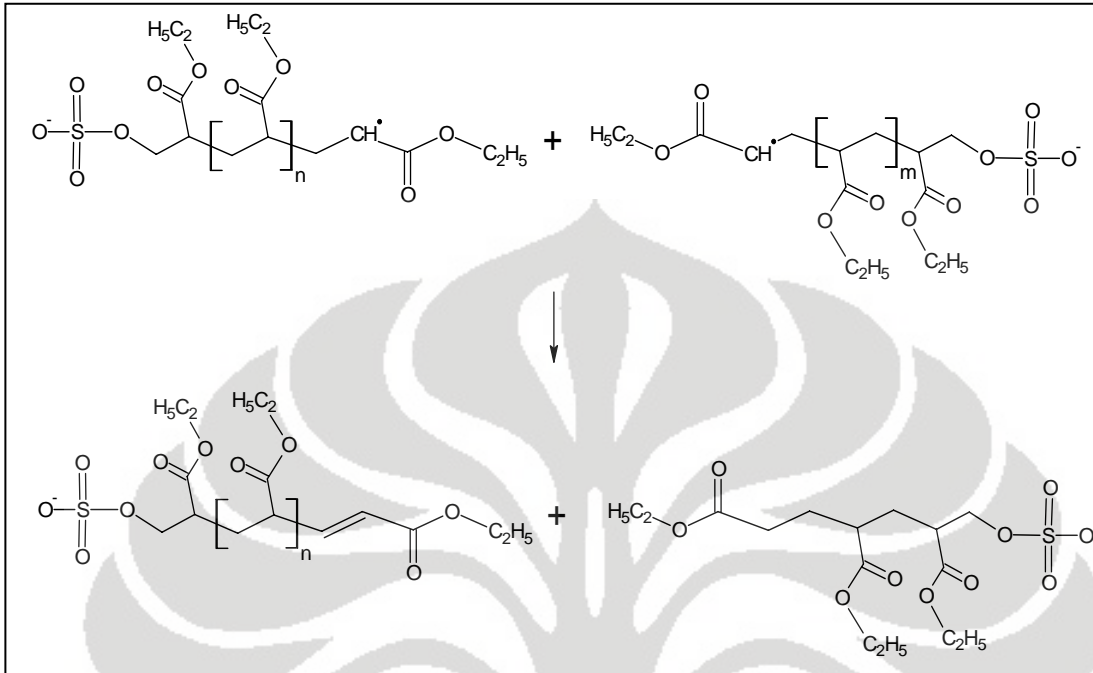
Proses perpanjangan rantai akan berakhir jika semua monomer telah habis bereaksi, atau jika terjadi terminasi yang menyebabkan radikal pada ujung rantai tidak aktif lagi. Dimana tahap terminasi dapat terjadi melalui dua macam tahap, yaitu kombinasi dan/atau disporposionasi. Proses kombinasi terjadi akibat adanya penggabungan dua radikal polimer atau radikal oligomer yang akan menghasilkan polimer dengan rantai yang lebih panjang dengan fragmen inisiator berada pada kedua ujung polimer. Sedangkan pada proses disporposionasi, terjadi transfer suatu atom, biasanya hidrogen, dari satu ujung rantai ke ujung rantai lainnya, dimana pada terminasi jenis ini hanya dihasilkan satu fragmen inisiator pada ujung rantai polimer^[14].

Terminasi

a) Kombinasi



b) Disproporsionasi



Gambar 4.3 Tahap terminasi secara (a) kombinasi dan (b) disporposionasi

Selanjutnya, untuk meyakinkan telah terbentuk homopolimer etil akrilat, maka dilakukan karakterisasi dengan FTIR dan DSC. Syarat suatu monomer dapat terpolimerisasi adisi adalah mempunyai ikatan rangkap pada struktur senyawanya. Setelah mengalami polimerisasi maka ikatan rangkap tersebut hilang. Hal itu dapat dibuktikan dengan adanya data IR dimana peak C=C pada monomer etil akrilat (Lampiran 7) tidak ditemukan lagi pada homopolimer etil akrilat (Lampiran 9). Pada monomer etil akrilat terdapat ikatan rangkap terkonjugasi (antara C=C dan C=O), sedangkan ketika sudah terpolimerisasi ikatan rangkap tersebut sudah tidak lagi terkonjugasi karena sudah tidak terdapat lagi ikatan rangkap C=C, sehingga akan terjadi

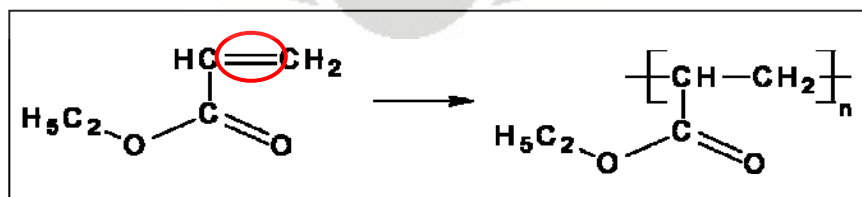
pergeseran bilangan gelombang (ν) dari gugus karbonil (C=O) etil akrilat ke arah bilangan gelombang yang lebih besar karena terjadinya poli(etil akrilat) tersebut menyebabkan dibutuhkannya energi (E) yang lebih besar untuk melakukan *stretching* ikatan C=O, sesuai dengan persamaan berikut.

$$E = h\nu$$

Bilangan gelombang C=O dari etil akrilat adalah 1728 cm^{-1} , dan menjadi 1731.9 cm^{-1} saat sudah terpolimerisasi, nilai ini tidak jauh berbeda dengan bilangan gelombang C=O untuk poli(etil akrilat) standar, yaitu pada 1730 cm^{-1} , hal ini memperkuat bukti telah terjadinya polimerisasi. Berikut tabel bilangan gelombang yang muncul pada spektrum IR dari data sampel dibandingkan dengan data untuk standar poli(etil akrilat) dan standar monomer etil akrilat.

Tabel 4.3 Bilangan gelombang IR yang muncul

| Gugus | Standar EA | Standar PEA | Sampel PEA |
|-------------|------------------------|------------------------|--------------------------|
| C – H | 2985 cm^{-1} | 2980 cm^{-1} | 2977.9 cm^{-1} |
| C = O | 1728 cm^{-1} | 1730 cm^{-1} | 1731.9 cm^{-1} |
| C = C | 1638 cm^{-1} | - | - |
| C – O ester | 1196 cm^{-1} | 1160 cm^{-1} | 1161.1 cm^{-1} |



Gambar 4.4 Perubahan struktur setelah terjadi polimerisasi

Terlihat bahwa *peak* pada $1600 - 1700 \text{ cm}^{-1}$ tidak lagi muncul, yang menunjukkan tidak adanya ikatan rangkap C=C, dan juga tidak didapatkan *peak* pada daerah $3000 - 3300 \text{ cm}^{-1}$, yang merupakan *peak* uluran C-H sp^2 (=CH-). Sedangkan *peak* pada 2977.9 cm^{-1} adalah untuk uluran CH_3 , dan pada 1161.1 cm^{-1} adalah uluran dari gugus ester, yang biasanya muncul pada daerah sdik jari $1110 - 1300 \text{ cm}^{-1}$.

Pada *Differential Scanning Calorimetry* (DSC), sampel dan *reference* diletakkan pada lingkungan yang serupa (biasanya wadah platinum dilengkapi dengan pemanas dan pengukur panas). Suhu pada kedua wadah diprogram dengan kecepatan pemanasan yang sama. Suhu sampel dan *reference* dibandingkan dan pemanas akan menjaga agar perbedaannya nol, dengan kata lain suhu sampel dan *reference* dijaga tetap selama terjadi proses termal pada sampel. Jumlah energi yang harus diberikan ke sampel (endoterm) atau yang diambil dari sampel (eksoterm) untuk menjaga tidak ada perbedaan suhu merupakan parameter percobaan yang diamati.

Nilai T_g untuk homopolimer etil akrilat adalah 251 K sampai dengan $248\text{K}^{[7]}$. Etil akrilat termasuk ke dalam monomer lunak karena polimernya mempunyai nilai T_g yang rendah. Dari hasil data DSC (Lampiran 10) terlihat bahwa nilai T_g yang diperoleh sebesar -12.42°C atau 260.58 K. Hal itu menandakan bahwa telah terjadi polimerisasi poli(etil akrilat), tetapi nilai T_g yang diperoleh sedikit lebih tinggi dari pada nilai teoritis yang ada. Hal ini mungkin disebabkan karena beberapa faktor yang mempengaruhi nilai T_g , antara lain struktur kimia, ukuran partikel dan berat molekul^[22].

Pada dasarnya Tg adalah fungsi dari kebebasan rotasi, apa saja yang membatasi rotasi akan menaikkan nilai Tg. Tingginya nilai Tg yang didapatkan pada penelitian ini mungkin dikarenakan struktur kimia dari rantai polimer yang didapatkan memiliki banyak percabangan, sehingga akan menurunkan/membatasi kebebasan rotasi, dan pada akhirnya akan dihasilkan kenaikan nilai Tg. Dengan semakin banyaknya percabangan, maka ukuran partikel dan berat molekul yang dihasilkanpun akan meningkat (sampel yang dikarakterisasi memiliki ukuran partikel 120,5 nm dan berat molekul 54668,9). Dimana berat molekul yang tinggi berarti polimer yang terbentuk memiliki ujung-ujung rantai yang semakin sedikit, dan menyebabkan volume bebasnya (ruang antar atom) menjadi lebih kecil, sehingga gerak rantai-rantai semakin terbatas, hal inilah yang mengakibatkan nilai Tg menjadi lebih tinggi. Faktor-faktor lain yang mempengaruhi nilai Tg yang diperoleh adalah kondisi pada saat pengukuran/preparasi sampel, kapasitas kalor, dan ketegangan/kekencangan (*stiffness*)^[7].

4.2 Pengaruh Konsentrasi Surfaktan SLS pada Homopolimer Etil Akrilat

Konsentrasi surfaktan sangat mempengaruhi proses polimerisasi karena misel yang terbentuk sebagai tempat terjadinya nukleasi menentukan jumlah partikel polimer yang terbentuk, ukuran partikel polimer, dan distribusi ukuran partikel. Dimana semakin besar konsentrasi surfaktan, maka jumlah

tempat nukleasi semakin banyak sehingga jumlah partikel yang dihasilkan semakin banyak tetapi ukuran partikelnya menjadi lebih kecil dan distribusinya cenderung polidispers. Ukuran misel berbeda-beda untuk masing-masing surfaktan misalnya SLS mempunyai ukuran misel kurang lebih 4 nm^[7]. Jadi dapat disimpulkan bahwa misel sangat berperan dalam polimer emulsi, terbukti dari hasil polimerisasi yang dihasilkan dan diuji persen konversi, ukuran partikel dan viskositas.

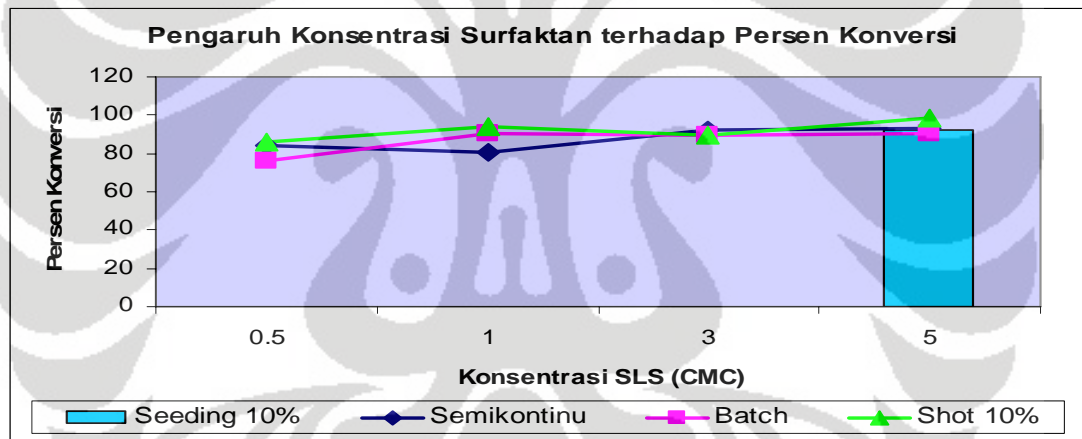
4.2.1 Pengaruh Konsentrasi Surfaktan SLS terhadap Persen Konversi

Pada penelitian ini pertama-tama dilakukan variasi konsentrasi SLS (0,5 CMC, 1 CMC, 3 CMC, dan 5 CMC) untuk masing-masing teknik polimerisasi (*batch*, semikontinu dan *shot* 10%). Setelah diketahui konsentrasi SLS yang optimum untuk menghasilkan persen konversi tertinggi, selanjutnya dilakukan teknik *seeding* 10 % pada konsentrasi SLS tersebut.

Menurut teori yang dikemukakan oleh Krishan^[16], penambahan konsentrasi surfaktan akan meningkatkan laju polimerisasi, sehingga semakin banyak monomer yang akan terkonversi menjadi polimer (persen konversi meningkat). Sejalan dengan hal tersebut, Capek^[9] menyatakan bahwa laju polimerisasi akan meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi surfaktan, laju polimerisasi yang tinggi akan meningkatkan persen konversi monomer sehingga hasil polimerisasi dapat lebih sempurna.

Dari hasil penelitian, terlihat bahwa nilai persen konversi untuk masing-masing teknik polimerisasi dengan variasi konsentrasi surfaktan tidak

terdapat perbedaan yang signifikan (Gambar 4.5), tetapi cenderung meningkat dengan naiknya konsentrasi surfaktan. Hal ini sesuai dengan teori-teori yang dikemukakan sebelumnya. Fungsi surfaktan adalah sebagai rumah reaksi dan menstabilkan lateks yang terbentuk, sehingga semakin tinggi konsentrasi surfaktan maka semakin banyak rumah reaksi yang tersedia dan semakin banyak surfaktan yang dapat digunakan untuk menstabilkan lateks, sehingga polimer yang terbentuk juga semakin banyak, dan dihasilkan persen konversi yang semakin tinggi.



Gambar 4.5 Grafik pengaruh konsentrasi surfaktan terhadap persen konversi pada masing-masing teknik polimerisasi

Tetapi pada teknik *batch* dengan konsentrasi SLS 3 CMC, teknik semikontinu dengan konsentrasi SLS 1 CMC, dan teknik *shot* 10% dengan konsentrasi SLS 3 CMC seolah-olah terjadi penurunan nilai persen konversi (meskipun penurunan yang dihasilkan tidak terlalu besar). Hal ini dapat terjadi

karena pada pengukuran persen konversi dengan metode *solid content* hanya diambil larutan emulsi yang stabil, sedangkan pada teknik *batch* dengan konsentrasi SLS 3 CMC, teknik semikontinu dengan konsentrasi SLS 1 CMC, dan teknik *shot* 10% dengan konsentrasi SLS 3 CMC terdapat sedikit grit/endapan. Dapat disimpulkan bahwa nilai persen konversi yang lebih rendah tersebut tidak menandakan bahwa proses polimerisasi tidak berlangsung dengan baik, karena pada dasarnya proses polimerisasi tetap berlangsung dengan baik, tetapi karena beberapa alasan maka timbul grit, dan karena pada metode pengukuran *solid content* yang diambil hanya larutan emulsi stabil (tanpa grit), maka seolah-olah persen konversi yang terukur menjadi lebih rendah. Timbulnya grit pada ketiga kasus di atas dapat dijelaskan sebagai berikut.

Pada penelitian ini digunakan inisiator APS yang larut dalam air, sehingga proses dekomposisi dan inisiasinya akan terjadi di dalam air. Selain itu, monomer yang digunakan (EA) cenderung bersifat polar, maka perlu dibentuk radikal oligomer di dalam fasa air agar selanjutnya dapat masuk ke dalam misel (nukleasi)^[6]. Sedangkan penambahan monomer selanjutnya untuk proses propagasi akan dapat masuk ke dalam misel dengan bantuan pengadukan. Dengan demikian, agar monomer dapat masuk ke dalam misel dibutuhkan pengadukan yang sesuai dan konstan yaitu sekitar 150 - 200 rpm. Karena jika pengadukan yang dilakukan terlalu cepat dapat menyebabkan misel pecah dan dihasilkan grit (endapan). Sedangkan pengadukan yang terlalu lambat akan menyulitkan masuknya monomer ke dalam misel

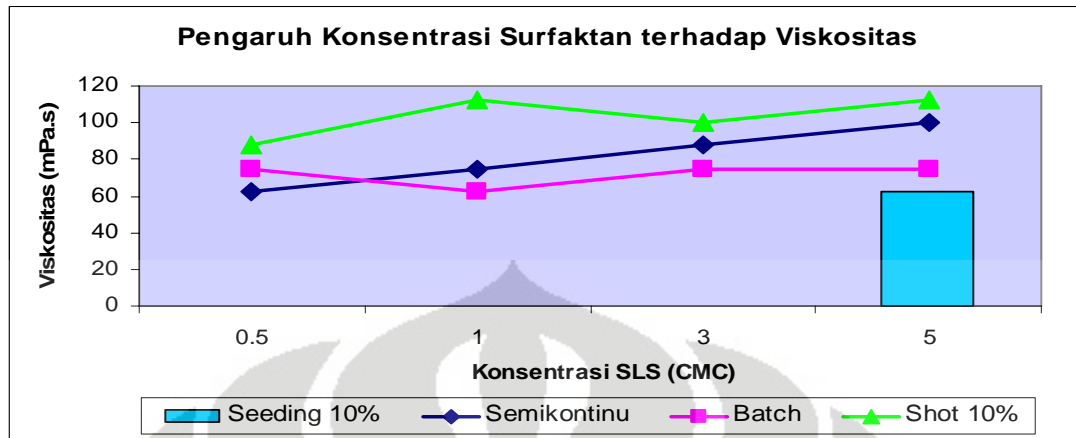
sehingga menyebabkan pertumbuhan pada beberapa misel menjadi tidak sempurna. Sementara itu sebagian misel yang lain terus mengalami pertumbuhan karena masih cukup banyak tersedia monomer yang belum terpolimerisasi. Meningkatnya pertumbuhan partikel polimer menyebabkan misel ini semakin tidak stabil, karena kapasitas misel terbatas. Misel yang tidak stabil ini akan pecah, dan dihasilkan grit. Akibatnya persen konversi yang terukur menjadi lebih kecil^[10].

Dari berbagai variasi konsentrasi surfaktan pada masing-masing teknik polimerisasi tersebut di atas, maka diperoleh keadaan optimum suatu poli(etil akrilat) berdasarkan persen konversi adalah pada 5 CMC SLS, yang selanjutnya digunakan pada teknik *seeding* 10%, dan dihasilkan persen konversi yang cukup tinggi, yaitu 91,8% yang berdekatan dengan nilai persen konversi untuk teknik yang lain pada konsentrasi SLS yang sama.

4.2.2 Pengaruh Konsentrasi Surfaktan SLS terhadap Viskositas Larutan Polimer

Viskositas diukur menggunakan alat viskometer Brookfield. Alat ini bekerja berdasarkan gesekan (*friction*) yang ditimbulkan oleh larutan emulsi terhadap luas area *spindle* yang digunakan^[11]. Viskositas polimer emulsi bergantung pada persen konversi, ukuran partikel, distribusi ukuran partikel, dan struktur rantai polimer yang terbentuk^[10], yang akan dijelaskan sebagai berikut.

Persen konversi yang tinggi menandakan tingginya kandungan padatan di dalam larutan yang mengakibatkan tumbukan dan gesekan antar partikel padatan di dalam larutan semakin besar sehingga viskositas pun akan meningkat. Ukuran partikel polimer menggambarkan besarnya polimer yang terbentuk. Semakin kecil ukuran polimer, maka ruang antar partikel menjadi semakin sempit, sehingga gesekan antar partikel semakin besar dan akan menghasilkan viskositas yang besar. Disamping ukuran partikel, perlu juga diperhatikan faktor belitan dari rantai polimer yang terbentuk, jika rantai berbentuk cabang, maka susunan ruang lebih rapat jika dibandingkan dengan rantai lurus dan belitan antar rantai semakin kuat yang menyebabkan viskositas larutan meningkat. Demikian halnya dengan distribusi ukuran partikel, semakin monodispers maka jarak antara partikelnya semakin rapat dan interaksi antar partikel meningkat, sehingga akan dihasilkan viskositas larutan yang tinggi^[17]. Berikut grafik pengaruh konsentrasi surfaktan terhadap viskositas polimer pada masing-masing teknik polimerisasi.



Gambar 4.6 Grafik pengaruh konsentrasi surfaktan terhadap viskositas polimer pada masing-masing teknik polimerisasi

Seperti dijelaskan di atas, bahwa semakin tinggi persen konversi, maka akan semakin besar nilai viskositas yang dihasilkan, hal ini sesuai dengan hasil yang didapatkan pada teknik *shot* 10% yaitu didapatkan nilai viskositas yang sesuai dengan kenaikan persen konversi, dimana nilainya turun pada konsentrasi SLS 3 CMC.

Sedangkan untuk teknik *batch* nilai persen konversi turun pada konsentrasi SLS 3 CMC, tetapi nilai viskositasnya turun pada konsentrasi SLS 1 CMC. Dan untuk teknik semikontinu persen konversi turun pada konsentrasi SLS 1 CMC, tetapi nilai viskositas semakin meningkat dengan naiknya konsentrasi SLS. Untuk kedua kasus ini terlihat bahwa kenaikan nilai viskositas tidak dapat dianalogkan dengan kenaikan persen konversi, maka perlu diketahui lebih lanjut faktor ukuran partikel dan berat molekul pada masing-masing konsentrasi tersebut.

Tabel 4.4 Data nilai persen konversi dan viskositas untuk masing-masing variasi konsentrasi SLS dan teknik polimerisasi

| | Shot 10% | | Batch | | Semikontinu | |
|----------------|-----------------|-------|---------------|-------------|--------------------|-------------|
| | % K | vis | % K | vis | % K | vis |
| 0.5 CMC | 86.157 | 87.5 | 75.874 | 75 | 84.421 | 62.5 |
| 1 CMC | 93.931 | 112.5 | 90.016 | 62.5 | 80.465 | 75 |
| 3 CMC | 89.318 | 100 | 89.211 | 75 | 92.126 | 87.5 |
| 5 CMC | 98.644 | 112.5 | 90.718 | 75 | 93.266 | 100 |

Keterangan : % K = Persen Konversi

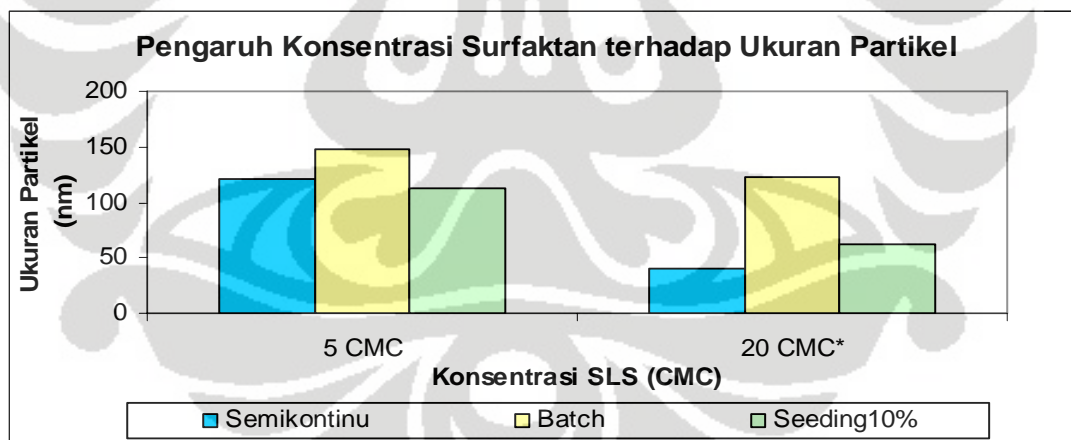
Vis = viskositas

Kemungkinan penyebab rendahnya nilai viskositas pada kedua kasus tersebut dikarenakan ukuran partikel yang besar dan polimer yang terbentuk berupa rantai lurus, serta indeks polidispersitas yang cukup tinggi. Dimana semakin besar ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel maka ruang antar partikel menjadi semakin renggang dan interaksi antar partikel melemah, sehingga gesekan antar partikel menjadi berkurang dan menghasilkan viskositas yang rendah^[17], dan jika rantai yang terbentuk berupa rantai lurus maka susunan ruang lebih renggang dan belitan antar rantai semakin lemah sehingga viskositas larutan menurun^[7].

Untuk aplikasi *coating* dibutuhkan viskositas polimer yang tidak terlalu tinggi dan tidak terlalu rendah karena jika viskositasnya terlalu besar akan membutuhkan waktu yang lama untuk pengeringan lapisan film, dan jika terlalu encer maka menjadi tidak efektif pada saat penggunaan. Dan pada penelitian ini dapat dilihat bahwa viskositas yang dihasilkan tidak terlalu tinggi juga tidak terlalu rendah.

4.2.3 Pengaruh Konsentrasi Surfaktan SLS terhadap Ukuran Partikel dan Distribusi Ukuran Partikel

Pada penelitian ini karakterisasi ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel hanya dilakukan pada konsentrasi SLS 5 CMC untuk masing-masing teknik polimerisasi, maka untuk mempelajari pengaruh variasi konsentrasi SLS terhadap ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel, akan dibandingkan dengan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Nitri Arinda^[10] yaitu pada konsentrasi SLS 20 CMC dengan menggunakan jumlah monomer dan inisiator yang sama. Berikut grafik perbandingan ukuran partikel dari kedua konsentrasi SLS tersebut pada masing-masing teknik polimerisasi.



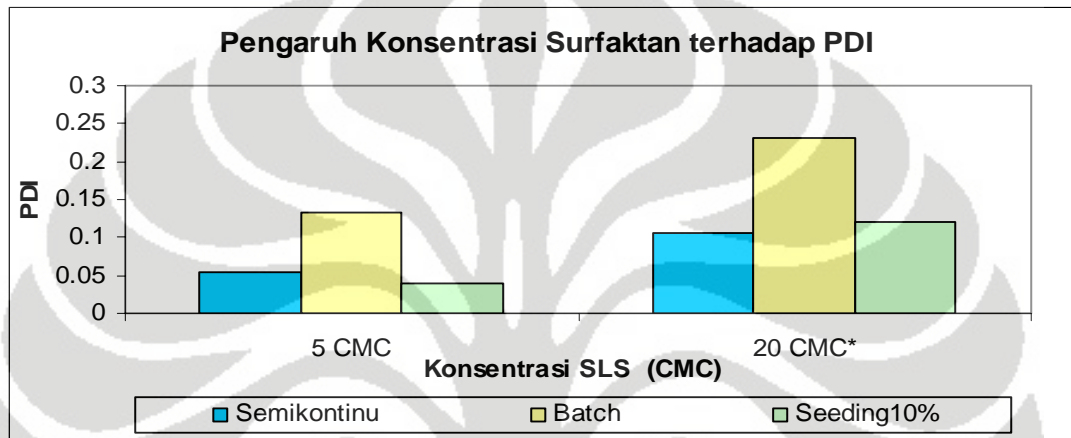
* Hasil penelitian Nitri Arinda

Gambar 4.7 Grafik perbandingan data ukuran partikel dengan penelitian sebelumnya pada masing-masing teknik polimerisasi

Lela S. Laelani^[13] dalam tulisannya menjelaskan teori yang dikemukakan oleh Smith Ewart, bahwa kenaikan konsentrasi surfaktan akan menghasilkan jumlah partikel yang banyak, dimana ukuran partikel yang dihasilkan semakin kecil. Dari grafik di atas, terlihat bahwa pada semua teknik didapatkan hasil dengan semakin tingginya konsentrasi surfaktan maka ukuran partikel yang dihasilkan semakin kecil. Hal ini sesuai dengan teori yang dikemukakan sebelumnya, dimana ukuran partikel sangat dipengaruhi oleh konsentrasi surfaktan, semakin besar konsentrasi surfaktan, maka semakin banyak misel yang dihasilkan untuk dijadikan sebagai rumah reaksi. Banyaknya misel yang tersedia dalam sistem emulsi menyebabkan monomer lebih terdistribusi ke dalam misel yang tersedia, sehingga dihasilkan ukuran partikel polimer yang lebih kecil.

Berdasarkan perbandingan dengan penelitian sebelumnya, maka pada konsentrasi surfaktan yang lebih rendah (5 CMC) dihasilkan nilai PDI yang lebih kecil, dengan kata lain distribusi ukuran partikel yang dihasilkan lebih merata (monodispers), seperti terlihat pada Gambar 4.7, hal ini sesuai dengan hasil yang didapatkan pada penelitian Kurniahati, U^[18], dimana jika konsentrasi surfaktan yang digunakan tinggi, maka jumlah misel yang dihasilkan juga akan semakin banyak, dan monomer akan terdistribusi ke dalam misel dengan ketidakseragaman yang meningkat, sehingga polidispersitas indeksinya akan meningkat. Selain itu, Irawadi, H^[10] dalam tulisannya menjelaskan teori yang dikemukakan oleh Agustin dan Jose, dimana jumlah surfaktan yang tinggi akan memicu terbentuknya inti

sekunder. Terdapat teori lain yang menyatakan bahwa jika digunakan jumlah inisiator dan surfaktan yang sangat tinggi, maka distribusi ukuran partikel akan melebar (polidispers)^[19]. Berikut grafik perbandingan nilai PDI pada kedua konsentrasi SLS tersebut pada masing-masing teknik polimerisasi.



Gambar 4.8 Grafik perbandingan data distribusi ukuran partikel dengan penelitian sebelumnya pada masing-masing teknik polimerisasi

Tabel 4.5 Data perbandingan ukuran partikel dan PDI dengan penelitian sebelumnya

| | Ukuran Partikel (nm) | | PDI | |
|--------------------|----------------------|---------|-------|---------|
| | 5 CMC | 20 CMC* | 5 CMC | 20 CMC* |
| Semikontinu | 120,5 | 40,26 | 0,053 | 0,105 |
| Batch | 148,2 | 123,3 | 0,133 | 0,232 |
| Seeding10% | 112,8 | 62,21 | 0,039 | 0,121 |

* Hasil penelitian Nitri Arinda

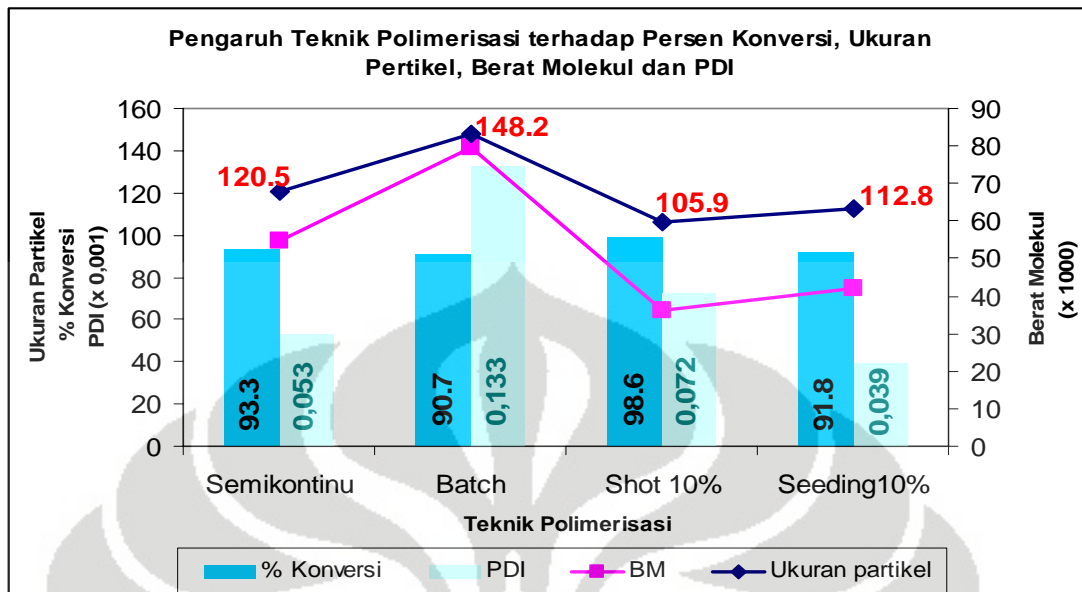
4.3 Pengaruh Teknik Polimerisasi pada Homopolimer Etil Akrilat

Teknik polimerisasi yang digunakan pertama kali adalah teknik semikontinu, *batch*, dan *shot 10%*. Setelah mendapatkan keadaan optimum maka dilakukan variasi selanjutnya, yaitu dilakukan teknik *seeding 10%*. Perbedaan teknik ini terletak pada penambahan monomer ke dalam reaktor. Pada teknik semikontinu dilakukan penambahan pre-emulsi ke dalam *initial charge* secara perlahan-lahan konstan selama 5 jam. Pada teknik *batch*, semua dicampurkan di awal reaksi, pada teknik *seeding* dan *shot* sebagian inisiator dan monomer telah ada di awal reaksi, perbedaan keduanya hanya pada lamanya waktu sebelum monomer dan inisiator sisa (pre-emulsi) mulai ditambahkan.

Berikut ini akan dilihat pengaruh masing-masing teknik polimerisasi untuk Poli(etil akrilat) pada konsentrasi surfaktan SLS yang sama, yaitu 5 CMC, karena pada konsentrasi inilah didapatkan hasil optimum setelah dilakukan parameter uji sebelumnya.

4.3.1 Pengaruh Teknik Polimerisasi terhadap Persen Konversi, Ukuran Partikel, Berat Molekul, dan Distribusi Ukuran Partikel

Berikut ini akan dijelaskan hubungan antara persen konversi, ukuran partikel, dan berat molekul, serta pengaruh dari masing-masing teknik polimerisasi yang digunakan terhadap persen konversi (%K), ukuran partikel (UP), dan berat molekul (BM), dan PDI (Gambar 4.9).



Gambar 4.9 Grafik pengaruh teknik polimerisasi terhadap persen konversi, ukuran partikel, berat molekul dan PDI pada konsentrasi SLS 5 CMC

Dari grafik di atas terlihat bahwa kenaikan ukuran partikel akan menyebabkan kenaikan berat molekul polimer yang dihasilkan, tetapi tidak demikian dengan nilai persen konversi dan PDI. Semakin besar ukuran partikel berarti semakin banyak monomer yang terpolimerisasi di dalam misel, sehingga berat molekul yang dihasilkanpun akan meningkat. Sedangkan persen konversi yang dihasilkan belum tentu sebanding dengan ukuran partikel, karena dalam polimer emulsi perlu juga diperhatikan distribusi ukuran partikel yang dihasilkan.

Terlihat bahwa teknik *batch* menghasilkan persen konversi terkecil tetapi ukuran partikelnya paling besar. Hal ini dikarenakan pada teknik *batch* dihasilkan PDI terbesar yang menggambarkan kemungkinan adanya inti misel inaktif ataupun misel yang belum berkembang sempurna (monomer

hanya terpolimerisasi pada beberapa misel), sehingga menyebabkan ukuran partikel yang terukur besar meskipun persen konversinya lebih kecil.

Sebaliknya dengan teknik *shot* 10%, dihasilkan persen konversi terbesar dan ukuran terkecil dengan PDI yang lebih kecil jika dibandingkan dengan teknik *batch*. PDI yang kecil menandakan ukuran partikel yang seragam (polimerisasi lebih tersebar merata), sehingga akan dihasilkan ukuran partikel yang lebih kecil, dan karena polimerisasi berlangsung lebih merata (lebih banyak kemungkinan monomer untuk terpolimerisasi), maka dihasilkan persen konversi yang lebih besar.

Selanjutnya akan dibahas pengaruh masing-masing teknik polimerisasi terhadap hasil yang didapatkan.

a. *Batch*

Pada teknik *batch* penambahan semua bahan secara langsung menyebabkan kemungkinan adanya partikel polimer yang sudah tumbuh lebih besar menjadi tidak stabil dan pecah, hal ini ditandai dengan adanya grit pada hasil polimerisasi, dan karena yang diambil pada saat penghitungan *solid content* percobaan hanya larutan emulsi yang stabil (tanpa grit), maka persen konversi yang terukur seolah-olah lebih rendah jika dibandingkan dengan ketiga teknik yang lain (90.7%).

Teknik *batch* menghasilkan ukuran partikel terbesar (148,2 nm) karena semua bahan dicampurkan dalam waktu bersamaan sehingga ada kemungkinan EA dapat masuk ke dalam misel karena pengaruh pengadukan meskipun belum terbentuk oligomer radikal karena APS belum ditambahkan

(APS ditambahkan setelah suhu mencapai 80°C, sedangkan monomer dan misel sudah tersedia sebelumnya). Sementara itu inisiator yang ditambahkan kemudian secara langsung membutuhkan waktu untuk menjadi radikal, sehingga hanya terdapat sebagian inisiator yang mampu menginisiasi monomer, sedangkan monomer sudah disediakan seluruhnya. Dengan sedikitnya monomer yang terinisiasi di awal reaksi maka monomer yang lain segera berpropagasi, atau propagasi langsung terjadi di dalam misel yang sebelumnya telah terisi monomer. Itulah sebabnya pada teknik ini dihasilkan ukuran partikel yang besar. Dan beberapa saat kemudian terbentuk radikal baru yang selanjutnya memulai nukleasi baru, dan diteruskan dengan propagasi, oleh karena itu pada teknik *batch* dihasilkan distribusi ukuran partikel yang paling lebar dibandingkan dengan teknik yang lain (PDI 0,133). Selain itu ada kemungkinan terjadi autoakselerasi yang merupakan kelemahan teknik *batch*, dimana terdapat kesulitan dalam mengontrol suhu, yang menyebabkan pemanasan pada tiap titik polimerisasi berbeda-beda, sehingga reaksi pembentukan radikal tidak dapat dikontrol, dan pada akhirnya akan dihasilkan distribusi ukuran partikel yang tidak seragam.

Berat molekul yang dihasilkan sebanding dengan ukuran partikel seperti telah dijelaskan sebelumnya. Disamping itu, salah satu kelebihan teknik *batch* adalah dapat dihasilkannya berat molekul yang tinggi dengan eksperimen yang sederhana^[7].

b. *Shot* 10%

Berdasarkan gambar di atas terlihat bahwa persen konversi paling tinggi dihasilkan pada teknik *shot* 10% (98,6%), yang berarti proses polimerisasi berlangsung hampir sempurna. Hal ini dikarenakan pada teknik ini sejumlah 10% dari inisiator dan monomer yang direaksikan lebih dulu pada *initial charge* dalam waktu singkat belum semuanya bereaksi sempurna, dan beberapa saat kemudian dilakukan penambahan inisiator dan monomer sisa, sehingga dapat mempercepat proses polimerisasi selanjutnya (meningkatkan jumlah radikal inisiator yang terbentuk dengan cepat dan menyempurnakan pembentukan radikal oligomer), oleh karena itu dihasilkan persen konversi yang tinggi^[7].

Ukuran partikel yang dihasilkan pada teknik *shot* 10% paling kecil (105,9 nm), hal ini dikarenakan penambahan sejumlah 10% monomer dan inisiator di awal reaksi menyebabkan kemungkinan sudah terbentuknya radikal oligomer yang masuk ke dalam misel untuk membentuk inti primer, tetapi pembentukan inti primer tersebut belum sempurna atau hanya masuk ke beberapa misel karena selang waktu *shot* dan penambahan pre-emulsi selanjutnya hanya sebentar (\pm 15 menit), berbeda dengan teknik *seeding* yang penyebaran dan pembentukan inti primernya terjadi dengan sempurna. Dan kemudian dilanjutkan dengan penambahan pre-emulsi yang akan menyempurnakan proses sebelumnya dengan memperpanjang rantai monomer radikal yang sudah terbentuk sebelumnya sehingga menjadi radikal oligomer dan masuk ke dalam misel untuk membentuk inti, sedangkan inti

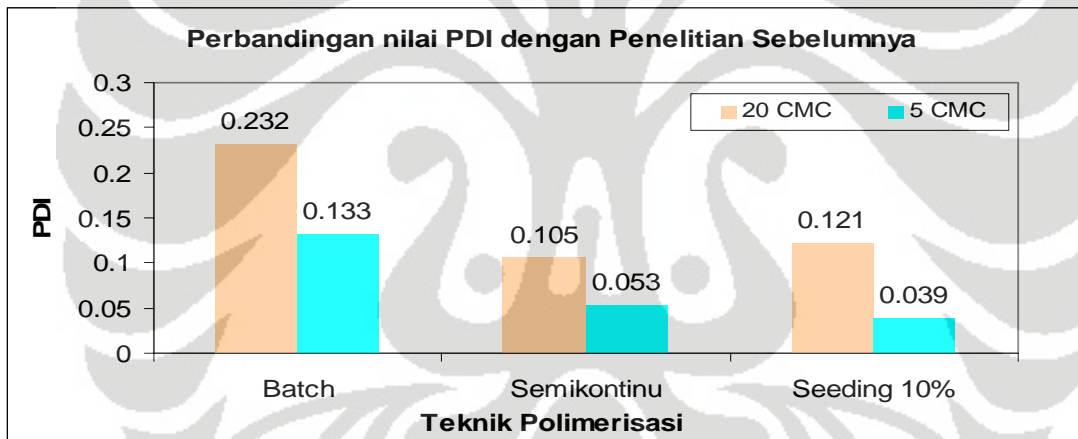
yang telah terbentuk sebelumnya terus berkembang, itu pula sebabnya pada teknik *shot* dihasilkan distribusi ukuran partikel yang lebih lebar jika dibandingkan dengan teknik *seeding*, tetapi tetap monodispers (0,072) karena jarak waktu antara *shot* dan *feeding* pre-emulsi terbilang singkat, sehingga perbedaan antara pertumbuhan inti primer yang terbentuk lebih dulu dengan yang selanjutnya tidak berbeda jauh.

c. Semikontinu

Untuk teknik semikontinu, persen konversinya (93,3%) lebih rendah daripada teknik *shot* 10% (98,6%), karena pada teknik *shot* 10% sebelumnya telah terbentuk radikal inisiator dan radikal oligomer (seperti dijelaskan di atas). Maka jika dibandingkan dengan teknik semikontinu, laju polimerisasi pada teknik *shot* 10% lebih cepat, sehingga polimerisasi yang terjadipun lebih cepat dan dihasilkan persen konversi yang lebih tinggi. Aryanti^[10] menyatakan bahwa teknik polimerisasi semikontinu akan menghasilkan indeks polidispersitas yang lebih kecil dibandingkan teknik *batch*, hal ini sesuai dengan hasil yang diperoleh pada penelitian ini.

Pada teknik semikontinu dihasilkan PDI yang kecil (0,053), hal ini merupakan salah satu kelebihan teknik semikontinu, yaitu akan dihasilkannya distribusi ukuran yang monodispers jika digunakan konsentrasi surfaktan yang rendah, dan akan dihasilkan distribusi ukuran yang polidispers jika digunakan konsentrasi surfaktan yang tinggi. Hal ini sesuai dengan penjelasan teori sebelumnya, yaitu jika konsentrasi surfaktan yang digunakan

tinggi, maka jumlah misel yang dihasilkan juga akan semakin banyak, dan monomer akan terdistribusi ke dalam misel dengan ketidakseragaman yang meningkat, sehingga polidispersitas indeksinya akan meningkat^[18]. Karena pada penelitian ini digunakan konsentrasi surfaktan yang rendah (5 CMC), maka akan dihasilkan distribusi ukuran partikel yang monodispers. Hal ini juga sesuai dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Nitri Arinda, dimana pada konsentrasi surfaktan yang lebih tinggi (20 CMC), dihasilkan PDI yang lebih besar pula pada masing-masing teknik polimerisasi.



Gambar 4.10 Grafik perbandingan nilai PDI dengan penelitian sebelumnya

d. *Seeding* 10%

Sedangkan pada teknik *seeding* 10% dihasilkan persen konversi yang lebih kecil dari pada teknik semikontinu dan *shot* 10% (91,8%). Laelani, L^[13], dalam tulisannya menjelaskan teori yang dikemukakan oleh Nizardo bahwa dengan adanya penambahan *seeding* pada teknik *seeding* akan memperkecil

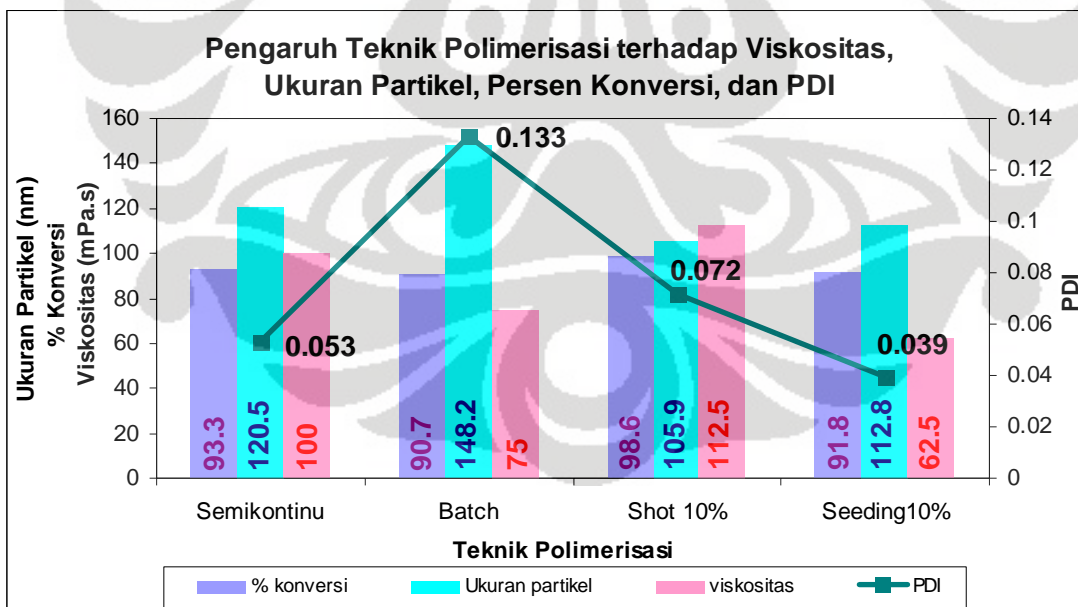
hasil persen konversi. Hal ini terjadi karena semakin besar *seeding* yang dilakukan, jumlah inisiator yang ditambahkan pada awal reaksi semakin besar. Akibatnya polimerisasi berjalan cepat pada awal reaksi, tetapi kecepatan polimerisasi pada sisa waktu reaksi menurun dengan makin banyaknya jumlah *seeding* yang ditambahkan. Pada teknik ini sebagian monomer dan inisiator dicampurkan di awal reaksi untuk membentuk *seed* polimer. Setelah 1 jam reaksi (dimana telah terbentuk *seed* polimer), sisa inisiator dan monomer ditambahkan dengan kecepatan konstan. Karena jumlah inisiator sisa sedikit, maka pembentukan radikal selanjutnya menjadi berkurang, akibatnya kecepatan polimerisasi menurun, sehingga jumlah monomer yang terkonversi menjadi lebih rendah.

Chu et. al.^[20] menjelaskan bahwa penggunaan teknik *seeding* dilakukan untuk memperbesar ukuran partikel, tetapi meskipun ukuran partikel yang dihasilkan lebih besar, indeks polidispersitas yang didapat juga akan lebih besar. Tetapi pada penelitian ini dihasilkan ukuran partikel yang lebih kecil dari pada teknik *batch* dan semikontinu (112,8 nm), hal ini dikarenakan penambahan inisiator yang banyak sekaligus di awal reaksi menyebabkan lebih banyaknya inisiator yang tersedia di awal reaksi, maka radikal yang terbentuk juga lebih banyak (di awal reaksi), dan akan membentuk inti yang lebih banyak pula, dalam hal ini pembentukan inti (nukleasi) memanfaatkan/menggunakan sebagian besar misel yang tersedia (persebaran nukleasi terjadi dengan baik dan merata), sehingga akan terbentuk inti-inti partikel yang kecil, dan penambahan monomer selanjutnya

(setelah satu jam proses pembentukan inti) akan melanjutkan proses pertumbuhan. Hal ini juga yang menyebabkan pada akhirnya dengan teknik *seeding* 10% ini dihasilkan distribusi ukuran partikel yang paling sempit jika dibandingkan dengan teknik yang lain (PDI 0,039), hal ini dapat menjelaskan ketidaksesuaian hasil penelitian ini dengan teori yang dikemukakan sebelumnya.

4.3.1 Pengaruh Teknik Polimerisasi terhadap Viskositas Larutan Polimer

Seperi telah dibahas sebelumnya bahwa viskositas larutan dipengaruhi oleh persen konversi, ukuran partikel, distribusi ukuran partikel, dan jenis struktur rantai polimer yang diperoleh.



Gambar 4.11 Grafik pengaruh teknik polimerisasi terhadap viskositas, ukuran partikel, persen konversi, dan PDI pada konsentrasi SLS 5 CMC

Dari grafik di atas terlihat bahwa viskositas terendah dihasilkan pada teknik *seeding* 10% dan tertinggi pada teknik *shot* 10%. Berdasarkan nilai PDI, seharusnya dihasilkan viskositas yang lebih tinggi pada teknik *seeding* karena nilai PDI yang lebih rendah, hal ini mungkin dikarenakan adanya belitan antar partikel polimer yang terjadi pada teknik *shot*, sehingga menyebabkan viskositas pada teknik *shot* lebih besar.

Rendahnya viskositas larutan pada teknik *batch* jika dibandingkan dengan teknik semikontinu dikarenakan pada teknik ini lebih besar kemungkinan dihasilkannya rantai lurus, sedangkan pada teknik semikontinu cenderung bercabang^[16]. Selain itu pada teknik *batch* dihasilkan PDI dan ukuran partikel yang lebih besar jika dibandingkan dengan semikontinu, maka akan menyebabkan rendahnya nilai viskositas. Hal ini sesuai dengan teori yang dikemukakan oleh Scheneider^[17] bahwa viskositas yang dihasilkan akan rendah jika partikel mempunyai ukuran yang polimodal jika dibandingkan dengan monomodal. Selain itu, Noverra^[21] mengemukakan bahwa semikontinu memiliki viskositas yang lebih besar jika dibandingkan dengan teknik *seeding* dan *batch*.



BAB V

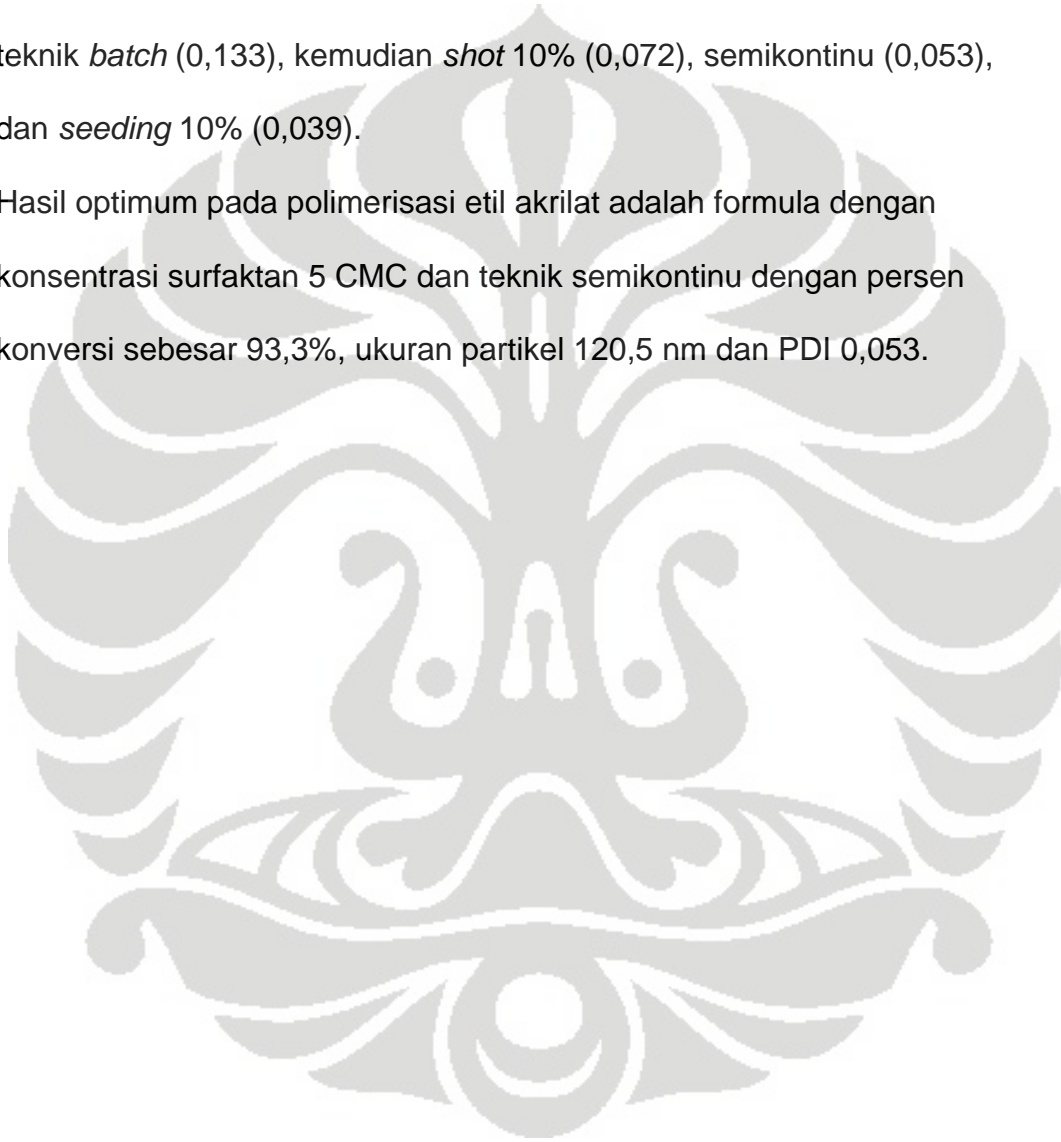
KESIMPULAN

Dari data pengamatan melalui pengukuran beberapa parameter yang dilakukan terhadap hasil polimerisasi pada penelitian ini diperoleh kesimpulan sebagai berikut :

1. Kenaikan konsentrasi surfaktan SLS pada masing-masing teknik polimerisasi dapat meningkatkan persen konversi dan indeks polidispersitas, serta menurunkan ukuran partikel polimer yang dihasilkan yang akan menyebabkan berat molekul yang dihasilkan juga menurun.
2. Nilai viskositas larutan polimer emulsi dipengaruhi beberapa faktor, antara lain persen konversi, ukuran partikel, distribusi ukuran partikel, berat molekul, dan jenis rantai polimer yang terbentuk. Pada penelitian ini dihasilkan nilai viskositas yang tidak terlalu encer juga tidak terlalu kental, yaitu berkisar antara 62,5 – 112,5 mPa.s.
3. Didapatkan nilai persen konversi optimum untuk masing-masing teknik polimerisasi dari hasil variasi konsentrasi SLS (0,5 CMC, 1 CMC, 3 CMC, dan 5 CMC) pada konsentrasi SLS 5 CMC, yaitu berkisar antara 98,6% sampai 90,7% pada masing-masing teknik polimerisasi. Sedangkan pada konsentrasi SLS yang lain didapatkan persen konversi terendah antara 75,9% sampai 86,2%.
4. Untuk konsentrasi SLS optimum (5 CMC) pada masing-masing teknik polimerisasi didapatkan hasil persen konversi terbesar pada teknik *shot*

10% (98,6%) kemudian semikontinu (93,3%), *seeding* 10% (91,8%), dan *batch* (90,7%). Sedangkan untuk ukuran partikel terbesar dihasilkan pada teknik *batch* (148,2 nm), kemudian semikontinu (120,5nm), *seeding* 10% (112,8 nm), *shot* 10% (105,9 nm). Dan nilai PDI terbesar dihasilkan pada teknik *batch* (0,133), kemudian *shot* 10% (0,072), semikontinu (0,053), dan *seeding* 10% (0,039).

5. Hasil optimum pada polimerisasi etil akrilat adalah formula dengan konsentrasi surfaktan 5 CMC dan teknik semikontinu dengan persen konversi sebesar 93,3%, ukuran partikel 120,5 nm dan PDI 0,053.



DAFTAR PUSTAKA

1. Egen,M.; Braun,L; Zentel,R.; Tannert,K.; Frese,P.; Reis,O.; Wulf,M.
"Artificial Opals as Effect Pigments in Clear-Coatings". *Macromol. Mater.Eng.* (289) 158-163. 2004
2. Tayeb,G.; Gralak,B.; Enoch,S. "Structural Colors in Nature and Butterfly-Wing Modeling". *Optics and Photonics News*, 40-49. 2003
3. Supri dan Amir Hamzah Siregar. "Sistensis Dan Karakterisasi Homopolimer Emulsi Poli (Metilmetakrilat) Dengan Variasi Konsentrasi Surfaktan Dan Zat Pengalih Rantai". Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sumatera Utara. 2004
4. Ruhl, T; Hellmann, G.P. "Colloidal Crystals in Latex Films: Rubbery Opals". *Macromol. Chem. Phys.* (202) 3502-3505. 2001
5. O'Callaghan; A.J. Paine, A. Rudin. "Emulsion Polymerization of Supermicron, Monodisperse Acrylic Copolymer Particles with Core-Shell Structures". *Journal of Polimer Science: Part A: Polymer Chemistry* (33) 1849-1857. John Wiley & Sons, Inc: 1995
6. Piirma, Irja. "Emulsion Polymerization". Ohio: 1982
7. Arinda, Nitri. "Pengaruh Variasi Konsentrasi Surfaktan Sodium Lauril Sulfat, Inisiator Ammonium Persulfat, Teknik Polimerisasi dan Waktu Feeding Terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel pada Homopolimer Etil Akrilat". Depok: Program Sarjana Departemen Kimia FMIPA UI. 2007

8. Snuparek, J ; Kleckova, Z. "Some Factors Affecting The Particle Growth in Semicontinuous Emulsion Polymerization of Acrylic Monomers". *J.Appl.Polym.Sci.* (29) 1-11. 1984
9. Capek. "Seeded Emulsion Polymerization of Butyl Acrylate". *Acta Polymerica* (42) 273-277. 1991
10. Irawadi, Hydrine. "Pengaruh Inisiator Redoks H₂O₂-Asam Askorbat dan Pengikat silang Glisidil Metakrilat terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel pada Polimerisasi Emulsi Core-Shell Butil Akrilat-Stiren". Depok: Program Sarjana Departemen Kimia FMIPA UI. 2007
11. Sarwono, Ariyanti. "Pengaruh Variasi Inisiator dan Tehnik Polimerisasi Terhadap Ukuran Partikel Pada Kopolimerisasi Emulsi Stirena-Butil Akrilat-Metil Metakrilat". Depok: Program Sarjana Departemen Kimia FMIPA UI. 2007
12. Monfritriani. "Pengaruh Komposisi Surfaktan terhadap Kopolimer Emulsi Styrene-Butyl Acrylate-Methacrylic Acid". Depok: Pogram Magister Ilmu Material FMIPA UI. 2004
13. Laelani, Lela S. "Pengaruh Konsentrasi Surfaktan Sodium Lauril Sulfat dan Inisiator Redoks terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel pada Homopolimerisasi Metil Metakrilat". Depok: Program Sarjana Departemen Kimia FMIPA UI. 2007
14. Abdullah, Iman. "Studi Polimerisasi Core-Shell Metil Metakrilat-Butil Akrilat : Pengaruh Konsentrasi Monomer, Jenis dan Komposisi Inisiator

- terhadap Ukuran dan Indeks Plidispersitas". Depok: Program Sarjana Departemen Kimia FMIPA UI. 2007
15. Steven, M. "Kimia Polimer". Jakarta: PT Pradnya Paramita. 2001
 16. Krishan, T., M. Margaritova. "A Study of emulsion Polymerization". *Journal of Polymer Science* (52) 139-145. 1961
 17. Schneider, M ; Claverie, J. dkk. "High Solid Content Emulsion. I. A Study of The Influence of The Particle Size Distribution and Polymer Concentration on Viscosity". *J.Appl.Polym.Sci.* (84) 1878-1896, 2002
 18. Kurniahati, Umy. "Studi Polimerisasi Core Metil metakrilat : Pengaruh Konsentrasi Inisiator Ammonium Persulfat (APS) dan Surfaktan Sodium Lauril Sulfat (SLS) terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel". Depok: Program Sarjana Departemen Kimia FMIPA UI. 2007
 19. Oktavia, Evi. "Studi Pendahuluan Polimerisasi Emulsi Opal (Colorant Emulsion) Polistirena-KO-Polibutil Akrilat". Depok: Program Magister Departemen Kimia FMIPA UI. 2006
 20. Tang, C., Fuxiang Chu. "Semicontinuous Emulsion Polymerization of Styrene-Butyl Acrylate-Methacrylic Acid with High Solid Content". *Journal of Applied Polymer Science* (82) 2352-2356. 2001
 21. Noverra. "Pengaruh Surfaktan Natrium Dodesil Benzen Sulfonat Rantai Lurus dan Bercabang Serta Teknik Polimerisasi Emulsi Terhadap Ukuran Dan Distribusi Ukuran Partikel Pada Kopolimerisasi Stiren-Butil Akrilat-Metil Metakrilat". Depok: Program Sarjana Departemen Kimia FMIPA UI. 2006





LAMPIRAN

LAMPIRAN 1 : Formula Polimerisasi

Formula teknik semikontinu dan *batch* dengan total 3% APS dan 18,38% etil akrilat

| Keterangan | | Semikontinu dan <i>Batch</i> | | | |
|----------------|-----|------------------------------|--------|--------|--------|
| | | 0.5 CMC | 1 CMC | 3 CMC | 5 CMC |
| Initial Charge | air | 560.86 | 559.76 | 555.36 | 550.96 |
| | SLS | 0.66 | 1.32 | 3.96 | 6.60 |
| Stream 1 | air | 9.49 | 9.49 | 9.49 | 9.49 |
| | APS | 5.51 | 5.51 | 5.51 | 5.51 |
| Stream 2 | air | 238.94 | 238.94 | 238.94 | 238.94 |
| | EA | 183.80 | 183.80 | 183.80 | 183.80 |
| | SLS | 0.44 | 0.88 | 2.64 | 4.40 |
| | KOH | 0.30 | 0.30 | 0.30 | 0.30 |
| Total (gram) | | 1000 | 1000 | 1000 | 1000 |

LAMPIRAN 1 : Formula Polimerisasi (lanjutan)

Formula teknik *shot* 10% dan *seeding* 10% dengan total 3% APS dan 18,38% etil akrilat

| Keterangan | | Shot 10% | | | | Seeding 10% |
|-----------------------|-----|----------|--------|--------|--------|----------------|
| | | 0.5 CMC | 1 CMC | 3 CMC | 5 CMC | 5 CMC |
| Initial Charge | air | 584.20 | 583.10 | 578.70 | 574.30 | 574.30 |
| | SLS | 0.66 | 1.32 | 3.96 | 6.60 | 6.60 |
| | APS | 0.55 | 0.55 | 0.55 | 0.55 | 0.55 |
| | EA | 18.38 | 18.38 | 18.38 | 18.38 | 18.38 |
| Stream 1 | air | 10.04 | 10.04 | 10.04 | 10.04 | 10.04 |
| | APS | 4.96 | 4.96 | 4.96 | 4.96 | 4.96 |
| Stream 2 | air | 215.05 | 215.05 | 215.05 | 215.05 | 215.05 |
| | EA | 165.42 | 165.42 | 165.42 | 165.42 | 165.42 |
| | SLS | 0.44 | 0.88 | 2.64 | 4.40 | 4.40 |
| | KOH | 0.30 | 0.30 | 0.30 | 0.30 | 0.30 |
| Total (gram) | | 1000 | 1000 | 1000 | 1000 | 1000 |

LAMPIRAN 2 : Perhitungan Kandungan Padatan Teoritis

- Kandungan padatan teoritis
= berat (monomer + surfaktan + inisiator + basa)

- Persen kandungan padatan teoritis
= $\frac{\text{kandungan padatan teoritis}}{\text{total berat formula}} \times 100\%$

Misalnya untuk teknik *seeding* 10% 5CMC :

Total formula polimerisasi = 1000 g

Berat monomer etil akrilat = 183.80 g

Berat surfaktan (SLS) = 11 g

Berat inisiator APS = 5.51 g

Berat NaOH = 0.3 g

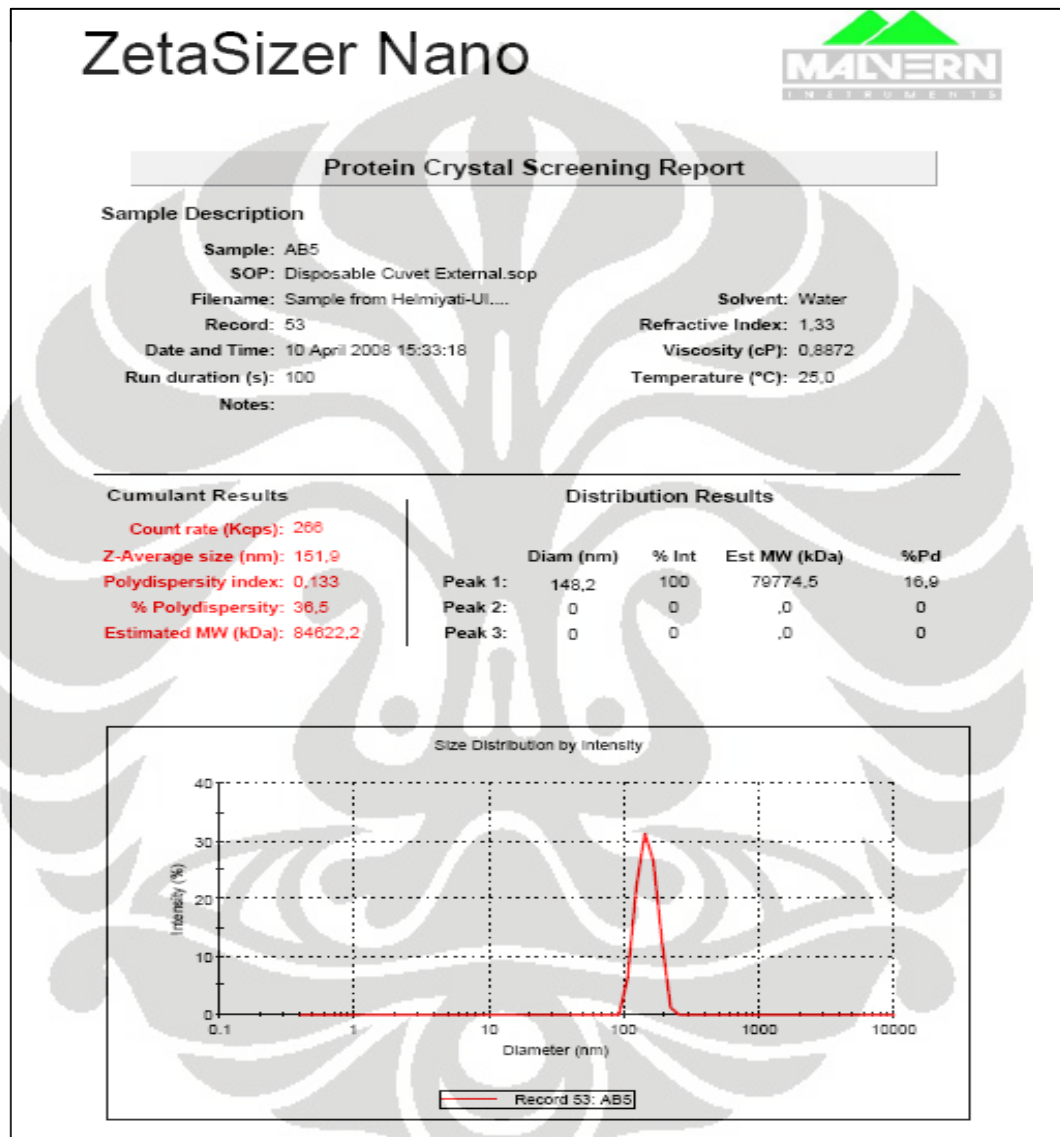
Berat air = 799.39 g

kandungan padatan teoritis
= $183.80 + 11 + 5.51 + 0.3 = 200.61 \text{ g}$

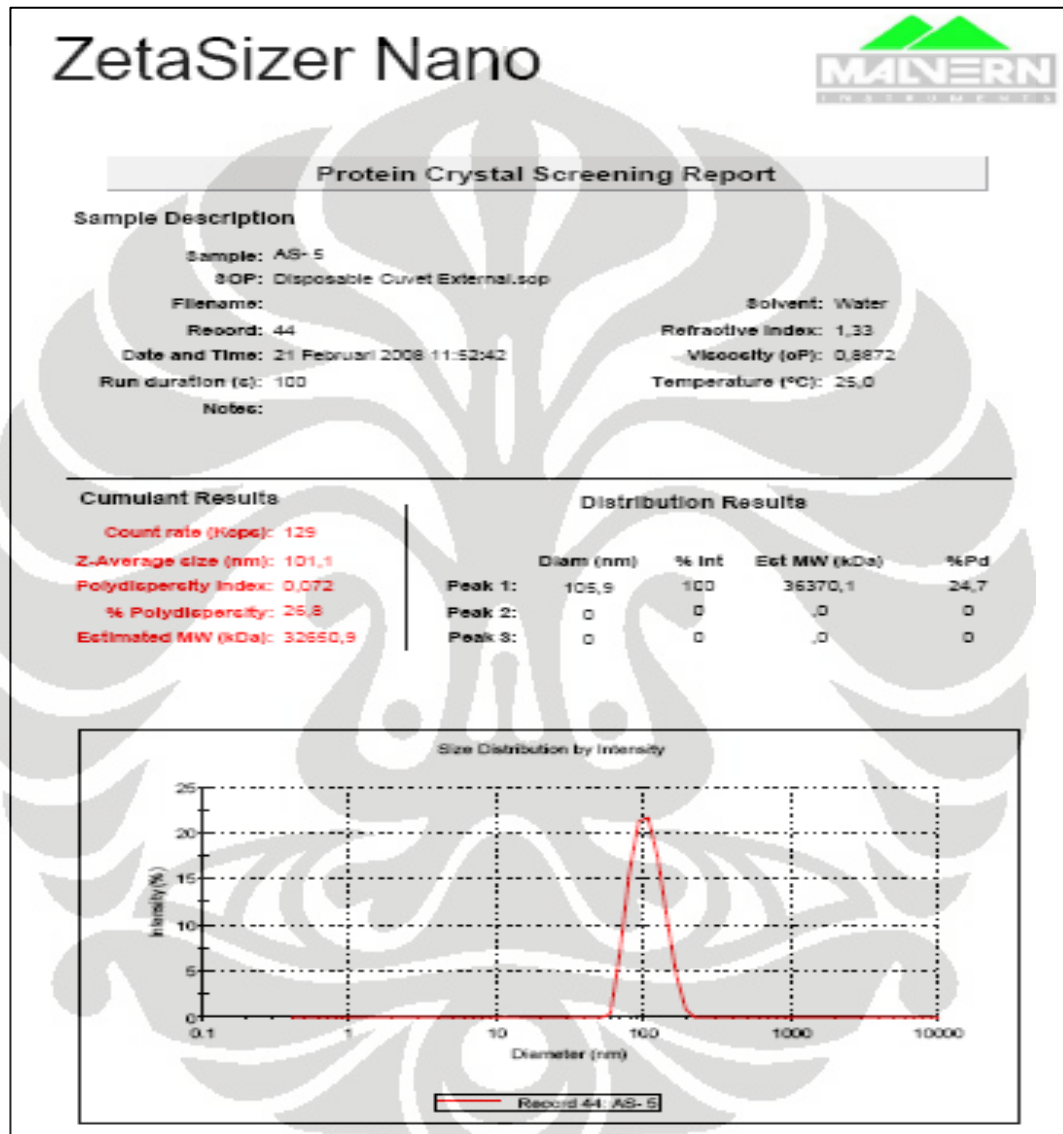
% kandungan padatan teoritis
= $(200.61 / 1000) \times 100 + \%$
= 20.061 %

- Persen konversi (kedekatan antara hasil percobaan dengan teoritis)
= $\frac{\text{Persen kandungan padatan percobaan}}{\text{Persen kandungan padatan teoritis}} \times 100\%$

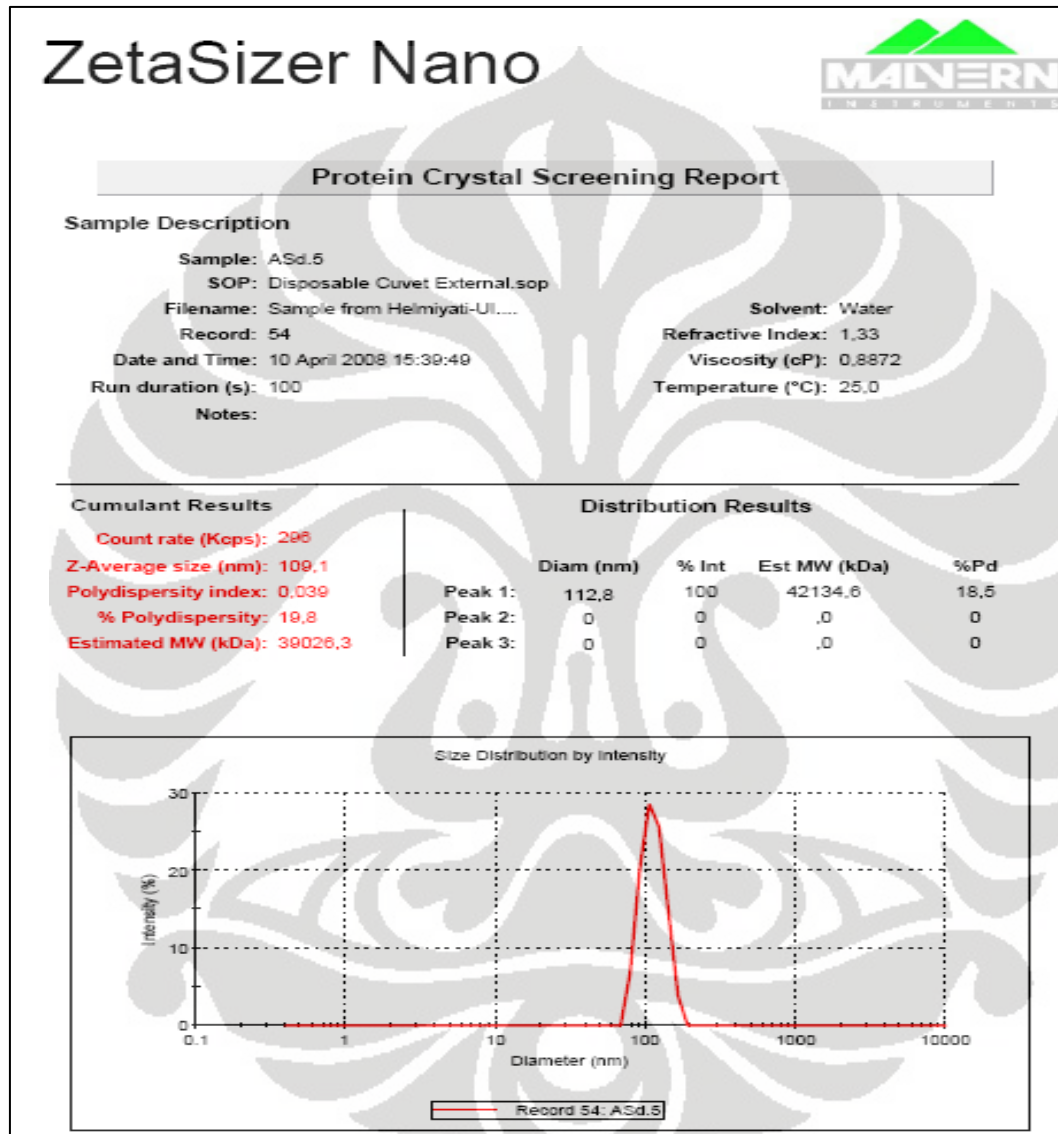
LAMPIRAN 3 :Ukuran Partikel, Indeks Polidispersitas dan Berat Molekul Rata-rata Homopolimer Etil Akrilat pada 5 CMC SLS dengan Teknik *Batch*



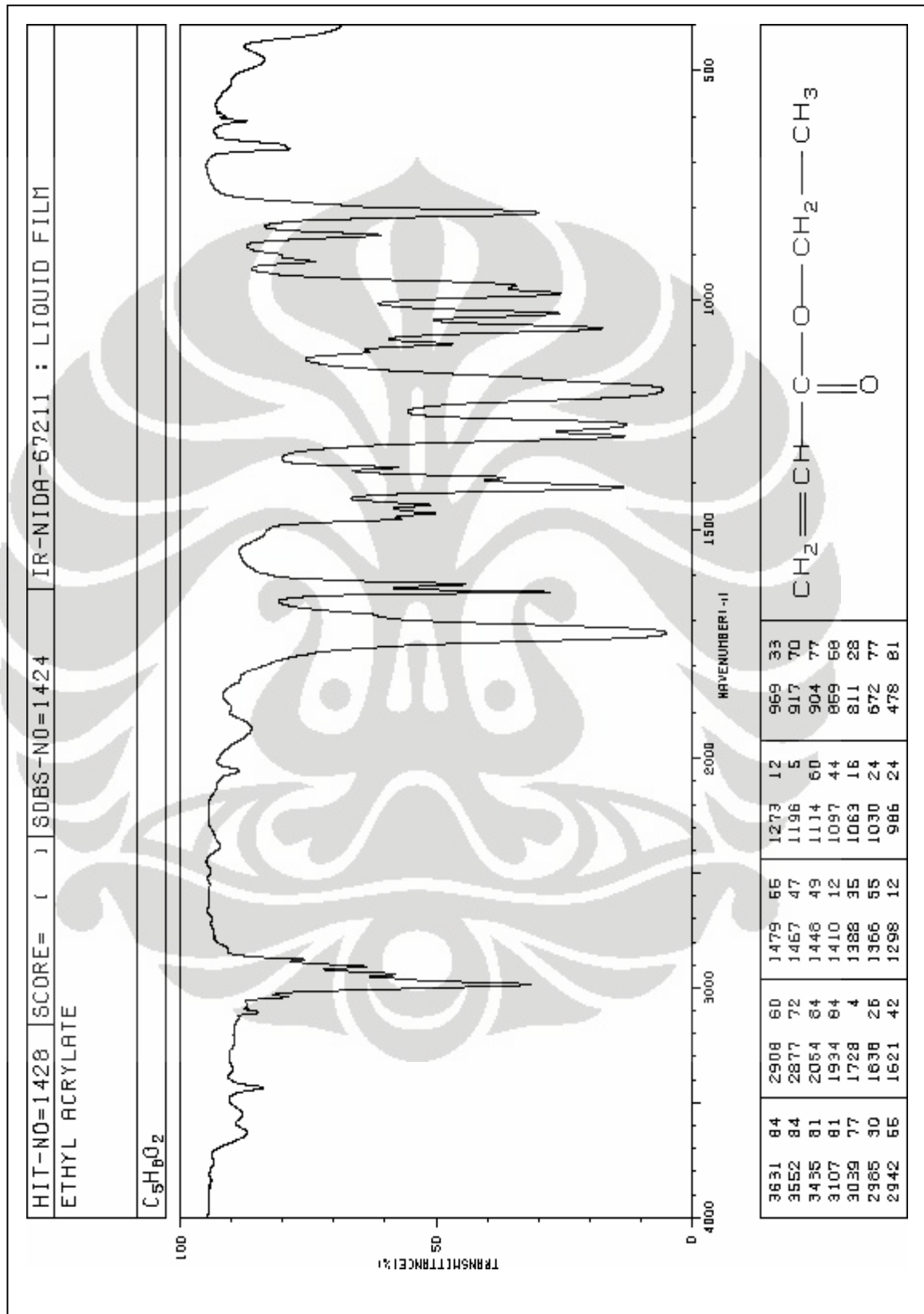
LAMPIRAN 5 :Ukuran Partikel, Indeks Polidispersitas dan Berat Molekul
Rata-rata Homopolimer Etil Akrilat pada 5 CMC SLS
dengan Teknik *Shot* 10%



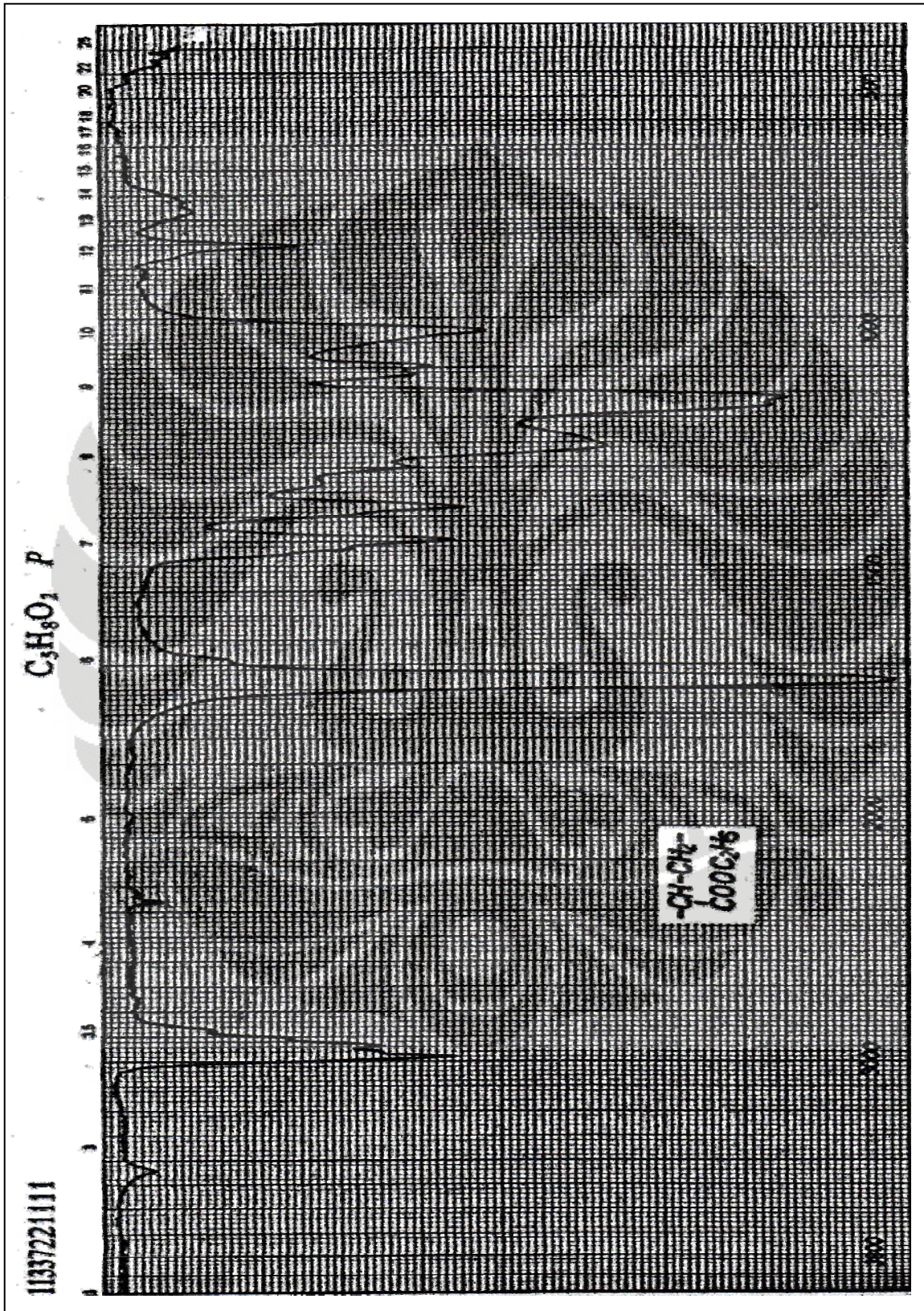
LAMPIRAN 6 : Ukuran Partikel, Indeks Polidispersitas dan Berat Molekul Rata-rata Homopolimer Etil Akrilat pada 5 CMC SLS dengan Teknik *Seeding* 10%



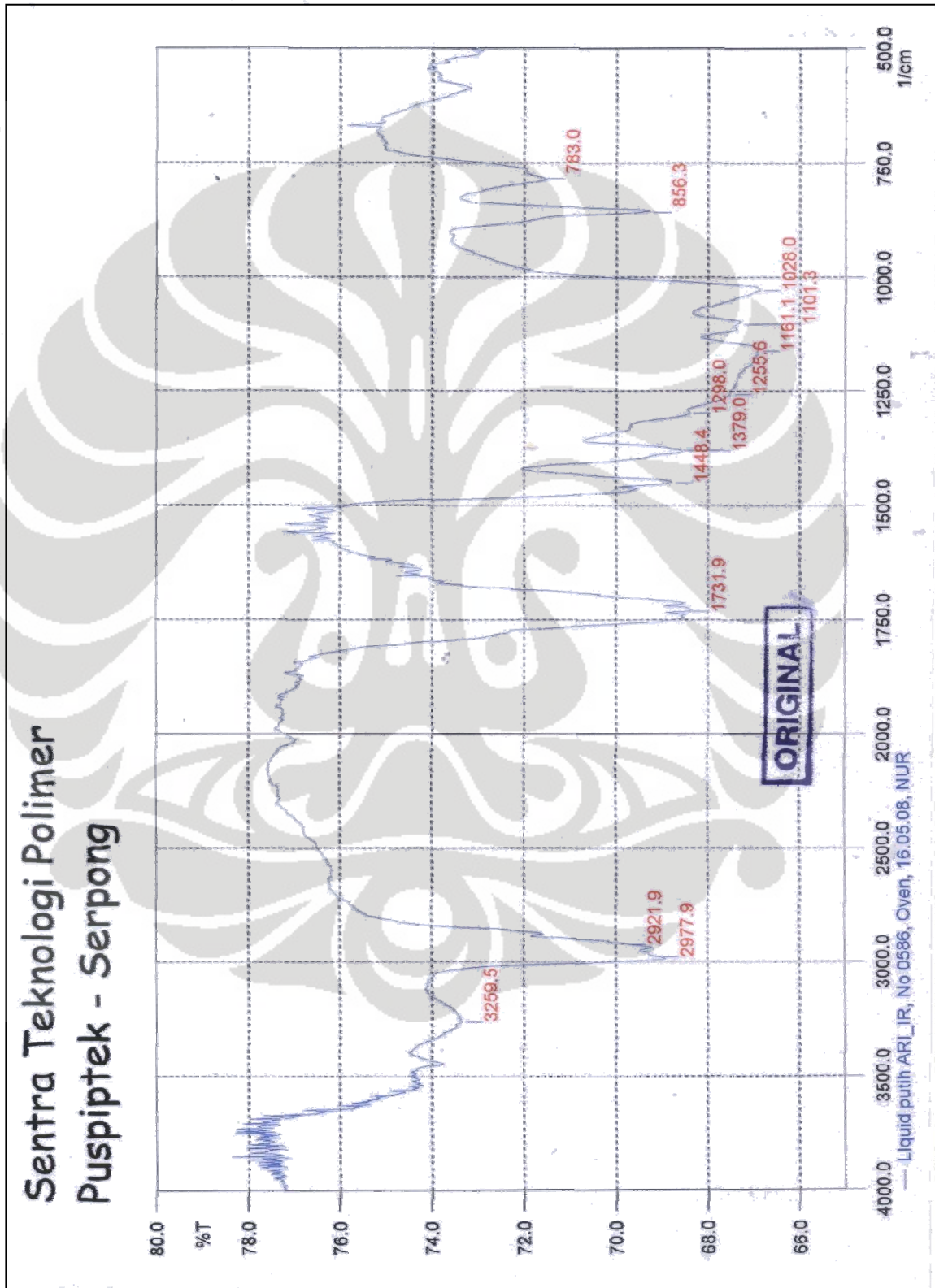
LAMPIRAN 7 : Spektrum FTIR Standar Monomer Etil Akrilat^[14]



LAMPIRAN 8 : Spektrum FTIR Standar Poli (Etil Akrilat)



LAMPIRAN 9 : Spektrum FTIR Poli(Etil Akrilat) pada 5 CMC SLS dengan
Teknik Seeding 10%



LAMPIRAN 10 : Kurva DSC Poli(Etil Arilat) pada 5 CMC SLS dengan
Teknik Semikontinu

