



UNIVERSITAS INDONESIA

**POLIMERISASI BULK METIL METAKRILAT:
PENGARUH PERBANDINGAN JENIS DAN VARIASI
KOMPOSISI INISIATOR REDOKS TERHADAP PERSEN
KONVERSI DAN BERAT MOLEKUL**

SKRIPSI

**TANTRI KUSWANTININGSIH
0606069376**

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



UNIVERSITAS INDONESIA

**POLIMERISASI BULK METIL METAKRILAT:
PENGARUH PERBANDINGAN JENIS DAN VARIASI
KOMPOSISI INISIATOR REDOKS TERHADAP PERSEN
KONVERSI DAN BERAT MOLEKUL**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains

**TANTRI KUSWANTININGSIH
0606069376**

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

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Tantri Kuswantiningsih

NPM : 0606069376

Tanda Tangan :

Tanggal :

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Tantri Kuswantiningsih
NPM : 0606069376
Program Studi : Kimia
Judul Skripsi : Polimerisasi Bulk Metil Metakrilat: Pengaruh
Perbandingan Jenis dan Variasi Komposisi
Inisiator Redoks terhadap Persen Konversi dan
Berat Molekul

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 : Drs. Riswiyanto S., M.Si (.....)

Penguji : Drs. Sunardi, M.Si (.....)

Penguji : Dra. Tresye Utari, M.Si (.....)

Ditetapkan di : Depok
Tanggal :

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa, karena atas berkat dan rahmat-Nya, penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi ini sesuai waktu yang ditargetkan. Salawat serta salam semoga senantiasa terlimpahkan kepada Rasulullah Muhammad SAW yang benar-benar merupakan suri tauladan bagi semesta alam. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sains Departemen Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

Penulis menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan skripsi ini, sangatlah sulit bagi penulis untuk menyelesaikan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. kedua orang tua tercinta yang telah berkorban begitu besar bagi penulis, memberikan doa yang begitu tulus, mengajarkan kesabaran, arti hidup, dan semangat yang sangat berarti bagi penulis.
2. Dr. Emil Budianto selaku pembimbing yang telah begitu banyak memberikan bantuan, bimbingan, kesabaran, pengertian dan dorongan semangat yang sangat berarti bagi penulis.
3. Dr. Ridla Bakri, M.phil selaku ketua Departemen Kimia FMIPA UI dan Dra. Tresye Utari, M.Si. selaku koordinator penelitian yang telah memberikan kesempatan dan bantuan dalam penelitian.
4. Drs. Sultan Badjri, M.Si selaku pembimbing akademis yang senantiasa memberikan bimbingan akademis kepada penulis selama menjalankan pendidikan di Departemen Kimia FMIPA UI.
5. seluruh dosen Departemen Kimia FMIPA UI yang tidak hanya memberikan begitu banyak ilmu yang bermanfaat, tetapi juga telah menjadi sumber inspirasi yang berarti bagi penulis.
6. Tri Agustinasari Tanjung “Tina” yang senantiasa menjadi sahabat penulis dikala suka maupun duka.

7. Sara Ayu Sekarini, Riyanti Teresa Novitawati, dan Tanti Maryana Fenida Simangunsong yang senantiasa berjuang bersama menjalani manis pahit nya perjalanan selama ± 4 tahun di departemen Kimia FMIPA UI.
8. Ka Syarif yang selalu mengajarkan penulis arti perjuangan dalam kehidupan dan memberikan kenangan yang tak terlupakan kepada penulis.
9. Winda WJ, Feni TZ, dan Hanum A yang selalu menjadi teman berpetualang penulis dan memberikan kenangan terindah kepada penulis.
10. Raima Syahidah Noors dan Rindu Wahono yang senantiasa menemani dan membantu penulis dalam hal apapun.
11. pihak-pihak yang telah membantu proses karakterisasi hasil penelitian: Pak Sunardi dan Kak Izul (Afiliasi); Bpk. Heru, *mbak* Fitri dan *mbak* Retno (STP Serpong); Ibu Ayu dan Ibu Ema (Clariant).
12. Pak Hedi S., Mbak Ina, Mbak Cucu, Mbak Rohayati, Mbak Indri dan Bpk. Bunyamin yang telah banyak membantu terlaksananya penelitian.
13. tim polimer (Rindu, Steffany, dan Ade) dan tim polimer terdahulu (Hydrine, Umi, Lela, Yunita, Iman, dan Destya) yang telah banyak membantu penulis.
14. Teman-teman seperjuangan di lantai 4 (Vania R, Atyka, Britsanti, Nanik S, ka Agung, Hogantoro, ka Metafisika, ka Geraldine, ka Feri, dan teman-teman S2 yang tidak bisa disebutkan satu per satu), teman-teman seperjuangan di lantai 3 (Vania V, Kartika P, Kharisma, Annisa, Faiza, Indra, ka Golda, ka Irena, ka Trijan, Wisnu, dan ka daniel), teman-teman di lantai satu (Nissia dan Raima), dan teman-teman penelitian di industri (Ayu, Tere, Riri, dan Zico) yang telah sama-sama berjuang menyelesaikan penelitian ini, sukses buat kita semua.
15. Teman-teman angkatan 2006 yang telah memberikan kenangan dan pengalaman terindah kepada penulis selama ± 4 tahun ini.
16. Teman-teman angkatan 2007 dan 2008 yang selalu memberikan doa dan semangat kepada penulis.

Akhir kata, penulis berharap Tuhan Yang Maha Esa berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga skripsi ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu.

Penulis

2010

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

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

Nama : Tantri Kuswantiningsih
NPM : 0606069376
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 penulis yang berjudul :
Polimerisasi Bulk Metil Metakrilat: Pengaruh Perbandingan Jenis dan Variasi Komposisi Inisiator Redoks terhadap Persen Konversi dan Berat Molekul

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

Demikian pernyataan ini penulis buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok
Pada tanggal :
Yang menyatakan,

(Tantri Kuswantiningsih)

ABSTRAK

Nama : Tantri Kuswantiningsih
Program Studi : Kimia
Judul : Polimerisasi Bulk Metil Metakrilat: Pengaruh Perbandingan Jenis dan Variasi Komposisi Inisiator Redoks terhadap Persen Konversi dan Berat Molekul

Polimerisasi redoks memiliki keuntungan pada waktu induksi yang cepat, energi aktivasi yang kecil, serta pembentukan radikal yang dapat berlangsung lebih mudah dan kontinyu pada kisaran temperatur yang lebih luas sehingga polimerisasi dapat berlangsung dengan laju tinggi menghasilkan berat molekul yang besar dan persen konversi yang besar pula. Dalam penelitian ini, telah dilakukan optimasi polimerisasi metil metakrilat dengan menggunakan dua jenis pasangan inisiator redoks yaitu $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$ dan $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Asam Askorbat}$ dengan tujuan untuk mengetahui pengaruh masing-masing pasangan inisiator terhadap persen konversi dan berat molekul rata-rata. Teknik polimerisasi yang digunakan adalah teknik polimerisasi bulk dengan waktu reaksi selama 2 jam dan keduanya direaksikan pada suhu 80°C . Hasil penelitian diperoleh persen konversi tertinggi sebesar 69,29% pada penggunaan 2% inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ terhadap berat monomer (w/w) dengan perbandingan komposisi $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ 18:1 (w/w). Sedangkan persen konversi tertinggi sebesar 35,51 pada penggunaan 1% inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam Askorbat}$ terhadap berat monomer (w/w) dengan perbandingan komposisi $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam Askorbat}$ 1:1(w/w). Berat molekul rata-rata yang dihasilkan sebesar 154.498,73 g/mol pada penggunaan inisiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ dan 93.815,27 g/mol pada penggunaan $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Asam Askorbat}$. Data spektrum IR dan suhu transisi gelas memperkuat telah terjadinya polimerisasi.

Kata Kunci : berat molekul, inisiator redoks, metil metakrilat, persen konversi, polimerisasi bulk.

xii+79 halaman ; 28 gambar; 14 tabel

Daftar Pustaka : 38 (1961-2010)

ABSTRACT

Name : Tantri Kuswantiningsih
Program Study : Chemistry
Title : Bulk Polymerization of Methyl Methacrylate: Effect of Comparative Initiator Type and Variation Composition on Redox Initiator to Percent Conversion and Molecular Weight

Redox polymerization has several advantages on short induction time, a small activation energy, and radical formation can take place more easily and continuously on a wider range of temperatures so that polymerization can take place with a high rate of velocity to produce high molecular weight averages and also high percent conversion. In this study, optimization of methyl methacrylate polymerization had done by using two types of redox initiator pair which are $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$ and $\text{H}_2\text{O}_2\text{-ascorbic acid}$ in order to determine the influence of each spouse initiator of the percent conversion and molecular weight averages. Polymerization technique used is the bulk polymerization technique with two hours reaction time and both are reacted at a temperature of 80°C . Results are obtained with the highest percent of 69.29% conversion to the use of 2% initiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ to the weight of monomer (w/w) with the composition ratio $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ 18:1 (w / w). While the highest conversion of 35.51 percent on the use of 1% initiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{ascorbic acid}$ to the weight of monomer (w/w) with the composition ratio $\text{H}_2\text{O}_2/\text{ascorbic acid}$ 1:1 (w / w). Molecular weight average are produced at 154.498,73 g/mol on the use of initiator $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ and 93.815,27 g/mol on the use of $\text{H}_2\text{O}_2/\text{ascorbic acid}$. IR spectral data and the glass transition temperature strengthen the occurrence of polymerization.

Key Words : molecular weight, redox initiator, methyl methacrylate, percent conversion, bulk polymerization.
xii+79 pages : 28 pictures; 14 tables
Bibliography : 38 (1961-2010)

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
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang Masalah.....	1
1.2 Perumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Hipotesis.....	5
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA.....	6
2.1 Definisi dan Klasifikasi Polimer.....	6
2.1.1 Defini Polimer.....	6
2.1.2 Klasifikasi Polimer Berdasarkan Sumber	6
2.1.3 Klasifikasi Polimer Berdasarkan Bentuk Susunan Rantainya	7
2.1.4 Klasifikasi Polimer Berdasarkan Mekanisme Polimerisasi	8
a. Polimerisasi Kondensasi	8
b. Polimerisasi Adisi.....	8
2.1.5 Klasifikasi Polimer Berdasarkan Jenis Monomer	10
2.1.6 Klasifikasi Polimer Berdasarkan Sifat Termal.....	11
2.2 Sintesis Polimer.....	12
2.2.1 Proses Polimerisasi Bulk.....	12
2.2.2 Komponen dalam Polimerisasi	13
2.2.2.1 Monomer.....	13
2.2.2.2 Inisiator	15
2.2.3 Polimerisasi dengan Sistem Redoks sebagai Inisiator	16
2.3 Karakterisasi Polimerisasi	19
2.3.1 Berat Molekul Rata-Rata Polimer.....	19
2.3.2 Kandungan Padatan (<i>Solid Content</i>).....	20
2.3.3 Viskositas (Kekentalan)	20
2.3.4 Spektra Fourier Transform-Infra Red (FT-IR).....	21
2.3.5 Suhu Transisi Gelas (T _g)	24
BAB 3 METODE PENELITIAN.....	25
3.1 Bahan.....	26
3.2 Peralatan Percobaan	26
3.3 Prosedur Percobaan.....	27

3.3.1	Optimasi Polimerisasi MMA	27
3.3.2	Variasi Perbandingan Komposisi Pasangan Inisiator redoks	29
3.3.3	Karakterisasi Hasil Polimerisasi	30
3.3.3.1	Kandungan Padatan (ASTM D 4456)	30
3.3.3.3	Pengukuran Spektum FTIR.....	30
3.3.3.4	Pengukuran DSC.....	31
3.3.3.4	Pengukuran BM Rata-Rata Polimer.....	32
BAB 4	PEMBAHASAN	33
4.1	Pembentukan Homopolimer Metil Metakrilat	35
4.2	Homopolimerisasi Metil Metakrilat dengan Inisiator Redoks H_2O_2/Fe^{2+}	38
4.2.1	Pengaruh Konsentrasi Inisiator Redoks H_2O_2/Fe^{2+} 9:1 (w/w) terhadap Persen Konversi.....	42
4.2.2	Pengaruh Perbandingan Komposisi Inisiator Redoks H_2O_2/Fe^{2+} terhadap Persen Konversi	44
4.3	Homopolimerisasi Metil Metakrilat dengan Inisiator Redoks $H_2O_2/Asam\ Askorbat$	46
4.3.1	Pengaruh Konsentrasi Inisiator Redoks $H_2O_2/Asam\ Askorbat$ terhadap Persen Konversi.....	49
4.3.2	Pengaruh Perbandingan Komposisi Inisiator Redoks $H_2O_2/Asam\ Askorbat$ terhadap Persen Konversi	51
4.4	Perbandingan Persen Konversi Inisiator Redoks H_2O_2/Fe^{2+} dengan Inisiator Redoks $H_2O_2/Asam\ Askorbat$	53
4.5	Penentuan Berat Molekul Rata-Rata Polimer.....	56
4.6	Karakterisasi Polimer Metil Metakrilat.....	57
4.6.1	Spektrum IR.....	57
4.6.2	Suhu Transisi Gelas.....	59
BAB 5	KESIMPULAN	61
5.1	Kesimpulan.....	61
5.2	Saran.....	61
DAFTAR PUSTAKA	63
LAMPIRAN	67

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur polimer linier.....	7
Gambar 2.2	Struktur polimer bercabang.....	7
Gambar 2.3	Struktur polimer berikatan silang.....	7
Gambar 2.4	Struktur metil metakrilat	14
Gambar 2.5	Mekanisme pembentukan radikal oleh reaksi redoks	17
Gambar 2.6	Struktur hidrogen peroksida (a) dan asam askorbat (b)	19
Gambar 2.7	Pembagian daerah panjang gelombang spektrum elektromagnetik.....	22
Gambar 2.8	Proses hilangnya ikatan rangkap pada polimerisasi adisi	23
Gambar 3.1	Bagan alir teknik bulk	25
Gambar 3.2	Reaktor skala laboratorium yang digunakan.....	26
Gambar 3.3	Bagan Alir Teknik Bulk dengan Menggunakan inisiator redoks H_2O_2/Fe^{2+}	28
Gambar 3.4	Bagan Alir Teknik Bulk dengan Menggunakan inisiator redoks $H_2O_2/Asam\ Askorbat$	29
Gambar 3.5	Skema alat Ubbelohde	32
Gambar 4.1	Hasil Polimerisasi Bulk.....	33
Gambar 4.2	Terminasi secara (a) kombinasi dan (b) disproporsionasi	37
Gambar 4.3	Mekanisme pembentukan radikal hidroksil oleh reaksi redoks H_2O_2/Fe^{2+}	39
Gambar 4.4	Intermediet pembentukan Fe^{2+} oleh reaksi Fe^{3+} dengan H_2O_2	40
Gambar 4.5	Tahapan mekanisme polimerisasi metil metakrilat dengan radikal hidroksil dari inisiator redoks $H_2O_2 - Fe^{2+}$	40
Gambar 4.6	Grafik hubungan konsentrasi inisiator Redoks $H_2O_2 - Fe^{2+}$ terhadap persen konversi.....	42
Gambar 4.7	Grafik hubungan perbandingan komposisi inisiator Redoks $H_2O_2 - Fe^{2+}$ terhadap persen konversi.....	44
Gambar 4.8	Tahapan mekanisme polimerisasi metil metakrilat dengan radikal hidroksil dari inisiator redoks $H_2O_2 - asam\ askorbat$	47
Gambar 4.9	Grafik hubungan konsentrasi inisiator Redoks $H_2O_2 - asam\ askorbat$ terhadap persen konversi.....	50
Gambar 4.10	Grafik hubungan perbandingan komposisi inisiator Redoks $H_2O_2 - asam\ askorbat$ terhadap persen konversi.....	52
Gambar 4.11	Grafik Perbandingan Persen Konversi Hasil Polimerisasi dengan Inisiator $H_2O_2 - Fe^{2+}$ dan H_2O_2 -Asam askorbat	54
Gambar 4.12	Grafik Pertumbuhan Rantai Polimer MMA terhadap Waktu	55
Gambar 4.13	Spektrum FTIR Monomer MMA.....	57
Gambar 4.14	Spektrum FTIR Polimer MMA.....	57
Gambar 4.15	Reaksi polimerisasi adisi mengakibatkan tidak adanya ikatan rangkap konjugasi pada PMMA	58

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Spesifikasi metil metakrilat.....	14
Tabel 2.2	Daftar beberapa agen pengoksidasi dan agen pereduksi.....	17
Tabel 2.3	Spesifikasi inisiator H_2O_2 - asam askorbat.....	19
Tabel 2.4	Pembagian daerah panjang gelombang spektrum elektromagnetik.....	22
Tabel 3.1	Variasi %inisiator terhadap berat monomer untuk pasangan inisiator $H_2O_2-Fe^{2+}$ dengan perbandingan $H_2O_2:Fe^{2+}=9:1$	27
Tabel 3.2	Variasi %inisiator terhadap berat monomer untuk pasangan inisiator H_2O_2 -asam askorbat dengan perbandingan 1:1	28
Tabel 3.3	Perbandingan komposisi pasangan inisiator redoks $H_2O_2-Fe^{2+}$	29
Tabel 3.4	Perbandingan komposisi pasangan inisiator redoks H_2O_2 -Asam Askorbat	30
Tabel 4.1	Data umum hasil polimerisasi bulk metil metakrilat	34
Tabel 4.2	Data persen konversi pada variasi konsentrasi inisiator $H_2O_2 - Fe^{2+}$	42
Tabel 4.3	Data persen konversi pada variasi perbandingan komposisi inisiator $H_2O_2 - Fe^{2+}$	44
Tabel 4.4	Data persen konversi pada variasi konsentrasi inisiator H_2O_2 -Asam askorbat	50
Tabel 4.5	Data persen konversi pada variasi perbandingan komposisi inisiator H_2O_2 -Asam askorbat.....	52
Tabel 4.6	Data Tg teoritis pada berbagai taktisitas	60

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Diagram Rancangan Umum Tahapan Polimerisasi dengan Inisiator $\text{H}_2\text{O}_2 - \text{Fe}^{2+}$67
Lampiran 2	Diagram Rancangan Umum Tahapan Polimerisasi dengan Inisiator $\text{H}_2\text{O}_2 - \text{Asam Askorbat}$68
Lampiran 3	Perhitungan <i>Solid Content</i> (persen Konversi)69
Lampiran 4	Perhitungan Konversi Perbandingan Mol $\text{H}_2\text{O}_2 / \text{Asam Askorbat}$ ke Dalam Perbandingan Berat (w/w)70
Lampiran 5	Spektra FTIR Standar Monomer Metil Metakrilat71
Lampiran 6	Spektra FTIR Poli(metil metakrilat) dengan Inisiator $\text{H}_2\text{O}_2 - \text{Fe}^{2+}$72
Lampiran 7	Spektra FTIR Poli(metil metakrilat) dengan Inisiator $\text{H}_2\text{O}_2 - \text{Asam Askorbat}$73
Lampiran 8	Kurva DSC PMMA dengan Inisiator $\text{H}_2\text{O}_2 - \text{Fe}^{2+}$74
Lampiran 9	Kurva DSC PMMA dengan Inisiator $\text{H}_2\text{O}_2 - \text{Asam Askorbat}$75
Lampiran 10	Perhitungan Berat Molekul Rata-Rata dengan Metode Viskositas dengan Inisiator $\text{H}_2\text{O}_2 - \text{Fe}^{2+}$76
Lampiran 11	Perhitungan Berat Molekul Rata-Rata dengan Metode Viskositas dengan Inisiator $\text{H}_2\text{O}_2 - \text{Fe}^{2+}$78
Lampiran 12	Skema Alat Ubbelohde80

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Produk-produk polimer merupakan bahan yang banyak digunakan dalam kehidupan sehari-hari dan dalam berbagai jenis sektor industri. Salah satu contoh yang bisa dikenal adalah PV Ac (polivinil asetat) atau dapat disebut juga lem putih yang digunakan sebagai lem kayu dan kertas. Polimer sebenarnya sudah ada dan digunakan manusia sejak berabad-abad yang lalu. Polimer - polimer yang sudah digunakan itu adalah jenis polimer alam seperti selulosa, pati, protein, wol, dan karet. Istilah polimer pertama kali digunakan oleh kimiawan dari Swedia, Berzelius (1833).

Polimer pada dasarnya terdiri dari dua jenis yaitu polimer alam dan polimer buatan (sintetik). Kini telah banyak dilakukan pembuatan polimer sintetik untuk mendapatkan polimer-polimer dengan sifat-sifat fisika dan kimia yang diinginkan. Tidak heran jika penggunaan polimer alam tersaingi oleh polimer sintetik (Budianto, E., & Sarwono, A., 2008).

Berkembangnya industri polimer ini diawali ketika Charles Goodyear dari Amerika Serikat berhasil menemukan vulkanisasi pada tahun 1839. Setelah itu berbagai modifikasi polimer pun mulai berkembang seperti: Pada tahun 1870, modifikasi selulosa dengan asam nitrat. Pada tahun 1907, ditemukan damar fenolik. Pada tahun 1930, ditemukan polistirena. Pada tahun 1933, ditemukan Polietena atau Polietilena di laboratorium ICI di Winnington, Chesire (<http://uspre.usu.ac.id/files/Polimer>, diakses 1 Januari 2010 pukul 20:26 WIB).

Sejak saat itu sejumlah terobosan baru banyak dilakukan untuk menciptakan berbagai sistem polimer baru maupun pengembangan sistem polimer yang telah ada. Hasilnya tampak sebagai produk industri polimer yang begitu beragam sebagaimana yang terlihat sekarang ini. Hingga pada tahun 1970 sudah terdapat lebih dari 25 produk polimer, dan pada tahun 1980 polimer mencapai 2 juta m³ tiap tahunnya, melebihi produksi kayu dan baja (<http://uspre.usu.ac.id/files/Polimer>, diakses 1 Januari 2010 pukul 20:26 WIB).

Penelitian terhadap proses polimerisasi dan produknya telah banyak dilakukan oleh para peneliti dari berbagai macam institusi dan telah dipublikasikan dalam berbagai macam jurnal dan buku teks. Pendekatan ilmiah dan teoritis terhadap proses polimerisasi merupakan ciri dari suatu penelitian akademis, sedangkan pemahaman empiris dan praktis merupakan ciri dari penelitian dan pengembangan yang dilakukan di industri yang kebanyakan hasilnya dirahasiakan atau dipatenkan. Suatu hubungan yang ideal akan tercapai jika hasil penelitian ilmiah yang teoritis dapat digunakan secara langsung ataupun tidak langsung dalam proses industri polimer yang akan mengefisienkan usaha penelitian dan pengembangan produk (Supri., & Siregar, A.H., 2004).

Banyak penelitian yang mencoba menelusuri mekanisme pembentukan partikel dan faktor-faktor yang mempengaruhi persen konversi, ukuran partikel dan distribusi berat molekul. Jianjun mensintesis polimer metil metakrilat ukuran nano partikel dengan iradiasi gelombang mikro pada polimerisasi emulsi tanpa menggunakan emulsifier. Adanya gelombang mikro ini bertujuan agar dekomposisi inisiator *potassium persulfat* lebih cepat. Dari penelitian tersebut dihasilkan ukuran partikel dengan 45 sampai 67 nm (Bao, J., & Zhang. A., 2004).

Egen, M dan Zentel, R, melakukan polimerisasi dengan menggunakan monomer turunan metakrilat dan melakukan polimerisasi beberapa monomer metakrilat tanpa surfaktan untuk menghasilkan polimer yang *monodisperse* (Egen, M., & Zentel, R., 2001).

Selain dari eksperimen yang dilakukan, ternyata Jorge H mencoba membuat model matematika untuk distribusi ukuran partikel dari MMA dan derajat polimerisasi MMA untuk konsentrasi monomer yang rendah. Persamaan kinetik yang telah diturunkan dapat berguna untuk mendapatkan perkiraan distribusi ukuran dan kecepatan polimerisasi sebelum dilakukan eksperimen (Herrera-Ordonez, J., & R, Olayo., 2002).

Krishan T juga telah melakukan percobaan terhadap polimer emulsi pada monomer metil metakrilat dan menerangkan bahwa ada pengaruh inisiator terhadap ukuran partikel (Krishan, T., & M. Magaritova., 1961). Kai Kang melakukan sintesis polimer pMMA, pAA, dan pEA dan mencoba memberikan

hubungan antara penggunaan inisiator untuk mengontrol ukuran partikel dan distribusinya (Kai, K., et. al., 2004).

Untuk pengembangan lebih lanjut, polimerisasi metil metakrilat telah dilakukan oleh Lela S (Laelani, L. S., 2007) dan Umi K (Kurniahati, U., 2007) keduanya melakukan variasi teknik dan konsentrasi surfaktan dilakukan untuk mengetahui hubungannya pada ukuran partikel dan keseragamannya. Iman A melakukan kombinasi core-shell pMMA-BA. Namun sebelumnya mencari kondisi optimum untuk homopolimerisasi metil metakrilat dengan variasi konsentrasi monomer dan menggunakan variasi jenis inisiator yang berbeda yaitu inisiator termal dan redoks. Dari penelitian tersebut berhasil diperoleh homopolimerisasi metil metakrilat dengan ukuran mencapai 105 nm dicapai saat menggunakan inisiator termal namun kandungan padatan masih rendah dibandingkan dengan menggunakan inisiator redoks yaitu sekitar 67-73 persen (Abdullah, I., 2007).

Pada penelitian ini akan disintesis suatu homopolimer poli(metil metakrilat) dengan menggunakan inisiator redoks. Monomer metil metakrilat adalah monomer yang banyak digunakan di industri polimerisasi dan termasuk jenis monomer ruah (bulk monomer). Beberapa variasi dalam formula akan dilakukan dan pengaruh dari perubahan-perubahan tersebut terhadap persen konversi dan berat molekul rata-rata diketahui melalui proses karakterisasi dengan alat yang sesuai. Penelitian ini diharapkan akan memberikan data-data awal bagaimana pengaruh jenis inisiator redoks, konsentrasi inisiator dan perbandingan komposisi inisiator redoks terhadap persen konversi dan berat molekul rata-rata sehingga pada kelanjutannya nanti bisa diperoleh suatu data yang memberikan tuntunan pada saat mensintesis polimer dengan sifat-sifat tertentu.

Penelitian ini dilakukan dengan dua seri percobaan. Pada seri pertama akan disintesis homopolimer poli(metil metakrilat) dengan menggunakan inisiator redoks H_2O_2 /asam askorbat dan dilakukan variasi terhadap konsentrasi inisiator H_2O_2 /asam askorbat tersebut kemudian dilakukan variasi perbandingan komposisi H_2O_2 /asam askorbat. Reaksi dilakukan pada suhu $80^{\circ}C$ selama ± 2 jam.

Pada seri kedua akan disintesis homopolimer poli(metil metakrilat) dengan menggunakan inisiator redoks H_2O_2/Fe^{2+} dan dilakukan variasi terhadap

konsentrasi $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ tersebut kemudian dilakukan variasi perbandingan komposisi $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$. Reaksi dilakukan pada 80°C selama ± 2 jam.

Parameter analisis yang akan dilakukan adalah persentase kandungan padatan (solid content), transisi gelas polimer dengan DSC, dan berat molekul rata-rata polimer dengan metode viskositas menggunakan Ubbelohde, dan perubahan gugus fungsi dan ikatan rangkap C=C dengan FTIR.

1.2 Perumusan Masalah

Selama ini polimerisasi radikal menjadi proses yang paling sering digunakan dalam sintesis polimer. Sekitar 50% dari seluruh polimer sintetis saat ini dibuat melalui proses polimerisasi radikal (RP). Keberhasilan RP komersial dapat disebabkan oleh berbagai macam radikal monomer *polymerizable*, kondisi reaksi yang mudah digunakan (biasanya suhu kamar hingga 100°C , tekanan ambient) dan persyaratan yang sangat minim untuk pemurnian monomer dan pelarut (Şenel, S., Işık-Yürüksoy, B., & Güven, O., 1995). Hal ini dikarenakan dengan proses polimerisasi radikal prosedur pengerjaannya sederhana dan mampu memberikan laju polimerisasi yang tinggi sehingga diharapkan mampu memberikan persen konversi yang tinggi pada waktu yang relatif cepat pula. Permasalahan ini sangat erat kaitannya dengan ketersediaan spesi radikal selama proses polimerisasi dan hal ini kemudian dikaitkan dengan jenis inisiator yang digunakan. Inisiator termal merupakan salah satu inisiator radikal yang sering digunakan dalam proses polimerisasi radikal. Namun, seperti yang telah dipelajari bahwa inisiator termal sangat bergantung pada temperatur optimum inisiator sehingga pada temperatur yang terlalu rendah (dibawah temperatur *half life* inisiator) laju dekomposisi inisiator rendah menyebabkan polimerisasi berjalan sangat lambat, sedangkan pada temperatur tinggi (melebihi temperatur *half life* inisiator) laju dekomposisi inisiator sangat tinggi sehingga radikal yang dihasilkan habis di awal polimerisasi. Oleh karena itu, dengan penggunaan inisiator redoks, diharapkan pembentukan radikal dapat berlangsung lebih mudah dan kontinyu pada kisaran temperatur yang lebih luas sehingga polimerisasi dapat berlangsung dengan laju tinggi dan menghasilkan polimer dengan distribusi berat molekul yang sempit dan persen konversi yang tinggi.

Pada penelitian ini akan dilakukan proses polimerisasi pembentukan homopolimer poli(metil metakrilat) dengan inisiator redoks yaitu menggunakan inisiator redoks H_2O_2 /asam askorbat dan $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$. Dalam penelitian ini akan dilihat pengaruh konsentrasi dan perbandingan komposisi inisiator redoks terhadap persen konversi dan berat molekul rata-rata poli(metil metakrilat) sehingga diperoleh perbandingan optimum masing-masing inisiator bagi polimerisasi metil metakrilat.

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh konsentrasi dan variasi perbandingan komposisi inisiator redoks yaitu H_2O_2 /asam askorbat dan $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ terhadap persen konversi dan berat molekul rata-rata homopolimer poli(metil metakrilat). Selain itu, penelitian ini juga dilakukan untuk mencari kondisi optimum masing-masing inisiator bagi homopolimer poli(metil metakrilat).

1.4 Hipotesis

Dalam reaksi polimerisasi, konsentrasi inisiator merupakan salah satu faktor yang menentukan besarnya laju reaksi. Oleh karena itu, dengan meningkatkan konsentrasi inisiator maka akan diperoleh persen konversi yang lebih besar (Capek., 1991). Selain itu, penggunaan inisiator $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$ menghasilkan berat molekul rata-rata polimer yang lebih tinggi dibandingkan inisiator H_2O_2 - Asam Askorbat (Kitagawa, M., & Tokiwa, Y., 2006).

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Definisi dan Klasifikasi Polimer

2.1.1 Definisi Polimer

Polimer adalah molekul yang memiliki massa molekul besar yang dibangun secara berulang dari struktur kimia yang sama, unit berulang ini disebut monomer. Nama ini diturunkan dari bahasa Yunani *Poly*, yang berarti “banyak” dan *mer*, yang berarti “bagian”. Panjang rantai polimer ditentukan oleh jumlah unit berulang dalam rantai polimer tersebut yang dikenal dengan istilah derajat polimerisasi (DP). Massa molekul relatif dari polimer adalah produk perkalian dari massa molekul relatif monomer dan derajat polimerisasinya. Polimer pada dasarnya terdiri dari dua jenis yaitu polimer alam dan polimer buatan (sintetik) (Supri., & Siregar, A.H., 2004).

2.1.2 Klasifikasi Polimer Berdasarkan Sumber

Berdasarkan sumbernya polimer dapat dikelompokkan dalam 3 kelompok, yaitu:

- a. Polimer Alam, yaitu polimer yang terjadi secara alami. Contoh: karet alam, karbohidrat, protein, selulosa dan wol.
- b. Polimer Semi Sintetik, yaitu polimer yang diperoleh dari hasil modifikasi polimer alam dan bahan kimia. Contoh: selulosa nitrat (yang dikenal lewat misnomer nitroselulosa) yang dipasarkan dibawah nama - nama “Celluloid” dan “guncotton”.
- c. Polimer sintesis, yakni polimer yang dibuat melalui polimerisasi dari monomer - monomer polimer. Polimer sintesis sesungguhnya yang pertama kali digunakan dalam skala komersial adalah dammar Fenol formaldehida. Dikembangkan pada permulaan tahun 1900-an oleh kimiawan kelahiran Belgia Leo Baekeland (yang telah memperoleh banyak sukses dengan penemuannya mengenai kertas foto sensitif cahaya), dan dikenal secara komersial sebagai bakelit. Sampai dekade 1920-an

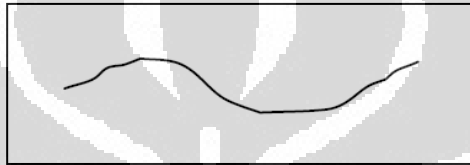
bakelit merupakan salah satu jenis dari produk - produk konsumsi yang dipakai luas, dan penemuannya meraih visibilitas yang paling mewah, yakni dimunculkan di kulit muka majalah *Time*.

(<http://usupre.usu.ac.id/files/Polimer>, diakses 1 Januari 2010 pukul 20:26 WIB).

2.1.3 Klasifikasi Polimer Berdasarkan Bentuk Susunan Rantainya

Dibagi atas 3 kelompok yaitu:

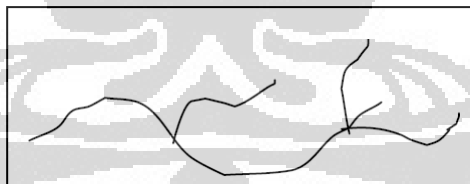
- a. Polimer Linier, yaitu polimer yang tersusun dengan unit ulang berikatan satu sama lainnya membentuk rantai polimer yang panjang.



Gambar 2.1. Struktur polimer linier

(Sumber: <http://usupre.usu.ac.id/files/Polimer>, diakses 1 Januari 2010 pukul 20:26 WIB)

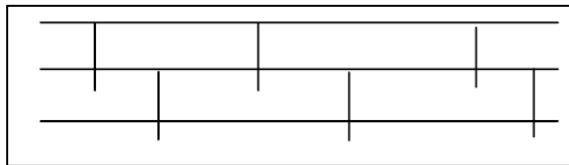
- b. Polimer Bercabang, yaitu polimer yang terbentuk jika beberapa unit ulang membentuk cabang pada rantai utama.



Gambar 2.2. Struktur polimer bercabang

(Sumber: <http://usupre.usu.ac.id/files/Polimer>, diakses 1 Januari 2010 pukul 20:26 WIB)

- c. Polimer Berikatan Silang (*Cross – linking*), yaitu polimer yang terbentuk karena beberapa rantai polimer saling berikatan satu sama lain pada rantai utamanya. Jika sambungan silang terjadi ke berbagai arah maka akan terbentuk sambung silang tiga dimensi yang sering disebut polimer jaringan.



Gambar 2.3. Struktur polimer berikatan silang

(Sumber: <http://usupre.usu.ac.id/files/Polimer>, diakses 1 Januari 2010 pukul 20:26 WIB)

2.1.4 Klasifikasi Polimer Berdasarkan Mekanisme Polimerisasi

a. Polimerisasi Kondensasi

Polikondensasi, yaitu polimer yang terjadi karena reaksi kondensasi/reaksi bertahap. Mekanisme reaksi polimer kondensasi identik dengan reaksi kondensasi senyawa bobot molekul rendah yaitu reaksi dua gugus aktif dari dua molekul monomer yang berbeda berinteraksi menghasilkan satu molekul besar (*condensing*) dengan melepaskan molekul kecil seperti air, gas, atau garam. Hasil reaksi kondensasi masih mengandung gugus fungsi komplementer sehingga reaksi dapat terus berlanjut untuk menghasilkan polimer sampai salah satu pereaksi habis. Contoh terkenal dari polimerisasi kondensasi ini adalah pembentukan protein dari asam amino.

Berat molekul dari polimerisasi ini akan meningkat secara tetap, maka waktu reaksi yang lama menjadi sangat penting agar dihasilkan polimer dengan berat molekul yang tinggi. Pada polimerisasi kondensasi tidak terjadi pengakhiran sampai tidak ada lagi gugus fungsi yang tersedia untuk bereaksi. Akan tetapi, reaksi dapat dikendalikan dengan mengubah pengaturan suhu, tekanan, dan pH. (Oktavia, E., 2006)

b. Polimerisasi Adisi

Poliadisi yaitu polimer yang terjadi karena reaksi adisi. Reaksi adisi atau reaksi rantai adalah reaksi penambahan (satu sama lain) molekul-molekul monomer berikatan rangkap atau siklis biasanya dengan adanya suatu pemicu berupa radikal bebas atau ion. Pada polimerisasi adisi, unit ulang tidak kehilangan atom-atom di dalam monomer asal (unit ulang asli). Hal ini dikarenakan terjadi serangkaian reaksi berurutan yang terus berulang sampai salah satu atau kedua

pereaksi habis dipakai. Pembawa rantai dapat berupa spesi reaktif yang mengandung satu elektron tak berpasangan yang disebut radikal bebas dan/atau ion (Oktavia, E., 2006).

Reaksi berantai ini memerlukan pemicu yang dapat memenuhi kebutuhan akan radikal bebas atau ion yang disebut sebagai inisiator. Selanjutnya, molekul yang mengandung radikal bebas atau ion akan mengalami pertumbuhan dengan penambahan satu unit ulang pada setiap saat dan konsentrasi monomer akan berkurang secara tetap.

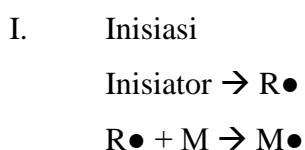
Polimerisasi adisi dapat digolongkan ke dalam dua golongan yaitu polimerisasi radikal bebas dan polimerisasi ionik. Polimerisasi radikal bebas merupakan polimerisasi yang umum digunakan dalam industri. Polimerisasi ini berlangsung melalui tiga tahap yaitu inisiasi, propagasi, dan terminasi.

Inisiasi terdiri dari dua tahapan yaitu tahap penguraian inisiator untuk membentuk dua radikal bebas, dan tahap adisi molekul monomer oleh salah satu radikal bebas yang terbentuk. Pembentukan radikal bebas memerlukan kondisi seperti pemanasan atau penyinaran.

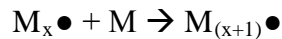
Propagasi merupakan perpanjangan rantai polimer. Pertama-tama, radikal monomer akan menyerang monomer lain dan membentuk ikatan kovalen, kemudian menghasilkan kembali radikal baru dan seterusnya. Maka dari itu, tahap ini akan menghasilkan berat molekul yang semakin besar.

Terminasi merupakan proses pengakhiran reaksi dari rantai aktif biomolekuler untuk membentuk produk akhir polimer. Proses pengakhiran reaksi dapat terjadi karena kombinasi atau disproporsionasi. Pada kombinasi, dua radikal pada rantai mengalami terminasi dengan saling bergabung membentuk ikatan tunggal. Penggabungan ini menghasilkan berat molekul yang lebih besar. Pada disproporsionasi, radikal pada rantai menyerang atom hidrogen di rantai radikal lain sehingga penambahan berat molekul dapat diabaikan (Oktavia, E., 2006).

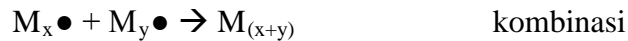
Di bawah ini menggambarkan reaksi inisiasi, propagasi, dan terminasi pada reaksi radikal bebas:



II. Propagasi



III. Terminasi



Polimerisasi ionik berlangsung melalui tiga tahap seperti halnya polimerisasi radikal bebas yaitu inisiasi, propagasi, dan terminasi. Berdasarkan jenis inisiator, polimerisasi ionik dibagi menjadi polimerisasi anionik dan kationik. Pada polimerisasi anionik, elektron pada ikatan π cenderung berikatan satu sama lain daripada terpisah. Inisiator atau ujung rantai pertumbuhan menyerang pasangan elektron pada monomer non radikal sehingga menghasilkan ikatan baru. Pasangan elektron dari ikatan π “bergerak” sehingga menghasilkan anion di ujung rantai. Sedangkan pada polimerisasi kationik, elektron bergerak pada arah yang berlawanan meninggalkan muatan positif di ujung rantai untuk mengalami reaksi berantai yang selanjutnya (Oktavia, E., 2006).

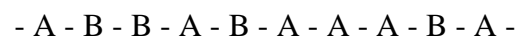
2.1.5 Klasifikasi Polimer Berdasarkan Jenis Monomer

Dibagi atas dua kelompok:

- a. Homopolimer, yakni polimer yang terbentuk dari penggabungan monomer sejenis dengan unit berulang yang sama.
- b. Kopolimer, yakni polimer yang terbentuk dari beberapa jenis monomer yang berbeda. Kopolimer ini dibagi lagi atas empat kelompok yaitu:

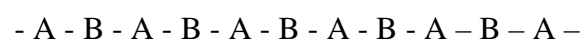
- Kopolimer acak (random)

Dalam kopolimer acak, sejumlah kesatuan berulang yang berbeda tersusun secara acak dalam rantai polimer.



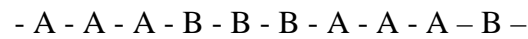
- Kopolimer silang teratur

Dalam kopolimer silang teratur kesatuan berulang yang berbeda berselang - selang secara teratur dalam rantai polimer.



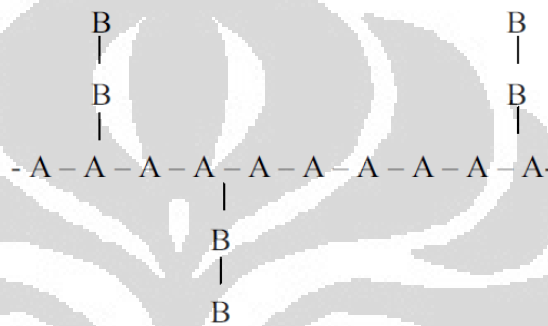
- Kopolimer blok

Dalam kopolimer blok kelompok suatu kesatuan berulang berselang-seling dengan kelompok kesatuan berulang lainnya dalam rantai polimer.



- Kopolimer cangkok/*Graft Copolimer*

Yaitu kopolimer dengan rantai utama terdiri dari satuan berulang yang sejenis dan rantai cabang monomer yang sejenis.



2.1.6 Klasifikasi Polimer Berdasarkan Sifat Termal

Dibagi 2 yaitu:

a. Termoplastik

yaitu polimer yang bisa mencair dan melunak. Hal ini disebabkan karena polimer-polimer tersebut tidak berikatan silang (linier atau bercabang). Dengan perlakuan panas diatas suhu transisi gelas, polimer akan meleleh dan dapat dialirkan (*viscous blow*). Akan tetapi, bila polimer ini didinginkan akan mengeras kembali (Oktavia, E., 2006).

b. Termoset

yaitu polimer yang tidak mau mencair atau meleleh jika dipanaskan. Polimer-polimer termoset tidak bisa dibentuk dan tidak dapat larut karena pengikatan silang, menyebabkan kenaikan berat molekul yang besar. Polimer ini dapat mengeras secara permanen bila dipanaskan pada suhu tertentu (Oktavia, E., 2006).

2.2 Sintesis Polimer

2.2.1 Proses Polimerisasi Bulk

Polimerisasi bulk dilakukan tanpa menggunakan larutan atau pelarut. Dengan cara ini berat molekul tinggi dapat diperoleh dengan laju reaksi yang tinggi. Produk yang dihasilkan sangat murni karena hanya monomer dan, jika perlu, inisiator dan katalis ditambahkan. Polimerisasi bulk juga sangat menguntungkan untuk alasan-alasan ekonomi dan ekologi karena daur ulang dan pemurnian pelarut atau dispersan serta pembuangan limbah cair (seperti dalam kasus polimerisasi *aqueous* suspensi atau emulsi) tidak diperlukan. Di lain pihak, polimerisasi bulk memiliki kesulitan dalam prosesnya disebabkan oleh terjadinya pelepasan panas dari polimerisasi dan penanganan viskos campuran. Selanjutnya, polimerisasi bulk dalam media yang sangat kental menimbulkan reaksi samping seperti terjadinya rantai transfer sehingga mempengaruhi sifat-sifat produk yang dihasilkan (Braun,D., et al., 2005).

Proses polimerisasi metil metakrilat pada penelitian ini adalah polimerisasi bulk. Polimerisasi bulk sebuah monomer murni merupakan proses sederhana dengan kontaminasi produk minimal. Namun, polimerisasi bulk sulit untuk dikontrol karena karakteristik polimerisasi rantai radikal. Sifatnya yang sangat eksotermik, energi aktivasi tinggi yang terlibat, dan kecenderungan efek gel menyebabkan penyebaran panas yang sulit (O dian, G., 2004). Polimerisasi bulk membutuhkan kontrol suhu yang cermat dan sistem pengadukan yang kuat karena kerekatan sistem reaksi meningkat cepat pada konversi yang relatif rendah (O dian, G., 2004). Viskositas dan efek eksotermal membuat kontrol suhu menjadi sulit. Titik panas lokal atau autoakselerasi mungkin terjadi, mengakibatkan degradasi dan perubahan warna produk polimer dan distribusi berat molekul yang lebar karena terjadi rantai transfer ke polimer. Dalam kasus ekstrim, percepatan tak terkendali dari tingkat polimerisasi dapat menyebabkan *disastrous “runaway” reactions* [Sebastian dan Biesenberger, 1979]. Perlu diketahui bahwa poli (metakrilat) biasanya bersifat sangat *rigid* dan sering menempel pada permukaan kaca. Oleh karena itu untuk dapat mengeluarkan poli (metakrilat) dari labu reaktor dilakukan dengan memecahkan labu tersebut atau dengan menambahkan pelarut ke dalam labu untuk kemudian diuapkan kembali.

2.2.2 Komponen dalam Polimerisasi

Dalam polimerisasi homopolimer ini hanya terdapat dua komponen utama yaitu monomer dan inisiator.

2.2.2.1 Monomer

Banyak jenis monomer yang dapat digunakan dalam polimerisasi. Pemilihan monomer tentunya didasarkan pada produk akhir polimer yang diinginkan. Salah satu kriteria yang dapat dipertimbangkan dalam pemilihan monomer adalah suhu transisi gelas (T_g). Suhu transisi gelas merupakan suhu dimana suatu polimer melepaskan sifat-sifat gelasnya dan berubah menjadi lebih condong elastis seperti karet (Stevens, M. P., 2001).

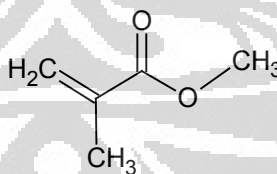
Atas dasar suhu transisi gelasnya, monomer dibedakan menjadi monomer keras dan lunak. Monomer keras yaitu monomer yang jika dipolimerisasi akan menghasilkan homopolimer dengan suhu transisi gelas tinggi sehingga polimernya bersifat keras dan memiliki sifat mekanik yang bagus. Contoh monomer keras adalah stirena (T_g polistirena adalah 100°C) dan metil metakrilat (T_g poli(metil metakrilat) adalah 105°C). Sedangkan monomer lunak yaitu monomer yang jika dipolimerisasi akan menghasilkan homopolimer dengan suhu transisi gelas rendah sehingga polimernya bersifat lunak atau *rubbery*. Contoh monomer lunak adalah etilena (T_g polietilena adalah -20°C) dan butil akrilat (T_g poli(butil akrilat) adalah -54°C) (Urban, D., & Koichi, T (editor), 2002).

Untuk aplikasi *coating*, baik dengan fungsi dekoratif maupun protektif, polimer yang disintesis harus mempunyai suhu transisi gelas $10-40^\circ\text{C}$ (Krishan, T., & M. Magaritova., 1961). Polimer dengan suhu transisi gelas rendah (di bawah 0°C) tidak berguna pada aplikasi *coating* karena lapisan film yang terbentuk bersifat lembek dan lemah pada suhu ambien normal. Sementara polimer dengan suhu transisi gelas di atas 50°C cenderung bersifat kaku sehingga rapuh dan tidak fleksibel pada kondisi ambien normal. Dengan demikian polimer ini juga tidak cocok untuk aplikasi *coating*. Oleh karena itu biasanya digunakan perpaduan antara monomer keras dengan lunak sehingga dihasilkan polimer atau gabungan polimer dengan suhu transisi gelas yang cocok.

Dalam penelitian ini digunakan metil metakrilat monomer penyusun homopolimer. Pada Tabel 2.1 dan Gambar 2.4 dapat dilihat spesifikasi dan gambar struktur dari metil metakrilat.

Tabel 2.1 Spesifikasi metil metakrilat

Parameter	Metil metakrilat
Rumus molekul	$C_4H_8O_2$
Berat molekul (g/mol)	100,12
Berat jenis (g/cm^3)	0,948
Tekanan Uap	40 mm Hg @ 25 ⁰ C
Titik didih (⁰ C)	100
Titik leleh (⁰ C)	-48
Kelarutan dalam air (g/L)	15
T _g homopolimer (⁰ C)	105
Indeks refraksi monomer	1,412
Indeks refraksi homopolimer	1,49



Gambar 2.4 Struktur metil metakrilat

Metil metakrilat merupakan kelompok monomer dengan struktur kimia secara utama ditentukan oleh R-sebagai gugus samping. Monomer metakrilat berbeda dengan akrilat, karena mempunyai gugus metil pada posisi α dari gugus vinil. Gugus metil ini memberikan stabilitas, kekuatan, dan kekerasan pada bentuk monomer metakrilat ester. Kemampuan metakrilat ester untuk membentuk

kopolimer maupun homopolimer memiliki hasil yang sifatnya sangat luas, dari *tacky adhesive* sampai bentuk lembaran yang kaku (Kusumo, D. E., 2009).

2.2.2.2 Inisiator

Inisiator merupakan sumber radikal bebas dalam polimerisasi. Dalam hal ini radikal bebas merupakan atom atau gugus apa saja yang memiliki satu atau lebih elektron tidak berpasangan. Dengan adanya inisiator maka inisiasi, yang merupakan tahap awal polimerisasi, akan berlangsung (Laelani, L. S., 2007). Inisiator yang umum digunakan dalam polimerisasi diantaranya adalah inisiator termal dan redoks. Namun, berdasarkan proses energi yang digunakan dalam menghasilkan radikal bebas, inisiator dibagi menjadi tiga jenis yaitu (Laelani, L. S., 2007):

1. Inisiator termal

Merupakan inisiator yang menggunakan energi termal dalam menghasilkan radikal. Inisiator termal yang umum digunakan adalah senyawa persulfat seperti amonium, sodium, dan potasium persulfat, serta beberapa peroksida organik dan hidroperoksida (Laelani, L. S., 2007).

2. Fotoinisiator

Merupakan inisiator yang menggunakan energi radiasi cahaya tampak atau UV. Namun, penggunaannya dalam dunia industri masih terbatas karena adanya masalah teknik yang berhubungan dengan keseragaman irradiasi dalam jumlah besar. Fotoinisiator yang umum digunakan adalah senyawa yang mempunyai gugus benzoin sebagai bagian yang terinisiasi secara efektif (Laelani, L. S., 2007).

3. Inisiator redoks

Inisiator redoks menggunakan transfer elektron untuk menghasilkan radikal. Sistem redoks adalah pasangan reaksi reduksi dan oksidasi yang terjadi bersamaan. Pada reaksi tersebut dapat dihasilkan zat antara berupa radikal bebas karena adanya alih satu elektron. Sistem reaksi redoks merupakan cara kimia yang banyak digunakan dengan melibatkan ion-ion logam transisi seperti Fe^{2+} , Co^{3+} , V^{5+} , Cr^{6+} , dan lain-lain. Keuntungan inisiator redoks

adalah radikal dapat dihasilkan pada suhu ruang atau kamar (Hafizah, M.A.E., 2004).

2.2.3 Polimerisasi Dengan Sistem Redoks Sebagai Inisiator

Banyak reaksi redoks menghasilkan radikal yang dapat menginisiasi polimerisasi. Kebanyakan agen pengoksidasi adalah organik dan anorganik peroksida (Braun, D., et al., 2005). Senyawa organik dan anorganik perokso sangat penting sebagai inisiator polimerisasi radikal. Hidroperoksida, dialkil peroksida, diasil peroksida, dan senyawa khas perester adalah tipikal senyawa organik perokso. Karena inisiator tersebut tidak hanya larut dalam pelarut organik tetapi juga di sebagian besar monomer, maka dapat dijadikan solusi yang cocok untuk polimerisasi. Dekomposisinya menjadi radikal dapat terjadi baik secara termal, atau secara iradiasi dengan cahaya, atau dengan reaksi redoks. Tingkat penguraian senyawa perokso organik tergantung pada struktur dan pada suhu. Senyawa organik peroxo yang diaktifkan secara termal umumnya digunakan untuk polimerisasi *bulk* atau dalam pelarut organik, serta untuk polimerisasi *bead*. Senyawa anorganik peroxo merupakan inisiator yang paling cocok untuk menginisiasi proses polimerisasi dalam *aqueous solution* atau emulsi. Hidrogen peroksida terutama digunakan sebagai komponen dari suatu inisiator redoks, sebaliknya, kalium atau amonium peroksodisulfat (konsentrasi 0,1-1% wt terhadap monomer) sangat sering digunakan tanpa agen pereduksi, bahkan pada suhu 30°C inisiator tersebut terdekomposisi secara termal menjadi radikal yang dapat menginisiasi proses polimerisasi.

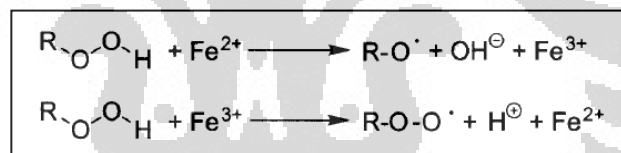
Agen pereduksi meliputi ion logam valensi rendah atau senyawa non-logam yang mudah teroksidasi, misalnya, senyawa belerang. Ada juga sistem redoks yang terdiri dari campuran senyawa perokso dengan ion logam (misalnya, Fe^{2+}) dan agen pereduksi kedua seperti hidrogen sulfit. Dalam hal ini, ion besi (III) yang dihasilkan oleh reaksi redoks antara senyawa peroxo dan senyawa logam besi (II) direduksi lagi oleh ion besi (II) state dengan hidrogen sulfit, sehingga hanya sedikit sekali ion besi (II) yang diperlukan (Braun, D., et al., 2005). Tabel 2.2 merupakan daftar beberapa agen pengoksidasi dan agen pereduksi yang cocok.

Tabel 2.2 daftar beberapa agen pengoksidasi dan agen pereduksi.

Oxidizing agents	Reducing agents
Hydrogen peroxide	Ag^+ , Fe^{2+} , Co^{2+} , Ti^{3+}
Peroxodisulfates	Hydrogen sulfites, sulfites, thiosulfates, mercaptans, sulfinic acids;
Diacyl peroxides	Amines (e.g. <i>N,N</i> -dimethylaniline), certain sugars
Hydroperoxides	Benzoin/ Fe^{2+}
Peracid ester	Hydrogen sulfite/ Fe^{2+}

[Sumber: Braun,D., et al., 2005]

Dalam sistem redoks terdiri dari senyawa perokso dan garam besi (II), proses inisiasi radikal dibentuk melalui transfer elektron dari Fe^{2+} ke senyawa perokso, menyebabkan ikatan peroksi akan terputus, dengan pembentukan radikal dan anion secara simultan. Pada langkah kedua, logam teroksidasi bereaksi dengan hidropersida lain untuk membentuk radikal peroksi dan proton dengan reaksi sebagai berikut:



Gambar 2.5 Mekanisme pembentukan radikal oleh reaksi redoks

[Sumber: Braun,D., et al., 2005]

Harus ditekankan bahwa, berbeda dengan inisiasi polimerisasi dengan senyawa perokso atau senyawa azo, tidak setiap sistem redoks cocok untuk inisiasi polimerisasi dari setiap monomer tak jenuh. Sebelum mencoba untuk polimerisasi senyawa baru dengan sistem redoks itu, oleh karena itu, dianjurkan pertama untuk menguji kemampuan polimerisasi radikal dengan dibenzoil peroksida (Braun,D., et al., 2005).

Selain itu, efektivitas sistem redoks dipengaruhi oleh beberapa faktor, dan komponen redoks harus sangat seimbang untuk mencapai kondisi polimerisasi

optimum. Yang paling menguntungkan kondisi tidak selalu sesuai dengan rasio stoikiometri agen pengoksidasi dan pereduksi (Braun,D., et al., 2005).

Namun, pada rasio molar konstan agen pengoksidasi ke agen pereduksi pada aturan umumnya bahwa laju polimerisasi meningkat, dan tingkat rata-rata polimerisasi menurun, dengan peningkatan konsentrasi inisiator. Urutan penambahan komponen juga dapat berpengaruh yaitu ketika pada keadaan normal ditambahkan agen pereduksi pertama (dengan harapan untuk menghilangkan oksigen apapun yang mungkin ada), dengan penambahan setetes demi setetes selanjutnya dari agen pengoksidasi. Namun, terdapat juga kasus-kasus di mana urutan sebaliknya harus diterapkan. Dalam media air, nilai pH juga penting, jika perlu untuk bekerja dalam medium basa, besi garam hanya dapat digunakan dalam kombinasi dengan agen kompleks seperti natrium pirofosfat ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$) (Braun,D., et al., 2005).

Polimerisasi redoks biasanya dilakukan dalam larutan, suspensi, atau emulsi. Sangat jarang dalam pelarut organik. Adapun keutamaan polimerisasi redoks terletak pada fakta bahwa proses reaksi dapat berlangsung pada suhu relatif rendah dengan laju yang tinggi dan dengan pembentukan berat molekul polimer tinggi. Skala besar komersial pertama dengan penerapan redoks polimerisasi adalah produksi karet sintetis dari stirena butadiena (SBR1500) pada suhu di bawah 5°C .

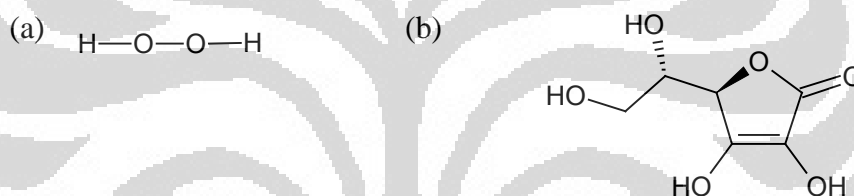
Pada penelitian ini digunakan jenis inisiator redoks yaitu H_2O_2 /asam askorbat dan $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$. Salah satu keuntungan dari inisiator redoks dalam proses inisiasi adalah laju reaksi tidak terlalu dipengaruhi oleh temperatur sehingga polimerisasi dapat dilakukan pada suhu antara $20\text{-}70^\circ\text{C}$. Pada Tabel 2.3 dan Gambar 2.6 dapat dilihat spesifikasi dan rumus struktur untuk H_2O_2 /asam askorbat dan $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$.

Konsentrasi inisiator sangat mempengaruhi polimer yang dihasilkan. Dari penelitian Lela S. Laelani dan Umi K. pada polimerisasi metil metakrilat diperoleh kecenderungan semakin meningkatnya persen konversi seiring dengan semakin besarnya konsentrasi inisiator yang digunakan. Hal ini dikarenakan semakin banyaknya radikal bebas yang dihasilkan sehingga laju polimerisasi meningkat.

Tabel 2.3 Spesifikasi inisiator H₂O₂ - asam askorbat

Parameter	Hidrogen Peroksida	Asam Askorbat
Rumus molekul	H ₂ O ₂	C ₆ H ₈ O ₆
Berat molekul (g/mol)	34,01	176,13
Wujud fisik	Cairan bening tidak berwarna	Serbuk putih/ kuning terang
Titik leleh (°C)	-11	190-192
Berat jenis (g/cm ³)	1,40	1,65

[Sumber: Boutti, S., et al. 2005]



Gambar 2.6 Struktur hidrogen peroksida (a) dan asam askorbat (b)

2.3 Karakterisasi Polimerisasi

2.3.1 Berat Molekul Rata-Rata Polimer

Berat molekul dan distribusi berat molekul merupakan faktor yang berperan penting pada polimer, sebab berhubungan dengan sifat-sifat fisika polimer. Pada umumnya, polimer dengan berat molekul yang lebih tinggi bersifat lebih kuat, namun sulit dalam pembuatannya. Derajat polimerisasi dan berat molekul adalah karakter paling penting pada senyawa makromolekul. Kedua hal ini mengindikasikan berapa banyaknya unit monomer yang membentuk suatu rantai polimer. Distribusi ukuran partikel polimer dapat dibagi menjadi polimodal (polidispers) dan monomodal (monodispers).

Polimer yang diperoleh ditentukan massa molekul relatifnya berdasarkan pengukuran waktu alir masing-masing larutan yang dibuat. Pengukuran berat molekul ini dilakukan untuk memperkuat polimer hasil sintesis telah menjadi polimer. Suatu senyawa dapat disebut polimer jika mempunyai derajat pengulangan (n) minimal adalah 60. Penentuan nilai viskositas intrinsik $[\eta]$ berdasarkan persamaan (Rosenthal, 1990):

$$\eta_{sp}/C = [\eta] + k [\eta]^2 C$$

Selanjutnya dengan cara membuat grafik, maka akan diketahui nilai viskositas intrinsik $[\eta]$ polimer yang terbentuk. Setelah diketahui nilai viskositas intrinsiknya, massa molekul relative dihitung dengan persamaan Mark-Houwink Sakurada yaitu (Rosenthal, 1990):

$$[\eta] = k \times Mv^a$$

Nilai k dan a merupakan ketetapan yang disesuaikan dengan pelarut dan kondisi yang digunakan (Brandrup, J. & Immergut, E. H. (editor)., 1989).

2.3.2 Kandungan Padatan (*Solid Content*)

Kandungan padatan menggambarkan hasil polimer yang dihasilkan berdasarkan total formula polimerisasi kecuali air. Penentuan kandungan padatan pada aplikasi polimer umumnya adalah bagian awal karakterisasi yang harus dilakukan pada hasil polimerisasi. Biasanya, polimer dikeringkan dahulu pada massa yang konstan dan temperatur diantara 100-140⁰ C, dan kandungan padatannya adalah perbandingan antara berat polimer setelah dikeringkan dengan total berat sampel awal (Kusumo, D. E., 2009).

Polimer kering yang ditimbang merupakan polimer yang terbentuk. Bagian yang menguap saat dikeringkan adalah monomer yang tidak berubah menjadi polimer saat polimerisasi dan inisiator yang digunakan. Perbandingan antara kandungan padatan teoritis (yang diperkirakan bahwa semua monomer terpolimerisasi) dengan percobaan dapat digunakan untuk melihat apakah suatu proses polimerisasi berjalan sempurna. Nilai solid content yang mendekati nilai teoritisnya dapat menjadi salah satu parameter sempurnanya suatu reaksi karena hal ini menjelaskan bahwa monomer telah terpolimerisasi seluruhnya dengan sempurna (Kusumo, D. E., 2009).

2.3.3 Viskositas (Kekentalan)

Viskositas pada suatu polimer menunjukkan kekentalan dan kemampuannya dalam mengalir. Sifat alir ini merupakan salah satu parameter penting pada polimer sebab viskositas dapat menyatakan kehomogenitasan dari partikel polimer. Polimer yang polidispers biasanya mempunyai nilai viskositas yang lebih rendah daripada polimer yang monodispers. Karena polimer yang polidispers mempunyai ruang antar partikel yang lebih kecil sehingga memperkecil gaya gesek antar partikel polimernya (Kusumo, D. E., 2009).

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

Saat ini telah dikenal berbagai macam gelombang elektromagnetik dengan rentang panjang gelombang tertentu. Spektrum elektromagnetik merupakan kumpulan spektrum dari berbagai panjang gelombang. Berdasarkan pembagian daerah panjang gelombang pada Tabel 2.4 dan Gambar 2.7 , sinar infra merah dibagi atas tiga daerah (Giwangkara S, EG., 2007), yaitu:

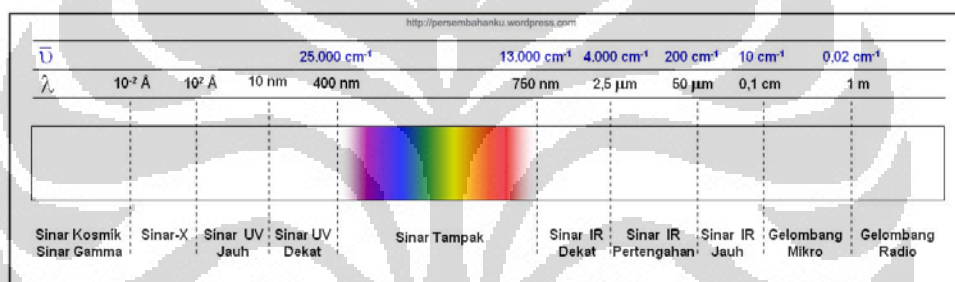
- a. Daerah Infra Merah dekat.
- b. Daerah Infra Merah pertengahan.
- c. Daerah Infra Merah jauh.

Dari pembagian daerah spektrum elektromagnetik tersebut, daerah panjang gelombang yang digunakan pada alat spektrofotometer infra merah adalah pada daerah infra merah pertengahan, yaitu pada panjang gelombang 2,5 – 50 μm atau pada bilangan gelombang 4.000 – 200 cm^{-1} . Satuan yang sering digunakan dalam spektrofotometri infra merah adalah Bilangan Gelombang ($\bar{\nu}$) atau disebut juga sebagai *Kaiser* (Giwangkara S, EG., 2007).

Tabel 2.4 Pembagian daerah panjang gelombang spektrum elektromagnetik

Penandaan	Panjang Gelombang		Frekwensi, Hz	Bilangan Gelombang, cm^{-1}
	Satuan Umum	Meter		
Sinar - X	$10^4 - 10^2 \text{ \AA}$	$10^{-12} - 10^{-8}$	$10^{20} - 10^{16}$	
Ultra Ungu Jauh	10 – 200 nm	$10^{-12} - 2 \times 10^{-7}$	$10^{16} - 10^{15}$	
Ultra Ungu Dekat	200 – 400 nm	$2 \times 10^{-7} - 4,0 \times 10^{-7}$	$10^{15} - 7,5 \times 10^{14}$	
Sinar Tampak	400 – 750 nm	$4,0 \times 10^{-7} - 7,5 \times 10^{-7}$	$7,5 \times 10^{14} - 4 \times 10^{14}$	25.000 – 13.000
Infra Merah Dekat	0,75 – 2,5 μm	$7,5 \times 10^{-7} - 2,5 \times 10^{-6}$	$4 \times 10^{14} - 1,2 \times 10^{14}$	13.000 – 4.000
Infra Merah Pertengahan	2,5 – 50 μm	$2,5 \times 10^{-6} - 5,0 \times 10^{-5}$	$1,2 \times 10^{14} - 6 \times 10^{12}$	4.000 – 200
Infra Merah Jauh	50 – 1.000 μm	$5,0 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-3}$	$6 \times 10^{12} - 10^{11}$	200 – 10
Gelombang Mikro	0,1 – 100 cm	$1 \times 10^{-3} - 1$	$10^{11} - 10^8$	10 – 10^{-2}
Gelombang Radio	1 – 1.000 m	$1 - 10^3$	$10^8 - 10^5$	

[Sumber: Giwangkara S, EG., 2007]



Gambar 2.7 Pembagian daerah panjang gelombang spektrum elektromagnetik

[Sumber: Giwangkara S, EG., 2007]

Hasil spektrum FT-IR merupakan data penunjang yang dapat menunjukkan telah terjadinya reaksi polimerisasi pada homopolimer poli(metilmetakrilat) secara adisi. Reaksi polimerisasi adisi terjadi dengan hilangnya ikatan rangkap terkonjugasi. Hal ini menyebabkan terjadinya kenaikan energi untuk melakukan *stretching* C=O. Kenaikan energi ini akan mengakibatkan terjadinya kenaikan bilangan gelombang (ν) sesuai dengan persamaan sebagai berikut:

$$E = h\nu$$

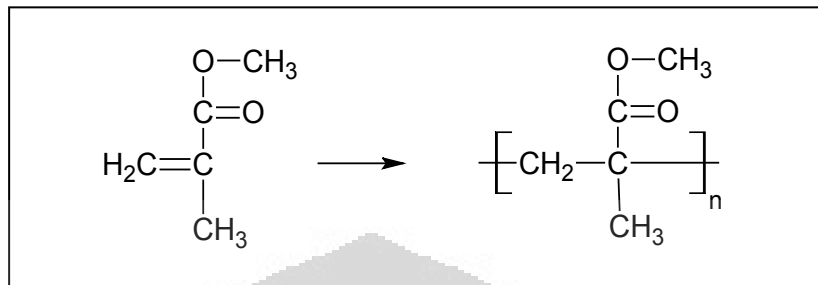
dimana, E = energi vibrasi

h = konstanta Planck

c = kecepatan rambat foton di udara

ν = bilangan gelombang

Proses hilangnya ikatan rangkap pada polimerisasi adisi dapat terlihat pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8 Proses hilangnya ikatan rangkap pada polimerisasi adisi

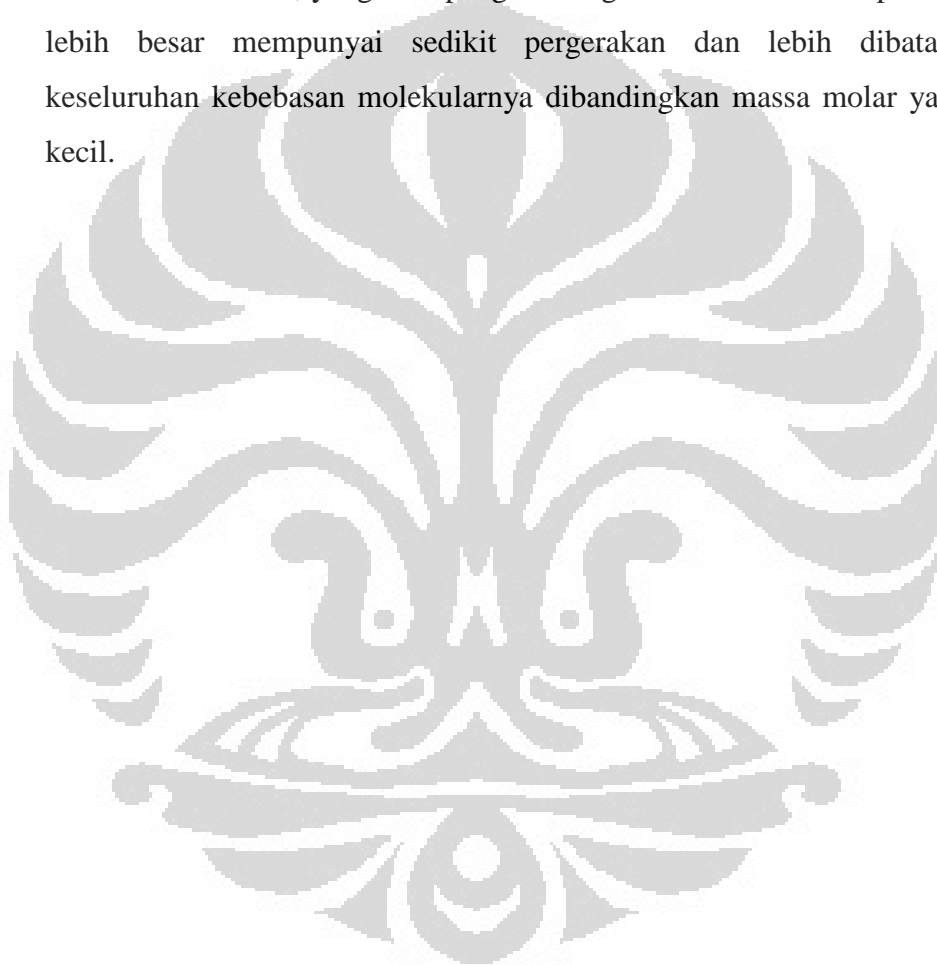
Dengan demikian, peristiwa polimerisasi adisi pada polimer dapat diketahui dari adanya pergeseran bilangan gelombang C=O dari spektra polimer hasil polimerisasi ke arah yang lebih besar dibandingkan bilangan gelombang C=O monomer standar (monomer yang digunakan) (Abdullah, 2007).

2.3.5 Suhu Transisi Gelas (T_g)

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-fenomena ini disebut suhu transisi gelas (T_g). Jika pemanasan dilanjutkan, polimer akan melepaskan sifat-sifat elastomernya dan melebur menjadi cairan yang dapat mengalir.

Sifat-sifat polimer yang berpengaruh pada temperatur transisi gelas adalah (Morgan, L. W., Johnson, S. C., & Son, Inc, 1981):

- a. Adanya gugus lain pada rantai polimer, gugus tersebut dapat meningkatkan energi yang dibutuhkan untuk merotasi molekul disekitar ikatan primer pada rantai utama polimer. Khususnya pada sisi rantai polimer atau cabang.
- b. Adanya kehadiran struktur yang memiliki sifat kaku pada rantai polimer, seperti gugus *phenylene*.
- c. Kehadiran pengikat silang.
- d. Adanya ikatan hidrogen diantara rantai polimer.
- e. Massa molar relatif, yang mempengaruhi Tg sebab massa molar polimer yang lebih besar mempunyai sedikit pergerakan dan lebih dibatasi pada keseluruhan kebebasan molekularnya dibandingkan massa molar yang lebih kecil.

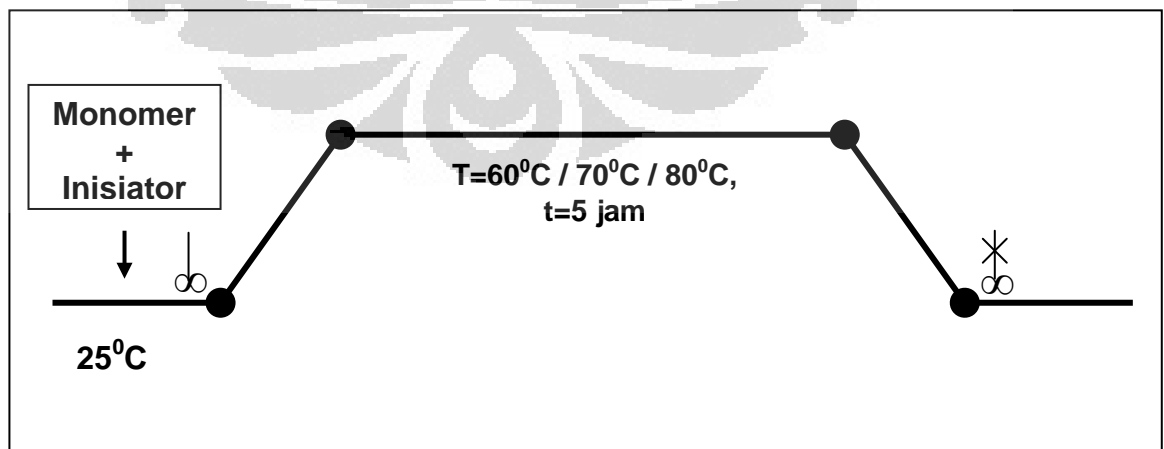


BAB 3

METODE PENELITIAN

Proses polimerisasi metil metakrilat dilakukan dengan teknik bulk menggunakan dua jenis pasangan inisiator redoks yaitu $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$ dan H_2O_2 -asam askorbat. Pada polimerisasi teknik bulk ini, reaktor hanya berisi monomer kemudian suhu dinaikkan menjadi 80°C , ketika suhu mulai konstan pada suhu 80°C pasangan inisiator kemudian dimasukkan secara bertahap ke dalam reaktor dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* dan waktu reaksi polimerisasi terbagi dua yaitu ± 3 jam untuk $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$ dan ± 2 jam untuk H_2O_2 -asam askorbat. Dalam hal ini H_2O_2 dimasukkan terlebih dahulu kemudian Fe^{2+} (atau asam askorbat) dimasukkan ke dalam reaktor. Suhu 80°C dan waktu reaksi ± 2 jam ini merupakan variabel kontrol yang telah ditentukan.

Sebelum dilakukan variasi perbandingan komposisi pasangan inisiator redoks, terlebih dahulu dilakukan optimasi polimerisasi MMA dengan memvariasikan konsentrasi masing-masing inisiator redoks. Kondisi optimum yang diperoleh selanjutnya digunakan untuk perbandingan komposisi masing-masing pasangan inisiator redoks. Gambar 3.1. di bawah ini merupakan bagan alir secara umum polimerisasi dengan teknik bulk.



Gambar 3.1. Bagan alir teknik bulk

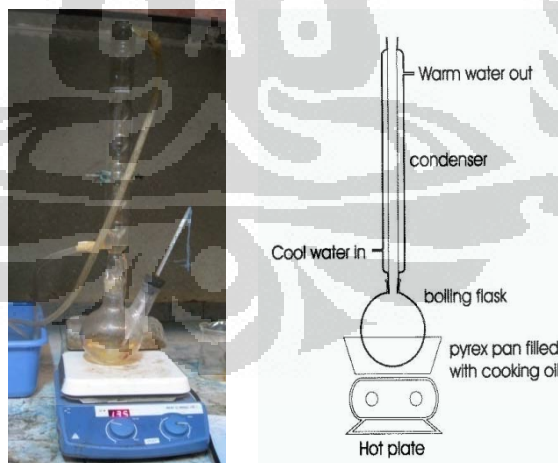
3.1 Bahan

Bahan yang diperlukan dalam penelitian ini adalah:

1. Metil metakrilat (MMA) dari PT. BASF
2. Hidrogen peroksida (50%)
3. Larutan FeSO_4 (padatan)
4. Asam askorbat (padatan)
5. Asam sulfat
6. Air demineral

3.2 Peralatan Percobaan

1. Alat-alat gelas yang biasa digunakan di laboratorium
2. Neraca analitik
3. Penangas air
4. Satu set labu polimerisasi
5. Termometer
6. *Magnetic stirrer*
7. Oven
8. FTIR



Gambar 3.2 Reaktor skala laboratorium yang digunakan

3.3 PROSEDUR PERCOBAAN

3.3.1 Optimasi Polimerisasi MMA

Polimerisasi metil metakrilat dilakukan dengan menggunakan inisiator redoks. Inisiator yang digunakan pada percobaan ini adalah $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ dan $\text{H}_2\text{O}_2/\text{asam askorbat}$. Hal pertama yang dilakukan adalah menentukan konsentrasi optimum inisiator redoks terhadap berat monomer (w/w). Optimasi 1 diperoleh pada nilai persen konversi yang tertinggi untuk selanjutnya dilakukan variasi perbandingan komposisi inisiator redoks. Dalam percobaan ini digunakan monomer metil metakrilat sebanyak 50 gram. Dan optimasi dilakukan dengan memvariasikan %konsentrasi inisiator terhadap berat monomer (w/w). Diagram alir penelitian lebih lengkap dapat dilihat pada Lampiran 1 dan Lampiran 2. Selanjutnya variasi %konsentrasi inisiator dapat dilihat dalam Tabel 3.1 dan Tabel 3.2 di bawah ini.

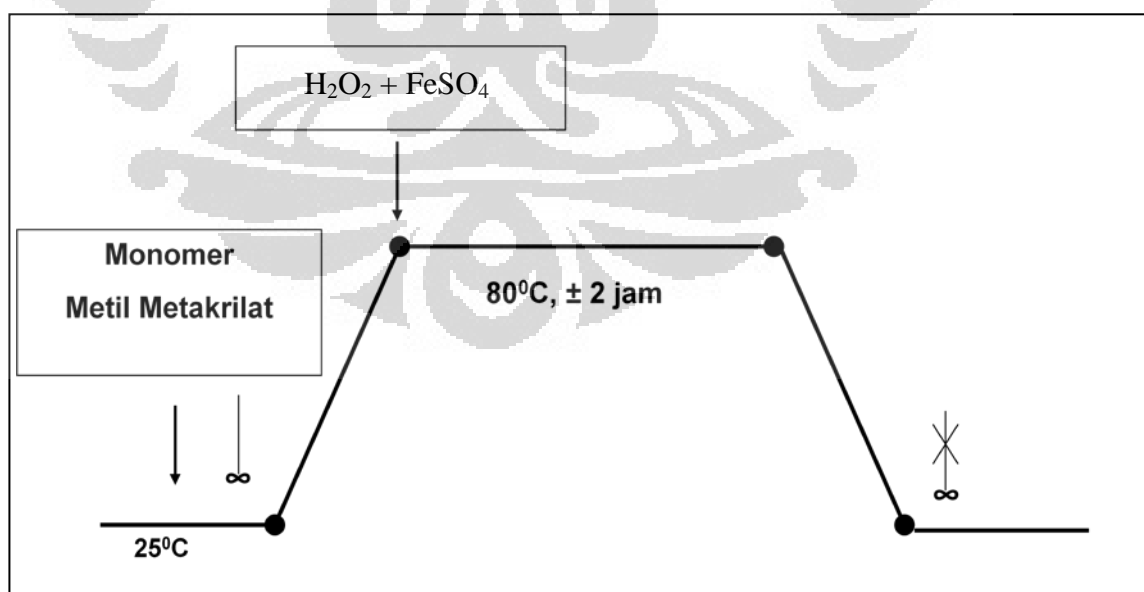
Tabel 3.1 Variasi %inisiator terhadap berat monomer untuk pasangan inisiator $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$ dengan perbandingan $\text{H}_2\text{O}_2:\text{Fe}^{2+}=9:1$

Variasi ke-	% inisiator terhadap berat monomer	H_2O_2 (g)	FeSO_4 (g)
1	1%	0,450	0,050
2	2%	0,908	0,106
3	3%	1,357	0,151
4	4%	1,800	0,200
5	5%	2,250	0,250

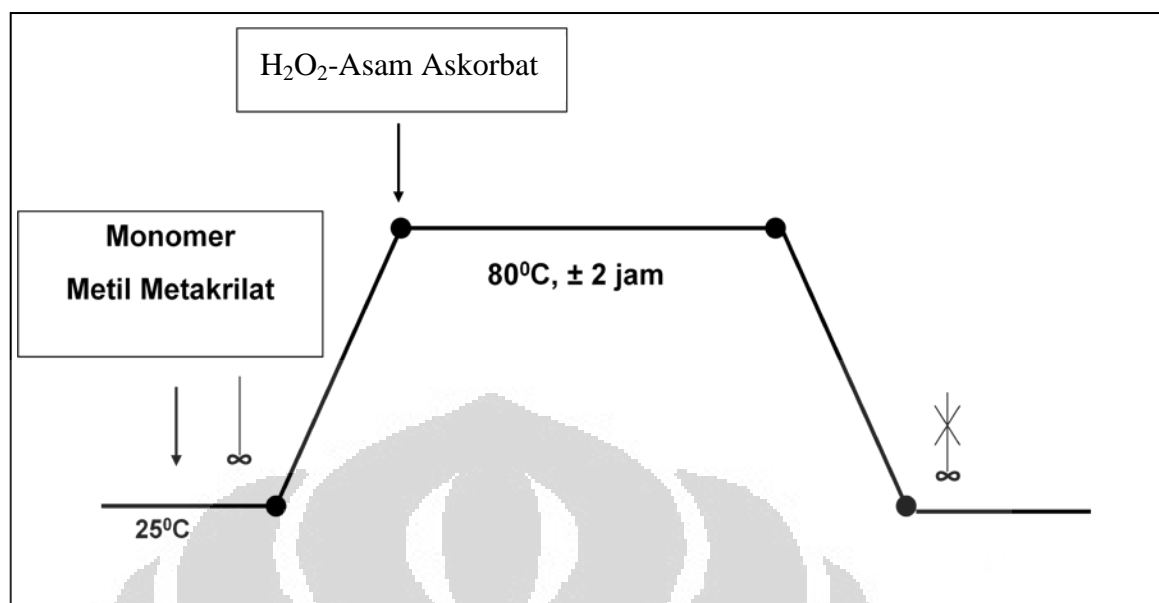
Tabel 3.2 Variasi %inisiator terhadap berat monomer untuk pasangan inisiator H_2O_2 -asam askorbat dengan perbandingan 1:1

Variasi ke-	% inisiator terhadap berat monomer	H_2O_2 (g)	Asam Askorbat (g)
1	0,5%	0,125	0,125
2	1%	0,250	0,250
3	2%	0,500	0,500
4	3%	0,750	0,750

Sebelum dimasukkan ke dalam reaktor, FeSO_4 terlebih dahulu ditambahkan asam sulfat beberapa tetes kemudian dilarutkan dalam sedikit air (1 mL). Begitu pula dengan asam askorbat. Sebelum dimasukkan ke dalam reaktor, asam askorbat terlebih dahulu dilarutkan dalam sedikit air tanpa diberi penambahan asam sulfat. Adapun bagan alir penelitian ditunjukkan pada Gambar 3.2 dan Gambar 3.3.



Gambar 3.3 Bagan alir teknik bulk dengan menggunakan inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$



Gambar 3.4 Bagan alir teknik bulk dengan menggunakan inisiator redoks H₂O₂-Asam Askorbat

3.3.2 Variasi Perbandingan Komposisi Pasangan Inisiator Redoks

Inisiator yang digunakan pada percobaan ini adalah H₂O₂-Fe²⁺ dan H₂O₂-asam askorbat. Setelah memperoleh % konsentrasi inisiator optimum selanjutnya dilakukan perbandingan komposisi inisiator redoks dengan perbandingan sebagai berikut:

Tabel 3.3 Perbandingan komposisi pasangan inisiator redoks H₂O₂/Fe²⁺ (w/w)

Variasi ke-	Rasio Inisiator Redoks	
	H ₂ O ₂	FeSO ₄
1	6	1
2	9	1
3	12	1
4	15	1
5	18	1

Tabel 3.4 Perbandingan komposisi pasangan inisiator redoks
H₂O₂/Asam Askorbat (w/w)

Variasi ke-	Rasio Inisiator Redoks	
	H ₂ O ₂	Asam Askorbat
1	2	1
2	1	1
3	3	2
4	7	3
5	3	1

3.3.3 Karakterisasi Hasil Polimerisasi

3.3.3.1 Kandungan Padatan (ASTM D 4456)

1. Ditimbang ± 1 gram polimer ke dalam aluminium foil yang telah diketahui bobot kosongnya.
2. Kemudian dipanaskan dalam oven pada suhu 105°C selama 2 jam.
3. Selanjutnya didinginkan dalam desikator dan ditimbang.
4. Total padatan dihitung 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

3.3.3.2 Pengukuran Spektum FTIR

A. Pengukuran sampel film menggunakan ATR Zirconia

1. Dibuat ukuran yang sama dari lapisan film yang akan diuji, p x l :
2 x 0,5 cm.

2. Lapisan film diletakkan di atas alat ATR Zirconia, ditempatkan pada ruang pengukuran.
3. 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)

1. 0,5 – 1 gram sampel digerus sampai halus.
2. Sebanyak 5% sampel diaduk dengan serbuk KBr, kemudian diletakkan dalam tempat sampel.
3. Serbuk KBr sebagai blanko diletakkan dalam tempat sampel, ditempatkan pada ruang pengukuran
4. Dilakukan pengukuran blanko KBr secara otomatis, *setting range* panjang gelombang mulai 650 cm^{-1} sampai 4000 cm^{-1} .
5. Untuk pengukuran sampel dilakukan prosedur seperti no. 4 di atas.

3.3.3.3 Pengukuran DSC (Pengukuran Dilakukan oleh Clariant)

Sampel ditimbang sebanyak 5 – 20 mg. Untuk sampel serbuk, sampel langsung digerus halus, dan diletakkan di dalam pan. 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 di-*crimping* dengan tutup *stainless steel* menggunakan alat *crimp*. Alat DSC dihidupkan dengan mengalirkan gas nitrogen dan *setting* kenaikan suhu 2°C per menit.

Blanko berupa pan kosong dan sampel berisi zat pengkalibrasi yaitu Aluminium diletakkan pada alat untuk kalibrasi temperatur dan panas DSC. Setelah kalibrasi selesai, sampel Aluminium diganti dengan sampel polimer yang akan diukur, dan pan blanko tetap pada posisi semula selama pengukuran. Untuk sampel serbuk yang rapuh (T_g tinggi), alat di-*setting* 50°C di bawah T_g . Untuk sampel *rubbery* (T_g rendah) digunakan nitrogen cair untuk *setting* temperatur sangat rendah.

3.3.3.4 Penentuan BM Rata-Rata Polimer (Pengukuran Dilakukan oleh STP)

1. Sebanyak 1 gram poli(metil metakrilat) dilarutkan dalam pelarut kloroform hingga konsentrasi 0,0100 g/mL (dalam labu bulat 100 mL)
2. Dibuat variasi konsentrasi larutan melalui pengenceran dengan kloroform: 0,0050 g/mL; dan 0,0025 g/mL
3. Disiapkan *water bath* pada suhu 25⁰C
4. Dimasukkan 10 mL pelarut kloroform ke dalam viskometer Ubbelohde (Lampiran 12) dan diperiksa bahwa suhu pelarut dalam viskometer telah mencapai suhu kesetimbangan dengan *water bath*
5. Dilakukan pengukuran waktu alir pelarut murni (t_0), yaitu kloroform dengan menghitung waktu aliran cairan melalui kapiler (ikuti petunjuk yang ada pada viskometer spesifik yang digunakan)
6. Dilakukan pengulangan waktu alir sebanyak lima kali.
7. Diulangi pengukuran sampel (ikuti poin 3-6) pada masing-masing konsentrasi larutan polimer menggunakan viskosimeter Ubbelohde, sehingga diperoleh t_1 , t_2 , dan t_3

Melalui perhitungan, diperoleh viskositas relatif (η_{rel}) dan viskositas spesifik (η_{sp}). Kemudian dibuat kurva viskositas tereduksi (η_{sp}/C) lawan konsentrasi (C). Selanjutnya grafik tersebut diekstrapolasi ke konsentrasi nol, sehingga akan diperoleh viskositas intrinsik [$\eta_{intrinsik}$]. Dengan persamaan Mark-Houwink-Sakurada kemudian diperoleh nilai BM relatif rata-rata:

$$[\eta] = KMv^a$$

Keterangan:

K = Tetapan $4,8 \times 10^{-3}$

a = Tetapan 0,8

Mv = Massa Molekul Relatif

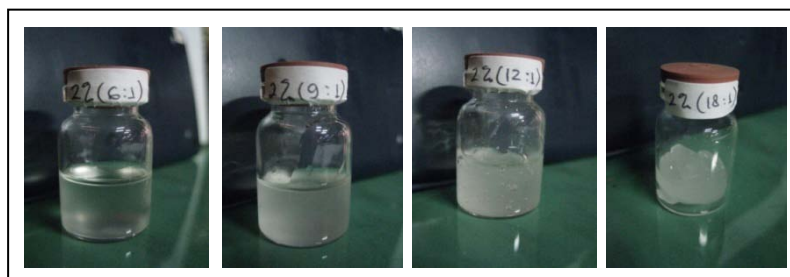
η = viskositas larutan

BAB 4

PEMBAHASAN

Pada penelitian ini, pembuatan homopolimer metil metakrilat difokuskan untuk mendapatkan optimasi polimerisasi bulk metil metakrilat dengan menggunakan inisiator redoks untuk menghasilkan persen konversi yang tinggi dan pengaruhnya terhadap berat molekul rata-rata. Pembuatan polimer metil metakrilat ini didahului dengan optimasi % inisiator homopolimer metil metakrilat yang menghasilkan persen konversi yang tinggi untuk selanjutnya dilakukan variasi perbandingan komposisi inisiator. Penggunaan inisiator redoks ini merupakan lanjutan dari penelitian sebelumnya oleh Ariyanti Sarwono dimana pada penelitian tersebut diperoleh hasil bahwa penggunaan inisiator redoks lebih baik daripada inisiator APS karena mengarah ke pembentukan yang *monodisperse*. Penelitian mengenai polimerisasi dengan inisiator redoks juga dilakukan oleh Iman Abdullah (2007) yang menggunakan inisiator termal dan redoks pada polimerisasi core-shell metilmetakrilat-butilakrilat, hasilnya pada kondisi dan waktu reaksi yang sama dihasilkan % konversi yang lebih besar pada polimer dengan inisiator redoks.

Pada penelitian ini dihasilkan polimer bulk berupa homopolimer metil metakrilat yang berwarna putih susu (agak bening) seperti terlihat pada Gambar 4.1. Hasil polimerisasi ini dapat dibuktikan dengan beberapa analisis, yaitu melalui *solid content* yang akan dibahas sebagai persen konversi, dan karakterisasi dengan menggunakan spektrum IR dan dengan menggunakan analisis termal DSC untuk mengetahui *temperature glass* polimer yang dihasilkan.



Gambar 4.1 Hasil Polimerisasi Bulk

Pengamatan fisik merupakan parameter awal untuk menunjukkan terjadinya kesempurnaan reaksi, misalnya dari bentuk fisik polimer yang kental, lengket, dan berwarna putih susu. Bentuk fisik ini berbeda dengan bentuk fisik dari monomer metil metakrilat yang encer, bening dan berbau menyengat (Indrianti, Y., 2008). Selain bentuk fisik, kandungan padatan juga menunjukkan terjadinya kesempurnaan reaksi. Penentuan kandungan padatan (*solid content*) merupakan analisis awal yang dilakukan untuk mengetahui keberhasilan proses polimerisasi karena kandungan padatan dapat dijadikan suatu indikator sempurnanya suatu reaksi polimerisasi. Jika konversinya mendekati 100% berarti nilai kandungan padatan percobaan mendekati nilai teoritis dan reaksi polimerisasi berjalan sempurna. Pada Tabel 4.1 dapat terlihat data umum hasil polimerisasi metil metakrilat.

Tabel 4.1 Data umum hasil polimerisasi bulk metil metakrilat

Formula				<i>Solid Content</i> (%konversi)
MMA (g)	H ₂ O ₂ (g)	FeSO ₄ (g)	As.Askorbat (g)	
50	0,450	0,050	-	11,86
	0,908	0,106	-	48,53
	1,357	0,151	-	37,62
	1,800	0,200	-	35,78
	2,250	0,250	-	33,24
	0,125	-	0,125	14,44
	0,250	-	0,250	35,51
	0,500	-	0,500	19,87
	0,750	-	0,750	16,31
	0,857	0,143	-	35,46
	0,908	0,106	-	48,53
	0,920	0,080	-	52,62
	0,938	0,063	-	60,43

	0,947	0,050	-	69,29
	0,170	-	0,330	7,28
	0,250	-	0,250	35,51
	0,300	-	0,200	26,92
	0,350	-	0,150	20,95
	0,375	-	0,125	12,31

Penjelasan dari data umum hasil polimerisasi pada Tabel 4.1 di atas selanjutnya akan dibahas berdasarkan variasi jenis inisiator redoks yaitu H_2O_2 -asam askorbat dan $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$, variasi penggunaan konsentrasi inisiator dan variasi perbandingan komposisi inisiator redoks terhadap persen konversi dan pengaruhnya terhadap berat molekul rata-rata.

Analisis lain yang dilakukan untuk membuktikan terjadinya polimerisasi adalah pengukuran spektrum IR. Karakterisasi hasil homopolimer dengan menggunakan FTIR dapat menjadi data tambahan untuk menunjukkan bahwa proses polimerisasi telah terjadi dengan mengidentifikasi spektrum IR. Identifikasi ini dapat diamati dari hilangnya spektra bilangan gelombang ikatan rangkap $\text{C}=\text{C}$ pada gugus vinil suatu monomer menjadi ikatan tunggal $\text{C}-\text{C}$. Selain itu, dapat diamati pula dari pergeseran bilangan gelombang $\text{C}=\text{O}$ pada spektrum polimer hasil polimerisasi ke arah yang lebih besar dibandingkan bilangan gelombang $\text{C}=\text{O}$ monomer standar (monomer yang digunakan).

Karakterisasi selanjutnya adalah pengukuran transisi gelas (T_g) dengan menggunakan analisis termal alat *Differential Scanning Calorimeter* (DSC). Data temperatur transisi gelas (T_g) dapat digunakan untuk mengetahui apakah polimer yang terbentuk merupakan suatu homopolimer poli(metil metakrilat). Untuk perbandingan hasil T_g , diperlukan data T_g polimer secara teoritis. T_g teoritis untuk polimer metil metakrilat yang merupakan homopolimer pada penelitian ini adalah 105^0 C .

4.1 Pembentukan Homopolimer Metil Metakrilat

Homopolimerisasi ini dilakukan dengan menggunakan dua jenis inisiator redoks yaitu H_2O_2 -asam askorbat dan $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$. Keduanya digunakan untuk

melihat masing-masing pengaruhnya terhadap persen konversi dan karakteristik polimer yang dihasilkan seperti pengaruhnya terhadap berat molekul rata-rata polimer.

Sumber radikal hidroksil dihasilkan melalui reaksi redoks yaitu reaksi antara pasangan inisiator redoks H_2O_2 -asam askorbat dan pasangan inisiator redoks H_2O_2 - Fe^{2+} . Pembahasan mengenai mekanisme pembentukan radikal hidroksil dari kedua pasangan inisiator redoks tersebut selanjutnya akan dijelaskan pada subbab 4.1 dan subbab 4.2.

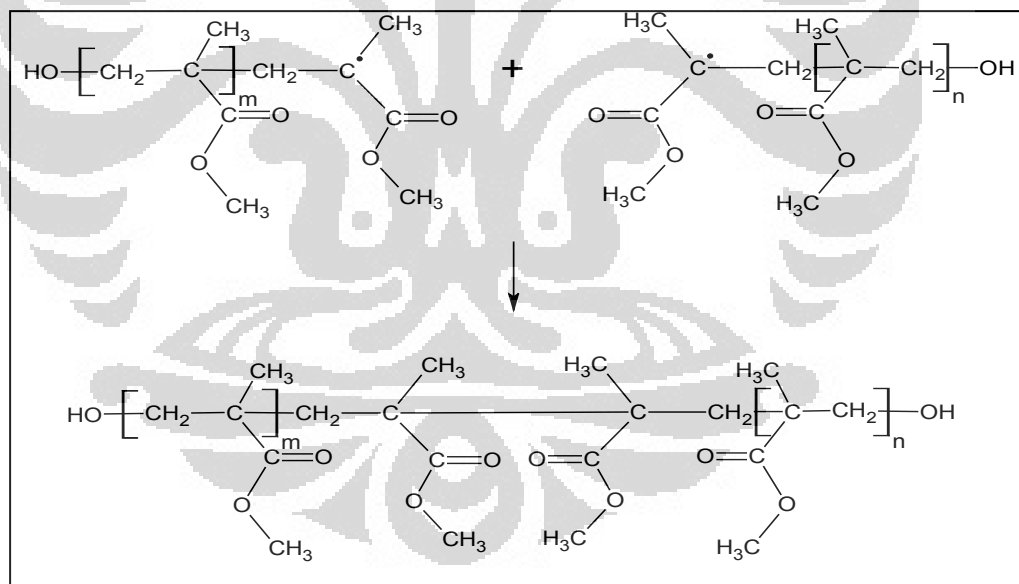
Radikal hidroksil yang terbentuk selanjutnya bereaksi dengan monomer metil metakrilat (MMA). Tahap penyerangan monomer oleh radikal hidroksil dikenal dengan inisiasi. Pada tahap ini radikal akan menyerang ikatan rangkap $\text{C}=\text{C}$ pada monomer MMA sehingga akan menghasilkan radikal monomer. Karena proses polimerisasi yang dilakukan merupakan polimerisasi bulk dan inisiator yang digunakan memiliki kepolaran yang berbeda dengan monomernya, maka proses bertemunya radikal dengan monomer didasarkan atas interaksi antar fasa. Dalam hal ini, monomer MMA bersifat nonpolar sedangkan inisiator yang digunakan bersifat polar. Karena perbedaan kepolaran tersebut menyebabkan luas kontak antar fasa menjadi sangat kecil. Untuk memperluas sudut kontak antar permukaan monomer dan inisiator itu, maka dalam proses polimerisasi ini dilakukan pengadukan. Dengan adanya pengadukan yang cepat, menyebabkan inisiator di dalam sistem akan terdispersi dalam monomer menjadi *droplet-droplet* yang kecil dan ketika telah dicapai kesetimbangan antar fasa, maka radikal dapat bereaksi dengan monomer. MMA sendiri merupakan monomer yang sedikit larut dalam air karena memiliki gugus ester yang cukup polar dan rantai karbon yang tidak terlalu panjang sehingga memungkinkan terjadinya inisiasi oleh inisiator yang bersifat polar tersebut. Hal ini terlihat pada data kelarutan sifat fisik monomer metil metakrilat yaitu 15 g/L. Dengan adanya kelarutan monomer terhadap air, menyebabkan luas kontak inisiator terhadap monomer menjadi semakin besar pula sehingga proses perpindahan radikal pun menjadi lebih mudah dan reaksi dapat berlangsung lebih cepat.

Penggabungan monomer-monomer berikutnya menghasilkan rantai yang lebih panjang sehingga dihasilkan suatu oligomer. Tahap perpanjangan ini biasa

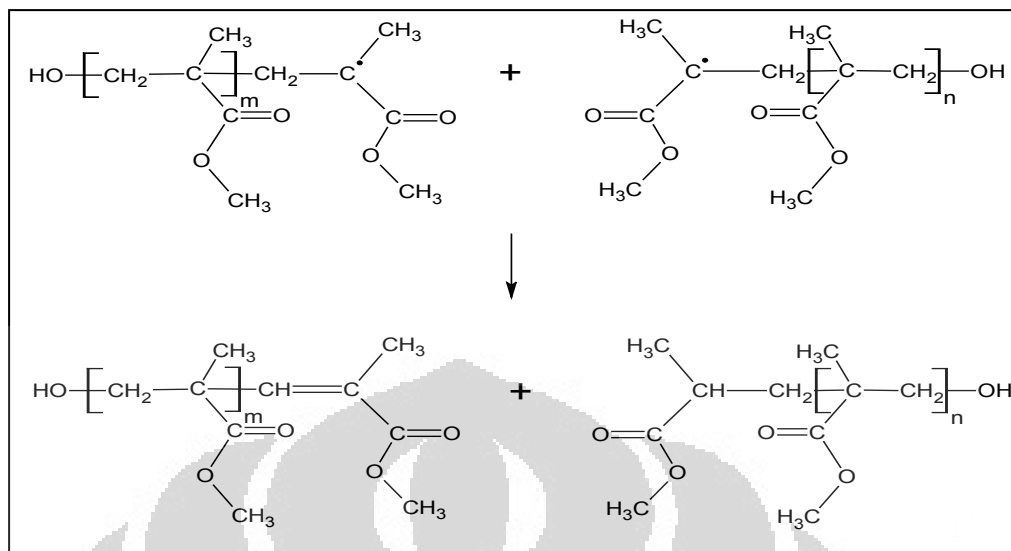
disebut propagasi. Propagasi berhenti ketika monomer telah habis, atau akibat terjadinya reaksi yang mengakibatkan tidak aktifnya radikal di ujung rantai, yang biasa disebut terminasi. Tahap terminasi dapat terjadi melalui dua proses yaitu kombinasi dan atau disproporsionasi (Abdullah, I., 2007). Proses kombinasi terjadi akibat adanya penggabungan dua radikal polimer atau oligomer menghasilkan suatu rantai polimer yang lebih panjang dengan fragmen-fragmen inisiator berada pada kedua ujung rantai polimer. Sedangkan pada disproporsionasi, terjadi transfer suatu atom, biasanya hidrogen, dari satu ujung rantai ke ujung rantai lainnya (Stevens, M., 2001). Pada terminasi jenis ini dihasilkan fragmen inisiator hanya pada satu ujung rantai polimer. Gambar 4.2 menunjukkan proses terminasi secara kombinasi dan disproporsionasi.

Terminasi

(a) kombinasi



(b) *disproporsionasi*

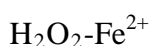


Gambar 4.2 Terminasi secara (a) kombinasi dan (b) disproporsionasi

[Sumber: Abdullah, 2007]

Dalam penelitian ini, telah dilakukan kontrol yaitu dengan mereaksikan monomer MMA menggunakan inisiator termal H_2O_2 pada waktu dan kondisi yang sama dengan menggunakan inisiator redoks. Hal ini dilakukan untuk memperkuat hasil polimerisasi yang dilakukan dalam penelitian ini merupakan hasil dari polimerisasi redoks. Dan ternyata dengan adanya kontrol tersebut telah dibuktikan bahwa pada penggunaan 5% inisiator redoks ($T=80^\circ\text{C}$ dan $t=3\text{jam}$) sudah terbentuk polimer MMA sedangkan pada kondisi yang sama dengan menggunakan inisiator termal H_2O_2 proses polimerisasi belum berlangsung, terlihat dari kondisi fisiknya yang masih sangat cair dan berbau menyengat. Dengan demikian proses polimerisasi yang berlangsung merupakan polimerisasi redoks.

4.2 Homopolimerisasi Metil Metakrilat dengan Inisiator Redoks



Pasangan inisiator redoks yang akan dijelaskan pada subbab ini adalah $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$ yang sering disebut dengan fenton reagen. Sistem inisiator redoks sangat sering digunakan terutama dalam media *aqueous*. Namun, inisiator redoks juga dapat dilakukan dalam media organik. Sistem redoks ini terdiri dari agen

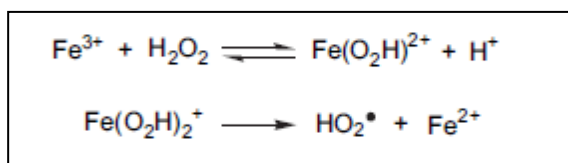
pereduksi dan agen pengoksidasi. Inisiator redoks sering hanya membentuk satu radikal, misalnya, sistem fenton dari garam ferro dan hidrogen peroksida yang mampu meningkatkan efisiensi proses inisiasi. Fenton reagen dikenal dengan kemampuannya dalam memberikan efek pada polimerisasi vinil. Mekanisme dari partisipasi fenton reagen dalam reaksi perpanjangan rantai dijelaskan dengan adanya pembentukan radikal hidroksil oleh interaksi antara hidrogen peroksida dengan ion Fe^{2+} yang bertanggung jawab atas proses inisiasi polimerisasi. Adapun mekanisme pembentukan radikal hidroksil dari fenton reagent ditunjukkan pada Gambar 4.3 di bawah ini:



Gambar 4.3 Mekanisme pembentukan radikal hidroksil oleh reaksi redoks $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$

[Sumber: Braun,D., et al., 2005]

Ketika garam fero digunakan, radikal hidroksil akan diproduksi secara langsung oleh reaksi cepat antara ion Fe^{2+} dengan hidrogen peroksida. Dari reaksi tersebut, Fe^{2+} akan teroksidasi menghasilkan ion Fe^{3+} . Dengan garam feri, radikal hidroksil dihasilkan pada proses tahap kedua dengan reaksi lambat antara ion Fe^{3+} dengan hidrogen peroksida diikuti oleh reaksi cepat antara ion Fe^{2+} yang dihasilkan dengan hidrogen peroksida yang masih ada dalam sistem. Efisiensi dari proses fenton sangat bergantung pada H_2O_2 dan konsentrasi Fe^{2+} . Gambar 4.4 di bawah ini merupakan intermediet pembentukan Fe^{2+} dari reaksi Fe^{3+} dengan H_2O_2 . Hal ini dikarenakan, Fe^{3+} akan membentuk intermediet berupa kompleks $\text{Fe}(\text{O}_2\text{H})_2^+$ sebelum akhirnya menghasilkan radikal hidroksil dan membentuk Fe^{2+} kembali. Oleh karena itu, reaksi pembentukan Fe^{2+} dan HOO^{\cdot} ini berjalan lambat.

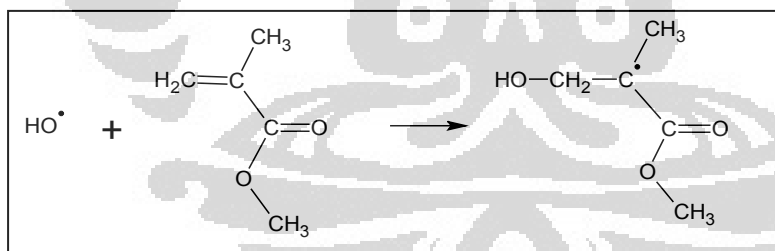


Gambar 4.4 Intermediet pembentukan Fe^{2+} oleh reaksi Fe^{3+} dengan H_2O_2

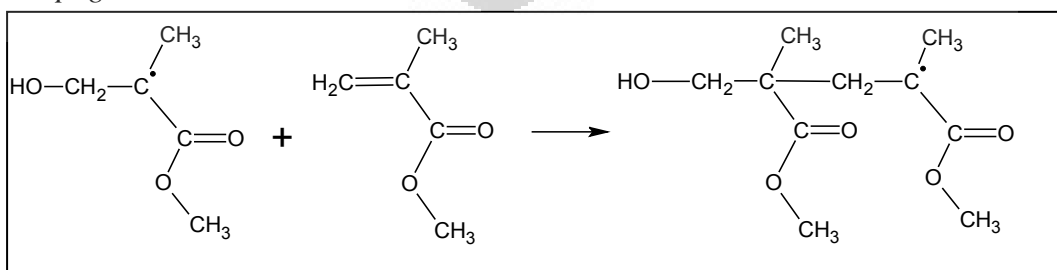
[Sumber: Barros, J.A.G., et al., 2006]

Radikal hidroksil yang terbentuk selanjutnya bereaksi dengan monomer metil metakrilat (MMA). Tahap penyerangan monomer oleh radikal hidroksil dikenal dengan inisiasi. Selanjutnya tahap inisiasi akan dilanjutkan dengan tahap propagasi yaitu tahap perpanjangan rantai monomer menjadi oligomer kemudian selanjutnya akan membentuk polimer metil metakrilat. Tahap akhir pada reaksi polimerisasi adalah tahap terminasi yang merupakan suatu tahapan penggabungan radikal polimer-polimer yang ada. Seperti yang telah dijelaskan pada subbab homopolimerisasi metil metakrilat, tahap terminasi dapat terjadi secara kombinasi dan disproporsionasi. Adapun mekanisme reaksi terjadinya proses inisiasi, propagasi, dan terminasi ditunjukkan pada Gambar 4.5 di bawah ini:

Inisiasi: penyerangan monomer oleh radikal hidroksil

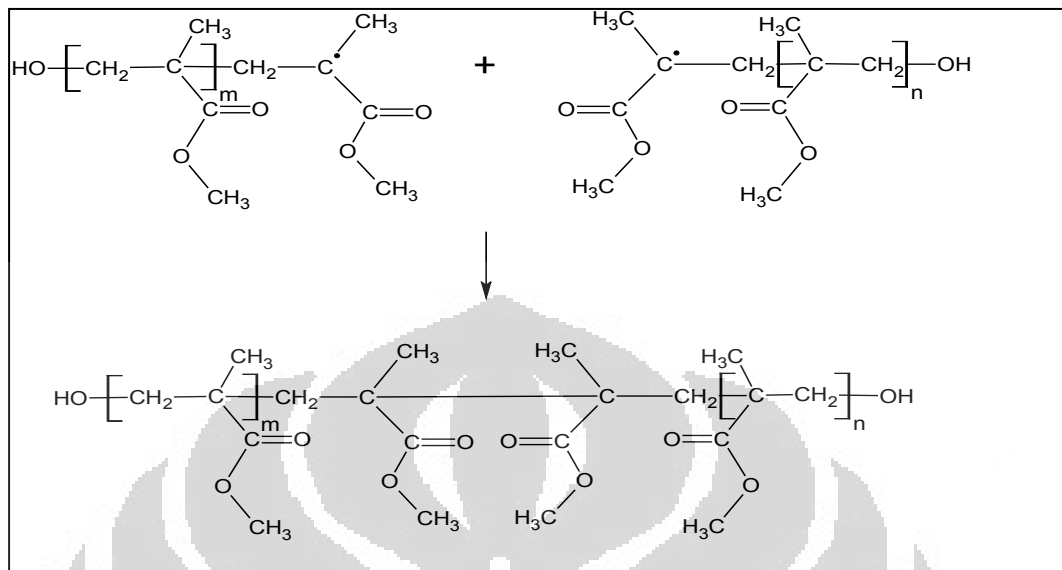


Propagasi

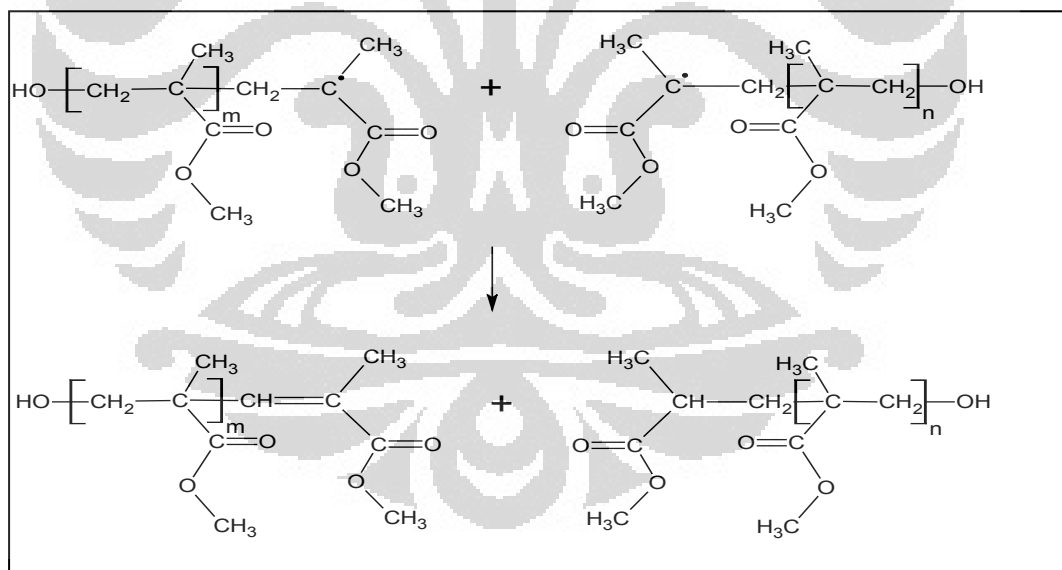


Terminasi

(a) *kombinasi*



(b) *disproporsionasi*



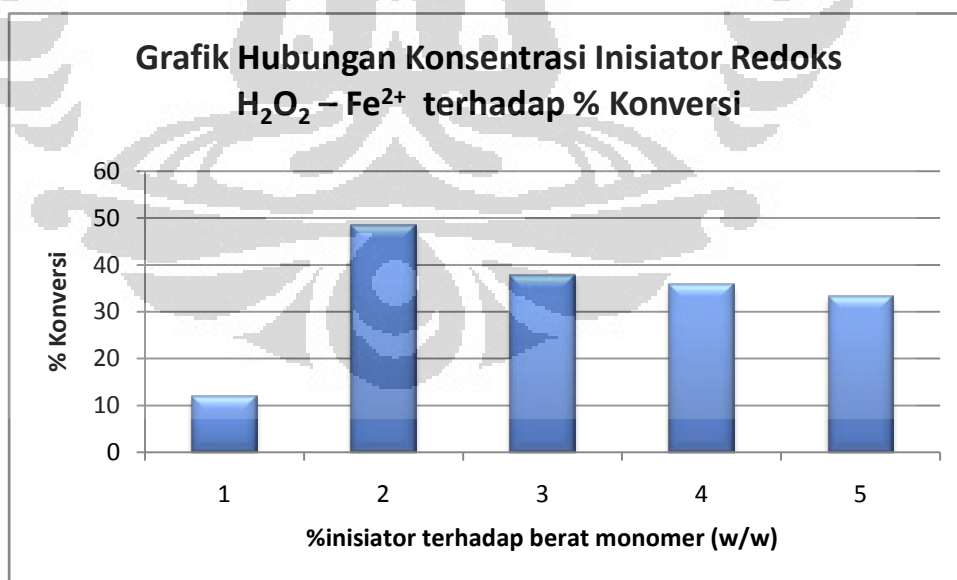
Gambar 4.5 Tahapan mekanisme polimerisasi metil metakrilat dengan radikal hidroksil dari inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2 - \text{Fe}^{2+}$

4.2.1 Pengaruh Konsentrasi Inisiator Redoks $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ 9:1 (w/w) terhadap Persen Konversi

Dalam subbab ini akan dibahas mengenai pengaruh konsentrasi inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$ terhadap persen konversi. Nilai persen konversi merupakan salah satu parameter analisis dalam proses polimerisasi. Nilai ini dapat dipengaruhi oleh konsentrasi inisiator yang digunakan. Banyak penelitian yang mengatakan bahwa inisiator sangat berperan dalam persen konversi, ukuran partikel, dan keseragaman molekul. Nilai persen konversi yang didapat dari variasi konsentrasi inisiator dapat dilihat pada Gambar 4.6 dan Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Data persen konversi pada variasi konsentrasi inisiator

%inisiator terhadap berat monomer (w/w)	Solid Content (%konversi)
1	11,86
2	48,53
3	37,62
4	35,78
5	33,24



Gambar 4.6 Grafik hubungan konsentrasi inisiator Redoks $\text{H}_2\text{O}_2 - \text{Fe}^{2+}$ terhadap persen konversi

Berdasarkan data pada Gambar 4.6 dan Tabel 4.2 dapat dilihat bahwa dengan meningkatnya konsentrasi inisiator yang digunakan, nilai persen konversi yang dihasilkan pada awalnya meningkat, selanjutnya dengan bertambahnya inisiator yang digunakan ternyata persen konversi yang dihasilkan cenderung menurun. Hal ini tidak sesuai dengan teori Smith Ewart karena dengan meningkatnya konsentrasi inisiator yang digunakan maka radikal bebas yang dihasilkan dari dekomposisi inisiator akan lebih banyak dan akan meningkatkan laju polimerisasi sehingga persen konversi yang dihasilkan akan lebih tinggi. Hasil yang sama juga ditunjukkan pada penelitian yang dilakukan oleh Sajjadi et. al.

Namun lain halnya pada hasil penelitian yang dilakukan secara *bulk*. Pada penelitian ini, terlihat penggunaan 1% konsentrasi inisiator terhadap berat monomer ternyata menghasilkan persen konversi sebesar 11,86%. Pada penggunaan 2% inisiator terjadi peningkatan persen konversi yang cukup signifikan yaitu sebesar 48,53%. Namun, ketika persen konsentrasi dinaikkan menjadi 3%, ternyata persen konversi yang dihasilkan menurun. Begitu pula untuk 4% dan 5% konsentrasi inisiator yang digunakan, penurunan persen konversi terjadi namun tidak signifikan. Berdasarkan data persen konversi yang diperoleh ternyata didapatkan persen konsentrasi inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2 - \text{Fe}^{2+}$ optimum pada 2% inisiator terhadap berat monomer (w/w).

Terlihat dari data pengamatan bahwa pada saat konsentrasi inisiator tertentu dicapai (yaitu 2% inisiator redoks), tingkat konsentrasi inisiator yang lebih tinggi ternyata tidak meningkatkan persen konversi polimerisasi MMA. Di atas batas tertentu, kelimpahan radikal hidroksil ini ternyata memicu partisipasi radikal yang dihasilkan dalam terminasi pertumbuhan rantai polimer sehingga menyebabkan terjadinya penurunan nilai persen konversi pada polimerisasi MMA (Sanli, O., Pulet, E., 1993). Hal lainnya yang menyebabkan terjadinya penurunan persen konversi ini dikarenakan semakin banyak konsentrasi inisiator yang digunakan maka fasa polar yang digunakan dalam reaksi polimerisasi akan semakin banyak pula. Hal ini dapat mempengaruhi proses perpindahan radikal ke monomer yaitu radikal hidroksil yang dihasilkan dari hasil reaksi redoks akan lebih suka (terperangkap) dalam fasa polar sehingga jumlah radikal yang

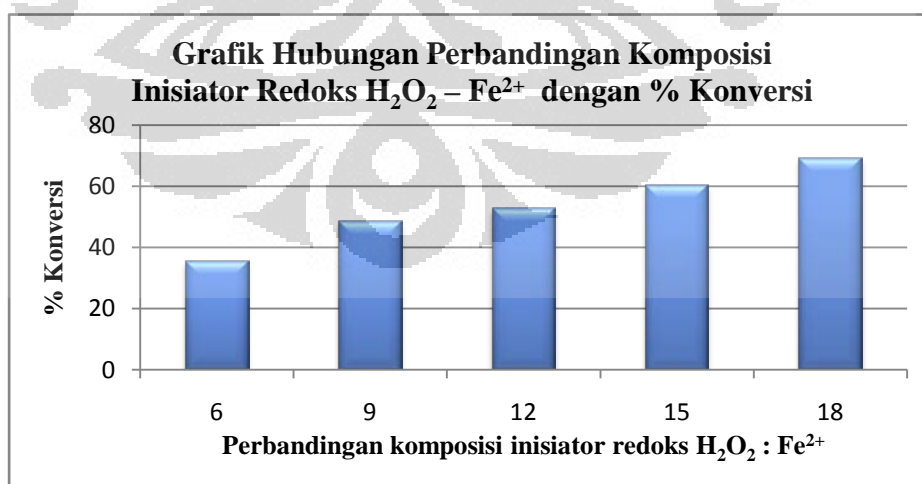
terdistribusi ke dalam monomer yang bersifat lebih hidrofobik akan lebih sedikit jumlahnya.

4.2.2 Pengaruh Perbandingan Komposisi Inisiator Redoks $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$ terhadap Persen Konversi

Pada penjelasan subbab 4.2.1 diperoleh data konsentrasi inisiator optimum untuk inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2 - \text{Fe}^{2+}$ adalah pada 2% inisiator (w/w). Pada kondisi ini akan dilakukan perbandingan komposisi inisiator redoks guna mengetahui agen yang berpengaruh dominan pada reaksi polimerisasi. Nilai persen konversi yang didapat dari variasi perbandingan komposisi inisiator dapat dilihat pada Gambar 4.7 dan Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Data persen konversi variasi perbandingan komposisi (w/w) inisiator

perbandingan komposisi inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2:\text{Fe}^{2+}$	Solid Content (%konversi)
6 : 1	35,46
9 : 1	48,53
12 : 1	52,62
15 : 1	60,43
18 : 1	69,29



Gambar 4.7 Grafik hubungan perbandingan komposisi inisiator Redoks $\text{H}_2\text{O}_2 - \text{Fe}^{2+}$ (w/w) terhadap persen konversi

Berdasarkan data di atas, dapat terlihat bahwa semakin besar perbandingan $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$ maka nilai persen konversi yang dihasilkan pun semakin besar pula. Dapat disimpulkan bahwa semakin banyak H_2O_2 yang digunakan dalam reaksi maka nilai persen konversinya pun semakin meningkat. Hal ini mungkin saja terjadi karena pada penggunaan pasangan inisiator dengan perbandingan yang besar seperti $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+} = 18:1$ maka radikal hidroksil yang dihasilkan pun semakin banyak pula. Karena H_2O_2 merupakan sumber penghasil radikal hidroksil sedangkan Fe^{2+} merupakan katalis yang mampu mempercepat proses pembentukan radikal sebagai sumber inisiasi. Sebagai katalis biasanya jumlah yang diperlukan dalam sistem cukup jumlah yang sedikit sekali. Semakin besar jumlah H_2O_2 yang digunakan maka radikal hidroksil yang dihasilkan akan semakin banyak pula. Dalam hal ini, ion besi (III) yang dihasilkan oleh reaksi redoks antara senyawa peroxo dan senyawa logam besi (II) akan bereaksi lagi dengan hidrogen peroksida membentuk ion Fe^{2+} kembali, sehingga hanya sedikit sekali ion besi (II) yang diperlukan. Dengan demikian proses pembentukan radikal hidroksil akan berlangsung secara teratur dan kontinyu sehingga proses polimerisasi akan berlangsung lebih cepat.

Lain halnya dengan perbandingan $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+} = 6:1$. Pada perbandingan ini tampak jelas bahwa H_2O_2 yang digunakan sebagai sumber radikal sedikit sedangkan Fe^{2+} yang digunakan berjumlah cukup besar. Dalam hal ini, dapat diketahui bahwa radikal hidroksil yang dihasilkan pun akan jauh lebih sedikit jika dibandingkan dengan $\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+} = 18:1$. Apabila jumlah Fe^{2+} yang digunakan terlalu banyak maka sangat dimungkinkan pembentukan radikal hidroksil diawal dalam jumlah yang besar dan kelimpahan radikal hidroksil ini ternyata tidak mempromosikan polimerisasi melainkan memicu partisipasi radikal yang dihasilkan dalam terminasi pertumbuhan rantai polimer sehingga menyebabkan terjadinya penurunan nilai persen konversi pada polimerisasi MMA (Sanli, O., Pulet, E., 1993).

4.3 Homopolimerisasi Metil Metakrilat dengan Inisiator Redoks H_2O_2 /Asam Askorbat

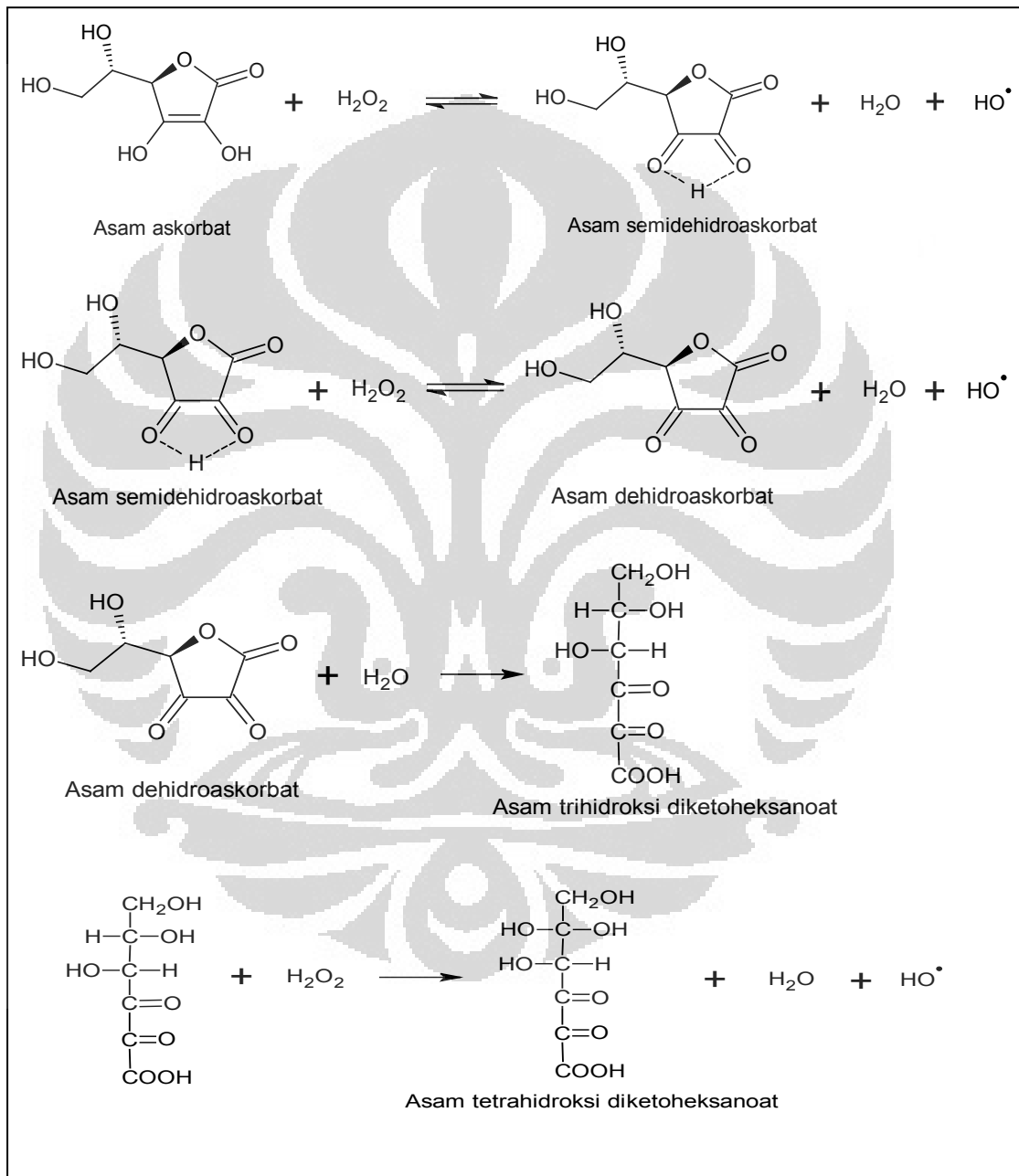
Pasangan inisiator redoks yang akan dijelaskan dalam subbab ini adalah H_2O_2 /Asam askorbat. Seperti yang telah diketahui, asam askorbat merupakan senyawa yang sangat mudah terdegradasi pada suhu yang tinggi. Pada penelitian ini, reaksi polimerisasi berlangsung pada suhu $80^{\circ}C$. Oleh karena itu, H_2O_2 dimasukkan terlebih dahulu baru setelah itu asam askorbat dimasukkan ke dalam reaktor yang telah berisi monomer tersebut. Hal ini dilakukan atas dasar pertimbangan asam askorbat yang sangat mudah teroksidasi pada suhu tinggi sehingga apabila posisinya dibalik maka asam askorbat akan teroksidasi lebih dulu menjadi asam dehidroaskorbat sebelum bereaksi dengan H_2O_2 . Dan hal seperti ini harus dihindari karena dapat mengurangi jumlah radikal yang terbentuk.

Adapun tahapan-tahapan reaksi polimerisasi yang terjadi ketika menggunakan inisiator redoks H_2O_2 -Asam askorbat. Pada tahap inisiasi, asam askorbat yang dimasukkan ke dalam reaktor akan bereaksi dengan H_2O_2 menghasilkan asam semidehidroaskorbat (ASDA) dan radikal hidroksil ($HO\bullet$) seperti yang terlihat pada Gambar 4.8. ASDA yang terbentuk, karena masih memiliki sebuah hidrogen yang dapat didonorkan kepada oksidator, selanjutnya bereaksi dengan H_2O_2 membentuk asam dehidroaskorbat (ADA) dan juga radikal hidroksil. Gugus ester siklik (lakton) dalam struktur ADA dapat terhidrolisis menjadi asam trihidroksi diketoheksanoat (3HDH) yang selanjutnya bereaksi dengan H_2O_2 secara irreversibel menghasilkan asam tetrahidroksi diketoheksanoat (THDH) dan radikal hidroksil (Boutti, S., et al.,2005). Dengan demikian satu mol asam askorbat dapat mereduksi tiga mol H_2O_2 dan menghasilkan tiga mol radikal hidroksil. Oleh karena itu, jumlah H_2O_2 yang digunakan harus lebih banyak dibandingkan asam askorbat. Selain itu, jika terdapat kelebihan asam askorbat, maka asam askorbat dapat bertindak sebagai inhibitor terhadap dekomposisi H_2O_2 sehingga jumlah radikal yang dihasilkan jauh lebih sedikit (Boutti, S., et al.,2005).

Tahap selanjutnya yaitu propagasi dan terminasi, memiliki mekanisme yang sama seperti pada polimerisasi dengan inisiator redoks $H_2O_2 - Fe^{2+}$. Seperti

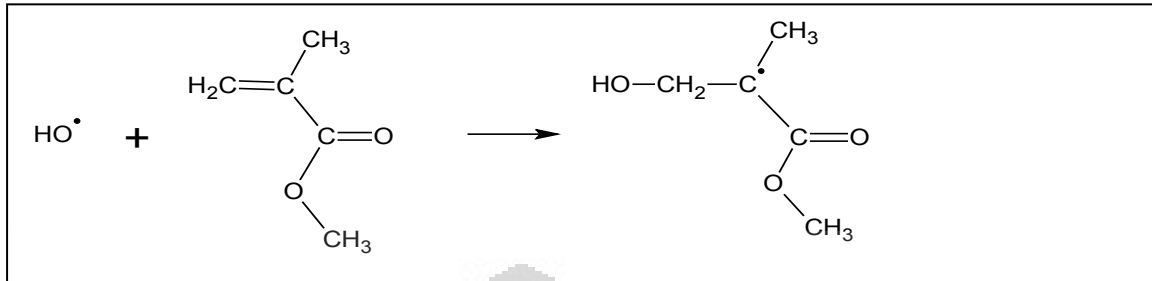
yang terlihat pada Gambar 4.8, propagasi terjadi melalui penggabungan monomer dengan suatu radikal oligomer, sedangkan terminasi terjadi akibat hilangnya radikal baik melalui kombinasi maupun disproporsionasi.

Inisiasi: empat tahap reaksi redoks membentuk radikal hidroksil

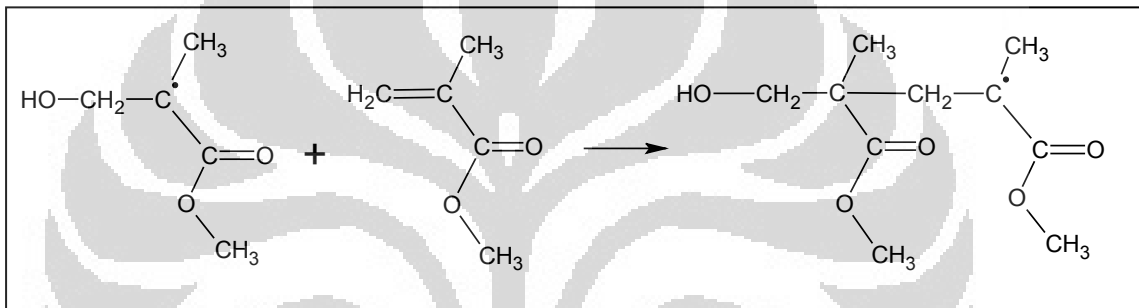


[Sumber: Boutti, S., et al., 2005]

Inisiasi: penyerangan monomer oleh radikal hidroksil

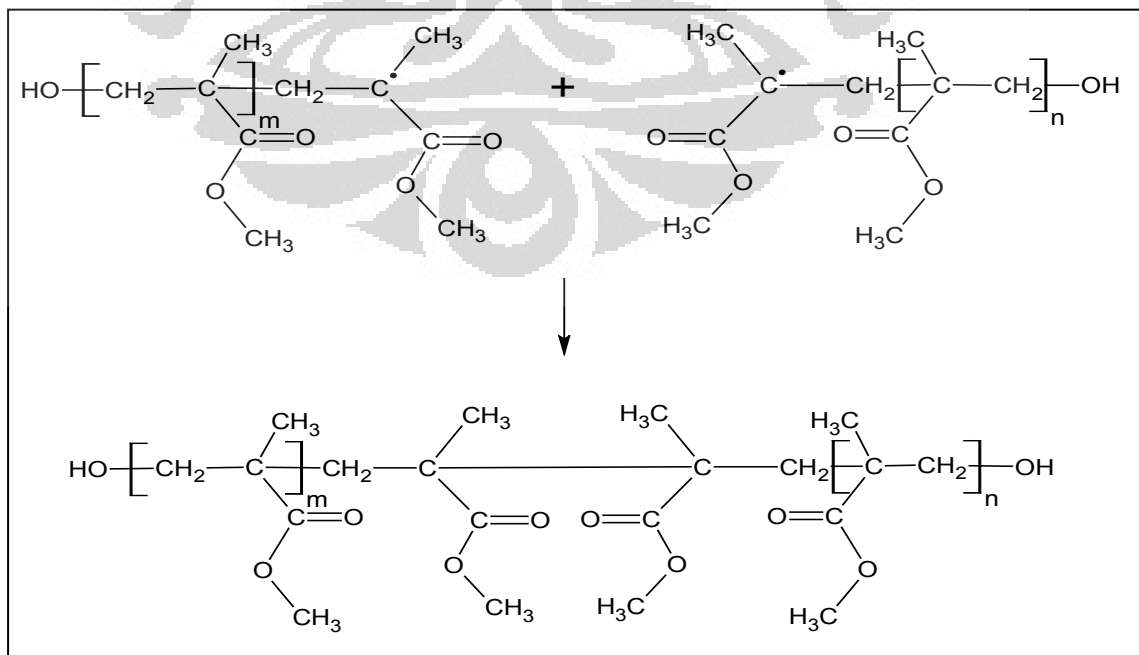


Propagasi

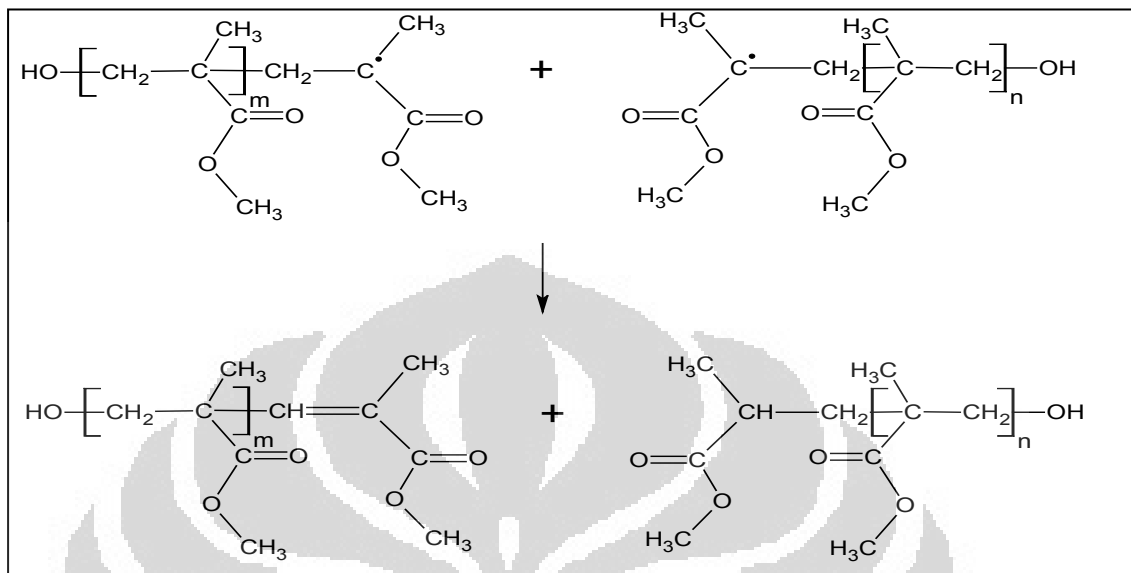


Terminasi

(a) kombinasi



(b) *disproporsionasi*



Gambar 4.8 Tahapan mekanisme polimerisasi metil metakrilat dengan radikal hidroksil dari inisiator redoks H_2O_2 – asam askorbat

4.3.1 Pengaruh Konsentrasi Inisiator Redoks H_2O_2 /Asam Askorbat terhadap Persen Konversi

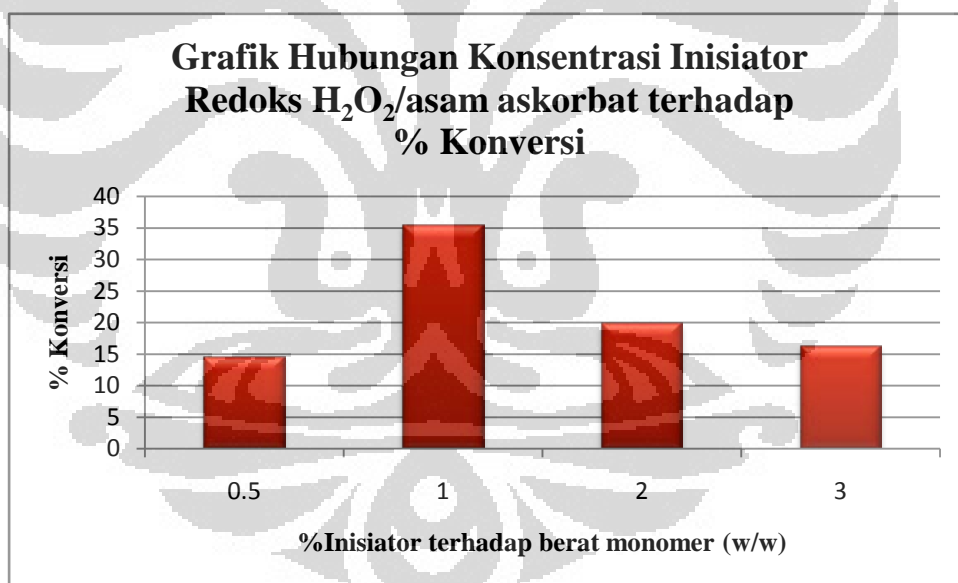
Dalam subbab ini akan dibahas mengenai pengaruh konsentrasi inisiator redoks H_2O_2 -Asam askorbat terhadap persen konversi. Perbandingan H_2O_2 /Asam askorbat yang digunakan dalam penentuan % konsentrasi inisiator optimum adalah 1:1 (w/w). Perbandingan tersebut diperoleh berdasarkan rasio molar optimum H_2O_2 :Asam askorbat yaitu 3:1 karena seperti yang telah dijelaskan pada subbab 4.3 bahwa satu mol asam askorbat dapat mereduksi tiga mol H_2O_2 . Kemudian perbandingan molar tersebut dikonversi ke dalam perbandingan berat (Lampiran 3) yang hampir setara dengan perbandingan 1:1 (w/w).

Seperti yang telah dijelaskan sebelumnya, nilai persen konversi merupakan salah satu parameter analisis dalam proses polimerisasi. Dan nilai ini dapat dipengaruhi oleh konsentrasi inisiator yang digunakan. Capek menyatakan bahwa laju polimerisasi meningkat seiring dengan kenaikan konsentrasi inisiator.

Peningkatan laju polimerisasi tersebut dapat meningkatkan kandungan padatan polimer yang dihasilkan, hal ini menandakan tingginya persen konversi polimerisasi. Nilai persen konversi yang didapat dari variasi konsentrasi inisiator dapat dilihat pada Gambar 4.9 dan Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Data persen konversi pada variasi konsentrasi inisiator

%inisiator terhadap berat monomer (w/w)	Solid Content (%konversi)
0,5	14,44
1	35,51
2	19,87
3	16,31



Gambar 4.9 Grafik hubungan konsentrasi inisiator Redoks H₂O₂ – asam askorbat terhadap persen konversi

Namun lain halnya pada hasil penelitian yang dilakukan secara *bulk*. Pada penelitian ini, terlihat pada penggunaan 0,5% konsentrasi inisiator terhadap berat monomer ternyata persen konversi yang dihasilkan hanya sebesar 14,44%. Pada

penggunaan 1% inisiator terjadi peningkatan persen konversi yang cukup signifikan yaitu sebesar 35,51%. Ketika persen konsentrasi dinaikkan menjadi 2% dan 3%, ternyata persen konversi yang dihasilkan menurun tetapi tidak signifikan. Berdasarkan data persen konversi yang diperoleh ternyata didapatkan persen konsentrasi inisiator redoks H_2O_2 – asam askorbat optimum pada 1% inisiator terhadap berat monomer (w/w).

Sama seperti pada penjelasan subbab 4.2.1, terlihat dari data pengamatan bahwa pada saat konsentrasi inisiator tertentu dicapai (yaitu 1% inisiator redoks), tingkat konsentrasi inisiator yang lebih tinggi ternyata tidak meningkatkan persen konversi polimerisasi MMA. Di atas batas tertentu, kelimpahan radikal hidroksil ini ternyata memicu partisipasi radikal yang dihasilkan dalam terminasi pertumbuhan rantai polimer sehingga menyebabkan terjadinya penurunan nilai persen konversi pada polimerisasi MMA. Penurunan persen konversi ini terjadi dikarenakan semakin banyak konsentrasi inisiator yang digunakan maka fasa polar yang digunakan dalam reaksi polimerisasi akan semakin banyak pula. Hal ini dapat mempengaruhi proses perpindahan radikal ke monomer yaitu radikal hidroksil yang dihasilkan dari hasil reaksi redoks akan lebih suka (terperangkap) dalam fasa polar sehingga jumlah radikal yang terdistribusi ke dalam monomer yang bersifat lebih hidrofobik akan lebih sedikit jumlahnya. Oleh karena itu, persen konversi yang dihasilkan pun semakin kecil.

4.3.2 Pengaruh Perbandingan Komposisi Inisiator Redoks H_2O_2 /Asam Askorbat terhadap Persen Konversi

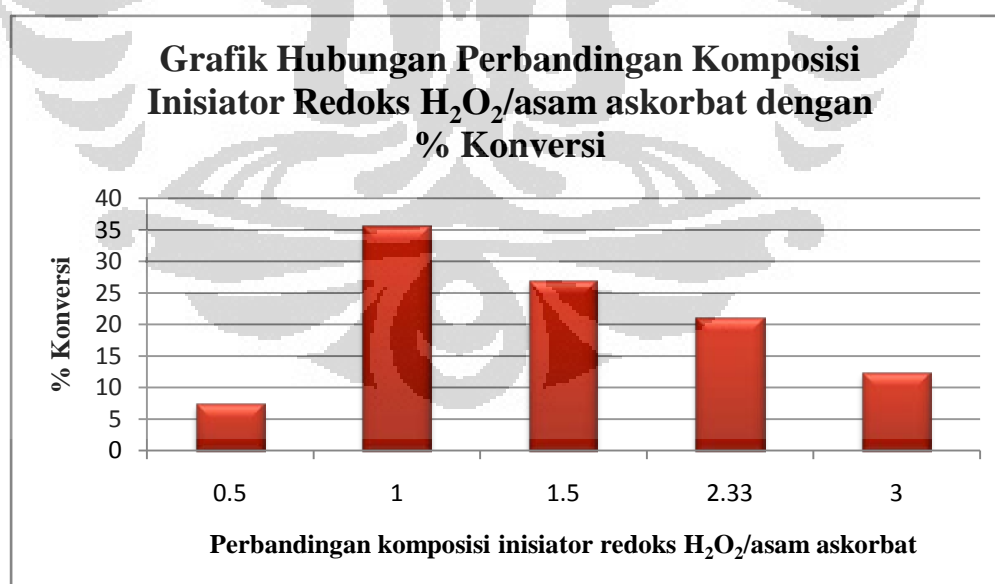
Pada penjelasan subbab 4.3.1 diperoleh data konsentrasi inisiator optimum untuk inisiator redoks H_2O_2 – asam askorbat adalah pada 1% inisiator (w/w). Pada kondisi ini akan dilakukan perbandingan komposisi inisiator redoks guna mengetahui agen yang berpengaruh dominan pada reaksi polimerisasi dan perbandingan optimum inisiator yang dapat menghasilkan persen konversi yang tinggi. Nilai persen konversi yang didapat dari variasi perbandingan komposisi inisiator dapat dilihat pada Gambar 4.10 dan Tabel 4.5.

Berdasarkan data pada Gambar 4.10 dan Tabel 4.5 dapat terlihat bahwa perbandingan optimum H_2O_2 /asam askorbat adalah pada perbandingan 1:1 yang

apabila dikonversi ke dalam perbandingan molar menjadi H_2O_2 /asam askorbat = 3:1. Hal ini sesuai dengan stoikiometri yang telah dijelaskan pada subbab 4.3 bahwa satu mol asam askorbat dapat mereduksi tiga mol H_2O_2 . Ternyata jika perbandingan H_2O_2 /asam askorbat diperbesar ataupun diperkecil dapat menyebabkan penurunan persen konversi. Hal ini dikarenakan apabila besarnya perbandingan tidak sesuai dengan stoikiometri (dengan % inisiator yang sama), maka akan terjadi penurunan jumlah radikal yang dihasilkan dengan adanya pereaksi pembatas.

Tabel 4.5 Data persen konversi pada variasi perbandingan komposisi inisiator

perbandingan komposisi inisiator redoks H_2O_2 /asam askorbat	Solid Content (% konversi)
1 : 2	7,28
1 : 1	35,51
3 : 2	26,92
7 : 3	20,95
3 : 1	12,31



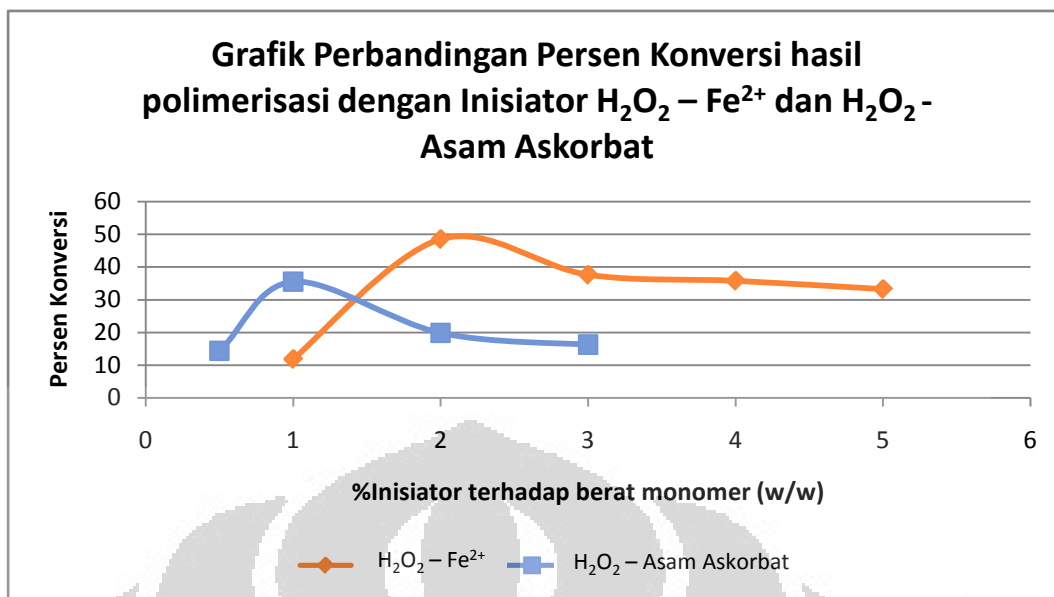
Gambar 4.10 Grafik hubungan perbandingan komposisi inisiator Redoks H_2O_2 – asam askorbat terhadap persen konversi

Dalam hal ini, ketika menggunakan inisiator H_2O_2 /asam askorbat=1:2 maka dapat terlihat jumlah asam askorbat yang berlebih dalam sistem. Pada perbandingan tersebut, H_2O_2 akan menjadi pereaksi pembatas sehingga ketika H_2O_2 telah habis bereaksi dengan asam askorbat, maka radikal hidroksil pun tidak dapat dihasilkan lagi karena H_2O_2 merupakan sumber penghasil radikal. Dengan demikian, radikal yang terbentuk dalam sistem hanya sedikit sehingga persen konversi pun menjadi kecil, karena dimungkinkan H_2O_2 yang tersedia telah habis lebih dulu di awal reaksi pertama yaitu ketika asam askorbat bereaksi dengan H_2O_2 menghasilkan asam semidehidroaskorbat (ASDA) dan radikal hidroksil ($\text{HO}\bullet$) yang seharusnya pada 1 mol asam askorbat dapat menghasilkan 3 mol radikal hidroksil dengan adanya H_2O_2 . Namun karena keterbatasan jumlah H_2O_2 menyebabkan radikal hidroksil yang terbentuk tidak sebanyak yang diharapkan.

Begitu pula pada perbandingan H_2O_2 /asam askorbat yang semakin besar yaitu pada perbandingan 3:2, 7:3, dan 3:1 dengan % inisiator yang sama (yaitu 1%). Terlihat pada grafik, semakin banyak H_2O_2 yang digunakan ternyata nilai persen konversi yang dihasilkan pun semakin menurun. Hal ini dikarenakan jumlah asam askorbat yang berada dalam sistem menjadi lebih sedikit sehingga asam askorbat akan menjadi pereaksi pembatas dan ini dapat menyebabkan reaksi pembentukan radikal dapat terhenti ketika persediaan asam askorbat telah habis bereaksi walaupun masih ada sisa H_2O_2 di dalam sistem. Oleh karena itu persen konversi yang dihasilkan pun tidak setinggi perbandingan 1:1.

4.4 Perbandingan Persen Konversi Inisiator Redoks $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$ dengan Inisiator Redoks H_2O_2 -Asam Askorbat

Pada subbab ini akan dijelaskan mengenai pengaruh jenis pasangan inisiator redoks terhadap persen konversi. Dalam penelitian ini, diperoleh hasil bahwa persen konversi yang dihasilkan dengan menggunakan pasangan inisiator redoks $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$ lebih besar dibandingkan dengan persen konversi yang dihasilkan dengan pasangan inisiator redoks H_2O_2 -asam askorbat. Hal ini dapat dilihat berdasarkan data hasil penelitian pada Gambar 4.11 di bawah ini.

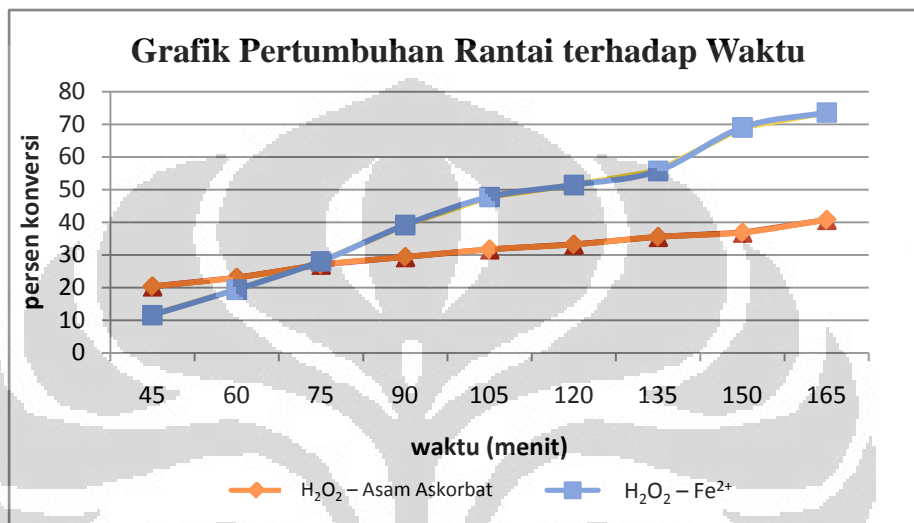


Gambar 4.11 Grafik Perbandingan Persen Konversi Hasil Polimerisasi dengan Inisiator $\text{H}_2\text{O}_2 - \text{Fe}^{2+}$ dan H_2O_2 -Asam askorbat

Berdasarkan Gambar 4.11 di atas, dapat terlihat perbedaan yang cukup signifikan antara persen konversi $\text{H}_2\text{O}_2 - \text{Fe}^{2+}$ dengan H_2O_2 -Asam askorbat pada penggunaan % inisiator yang sama tetapi menghasilkan trend yang hampir sama. Penjelasan mengenai % inisiator telah dijelaskan pada subbab 4.2.1 dan 4.3.1. Pada penggunaan inisiator $\text{H}_2\text{O}_2 - \text{Fe}^{2+}$ menghasilkan persen konversi yang lebih tinggi dibandingkan dengan penggunaan inisiator H_2O_2 -Asam askorbat. Hal ini dikarenakan proses pembentukan radikal antara masing-masing pasangan inisiator berbeda. Pada $\text{H}_2\text{O}_2 - \text{Fe}^{2+}$ cenderung membentuk radikal secara perlahan dan kontinyu menyebabkan proses inisiasi berlangsung secara perlahan dan proses propagasi berlangsung cepat sehingga diperoleh rantai polimer yang panjang. Berbeda dengan proses pembentukan radikal pada pasangan inisiator H_2O_2 -Asam askorbat, pada pasangan inisiator ini kemungkinan proses pembentukan radikal terjadi pada awal reaksi. Karena asam askorbat sangat mudah terdegradasi pada suhu di atas 70°C maka besar kemungkinan ketika asam askorbat direaksikan dengan H_2O_2 reaksi pembentukan radikal secara besar-besaran akan berlangsung diawal reaksi. Hal ini menyebabkan sebagian besar monomer akan mengalami inisiasi secara bersamaan diawal tetapi disisi lain kelimpahan radikal dapat

menyebabkan terjadinya terminasi lebih cepat (tidak sesuai dengan yang diharapkan). Oleh karena itu tidak terjadi pertumbuhan rantai secara signifikan pada polimerisasi dengan inisiator H_2O_2 -Asam askorbat ini.

Adapun Gambar 4.12 yang merupakan grafik pertumbuhan rantai polimer terhadap waktu dihitung setiap 15 menit sesaat setelah reaksi berlangsung selama 1 jam.



Gambar 4.12 Grafik Pertumbuhan Rantai Polimer MMA terhadap Waktu

Berdasarkan Gambar 4.12 di atas, dapat terlihat perbedaan pertumbuhan rantai antara masing-masing pasangan inisiator, dilihat berdasarkan persen konversi yang dihitung setiap kelipatan 15 menit sesaat setelah reaksi polimerisasi berlangsung selama 1 jam. Polimerisasi dengan H_2O_2 - Fe^{2+} memberikan pertumbuhan rantai polimer yang sangat besar, terlihat pada menit ke 165 telah menghasilkan persen konversi sekitar 70% dan tidak lama setelah itu polimer sudah mengeras didalam labu sehingga sangat sulit untuk dikeluarkan dari dalam labu. Sedangkan polimerisasi dengan H_2O_2 -Asam askorbat pertumbuhan rantai polimer tidak terjadi secara signifikan seperti pada H_2O_2 - Fe^{2+} , semakin lama waktu reaksi ternyata persen konversi yang dihasilkan tidak meningkat drastis, hal ini memperkuat alasan terjadinya pertumbuhan inti yang sangat besar pada awal reaksi seperti yang telah dijelaskan pada paragraf sebelumnya. Dan dari Gambar 4.13 terlihat pada menit ke 165 hanya menghasilkan persen konversi sekitar 40%,

nilai yang cukup jauh dibandingkan dengan persen konversi yang dihasilkan oleh $\text{H}_2\text{O}_2 - \text{Fe}^{2+}$.

Dengan demikian dapat terlihat bahwa laju pertumbuhan rantai polimer pada penggunaan inisiator $\text{H}_2\text{O}_2 - \text{Fe}^{2+}$ lebih besar dibandingkan dengan H_2O_2 -Asam askorbat.

4.5 Penentuan Berat Molekul Rata-Rata Polimer

Poli(metil metakrilat) yang diperoleh ditentukan berat molekul relatifnya berdasarkan pengukuran waktu alir masing-masing larutan yang dibuat. Pengukuran berat molekul ini dilakukan untuk mengetahui apakah polimer hasil sintesis telah menjadi polimer atau belum. Dan pengukuran ini juga dilakukan untuk mengetahui pengaruh jenis pasangan inisiator yang digunakan terhadap berat molekul rata-rata polimer.

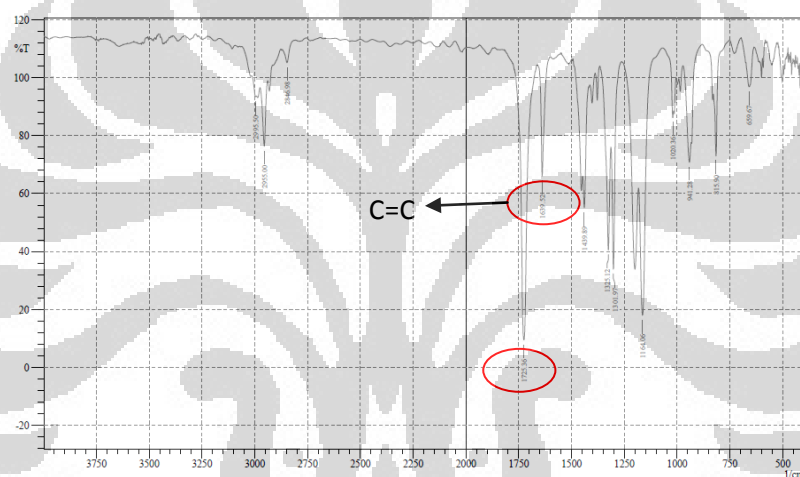
Berdasarkan hasil pengukuran yang terlampir pada Lampiran 10 dan Lampiran 11, polimer MMA yang dihasilkan dengan menggunakan pasangan inisiator $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$ memiliki berat molekul rata-rata sebesar 154.498,73 g/mol sedangkan polimer MMA yang dihasilkan dengan menggunakan pasangan inisiator H_2O_2 -asam askorbat memiliki berat molekul rata-rata sebesar 93.815,27 g/mol. Dari kedua jenis polimer hasil sintesis tersebut dapat diketahui bahwa BM rata-rata dari penggunaan inisiator $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$ lebih besar dibandingkan dengan inisiator H_2O_2 -asam askorbat.

Hal ini erat kaitannya dengan penjelasan pada subbab 4.4 mengenai laju polimerisasi yang dihasilkan dari kedua pasangan inisiator tersebut. Hasil pengukuran BM ini juga memperkuat alasan terjadinya terminasi diawal pada penggunaan inisiator H_2O_2 -asam askorbat karena produksi radikal hidroksil yang berlimpah yang memicu terjadinya inisiasi sekaligus terminasi diawal sehingga rantai polimer yang dihasilkan lebih pendek-pendek dibandingkan pada penggunaan inisiator $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$. Lebih lanjut lagi, produksi radikal yang berlimpah juga dapat menyebabkan BM polimer menurun karena monomer yang terdapat dalam sistem telah habis oleh reaksi inisiasi polimerisasi menyebabkan penurunan jumlah monomer untuk proses elongasi reaksi dan inilah yang dialami oleh polimerisasi pada penggunaan inisiator H_2O_2 -asam askorbat.

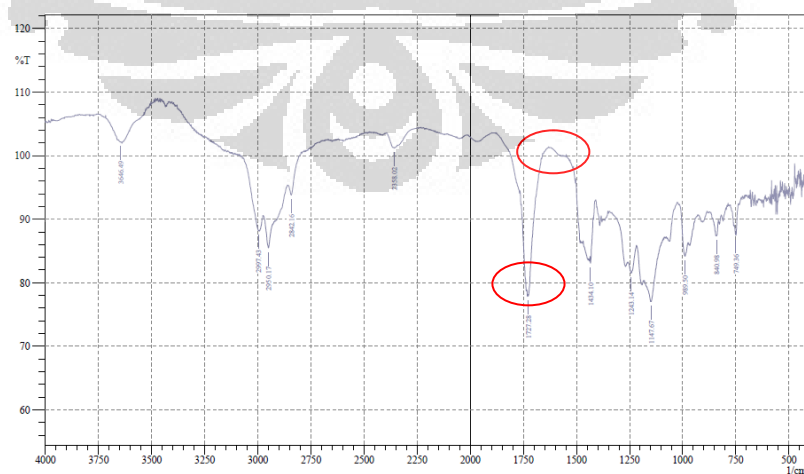
4.6 Karakterisasi Polimer Metil Metakrilat

4.6.1 Spektrum IR

Infra merah (IR) spektroskopi merupakan metode yang sangat populer untuk karakterisasi polimer. Teknik ini didasarkan pada vibrasi atom sebuah molekul. Spektrum infra merah suatu molekul adalah hasil transisi antara tingkat energi vibrasi yang berlainan. Spektrum infra merah suatu senyawa merupakan alur grafik antara bilangan gelombang (cm^{-1}) dengan transmittan (T) dan antara panjang gelombang dengan transmittan (T) karena adanya hubungan antara T dan A, maka spektrum infra merah dapat juga merupakan alur antara panjang gelombang dengan absorban.

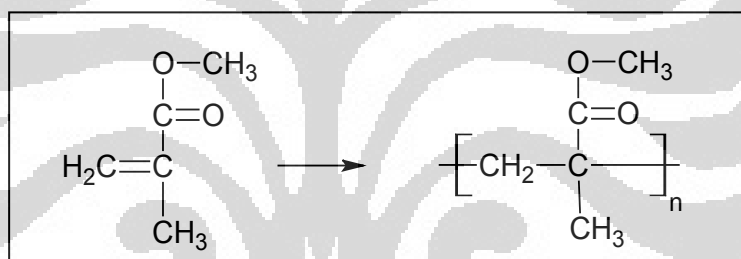


Gambar 4.13 Spektrum FTIR Monomer MMA



Gambar 4.14 Spektrum FTIR Polimer MMA

Karakterisasi polimer metil metakrilat dengan instrument FTIR dilakukan untuk membuktikan terjadinya polimerisasi metil metakrilat dari perubahan bilangan gelombang antara monomer MMA dengan polimer MMA. Spektra IR (Lampiran 6) atau pada Gambar 4.14 tersebut memperlihatkan adanya ikatan rangkap C=C yang hilang yang menunjukkan telah terjadinya reaksi polimerisasi secara adisi pada ikatan C=C yang terdapat pada monomer metil metakrilat (Lampiran 5) sehingga ikatan rangkap terkonjugasi menjadi hilang. Reaksi adisi dapat dikatakan telah berlangsung dengan membandingkan spektrum FTIR monomer MMA dengan spektrum FTIR polimer MMA. Pada spektrum monomer MMA muncul *peak* di daerah bilangan gelombang $1639,52\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya ikatan rangkap C=C, sedangkan untuk spektrum FTIR polimer MMA tidak muncul *peak* pada bilangan gelombang tersebut yang menyatakan bahwa ikatan rangkap C=C pada polimer MMA telah hilang.



Gambar 4.15 Reaksi polimerisasi adisi mengakibatkan tidak adanya ikatan rangkap konjugasi pada PMMA

Adanya ikatan rangkap C=C juga dapat dilihat secara spesifik dari spektrum FTIR polimer MMA yang menunjukkan tidak adanya *peak* uluran C—H sp^2 (=CH-) pada daerah $3000 - 3300\text{ cm}^{-1}$. Adapun bilangan gelombang $2950,17\text{ cm}^{-1}$ yang terlihat pada spektrum FTIR polimer MMA menunjukkan bilangan gelombang maksimum yang dimiliki uluran CH_3 yang dipengaruhi adanya uluran CH_2 . Sedangkan bilangan gelombang $1147,67\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya uluran C—O—C dari gugus ester. *Peak* dari gugus ini biasanya muncul di daerah sidik jari pada *range* $1110 - 1300\text{ cm}^{-1}$.

Selain memperhatikan hilangnya *peak* yang menunjukkan ikatan rangkap C=C pada monomer MMA, dapat diperhatikan pula bahwa pada spektra IR

(Lampiran 6) tersebut memperlihatkan adanya pergeseran bilangan gelombang dari gugus karbonil (C=O) ke arah bilangan gelombang yang lebih besar. Bilangan gelombang C=O dari monomer metil metakrilat adalah 1725 cm^{-1} (Lampiran 5), sedangkan pada poli(metil metakrilat) yang terbentuk adalah 1728 cm^{-1} . Adanya pergeseran bilangan gelombang ini diakibatkan oleh terjadinya reaksi polimerisasi secara adisi pada ikatan C=C yang terdapat pada metil metakrilat sehingga ikatan rangkap terkonjugasi menjadi hilang dan menyebabkan terjadinya kenaikan energi untuk melakukan *stretching* C=O. Kenaikan energi ini akan mengakibatkan terjadinya kenaikan bilangan gelombang (ν) sesuai persamaan:

$$E = hc\nu$$

Berdasarkan penjelasan spektrum FTIR di atas, dapat disimpulkan bahwa produk yang terbentuk merupakan polimer metil metakrilat.

4.6.2 Suhu Transisi Gelas

Termal analisis mengacu pada berbagai teknik di mana sebuah properti dari sampel diukur secara kontinu dan diprogram melalui profil temperatur yang telah ditentukan. Teknik yang paling umum digunakan adalah analisis gravimetri termal (TA) dan *Differential Scanning Calorimetry* (DSC). DSC merupakan model analisis termal yang paling akhir, dan telah menjadi metode pilihan untuk penelitian-penelitian kuantitatif terhadap transisi termal dalam polimer. Teknik ini merupakan teknik yang paling sering digunakan untuk karakterisasi T_g , T_m , T_c , dan panas peleburan dari polimer.

Selain karakterisasi dengan menggunakan FTIR, pengukuran suhu transisi gelas (T_g) dengan menggunakan DSC juga dapat dilakukan untuk membuktikan telah terjadinya polimerisasi. T_g poli(metil metakrilat) sebetulnya bergantung pada berat molekul dan taktisitas struktur yang dimilikinya, apakah isotaktik (masing-masing atom C kiral memiliki konfigurasi sama), sindiotaktik (atom C kiral yang berselang-seling memiliki konfigurasi sama), ataktik (distribusi konfigurasi acak), atau heterotaktik (campuran berbagai jenis taktisitas dalam satu rantai polimer). Taktisitas yang menghambat kebebasan rotasi mengakibatkan

suhu transisi gelasnya meningkat (Brandrup, J. & Immergut, E. H. (editor), 1989). Berikut ini Tabel 4.4 berisi data Tg PMMA pada berbagai taktisitas.

Tabel 4.6 Data Tg teoritis pada berbagai taktisitas

Taktisitas	Tg (K)
Ataktik	378
Isotaktik	311
Sindiotaktik	378
Heterotaktik	372

[Sumber: Brandrup, J. & Immergut, E. H. (editor), 1989]

Dari pengukuran dengan DSC, diperoleh nilai Tg PMMA hasil sintesis dengan menggunakan inisiator $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$ adalah sebesar $113,87^\circ\text{C}$ atau $386,87\text{ K}$ (Lampiran 8) dan Tg PMMA hasil sintesis dengan menggunakan inisiator H_2O_2 -asam askorbat adalah sebesar $106,05^\circ\text{C}$ atau $379,05\text{ K}$ (Lampiran 9). Dengan demikian dapat disimpulkan telah terjadi polimerisasi metil metakrilat dengan taktisitas polimer berupa ataktis atau sindiotaktis. Kondisi ini sejalan dengan teori bahwa polimerisasi secara radikal bebas menghasilkan polimer ataktis karena pada tahap propagasi, arah masuknya monomer untuk bereaksi dengan radikal oligomer yang berstruktur planar pada karbon radikal dapat dari atas atau bawah (dua arah) atau dengan kata lain pembentukan polimer oleh polimerisasi radikal mempunyai struktur *head-to-tail*. Hal ini dapat dilihat dalam mekanisme reaksi polimerisasinya yang terdapat pada subbab sebelumnya.

Berdasarkan nilai Tg yang diperoleh dari polimer hasil sintesis ternyata polimerisasi dengan menggunakan inisiator H_2O_2 -asam askorbat memiliki nilai Tg yang lebih kecil dibandingkan nilai Tg hasil polimerisasi dengan menggunakan inisiator $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$ adalah sebesar $113,87^\circ\text{C}$ atau $386,87\text{ K}$. Hal ini berkaitan dengan besarnya berat molekul rata-rata yang dihasilkan seperti pada penjelasan subbab 4.5. Semakin besar nilai BM rata-rata maka nilai Tg pun akan semakin besar pula.

BAB 5

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

- Inisiator redoks memberikan laju polimerisasi yg lebih tinggi dibanding inisiator termal (kontrol).
- Kenaikan konsentrasi inisiator dapat menaikkan persen konversi yang dihasilkan sampai tingkat optimum tertentu yang bergantung pada jenis monomer dan inisiator yang digunakan.
- Perbandingan optimum inisiator $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$ adalah pada $\text{H}_2\text{O}_2\text{:FeSO}_4$ (w/w) = 18 : 1 dengan % terhadap monomer (w/w) = 2%, menghasilkan persen konversi 69,29 % dan memiliki berat molekul rata-rata sebesar 154.498,73 g/mol dengan nilai Tg 113,87°C atau 386,87 K.
- Perbandingan optimum inisiator H_2O_2 - Asam Askorbat adalah pada H_2O_2 : AscA (w/w) = 1 : 1 dengan % terhadap monomer (w/w) = 1%, menghasilkan persen konversi sebesar 35,51% dan memiliki berat molekul rata-rata sebesar 93.815,27 g/mol dengan nilai Tg 106,05°C atau 379,05 K.
- Penggunaan inisiator $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$ menghasilkan persen konversi dan BM rata-rata polimer yang lebih tinggi dibandingkan inisiator H_2O_2 - Asam Askorbat.
- Dengan waktu dan kondisi yang sama, proses perpanjangan rantai polimer tiap satuan waktu pada penggunaan inisiator $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Fe}^{2+}$ terjadi lebih cepat dan signifikan dibandingkan inisiator H_2O_2 - Asam Askorbat.

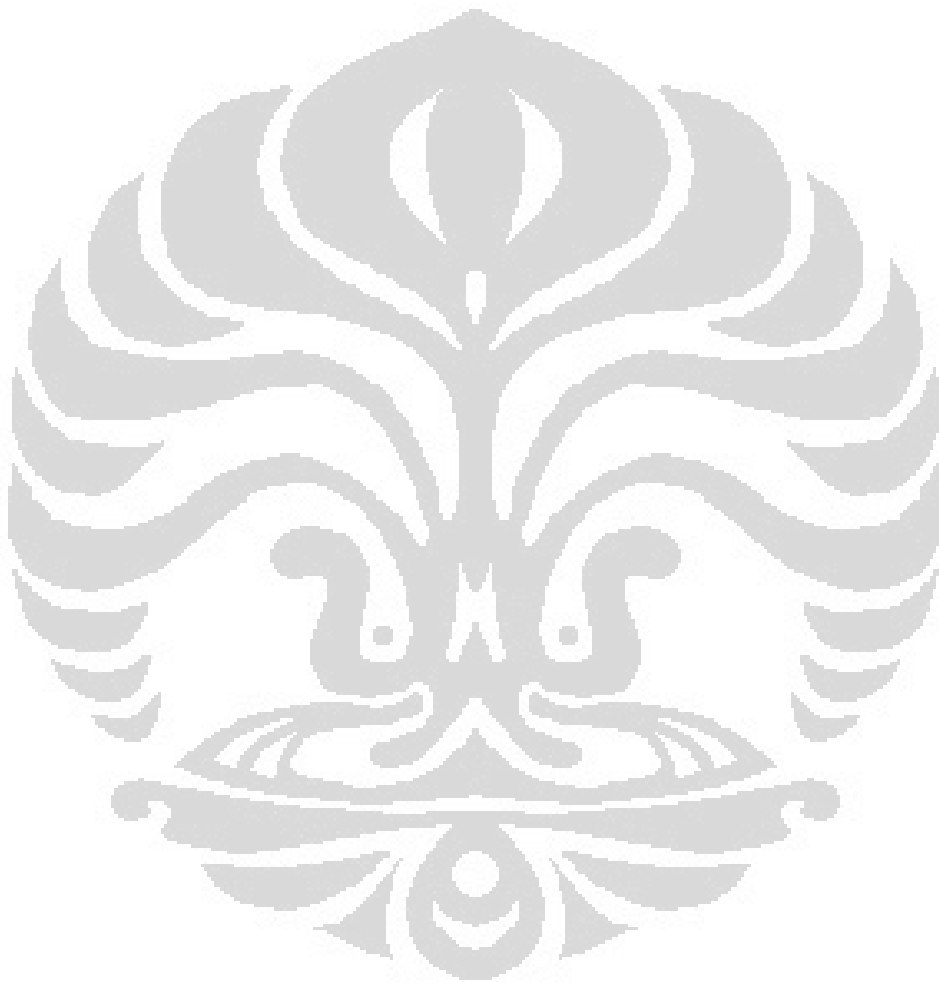
5.2 Saran

Penelitian ini masih memiliki banyak kekurangan, sehingga perlu dilakukan penelitian lebih lanjut terhadap formula homopolimerisasi metil metakrilat dengan menggunakan inisiator redoks ini untuk pengembangan penelitian selanjutnya, antara lain:

- Perlu dilakukan parameter analisis GPC untuk mengetahui distribusi berat molekul yang dihasilkan dengan menggunakan masing-masing pasangan

inisiator redoks tersebut dan selanjutnya dibandingkan dengan inisiator termal.

- Perlu dilakukan variasi temperature, waktu reaksi, dan teknik polimerisasi untuk mengetahui kondisi optimum pada polimerisasi redoks ini.
- Perlu dilakukan parameter analisis TEM untuk mengetahui bentuk morfologi polimer yang dihasilkan.



DAFTAR PUSTAKA

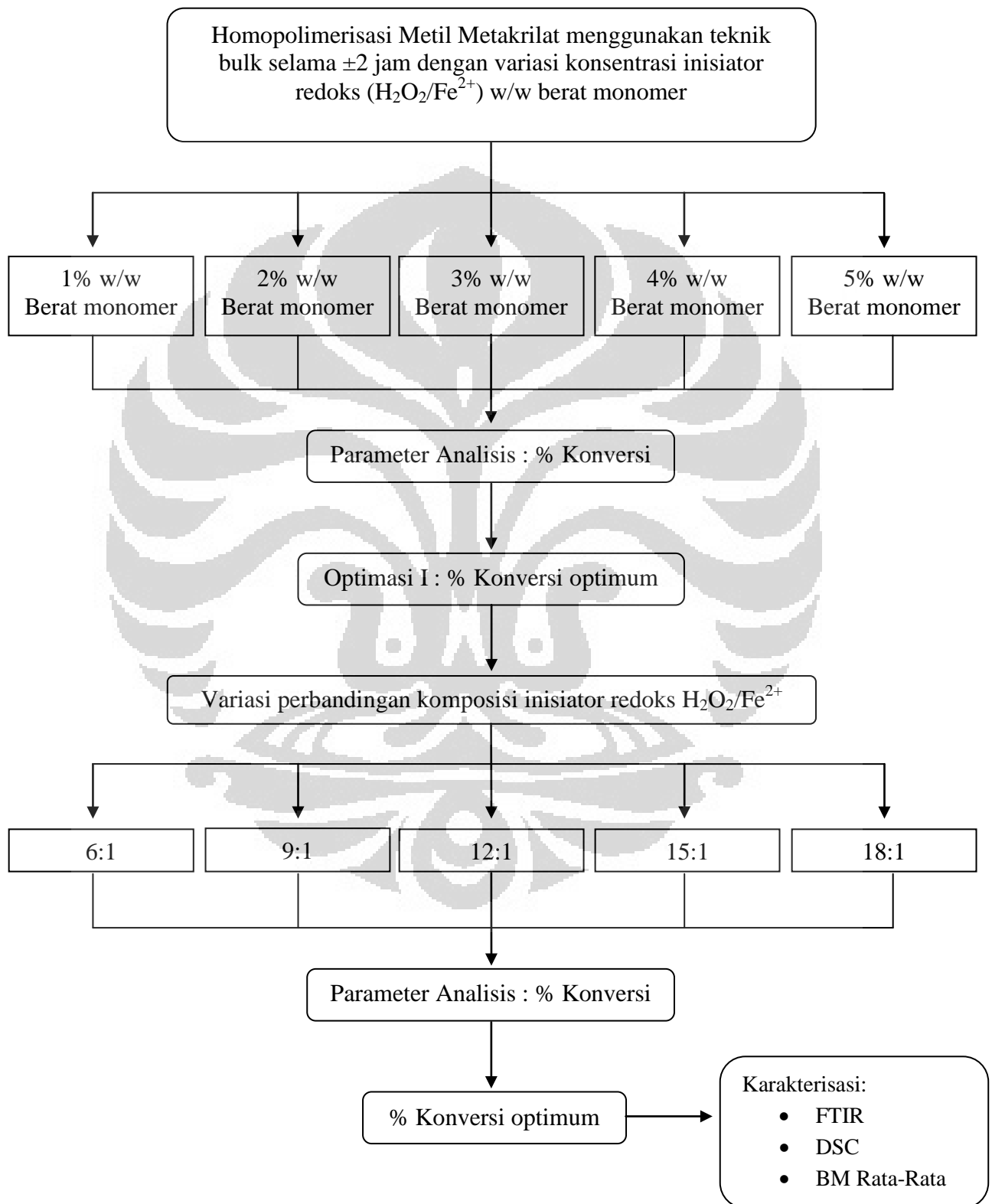
- Abdullah, I. (2007). *Studi Polimerisasi Core-Shell Metil Metakrilat-Butil Akrilat: Pengaruh Konsentrasi Monomer, Jenis dan Komposisi Inisiator terhadap Ukuran Partikel dan Indeks Polidispersitas*. Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI.
- Bao, J., & Aimin Zhang. (2004). Poly(methyl methacrylate) Nanoparticles Prepared through Microwave Emulsion Polymerization. *Wiley Interscience*. Vol. 93, 2815-2820.
- Barros, J.A.G., et al. (2006). Poly(N-vinyl-2-pyrrolidone) Hydrogels Produced by Fenton Reaction. *Polymer* 47, 8414-8419.
- Boutti, S., et al. (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. & Immergut, E. H. (editor). (1989). *Polymer Handbook*, 3rd edition. USA: John Willey & Sons.
- Braun, D., et al. (2005). *Polymer Synthesis: Theory and Practice, Fundamentals, Methods, Experiment*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg; xii + 385 hlm.
- Budianto, E., & Sarwono, A. (2008). Pengaruh Variasi Inisiator dan Teknik Polimerisasi Terhadap Ukuran Partikel Pada Kopolimerisasi Emulsi Stirena-Butil Akrilat-Metil Metakrilat. *Jurnal Makara Sains Volume 12*, 2, 61-68.
- Capek. (1991). Seeded Emulsion Polymerization of Butyl Acrylate. *Acta Polymerica*, 42(6).
- DeRosa, Rebecca L. (2008). *Intrinsic Viscosity Characterization of PS and PMMA*. Inamori School of Engineering: Alfred University. http://matdl.org/repository/eserv/matdl:972/NTR_105620_Intrinsic_Viscosity_Characterization.pdf diakses pada tanggal 7 Juni 2010 pukul 00.02 WIB.

- Egen, M., & Zentel, R. (2001). Surfactant-free Emulsion Polymerization of Various Methacrylates, towards Monodisperse Colloids for Polymer Opal, *Macromol. Chem. Phys*, 202, 3502-3505.
- Giwangkara S, EG. (2007). *Spektrofotometri Infra Merah*. 29 Mei 2010. <http://tomod4chi.wordpress.com/2008/06/08/spektrofotometer-infra-merah/8/06/08/spektrofotometer-infra-merah/>
- Hafizah, M.A.E. (2004). Optimasi Proses Polimerisasi Vinil Asetat. Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI.
- Hartomo. (1993). *Dasar-Dasar Profesi Politeknik Pemrosesan Polimer Praktis*, Andi, Yogyakarta.
- Herrera-Ordenez, J., & R, Olayo. (2002). *Methyl Methacrylate Emulsion Polymerization at Low Monomer Concentration : Kinetic Modelling of Nucleation, Particle Size Distribution and Rate of Polymerization*. Mexico : Universitas Autonoma Metropolitana-Iztapalapa. Vol.30, 2547-2556.
<http://eprints.undip.ac.id/3009/1/Jurnal.pdf> diakses tanggal 7 juni 2010 pukul 00.32 WIB
http://usupre.usu.ac.id/files/Polimer,%20Ilmu%20Material_Normal_bab%201.pdf diakses pada tanggal 1 Januari 2010 pukul 08:26 PM
- Indrianti, Y. (2008). *Polimerisasi Core-Shell Metil Metakrilat-Etil Akrilat: Pengaruh Variasi Pengikat Silang (Glisidil Metakrilat) dan Teknik Polimerisasi Terhadap Ukuran Partikel dan Indeks Polidispersitas*. Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI.
- Kai, K., et al. (2004). *Control of Particle Size and Carboxil Group Distribution in Soap-Free Emulsion Copolymerization of Methyl Methacrylate-Ethyl Acrylate-Acrylic Acid*. China: University Tsinghua. Vol. 92, 433-438.
- Kitagawa, M., & Tokiwa, Y. (2006). Polymerization of Vinyl Sugar Ester Using Ascorbic Acid and Hydrogen Peroxide as a Redox Reagent. *Science Direct, Carbohydrate Polymers* 64 (2006) 218–223.
- Krishan, T., & M. Magaritova. (1961). *A Study of Emulsion Polymerization*. Moscow: U.S.S.R. Vol.52, 139-145.

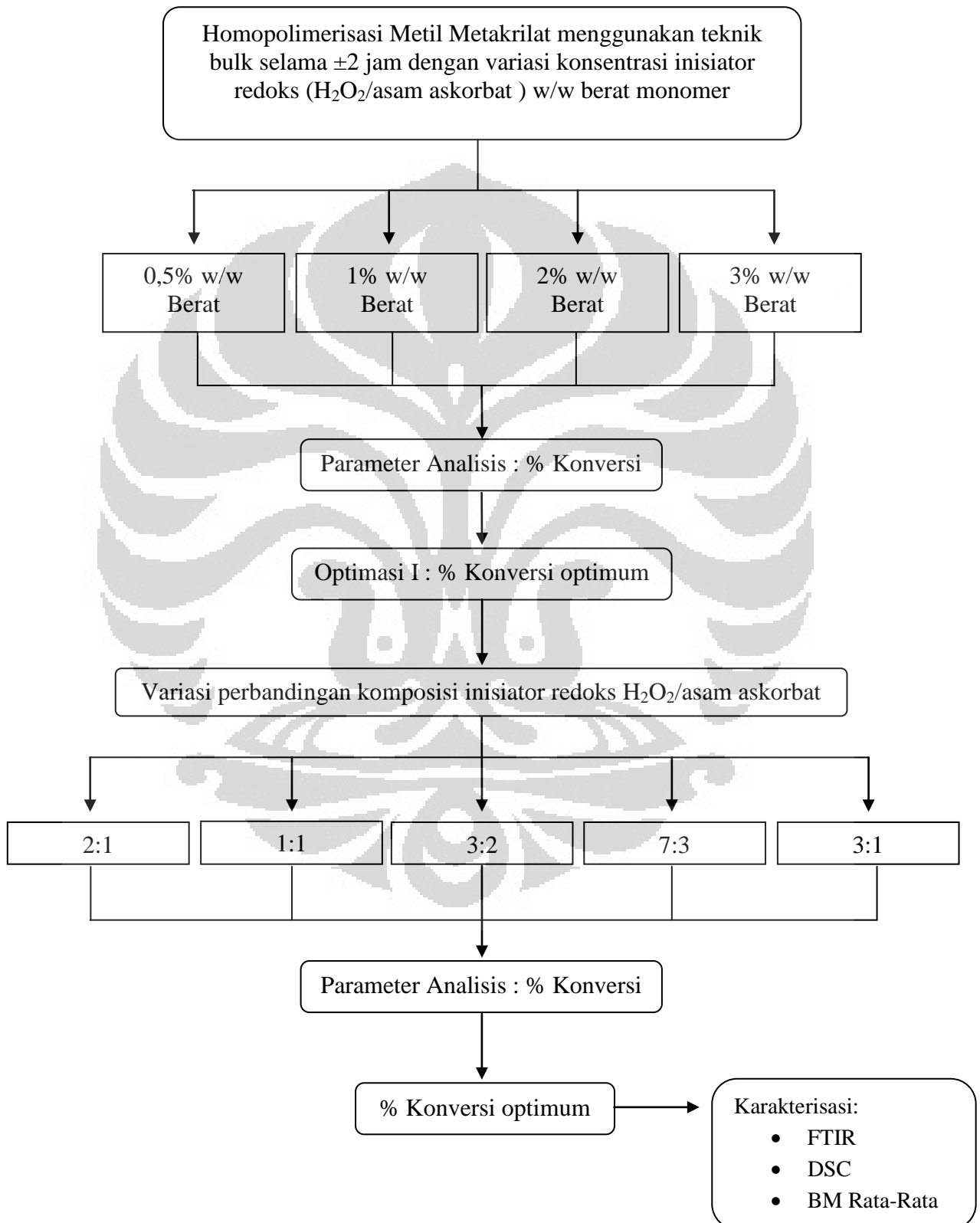
- Kurniahati, U. (2007). *Studi Polimerisasi Core Metil metakrilat: Pengaruh Konsentrasi Inisiator Ammonium Persulfat (APS) dan Surfaktan Sodium Lauril Sulfat (SLS) terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.
- Kusumo, D. E. (2009). *Polimerisasi Core-Shell Metil Metakrilat-Butil Akrilat: Pengaruh Variasi Kandungan Padatan dan Pengikat Silang Glisidil Metakrilat Terhadap Ukuran Partikel dan Indeks Polidispersitas*. Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI.
- Laelani, L. S. (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.
- Malvern Instrument Ltd. (2003). *Zetasizer Nano Series User Manual*. United Kingdom.
- Morgan, L. W., Johnson, S. C., & Son, Inc. (1981). *Multifeed Emulsion Polymers: The Effects of Monomer Feed Sequence and the Use of Seed Emulsion Polymers*. Wisconsin.
- Müller, A. H. E., & Matyjaszewski .K. (Ed.). (2009). *Controlled and Living Polymerizations*. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim.
- Odian, G. (2004). *Principles of Polymerization* (Ed. ke- 4). New York: Wiley & Sons, Inc.
- Oktavia, E. (2006). *Studi Pendahuluan Polimerisasi Emulsi Opal (Colorant Emulsion) Polistirena-KO-Polibutil Akrilat*. Tesis S2 Program Magister Departemen Kimia : FMIPA UI.
- Putri, K. S. (2008). *Studi Optimasi Polimerisasi Metil Metakrilat: Pengaruh Variasi Konsentrasi Inisiator Amonium Persulfat, Monomer Metil Metakrilat dan Surfaktan Natrium Lauril Sulfat terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel*. Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI.
- Rosenthal, L. C. (1990). A Polymer Viscosity Experiment with No Right Answer. *J. Chem. Educ.*, page 67, 70-80.

- Sajjadi, S., B. W. Brooks. (1999). Butyl Acrylate Batch Emulsion Polymerization in the Presence of Sodium Lauryl Sulphate and Potassium Persulphate. *Journal of Polymer Science: Part A: Polymer Chem.*, Vol. **37**, 3957-3972.
- Sandler, S. R., et al. (1998). *Polymer Synthesis and Characterization*. USA : Academic Press.
- Sanli, O., Pulet, E. (1993). Solvent assisted graft copolymerization of acrylamide on poly(ethylene terephthalate) films using benzoyl peroxide initiator. *J Appl Polym Sci*. 47: 1–6.
- Sastrohamidjojo, H. (1988). *Spektroskopi, Edisi 1, Cetakan 1*. Gadjah Mada University Press: Yogyakarta.
- Şenel, S., Işık-Yürüksoy, B., & Güven, O. (1995). A Kinetic Study of Homogeneous Bulk Polymerization of Ethyl Methacrylate Initiated by Benzoyl Peroxide and an N,N'-dimethylaniline Redox Pair. *Tr. J of Chemistry*. 20, 62-68.
- Stevens, M. P. (2001). *Kimia Polimer* (Dr. Ir. Iis Sopyan, M. Eng., Penerjemah). Jakarta: Pradnya Paramita.
- Supri., & Siregar, A.H. (2004). Sintesis dan Karakterisasi Homopolimer Emulsi Poli (MetilMetakrilat) dengan Variasi Konsentrasi Surfaktan dan Zat Pengalih Rantai. *e-USU Repository*. Universitas Sumatera Utara.
- Urban, D., & Koichi, T (editor). (2002). *Polymer Dispersions and Their Industrial Applications*. Jerman: Wiley-VCH.

LAMPIRAN 1: Diagram Rancangan Umum Tahapan Polimerisasi dengan Inisiator $\text{H}_2\text{O}_2 - \text{Fe}^{2+}$



LAMPIRAN 2: Diagram Rancangan Umum Tahapan Polimerisasi dengan Inisiator H_2O_2 – Asam Askorbat



LAMPIRAN 3: Perhitungan *Solid Content* (persen Konversi)

Total padatan dihitung 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

Salah satu contoh perhitungan *solid content* (persen konversi) dapat dilihat di bawah ini:

- W_1 : 0,1708
 W_2 : 0,9555
 W_3 : 1,1117

$$\begin{aligned} \% \text{ Kandungan padatan} &= \frac{W_2 - W_1}{W_3} \times 100\% \\ &= \frac{0,9555 - 0,1708}{1,1117} \times 100\% \\ &= 70,58\% \end{aligned}$$

- W_1 : 0,0908
 W_2 : 0,8221
 W_3 : 1,0752

$$\begin{aligned} \% \text{ Kandungan padatan} &= \frac{W_2 - W_1}{W_3} \times 100\% \\ &= \frac{0,8221 - 0,0908}{1,0752} \times 100\% \\ &= 68\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \rightarrow \% \text{ Kandungan padatan rata-rata} &= \frac{70,58 + 68}{2} \\ &= 69,29\% \end{aligned}$$

LAMPIRAN 4: Perhitungan Konversi Perbandingan Mol H₂O₂ / Asam Askorbat ke Dalam Perbandingan Berat (w/w)

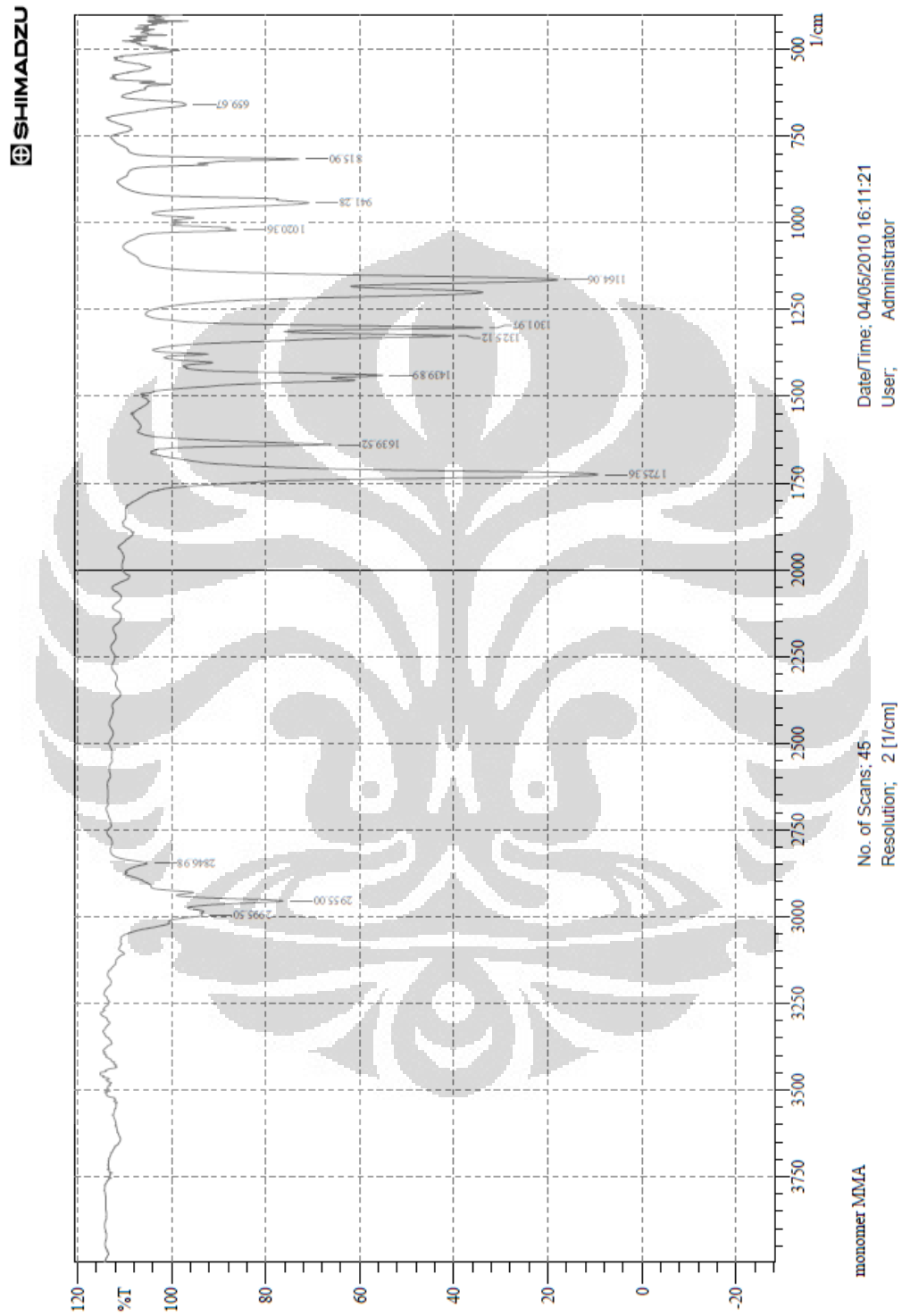
- Perbandingan optimum H₂O₂ / Asam Askorbat sesuai dengan reaksi yang terdapat pada subbab 4.3 adalah Asam askorbat : H₂O₂ 50% = 1 mol : 3 mol
- Kemudian perbandingan mol tersebut dikonversi ke dalam perbandingan massa :

$$\begin{aligned}\text{Asam Askorbat} \rightarrow \text{Massa} &= 1 \text{ mol} \times 176 \text{ gr/mol} \\ &= 176 \text{ gr}\end{aligned}$$

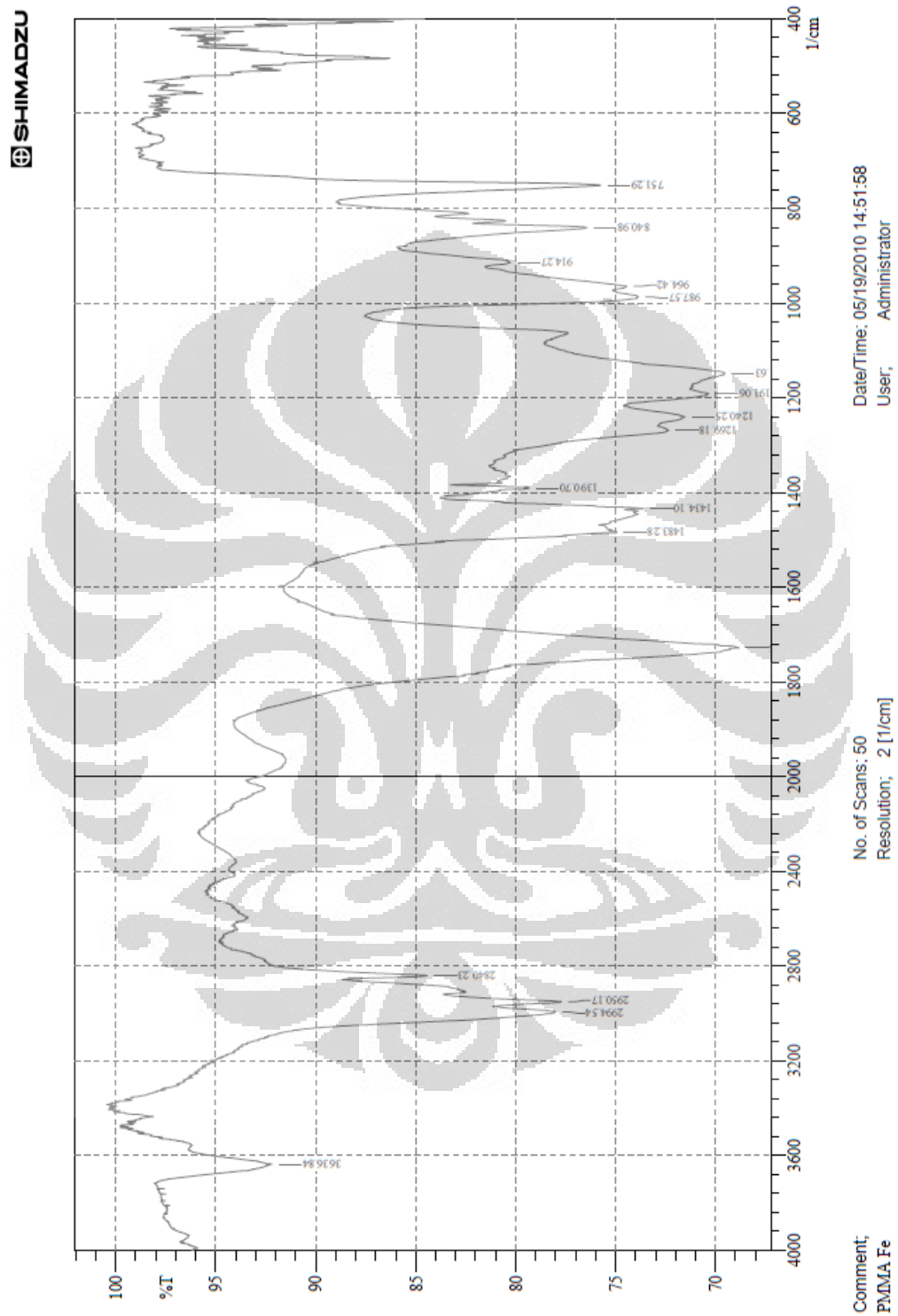
$$\begin{aligned}\text{H}_2\text{O}_2 \text{ 50\%} \rightarrow \text{Massa} &= (100/50)\% \times 3 \text{ mol} \times 34 \text{ gr/mol} \\ &= 204 \text{ gr}\end{aligned}$$

Berdasarkan perhitungan di atas diperoleh perbandingan massa Asam askorbat : H₂O₂ 50% \rightarrow 176 : 204 \approx 44 : 51 \approx 1 : 1

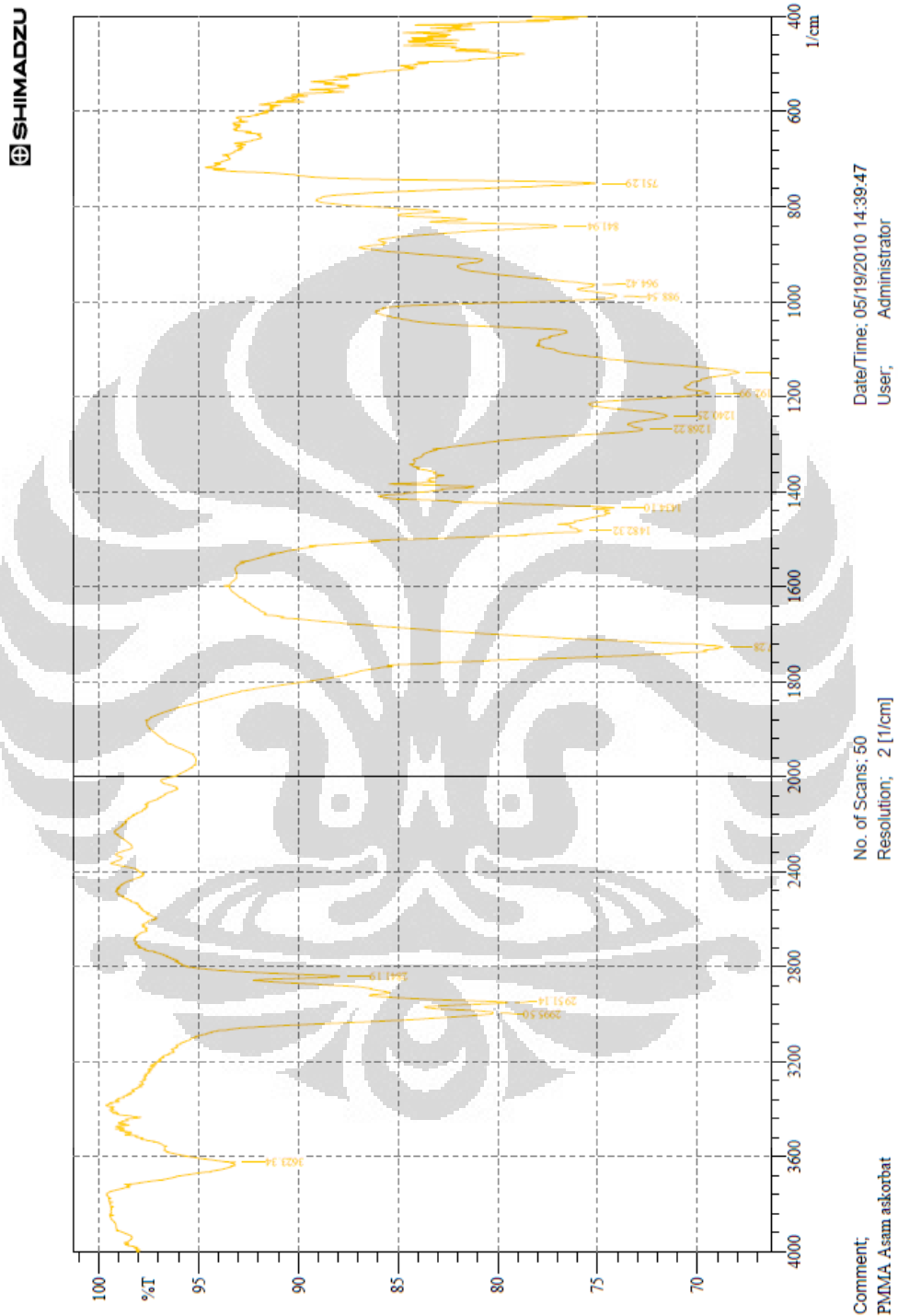
LAMPIRAN 5: Spektra FTIR Standar Monomer Metil Metakrilat



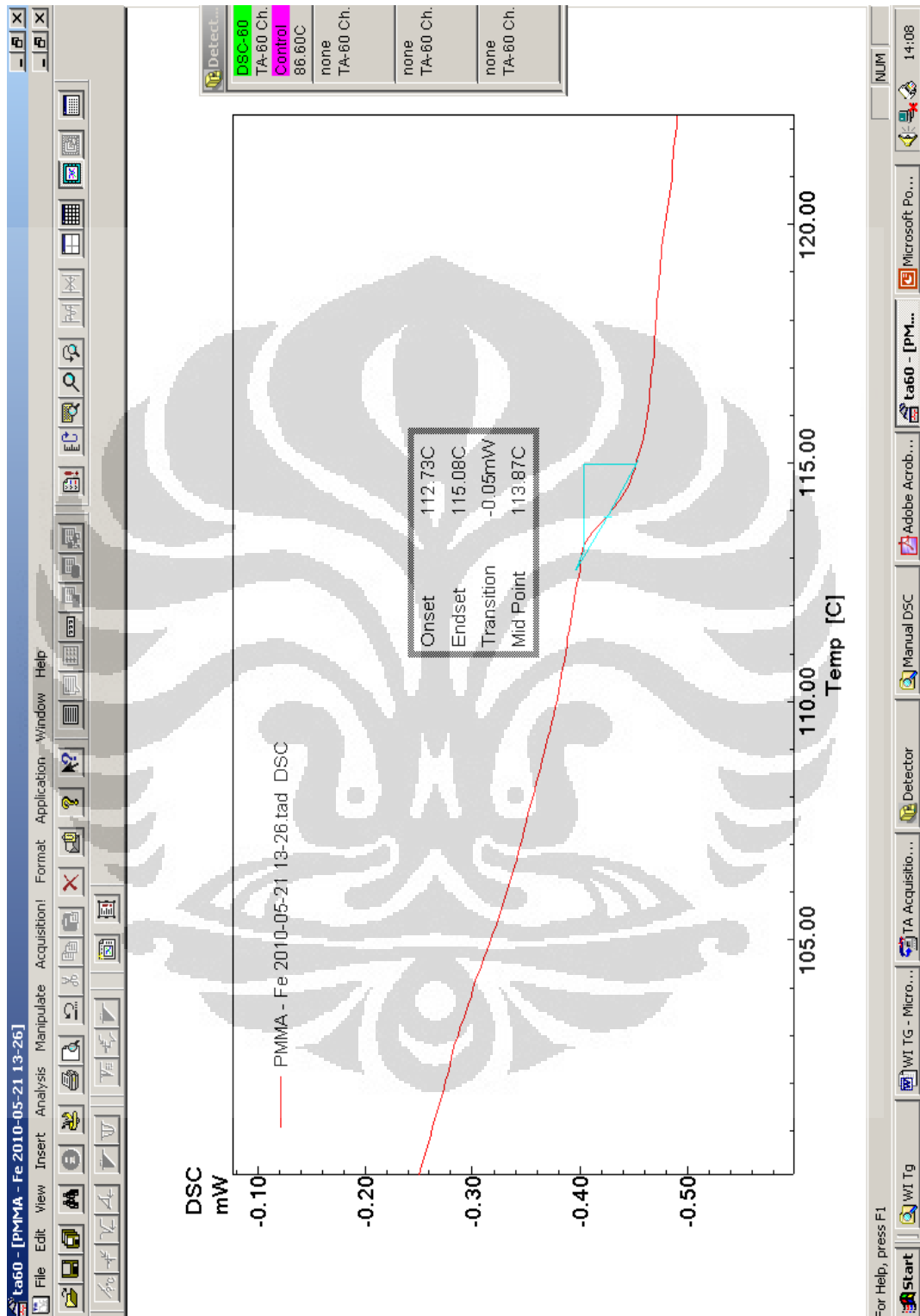
LAMPIRAN 6: Spektra FTIR Poli(metil metakrilat) dengan Inisiator H_2O_2
 – Fe^{2+}



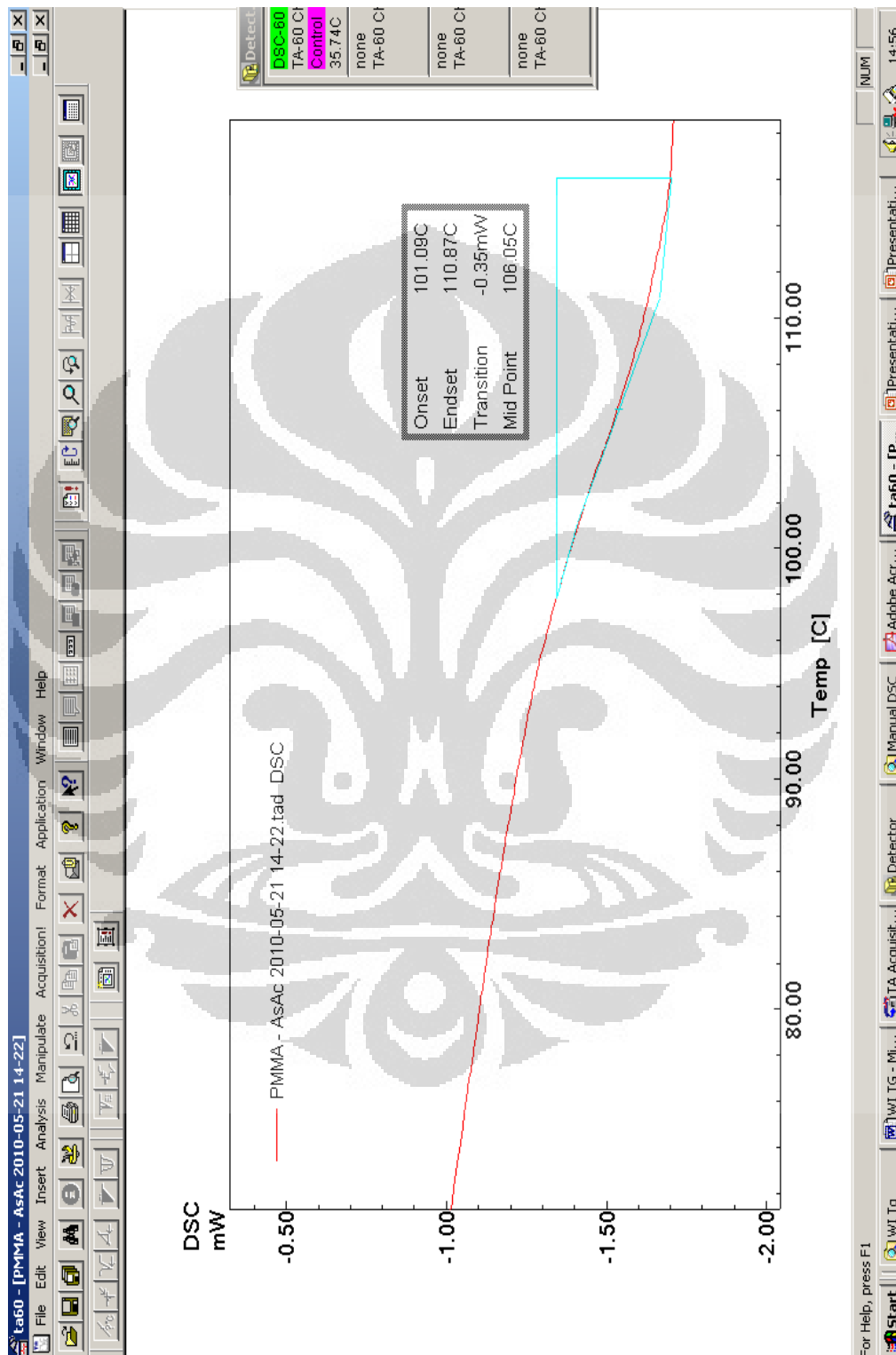
LAMPIRAN 7: Spektra FTIR Poli(metil metakrilat) dengan Inisiator H₂O₂
– Asam Askorbat



LAMPIRAN 8: Kurva DSC PMMA dengan Inisiator $\text{H}_2\text{O}_2 - \text{Fe}^{2+}$



LAMPIRAN 9: Kurva DSC PMMA dengan Inisiator H₂O₂ – Asam Askorbat



LAMPIRAN 10: Perhitungan Berat Molekul Rata-Rata dengan Metode Viskositas dengan Inisiator $\text{H}_2\text{O}_2 - \text{Fe}^{2+}$

Pada penentuan berat molekul polimer ini dilakukan dengan cara menentukan waktu alir polimer dalam pelarut kloroform dengan variasi konsentrasi yaitu 2,5 g/L; 5 g/L; 10 g/L dan didapatkan data sebagai berikut:

Tabel 10.1 Waktu alir poli(metil metakrilat) dalam pelarut kloroform (t)

Konsentrasi polimer	2,5 g/L	5 g/L	10 g/L
Waktu alir (detik)	49,40	61,73	94,27
	49,41	61,76	94,26
	49,38	61,78	94,29
	49,43	61,76	94,26
	49,39	61,75	94,24
Rata-rata	49,40	61,76	94,26

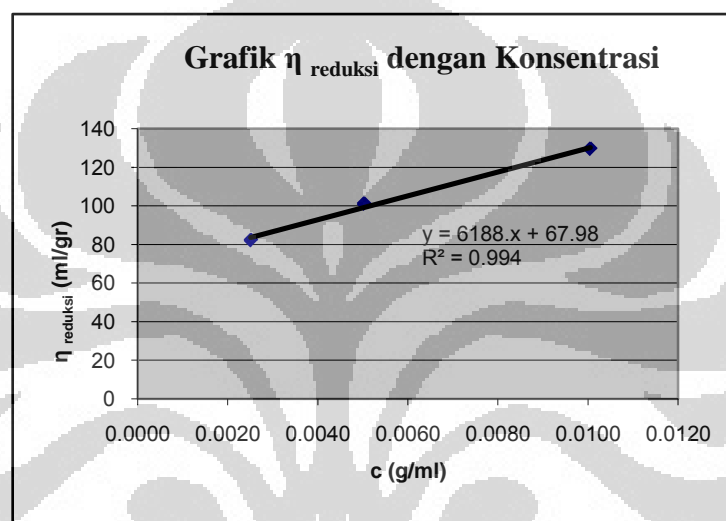
Dengan waktu alir kloroform sebagai berikut:

Tabel 10.2 Waktu alir pelarut kloroform (t_0)

No	Waktu alir kloroform (detik)
1	40,96
2	40,99
3	40,92
4	40,95
5	40,90
Rata-rata	40,94

c (g/mL)	η relatif (t/t ₀)	η spesifik (η relatif - 1)	η reduksi (η spesifik/c)
0,0025	1,2066	0,2066	82,1861
0,0050	1,5083	0,5083	101,1148
0,0100	2,3023	1,3023	129,5272

Kemudian dibuat grafik antara c (konsentrasi) dengan η reduksi :



Berdasarkan grafik di atas diperoleh nilai intersep sebesar 67,98 yang merupakan nilai viskositas intrinsik [$\eta_{\text{intrinsik}}$] sehingga massa molekul relatif dapat ditentukan. Dari perhitungan diperoleh massa molekul relatif poli(metil metakrilat) adalah 154.498,73 berdasarkan perhitungan di bawah ini:

$$\eta_{\text{intrinsik}} = K \times Mv^a$$

$$\eta_{\text{intrinsik}} = \text{intersep} = 67,98$$

$$K = 4,8 \times 10^{-3}$$

$$a = 0,8$$

$$\text{Jadi} \rightarrow \eta_{\text{intrinsik}} = K \times Mv^a$$

$$67,98 = (4,8 \times 10^{-3}) \times (Mv)^{0,8}$$

$$(Mv)^{0,8} = 14162,50$$

$$\mathbf{Mv = 154.498,73 \text{ g/mol}}$$

LAMPIRAN 11: Perhitungan Berat Molekul Rata-Rata dengan Metode Viskositas dengan Inisiator H₂O₂ – Asam Askorbat

Pada penentuan berat molekul polimer ini dilakukan dengan cara menentukan waktu alir polimer dalam pelarut kloroform dengan variasi konsentrasi yaitu 2,5 g/L; 5 g/L; 10 g/L dan didapatkan data sebagai berikut:

Tabel waktu alir poli(metil metakrilat) dalam pelarut kloroform (t)

Konsentrasi polimer	2,5 g/L	5 g/L	10 g/L
Waktu alir (detik)	46,54	52,45	71,16
	46,52	52,43	71,17
	46,55	52,43	71,16
	46,50	52,43	71,15
	46,50	52,46	71,15
Rata-rata	46,52	52,44	71,16

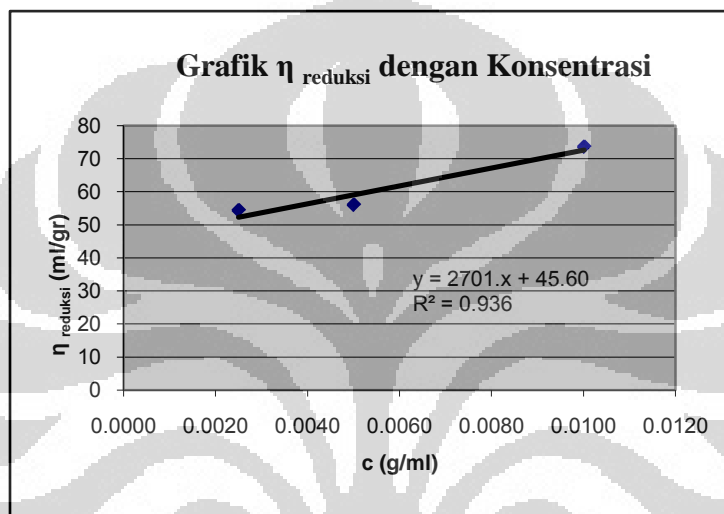
Dengan waktu alir kloroform sebagai berikut:

Tabel waktu alir pelarut kloroform (t₀)

No	Waktu alir kloroform (detik)
1	40,96
2	40,99
3	40,92
4	40,95
5	40,90
Rata-rata	40,94

c (g/mL)	η relatif (t/t ₀)	η spesifik (η relatif - 1)	η reduksi (η spesifik/c)
0,0025	1,1362	0,1362	54,4123
0,0050	1,2808	0,2808	56,0706
0,0100	1,7379	0,7379	73,6829

Kemudian dibuat grafik antara c (konsentrasi) dengan η reduksi:



Berdasarkan grafik di atas diperoleh nilai intersep sebesar 45,61 yang merupakan nilai viskositas intrinsik [$\eta_{\text{intrinsik}}$] sehingga massa molekul relatif dapat ditentukan. Dari perhitungan diperoleh massa molekul relatif poli(metil metakrilat) adalah 93.815,27 berdasarkan perhitungan di bawah ini:

$$\eta_{\text{intrinsik}} = K \times Mv^a$$

$$\eta_{\text{intrinsik}} = \text{intersep} = 45,61$$

$$K = 4,8 \times 10^{-3}$$

$$a = 0,8$$

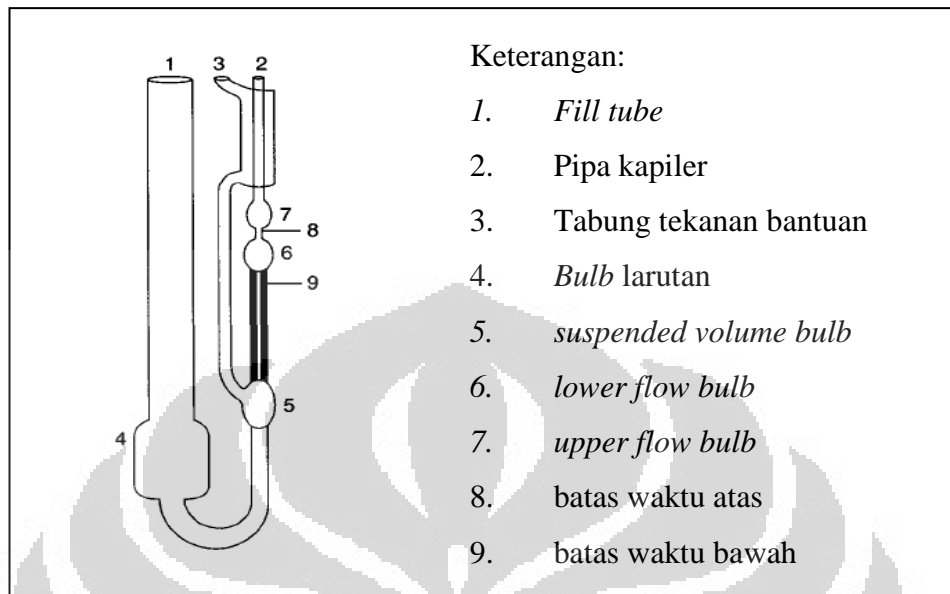
$$\text{Jadi} \rightarrow \eta_{\text{intrinsik}} = K \times Mv^a$$

$$45,61 = (4,8 \times 10^{-3}) \times (Mv)^{0,8}$$

$$(Mv)^{0,8} = 9502,08$$

$$\mathbf{Mv = 93.815,27 \text{ g/mol}}$$

LAMPIRAN 12: Skema Alat Ubbelohde



Gambar 3.5 Skema alat Ubbelohde

[sumber: Sandler, S. R., et al., 1998]