

UNIVERSITAS INDONESIA

**POLIMERISASI BULK STIRENA: PENGARUH VARIASI DAN
KOMPOSISI INISIATOR REDOKS SERTA TEMPERATUR TERHADAP
PERSEN KONVERSI DAN BERAT MOLEKUL RATA-RATA**

SKRIPSI

**STEFFANY
0606069344**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM KIMIA
DEPOK
JULI 2010**



UNIVERSITAS INDONESIA

**POLIMERISASI BULK STIRENA: PENGARUH VARIASI
DAN KOMPOSISI INISIATOR REDOKS SERTA
TEMPERATUR TERHADAP PERSEN KONVERSI DAN
BERAT MOLEKUL RATA-RATA**

SKRIPSI

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
sarjana sains**

**STEFFANY
0606069344**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI KIMIA
DEPOK
JULI 2010**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri, dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk telah saya nyatakan dengan benar.



Nama : Steffany
NPM : 0606069344
Tanda Tangan :
Tanggal : 14 Juli 2010

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh

Nama : Steffany
NPM : 0606069344
Program Studi : Kimia
Judul Skripsi : Polimerisasi Bulk Stirena: Pengaruh Variasi dan Komposisi Inisiator Redoks serta Temperatur Terhadap Persen Konversi dan Berat Molekul Rata-rata

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Emil Budianto ()
Penguji : Dr. Herry Cahyana ()
Penguji : Dr. Yoki Yulizar ()
Penguji : Dr. Jarnuzi Gunlazuardi ()

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 14 Juli 2010

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur saya panjatkan kepada Tuhan Yesus Kristus karena atas kehendak, kasih sayang, kekuatan, bimbingan dan kasih karunia-Nya saya dapat menyelesaikan skripsi ini tepat pada waktunya. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sains pada Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

Skripsi ini juga tidak akan terselesaikan tanpa bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu saya ingin mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Dr. Emil Budiarto sebagai pembimbing atas kesediaan waktu, tenaga serta pengajaran, kedisiplinan, motivasi, wawasan dan bimbingannya selama ini;
2. Ibu Ayu dan Ibu Ema dari PT. Clariant serta Pak Heru, Bu Fitri dari STP yang telah banyak membantu dalam usaha memperoleh data yang saya perlukan;
3. Bapak Dr. Ridla Bakri selaku ketua Departemen Kimia FMIPA UI dan Ibu Dra. Tresye Utari selaku koordinator penelitian atas segala bantuan yang dapat memperlancar proses penelitian.
4. Bapak Drs. Sultan Badjri M.Si selaku pembimbing akademik dan seluruh dosen Departemen Kimia FMIPA UI yang telah mengajarkan banyak ilmu yang berharga.
5. Pak Hedi, Mbak Emma, Mbak Tri, Mbak Ina, Mbak Cucu, Pak Amin, Pak Kiri dan staff lainnya yang telah banyak membantu dalam kelancaran penelitian ini.
6. Kepada Mami tercinta atas semua perhatian dan doanya, Papi yang sudah membentuk karakter saya menjadi seperti sekarang, Ci Uke yang selalu mendukung, dan Karen serta Jonathan, adik-adik saya yang selalu perhatian.
7. Rindu, Tantri dan Ade atas kerjasama dan dukungannya selama ini.
8. Sahabat-sahabat saya: Nining, Arief, Yuli, Stevanus, dan Egi. Terima kasih atas saat-saat kebersamaan, dukungan dan doanya yang sangat menguatkan dan membantu.

9. Rekan-rekan GSM GKI GUNSA: Ka Corrie, Ci Surya, Ko Daniel, Ka Sucie, Ci Louise, Ka Nelce, Ka Elisabeth, Cindy, Jessica, Ka Gracia dan semuanya. Terima kasih atas semua dukungan, bantuan, semangat, kekuatan, kebersamaan yang telah diberikan.
 10. Teman-teman Lt.4: Brit, Nanik, Vania R, Atyka, Hogan, Ka Agung(05), Ka Meta(05), Ko Feri(05), Ka Adin(04), Bu Lastri, Bu Yayuk beserta bapak dan ibu-ibu S2 lainnya; Teman-teman Lt.3: Mima, Ticun, Faiza, Feni, Winda, Annisa, Indra, Wisnu, Vania V, Ka Golda & Ka Irren(05), Ka Iman(S2), dan yang lainnya: Tere, Ayu, Riry & Zico yang penelitian di luar kampus, atas dukungan dan semangat yang diberikan.
 11. Raima dan Nissia; Ka Evi, Ka Hari, Ka Fadillah & Ka Riski(S2) atas bantuan, dukungan, serta doanya.
 12. Ko Agus, Bang Alex & Ka Wuri(04), Adi(06), Ka Destya(05) yang telah lulus, terima kasih atas segala bantuan dan dukungannya.
 13. Teman-teman 06 lainnya yang masih semangat kuliah, Hanum, Wiwit, Yudha, Diana, Narita, Nadiroh, Didit, Dewul, Feri, Kanti, Nadya, Novi, Sonia, Sopi, Tika, Tirta, Firman, Noval, Putu, Nita, Linda, Nany, dan yang lainnya yang juga tidak akan saya dilupakan, terima kasih atas semua kerjasama, bantuan dan dukungannya selama ini.
 14. Teman-teman 07: Intan, Dibyo, Jojo, Rifan, Rafi, Prita, Tyas, Annisa, Riri, dan semuanya atas kerjasamanya selama ini baik selama praktikum maupun dalam hal lainnya dan untuk semua dukungannya.
 15. Teman-teman 08 Reg & Non Reg: Merry, Nisa, Anthony, dan yang lainnya atas masa-masa bersama kalian selama praktikum yang tidak akan terlupakan. Terima kasih untuk dukungan dan doanya.
- Akhir kata, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua pihak terutama dalam bidang polimer.

Penulis
2010

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Steffany
NPM : 0606069344
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :

Polimerisasi Bulk Stirena: Pengaruh Variasi dan Komposisi Inisiator Redoks serta Temperatur Terhadap Persen Konversi dan Berat Molekul Rata-rata

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalih media/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : 14 Juli 2010

Yang menyatakan

(Steffany)

ABSTRAK

Nama : Steffany
Program Studi : Kimia
Judul : Polimerisasi Bulk Stirena: Pengaruh Variasi dan Komposisi Inisiator Redoks serta Temperatur terhadap Persen Konversi dan Berat Molekul Rata-rata

Polimerisasi stirena melalui sistem *bulk* dengan menggunakan dua jenis inisiator redoks yaitu $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam askorbat}$ dan $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ telah berhasil dilakukan. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh variasi konsentrasi dan komposisi masing-masing inisiator serta variasi temperatur terhadap persen konversi dan berat molekul rata-rata polimer. Dengan konsentrasi dan komposisi inisiator yang sama, inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam askorbat}$ menghasilkan persen konversi yang lebih besar daripada inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$. Terhadap polistirena dari masing-masing inisiator redoks yang dihasilkan dilakukan karakterisasi berat molekul rata-rata, dan didapat hasil: 196.170,44 gram mol^{-1} untuk konsentrasi inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam askorbat}$ 3% dengan komposisi 6:1 dan suhu 90°C dalam waktu 5 jam; dan 354.413,28 gram mol^{-1} untuk konsentrasi inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ 2% dengan komposisi 3:1 dan suhu 95°C dalam waktu 5 jam. Polistirena dengan inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam askorbat}$ menghasilkan persen konversi yang lebih besar dan berat molekul rata-rata yang lebih kecil daripada polistirena dengan inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$.

Kata kunci: stirena, *bulk*, $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam askorbat}$, $\text{H}_2\text{O}_2:\text{Fe}^{2+}$, *solid content*, berat molekul rata-rata
xiii + 67 halaman.; 24 gambar; 18 tabel; 8 lampiran;
Bibliografi: 33 (1965 – 2010)

ABSTRACT

Name : Steffany
Program Study : Chemistry
Title : Bulk Polymerization of Styrene: Effect of Variation and Composition of Redox Initiator, and Temperature Reaction to Percent Conversion and Average Molecular Weight

Polystyrene was prepared by bulk polymerization method with two types of redox initiator, namely $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Ascorbic acid}$ and $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$. This research has studied the effect of variation concentration and composition from each redox initiator and also temperature reaction to percent conversion and average molecular weight. With the same concentration and composition of initiator, percent conversion of initiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Ascorbic acid}$ was larger than initiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$. Average molecular weight characterization has been measured after polystyrene was produced from each redox initiator, and the yield: 196.170,44 gram mole⁻¹ for redox initiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Ascorbic acid}$ with 3% concentration, composition 6:1, temperature at 90⁰C in 5 hours; and 354.413,28 gram mole⁻¹ for redox initiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ with 2% concentration, composition 3:1, temperature at 95⁰C in 5 hours. Polystyrene from $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Ascorbic acid}$ initiator has larger percent conversion and lower average molecular weight than initiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$.

Key word: styrene, bulk, $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Ascorbic acid}$, $\text{H}_2\text{O}_2:\text{Fe}^{2+}$, solid content, average molecular weight
xiii + 67 pages; 24 pictures; 8 appendixes; 18 tables;
Bibliography: 33 (1965 – 2010)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	vi
ABSTRAK	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Hipotesis	4
2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Pengertian Polimer	5
2.2 Klasifikasi Polimer	5
2.2.1 Klasifikasi Polimer Berdasarkan Jenis Monomernya	5
2.2.2. Klasifikasi Polimer Berdasarkan Asalnya	6
2.2.3 Klasifikasi Polimer Berdasarkan Sifat Termalnya	7
2.2.4 Klasifikasi Polimer Berdasarkan Reaksi Pembentukannya	7
2.2.4.1 Polimerisasi Adisi	7
2.2.4.2 Polimerisasi Kondensasi	8
2.3 Teknik-Teknik Polimerisasi	9
2.4 Komponen-Komponen Dalam Reaksi Polimerisasi <i>Bulk</i>	10
2.4.1 Monomer	10
2.4.2 Inisiator	11
2.5 Karakteristik Polimer	13
2.5.1 Kandungan Padatan	13
2.5.2 Spektra Fourier Transform-Infra Red (FT-IR)	14
2.5.3 Suhu Transisi Gelas (Tg)	14
3. METODOLOGI PENELITIAN	16
3.1 Alat dan Bahan	16
3.1.1 Alat	16
3.1.2 Bahan	16
3.2 Prosedur Percobaan	16
3.2.1 Polimerisasi <i>Bulk</i>	16
3.2.2 Variasi Inisiator	17
3.2.2.1 Inisiator Redoks H ₂ O ₂ /Asam Askorbat	17

3.2.2.2	Inisiator Redoks H_2O_2/Fe^{2+}	20
3.2.3	Karakterisasi Hasil Polimerisasi	23
3.2.3.1	Kandungan Padatan (<i>Solid Content</i>)	23
3.2.3.2	Pengukuran Spektum FTIR	24
3.2.3.3	Temperatur Gelas	24
3.2.3.4	Berat Molekul Rata-rata	25
4.	HASIL DAN PEMBAHASAN	26
4.1.	Polimerisasi dengan Inisiator Redoks H_2O_2 /Asam askorbat	29
4.1.1.	Variasi Konsentrasi Inisiator Redoks H_2O_2 /Asam askorbat	33
4.1.2.	Variasi Temperatur Reaksi dengan Inisiator Redoks H_2O_2 /Asam askorbat	35
4.1.3.	Variasi Komposisi Inisiator Redoks H_2O_2 /Asam askorbat	37
4.2.	Polimerisasi dengan Inisiator Redoks H_2O_2/Fe^{2+}	39
4.2.1.	Variasi Konsentrasi Inisiator Redoks H_2O_2/Fe^{2+}	41
4.2.2.	Variasi Komposisi Inisiator Redoks H_2O_2/Fe^{2+}	42
4.2.3.	Variasi Temperatur Reaksi dengan Inisiator Redoks H_2O_2/Fe^{2+}	44
4.3.	Perbandingan Inisiator Redoks H_2O_2 /Asam Askorbat dengan Inisiator Redoks H_2O_2/Fe^{2+}	45
4.4.	Karakterisasi Hasil Polimerisasi	47
4.4.1.	Spektrum IR	47
4.4.2.	Temperatur Gelas	49
4.4.3.	Berat molekul Rata-rata	51
5.	KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1	Kesimpulan	54
5.2	Saran	55
	DAFTAR PUSTAKA	56
	LAMPIRAN	59

DAFTAR GAMBAR

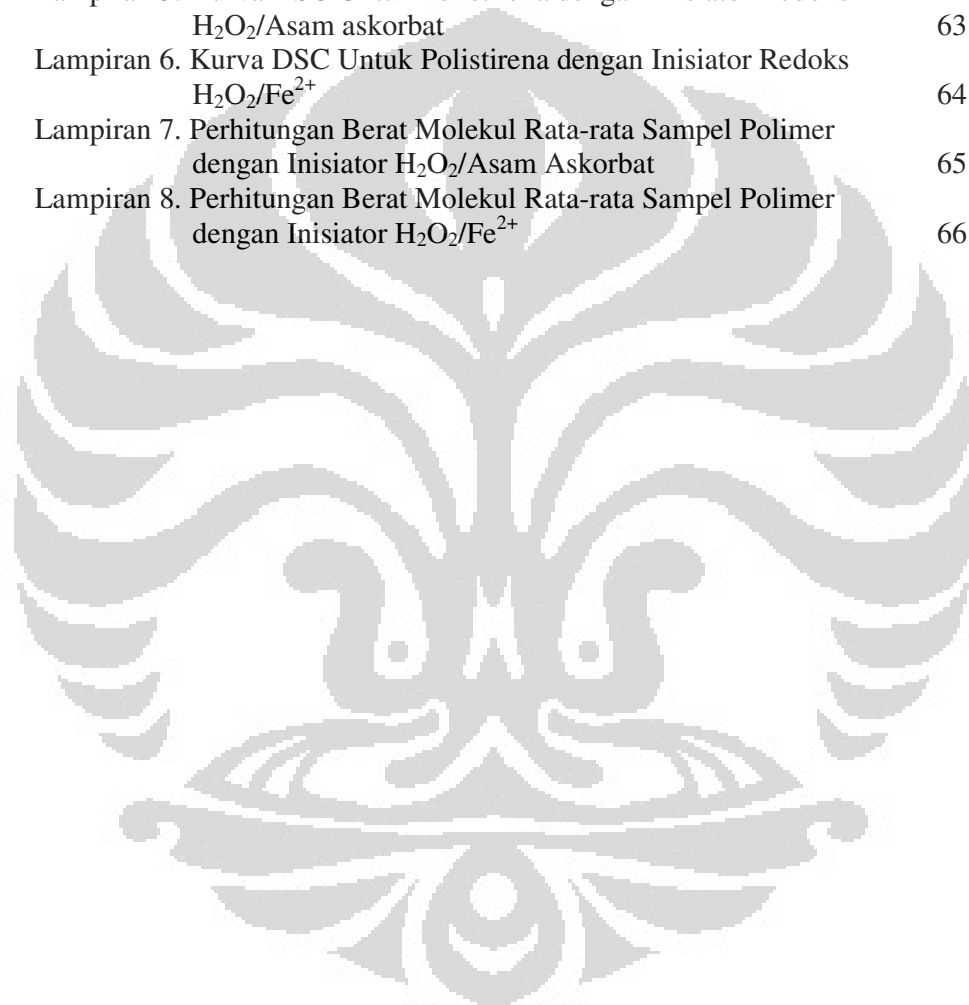
Gambar 2.1.	Pembentukan Homopolimer Stirena	5
Gambar 2.2.	Pembentukan Kopolimer Stirena-butadiena	6
Gambar 2.3.	Polimerisasi Etilena Secara Adisi	8
Gambar 2.4.	Pembuatan Nylon 6,6 Melalui Polimerisasi Kondensasi	9
Gambar 2.5.	Struktur Asam Askorbat	12
Gambar 2.6.	Proses Hilangnya Ikatan Rangkap pada Polimerisasi Adisi	14
Gambar 3.1.	Bagan Alir Teknik <i>Bulk</i>	17
Gambar 3.2.	Bagan Kerja Polimerisasi dengan Inisiator H ₂ O ₂ dan Asam Askorbat	18
Gambar 3.3.	Bagan Kerja Polimerisasi dengan Inisiator H ₂ O ₂ dan Fe ²⁺	21
Gambar 4.1.	Hasil homopolimer <i>bulk</i> stirena	26
Gambar 4.2.	Mekanisme reaksi redoks H ₂ O ₂ dan Asam askorbat	30
Gambar 4.3.	Mekanisme Reaksi Inisiasi dan Propagasi Polimerisasi Stirena	31
Gambar 4.4.	Mekanisme Reaksi Terminasi Polimerisasi Stirena	32
Gambar 4.5.	Grafik pengaruh konsentrasi inisiator H ₂ O ₂ /Asam Askorbat terhadap <i>solid content</i>	34
Gambar 4.6.	Grafik pengaruh temperatur H ₂ O ₂ /Asam Askorbat terhadap <i>solid content</i>	36
Gambar 4.7.	Grafik pengaruh komposisi H ₂ O ₂ /Asam Askorbat terhadap <i>solid content</i>	38
Gambar 4.8.	Mekanisme redoks H ₂ O ₂ /Fe ²⁺	39
Gambar 4.9.	Grafik pengaruh konsentrasi inisiator H ₂ O ₂ / Fe ²⁺ terhadap <i>solid content</i>	41
Gambar 4.10.	Grafik pengaruh komposisi H ₂ O ₂ / Fe ²⁺ terhadap <i>solid content</i>	43
Gambar 4.11.	Grafik pengaruh temperatur H ₂ O ₂ /Fe ²⁺ terhadap <i>solid content</i>	44
Gambar 4.12.	Polimer dengan Inisiator H ₂ O ₂ /Fe ²⁺ dan H ₂ O ₂ /Asam Askorbat	46
Gambar 4.13.	Spektra IR Stirena dan Polistirena dengan Inisiator H ₂ O ₂ /Asam askorbat	48
Gambar 4.14.	Spektra IR Stirena dan Polistirena dengan Inisiator H ₂ O ₂ /Fe ²⁺	48
Gambar 4.15.	Spektrum IR Polistirena Standar	48

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1.	Sifat Fisik dan Kimia Monomer Stirena	10
Tabel 2.2.	Spesifikasi Inisiator H_2O_2 50%	12
Tabel 2.3.	Spesifikasi Inisiator FeSO_4	12
Tabel 2.4.	Spesifikasi inisiator Asam Askorbat	13
Tabel 3.1.	Variasi konsentrasi Inisiator H_2O_2 /Asam Askorbat terhadap berat monomer	19
Tabel 3.2.	Variasi temperatur H_2O_2 /Asam Askorbat	19
Tabel 3.3.	Variasi komposisi H_2O_2 : Asam Askorbat	20
Tabel 3.4.	Variasi konsentrasi inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ terhadap berat monomer	22
Tabel 3.5.	Variasi komposisi H_2O_2 : Fe^{2+}	22
Tabel 3.6.	Variasi temperatur $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$	23
Tabel 4.1.	Hasil variasi konsentrasi Inisiator H_2O_2 /Asam Askorbat	34
Tabel 4.2.	Hasil variasi temperatur H_2O_2 /Asam Askorbat	36
Tabel 4.3.	Hasil variasi komposisi H_2O_2 /Asam Askorbat	37
Tabel 4.4.	Hasil variasi konsentrasi Inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/ \text{Fe}^{2+}$	41
Tabel 4.5.	Hasil variasi komposisi $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$	42
Tabel 4.6.	Hasil variasi temperatur $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$	44
Tabel 4.7.	Hasil Perbandingan Inisiator Redoks H_2O_2 /Asam Askorbat dengan $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$	45
Tabel 4.8.	Data Tg Teoritis pada Berbagai Taksisitas	49

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Contoh Perhitungan <i>Solid Content</i>	59
Lampiran 2. Spektrum IR Monomer Stirena dan Polistirena dengan Inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam askorbat}$	60
Lampiran 3. Spektrum IR Monomer Stirena dan Polistirena dengan Inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$	61
Lampiran 4. Spektrum IR Standar Polistirena	62
Lampiran 5. Kurva DSC Untuk Polistirena dengan Inisiator Redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam askorbat}$	63
Lampiran 6. Kurva DSC Untuk Polistirena dengan Inisiator Redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$	64
Lampiran 7. Perhitungan Berat Molekul Rata-rata Sampel Polimer dengan Inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam Askorbat}$	65
Lampiran 8. Perhitungan Berat Molekul Rata-rata Sampel Polimer dengan Inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$	66



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Polimer merupakan material yang tidak pernah terlepas dari kehidupan manusia. Pada dasarnya polimer dibagi menjadi polimer alam dan polimer sintetik. Contoh polimer alam adalah selulosa dan protein. Sedangkan contoh polimer sintetik adalah polistirena. Polistirena adalah polimer yang paling banyak digunakan untuk aplikasi komersial secara luas (Fried, 2003). Polistirena merupakan polimer yang diproduksi secara skala besar melalui polimerisasi radikal bebas dengan teknik polimerisasi *bulk* (Urban, Takamura, 2002).

Polimerisasi radikal bebas merupakan cara yang banyak digunakan dalam sintesis polimer. Inisiator yang sering digunakan adalah inisiator termal yang sangat bergantung pada temperatur. Temperatur reaksi polimerisasi biasanya disesuaikan dengan temperatur dekomposisi inisiator termalnya. Masing-masing inisiator termal mempunyai waktu paruh yang khas. Oleh karena reaksi polimerisasi dijalankan pada temperatur dekomposisi inisiator, maka inisiator akan cepat mengalami dekomposisi, memulai reaksi dan habis sehingga tidak mudah dikontrol. Untuk mengontrol terlepasnya radikal, digunakan inisiator redoks sebagai pengganti inisiator termal dalam reaksi polimerisasi radikal bebas. Teknik polimerisasi radikal bebas menggunakan inisiator redoks memungkinkan pelepasan radikal secara kontinu dan dapat dikontrol.

Teknik polimerisasi menggunakan inisiator redoks sudah banyak dipelajari. Pada penelitian yang dilakukan oleh Ariyanti Sarwono (2006), dikatakan bahwa penggunaan inisiator redoks pada kopolimerisasi emulsi stirena-butil akrilat-metil metakrilat lebih baik daripada inisiator Ammonium Persulfat (APS) karena mengarah kepada pembentukan partikel yang monodisperse. Pada penelitian Ariyanti juga dinyatakan bahwa teknik *batch* lebih baik daripada teknik semi kontinu karena indeks polidispersitasnya lebih rendah.

Polimerisasi *core-shell* metil metakrilat-butil akrilat yang dilakukan oleh Iman Abdullah (2007), menyatakan bahwa penggunaan inisiator redoks H₂O₂-Asam Askorbat menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil dan persen

konversi yang lebih besar dibandingkan dengan inisiator termal ammonium persulfat.

Lela Siti (2007), menyatakan kenaikan konsentrasi inisiator redoks H_2O_2 -Asam Askorbat menyebabkan meningkatnya persen konversi dan ukuran partikel yang semakin mengecil pada pembuatan homopolimerisasi metil metakrilat.

Sedangkan penelitian yang serupa yang dilakukan oleh Hydrine Irawadi (2007), menyatakan persen konversi menurun seiring meningkatnya konsentrasi inisiator yang diakibatkan oleh pembentukan inti sekunder yang tumbuh menjadi *grit* sehingga menyebabkan distribusi ukuran partikelnya menjadi lebar.

Penelitian-penelitian tersebut menggunakan teknik polimerisasi emulsi dalam melakukan sintesis polimer. Teknik polimerisasi emulsi mempunyai beberapa kelemahan yaitu rumit, tidak murni dan diperlukan biaya tambahan untuk menghilangkan pelarut. Oleh karena itu, sebagai alternatif akan digunakan teknik polimerisasi bulk untuk menghasilkan polimer yang lebih murni, disamping teknik pengerjaannya yang sederhana.

1.2 Perumusan Masalah

Pada penelitian-penelitian sebelumnya, pembuatan polimer banyak menggunakan inisiator termal. Seperti yang telah dijelaskan sebelumnya bahwa penggunaan inisiator termal memiliki kelemahan yaitu pelepasan radikal yang tidak kontinu, sehingga radikal akan habis sebelum reaksi polimerisasi selesai. Untuk mengatasi masalah tersebut digunakan inisiator redoks untuk menggantikan inisiator termal. Inisiator redoks dapat menghasilkan radikal secara kontinu hingga reaksi polimerisasi selesai.

Pada penelitian ini akan membandingkan dua sistem inisiator redoks yang berbeda dalam pembuatan polistirena yaitu inisiator organik (H_2O_2 -Asam askorbat) dan anorganik (H_2O_2 - Fe^{2+}). Dengan adanya dua inisiator redoks yang berbeda, maka dapat dipelajari pengaruh masing-masing inisiator baik konsentrasi maupun komposisinya terhadap persen konversi dan distribusi berat molekul polistirena yang dihasilkan.

Penggunaan inisiator redoks H_2O_2 -Asam askorbat dan H_2O_2 - Fe^{2+} , sudah pernah dilakukan oleh Kitagawa dan Tokiwa (2005) pada pembuatan polimerisasi

vinil gula ester, 6-O-viniladipoil D-glukosa and 6-Oviniladipoil a-metil D-glukosida. Penelitian ini menyatakan bahwa penggunaan inisiator redoks H_2O_2 -Asam askorbat menghasilkan persen konversi yang lebih besar dan berat molekul yang lebih kecil daripada inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$ dengan adanya udara. Sedangkan dalam kondisi vakum, inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$ menghasilkan persen konversi dan berat molekul yang lebih besar daripada inisiator redoks H_2O_2 -Asam askorbat.

Pada pembuatan polistirena ini akan digunakan teknik polimerisasi *bulk*. Teknik polimerisasi *bulk* merupakan teknik polimerisasi yang paling sederhana, dimana tidak ada penambahan pelarut kedalam sistem polimerisasi. Mekanisme reaksi polimerisasi pada sistem *bulk* sedikit berbeda dengan sistem emulsi. Reaksi polimerisasi pada sistem emulsi sudah banyak dipelajari pada penelitian-penelitian sebelumnya. Oleh karena itu pada penelitian ini juga akan mempelajari reaksi polimerisasi yang terjadi pada sistem *bulk*.

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh konsentrasi dan komposisi inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$ dan H_2O_2 -Asam askorbat masing-masing terhadap laju reaksi polimerisasi stirena, persen konversi, dan berat molekul rata-rata polimer; serta menentukan efektifitas inisiator terhadap hasil polimerisasi. Selain itu juga mempelajari reaksi polimerisasi dalam sistem *bulk*.

1.4 Hipotesis

Pada dasarnya, laju propagasi dalam polimerisasi radikal bebas dipengaruhi oleh konsentrasi inisiator (Fried, 2003). Oleh karena itu diharapkan dengan bertambahnya konsentrasi inisiator akan menyebabkan laju propagasi semakin besar dan semakin banyak monomer yang di konsumsi sehingga persen konversi semakin besar. Selain itu, diharapkan inisiator redoks H_2O_2 -Asam askorbat akan menghasilkan persen konversi yang lebih besar dan berat molekul yang lebih kecil daripada inisiator H_2O_2 - Fe^{2+} (Kitagawa & Tokiwa, 2005).



BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pengertian Polimer

Polimer adalah makromolekul yang terdiri atas unit-unit terkecil yang berulang-ulang atau **mer** atau **meros** sebagai blok-blok penyusunnya. Molekul-molekul penyusun polimer dikenal dengan istilah monomer (Saptono, 2008).

2.2 Klasifikasi Polimer (Azizah, 2004)

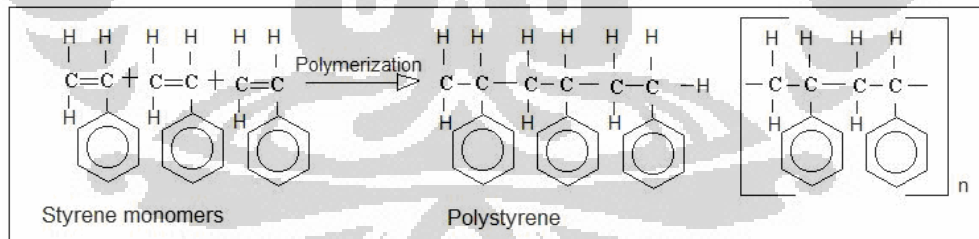
2.2.1 Klasifikasi Polimer Berdasarkan Jenis Monomernya

Berdasarkan jenis monomernya, polimer dibedakan menjadi dua yaitu, homopolimer dan kopolimer.

Homopolimer

Homopolimer merupakan polimer yang terdiri dari satu macam monomer, dengan struktur polimer $\dots -A-A-A-A-A-A-A-\dots$.

Salah satu contoh pembentukan homopolimer dari stirena ditunjukkan pada Gambar 2.1.

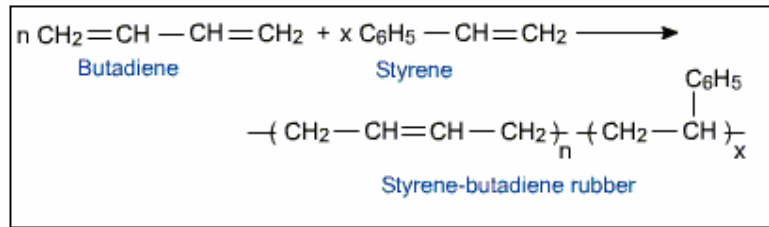


[Sumber: <http://en.wikipedia.org/wiki/Polystyrene>]

Gambar 2.1. Pembentukan Homopolimer Stirena

Kopolimer

Kopolimer merupakan polimer yang tersusun dari dua jenis atau lebih monomer. Contohnya adalah pembentukan stirena-butadiena pada Gambar 2.2.



[Sumber: <http://www.tutorvista.com/content/chemistry/chemistry-iv/polymers/polymerization.php>]

Gambar 2.2. Pembentukan Kopolimer Stirena-butadiena

Jenis-jenis kopolimer

- a) Kopolimer acak (*random*), yaitu kopolimer yang mempunyai sejumlah satuan berulang yang berbeda tersusun secara acak dalam rantai polimer.

Strukturanya: . . . - A - B - A - A - A - B - A - B - B - . . .

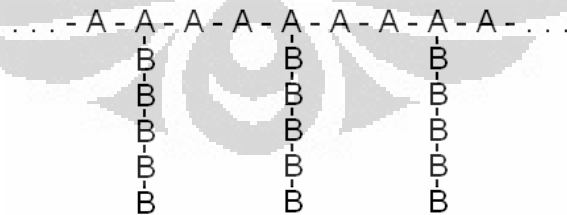
- b) Kopolimer alternasi (*alternating*), yaitu kopolimer dimana beberapa kesatuan ulang yang berbeda berselang-seling dalam rantai polimer.

Strukturanya: . . . - A - B - A - B - A - B - A - B - A - . . .

- c) Kopolimer blok (*block*), yaitu kopolimer yang mempunyai suatu kesatuan berulang berselang-seling terisolasi dalam rantai polimer.

Strukturanya: . . . - A - A - A - B - B - B - A - A - A - . . .

- d) Kopolimer tempel (*graft*), yaitu kopolimer yang mempunyai satu macam kesatuan berulang yang menempel pada polimer tulang punggung lurus yang mengandung hanya satu macam kesatuan berulang dari satu jenis monomernya. Strukturanya:



2.2.2. Klasifikasi Polimer Berdasarkan Asalnya

Berdasarkan asalnya, polimer dibedakan menjadi polimer alam dan polimer buatan. Polimer alam telah dikenal sejak ribuan tahun yang lalu, seperti amilum, selulosa, kapas, dan karet. Polimer buatan dapat berupa polimer

regenerasi dan polimer sintesis. Polimer regenerasi adalah polimer alam yang dimodifikasi. Contohnya rayon, yaitu serat sintesis yang dibuat dari kayu (selulosa). Polimer sintesis adalah polimer yang dibuat dari molekul sederhana (monomer) dalam pabrik.

2.2.3 Klasifikasi Polimer Berdasarkan Sifat Termalnya

Berdasarkan sifat termalnya, polimer dibagi menjadi dua jenis yaitu, termoplastik dan termoset.

Termoplastik

Polimer termoplastik lebih mudah larut pada pelarut yang sesuai dan akan lunak pada suhu tinggi, tetapi akan mengeras kembali jika didinginkan dan struktur molekulnya linier atau bercabang tanpa ikatan silang antar rantai. Proses melunak dan mengeras ini dapat terjadi berulang kali sehingga akan memudahkan proses pencetak ulangan. Contohnya adalah polistirena dan polietilena.

Termoset

Polimer termoset memiliki sifat tidak dapat larut dalam pelarut apapun; tidak meleleh jika dipanaskan; lebih tahan terhadap asam dan basa; jika dipanaskan akan rusak dan tidak dapat kembali seperti semula; dan struktur molekulnya mempunyai ikatan silang antar rantainya. Polimer termoset akan menjadi lebih keras ketika dipanaskan karena panas akan menyebabkan ikatan-ikatan silang lebih mudah terbentuk. Contohnya adalah poliuretan.

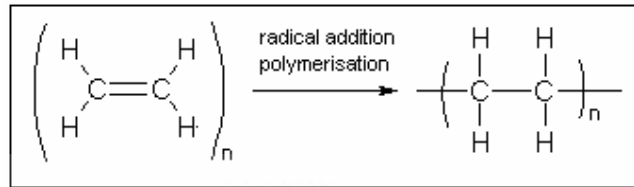
2.2.4 Klasifikasi Polimer Berdasarkan Reaksi Pembentukannya

Dua reaksi utama dalam polimerisasi adalah polimerisasi adisi dan polimerisasi kondensasi.

2.2.4.1 Polimerisasi Adisi

Polimerisasi adisi adalah polimer yang terbentuk dari reaksi polimerisasi disertai dengan pemutusan ikatan rangkap diikuti oleh adisi dari monomer-

monomernya yang membentuk ikatan tunggal. Suatu polimer adisi akan memiliki atom yang sama seperti monomer penyusunnya.



[Sumber: <http://www.chemistrydaily.com/chemistry/Polymerization>)]

Gambar 2.3. Polimerisasi Etilena Secara Adisi

Pada umumnya polimerisasi adisi terjadi melalui reaksi radikal bebas. Ada tiga macam mekanisme dalam reaksi polimerisasi radikal bebas yaitu: Inisiasi, Propagasi, dan Terminasi. Tahap inisiasi dimulai dengan dekomposisi inisiator menjadi radikalnya dan kemudian radikal tersebut akan mengadisi ikatan rangkap pada monomer menjadi radikal monomer. Pada tahap propagasi terjadi perpanjangan rantai yaitu terjadi perpindahan pusat reaksi dari radikal monomer yang satu ke monomer yang lain secara kontinu. Sedangkan pada tahap terminasi terjadi deaktivasi pusat aktif radikal pada rantai polimer. Ada dua mekanisme yang mungkin dapat terjadi yaitu kombinasi dan disproporsionasi. Terminasi dengan mekanisme kombinasi dapat terjadi dengan cara penggabungan dua radikal polimer yang sedang tumbuh menghasilkan berat molekul yang besar. Sedangkan pada mekanisme disproporsionasi, tahap terminasi terjadi dengan cara transfer elektron antar rantai polimer yang sedang tumbuh (terjadi reaksi oksidasi dan reduksi).

2.2.4.2 Polimerisasi Kondensasi

Polimer kondensasi terjadi dari reaksi antara gugus fungsi pada monomer yang sama atau monomer yang berbeda. Dalam polimerisasi kondensasi terkadang disertai dengan terbentuknya molekul kecil seperti H_2O , NH_3 , atau HCl . Contohnya dapat dilihat pada Gambar 2.4.

Untuk teknik suspensi dan emulsi menggunakan surfaktan untuk menstabilkan monomer dan inisiator yang merupakan senyawa organik dengan air yang merupakan senyawa anorganik. Hal yang membedakan antara suspensi dan emulsi adalah ukurannya. Suspensi memiliki ukuran lebih besar dari 1500 nanometer. Sedangkan emulsi memiliki ukuran kurang dari 1500 nanometer.


2.4 Komponen-Komponen Dalam Reaksi Polimerisasi *Bulk*

Dalam polimerisasi *bulk* hanya terdapat dua komponen yaitu monomer dan inisiator.

2.4.1 Monomer

Monomer yang digunakan dalam penelitian ini adalah senyawa organik yang mempunyai gugus aromatik yaitu stirena. Stirena adalah cairan minyak yang tidak berwarna dengan bau aromatik yang khas. Monomer ini adalah mudah terbakar, reaktif dan beracun. Beberapa karakteristik monomer stirena dapat dilihat pada Tabel 2.1

Tabel 2.1. Sifat Fisik dan Kimia Monomer Stirena

Parameter	Stirena
Struktur	
Rumus Molekul	C ₈ H ₈
Wujud Fisik	Cairan bening tidak berwarna
Massa Molekul Relatif	104,14 g mol ⁻¹
Fase	Cairan
Densitas (pada 15 ⁰ C)	0,909 – 0,911 g cm ⁻³
Titik Didih	146 ⁰ C
Tg Homopolimer	100 ⁰ C
Tekanan Uap	6 hPa (dalam 20 ⁰ C)
Viskositas	0,76 cP (dalam 20 ⁰ C)

[Sumber: <http://www.sabic.com/me/en/productsandservices/chemicals/styrenemonomer.aspx>]

2.4.2 Inisiator

Inisiator adalah komponen yang menginisiasi terjadinya 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. Radikal dapat diperoleh melalui :

1. Proses termal

Dengan adanya pemanasan, zat akan mengalami dekomposisi homolitik, sehingga terurai menjadi radikal bebas. Senyawa yang banyak digunakan adalah senyawa yang mengandung ikatan peroksida -O-O-. Umumnya inisiator yang banyak dipakai adalah dari golongan peroksida ataupun persulfat.

2. Reaksi Redoks

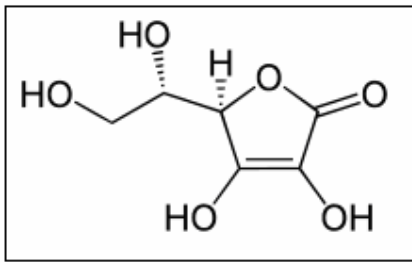
Radikal ini dihasilkan melalui reaksi transfer elektron melalui reaksi reduksi dan oksidasi yang terjadi secara bersamaan. Inisiator ini dapat bekerja tanpa dipengaruhi waktu paruh. Reduktor yang biasa digunakan adalah ion-ion logam dan asam sulfit. Sedangkan oksidator yang dapat digunakan adalah senyawa peroxo.

3. Radiasi

Sumber radiasi yang biasa digunakan adalah sinar γ . Pada saat radiasi, suatu molekul akan menyerap energi dan akan menghasilkan elektron-elektron bebas yang dapat ditangkap oleh molekul netral lain dan akan membentuk radikal bebas.

Pada penelitian ini akan dibuat homopolimer stirena dengan mekanisme polimerisasi radikal menggunakan inisiator redoks berupa hidrogen peroksida dengan Fe^{2+} dan asam askorbat.

Struktur asam askorbat dapat dilihat pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5. Struktur Asam Askorbat

Berikut ini adalah spesifikasi H_2O_2 , Fe dan asam askorbat.

Tabel 2.2. Spesifikasi Inisiator H_2O_2 50%

Parameter	Hidrogen Peroksida 50%
Rumus molekul	H_2O_2
Berat molekul (g/mol)	34,01
Wujud fisik	Cairan jernih
Titik didih ($^{\circ}C$)	114
Titik beku ($^{\circ}C$)	-52
Berat jenis (g/cm^3)	1,196

[Sumber: <http://www.arkema-inc.com/plants/canada/msds/AP04503.pdf>]

Tabel 2.3. Spesifikasi Inisiator $FeSO_4$

Parameter	Besi (II) Sulfat
Rumus molekul	$(NH_4)_2SO_4 \cdot [Fe(H_2O)_6]SO_4$
Berat molekul (g/mol)	392,14
Wujud fisik	Padat
Titik leleh ($^{\circ}C$)	100
Berat jenis (g/cm^3)	1,8640

[Sumber: <http://www.edu.upmc.fr/chimie/chiminorga/MSDS/MohrSalt.html>]

Tabel 2.4. Spesifikasi inisiator Asam Askorbat

Parameter	Asam Askorbat
Rumus molekul	$C_6H_8O_6$
Berat molekul (g/mol)	176,13
Wujud fisik	Padatan berwarna putih hingga kuning terang
Titik leleh ($^{\circ}C$)	190 – 192
Berat jenis (g/cm^3)	1,65
Kelarutan (g/3 ml H_2O)	1

[Sumber: http://www.sciencelab.com/xMSDS-Ascorbic_acid-9922972]

2.5 Karakteristik Polimer

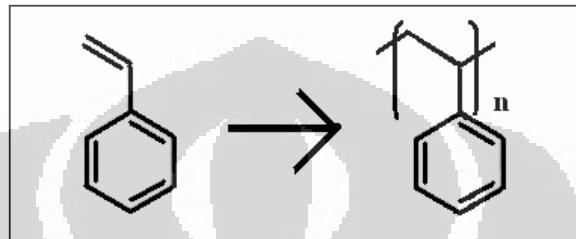
2.5.1 Kandungan Padatan

Kandungan padatan menggambarkan hasil polimer yang dihasilkan berdasarkan total formula polimerisasi kecuali air. Biasanya, kandungan padatan diperoleh dengan cara mengeringkan dahulu polimer pada oven dengan suhu diantara $100-140^{\circ}C$ hingga mencapai berat yang konstan. Lalu kandungan padatannya dihitung sebagai perbandingan antara berat polimer setelah dikeringkan dengan total berat sampel awal. Polimer kering yang ditimbang terdiri dari polimer dan garam anorganik (dibentuk dari hasil dekomposisi inisiator dan dari netralisasi). Sedangkan bagian yang menguap saat dikeringkan adalah air dan sisa monomer yang tidak berubah menjadi polimer saat polimerisasi.

Setelah didapatkan jumlah kandungan padatan polimer, selanjutnya adalah menghitung persen konversi. Persen konversi merupakan perbandingan antara kandungan padatan yang dihasilkan pada percobaan dengan kandungan padatan pada teoritisnya. Persen konversi yang dihasilkan, dapat digunakan untuk melihat apakah suatu proses polimerisasi berjalan dengan sempurna (Kusumo, 2009).

2.5.2 Spektra Fourier Transform-Infra Red (FT-IR)

Hasil spektra FT-IR merupakan data penunjang yang dapat menunjukkan telah terjadinya reaksi polimerisasi pada polimer stirena secara adisi. Reaksi polimerisasi adisi terjadi dengan hilangnya ikatan rangkap terkonjugasi. Proses hilangnya ikatan rangkap pada polimerisasi adisi dapat terlihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6. Proses Hilangnya Ikatan Rangkap pada Polimerisasi Adisi

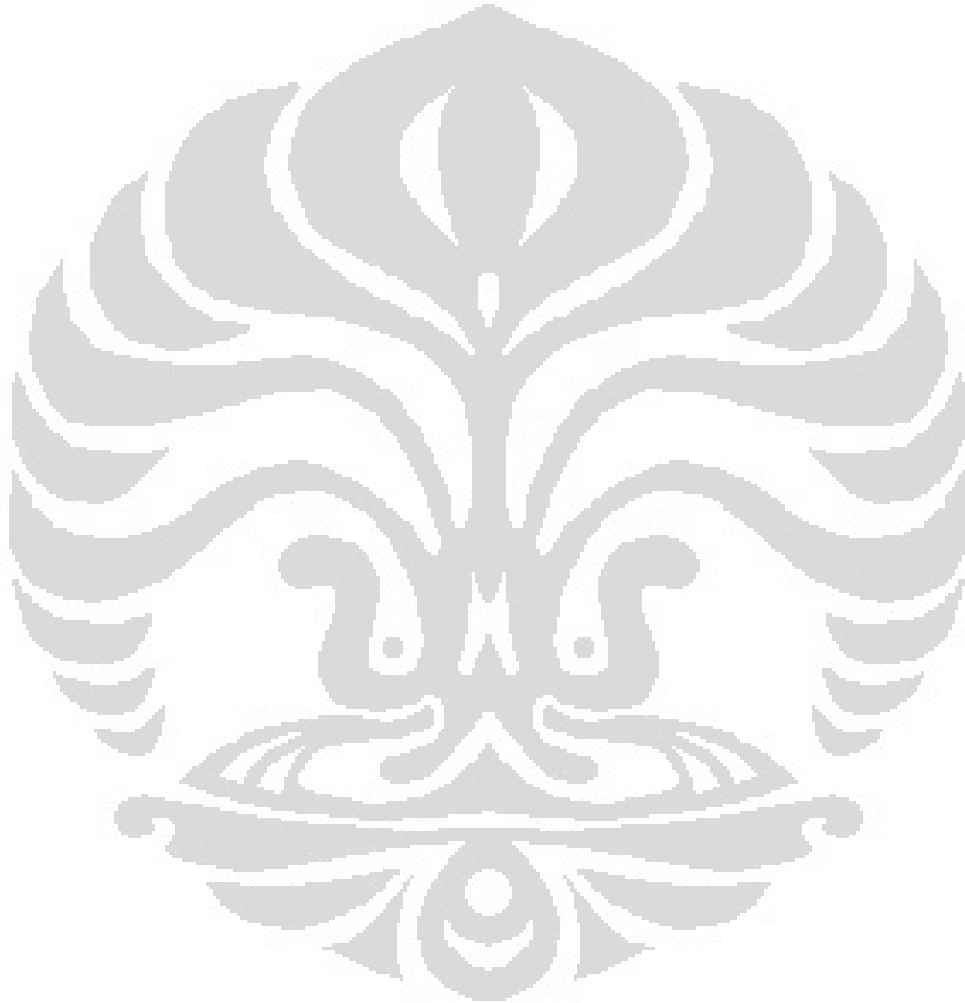
2.5.3 Suhu Transisi Gelas (Tg)

Salah satu karakteristik terpenting dari keadaan amorfus adalah sifat polimer selama transisinya dari padat ke cair. Ketika suatu gelas amorfus dipanaskan, energi kinetik molekul-molekulnya bertambah. Namun geraknya masih dibatasi sampai vibrasi dan rotasi daerah pendek sepanjang polimer tersebut mampu mempertahankan struktur gelasnya. Ketika suhu lebih dinaikkan lagi, maka muncul satu batas dimana terjadi suatu perubahan yang jelas, dimana polimer melepaskan sifat-sifat gelasnya dan mengambil sifat-sifat yang umumnya lebih condong kepada karet. Suhu pada saat berlangsungnya fenomena ini disebut suhu transisi gelas (Tg). Jika pemanasan dilanjutkan, polimer akan melepaskan sifat-sifat elastomernya dan melebur menjadi cairan yang dapat mengalir (Indriati, 2008).

Beberapa hal yang mempengaruhi temperatur transisi gelas adalah:

- a) Adanya gugus lain pada rantai polimer, gugus tersebut dapat meningkatkan energi molekul yang untuk melakukan rotasi disekitar ikatan primer pada rantai utama polimer.
- b) Adanya kehadiran struktur yang memiliki sifat kaku pada rantai polimer.
- c) Kehadiran pengikat silang.

- d) Adanya ikatan momen dipol dan ikatan hidrogen diantara rantai polimer.
- e) Massa molar relatif. Massa molar polimer yang lebih besar mempunyai sedikit pergerakan dan lebih dibatasi pada keseluruhan kebebasan molekularnya dibandingkan massa molar yang lebih kecil.



BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan antara lain:

1. Alat-alat gelas yang biasa digunakan di laboratorium
2. *Differential Scanning Calorimetry (DSC)*
3. FTIR
4. Hot Plate
5. *Magnetic stirrer*
6. Neraca analitik
7. Oven
8. Satu set labu polimerisasi
9. Termometer
10. Viskometer *Ubbelohde*
11. *Water Bath*

3.1.2 Bahan

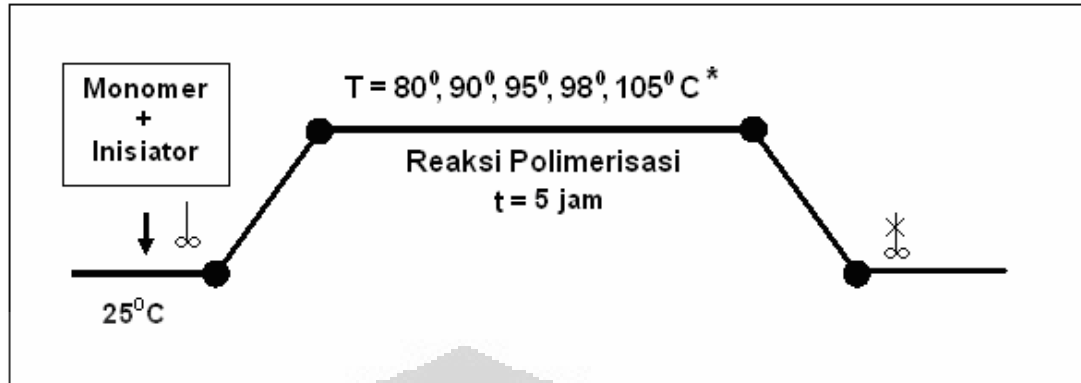
Bahan yang diperlukan dalam penelitian ini adalah:

- | | |
|-----------------------------|------------------|
| 1. Stirena | 5. Asam Sulfat |
| 2. Hidrogen peroksida (50%) | 6. Air Demineral |
| 3. Asam Askorbat | 7. Aseton |
| 4. FeSO_4 | 8. Toluena |

3.2 Prosedur Percobaan

3.2.1 Polimerisasi *Bulk*

Dalam polimerisasi *bulk*, monomer dan inisiator dimasukkan langsung ke dalam labu polimerisasi dan dipanaskan di atas penangas air. Dalam percobaan ini digunakan monomer stirena sebanyak 50 gram. Bagan alir teknik *bulk* ditunjukkan pada Gambar 3.1



*) T untuk inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam Askorbat}$ = 80°C, 90°C, dan 98°C. Sedangkan T untuk inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ = 95°C dan 105°C.

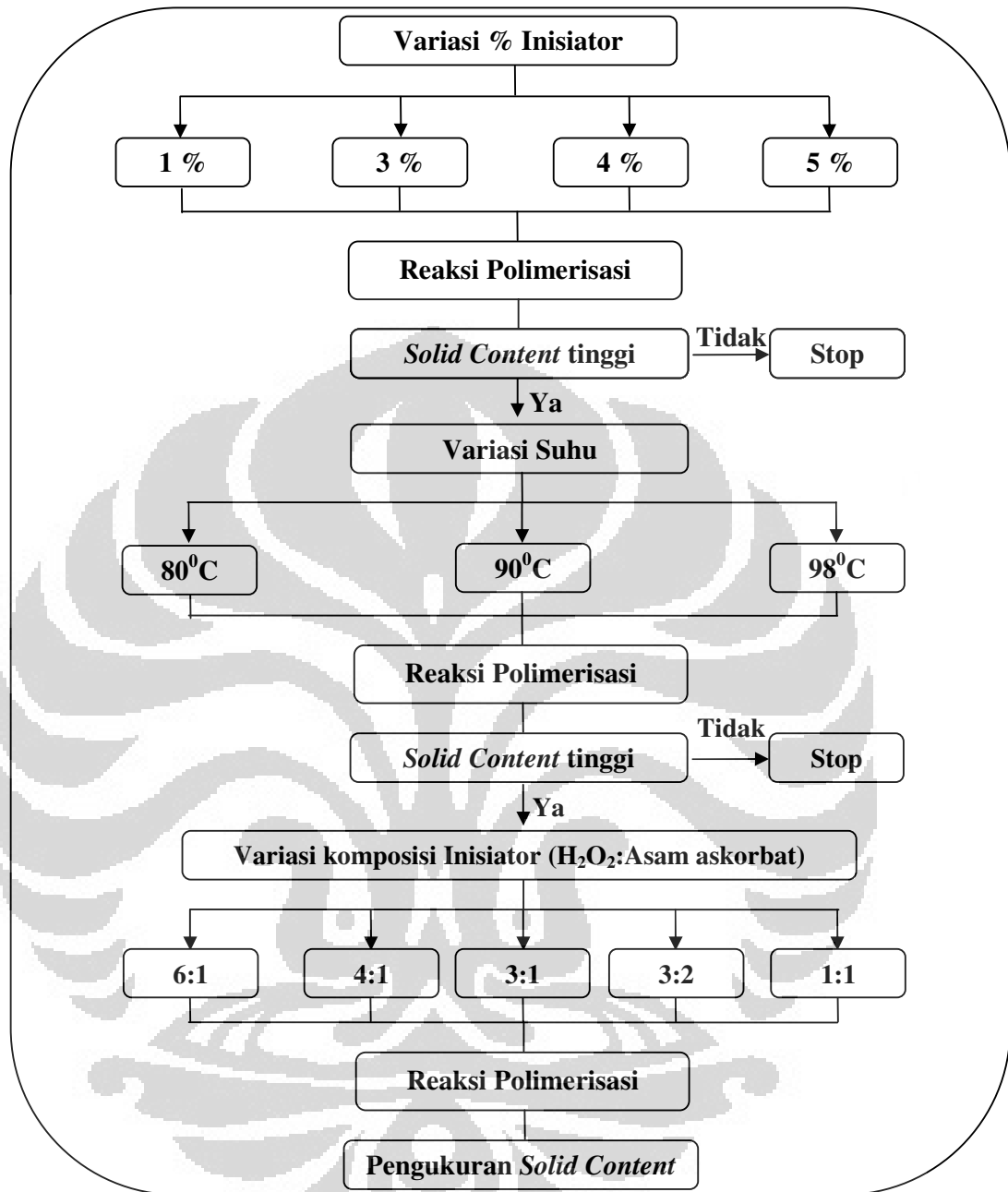
Gambar 3.1. Bagan Alir Teknik Bulk

3.2.2 Variasi Inisiator

Pembuatan polistirena dilakukan dengan menggunakan dua macam inisiator redoks. Inisiator yang digunakan pada percobaan ini adalah $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam Askorbat}$ (organik) dan $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ (anorganik).

3.2.2.1 Inisiator Redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam Askorbat}$

Pada penggunaan inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam Askorbat}$ akan dibuat variasi konsentrasi inisiator terhadap berat monomer yang selanjutnya akan dibuat variasi suhu dan variasi komposisi inisiator. Skema kerja polimerisasi dapat dilihat pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2. Bagan Kerja Polimerisasi dengan Inisiator H_2O_2 dan Asam Askorbat

Pada perlakuan variasi konsentrasi inisiator, dibuat komposisi H_2O_2 : Asam Askorbat tetap yaitu 3:1 dan reaksi terjadi pada temperatur $80^{\circ}C$. Untuk variasi konsentrasi inisiator dapat dilihat pada Tabel 3.1

Tabel 3.1. Variasi konsentrasi Inisiator H₂O₂/Asam Askorbat terhadap berat monomer

Stirena (gram)	H ₂ O ₂ (gram)	Asam Askorbat* (gram)	% Inisiator
50,03	0,3796	0,1251	1%
50,05	0,7568	0,2513	3%
50,07	1,5058	0,5010	4%
50,06	1,8806	0,6248	5%

*) Masing-masing asam askorbat dilarutkan dalam 1ml akuades

Setelah reaksi polimerisasi, masing-masing variasi dilakukan karakterisasi *solid content* untuk mendapatkan variasi mana yang menghasilkan persen konversi yang optimum. Setelah mendapatkan konsentrasi inisiator terhadap berat monomer yang memiliki persen konversi yang optimum, maka selanjutnya adalah membuat variasi temperatur dengan komposisi H₂O₂ : Asam Askorbat tetap. Untuk variasi temperatur dapat dilihat pada Tabel 3.2.

Tabel 3.2. Variasi temperatur H₂O₂/Asam Askorbat

Suhu	Stirena (gram)	H ₂ O ₂ (gram)	Asam Askorbat* (gram)
80°C	50,05	0,7568	0,2513
90°C	50,02	0,7595	0,2515
98°C	50,05	0,7534	0,2508

*) Masing-masing asam askorbat dilarutkan dalam 1ml akuades

Untuk variasi temperatur, hasil reaksi polimerisasinya juga dilakukan pengukuran *solid content* untuk mendapatkan persen konversi yang optimum. Setelah mendapatkan temperatur dengan hasil yang optimum, selanjutnya adalah membuat variasi komposisi H₂O₂ : Asam Askorbat dengan membuat persen

inisiator dan temperatur tetap. Variasi komposisi H_2O_2 : Asam Askorbat dapat dilihat pada Tabel 3.3

Tabel 3.3. Variasi komposisi H_2O_2 : Asam Askorbat

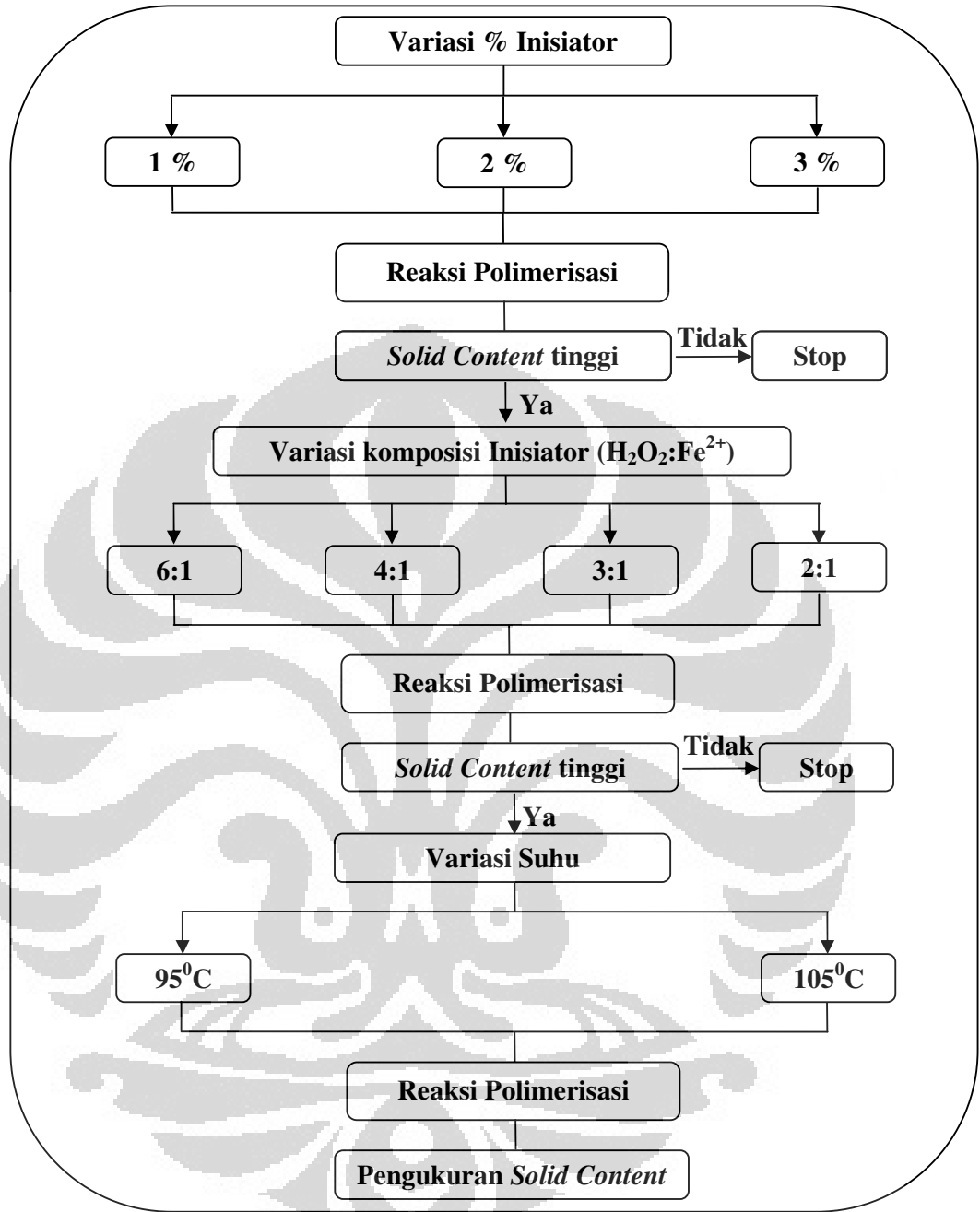
Stirena (gram)	H_2O_2 (gram)	Asam Askorbat* (gram)	Komposisi
50,06	1,2857	0,2146	6:1
50,02	1,2137	0,3018	4:1
50,02	0,7595	0,2515	3:1
50,03	0,9050	0,6001	3:2
50,06	0,7515	0,7524	1:1

*) Masing-masing asam askorbat dilarutkan dalam 1ml akuades

Setelah membuat variasi komposisi, dilakukan karakterisasi *solid content* sehingga dapat diperoleh komposisi optimumnya. Untuk polimer yang memiliki hasil *solid content* yang optimum akan dilakukan karakterisasi berupa pengukuran IR, temperatur gelas dan berat molekul rata-rata.

3.2.2.2 Inisiator Redoks H_2O_2/Fe^{2+}

Sama halnya dengan percobaan menggunakan H_2O_2 /Asam askorbat, pada percobaan menggunakan inisiator redoks H_2O_2/Fe^{2+} juga dilakukan beberapa variasi yaitu: variasi konsentrasi inisiator terhadap berat monomer, komposisi inisiator dan variasi temperatur. Bagan kerja polimerisasi dapat dilihat pada Gambar 3.3.



Gambar 3.3. Bagan Kerja Polimerisasi dengan Inisiator H_2O_2 dan Fe^{2+}

Variasi pertama yang dilakukan adalah variasi konsentrasi inisiator terhadap berat monomer dengan komposisi dan temperatur dibuat tetap yaitu

komposisi $\text{H}_2\text{O}_2 : \text{Fe}^{2+}$, 3:1 dan temperatur 90°C . Setelah dilakukan variasi, hasil polimerisasinya akan dikarakterisasi untuk mengetahui seberapa banyak monomer yang terkonversi menjadi polimer melalui pengukuran *solid content*. Untuk komposisi monomer dan inisiator pada variasi yang pertama dapat dilihat pada Tabel 3.4.

Tabel 3.4. Variasi konsentrasi inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ terhadap berat monomer

Stirena (gram)	H_2O_2 (gram)	FeSO_4^* (gram)	% Inisiator
50,01	0,3740	0,1254	1%
50,09	0,7554	0,2553	2%
50,05	0,3755	0,1243	3%

*) Masing-masing FeSO_4 dilarutkan dalam 1ml akuades

Setelah didapatkan hasil polimerisasi dengan pengukuran *solid content* yang optimum, dilanjutkan dengan membuat variasi komposisi $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ dimana konsentrasi inisiator dan temperatur dibuat tetap. Komposisinya dapat dilihat pada Tabel 3.5.

Tabel 3.5. Variasi komposisi $\text{H}_2\text{O}_2 : \text{Fe}^{2+}$

Stirena (gram)	H_2O_2 (gram)	FeSO_4^* (gram)	Komposisi
50,06	0,8582	0,1438	6:1
50,05	0,8080	0,2065	4:1
50,09	0,7554	0,2553	3:1
50,00	0,6600	0,3333	2:1

*) Masing-masing FeSO_4 dilarutkan dalam 1ml akuades

Sama dengan variasi sebelumnya, pada variasi komposisi inisiator juga dilakukan karakterisasi *solid content* pada hasil yang didapat. Setelah variasi komposisi maka selanjutnya adalah membuat variasi temperatur reaksi dimana komposisinya tercantum pada Tabel 3.6.

Tabel 3.6. Variasi temperatur H₂O₂/Fe²⁺

Suhu	Stirena (gram)	H ₂ O ₂ (gram)	FeSO ₄ * (gram)
95°C	50,09	0,7554	0,2553
105°C	50,07	0,7541	0,2522

*) Masing-masing FeSO₄ dilarutkan dalam 1ml akuades

Pengukuran *solid content* juga dilakukan pada hasil reaksi polimerisasi dari variasi temperatur. Untuk polimer yang memiliki hasil *solid content* yang optimum akan dilakukan karakterisasi berupa pengukuran IR, temperatur gelas dan berat molekul rata-rata.

3.2.3 Karakterisasi Hasil Polimerisasi

3.2.3.1 Kandungan Padatan (*Solid Content*) (ASTM D 4456)

- Menimbang ± 1 gram polimer ke dalam aluminium foil yang telah diketahui bobot kosongnya.
- Kemudian memanaskan dalam oven pada suhu 105°C selama 2 jam.
- Selanjutnya mendinginkan dalam desikator dan ditimbang.
- Menghitung total padatan dengan persamaan sebagai berikut :

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

dimana W_1 : Berat wadah kosong

W_2 : Berat wadah kosong + berat sampel polimer kering

W_3 : Berat sampel

3.2.3.2 Pengukuran Spektum FTIR (Abdullah, 2007)

- A. Pengukuran sampel film menggunakan ATR Zirconia
- Membuat lapisan film yang akan diuji dengan ukuran, $p \times l : 2 \times 0,5 \text{ cm}$.
 - Lapisan film diletakkan di atas alat ATR Zirconia, ditempatkan pada ruang pengukuran.
 - Dilakukan pengukuran secara otomatis, *setting range* panjang gelombang mulai 1000 cm^{-1} sampai 4000 cm^{-1} .
- B. Pengukuran sampel padatan menggunakan serbuk KBr (Part DRS)
- 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.
 - Dilakukan pengukuran blanko KBr secara otomatis, *setting range* panjang gelombang mulai 650 cm^{-1} sampai 4000 cm^{-1} .
 - Untuk pengukuran sampel dilakukan prosedur seperti no. 4 di atas.

3.2.3.3 Temperatur Gelas (Abdullah, 2007)

Sampel ditimbang sebanyak 5 – 20 mg. Untuk sampel serbuk, sampel langsung digerus halus dan diletakkan 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 temperatur 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, sementara *pan* blanko tetap pada posisi semula selama pengukuran. Untuk sampel serbuk yang rapuh (T_g tinggi), alat *disetting* 50 derajat celcius di bawah T_g sedangkan untuk sampel

rubbery (Tg rendah) digunakan nitrogen cair untuk *setting* temperatur sangat rendah.

3.2.3.4 Berat Molekul Rata-rata (DeRosa, 2008)

A. Preparasi sampel

- Melarutkan 1 gram sampel polistirena dengan pelarut toluena dalam labu ukur 100mL (konsentrasi 10 g/L).
- Membuat sampel dengan konsentrasi 5 g/L dan 2,5 g/L dari sampel dengan konsentrasi 10 g/L.

B. Pengukuran viskositas

- Menyiapkan *water bath* pada suhu 25⁰C
- Memasukkan 10 mL pelarut toluena ke dalam Viskometer *Ubbelhode*.
- Memastikan suhu pelarut sudah mencapai suhu pada *water bath*.
- Mengukur viskositas pelarut dengan menghitung waktu alir cairan pada pipa kapiler.
- Melakukan lima kali pengulangan waktu alir.
- Mengulangi pengukuran dengan menggunakan sampel pada berbagai konsentrasi.

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini telah dihasilkan homopolimer stirena dari reaksi polimerisasi stirena baik dengan inisiator redoks organik maupun anorganik. Produk hasil reaksi dapat dilihat pada Gambar 4.1 (bagian atas merupakan hasil polimerisasi dengan inisiator organik. Sedangkan pada bagian bawah hasil polimerisasi menggunakan inisiator anorganik).



Gambar 4.1. Hasil homopolimer *bulk* stirena

Homopolimer stirena dibuat dari reaksi monomer stirena yang diinisiasi baik oleh inisiator redoks H_2O_2 /Asam askorbat maupun $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ dalam sistem *bulk*. Tujuannya adalah mempelajari reaksi polimerisasi stirena dengan adanya dua inisiator redoks yang berbeda, serta pengaruh variasi konsentrasi dan komposisi inisiator terhadap seberapa banyak monomer yang terkonversi menjadi polimer.

Pemilihan H_2O_2 dan asam askorbat sebagai inisiator organik adalah dikarenakan kemampuan H_2O_2 sebagai oksidator kuat yang sudah biasa dipergunakan dalam sistem redoks. Sedangkan asam askorbat merupakan senyawa yang mudah teroksidasi. Hal ini dikarenakan asam askorbat mempunyai cincin lakton tak jenuh beranggota lima dengan dua gugus hidroksil melekat pada karbon berikatan rangkap (Hart, Craine, Hart, 2003). Selain itu, baik H_2O_2 maupun asam askorbat merupakan reagen yang mudah didapat dengan harga yang terjangkau. Hidrogen peroksida yang digunakan pada percobaan ini merupakan H_2O_2 50 %.

Sedangkan asam askorbat yang digunakan berupa padatan berwarna putih yang kemudian dilarutkan dengan sedikit air sampai semua asam askorbat larut.

Sedangkan untuk inisiator anorganik H_2O_2 dan Fe^{2+} , dipilih berdasarkan kelimpahannya. Besi merupakan logam kedua yang melimpah sesudah aluminium dan unsur keempat yang paling melimpah dalam kulit bumi. Larutan Fe^{2+} dibuat dari garam mohr $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot [\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]\text{SO}_4$ karena garam ini cukup stabil terhadap udara dan terhadap hilangnya air (Cotton & Wilkinson, 1989). Untuk mencegah Fe^{2+} teroksidasi menjadi Fe^{3+} oleh udara, garam Fe^{2+} dilarutkan di dalam air dengan penambahan sedikit asam sulfat, dan larutan langsung digunakan setelah dibuat (*fresh*).

Polimerisasi stirena diamati dengan membuat variasi konsentrasi inisiator H_2O_2 /asam askorbat, 1%, 3%, 4%, dan 5% terhadap berat monomer; variasi temperatur, 80°C , 90°C , dan 98°C ; dan variasi komposisi H_2O_2 : Asam askorbat (w/w), 6:1, 4:1, 3:1, 3:2, dan 1:1. Hal serupa diperlakukan pada penggunaan inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ yaitu dibuat variasi konsentrasi inisiator, 1%, 2%, dan 3% terhadap berat monomer; variasi komposisi $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ (w/w), 6:1, 4:1, 3:1, dan 2:1; serta variasi temperatur, 95°C dan 105°C . Dengan membuat variasi-variasi diatas, diharapkan akan diperoleh kondisi yang terbaik dalam pembuatan polistirena pada sistem *bulk* baik dengan inisiator H_2O_2 /Asam askorbat maupun $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$.

Polistirena yang dihasilkan kemudian dilakukan karakterisasi awal berupa pengukuran kandungan padatan (*solid content*) untuk mengetahui seberapa banyak monomer stirena yang telah terkonversi menjadi polimer. Untuk membuktikan bahwa hasil yang terbentuk merupakan polimer stirena dilakukan pengukuran menggunakan FTIR untuk mengetahui spektrum IR dari polimer serta membandingkannya dengan spektrum IR standar polistirena serta membandingkannya dengan monomer stirena. Selain IR, dilakukan juga pengukuran temperatur gelas menggunakan DSC untuk mengetahui nilai T_g polimer dan membandingkannya dengan T_g polistirena teoritis. Karakterisasi selanjutnya adalah pengukuran berat molekul polimer rata-rata menggunakan metode viskometri.

Teknik polimerisasi yang digunakan pada penelitian ini adalah teknik *bulk*. Pada polimerisasi *bulk*, monomer dan inisiator dimasukkan ke dalam labu reaksi secara bersamaan di awal, baru kemudian dipanaskan pada temperatur reaksi yang diinginkan.

Oleh karena adanya perbedaan kepolaran antara monomer stirena (non polar) dengan inisiator H_2O_2 dan asam askorbat / Fe^{2+} (polar), sehingga pada saat ketiga reagen dimasukkan terlihat adanya dua fasa, dimana bagian atas merupakan monomer dan bagian bawah berupa inisiator (massa jenis stirena lebih kecil daripada massa jenis inisiator).

Dengan mengatur kecepatan pengadukan yang relatif tinggi, inisiator yang berada di fase air terdispersi ke dalam fase monomer dalam bentuk droplet-droplet seperti air didalam minyak. Semakin sedikit fase airnya, bentuk droplet yang terdispersi didalam minyak akan berukuran kecil-kecil. Jika fase airnya bertambah banyak, droplet yang dihasilkan akan mulai membesar. Hal ini dikarenakan droplet-droplet tersebut tidak stabil (tegangan permukaan antara fase air dan fase minyak besar yang disebabkan tidak adanya agen pengemulsi), sehingga apabila droplet-droplet kecil bertemu akan terjadi *swelling* dan membentuk droplet yang lebih besar. Semakin kecil bentuk droplet maka luas permukaannya pun semakin besar. Semakin banyak droplet-droplet yang terdispersi maka semakin besar pula kemungkinan kontaknya radikal dengan monomer.

Penggunaan temperatur reaksi yang tinggi, dapat menyebabkan energi kinetik antara monomer dan radikal yang dihasilkan dari kedua inisiator semakin besar sehingga kemungkinan tumbukan antara radikal yang dihasilkan dari proses inisiasi dengan monomer semakin besar dan membuat pusat-pusat aktif pada monomer yang selanjutnya akan memperpanjang rantai.

Reaksi ini dilakukan selama waktu 5 jam. Hal ini dikarenakan oleh perbedaan kepolaran seperti yang sudah dijelaskan sebelumnya. Monomer stirena merupakan monomer yang reaktif jika sudah memiliki pusat aktif, akan tetapi dikarenakan radikal berada pada fase polar sedangkan monomer berada dalam fase non polar sehingga proses inisiasinya cukup sulit. Pada saat radikal bertemu dengan stirena di lapisan antar fase, terjadilah proses inisiasi yang membuat stirena memiliki pusat aktif dan segera bereaksi dengan monomer-monomer

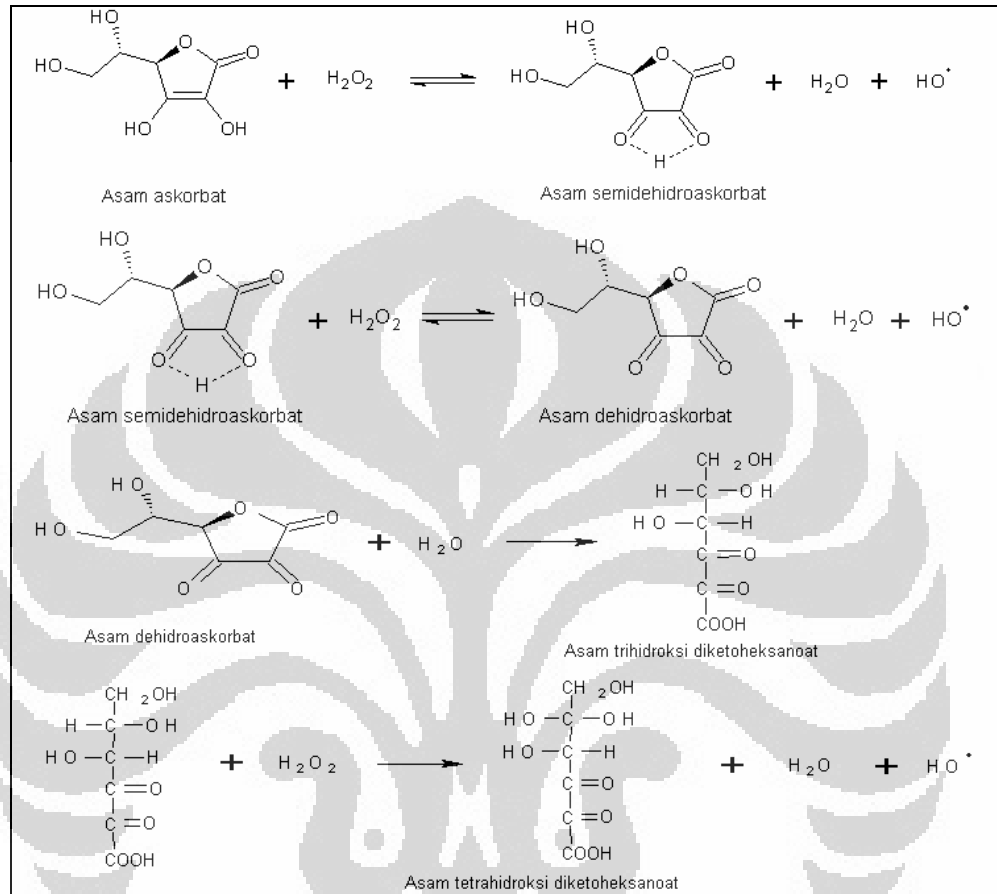
lainnya membentuk rantai yang panjang. Proses inisiasi dan propagasi yang sudah berjalan dapat diamati perubahan tingkat kekeruhan dan tingkat kekentalan. Monomer stirena merupakan cairan tidak berwarna dan berwujud cair (tidak kental). Sama halnya dengan larutan H_2O_2 , Asam askorbat, dan Fe^{2+} . Tanda-tanda polimerisasi sedang berlangsung adalah berubahnya warna menjadi keruh dan bertambah kental. Reaksi dihentikan setelah waktu 5 jam dikarenakan produk yang dihasilkan sudah bertambah kental sehingga menghambat laju perputaran pengaduk *magnetic stirrer*. Jika reaksi dilanjutkan, dikhawatirkan proses pengadukan sudah tidak merata dikarenakan kecepatan pengadukan yang semakin berkurang sementara pemanasan terus dilanjutkan untuk mempertahankan temperatur reaksi, sehingga kelanjutan reaksi hanya akan terjadi pada bagian dasar labu reaksi. Hal ini juga akan mengakibatkan produk akan mengeras pada dasar labu dan akan mempersulit proses pembersihan labu reaksi. Waktu reaksi ini dipertahankan sama 5 jam untuk inisiator redoks H_2O_2 /Asam askorbat dan $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ untuk membandingkan hasil yang didapat antar keduanya.

4.5. Polimerisasi dengan Inisiator Redoks H_2O_2 /Asam askorbat

Penggunaan inisiator redoks didasarkan pada kelebihan sebagai inisiator yang dapat bereaksi dan menghasilkan radikal pada temperatur yang rendah (Braun, et.al.2005). Akan tetapi pada penelitian ini temperatur reaksi yang digunakan cukup tinggi yaitu sekitar $80^\circ\text{C} - 105^\circ\text{C}$. Hal ini disebabkan oleh proses inisiasi yang sulit berlangsung pada temperatur ruang seperti yang sudah dijelaskan sebelumnya sehingga reaksi baru dapat berlangsung pada suhu tinggi.

Sistem redoks yang terjadi antara H_2O_2 dan asam askorbat dapat dilihat pada Gambar 4.2. Pertama-tama satu molekul asam askorbat bereaksi dengan satu molekul H_2O_2 membentuk asam semidehidroaskorbat dan satu radikal hidroksil. Bentuk asam semidehidroaskorbat dapat bereaksi kembali dengan satu molekul H_2O_2 menghasilkan asam dehidroaskorbat dan satu radikal hidroksil. Cincin lakton dari asam askorbat dapat terbuka dalam air menjadi asam trihidroksi diketoheksanoat yang selanjutnya bentuk ini dapat bereaksi dengan H_2O_2 menghasilkan asam tetrahidroksi diketoheksanoat dan radikal hidroksil yang ketiga. Secara keseluruhan satu molekul asam askorbat dapat bereaksi dengan tiga

molekul H_2O_2 menghasilkan tiga buah radikal hidroksil yang selanjutnya akan masuk ke dalam tahap inisiasi.

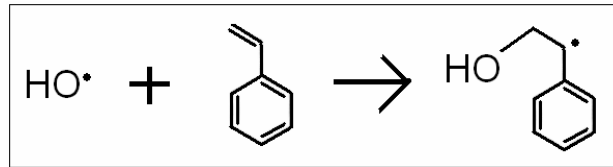


[Sumber: Boutti, 2005]

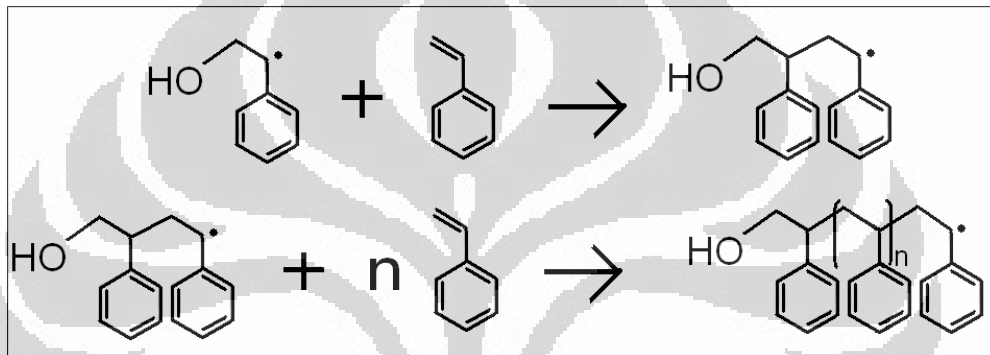
Gambar 4.2. Mekanisme reaksi redoks H_2O_2 dan Asam askorbat

Tahap inisiasi dimulai dengan bertemunya radikal hidroksil dengan monomer stirena. Radikal hidroksil akan mengadisi ikatan rangkap dengan mengambil elektron ikatan phi dari gugus etilen pada molekul stirena.

Tahap Inisiasi



Tahap Propagasi



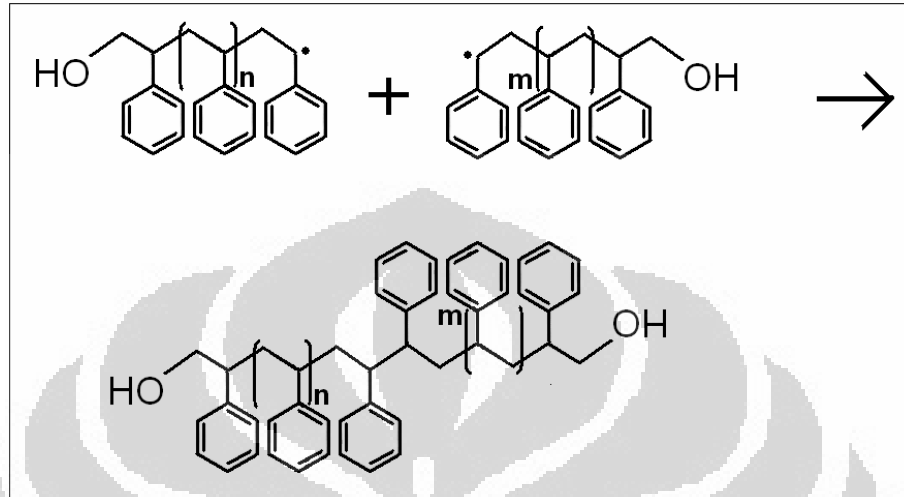
Gambar 4.3. Mekanisme Reaksi Inisiasi dan Propagasi Polimerisasi Stirena

Setelah radikal hidroksil mengadisi ikatan rangkap, maka akan muncul pusat aktif pada atom karbon yang lainnya dari gugus etilen pada stirena. Hal ini akan membuat stirena menjadi sangat reaktif terhadap monomer stirena lainnya. Radikal pada pusat aktif tersebut akan mengadisi ikatan rangkap pada molekul stirena yang lainnya, demikian seterusnya. Tahap ini dinamakan tahap propagasi, yaitu tahap perpanjangan rantai akibat dari perpindahan pusat reaksi dari satu monomer ke monomer berikutnya.

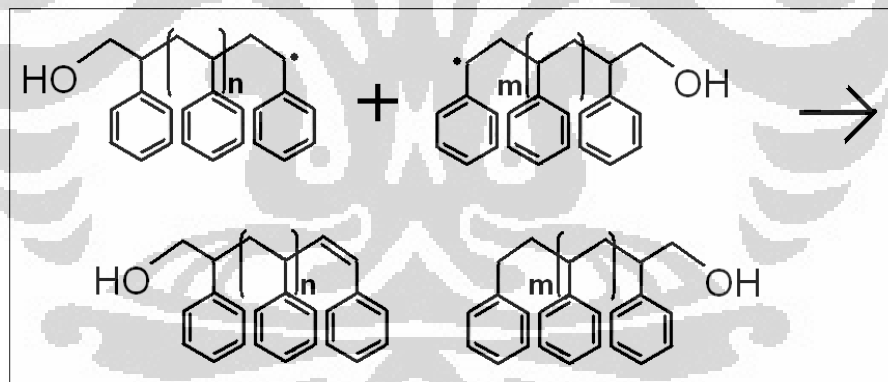
Tahap propagasi berhenti ketika semua monomer habis bereaksi membentuk radikal oligomer/radikal polimer atau radikal sudah mengalami terminasi. Dalam tahap terminasi ini ada dua macam mekanisme yang terjadi, yaitu kombinasi dan disproporsionasi.

Tahap Terminasi

- Kombinasi



- Disproporsionasi



Gambar 4.4. Mekanisme Reaksi Terminasi Polimerisasi Stirena

Untuk mekanisme kombinasi, dua rantai oligomer atau dua rantai polimer yang masih memiliki radikal pada masing-masing pusat aktifnya akan bergabung menjadi satu rantai polimer yang panjang. Sedangkan pada mekanisme disproporsionasi, terjadi perpindahan atom hidrogen dari satu rantai ke rantai yang satunya sehingga dihasilkan satu rantai polimer yang jenuh dan satu rantai polimer

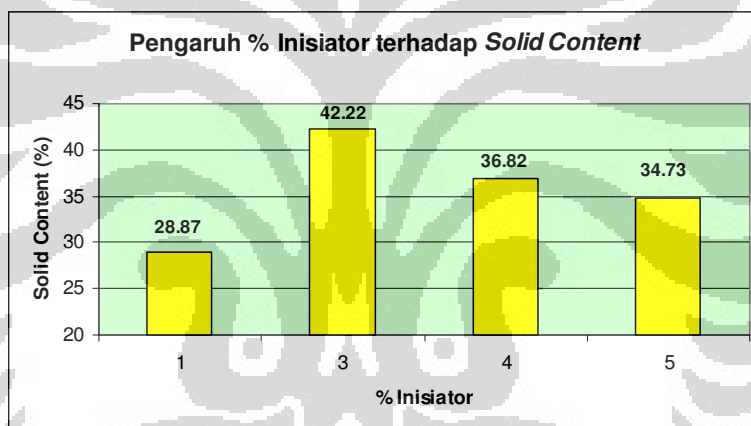
yang tidak jenuh dimana panjang keduanya lebih pendek dibandingkan dengan polimer yang terbentuk dari mekanisme kombinasi. Perpindahan atom hidrogen pada mekanisme disproporsionasi dapat terjadi pada suhu yang lebih tinggi karena pada suhu yang lebih tinggi energi vibrasi antara atom H dengan atom C semakin besar sehingga lama-kelamaan ikatannya akan putus. Fenomena ini dikenal dengan efek hiperkonjugasi. Dalam satu rantai polimer yang masih aktif mengandung dua atom hidrogen yang memungkinkan dua kali hiperkonjugasi. Sedangkan untuk menggabungkan dua radikal yang sama-sama reaktif tidak diperlukan energi yang tinggi sehingga mekanisme terminasi kombinasi dapat terjadi pada suhu yang rendah.

4.5.1. Variasi Konsentrasi Inisiator Redoks H₂O₂/Asam askorbat

Pada reaksi polimerisasi, ada dua komponen yang mempunyai peranan penting yaitu jumlah monomer dan konsentrasi inisiator (Fried, 2003). Pada dasarnya semakin banyak jumlah monomer, laju propagasi akan semakin besar karena semakin banyak pula monomer yang akan dikonsumsi, sehingga laju polimerisasi secara keseluruhan akan semakin besar. Akan tetapi pada penelitian ini jumlah monomer dibuat tetap yaitu sebanyak 50 gram atau sekitar 0,4807 mol atau $2,893814 \times 10^{23}$ molekul, sedangkan konsentrasi inisiator dibuat berbagai variasi. Adapun variasi yang digunakan adalah 1%, 3%, 4%, dan 5% dari jumlah monomer. Nilai konsentrasi inisiator tersebut merupakan campuran dari dua komponen inisiator dengan komposisi yang tetap. Setelah keempat variasi tersebut masing-masing direaksikan dengan monomer selama 5 jam didapatkan hasil seperti Tabel 4.1.

Tabel 4.1. Hasil variasi konsentrasi Inisiator H₂O₂/Asam Askorbat

Formula	<i>Solid Content (%)</i>
Stirena 50,03 gram; 1% Inisiator; komposisi [H ₂ O ₂ :Asam askorbat (w/w)] 3:1; suhu 80 ⁰ C	28,87 %
Stirena 50,05 gram; 3% Inisiator; komposisi [H ₂ O ₂ :Asam askorbat (w/w)] 3:1; suhu 80 ⁰ C	42,22 %
Stirena 50,07 gram; 4% Inisiator; komposisi [H ₂ O ₂ :Asam askorbat (w/w)] 3:1; suhu 80 ⁰ C	36,82 %
Stirena 50,06 gram; 5% Inisiator; komposisi [H ₂ O ₂ :Asam askorbat (w/w)] 3:1; suhu 80 ⁰ C	34,73 %



Gambar 4.5. Grafik pengaruh konsentrasi inisiator H₂O₂/Asam Askorbat terhadap *solid content*

Berdasarkan tabel dan grafik terlihat bahwa monomer yang terkonversi menjadi polimer bertambah sebanyak 13,35% dari konsentrasi 1% ke 3% inisiator dan setelah itu menurun. Berdasarkan data tersebut didapatkan kondisi optimum untuk reaksi polimerisasi stirena yaitu pada konsentrasi inisiator 3%.

Pada konsentrasi 1% mempunyai hasil *solid content* yang lebih kecil daripada konsentrasi 3%. Hal ini disebabkan oleh inisiator yang digunakan terlalu sedikit sehingga radikal yang dihasilkanpun sedikit. Dengan jumlah fase air yang

sedikit, droplet-droplet yang dihasilkan pun sedikit, sehingga kemungkinan tumbukan antara radikal dengan monomer akan sedikit pula. Sedangkan pada konsentrasi yang lebih besar daripada 3% yaitu 4% dan 5%, terlihat bahwa nilai *solid content*-nya menurun. Hal ini mungkin dikarenakan oleh dengan ukuran droplet-droplet yang sama, radikal yang terbentuk lebih banyak sehingga memungkinkan sesama radikal hidroksil akan bereaksi sebelum mencapai lapisan antar fase agar dapat bereaksi dengan monomer.

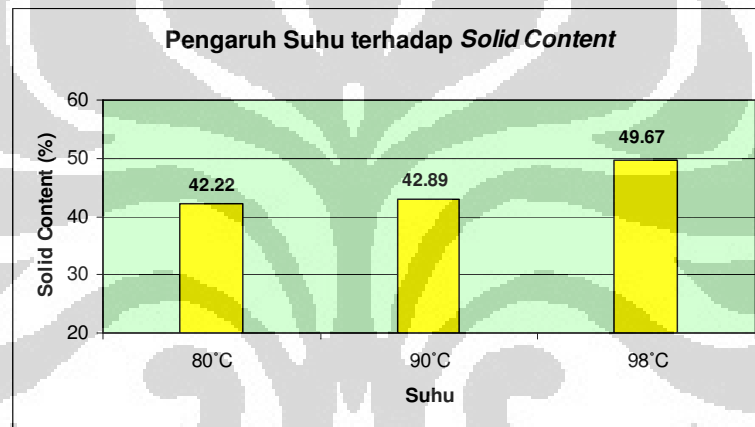
4.5.2. Variasi Temperatur Reaksi dengan Inisiator Redoks H₂O₂/Asam askorbat

Setelah mendapat konsentrasi inisiator yang menghasilkan nilai *solid content* yang terbaik yaitu 3%, selanjutnya adalah variasi temperatur. Temperatur yang digunakan dalam reaksi stirena dengan inisiator redoks H₂O₂/Asam askorbat cukup tinggi yaitu dari 80⁰C sampai dengan 98⁰C. Menurut teori, reaksi polimerisasi dengan inisiator redoks dapat dilakukan pada temperatur ruang. Akan tetapi, ternyata setelah dilakukan percobaan dengan menggunakan suhu yang lebih rendah yaitu mulai dari temperatur ruang sampai dengan suhu 75⁰C dengan variasi waktu dari beberapa jam hingga lebih dari 24 jam, tetapi reaksi tidak berjalan. Hal ini dikarenakan perbedaan kepolaran antara monomer dengan inisiator yang telah dibahas sebelumnya.

Temperatur 80⁰C adalah temperatur minimum agar reaksi polimerisasi ini dapat berjalan. Selanjutnya dicoba membuat variasi temperatur seperti terlihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2. Hasil variasi temperatur H₂O₂/Asam Askorbat

Formula	<i>Solid Content</i> (%)
Stirena 50,05 gram; 3% Inisiator; komposisi [H ₂ O ₂ :Asam askorbat (w/w)] 3:1; suhu 80 ⁰ C	42,22 %
Stirena 50,02 gram; 3% Inisiator; komposisi [H ₂ O ₂ :Asam askorbat (w/w)] 3:1; suhu 90 ⁰ C	42,89 %
Stirena 50,05 gram; 3% Inisiator; komposisi [H ₂ O ₂ :Asam askorbat (w/w)] 3:1; suhu 98 ⁰ C	49,67 %



Gambar 4.6. Grafik pengaruh temperatur H₂O₂/Asam Askorbat terhadap *solid content*

Berdasarkan hasil yang tertera pada tabel dan grafik, terlihat bahwa semakin besar temperatur, semakin besar nilai *solid content*-nya, yang berarti semakin banyak monomer yang terkonversi menjadi polimer. Hal ini sesuai dengan teori yang mengatakan bahwa semakin besar temperatur, energi kinetik molekul akan semakin besar, sehingga kemungkinan molekul-molekul stirena bertumbukan dengan radikal hidroksil semakin besar dan proses inisiasi akan berlangsung lebih cepat.

4.5.3. Variasi Komposisi Inisiator Redoks H₂O₂/Asam askorbat

Berdasarkan data yang didapat, konsentrasi inisiator optimum yaitu 3% dengan temperatur reaksi 98⁰C. Akan tetapi mengingat bahwa suhu 98⁰C merupakan suhu yang ekstrim serta untuk mengantisipasi melonjaknya temperatur akibat reaksi yang eksotermis, maka temperatur reaksi yang digunakan pada perlakuan dengan variasi komposisi adalah 90⁰C.

Sejak awal percobaan, komposisi inisiator redoks yang digunakan adalah 3:1 untuk H₂O₂:Asam askorbat dengan perbandingan berat per berat (w/w). Berdasarkan reaksi stoikiometri, 1 mol asam askorbat akan bereaksi dengan 3 mol H₂O₂. Sehingga seharusnya:

$$\text{Massa asam askorbat} = 1 \text{ mol} \times 176.12 \text{ gram/mol} = 176.12 \text{ gram}$$

$$\text{Massa H}_2\text{O}_2 = 3 \text{ mol} \times 34.0147 \text{ gram/mol} = 102.0441 \text{ gram}$$

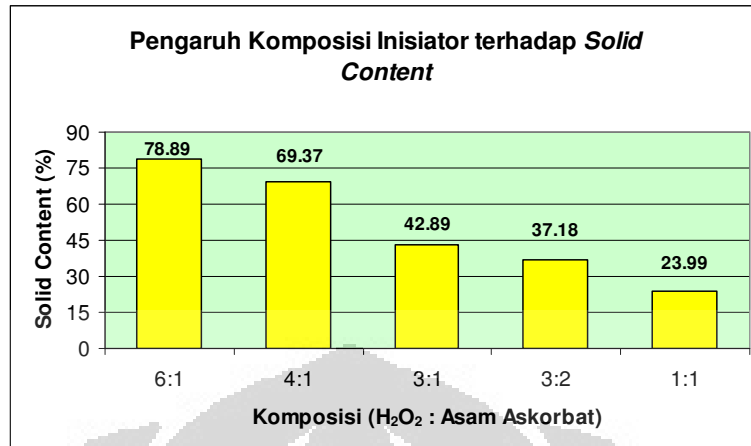
Perbandingan H₂O₂:Asam askorbat (w/w) = 102.0441 : 176.12 = 1 : 1.7 ≈ 1:2. Akan tetapi menurut literatur yang ada (Braun, 2005), ternyata dalam komposisi inisiator redoks, kondisi yang paling disukai tidak selalu mengikuti aturan stoikiometri.

Adapun komposisi H₂O₂:Asam askorbat (w/w) beserta hasil dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3. Hasil variasi komposisi H₂O₂/Asam Askorbat

Formula	Komposisi H ₂ O ₂ : Asam askorbat		Solid Content (%)
	Perb. berat	Perb. Mol*	
Stirena 50,06 gram; 3% Inisiator; suhu 90 ⁰ C	6:1	31:1	78,89 %
Stirena 50,02 gram; 3% Inisiator; suhu 90 ⁰ C	4:1	21:1	69,37 %
Stirena 50,02 gram; 3% Inisiator; suhu 90 ⁰ C	3:1	16:1	42,89 %
Stirena 50,03 gram; 3% Inisiator; suhu 90 ⁰ C	3:2	8:1	37,18 %
Stirena 50,06 gram; 3% Inisiator; suhu 90 ⁰ C	1:1	5:1	23,99 %

*) Nilai pendekatan



Gambar 4.7. Grafik pengaruh komposisi H₂O₂/Asam Askorbat terhadap *solid content*

Berdasarkan grafik, semakin kecil perbandingan H₂O₂/Asam Askorbat, semakin kecil nilai *solid content*-nya. Semakin kecil perbandingan H₂O₂/Asam Askorbat berarti H₂O₂ yang digunakan semakin sedikit dibandingkan dengan asam askorbat. Semakin besar perbandingan H₂O₂/Asam Askorbat, semakin banyak jumlah H₂O₂ yang digunakan, semakin besar *solid content*-nya. Hasil ini menandakan bahwa H₂O₂ lebih berpengaruh terhadap polimerisasi stirena. Semakin banyak H₂O₂ yang bereaksi dengan asam askorbat menghasilkan radikal untuk tahap inisiasi. Menurut teori stoikiometri, perbandingan H₂O₂/asam askorbat yang seharusnya adalah 1:2. Akan tetapi pada grafik terlihat bahwa semakin kecil perbandingannya, semakin kecil konversinya. Sehingga diasumsikan dengan perbandingan 1:2 akan didapat hasil yang lebih kecil lagi.

Hasil terbaik pada percobaan ini didapatkan dengan komposisi H₂O₂/Asam Askorbat = 6:1 (1.2857 gram:0.1246 gram). Bila perbandingan massa ini di konversi ke perbandingan mol menjadi:

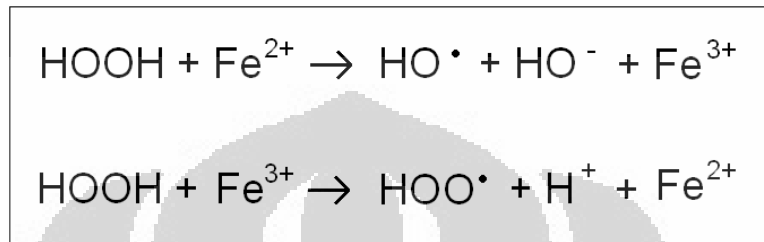
$$\text{Mol H}_2\text{O}_2 = 1.2857 \text{ gram} / 34.0147 \text{ gram/mol} = 0.037798 \text{ mol}$$

$$\text{Mol asam askorbat} = 0.2146 \text{ gram} / 176.12 \text{ gram/mol} = 0.001218 \text{ mol}$$

Perbandingan H₂O₂:Asam askorbat = 0.037798 : 0.001218 \approx 31 : 1. Hal ini berarti 31 mol H₂O₂ beraksi dengan 1 mol Asam askorbat menghasilkan radikal yang membuat monomer stirena terkonversi sebanyak 78.89%.

4.6. Polimerisasi dengan Inisiator Redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$

Sama halnya dengan inisiator redoks H_2O_2 /asam askorbat, pada reaksi inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ juga dihasilkan radikal hidroksil pada reaksi redoksnya. Reaksinya dapat dilihat pada Gambar 4.8.



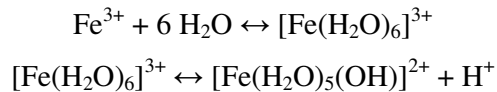
[Sumber: Braun, 2005]

Gambar 4.8. Mekanisme redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$

Pada Gambar 4.8 terlihat bahwa ada dua reaksi yang terjadi antara $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$, yaitu hidrogen peroksida akan mengoksidasi Fe^{2+} menjadi Fe^{3+} dan menghasilkan radikal hidroksil. Selanjutnya Fe^{3+} dapat bereaksi dengan H_2O_2 membentuk radikal peroksi, ion H^+ , dan Fe^{2+} kembali. Akan tetapi tidak adanya data mengenai konstanta laju pada kedua reaksi tersebut menyebabkan radikal yang menginisiasi reaksi tidak diketahui berasal dari reaksi pertama atau kedua.

Radikal yang dihasilkan akan memasuki tahap inisiasi seperti halnya pada penggunaan inisiator redoks H_2O_2 /asam askorbat. Mekanisme inisiasi, propagasi maupun terminasi stirena dengan radikal yang dihasilkan dari reaksi redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ sama dengan mekanisme reaksi oleh radikal yang dihasilkan dari reaksi redoks H_2O_2 /asam askorbat.

Hal menarik yang teramati pada percobaan menggunakan inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ yaitu beberapa saat ketika kedua komponen inisiator dimasukkan ke dalam labu reaksi yang berisi monomer stirena adalah berubahnya warna larutan menjadi kuning hingga kuning kecoklatan. Hal ini disebabkan oleh terbentuknya senyawa Fe^{3+} di dalam air yang membentuk kompleks $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$. Pada saat H_2O_2 bereaksi dengan Fe^{2+} membentuk Fe^{3+} , radikal hidroksil dan ion hidroksida, ion OH^- yang dihasilkan dapat bereaksi dengan $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ membentuk senyawa $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_5(\text{OH})]^{2+}$ yang berwarna kuning (Cotton, 1989).



Pada awalnya, warna kuning yang dihasilkan pada produk akhir diduga berasal dari senyawa kompleks organologam Fe^{2+} atau Fe^{3+} dengan gugus aromatik stirena. Akan tetapi ternyata pernyataan ini tidak benar. Ada beberapa alasan yang mendasarinya yaitu:

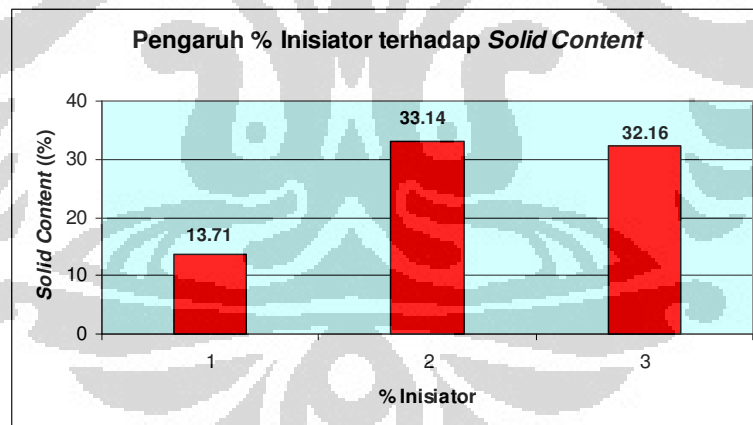
- Telah dilakukan percobaan menggunakan beberapa gram stirena yang dicampurkan dengan sedikit FeSO_4 yang ditambah beberapa tetes HCl 6M untuk mempertahankan Fe^{2+} tidak teroksidasi menjadi Fe^{3+} . Campuran tersebut dipanaskan sambil diaduk beberapa menit untuk mengamati apa yang terjadi. Ternyata hasil yang didapatkan adalah terbentuknya dua fase yaitu fase nonpolar yang berisi monomer berwarna bening, dan fase air berisi Fe^{2+} yang berwarna hijau kekuningan. Hal ini menandakan bahwa Fe^{2+} yang terbentuk sulit sekali bereaksi dengan stirena apalagi untuk membentuk kompleks.
- Pernyataan diatas diperkuat dengan pengetahuan dasar akan reaktivitas senyawa organologam. Menurut para ahli (Zulys, 2010; King, 1965), senyawa organologam baru dapat terbentuk dalam kondisi yang kering (tanpa adanya gas oksigen dan air). Sebagian besar senyawa organologam (termasuk golongan organo-besi) hanya dapat disintesis menggunakan pelarut organik dengan kondisi inert (digunakan gas N_2 untuk mengusir O_2 dalam sistem). Pada penelitian ini digunakan sedikit air untuk melarutkan garam FeSO_4 . Dengan adanya air ini dan gas oksigen yang kemungkinan besar ada didalam sistem (penelitian ini tidak menggunakan gas nitrogen), meniadakan kemungkinan terbentuknya senyawa organologam antara Fe^{2+} atau Fe^{3+} dengan gugus aromatik pada stirena.

4.6.1. Variasi Konsentrasi Inisiator Redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$

Untuk percobaan polimerisasi stirena dengan menggunakan inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ digunakan formula yang hampir sama dengan inisiator redoks H_2O_2 /asam askorbat, yaitu dengan membuat variasi konsentrasi inisiator yaitu: 1%, 2%, dan 3% dari jumlah monomer yang digunakan. Setelah masing-masing konsentrasi inisiator direaksikan dengan monomer stirena selama 5 jam didapatkan hasil seperti pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4. Hasil variasi konsentrasi Inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$

Formula	Solid Content (%)
Stirena 50,01 gram; 1% Inisiator; komposisi $[\text{H}_2\text{O}_2:\text{Fe}^{2+} \text{ (w/w)}]$ 3:1; suhu 95^0C	13,71 %
Stirena 50,09 gram; 2% Inisiator; komposisi $[\text{H}_2\text{O}_2:\text{Fe}^{2+} \text{ (w/w)}]$ 3:1; suhu 95^0C	33,14 %
Stirena 50,05 gram; 3% Inisiator; komposisi $[\text{H}_2\text{O}_2:\text{Fe}^{2+} \text{ (w/w)}]$ 3:1; suhu 95^0C	32,16 %



Gambar 4.9. Grafik pengaruh konsentrasi inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ terhadap *solid content*

Hasil yang diperoleh berupa nilai *solid content* yang optimum pada 33,14% yang didapat dari reaksi stirena dengan 2% inisiator yang terdiri dari H_2O_2 dan Fe^{2+} dengan perbandingan 3:1. Konsentrasi yang lebih kecil dari 2%

yaitu 1% memiliki nilai *solid content* yang lebih rendah yaitu 13,71%. Hal ini dikarenakan oleh sedikitnya radikal yang dihasilkan dari reaksi redoks antara H_2O_2 dengan Fe^{2+} , sehingga radikal yang masuk ke dalam tahap inisiasi juga sedikit pula.

Setelah nilai *solid content* naik pada konsentrasi inisiator 2%, terlihat pada grafik bahwa nilai tersebut turun kembali pada konsentrasi inisiator 3 %. Hal ini disebabkan oleh air yang digunakan untuk melarutkan garam FeSO_4 lebih banyak sehingga volume fase polarnya akan lebih besar. Fase polar atau fase air yang besar akan menghasilkan droplet-droplet yang besar yang akan terdispersi didalam monomer ketika proses pengadukan. Seperti penjelasan sebelumnya, droplet yang berukuran besar mempunyai luas permukaan yang kecil sehingga kemungkinan bertemunya radikal dengan monomer juga kecil. Hal ini akan mempersulit terjadinya tahap inisiasi.

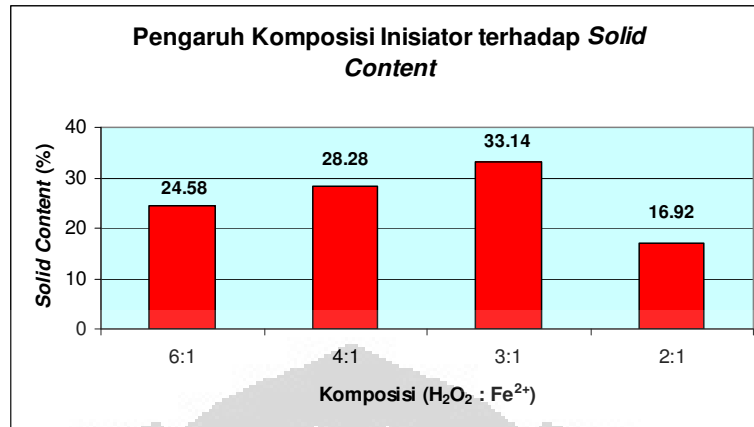
4.6.2. Variasi Komposisi Inisiator Redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$

Setelah didapatkan konsentrasi inisiator yang optimum yaitu 2%, selanjutnya dengan menggunakan konsentrasi yang sama, dibuat variasi komposisi komponen-komponen inisiator. Dengan formula yang sudah dibuat dan dilakukan percobaan, didapatkan hasil sebagai berikut:

Tabel 4.5. Hasil variasi komposisi $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$

Formula	Komposisi $\text{H}_2\text{O}_2 : \text{Fe}^{2+}$		<i>Solid Content</i> (%)
	Perb. berat	Perb. mol*	
Stirena 50,06 gram; 2% Inisiator; suhu 95^0C	6:1	27:1	24,58 %
Stirena 50,05 gram; 2% Inisiator; suhu 95^0C	4:1	17:1	28,28 %
Stirena 50,09 gram; 2% Inisiator; suhu 95^0C	3:1	13:1	33,14 %
Stirena 50 gram; 2% Inisiator; suhu 95^0C	2:1	9:1	16,92 %

*) Nilai pendekatan



Gambar 4.10. Grafik pengaruh komposisi $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ terhadap *solid content*

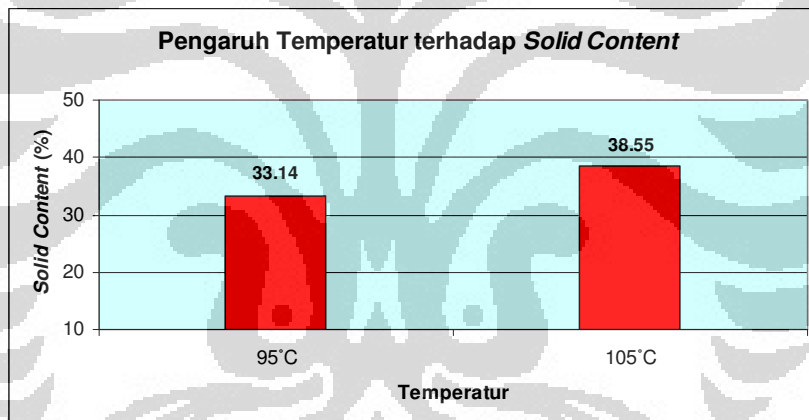
Berdasarkan data yang didapat, terlihat bahwa semakin kecil perbandingan $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$, nilai *solid content* semakin besar kecuali perbandingan 2:1 dan optimum pada perbandingan $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ yaitu 3:1. Semakin banyak ion besi yang digunakan, semakin banyak radikal hidroksil yang dihasilkan dari reaksi redoks Fe^{2+} dengan H_2O_2 . Hal ini dikarenakan Fe^{2+} dalam sistem redoks berperan sebagai pemicu dalam pembentukan radikal OH. Akan tetapi, untuk komposisi $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ 2:1 didapatkan hasil yang lebih kecil yaitu 16,92 %. Hal ini mungkin dikarenakan setelah Fe^{2+} bereaksi dengan H_2O_2 membentuk Fe^{3+} , radikal hidroksil dan OH^- pada reaksi redoks yang pertama, ion H^+ yang berasal dari asam sulfat yang ditambahkan pada saat melarutkan FeSO_4 , bereaksi dengan OH^- membentuk H_2O yang akan menambah volume fase polarnya. Semakin banyak Fe^{2+} yang bereaksi dengan H_2O_2 , semakin banyak pula OH^- yang dihasilkan yang dapat bereaksi dengan H^+ (selain bereaksi dengan Fe^{3+} dalam air membentuk senyawa kompleks berwarna kuning), sehingga volume fase polarnya akan bertambah besar. Hal ini akan membuat ukuran droplet-droplet yang terbentuk pada saat pengadukan akan bertambah besar yang dapat membuat kemungkinan tumbukan radikal dengan monomer menjadi lebih sedikit.

4.6.3. Variasi Temperatur Reaksi dengan Inisiator Redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$

Variasi temperatur dilakukan setelah mendapatkan kondisi optimum yaitu konsentrasi 2% inisiator, perbandingan komposisi $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ 3:1 pada pembuatan polimerisasi stirena. Setelah dilakukan percobaan, didapatkan data sebagai berikut:

Tabel 4.6. Hasil variasi temperatur $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$

Formula	<i>Solid Content</i> (%)
Stirena 50,09 gram; 2% Inisiator; komposisi $[\text{H}_2\text{O}_2:\text{Fe}^{2+}$ (w/w)] 3:1; suhu 95°C	33,14 %
Stirena 50,07 gram; 2% Inisiator; komposisi $[\text{H}_2\text{O}_2:\text{Fe}^{2+}$ (w/w)] 3:1; suhu 105°C	38,55 %



Gambar 4.11. Grafik pengaruh temperatur $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ terhadap *solid content*

Variasi temperatur yang dilakukan hanya dua kali yaitu suhu 95°C dan 105°C . Hal ini dikarenakan oleh reaksi ini tidak berjalan dibawah temperatur 95°C . Suhu 95°C merupakan suhu minimal untuk reaksi polimerisasi stirena dengan inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$. Berdasarkan data yang didapat, terlihat bahwa semakin tinggi temperatur, semakin banyak monomer stirena yang terkonversi menjadi polistirena. Semakin tinggi temperatur, semakin besar energi kinetik molekul stirena dan radikal hidroksil, sehingga frekuensi terjadinya tumbukan semakin besar dan menghasilkan persen konversi yang lebih besar.

4.7. Perbandingan Inisiator Redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam Ascorbat}$ dengan Inisiator Redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$

Salah satu tujuan penelitian ini adalah menentukan efektifitas inisiator terhadap hasil polimerisasi dengan membandingkan inisiator mana yang menghasilkan polimer dengan hasil yang lebih baik dengan kondisi reaksi yang sama (konsentrasi inisiator, komposisi inisiator dan waktu reaksi yang sama).

Tabel 4.7. Hasil Perbandingan Inisiator Redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam Ascorbat}$ dengan $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$

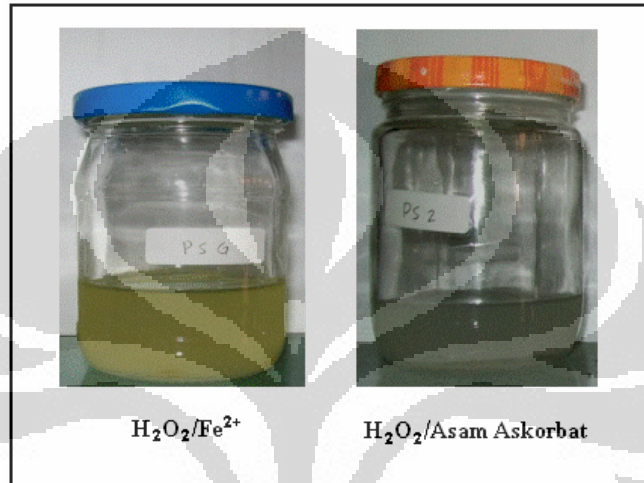
Parameter	% Inisiator	<i>Solid Content</i> (%)
$\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam Ascorbat}$ Komposisi (w/w) 3:1 Suhu 80°C Waktu 5 jam	1 %	28,87 %
	3 %	42,22 %
$\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ Komposisi (w/w) 3:1 Suhu 95°C Waktu 5 jam	1 %	13,71 %
	3 %	32,16 %

Berdasarkan tabel diatas, dapat terlihat bahwa dengan konsentrasi inisiator yang sama yaitu 1% dan 3%; komposisi yang sama yaitu 3:1 baik untuk $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam Ascorbat}$ maupun $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$; dan waktu reaksi yang sama, dihasilkan nilai *solid content* yang lebih besar untuk sistem $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam Ascorbat}$. Hal ini berarti dengan menggunakan sistem redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam Ascorbat}$, lebih banyak monomer stirena yang terkonversi menjadi polimer daripada dalam sistem $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$.

Polimerisasi stirena dapat berlangsung dengan bantuan inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam Ascorbat}$ pada suhu 80°C , lebih rendah dari penggunaan inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ yaitu 95°C dengan hasil yang lebih baik. Sehingga dapat dibuat kesimpulan bahwa polimerisasi stirena dapat berlangsung dengan baik dengan

adanya inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam Askorbat}$ pada suhu yang lebih rendah dibandingkan dengan inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$.

Selain pembahasan diatas, terdapat hal lain yang dapat dijadikan perbandingan antara penggunaan inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam Askorbat}$ dengan $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ yaitu pada Gambar 4.12.



Gambar 4.12. Polimer dengan Inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ dan $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam Askorbat}$

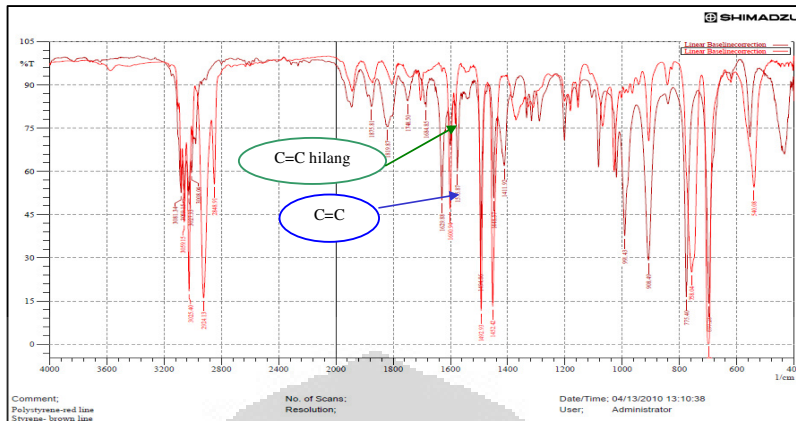
Gambar 4.12 memperlihatkan perbedaan yang dapat dilihat secara kasat mata yaitu perbedaan warna. Hasil yang didapat dari penggunaan inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ berwarna kuning sedangkan hasil yang didapat dari inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam Askorbat}$ berwarna abu-abu. Warna kuning yang dihasilkan dari penggunaan inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ berasal dari terbentuknya senyawa $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_5(\text{OH})]^{2+}$ yang berwarna kuning, seperti yang sudah dijelaskan pada subbab 4.2. Oleh karena sebagian Fe^{2+} yang teroksidasi menjadi Fe^{3+} berikatan dengan ion hidroksil dan menghasilkan senyawa yang berwarna kuning yang terjebak di antara rantai polimer, maka jumlah Fe^{2+} yang digunakan dalam sistem redoks berkurang sehingga radikal yang dihasilkan menjadi lebih sedikit yang menyebabkan radikal yang masuk ke tahap inisiasi sedikit pula. Hal ini berakibat pada jumlah monomer yang bereaksi membentuk polimer juga sedikit.

4.8. Karakterisasi Hasil Polimerisasi

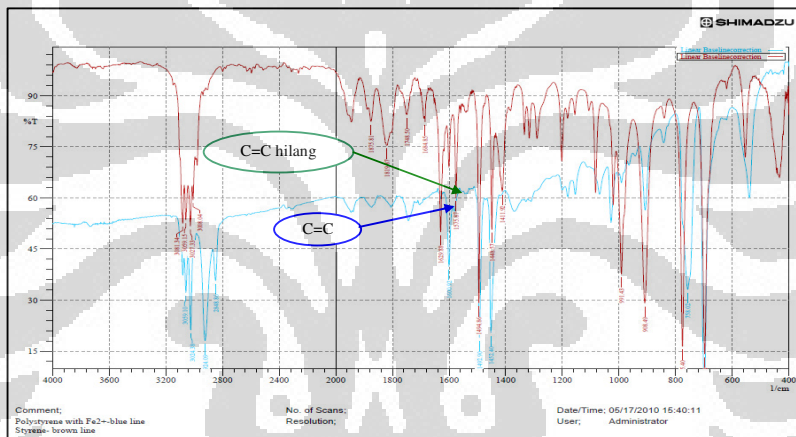
Karakterisasi yang dilakukan pertama kali adalah pengukuran kandungan padatan atau *solid content*. Pengukuran *solid content* ini berhubungan dengan banyaknya monomer yang terkonversi menjadi polimer. Dalam penelitian ini teknik yang digunakan adalah teknik *bulk* dimana dalam teknik ini komponen-komponen yang ada hanyalah monomer dan inisiator. Ketika polimer tersebut dipanaskan didalam oven bersuhu 110°C , komponen-komponen yang menguap hanyalah sisa monomer yang tidak bereaksi (Titik didihnya 146°C dan tekanan uapnya 6hPa pada 20°C) dan sedikit air yang digunakan untuk melarutkan inisiator. Sedangkan material keringnya adalah polimer dan garam anorganik yang berasal dari dekomposisi inisiator. Dalam teknik *bulk* ini nilai persen *solid content* yang diperoleh dapat disamakan dengan persen konversi. Karakterisasi selanjutnya yang dilakukan adalah: spektrum IR, temperatur gelas dan berat molekul rata-rata.

4.8.1. Spektrum IR

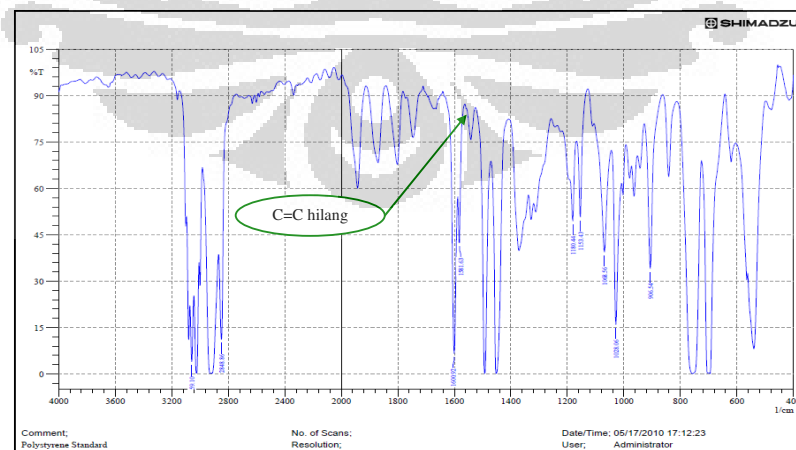
Tujuan pengukuran spektrum IR adalah untuk memastikan bahwa produk yang terbentuk adalah polistirena dengan membandingkannya dengan polistirena standar dan monomer stirena. Sampel yang digunakan untuk melakukan pengukuran IR ada dua, yaitu satu sampel dari hasil menggunakan inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{asam askorbat}$ dan satu lagi dari hasil polimerisasi dengan inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$. Sampel dengan inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{asam askorbat}$ memiliki komposisi 3% inisiator; suhu 90°C perbandingan 6:1; dan *solid content* 78,89%. Gambar spektra IR untuk monomer stirena dan polistirena dengan inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{asam askorbat}$ dapat dilihat pada Lampiran 2. Sedangkan untuk sampel dengan inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ memiliki komposisi 2% inisiator; suhu 105°C ; perbandingan 3:1; dan *solid content* 38,55%. Lampiran 3 berisi spektra IR untuk monomer stirena dan polistirena dengan inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$. Sedangkan spektrum IR untuk polistirena standard terdapat pada Lampiran 4.



Gambar 4.13. Spektra IR Stirena dan Polistirena dengan Inisiator H_2O_2 /Asam askorbat



Gambar 4.14. Spektra IR Stirena dan Polistirena dengan Inisiator H_2O_2/Fe^{2+}



Gambar 4.15. Spektrum IR Polistirena Standar

Baik pada Gambar 4.13 dan 4.14, terlihat dua spektra IR untuk monomer dan polimer. Ikatan rangkap dua C=C pada spektrum IR polistirena hilang pada bilangan gelombang 1575 cm^{-1} . Hal ini menandakan bahwa reaksi polimerisasi sudah berlangsung. Pada bilangan gelombang $2800\text{-}3000\text{ cm}^{-1}$ terdapat ulur simetri dan ulur asimetri dari gugus $-\text{CH}_2-$. Sedangkan uluran C-H yang ada pada gugus aromatik terdapat pada bilangan gelombang sekitar 3060 cm^{-1} . Adapun uluran-uluran diatas bergeser dari bilangan gelombang yang terdapat pada spektrum monomer dikarenakan hilangnya ikatan rangkap C=C, sehingga akan mempengaruhi ikatan vibrasi yang lainnya.

Adanya kemiripan yang terlihat antara spektrum polistirena standar dengan masing-masing spektrum polistirena yang dihasilkan dari hasil percobaan pada Lampiran 2 dan 3 dengan standar pada Lampiran 4 menunjukkan bahwa polimer yang dihasilkan merupakan homopolimer stirena.

4.8.2. Temperatur Gelas

Data temperatur gelas akan menambah informasi untuk membuktikan suatu reaksi polimer. Nilai Tg suatu polimer sangat bergantung pada berat molekul (Steven, 2001) dan stereokimia molekul atau taktisitas. Ada tiga macam taktisitas yang dimiliki molekul polimer yaitu, isotaktik (masing-masing atom C kiral memiliki konfigurasi sama), sindiotaktik (atom C kiral yang berselang-seling memiliki konfigurasi sama), dan ataktik (distribusi konfigurasi acak) (Brandrup, 1989). Selain itu nilai Tg juga merupakan fungsi dari kebebasan rotasi. Jika kebebasan rotasinya terhambat, maka nilai Tg-nya akan semakin besar.

Tabel 4.8. Data Tg Teoritis pada Berbagai Taksisitas

Taktisitas	Tg (K)
Ataktik	373
Isotaktik	373
Sindiotaktik	433-463

[Sumber: Brandrup, 1989]

Pengukuran temperatur gelas dilakukan pada sampel polistirena dengan $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam askorbat}$ (komposisi 4:1, 3% inisiator, suhu 90°C dan nilai *solid content* 69,37%) dan polistirena dengan $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ (komposisi 3:1, 2% inisiator, suhu 105°C dan nilai *solid content* 38,55%). Kurva DSC untuk sampel polistirena dengan $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam askorbat}$ terdapat pada Lampiran 5. Sedangkan untuk sampel polistirena dengan $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ terdapat pada Lampiran 6. Nilai T_g yang terdapat pada Lampiran 5 adalah $82,38^\circ\text{C}$ atau 355,38 K. Nilai ini lebih rendah dari nilai T_g teoritis yaitu 100°C atau 373 K. Hal ini mungkin dikarenakan rantai polimer yang terbentuk pendek-pendek. Sehingga dengan energi yang lebih rendah yaitu pada waktu suhu mencapai 82°C , gaya molekuler antar rantai polimer sudah melemah dan polimer sudah mulai mengalir. Sedangkan taktisitas yang dimiliki, kemungkinan besar adalah ataktik. Hal ini dikarenakan stereokimia ataktik adalah acak sehingga gaya van der Waals antara gugus aromatik rantai polistirena yang satu dengan yang lain juga kecil. Gaya interaksi yang kecil ini akan membuat gugus aromatik tersebut semakin mudah berotasi. Hal ini yang akan menurunkan nilai T_g .

Sedangkan untuk nilai T_g yang diperoleh dari Lampiran 6 yaitu $105,05^\circ\text{C}$ atau 378,05 K. Nilai ini sedikit lebih tinggi dari nilai T_g teoritis. Hal ini mungkin dikarenakan rantai polimernya lebih panjang. Sehingga untuk melemahkan gaya molekuler antar rantai polimer dan membuat semua polistirena mengalir membutuhkan energi yang lebih besar, yaitu suhu yang lebih tinggi. Sedangkan kemungkinan taktisitas yang dimiliki adalah ataktik atau sindiotaktik karena susunan rantainya lebih teratur.

Pengukuran DSC juga dapat menentukan reaksi yang terjadi tergolong reaksi eksotermik atau endotermik. Perbedaannya dapat dilihat pada kurva yang dihasilkan. Jika reaksi yang terjadi eksotermik (panas dilepaskan dari sistem ke lingkungan) seiring meningkatnya temperatur kurva akan cenderung naik. Sebaliknya, untuk reaksi endotermik (panas diserap dari lingkungan ke sistem), kurva akan cenderung turun dengan bertambahnya temperatur (Daniels, 1973). Berdasarkan kurva yang ada pada lampiran 5 dan 6 terlihat bahwa kurva cenderung menurun. Hal ini menandakan bahwa reaksi transisi polimer dari fase gelas ke fase cair polimer tersebut akan menyerap panas.

4.8.3. Berat molekul Rata-rata

Berat molekul adalah variabel yang paling penting yang berhubungan langsung dengan sifat-sifat polimer. Umumnya polimer dengan berat molekul yang tinggi mempunyai sifat yang lebih kuat (Stevens, 2001). Ada banyak cara yang dapat digunakan untuk menentukan berat molekul. Pada penelitian ini digunakan metode viskometri dengan mengukur berat molekul rata-rata polimer yaitu dengan cara mengukur waktu alir polimer didalam pipa kapiler. Kelebihan metode ini adalah cepat dan murah (Sperling, 2006). Namun kekurangan metode ini adalah metode ini hanya dapat menentukan berat molekul rata-rata polimer. Dengan metode ini tidak dapat diketahui distribusi berat molekul atau ukuran keberagaman (polidispersitas) dari suatu polimer.

Untuk mengetahui berat molekul rata-rata polimer, dilakukan pengukuran waktu alir polimer dengan beberapa konsentrasi beserta pelarutnya dalam viskosimeter *Ubbelohde*. Semakin besar konsentrasi polimer, semakin lama waktu alirnya. Selanjutnya adalah menghitung nilai viskositas relatifnya dengan rumus

$$\eta_{rel} = \frac{t}{t_0} \approx \frac{\eta}{\eta_0} \quad \eta_{sp} = \eta_{rel} - 1$$

Dimana t dan η adalah waktu alir dan viskositas polimer. Sedangkan t_0 dan η_0 adalah waktu alir dan viskositas pelarut. Setelah mendapat nilai viskositas relatif, selanjutnya adalah menghitung nilai viskositas spesifik.

$$\eta_{red} = \frac{\eta_{sp}}{C} \quad [\eta] = \lim_{C \rightarrow 0} \frac{\eta_{sp}}{C}$$

Viskositas reduksi adalah nilai viskositas spesifik dibagi dengan konsentrasi yang selanjutnya nilai viskositas ini diekstrapolasi ke konsentrasi sama dengan nol sehingga didapatkan nilai viskositas intrinsik $[\eta]$. Nilai viskositas intrinsik yang diperoleh kemudian dimasukkan kedalam persamaan Mark-Houwink-Sakurada untuk mendapatkan hasil berat molekul rata-rata (M_v) melalui persamaan:

$$[\eta] = K M_v^a$$

Nilai K dan a adalah konstanta yang bergantung pada pelarut-polimer dan temperatur. Perhitungan berat molekul rata-rata dengan metode viskometri dapat dilihat pada Lampiran 7 dan 8.

Pada penelitian ini hanya polimer yang menghasilkan persen konversi terbesar yang akan dilakukan pengukuran berat molekul. Adapun hasilnya adalah 196.170,44 gram mol⁻¹ untuk konsentrasi inisiator H₂O₂/Asam askorbat 3% dengan komposisi 6:1 dan suhu 90⁰C (nilai *solid content* 78,89%); dan 354.413,28 gram mol⁻¹ untuk konsentrasi inisiator H₂O₂/Fe²⁺ 2% dengan komposisi 3:1 dan suhu 95⁰C (nilai *solid content* 33,14%).

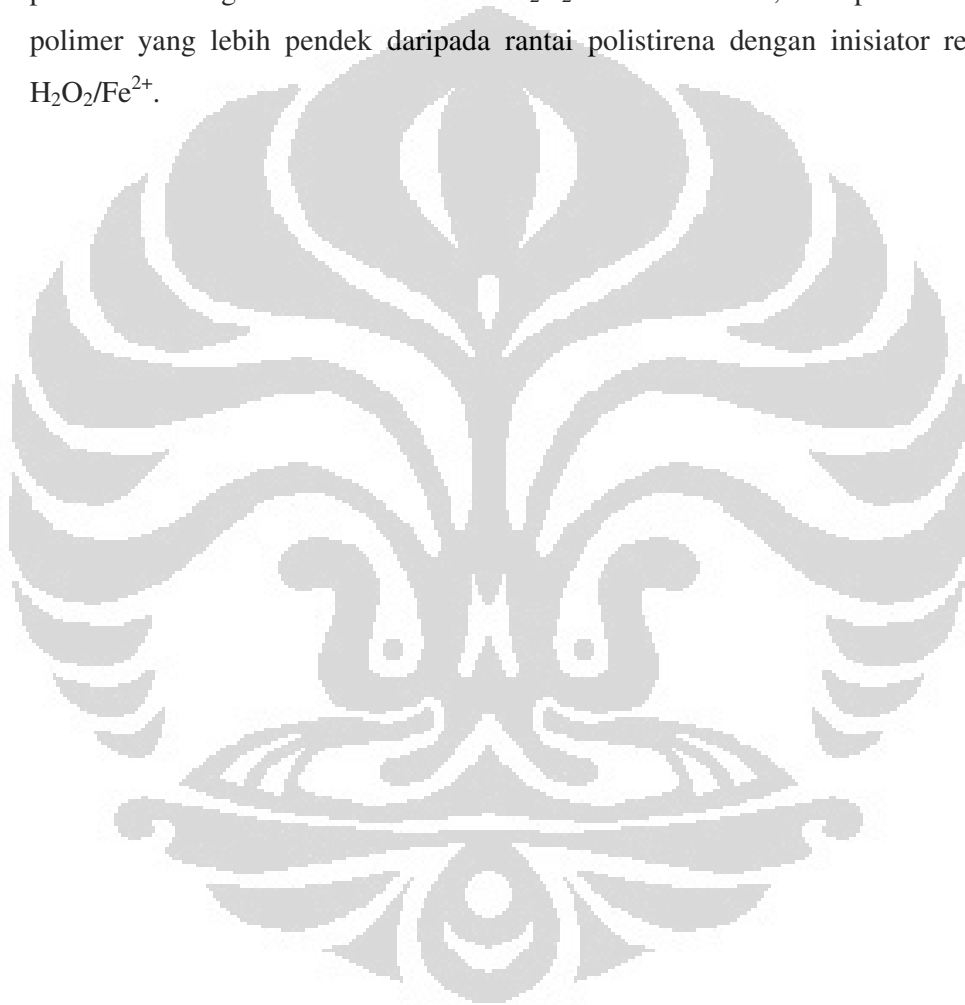
Berdasarkan data diatas, didapatkan hasil bahwa berat molekul rata-rata untuk polistirena dengan inisiator H₂O₂/Asam askorbat lebih kecil daripada polistirena dengan inisiator H₂O₂/Fe²⁺, walaupun persen konversinya lebih besar. Hasil ini membuktikan hipotesis awal bahwa inisiator redoks H₂O₂-Asam askorbat akan menghasilkan persen konversi yang lebih besar dan berat molekul yang lebih kecil daripada inisiator H₂O₂/Fe²⁺. Adapun faktor-faktor yang mempengaruhi berat molekul antara lain: konsentrasi inisiator dan temperatur. Semakin besar konsentrasi inisiator dan semakin tinggi temperatur akan menyebabkan laju polimerisasi semakin besar, persen konversi semakin besar dan menghasilkan berat molekul yang kecil (Braun, 2005). Hal ini pun telah dibuktikan oleh Kitagawa dan Tokiwa (2005) pada penelitiannya yang menggunakan inisiator redoks H₂O₂/Asam askorbat dan H₂O₂/Fe²⁺ pada polimerisasi *vinyl sugar ester*.

Persen konversi yang besar dan berat molekul rata-rata yang lebih kecil untuk polimerisasi stirena dengan inisiator redoks H₂O₂/Asam askorbat mungkin disebabkan oleh rantai polimer yang terbentuk pendek-pendek. Jika sebagian besar atau hampir semua rantai polimer yang terbentuk pendek-pendek maka akan menghasilkan berat molekul dengan rata-rata yang kecil. Sebaliknya untuk hasil polimerisasi stirena dengan inisiator H₂O₂/Fe²⁺ didapatkan persen konversi yang lebih kecil dan berat molekul rata-rata yang lebih besar. Hal ini mungkin juga disebabkan oleh rantai polimer yang terbentuk panjang-panjang, sehingga jika semua berat molekul rantainya dirata-rata akan didapatkan hasil yang lebih besar.

Reaksi antara H₂O₂ dengan asam askorbat secara stoikiometri akan menghasilkan 3 radikal OH. Sedangkan reaksi antara H₂O₂ dengan Fe²⁺ akan menghasilkan 1 radikal OH. Sehingga inti atau pusat aktif yang terbentuk dari reaksi H₂O₂/asam askorbat akan lebih banyak daripada H₂O₂/Fe²⁺. Dengan jumlah

monomer yang sama antar keduanya, monomer akan terbagi pada pusat aktif yang lebih banyak pada polimerisasi dengan inisiator H_2O_2 /asam askorbat sehingga dapat diperoleh panjang rantai yang lebih pendek daripada $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$. Untuk membuktikan pernyataan diatas diperlukan pengukuran distribusi berat molekul.

Hasil tersebut sesuai dengan data temperatur gelas untuk polimer dengan masing-masing inisiator redoks. Menurut analisa data Tg dan BM rata-rata untuk polistirena dengan inisiator redoks H_2O_2 /Asam askorbat, didapatkan rantai polimer yang lebih pendek daripada rantai polistirena dengan inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$.



BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

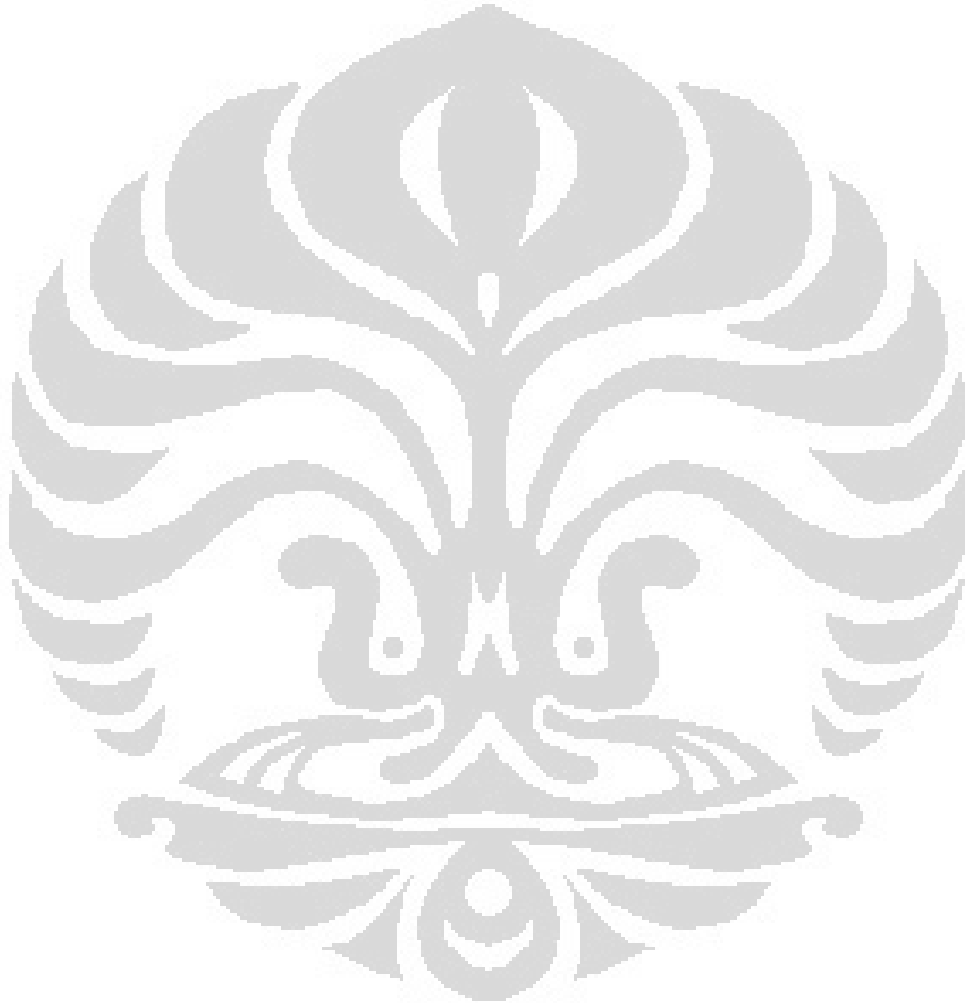
5.3 Kesimpulan

Adapun beberapa kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini adalah:

1. Kondisi optimum untuk reaksi polistirena dengan inisiator redoks H_2O_2 /asam askorbat adalah 3% inisiator, komposisi H_2O_2 /asam askorbat 6:1, suhu 90°C , dalam waktu 5 jam dengan nilai *solid content* 78,89%; Sedangkan untuk inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$, kondisi optimum yang diperoleh adalah 2% inisiator, komposisi $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ 3:1, suhu 105°C , dalam waktu 5 jam dengan nilai *solid content* 38,55%;
2. Dengan konsentrasi dan komposisi inisiator serta waktu reaksi yang sama, polimerisasi dengan inisiator redoks H_2O_2 /asam askorbat menghasilkan persen konversi yang lebih besar daripada inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$;
3. Nilai T_g polistirena dengan komposisi H_2O_2 /Asam askorbat 4:1, konsentrasi 3% inisiator pada suhu 90°C sebesar $82,38^\circ\text{C}$. Sedangkan untuk nilai T_g polistirena dengan komposisi $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ 3:1, konsentrasi 2% inisiator pada suhu 105°C didapatkan sebesar $105,05^\circ\text{C}$
4. Berat molekul rata-rata yang diperoleh untuk konsentrasi inisiator H_2O_2 /Asam askorbat 3% dengan komposisi 6:1 dan suhu 90°C adalah $196.170,44 \text{ gram mol}^{-1}$ (nilai *solid content* 78,89%); sedangkan untuk konsentrasi inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ 2% dengan komposisi 3:1 dan suhu 95°C diperoleh berat molekul sebesar $354.413,28 \text{ gram mol}^{-1}$ (nilai *solid content* 33,14%).
5. Polimerisasi stirena dengan inisiator redoks H_2O_2 /Asam askorbat menghasilkan persen konversi yang lebih besar dan berat molekul yang lebih kecil daripada hasil polimerisasi menggunakan inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$.

5.4 Saran

1. Melanjutkan percobaan dengan memperbesar perbandingan komposisi H_2O_2 : Asam askorbat sehingga didapatkan komposisi yang optimum;
2. Melakukan pengukuran dengan *Gel Permeation Chromatography (GPC)* untuk mengetahui distribusi berat molekul polimer yang dihasilkan sehingga dapat diketahui jangkauan distribusinya;



DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, Iman. (2007). *Studi polimerisasi core-shell metil metakrilat-butil akrilat: Pengaruh konsentrasi monomer, jenis dan komposisi inisiator terhadap ukuran partikel dan indeks polidispersitas*. Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI.
- Azizah, Utiya. (2004). *Polimer*. Direktorat Pendidikan Menengah Kejuruan – Direktorat Jenderal Pendidikan Dasar dan Menengah – Departemen Pendidikan Nasional.
- Boutti, Salima; Rocio Diez Zafra, C. Graillat, T. F. McKenna. (2005). *Interaction of Surfactant and Initiator Types in Emulsion Polymerisations: A Comparison of Ammonium Persulfate and Hydrogen Peroxide*. *Macromol. Chem. Phys.*, 205, 1355-1372.
- Brandrup, J. & E. H. Immergut. (1989). *Polymer Handbook*, 3rd edition. USA: John Willey & Sons.
- Brandrup, J. E.H. Immergut, and E.A. Grulke, eds. (1999), *Polymer Handbook*, 4th edition. New York: Wiley-Interscience,.
- Braun, D, et al. (2005). *Polymer Synthesis: Theory and Practice* 4th ed. (p. 176; 175; 165). Springer Berlin Heidelberg: Germany.
- Cotton F A, Wilkinson G. (1989). *Kimia Anorganik Dasar* (Sahati Suharto, penerjemah; Yanti R.A. Koestoer, pendamping). Jakarta: Penerbit Universitas Indonesia (UI-Press).
- Daniels, T. (1973). *Thermal Analysis*. England: Kogan page limited.
- DeRosa, Rebecca L. (2008). *Intrinsic Viscosity Characterization of PS and PMMA*. Inamori School of Engineering: Alfred University.
- Fried, J. R. (2003). *Polymer Science and Technology*, 2nd ed. (p.29); Prentice Hall: Saddle River, NJ.
- Hart, H., Craine L E., Hart D J. (2003). *Kimia Organik : suatu kuliah singkat Ed. 11* (Suminar Setiati Achmadi, Penerjemah; Amalia Safitri, editor). Jakarta: Erlangga.
- <http://en.wikipedia.org/wiki/Polystyrene> diakses pada tanggal 30 Desember 2009 pukul 14.00 WIB

- <http://www.arkema-inc.com/plants/canada/msds/AP04503.pdf> diakses pada tanggal 23 May 2010 pukul 12.40 WIB
- <http://www.chemistrydaily.com/chemistry/Polymerization> diakses pada tanggal 2 Januari 2010 pukul 13.15 WIB
- <http://www.edu.upmc.fr/chimie/chiminorga/MSDS/MohrSalt.html> diakses pada tanggal 23 Mei 2010 pukul 12.48 WIB
- <http://www.merck-chemicals.co.id/styrene> diakses pada tanggal 22 Juni 2010 pukul 08.00 WIB
- <http://www.sabic.com/me/en/productsandservices/chemicals/styrenemonomer.aspx> diakses pada tanggal 4 Januari 2010 pukul 12.00 WIB
- [http://www.sciencelab.com/xMSDS-Ascorbic acid-9922972](http://www.sciencelab.com/xMSDS-Ascorbic%20acid-9922972) diakses pada tanggal 23 May 2010 pukul 12.35 WIB
- <http://www.tutorvista.com/content/chemistry/chemistry-iv/polymers/polymerization.php> diakses pada tanggal 30 Desember 2009 pukul 14.00 WIB
- Indrianti, Yunita. (2008). *Polimerisasi core-shell metil metakrilat-etil akrilat: Pengaruh variasi pengikat silang (glisidil metakrilat) dan teknik polimerisasi terhadap ukuran partikel dan indeks polidispersitas*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.
- Irawadi, Hydrine. (2007). *Pengaruh inisiator redoks H₂O₂-Asam askorbat dan pengikat silang glisidil metakrilat terhadap ukuran dan distribusi ukuran partikel pada polimerisasi emulsi core-shell butil akrilat-stirena*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.
- King, R. B. (1965). *Organometallic Syntheses*. Academic Press.
- Kitagawa, M., Tokiwa, Y. (2005). *Polymerization of vinyl sugar ester using ascorbic acid and hydrogen peroxide as a redox reagent*. Japan: National Institute of Advance Industrial Science and Technology (AIST).
- Kusumo, Destya Enggrit. (2009). *Polimerisasi core-shell metil metakrilat-butil akrilat: Pengaruh pengikat silang, suhu polimerisasi dan konsentrasi monomer terhadap distribusi ukuran partikel*". Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI.

- Laelani, Lela Siti. (2007). *Pengaruh konsentrasi surfaktan sodium lauril sulfat dan inisiator redoks terhadap ukuran dan distribusi ukuran partikel pada homopolimerisasi metil metakrilat*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.
- Odian, G. (1991). *Principles of Polymerization*, 3rd ed. (p. 206); Wiley: New York.
- Saptono, Rahmat. (2008). *Pengetahuan Bahan 2008*. Departemen Metalurgi dan Material FTUI.
- Sarwono, Ariyanti. (2006). *Pengaruh variasi inisiator dan teknik polimerisasi terhadap ukuran partikel pada kopolimerisasi emulsi stirena-butil akrilat-metil metakrilat*. Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI.
- Sperling, L. H. (2006). *Introduction to physical polymer science*, 4th edition (p.110). Wiley and Sons, New York.
- Stevens, Malcolm P. (2001). *Kimia Polimer (terjemahan)*. Jakarta: Pradnya Paramita.
- Supri.,Siregar, A.H. (2004). *Sintesis dan karakterisasi homopolimer emulsi poli (metil metakrilat) dengan variasi konsentrasi surfaktan dan zat pengalih rantai . e-USU Repository*. Universitas Sumatera Utara.
- Urban, D.; Takamura, K. (2002). *Polymer Dispersions and Their Industrial Applications*. Germany: Wiley-VCH.
- Zulys, Agustino. (31 Mei 2010 pada jam 13.15 WIB). Diskusi perorangan



LAMPIRAN 1: Contoh Perhitungan *Solid Content*

Berat aluminium foil kosong 1 = 0,5077 gram

Berat sampel polimer 1 = 1,0507 gram

Berat aluminium foil + polimer setelah pemanasan 1 = 1,2297 gram

$$\begin{aligned} \% \text{ Kandungan padatan 1} &= \frac{(1,2297 - 0,5077) \text{ gram}}{1,0507 \text{ gram}} \times 100 \% \\ &= 68,72 \% \end{aligned}$$

Berat aluminium foil kosong 2 = 0,5168 gram

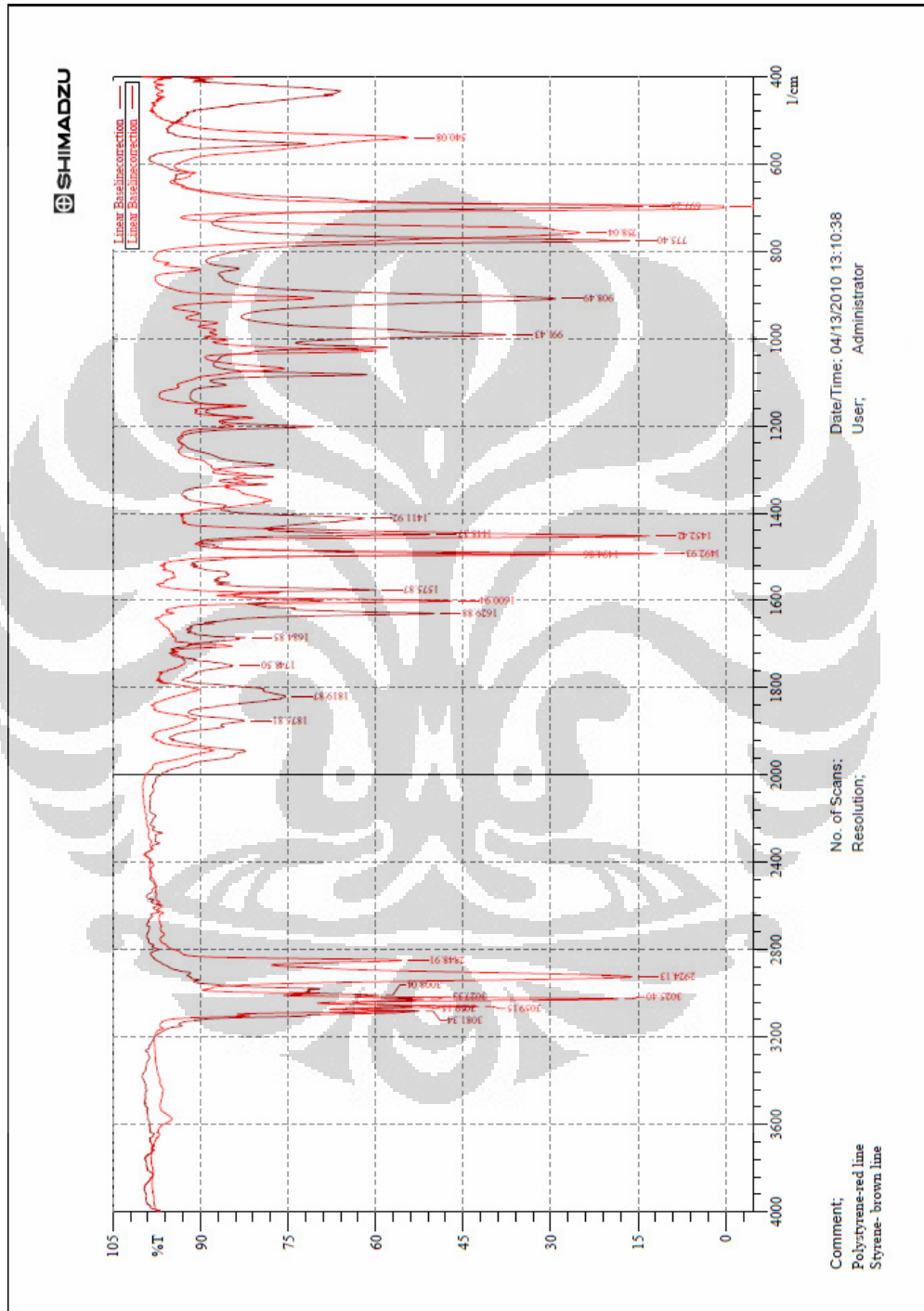
Berat sampel polimer 2 = 1,1249 gram

Berat aluminium foil + polimer setelah pemanasan 2 = 1,3045 gram

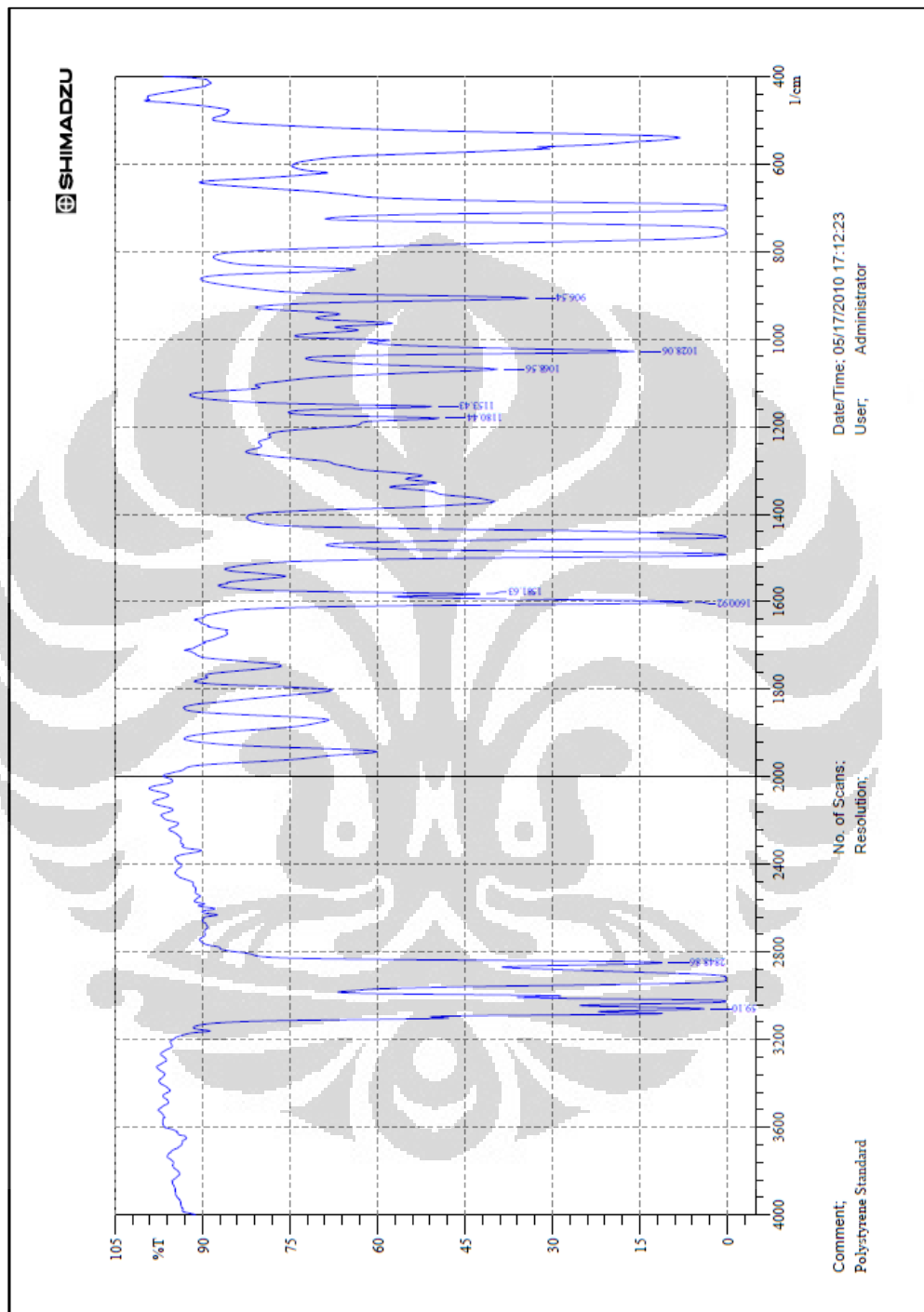
$$\begin{aligned} \% \text{ Kandungan padatan 2} &= \frac{(1,3045 - 0,5168) \text{ gram}}{1,1249 \text{ gram}} \times 100 \% \\ &= 70,02 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Kandungan padatan rata-rata} &= \frac{68,72 + 70,02}{2} \\ &= 69,37 \% \end{aligned}$$

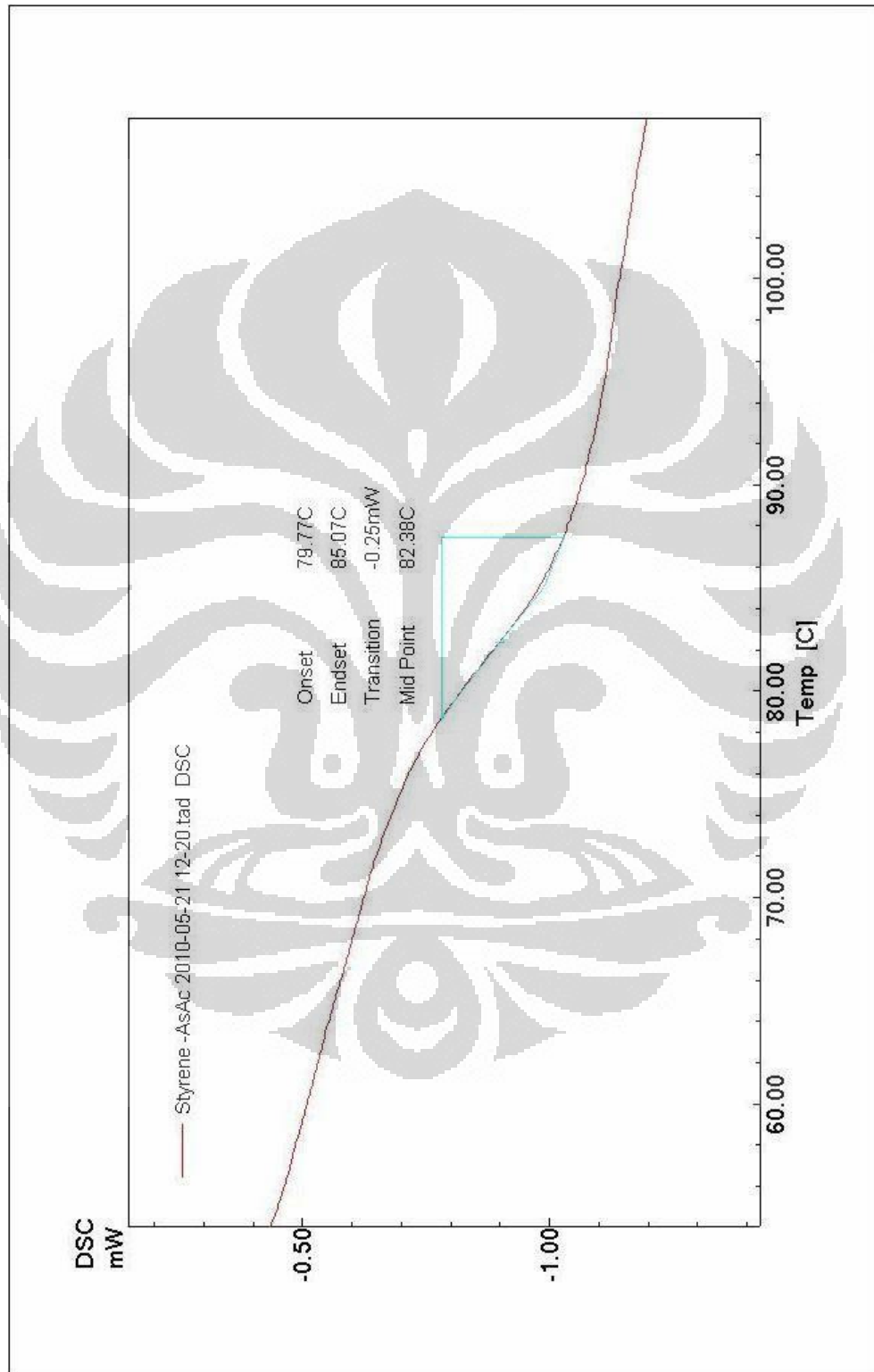
LAMPIRAN 2: Spektrum IR Monomer Stirena dan Polistirena dengan Inisiator H₂O₂/Asam askorbat



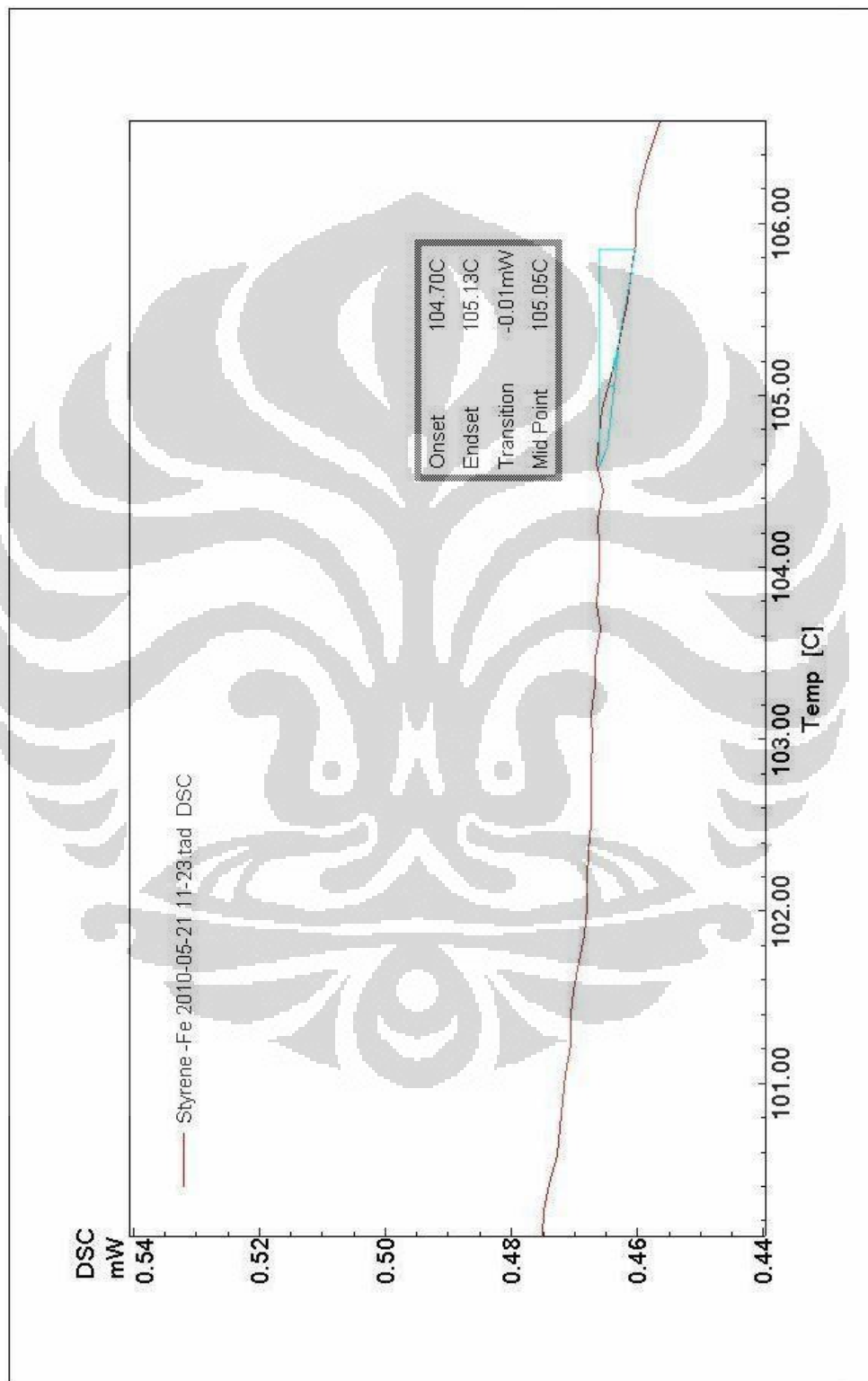
LAMPIRAN 4: Spektrum IR Standar Polistirena



LAMPIRAN 5: Kurva DSC Untuk Polistirena dengan Inisiator Redoks H₂O₂/Asam askorbat



LAMPIRAN 6: Kurva DSC Untuk Polistirena dengan Inisiator Redoks H_2O_2/Fe^{2+}



LAMPIRAN 7: Perhitungan Berat Molekul Rata-rata Sampel Polimer dengan Inisiator H₂O₂/Asam Askorbat

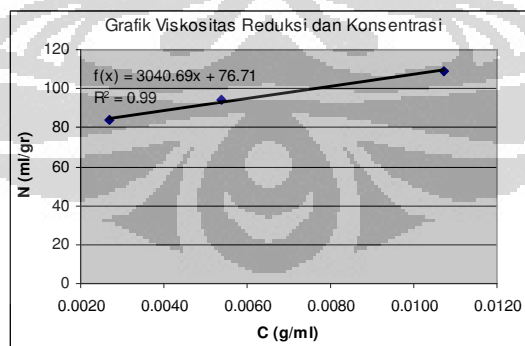
Berat polimer = 1,0726 gram

Volume = 100mL

Suhu = 25⁰C

No	to (sekon)			
	Toluena	PS 2.5g/L	PS 5g/L	PS 10g/L
1	60,03	73,51	90,46	130,06
2	60,02	73,52	90,47	130,09
3	60,02	73,52	90,47	130,10
4	60,03	73,52	90,47	130,06
5	60,02	73,52	90,46	130,09
Rata-rata	60,02	73,52	90,47	130,08

C (gr/ml)	N rel	N sp	N red
0,0027	1,22	0,22	83,84
0,0054	1,51	0,51	94,57
0,0107	2,17	1,17	108,81



$C = 0 \text{ g/ml} \rightarrow [N] = 76,71 \text{ ml/gram}$

$[N] = K(Mv)^a$

$K = 13,4 \times 10^{-3} \text{ ml/gram}; a = 0,71$

$76,71 = 13,4 \times 10^{-3}(Mv)^{0,71}$

$Mv = 196170,44 \text{ gram/mol}$

LAMPIRAN 8: Perhitungan Berat Molekul Rata-rata Sampel Polimer dengan Inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$

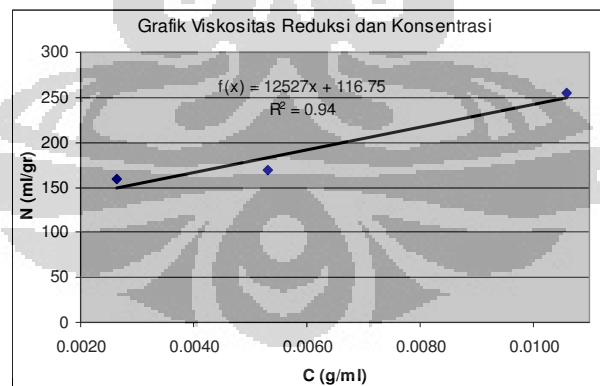
Berat polimer = 1,0607 gram

Volume = 100mL

Suhu = 25°C

No	to (sekon)			
	Toluena	PS 2.5g/L	PS 5g/L	PS 10g/L
1	60,03	85,42	113,70	222,02
2	60,02	85,43	113,78	222,00
3	60,02	85,42	113,78	222,04
4	60,03	85,43	113,76	222,04
5	60,02	85,43	113,75	222,03
Rata-rata	60,02	85,43	113,75	222,03

C (gr/ml)	N rel	N sp	N red
0.0027	1.42	0.42	159.59
0.0053	1.9	0.9	168.78
0.0106	3.70	2.70	254.44



$C = 0 \text{ g/ml} \rightarrow [N] = 116,75 \text{ ml/gram}$

$[N] = K(Mv)^a$

$K = 13,4 \times 10^{-3} \text{ ml/gram}; a = 0,71$

$116,75 = 13,4 \times 10^{-3}(Mv)^{0,71}$

$Mv = 354413,28 \text{ gram/mol}$