

**POLIMERISASI *CORE-SHELL* METIL METAKRILAT-BUTIL AKRILAT:
PENGARUH PENGIKAT SILANG, SUHU POLIMERISASI DAN
KONSENTRASI MONOMER TERHADAP DISTRIBUSI UKURAN
PARTIKEL**

DESTYA ENGGRIT KUSUMO

030503702Y



DEPARTEMEN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS INDONESIA

DEPOK

2009

**POLIMERISASI *CORE-SHELL* METIL METAKRILAT-BUTIL AKRILAT:
PENGARUH PENGIKAT SILANG, SUHU POLIMERISASI DAN
KONSENTRASI MONOMER TERHADAP DISTRIBUSI UKURAN
PARTIKEL**

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

Oleh:

DESTYA ENGGIT KUSUMO

030503702Y



DEPOK

2009

**SKRIPSI : POLIMERISASI CORE-SHELL METIL METAKRILAT-BUTIL
AKRILAT: PENGARUH PENGIKAT SILANG, SUHU
POLIMERISASI DAN KONSENTRASI MONOMER
TERHADAP DISTRIBUSI UKURAN PARTIKEL**

NAMA : DESTYA ENGRIT KUSUMO

NPM : 030503702Y

SKRIPSI INI TELAH DIPERIKSA DAN DISETUJUI

DEPOK, JULI 2009

Dr. EMIL BUDIANTO

PEMBIMBING I

Dra. HELMIYATI, M.Si.

PEMBIMBING II

Tanggal lulus Ujian Sidang Sarjana :

Penguji I :

Penguji II :

Penguji III :

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, atas ridho dari Allah SWT penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi ini sesuai dengan waktu yang telah ditetapkan. Salawat dan salam pun dihaturkan kepada Rasulullah Muhammad SAW yang merupakan suri tauladan bagi umatnya. Ucapan terimakasih tak luput dihaturkan kepada orang-orang yang sangat berarti bagi penulis:

1. Kepada ibu, bapak, dan kakak (Venty) yang telah memberikan kasih sayang, semangat dan doa pada penulis. Serta kakak tertua (Nining) yang telah lebih dahulu menghadap sang Pencipta.
2. Kepada Bpk. Dr. Emil Budianto selaku pembimbing pertama yang telah memberikan motivasi, pengembangan pola pikir dan wawasan mengenai polimer dan ilmu kimia lainnya, juga Ibu Dra. Helmiyati, M.Si. selaku pembimbing kedua telah memberikan pengetahuan polimer yang sangat berharga dan motivasi selama masa bimbingan.
3. Kepada Bpk. Dr. Ridla Bakri selaku ketua Departemen Kimia FMIPA UI dan Ibu Dra. Tresye Utari, M.Si. selaku koordinator penelitian yang telah memberikan bantuan saat penelitian.
4. Kepada Prof. Dr. Endang Asijati yang telah memberikan motivasi untuk mengembangkan potensi dalam beranalisa serta penulisan karya tulis ilmiah.

5. Kepada seluruh dosen Departemen Kimia FMIPA UI yang telah memberikan ilmu yang bermanfaat selama ini bagi penulis.
6. Kepada Pak Sudirman (BATAN), Bu Ayu (Clariant), Bu Ari (BATAN), Pak Rusdi (Eikjmen), Pak Saiman, Pak Hedi, Mbak Ina, Teh Cucu, dan Pak Amin yang telah banyak membantu selama penelitian.
7. Kepada tim polimer sebelumnya (Kak Hydrine, Kak Ami, Mbak Ari, Kak Indah dan Kak Yunita) yang telah memberikan informasi tentang penelitian polimer.
8. Kepada Vita (sahabat sejak SMA), sahabat kimia 2005 (Norma, Susi, Alti dan Santi), teman penelitian di lantai 4 (Ria, Dita, Lusi, Purnama, Cicil, Faruq, Yusni, Kak Ana 04', Kak Ratih 04, Kak Bibib 04', Kak Aji 04'), teman penelitian di lantai 3 (Ana, Muti, Lila, Dian, Rilian, Mita, Lulu, Meli, Kak Muris 04' dan Kak Lina S2), terima kasih telah memberikan pengetahuan dan semangat bagi penulis.
9. Kepada teman Pasca Sarjana (Kak Fitri Amelia, Kak Irwansyah, dan lain-lain) telah bersedia untuk meminjamkan literatur.
10. Kepada Kak Iman yang telah memberikan motivasi untuk menjadi pribadi yang lebih dewasa, membuka cakrawala kimia serta menyediakan waktu luang untuk berdiskusi mengenai ilmu kimia.

Semoga skripsi ini dapat bermanfaat terutama dalam bidang polimer, amin.

Penulis

2009

ABSTRAK

Optimasi polimerisasi emulsi *core-shell* metil metakrilat-butyl akrilat (MMA-BA) telah dilakukan pada penelitian ini, dengan menggunakan konsentrasi monomer yang relatif besar, yakni 30%, 40%, 50% dan 60%. Teknik polimerisasi yang digunakan adalah semikontinu dengan waktu *feeding* 7 jam (3 jam untuk *core* dan 4 jam untuk *shell*) dan konsentrasi surfaktan sodium lauril sulfat (SLS) sebesar 2,33 CMC. Penambahan inisiator dilakukan secara kontinu, sebanyak 0,387% terhadap berat total. Peningkatan konsentrasi monomer ternyata dapat menurunkan persen konversi dan meningkatkan berat *grid*. Hasil optimum didapat dari formula dengan konsentrasi monomer 40% tanpa glisidil metakrilat yang menghasilkan partikel berdiameter 177,7 nm dengan indeks polidispersitas 0,043, persen konversi 98,31% dan berat *grid* 160,26 gram. Data spektrum IR memperkuat telah terjadinya polimerisasi. Terdapat kecenderungan peningkatan berat *grid* dan penurunan persen konversi seiring dengan peningkatan glisidil metakrilat yang digunakan. Kenaikan berat *grid* juga sangat dipengaruhi oleh suhu polimerisasi yang digunakan.

Kata kunci: butyl akrilat, *core-shell*, *grid*, metil metakrilat, monodispers, polimerisasi emulsi, ukuran partikel

xvi + 110 hlm.; gbr.; lamp.; tab.;

Bibliografi: 42 (1982 – 2009)

ABSTRACT

Optimal for emulsion polymerization of core-shell methyl methacrylate-butyl acrylate (MMA-BA) had been done in this research that used high monomer concentration, such as 30%, 40%, 50% and 60%. It used semi-continue technique that feeding time until 7 hours (3 hours form core and 4 hours form shell) and used 2.33 CMC surfactant sodium lauryl sulphate concentration. Adding initiator had done continuously (0.387% of totally weight). Improvement of monomer concentration cause decrease percentage of conversion and increase grid weight. Optimum result can be obtained from 40% monomer concentration without glycidyl methacrylate formula, which particle size is 177.7 nm, polydispersity index is 0.043, percentage of conversion is 98.30% and grid weight is 160.26 grams. IR of spectrum can indicate to make polymerization to be strong. There was attendance increase of grid weight and decrease of conversion percentage together with increase of glycidyl methacrylate. Increase of grid weight was also effected by temperature of polymerization.

Key words: butyl acrylate, core-shell, emulsion polymerization, grid, methyl methacrylate, monodisperse, particle size

xvi + 110 pages.; picture.; attach.; tab.;

References: 42 (1982 – 2009)

DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR.....	i
ABSTRAK.....	iii
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang Masalah.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	5
1.3 Tujuan Penelitian.....	5
1.4 Hipotesis.....	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1 Polimer Emulsi.....	7
2.1.1 Definisi Polimer Emulsi.....	7
2.1.2 Komponen dalam Polimer Emulsi.....	8
2.1.2.1 Monomer.....	8
2.1.2.2 Surfaktan.....	14

2.1.2.3	Air.....	18
2.1.2.4	Inisiator.....	18
2.1.2.5	Bahan Tambahan Lain.....	21
2.1.3	Karakteristik Polimerisasi Emulsi.....	21
2.1.3.1	Persen Konversi.....	21
2.1.3.2	Ukuran Partikel.....	22
2.1.3.3	Indeks Polidispersitas.....	23
2.1.3.4	Morfologi Partikel.....	24
2.1.3.5	Berat Molekul.....	26
2.1.3.6	Spektra Fourier Transform-Infra Red (FT-IR).....	26
2.1.4	Teknik Polimerisasi Emulsi.....	28
2.1.4.1	Teknik <i>Batch</i>	28
2.1.4.2	Teknik <i>Seeding</i>	28
2.1.4.3	Teknik Kontinu.....	29
2.1.4.4	Teknik Semikontinu.....	29
2.1.5	Mekanisme Polimer Emulsi.....	30
2.2	Polimer Emulsi <i>Core-Shell</i>	31
2.2.1	Definisi Polimer Emulsi <i>Core-Shell</i>	31
2.2.2	Tahapan Polimerisasi <i>Core-Shell</i>	34
2.2.3	Polimer Emulsi <i>Core-Shell</i> sebagai Material Penghasil Efek Warna Opal.....	34
2.3	<i>Grid</i>	36
2.3.1	Definisi <i>Grid</i>	36

2.3.2	Penyebab Terbentuknya <i>Grid</i>	37
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....		41
3.1	Alat dan Bahan.....	42
3.1.1	Alat.....	42
3.1.2	Bahan.....	43
3.2	Metode Kerja.....	43
3.2.1	Pembuatan <i>Core-Shell</i> Metil Metakrilat-Butil Akrilat	43
3.2.2	Prosedur Kerja Pembuatan <i>Core-Shell</i> Metil Metakrilat-Butil Akrilat	44
3.2.3	Variasi Pengikat Silang Glisidil Metakrilat Pada Pembuatan <i>Core-Shell</i> Metil Metakrilat-Butil Akrilat	47
3.2.3.1	Pembuatan <i>Core-Shell</i> Metil Metakrilat-Butil Akrilat tanpa Glisidil Metakrilat	47
3.2.3.2	Pembuatan <i>Core-Shell</i> Metil Metakrilat-Butil Akrilat dengan Glisidil Metakrilat Sebelum Pra-Emulsi Butil Akrilat	48
3.2.4	Variasi Suhu Polimerisasi Pada Pembuatan Polimer Emulsi <i>Core-Shell</i> Metil Metakrilat-Butil Akrilat.....	48
3.2.5	Variasi Konsentrasi Monomer Pada Pembuatan Polimer Emulsi <i>Core-Shell</i> Metil Metakrilat-Butil	

	Akrilat.....	49
3.3	Karakterisasi Hasil Polimerisasi.....	49
3.3.1	Persen Konversi.....	49
3.3.2	Pengukuran Distribusi Ukuran Partikel.....	50
3.3.3	Pengukuran Menggunakan TEM.....	51
3.3.4	Pengukuran Spektrum FT-IR.....	51
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....		53
4.1	Proses Masuknya Monomer Metil Metakrilat dan Butil Akrilat ke Dalam Misel.....	58
4.2	Mekanisme Pembentukan Polimer Emulsi <i>Core-Shell</i> Metil Metakrilat-Butil Akrilat.....	60
4.2.1	Mekanisme Pembentukan Polimer Emulsi <i>Core-Shell</i> Metil Metakrilat-Butil Akrilat Tanpa Glisidil Metakrilat.....	60
4.2.2	Mekanisme Pembentukan Polimer Emulsi <i>Core-Shell</i> Metil Metakrilat-Butil Akrilat Dengan Glisidil Metakrilat.....	65
4.3	Optimasi Glisidil Metakrilat Pada Polimerisasi Emulsi <i>Core-Shell</i> Metil Metakrilat-Butil Akrilat.....	72
4.4	Optimasi Suhu Polimerisasi.....	75
4.5	Optimasi Konsentrasi Monomer Pada Polimerisasi Emulsi <i>Core-Shell</i> Metil	

	Metakrilat-Butil Akrilat.....	77
4.6	Hasil Optimum.....	83
4.7	Karakterisasi Polimer Emulsi emulsi <i>core-shell</i>	
	Metil Metakrilat-Butil Akrilat.....	87
4.7.1	Karakterisasi Polimer Core-Shell Metil	
	Metakrilat-Butil Akrilat Menggunakan FT-IR.....	87
4.7.2	Karakterisasi Morfologi Polimer Menggunakan	
	TEM.....	88
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....		91
5.1	Kesimpulan.....	91
5.2	Saran.....	92
DAFTAR PUSTAKA.....		93
LAMPIRAN.....		99

DAFTAR GAMBAR

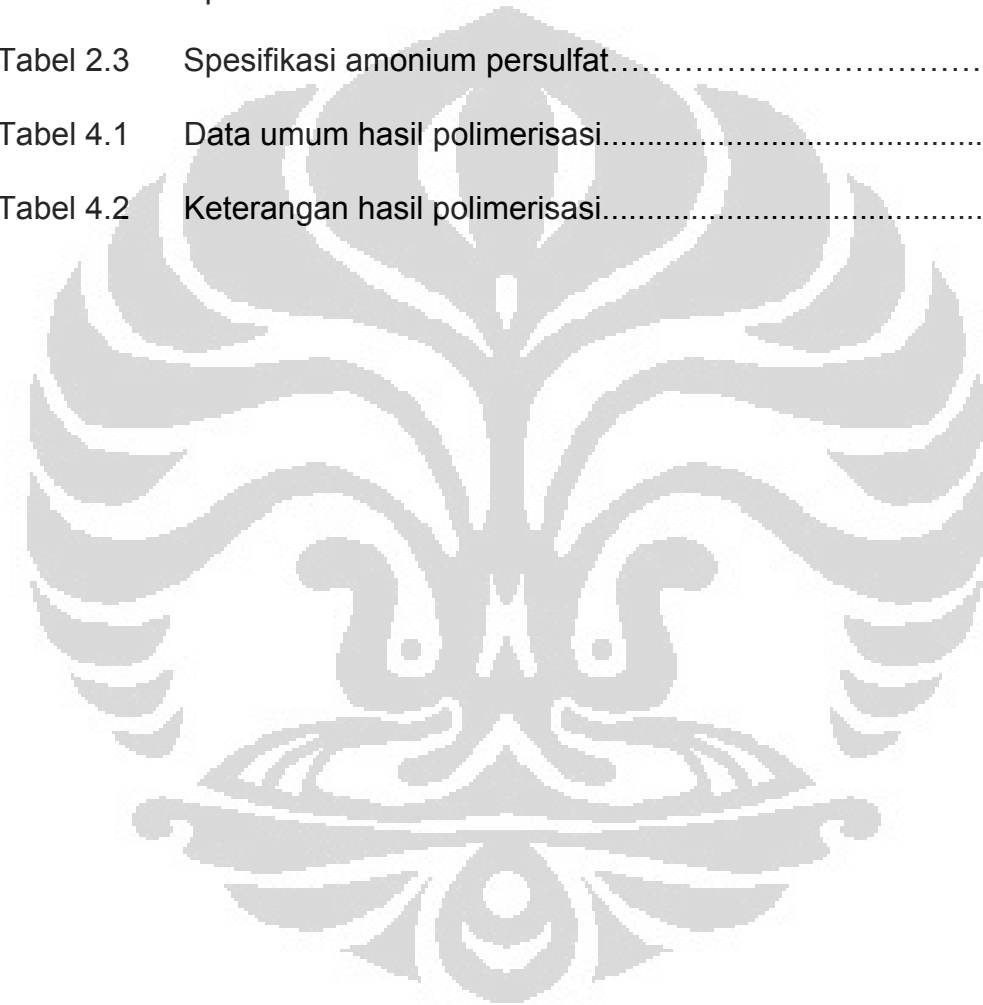
	Halaman
Gambar 2.1 Struktur metil metakrilat (a) dan butil akrilat (b).....	11
Gambar 2.2 Struktur molekul asam akrilat dan glisidil metakrilat.....	13
Gambar 2.3 Struktur molekul surfaktan sodium lauril sulfat.....	16
Gambar 2.4 Pembentukan misel saat konsentrasi sodium lauril sulfat di atas CMC.....	17
Gambar 2.5 Struktur amonium persulfat.....	20
Gambar 2.6 Morfologi partikel polimer emulsi.....	25
Gambar 2.7 Distribusi partikel polimodal dan monomodal.....	25
Gambar 2.8 Proses hilangnya ikatan rangkap pada polimerisasi adisi.....	27
Gambar 2.9 Tahap polimerisasi emulsi.....	31
Gambar 2.10 Struktur partikel polimer <i>core-shell</i>	33
Gambar 2.11 Proses terbentuknya <i>grid</i> atau <i>gel</i>	37
Gambar 2.12 Misel yang pecah.....	38
Gambar 3.1 Reaktor polimerisasi dalam skala laboratorium.....	42
Gambar 3.2 Tahapan alir polimerisasi <i>core-shell</i> metil metakrilat-butil akrilat dengan teknik penambahan inisiator kedua secara kontinu.....	46
Gambar 4.1 Produk utama (polimer emulsi).....	54
Gambar 4.2 <i>Grid</i>	54

Gambar 4.3	Mekanisme pembentukan partikel <i>core poli</i> (metil metakrilat) dengan radikal anionik.....	59
Gambar 4.4	Tahap inisiasi untuk formula polimer emulsi tanpa glisidil metakrilat.....	61
Gambar 4.5	Tahap propagasi untuk formula polimer emulsi tanpa glisidil metakrilat.....	62
Gambar 4.6	Reaksi penyerangan ikatan rangkap butil akrilat untuk formula polimer emulsi tanpa glisidil metakrilat.....	63
Gambar 4.7	Tahap terminasi secara kombinasi untuk formula polimer emulsi tanpa glisidil metakrilat.....	64
Gambar 4.8	Tahap terminasi secara disproporsionasi untuk formula polimer emulsi tanpa glisidil metakrilat.....	65
Gambar 4.9	Tahap inisiasi untuk formula polimer emulsi dengan glisidil metakrilat	66
Gambar 4.10	Tahap propagasi untuk formula polimer emulsi dengan glisidil metakrilat.....	66
Gambar 4.11	Reaksi dengan pengikat silang glisidil metakrilat	67
Gambar 4.12	Reaksi perpanjangan rantai.....	68
Gambar 4.13	Tahap terminasi secara kombinasi.....	69
Gambar 4.14	Tahap terminasi secara diproporsionasi.....	70
Gambar 4.15	Pengaruh glisidil metakrilat terhadap persen konversi dan berat <i>grid</i> , pada konsentrasi	

	monomer sebesar 40%.....	74
Gambar 4.16	Pengaruh suhu polimerisasi terhadap persen konversi dan berat <i>grid</i> pada konsentrasi monomer 40% tanpa GMA.....	77
Gambar 4.17	Pengaruh konsentrasi monomer terhadap persen konversi dan berat <i>grid</i> (tanpa glisidil metakrilat).....	79
Gambar 4.18	Pengaruh konsentrasi monomer terhadap persen konversi untuk inisiator termal amonium persulfat.....	80
Gambar 4.19	Perbandingan data persen konversi, berat <i>grid</i> dan PDI antara formula DS-1 dan DS-3.....	85
Gambar 4.20	Perbandingan data ukuran partikel dan Berat Molekul (BM) rata-rata antara formula DS-1 dan DS-3.....	86
Gambar 4.21	Morfologi polimer emulsi metil metakrilat-butyl akrilat dengan konsentrasi monomer 30% dan tanpa glisidil metakrilat.....	89
Gambar 4.22	Morfologi polimer emulsi core-shell metil metakrilat-butyl akrilat dengan konsentrasi monomer 40% dan tanpa glisidil metakrilat.....	90

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Sifat kimia dan fisika monomer yang digunakan.....	14
Tabel 2.2 Spesifikasi sodium lauril sulfat.....	16
Tabel 2.3 Spesifikasi amonium persulfat.....	20
Tabel 4.1 Data umum hasil polimerisasi.....	56
Tabel 4.2 Keterangan hasil polimerisasi.....	57



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1	Formula Polimerisasi..... 101
Lampiran 2	Diagram Rancangan Umum Tahapan Polimerisasi..... 104
Lampiran 3	Perhitungan Persen Kandungan Padatan (<i>Solid Content</i>) Teoritis dan Persen Konversi..... 107
Lampiran 4	Indeks Polidispersitas dan BM Rata-rata <i>Core-Shell</i> Metil Metakrilat-Butil Akrilat dengan Konsentrasi Monomer 30% Tanpa Glisidil Metakrilat 108
Lampiran 5	Indeks Polidispersitas dan BM Rata-rata <i>Core-Shell</i> Metil Metakrilat-Butil Akrilat dengan Konsentrasi Monomer 40% Tanpa Glisidil Metakrilat 109
Lampiran 6	Spektra FTIR Standar Monomer Metil Metakrilat dan Butil Akrilat..... 110
Lampiran 7	Spektra FTIR <i>Core-Shell</i> Metil Metakrilat-Butil Akrilat dengan Konsentrasi Monomer 40% dan Tanpa Glisidil Metakrilat 111

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Masalah

Dalam bidang industri, zat warna (*colouring agent*) merupakan salah satu zat aditif di samping *plastiziser*. Zat warna berfungsi untuk menghasilkan produk dengan beraneka ragam warna. Berbagai jenis industri seperti tekstil, cat dan otomotif sangat membutuhkan zat pewarna sehingga menghasilkan produk yang lebih menarik perhatian konsumen di pasaran. Pada umumnya, zat pewarna yang digunakan sebagai aditif merupakan suatu senyawa kimia yang memiliki gugus kromofor atau ikatan rangkap konjugasi di dalam strukturnya. Senyawa seperti itu mampu menyerap energi dari sinar tampak (400 – 700 nm) dan memantulkan warna tertentu yang merupakan komplemen dari warna yang diserapnya (Ruhl *et al.*, 2004). Melihat hal tersebut, muncul beragam penelitian yang mencoba menemukan zat pewarna yang bukan berasal dari senyawa kimia bergugus kromofor atau berikatan rangkap konjugasi. Hal ini didasarkan pada fakta bahwa efek warna ternyata dapat pula dihasilkan dari akibat terjadinya refleksi selektif terhadap suatu sinar tampak yang mengenai permukaan suatu benda dengan ukuran partikel tertentu yang tersusun

secara teratur. Fenomena ini dapat diamati pada batuan opal alami yang tersusun atas *sphere* silika berskala submikroskopis dengan ukuran yang sama dan memiliki pola kisi kubus pusat muka (*face centered cubic*, fcc) (Egen *et al.*, 2004). Kisi kristal batuan opal ini ternyata mampu merefleksikan warna dari sinar putih yang diradiasikan terhadapnya. Adapun jenis warna yang dihasilkan bergantung pada sudut datang sinar yang diradiasikan tersebut, maka warna yang dihasilkan bukan karena adanya pigmen tertentu yang mengandung gugus kromofor atau ikatan rangkap konjugasi di dalamnya. Peristiwa refleksi selektif lainnya dapat diamati misalnya pada lapisan minyak tipis di atas permukaan air, pada sayap kupu-kupu dan pada bulu burung merak (Tayeb *et al.*, 2003).

Sekitar 18 tahun yang lalu, Yablonovitch dan John memprediksi bahwa suatu kristal tiga dimensi dengan jarak kisi-kisinya yang berada pada skala panjang gelombang cahaya melalui modulasi refraktifitas periodik yang kuat, dapat menghasilkan celah pita fotonik (*photonic band gap*). Oleh karena itu, kristal jenis ini disebut sebagai kristal fotonik. Cahaya yang berada di dalam celah kristal fotonik tidak dapat berpropagasi sehingga ketika ada sinar eksternal yang masuk maka sinar tersebut akan direfleksikan, sedangkan sinar internal yang diemisikan akibat peristiwa fluoresensi atau adanya kerusakan pada kisi, akan dilokalisasi. Sifat ini menjadikan kristal fotonik sebagai suatu material dengan sifat optik yang ekuivalen dengan suatu semikonduktor, yang dapat mempengaruhi perkembangan dalam bidang optik. Sifat optiknya sendiri bergantung pada perbedaan indeks refraksi, Δn

antara *sphere* partikel dengan matriks. Suatu kristal fotonik dengan harga Δn yang besar akan sangat berpotensi untuk digunakan sebagai material penghasil efek warna (Yablonovitch *et al.*, 1987).

Kristal fotonik tiga dimensi dapat dihasilkan dari kristalisasi suatu koloid dengan diameter partikel berkisar antara 200 – 300 nm dan distribusi ukuran bersifat monodispers. Koloid seperti ini dapat diperoleh dari suatu polimer yang disintesis dengan teknik emulsi, yaitu dengan proses pengeringan dan sedimentasi emulsi, maka akan dihasilkan suatu lapisan kristal fotonik yang dapat menimbulkan efek warna opal (O'Callaghan *et al.*, 1995).

Teknik polimerisasi secara emulsi banyak dipilih karena distribusi ukuran partikel yang dihasilkan umumnya bersifat monodispers atau seragam. Selain itu, pada teknik ini sangat dimungkinkan untuk mengontrol bentuk dari partikel polimer yang ingin dihasilkan (O'Callaghan *et al.*, 1995) dengan memvariasikan jenis monomer, surfaktan, inisiator serta berbagai teknik polimerisasi emulsi (Egen *et al.*, 2001).

Beberapa peneliti telah mencoba mengembangkan penelitian mengenai efek warna pada polimer. Egen *et al.*, telah melakukan polimerisasi sistem *batch* tanpa menggunakan surfaktan terhadap metil metakrilat terfluorinasi yang terikat silang untuk mencegah *swelling* partikel di dalam media air dan meningkatkan selisih indeks refraksi dengan media. Penelitian ini menghasilkan polimer opal dengan efek pigmen untuk *coating* material transparan (Egen *et al.*, 2001).

O'Callaghan *et al.*, melakukan penelitian polimerisasi emulsi supermikron dengan struktur *core-shell* menggunakan kopolimer metil metakrilat-butiril akrilat. Dari hasil penelitian, diperoleh partikel *core-shell* metil metakrilat-butiril akrilat yang *monodispers* berukuran 3 μm dengan *solid content* 30% menggunakan teknik polimerisasi emulsi semikontinu (O'Callaghan *et al.*, 1999).

Telah dilakukan juga penelitian oleh Abdullah tentang polimerisasi *core-shell* metil metakrilat-butiril akrilat dengan melihat pengaruh konsentrasi monomer, jenis dan komposisi inisiator terhadap ukuran partikel dan indeks polidispersitas. Penelitian tersebut menyimpulkan bahwa inisiator termal ammonium persulfat menghasilkan ukuran partikel polimer yang jauh lebih besar dibanding inisiator redoks H_2O_2 -asam askorbat tetapi memiliki persen konversi yang sedikit lebih rendah. Hasil penelitian tersebut belum didapatkan polimer *core-shell* yang berukuran 200-300 nm dan bersifat monodispers (Abdullah, 2007). Hasil yang hampir sama juga ditunjukkan dari penelitian Indah Suswanti. Indah Suswanti yang melanjutkan penelitian Abdullah, meneliti tentang polimerisasi *core-shell* metil metakrilat-butiril akrilat dengan melihat pengaruh dari variasi pengikat silang glisidil metakrilat dan teknik polimerisasi terhadap ukuran partikel dan indeks polidispersitas. Penelitian tersebut juga belum mendapatkan ukuran partikel polimer sebesar 200-300 nm yang bersifat monodispers. Hasil optimum hanya menunjukkan ukuran partikel sebesar 131,8 nm yang bersifat monodispers dengan adanya

penambahan inisiator secara kontinu dan tanpa penggunaan pengikat silang berupa glisidil metakrilat (Suswanti, 2008).

1.2 Perumusan Masalah

Penelitian ini merupakan kelanjutan dari penelitian Indah Suswanti. Pada penelitian Indah Suswanti belum didapatkan partikel polimer berdiameter 200-300 nm dan bersifat monodispers. Hal ini diduga akibat dari penggunaan konsentrasi monomer yang masih rendah. Oleh karena itu, pada penelitian ini digunakan konsentrasi monomer yang relatif besar, yakni sebesar 30%, 40%, 50%, dan 60%. Pada penelitian ini juga akan dilihat pengaruh dari penggunaan pengikat silang glisidil metakrilat terhadap formula polimer emulsi dengan menggunakan konsentrasi monomer yang relatif besar. Variasi pengikat silang glisidil metakrilat yang dilakukan sebesar 0%, 1%, 2% dan 3%. Pengaruh suhu polimerisasi juga akan diamati di dalam penelitian ini.

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh variasi pengikat silang glisidil metakrilat, suhu polimerisasi dan konsentrasi monomer (metil

metakrilat dan butil akrilat) terhadap polimerisasi metil metakrilat-butil akrilat. Selain itu, penelitian ini juga dilakukan untuk mencari kondisi optimum bagi polimerisasi *core-shell* metil metakrilat-butil akrilat agar dihasilkan partikel polimer berukuran 200-300 nm.

1.4 Hipotesis

Dalam reaksi polimerisasi, konsentrasi monomer dan suhu polimerisasi merupakan beberapa faktor yang menentukan besarnya laju reaksi dan ukuran partikel polimer yang dihasilkan. Oleh karena itu, dengan meningkatkan konsentrasi monomer dan suhu polimerisasi maka akan diperoleh ukuran partikel polimer *core-shell* yang lebih besar dari sebelumnya yaitu mencapai ukuran 200-300 nm. Selain itu, proses pelapisan *core* metil metakrilat (MMA) oleh *shell* butil akrilat (BA) membutuhkan adanya pengikat silang seperti glisidil metakrilat sebagai interlayer (penghubung) antara *core* dan *shell*.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Polimer Emulsi

2.1.1 Definisi Polimer Emulsi

Polimer emulsi merupakan suatu polimer organik sintetik berbentuk koloid dengan air sebagai medium pendispersi. Proses polimerisasinya disebut juga sebagai polimerisasi heterogen karena adanya perbedaan kepolaran antara monomer (non-polar) dengan air (polar), sehingga dibutuhkan surfaktan sebagai penstabil (Fried, 1986)

Polimerisasi emulsi menjadi salah satu teknik yang dapat digunakan untuk membuat partikel dalam ukuran nano hingga mikrometer. Berbagai variasi kondisi percobaan, dapat dilakukan untuk membuat partikel sesuai dengan sifat-sifat yang diinginkan. Polimer jenis ini banyak digunakan dalam industri-industri berskala besar, seperti pada industri cat dan bahan perekat dimana produk yang teremulsikan digunakan langsung tanpa dipisahkan dari pelarut airnya. Polimerisasi emulsi juga cocok untuk pembuatan polimer-polimer lengket, karena partikel-partikelnya yang sangat kecil cukup stabil dan tahan terhadap penggumpalan (Urban, 2002).

2.1.2 Komponen dalam Polimerisasi Emulsi

Dalam polimerisasi emulsi terdapat empat komponen utama yang diperlukan, yaitu monomer, surfaktan, air dan inisiator.

2.1.2.1 Monomer

Monomer merupakan salah satu komponen utama dalam polimerisasi emulsi. Banyak monomer yang dapat digunakan dalam proses polimerisasi emulsi dan penggunaannya pun berupa homopolimer ataupun kopolimer. Pemilihan monomer berdasarkan hasil akhir polimer yang diinginkan. Salah satu faktor yang 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, 2001)

Berdasarkan sifat fisik suhu transisi gelas (T_g) monomer, monomer dapat diklasifikasikan atas beberapa kelompok, yaitu monomer keras dan monomer lunak.

Monomer keras merupakan monomer yang memiliki suhu transisi gelas (T_g) tinggi atau di atas suhu kamar. Homopolimer yang terbentuk bersifat keras dan mempunyai ketahanan mekanik yang tinggi, contohnya

adalah stirena (100°C), metil metakrilat (105°C), vinil klorida (81°C), dan vinil asetat (32°C) (Urban, 2002).

Monomer lunak merupakan monomer yang memiliki suhu transisi gelas (T_g) rendah atau di bawah suhu kamar. Homopolimer yang terbentuk biasanya bersifat lunak atau *rubbery* dan *tacky*, contohnya adalah ester akrilat, butadiena (-138°C), butil akrilat (-54°C), dan etilena (-125°C) (Urban, 2002).

Berdasarkan fungsi monomer dalam polimerisasi emulsi, monomer dikategorikan menjadi dua kelompok, yaitu monomer penstabil dan monomer pengikat silang.

Monomer penstabil merupakan monomer yang larut dalam air dan umumnya monomer yang mempunyai gugus fungsi karboksil. Monomer ini dapat menstabilkan partikel dispersi dengan cara menggabungkan pusat hidrofilik ke polimer hidrofobik. Monomer-monomer ini memperbaiki sifat mekanik, meningkatkan stabilitas dispersi lateks, meningkatkan toleransi terhadap elektrolit, meningkatkan kekerasan film, dan meningkatkan adhesi film lateks terhadap substrat, contohnya adalah asam akrilat, asam metakrilat, asam maleat, dan asam fumarat (Oktavia, 2006).

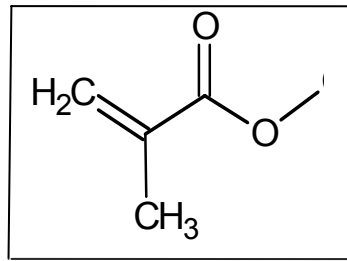
Monomer pengikat silang, merupakan monomer yang dapat mengalami polimerisasi juga. Umumnya monomer ini adalah senyawa yang memiliki dua ikatan rangkap atau dua gugus fungsi. Saat polimerisasi berlangsung, monomer ini ikut dalam polimerisasi, dan ikatan rangkap yang kedua atau gugus fungsi yang kedua akan berikatan silang dengan polimer,

contohnya adalah senyawa polivinil dan polialil atau diena, divinil benzena, senyawa N-metilol dan derivat ester diakrilat atau triakrilat (Oktavia, 2006).

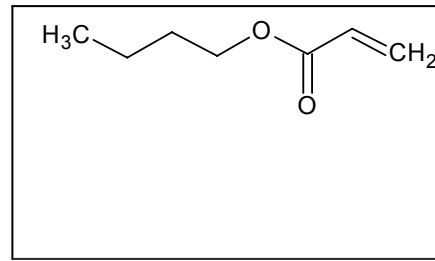
Monomer utama yang digunakan dalam polimerisasi emulsi adalah monomer yang mempunyai kelarutan rendah di dalam media air. Monomer tersebut memiliki kelarutan kurang dari 0,004 mol monomer per liter air. Kelarutan monomer yang terlalu tinggi akan menyebabkan terjadinya polimerisasi larutan, dan bukan polimerisasi emulsi. Monomer utama pada penelitian ini yaitu metil metakrilat dan butil akrilat.

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 (<http://www.jtbaker.com/msds/englishhtml/m5616.htm>, diakses 14 Januari 2009, 20:30 WIB).

Struktur molekul metil metakrilat dan butil akrilat dapat terlihat pada **Gambar 2.1**.



Metil metakrilat



n-butil akrilat

Gambar 2.1 Struktur molekul metil metakrilat dan butil akrilat

<http://www.itbaker.com/msds/englishhtml/m5616.htm>

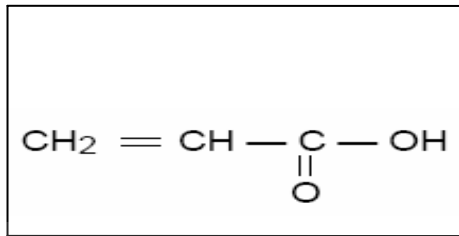
Butil akrilat (butakrilat) merupakan turunan monomer akrilat. Butil akrilat berwujud cair dengan aroma buah-buahan, larut dalam pelarut organik, dan dapat menimbulkan iritasi. Butil akrilat dapat digunakan sebagai homopolimer, kopolimer, dan dapat terlibat di dalam reaksi adisi pada sintesa organik dan anorganik (<http://basf.com/acrylicmonomers/pdfs/butacry.pdf>, diakses 1 Januari 2009, 20:45 WIB). Butil Akrilat mempunyai T_g yang rendah (-54°C). Nilai T_g dipengaruhi oleh panjang rantai alkil pada monomer tersebut. Makin panjang rantai alkil, maka rantai polimer akan semakin sulit mengalami agregasi dan mikrokristalisasi.

Adanya perbedaan nilai suhu transisi gelas (T_g) antara metil metakrilat dan butil akrilat, akan dapat dihasilkan polimer *core-shell* yang memiliki sifat-sifat mekanik yang lebih baik. Ini terjadi karena polimer *core-shell* mempunyai dua T_g khas yang berasal dari masing-masing monomernya. Metil metakrilat

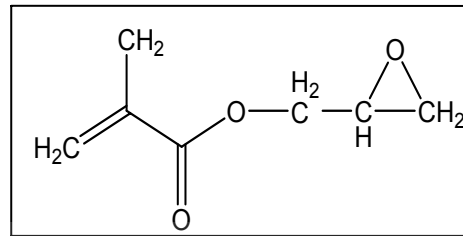
mempunyai Tg tinggi (105°C) dan butil akrilat mempunyai Tg yang rendah (-54°C). Selain itu, *core-shell* juga tetap mempunyai sifat kimia masing-masing monomer penyusunnya atau tidak seperti kopolimer biasa.

Monomer lain yang ditambahkan dalam polimerisasi emulsi ini yaitu asam akrilat (sebagai monomer penstabil emulsi) dan glisidil metakrilat (sebagai monomer pengikat silang). Asam akrilat merupakan asam karboksilat tidak jenuh, cairan yang tidak berwarna, berbau asam yang tajam, korosif, beracun, dan menyebabkan iritasi yang kuat. Asam akrilat digunakan sebagai senyawa vinil pada reaksi adisi, sebagai monomer kopolimer dengan ester akrilat, stirena, vinil asetat, butadiena, dan etilena. Homopolimer dan kopolimer asam akrilat atau bentuk garamnya yang dapat larut dalam air dapat digunakan sebagai pendispersi, zat pengental, dan koloid pelindung (<http://www.dow.com/acrylic/products/gma.html>, diakses 1 Januari 2009, 20:44 WIB).

Glisidil metakrilat atau 2,3-epoksipropil metakrilat, asam metakrilat glisidil ester mempunyai struktur yang mengandung gugus akrilat dan epoksi. Gugus-gugus fungsi ini menentukan aplikasinya dalam industri resin dan pelapis (*coating*). Keuntungan dari adanya gugus fungsi akrilat/vinil yaitu dapat terjadi kopolimerisasi dengan beberapa monomer vinil lainnya, baik yang larut dalam air ataupun dalam zat organik. Keuntungan dari gugus fungsi epoksi yaitu dapat terjadinya ikatan silang dengan amina, asam karboksilat dan polimer yang mengandung gugus hidroksil. Struktur molekul asam akrilat dan glisidil metakrilat dapat terlihat pada **Gambar 2.2**.



Asam akrilat



Glisidil Metakrilat

Gambar 2.2 Struktur molekul asam akrilat dan glisidil metakrilat

<http://www.basf.com/acrylicmonomers/pdfs/acrylic.pdf>

Kombinasi gugus vinil dan epoksi yang menarik ini dapat meningkatkan kebebasan dalam desain polimerisasi, dan menghasilkan sifat yang diinginkan. Sifat tersebut diantaranya yaitu ketahanan terhadap cuaca, ketahanan impak, kekuatan adhesif, dan ketahanan terhadap air dan panas. Sifat-sifat ini muncul karena gugus metil pada glisidil metakrilat lebih tahan terhadap reaktan daripada ester vinil akrilat (Supri, 2004).

Sifat kimia dan fisika monomer-monomer yang digunakan dapat terlihat pada **Tabel 2.1**.

Tabel 2.1 Sifat kimia dan fisika monomer yang digunakan

Besaran	Monomer			
	Metil Metakrilat (MMA)	Butil Akrilat (BA)	Asam Akrilat (AA)	Glisidil Metakrilat (GMA)
Berat Molekul (g/mol)	100,12	128,2	72	142,2
Rumus molekul	C ₄ H ₆ O ₂	C ₇ H ₁₂ O ₂	C ₃ H ₄ O ₂	C ₇ H ₁₀ O ₃
Kerapatan (g/cm ³)	0,948	0,898	1,046	1,068
Kelarutan dalam air (g/mL)	15	0,16 – 0,2	Tidak terbatas (20°C)	0,023
Titik leleh (°C)	-48	-65	13	-70
Titik didih (°C)	100	147,8	141	195
Tg (°C)	105	-54	106	75
Indeks refraksi	1,412	1,418	1,420 – 1,421	1,4473

Sumber: <http://www.jtbaker.com/msds/englishhtml/m5616.htm> ,
<http://basf.com/acrylicmonomers/pdfs/butacry.pdf> ,
<http://www.basf.com/acrylicmonomers/pdfs/acrylic.pdf>
<http://www.dow.com/acrylic/products/gma.html>

2.1.2.2 Surfaktan

Surfaktan atau *surface active agent* merupakan suatu zat yang ketika dilarutkan dalam pelarut maka molekul-molekulnya akan tertarik ke permukaan dan kehadirannya dapat menurunkan tegangan permukaan.

Surfaktan dalam polimer emulsi berfungsi sebagai pengemulsi yang berperan dalam penyediaan tempat untuk nukleasi partikel serta berfungsi sebagai penstabil koloid dari partikel yang sedang tumbuh sebagai hasil dari adsorpsi surfaktan pada antarmuka partikel air (Urban, 2002)

Surfaktan sendiri merupakan suatu zat dengan struktur yang terdiri dari dua bagian yaitu bagian liofilik (suka pelarut) dan liofobik (tidak suka pelarut). Dalam pelarut air, bagian liofilik yang bersifat polar disebut gugus hidrofilik sedangkan bagian liofobik yang nonpolar disebut hidrofobik.

Berdasarkan gugus hidrofiliknya, surfaktan dikategorikan menjadi surfaktan anionik, surfaktan kationik, surfaktan non-ionik dan surfaktan *zwitter ion*. **Surfaktan anionik** memiliki bagian aktif permukaan mengandung muatan negatif, contohnya adalah sodium lauril sulfat. **Surfaktan kationik** memiliki bagian aktif permukaan mengandung muatan positif, contohnya adalah garam dari amina rantai panjang. **Surfaktan non-ionik** memiliki bagian aktif permukaan tidak bermuatan, contohnya adalah asam lemak rantai panjang. **Surfaktan *zwitter ion*** memiliki bagian aktif permukaan mengandung muatan positif dan muatan negatif, contohnya adalah asam amino rantai panjang (Yulizar dan Utari, 2005).

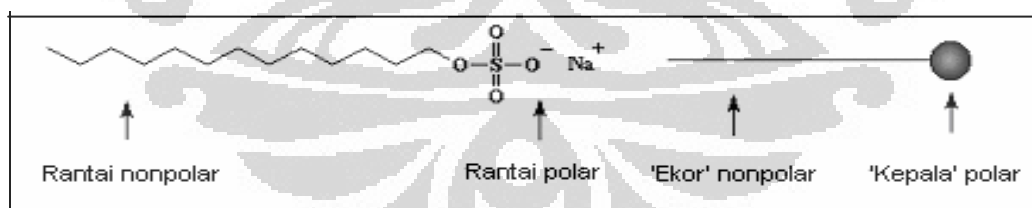
Umumnya pada proses polimerisasi emulsi menggunakan surfaktan anionic dan non ionik (Urban, 2002). Dalam penelitian ini, surfaktan yang digunakan adalah sodium lauril sulfat (SLS) yang termasuk surfaktan anionik. Spesifikasi dari SLS dapat terlihat pada **Tabel 2.2**.

Tabel 2.2 Spesifikasi sodium lauril sulfat

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

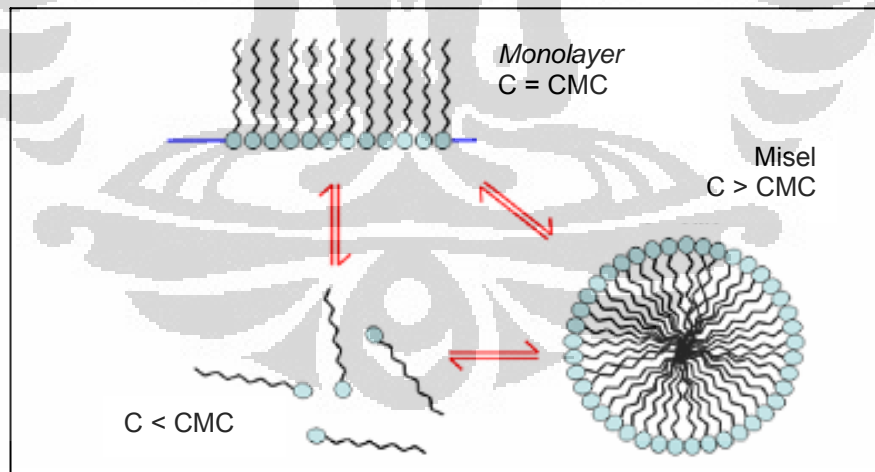
Sumber: <http://www.jtbaker.com/msds/englishhtml/s3670.htm>

Gambar 2.3 merupakan gambar stuktur dari surfaktan SLS yang terdiri dari rantai nonpolar sebagai ekor dan rantai polar sebagai kepala.



Gambar 2.3 Struktur molekul surfaktan sodium lauril sulfat
[Sumber: Pramauro, E., 1996]

Saat surfaktan dilarutkan dalam pelarut, maka molekul-molekulnya akan teradsorpsi pada permukaan. Pada konsentrasi tertentu, molekul surfaktan berkumpul dan membentuk suatu kelompok yang disebut misel. Konsentrasi surfaktan saat mulai terbentuk misel disebut *Critical Micelles Concentration (CMC)*. Proses pembentukan misel pada konsentrasi surfaktan di atas CMC dapat dilihat pada **Gambar 2.4**. Misel umumnya berukuran antara 2-10 nm, dan setiap misel mengandung 50-150 molekul surfaktan. Dalam pelarut air, molekul surfaktan tersusun pada misel dengan bagian hidrofobnya menghadap ke dalam misel (di dalam inti misel) dan bagian hidrofiliknya menghadap fasa air. Jumlah misel dan ukurannya bergantung pada konsentrasi dan struktur kimia surfaktan.



Gambar 2.4 Pembentukan misel saat konsentrasi sodium lauril sulfat di atas CMC
 . [Sumber: Suswanti, 2008]

2.1.2.3 Air

Penggunaan air dalam polimerisasi emulsi ini biasanya berkisar antara 35-65%. Air digunakan sebagai medium pendispersi yang dapat menyerap dan menyebarkan panas yang timbul dari reaksi eksotermis. Air yang digunakan harus memiliki kualitas yang baik agar tidak mengganggu proses polimerisasi. Oleh karena itu, perlu digunakan air demineral (Braun *et al.*, 2005).

2.1.2.4 Inisiator

Inisiator merupakan sumber radikal bebas dalam polimerisasi emulsi. Dalam hal ini radikal bebas merupakan atom atau gugus apa saja yang memiliki satu atau lebih elektron tidak berpasangan. Dengan adanya inisiator, tahap awal polimerisasi (inisiasi) akan berlangsung. Inisiator bukan katalis yang sebenarnya karena inisiator dikonsumsi dalam jumlah tertentu pada reaksi kimia. Inisiator yang umum digunakan dalam polimerisasi emulsi diantaranya adalah inisiator termal dan redoks. **Inisiator termal** merupakan inisiator yang tidak stabil terhadap panas dan akan terdekomposisi menjadi radikal pada suhu tertentu sesuai dengan strukturnya, contohnya adalah persulfat, organik peroksida dan hidroperoksida. **Inisiator redoks** merupakan inisiator yang menghasilkan radikal bebas melalui reaksi oksidasi

reduksi pada suhu yang relatif rendah, contohnya adalah kalium persulfat-sodium bisulfit, hidrogen peroksida-ferro sulfat dan hidrogen peroksida-asam askorbat. Keuntungan utama dari inisiator redoks adalah produksi radikal dapat terjadi pada daerah suhu yang lebih luas dan menghasilkan berat molekul polimer yang lebih tinggi. Selain itu, inisiator redoks hanya membutuhkan energi aktivasi yang lebih rendah untuk dekomposisi, yaitu sekitar 10 kkal/mol dibandingkan 30-35 kkal/mol yang dibutuhkan untuk dekomposisi secara termal (Boutti *et al.*, 2005).

Inisiator yang digunakan dalam penelitian ini adalah inisiator termal yaitu Amonium Persulfat (APS). APS memiliki laju dekomposisi lebih cepat. Laju dekomposisi inisiator menjadi radikal bebas dispesifikasikan sebagai waktu paruh. Waktu paruh adalah waktu yang dibutuhkan larutan inisiator pada suhu tertentu untuk mencapai setengah dari konsentrasi awal. Penurunan konsentrasi ini diperoleh melalui cara dekomposisi termal. Spesifikasi ammonium persulfat (APS) dapat terlihat pada **Tabel 2.3**.

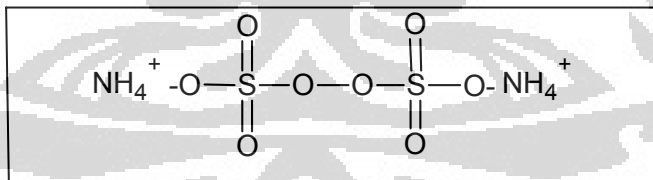
Tabel 2.3 Spesifikasi amonium persulfat

Rumus molekul	$(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$
Berat molekul (g/mol)	228,18
Wujud fisik	Serbuk kristal putih higroskopis yang tak berbau
Titik leleh ($^{\circ}\text{C}$)	120
Kerapatan (g/cm^3)	1,982
Kelarutan ($\text{g}/\text{liter H}_2\text{O}$, 20°C)	620
pH (larutan jenuh, 25°C)	$\pm 4,4$
Waktu paruh (jam) *	± 192 (50°C) $\pm 8,4$ (70°C) $\pm 0,55$ (90°C)

Keterangan * : Nilai pendekatan dan tergantung pada pH

Sumber: http://www.rheinperchemie.com/download/rpc_msds_aps_e.pdf

Struktur molekul Amonium Persulfat (APS) dapat terlihat pada **Gambar 2.5**.



Gambar 2.5 Struktur molekul amonium persulfat

http://www.rheinperchemie.com/download/rpc_msds_aps_e.pdf

2.1.2.5 Bahan Tambahan Lain

Selain monomer, inisiator, surfakta dan air, digunakan bahan tambahan lain, yaitu senyawa yang dapat memberikan suasana basa, seperti NaOH atau KOH. Senyawa ini berfungsi untuk meningkatkan pH polimer emulsi agar dapat digunakan untuk aplikasi *coating*, karena pH asam menyebabkan polimer menjadi mudah terdegradasi. Selain itu NaOH juga berfungsi mencegah terjadinya koagulasi partikel polimer yang telah terbentuk.

2.1.3 Karakteristik Polimerisasi Emulsi

2.1.3.1 Persen Konversi

Pada aplikasi polimer emulsi, penentuan persen konversi merupakan bagian awal karakterisasi yang dilakukan pada hasil polimerisasi emulsi yang masih berbentuk emulsi. Persen konversi merupakan perbandingan antara kandungan padatan yang dihasilkan pada percobaan dengan kandungan padatan pada teoritisnya. Kandungan padatan menggambarkan hasil polimer yang dihasilkan berdasarkan total formula polimerisasi kecuali air. Biasanya, polimer emulsi dikeringkan dahulu pada berat yang konstan dan

suhu diantara 100-140⁰ C, dan kandungan padatannya adalah perbandingan antara berat polimer setelah dikeringkan dengan total berat sampel awal.

Polimer kering yang ditimbang terdiri dari polimer, surfaktan dan garam anorganik (dibentuk dari hasil dekomposisi inisiator dan dari netralisasi).

Bagian yang menguap saat dikeringkan adalah air dan monomer yang tidak berubah menjadi polimer saat polimerisasi. Persen konversi yang dihasilkan, dapat digunakan untuk melihat apakah suatu proses polimerisasi berjalan sempurna.

2.1.3.2 Ukuran Partikel

Dalam industri, ukuran partikel biasanya berhubungan dengan sifat cat dan stabilisasi polimer emulsi. Cat yang memiliki ukuran yang relatif kecil akan memberikan gaya adhesi yang besar, sehingga dapat merekat dengan baik dan tidak mudah terkelupas.

Ukuran partikel juga dapat mempengaruhi warna yang ditimbulkan oleh suatu material. Material yang dilapisi polimer emulsi *core-shell* berukuran 200-300 nm mampu merefleksikan warna tertentu yang tergantung pada sudut dari sinar datang.

2.1.3.3 Indeks Poldispersitas (*Polydispersity Index*)

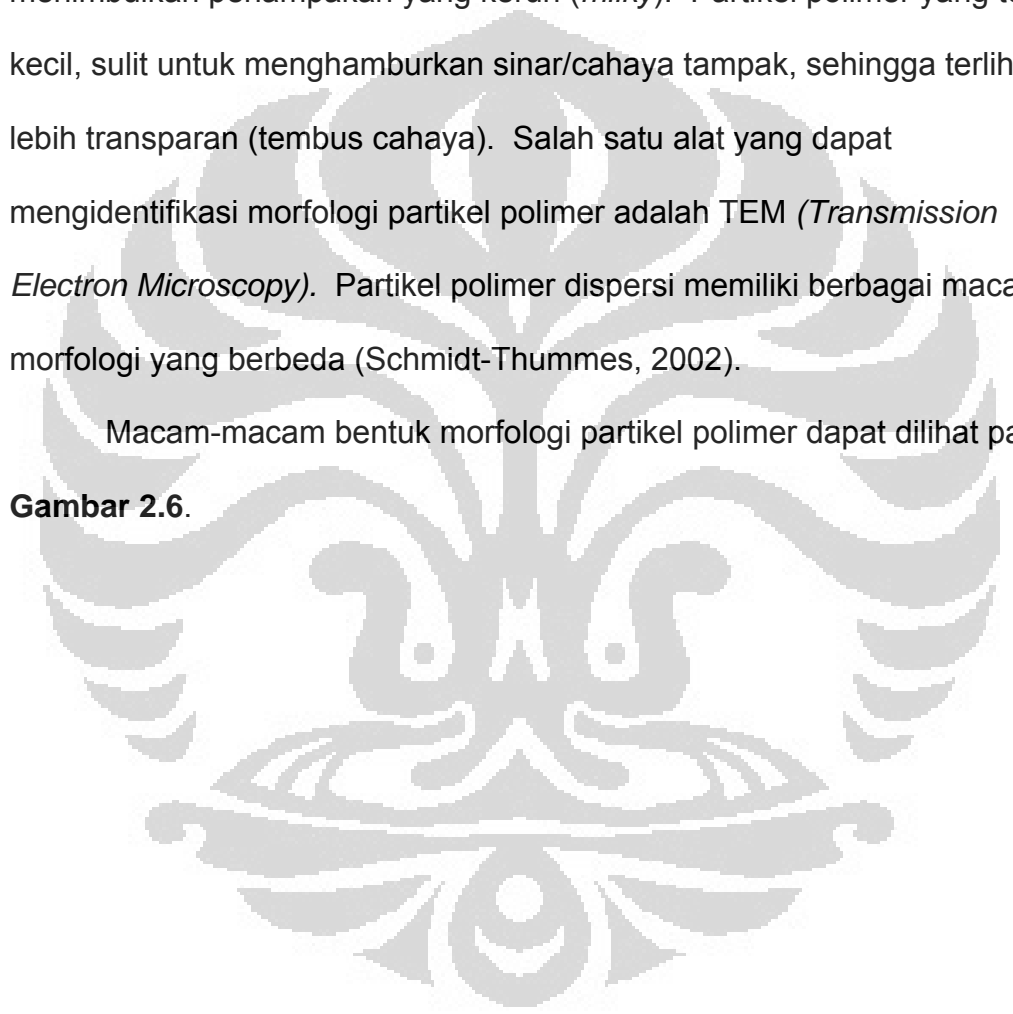
Nilai indeks poldispersitas dapat menggambarkan keseragaman partikel polimer dalam suatu polimer emulsi yang dihasilkan. Polimer emulsi yang memiliki ukuran partikel yang sama dinamakan dispersi monodispers, sedangkan polimer yang tidak memiliki ukuran partikel yang sama dinamakan dispersi poldispers, seperti yang terlihat pada **Gambar 2.7** (Fried, 1986).

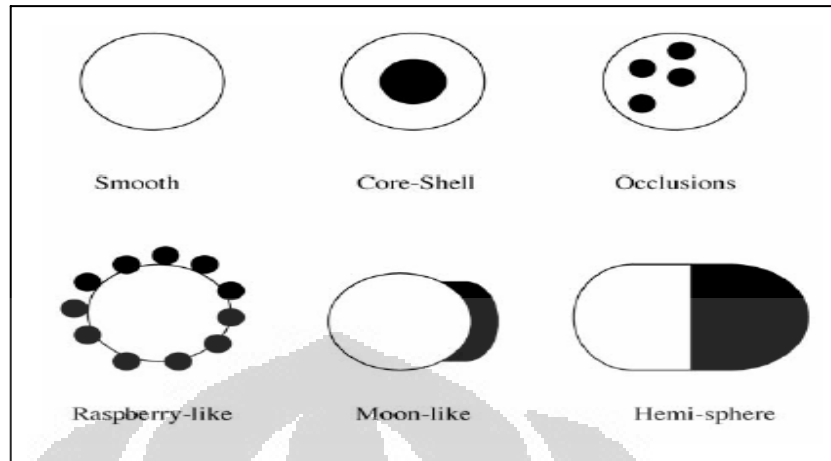
Salah satu alat yang dapat menentukan keseragaman partikel polimer emulsi adalah Malvern Zeta Nano *Particle Analyzer Nano Series* (Nano S). Selain pengukuran indeks poldispersitas, alat ini juga mampu menentukan ukuran partikel dan berat molekul polimer. Sampel polimer emulsi yang bersifat monodispers memiliki nilai indeks poldispersitas di bawah 0,1, sedangkan polimer emulsi yang bersifat poldispers memiliki nilai indeks poldispersitas di atas 0,5. Nilai indeks poldispersitas yang bernilai antara 0,1-0,5 harus dianalisis terlebih dahulu berdasarkan lebar *peak* yang diperoleh. Semakin lebar *peak* yang didapat maka polimer yang dikarakteristik memiliki keseragaman yang semakin berkurang. Sebaliknya, semakin tinggi dan semakin sempit *peak* yang diperoleh maka polimer yang dikarakteristik memiliki nilai indeks poldispersitas yang semakin kecil (semakin monodispers) (Malvern Instrumen Ltd, 2003).

2.1.3.4 Morfologi Partikel

Polimer dispersi umumnya memiliki morfologi partikel yang bulat (*spherical*). Partikel dispersi ini dapat menghamburkan cahaya, sehingga menimbulkan penampakan yang keruh (*milky*). Partikel polimer yang terlalu kecil, sulit untuk menghamburkan sinar/cahaya tampak, sehingga terlihat lebih transparan (tembus cahaya). Salah satu alat yang dapat mengidentifikasi morfologi partikel polimer adalah TEM (*Transmission Electron Microscopy*). Partikel polimer dispersi memiliki berbagai macam morfologi yang berbeda (Schmidt-Thummes, 2002).

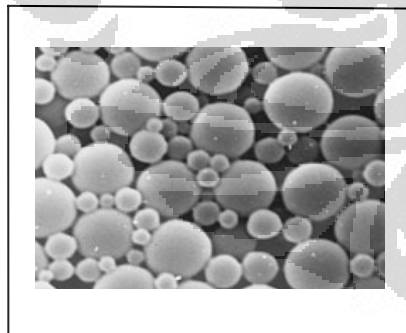
Macam-macam bentuk morfologi partikel polimer dapat dilihat pada **Gambar 2.6**.



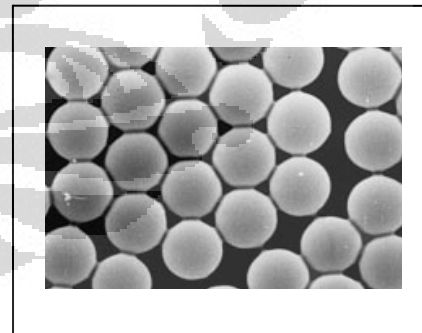


Gambar 2.6 Morfologi partikel polimer emulsi
[Sumber: Schmidt-Thummes, 2002]

Karakteristik dengan TEM juga dapat menggambarkan distribusi ukuran partikel. Distribusi ukuran partikel polimer dapat dibagi menjadi polimodal (polidispers) dan monomodal (monodispers). Distribusi partikel polimodal dan monomodal dapat terlihat pada **Gambar 2.7**.



Distribusi polimodal



Distribusi Monomodal

Gambar 2.7 Distribusi partikel polimodal dan monomodal
[Sumber: Yang et al., 1999]

2.1.3.5 Berat Molekul

Berat molekul merupakan salah satu faktor yang berperan penting pada polimer emulsi, 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.

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

Hasil spektra FT-IR merupakan data penunjang yang dapat menunjukkan telah terjadinya reaksi polimerisasi pada polimer emulsi *core-shell* metil metakrilat-butil akrilat 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:

$$E = hc\nu$$

dimana, E = energi vibrasi

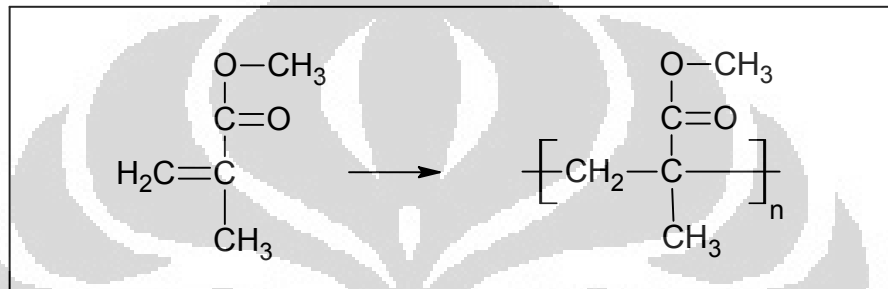
h = konstanta Planck

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
[Sumber: Abdullah, 2007]

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

2.1.4 Teknik Polimerisasi Emulsi

Dalam polimerisasi emulsi dikenal empat macam teknik polimerisasi emulsi yaitu teknik *batch*, *seeding*, kontinu, dan semikontinu.

2.1.4.1 Teknik *Batch*

Pada teknik *batch*, semua komponen yaitu air, monomer, emulsifier, surfaktan, dan koloid pelindung dimasukkan pada awal reaksi. Keuntungan dari proses ini yaitu berat molekul yang dihasilkan tinggi dan eksperimennya yang sederhana. Kekurangan dari proses ini yaitu kesulitan mengontrol suhu dan polimer yang dihasilkan memiliki ukuran yang tidak seragam (polidispers).

2.1.4.2 Teknik *Seeding*

Pada polimerisasi emulsi dengan teknik *seeding*, sebagian air, monomer dan surfaktan dimasukkan ke dalam reaktor kemudian dilakukan penambahan inisiator secara langsung (*shot*). Setelah semua inisiator selesai ditambahkan, dilakukan *feeding* sisa air, monomer dan surfaktan. Keunggulan dari polimerisasi cara ini adalah dapat menghasilkan ukuran partikel yang relatif besar.

2.1.4.3 Teknik Kontinu

Pada polimerisasi kontinu, dilakukan *feeding* komponen secara kontinu. Kelebihan dari proses ini yaitu memiliki teknis yang sederhana, dapat diperoleh jumlah produk yang tinggi dan komposisi kopolimer yang seragam. Kekurangan proses ini yaitu hanya cocok untuk dispersi yang stabil terhadap tegangan, viskositas dispersi rendah dan berat molekul yang rendah.

2.1.4.4 Teknik Semikontinu

Pada teknik semikontinu, sebagian air dan surfaktan dicampurkan dan kemudian dimasukkan ke dalam reaktor. Selanjutnya ke dalam campuran yang disebut *initial charge* ini dimasukkan pra-emulsi monomer dan larutan inisiator secara terus-menerus sampai habis. Jika dalam polimerisasinya digunakan inisiator yang terdiri dari dua senyawa (misalnya H_2O_2 – asam askorbat) maka salah satunya dimasukkan ke dalam reaktor bersama *initial charge* sedangkan yang satu lagi dimasukkan sesudahnya bersama pra-emulsi monomer.

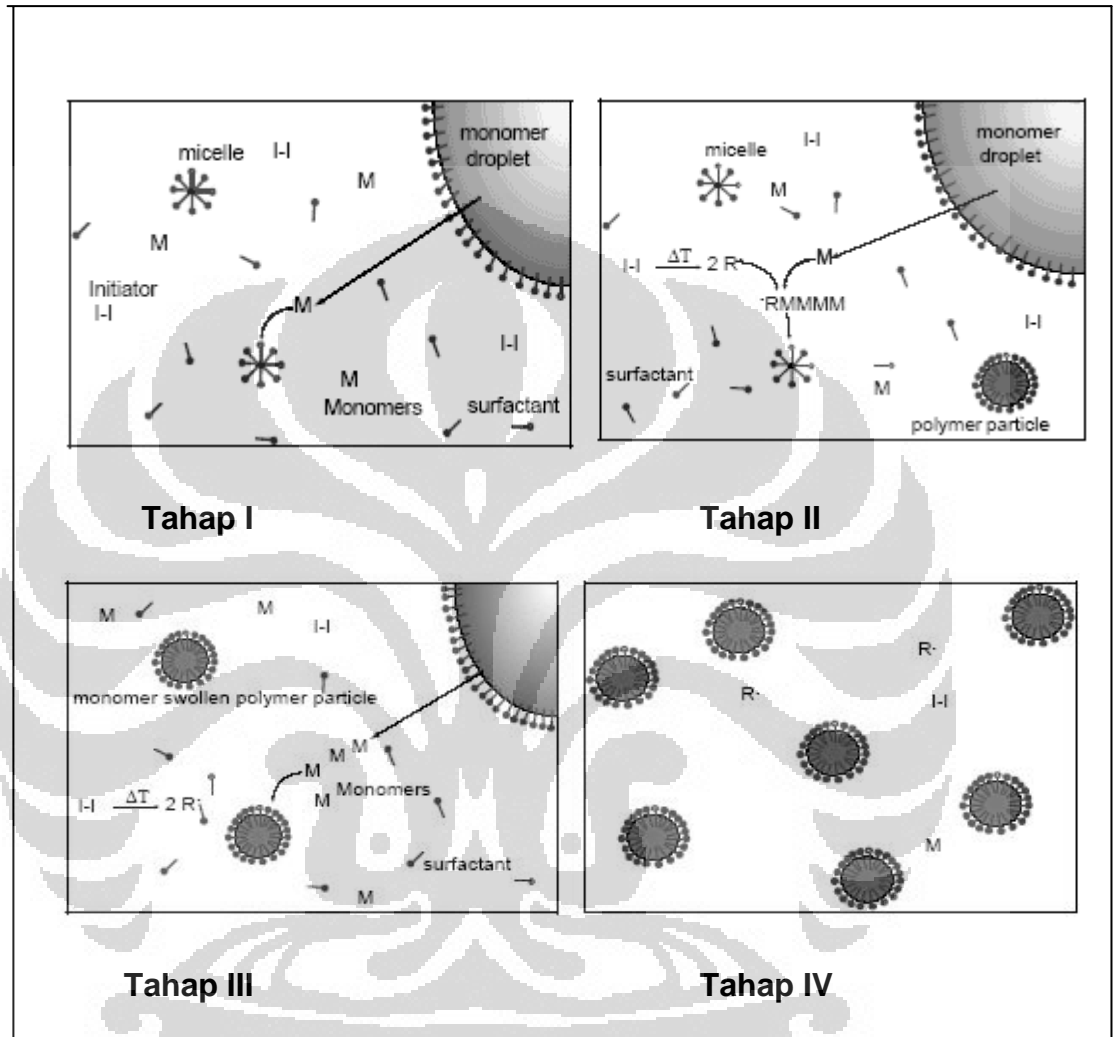
Teknik semikontinu merupakan teknik polimerisasi yang paling banyak digunakan di industri polimer khususnya yang menghasilkan partikel polimer bergugus fungsi (Ding et al.,2004). Hal ini disebabkan oleh beberapa

kelebihan yang dimilikinya. Pertama, teknik ini dapat secara efektif mengurangi monomer atau komonomer yang terbuang atau tercecer pada reaktor. Teknik ini memfasilitasi transfer panas yang baik dan memiliki tingkat keselamatan kerja yang tinggi. Kedua, komposisi kopolimer yang dihasilkan dapat dikontrol dengan mengubah kecepatan *feed* monomer tersebut. Kelebihan lainnya dari teknik ini adalah dihasilkan ukuran partikel yang seragam (monodispers). Oleh karena itu dalam penelitian ini dilakukan polimerisasi emulsi *core-shell* metil metakrilat-butil akrilat dengan teknik semikontinu.

2.1.5 Mekanisme Polimerisasi Emulsi

Polimerisasi emulsi adalah salah satu metode yang paling banyak digunakan dalam industri karena banyak manfaat antara lain faktor ekonomi dan adanya penggunaan media air yang aman sebagai media polimerisasi. Hingga saat ini telah cukup banyak studi yang dilakukan untuk lebih memahami mekanisme polimerisasi emulsi. Secara umum, mekanisme yang dipakai adalah teori klasik yang dikemukakan oleh Harkin dan Smith-Eward. Teori tersebut mengemukakan bahwa monomer terlarut dalam misel. Misel ini merupakan pembentuk inti dari partikel polimer yang ukurannya sangat kecil. Saat terbentuk misel, bagian hidrofobik surfaktan akan berorientasi sejauh mungkin dari media air. Ukuran dari misel ini sekitar 4 nm.

Tahap polimerisasi emulsi dapat dilihat pada **Gambar 2.8**.



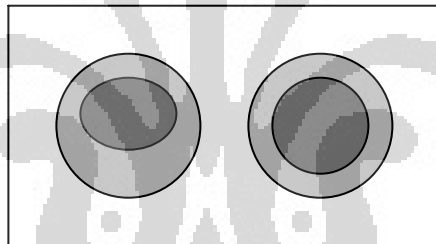
Gambar 2.9 Tahap polimerisasi emulsi
[Sumber: Egen, et al., 2001]

Berdasarkan **Gambar 2.9**, tahap I menunjukkan molekul monomer 'terlarut' di dalam misel. Pada tahap II terjadi pertumbuhan rantai polimer membentuk oligomer di dalam misel. Oligomer ini diinisiasi oleh radikal bebas yang diperoleh dari dekomposisi inisiator termal. Molekul monomer berdifusi keluar dari monomer droplet untuk memasuki misel. Surfaktan kemudian terdistribusi kembali untuk menghasilkan lebih banyak *swollen* partikel polimer, dan mengurangi jumlah monomer droplet. Radikal bebas yang dihasilkan pada fasa air yaitu sekitar 10^{13} radikal/cm³ detik. Kemudian pada tahap III, monomer yang dikonsumsi oleh pertumbuhan rantai polimer digantikan oleh monomer baru yang terus bermigrasi keluar dari monomer droplet. Penambahan monomer droplet dilakukan secara kontinu (*feeding*) untuk mencegah kekurangan monomer. Pada tahap IV yaitu setelah semua monomer habis dikonsumsi, terjadi pasca polimerisasi tanpa penambahan kembali monomer. Tahap ini bertujuan agar tidak terdapat monomer yang bebas di dalam sistem polimerisasi (Anselmann *et al.*, 2004).

2.2 Polimer Emulsi *Core-Shell*

2.2.1 Definisi Polimer Emulsi *Core-Shell*

Polimer emulsi *core-shell* merupakan suatu polimer emulsi dengan struktur partikel heterogen yang tersusun dari dua jenis monomer dimana satu monomer dipolimerisasi pada bagian *core*, satunya lagi pada bagian *shell*. Struktur yang mungkin dari suatu partikel polimer *core-shell* terlihat pada **Gambar 2.10**.



Gambar 2.10 Struktur partikel polimer *core-shell*

2.2.2 Tahapan Polimerisasi *Core-Shell*

Dalam pembentukan polimer *core-shell* diperlukan dua tahap utama. Tahap pertama adalah pembentukan *core* dari suatu monomer keras, sedangkan tahap kedua berupa pelapisan *shell* oleh monomer lunak. Dalam tahap pelapisan *shell* tersebut umumnya digunakan suatu agen pengikat silang yang dapat bertindak sebagai interlayer antara polimer *core* dan *shell*.

2.2.3 Polimer Emulsi *Core-Shell* sebagai Material Penghasil Efek Warna Opal

Untuk bisa digunakan sebagai material penghasil efek warna opal, maka polimer emulsi *core-shell* yang dibuat harus dikristalisasikan dengan cara pengeringan atau kompresi sehingga terbentuk lapisan film tipis (Egen, *et al.*, 2004; Ruhl, *et al.*, 2001; Ruhl, *et al.*, 2003). Apabila ada sinar yang mengenai film tersebut dengan sudut tertentu, maka sinar tersebut akan didifraksikan atau direfleksikan dari bidang film dimana panjang gelombangnya mengikuti hukum Braggs. Panjang gelombang yang tidak didifraksikan akan melintasi film dengan mentransmisikan warna komplemennya. Semua sinar, baik yang didifraksikan maupun tidak, akan direfraksikan kembali pada salah satu dari dua permukaan film. Dengan

demikian warna yang terlihat mata akan berbeda-beda tergantung pada sudut sinar datang dan indeks refraksi, n , dari polimer *core-shell*.

Indeks refraksi partikel sangat berpengaruh terhadap sifat *core-shell* itu sendiri sebagai material penghasil efek warna opal. Hal ini sesuai hukum Snell yang merumuskan bahwa besarnya sinar yang direfraksikan (δ) akan bergantung pada indeks refraksi dan sudut datang (θ) sesuai persamaan berikut:

$$n = \frac{\cos \theta}{\cos \delta}$$

Dari penelitian yang dilakukan Ruhl *et. al.*, diperoleh bahwa selisih indeks refraksi (Δn) sebesar 0,11 antara *core* keras dengan interlayer plus *shell* lunak akan memberikan efek warna yang cukup baik (Ruhl *et.al.*, 2004).

Selain itu, agar efek warna opal yang ditimbulkan mencakup semua panjang gelombang sinar tampak (400 – 700 nm), maka diameter *core-shell* yang disintesis harus berada pada range 200 – 300 nm. Jika diameternya hanya 180 nm, maka hanya warna violet yang akan teramati (pada sudut datang 90° , posisi tegak lurus lapisan film tipis *core-shell*) sedangkan jika diameternya sebesar 400 nm, maka warna yang teramati hanya merah (pada sudut datang 0°) (Ruhl *et.al.*, 2004).

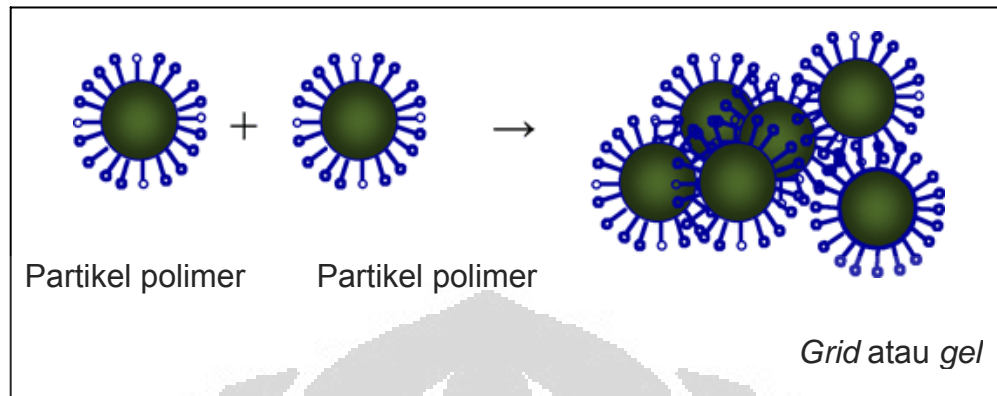
Selain diameter partikel, faktor lain yang sangat menentukan adalah distribusi ukuran partikel. Agar diperoleh efek warna opal yang bagus,

polimer yang diperoleh harus bersifat monodispers, artinya memiliki distribusi ukuran partikel yang seragam (Abdullah 2007).

2.3 Grid

2.3.1 Definisi Grid

Selain polimer emulsi sebagai produk utama dalam polimerisasi emulsi, ada pula produk samping (*by product*) yang biasa dihasilkan. Produk tersebut sering dinamakan dengan *grid*. *Grid* atau *gel* merupakan gabungan dari partikel-partikel polimer yang menghasilkan koloid yang tidak stabil dan akhirnya mengendap. Perbedaan *grid* dan *gel* dapat terlihat dengan kasat mata. *Grid* berupa padatan berbentuk bulat dalam keadaan kering. Sedangkan *gel* berupa padatan yang basah dengan kondisi seperti bubur. Proses terbentuknya *grid* atau *gel* dapat dilihat pada **Gambar 2.11**.



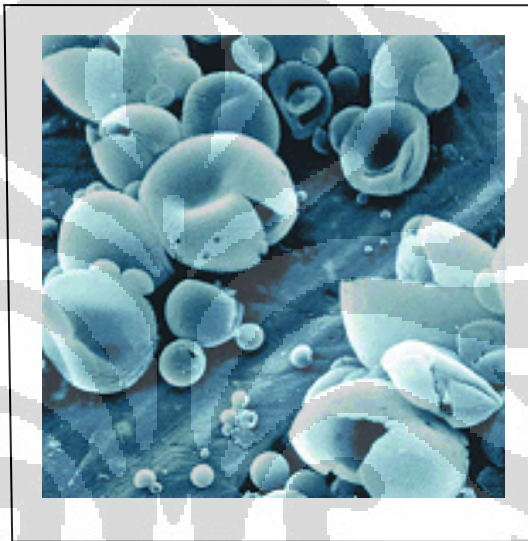
Gambar 2.11 Proses terbentuknya *grid* atau *gel*
<http://www.chem.cmu.edu/groups/maty/images/research/Research%2520Areas/09-Nano/09-05.gif&imgrefurl>

2.3.2 Penyebab Terbentuknya *Grid*

Menurut Thompson dan Mc. Ewen, ada dua faktor yang mempengaruhi terjadinya flokulasi. Dalam polimerisasi emulsi, peristiwa flokulasi dapat menyebabkan terbentuknya *grid*. Faktor yang mempengaruhi terbentuknya *grid* adalah kadar penggunaan surfaktan dan temperatur reaksi polimerisasi.

Kadar penggunaan surfaktan yang rendah menghasilkan misel yang yang tidak kokoh. Hal ini menyebabkan ketidakmampuan misel dalam menampung oligomer, sehingga oligomer tersebut mengalami terminasi di luar misel. Keberadaan oligomer di luar misel dapat memicu terbentuknya *grid*, akibat kondisi yang tidak stabil (tidak terselubung oleh misel). Misel yang tidak mampu menampung monomer di dalamnya akan menyebabkan

pecahnya misel. Peristiwa pecahnya misel ini menyebabkan bentuk partikel polimer yang tidak bulat. Gambaran misel yang pecah dapat terlihat pada **Gambar 2.12**.



Gambar 2.12 Misel yang pecah
<http://www.chm.bris.ac.uk/pt/colloid1.gif>

Penggunaan temperatur yang terlalu tinggi dapat memperbesar terjadi peristiwa autoakselerasi. Autoakselerasi merupakan reaksi yang disebabkan oleh adanya akumulasi radikal di dalam proses pembentukan partikel polimer sehingga menyebabkan efek flokulasi (Billmeyer, 1984). Efek ini umumnya terjadi pada polimer yang memiliki kandungan monomer tertentu, seperti metil metakrilat, metil akrilat dan asam akrilat (Piirma, 1982). Selain temperatur yang terlalu tinggi, autoakselerasi juga dapat diakibatkan dari adanya pengadukan yang kurang baik.



BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Proses polimerisasi emulsi *core-shell* dilakukan dengan dua tahap. Tahap pertama adalah pembentukan *core* metil metakrilat dengan metode polimerisasi emulsi menggunakan teknik semikontinu. Tahap kedua, pelapisan *shell* butil akrilat pada *core* metil metakrilat.

Pada tahap pembentukan *core* dan *shell*, dilakukan variasi jumlah konsentrasi monomer sebesar 30%, 40%, 50% dan 60%. Sebelum pra-emulsi *shell* butil akrilat, dilakukan variasi penambahan pengikat silang glisidil metakrilat, yakni tanpa penambahan glisidil metakrilat dan penambahan glisidil metakrilat sebesar 1%, 2%, dan 3%. Selain itu dilakukan variasi terhadap suhu polimerisasi.

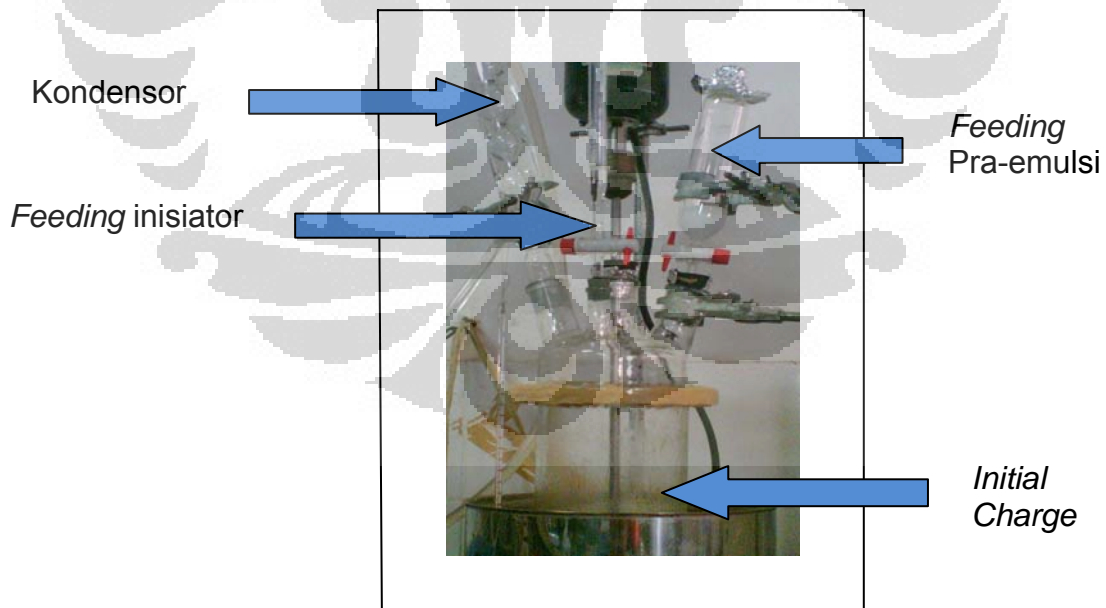
Polimer emulsi yang didapatkan, dilakukan karakterisasi terhadap *core-shell* metil metakrilat-butyl akrilat yang terbentuk. Karakterisasi yang dilakukan meliputi ukuran partikel, distribusi ukuran partikel, indeks polidispersitas, spektra IR, dan morfologi partikel polimer.

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan selama polimerisasi emulsi *core-shell* metil metakrilat-butil akrilat antara lain: alat-alat gelas yang biasa digunakan di laboratorium, oven, penangas air, reaktor polimerisasi, termometer, *stirrer*, neraca analitik, Malvern Zeta Nano *Particle Analyzer Nano Series* (Nano S), FT-IR (Fourier Transform-Infra Red) dan TEM (*Transmission Electron Microscopy*).

Satu perangkat reaktor polimerisasi yang digunakan pada penelitian ini dapat terlihat pada **Gambar 3.1**.



Gambar 3.1 Reaktor polimerisasi dalam skala laboratorium

3.1.2 Bahan

Pada penelitian ini, bahan yang digunakan untuk polimerisasi emulsi *core-shell* metil metakrilat-butil akrilat terdiri dari metil metakrilat (MMA), butil akrilat (BA), amonium persulfat (APS), asam akrilat, sodium lauril sulfat (SLS), NaOH dan air demineral.

3.2 Metode Kerja

3.2.1 Pembuatan *Core-Shell* Metil Metakrilat-Butil Akrilat

Pembuatan polimer *core-shell* metil metakrilat-butil akrilat yang akan dilakukan menggunakan kondisi optimum yang telah diperoleh penelitian sebelumnya. Kondisi optimum yang diperoleh Kurnia Syahputri untuk polimerisasi *core* metil metakrilat yaitu konsentrasi metil metakrilat 30%, surfaktan sodium lauril sulfat (SLS) 5 CMC, teknik semikontinu, inisiator termal amonium persulfat 2% dan waktu *feeding* 3,5 jam dengan ukuran partikel yang dihasilkan sebesar 116,8 nm, indeks polidispersitas 0,153 (monodispers) dan persen konversi 95,08% (Putri, 2008).

Pada polimerisasi *shell*, kondisi optimum yang telah diperoleh Rahayu Utami yaitu konsentrasi butil akrilat 17,33%, surfaktan sodium lauril sulfat (SLS) 0,5 CMC, teknik semikontinu, inisiator termal amonium persulfat 1%

dan waktu *feeding* 5 jam dengan ukuran partikel yang dihasilkan sebesar 104,4 nm, indeks polidispersitas 0,006 (monodispers) dan persen konversi 97,21% (Utami, 2008). Pada penelitian Helmiyati, dihasilkan bahwa semakin besar waktu *feeding* menyebabkan penurunan ukuran partikel (Helmiyati dan Budianto, 2008). Oleh karena itu, pada penelitian ini digunakan waktu *feeding* yang lebih singkat dibandingkan dari penelitian Kurnia Syahputri dan Rahayu Utami. Pada penelitian ini dilakukan polimerisasi *core* selama 3 jam dan polimerisasi *shell* selama 4 jam.

3.2.2 Prosedur Kerja Pembuatan Polimer Emulsi *Core-Shell* Metil Metakrilat-Butil Akrilat

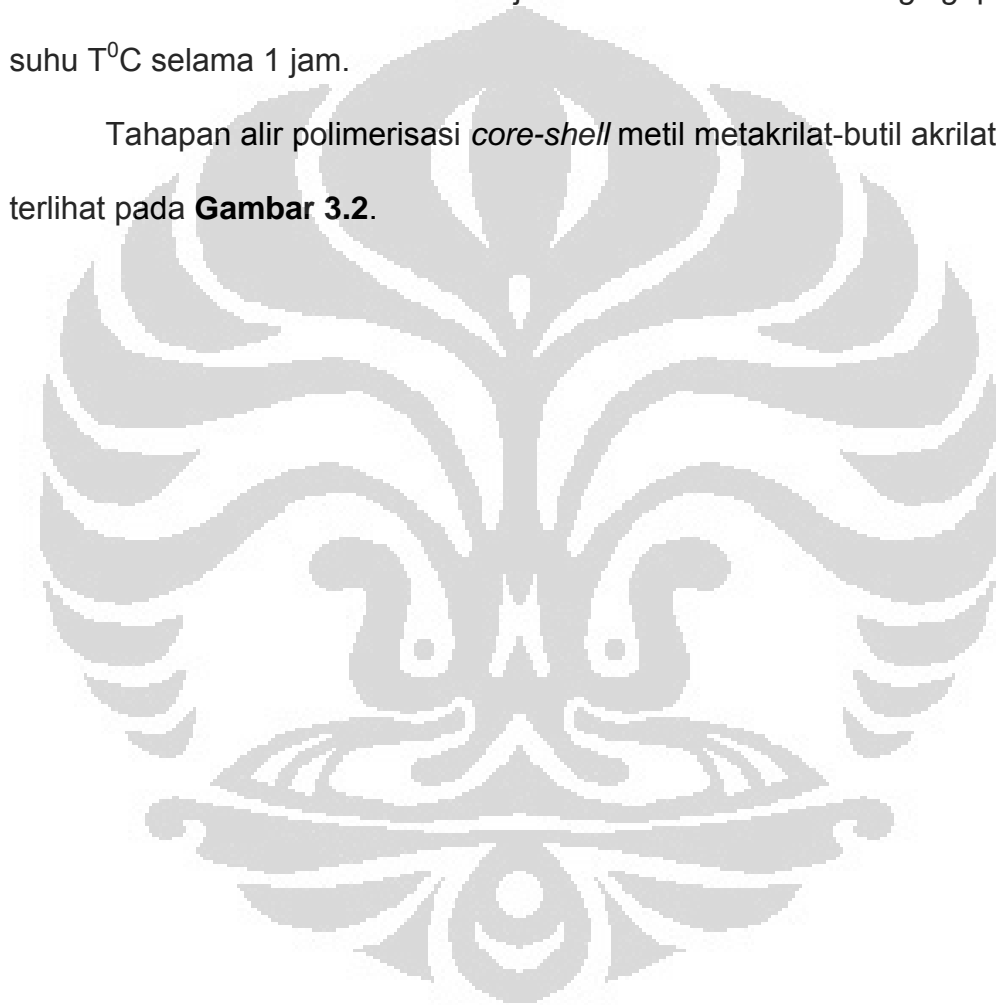
Prosedur kerja pembuatan *core-shell* metil metakrilat-butil akrilat terdapat dua tahap yaitu polimerisasi *core* metil metakrilat dan pelapisan *core* dengan *shell* butil akrilat. Teknik yang digunakan adalah semikontinu.

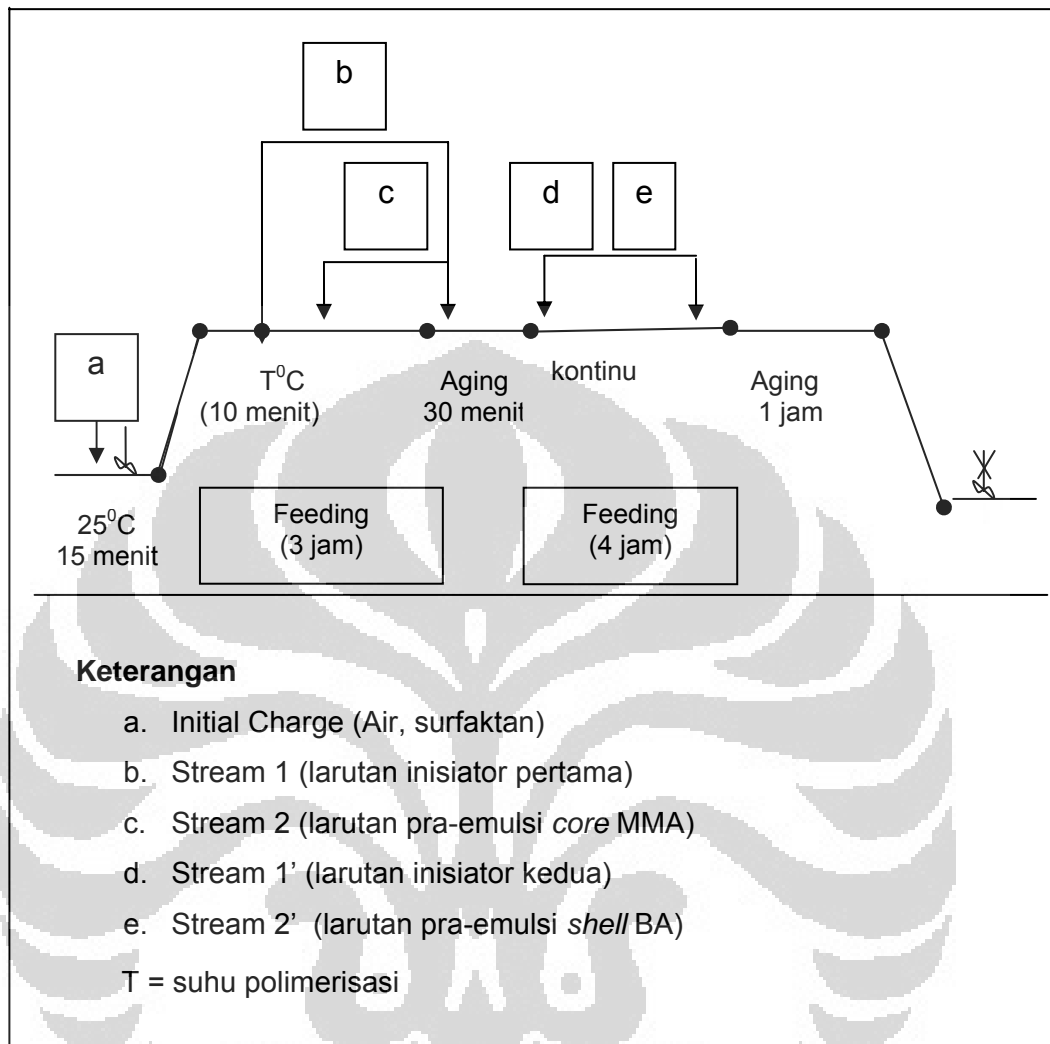
Tahap pertama yaitu polimerisasi *core* metil metakrilat. *Initial charge* dimasukkan ke dalam reaktor dilarutkan dengan pengadukan pada kecepatan 200-300 rpm pada suhu 25⁰C selama lima belas menit lalu suhu dinaikkan sebesar T⁰C. *Stream I* yang berisi larutan inisiator dimasukkan perlahan selama 10 menit, dan setelah 10 menit *stream I* dan *stream II* (pra-emulsi *core*) dimasukkan perlahan ke dalam reaktor dengan waktu *feeding*

selama 3 jam. Kemudian dilakukan *aging* (paska polimerisasi) pada suhu tetap ($T^{\circ}\text{C}$) selama 30 menit

Pada tahap kedua yaitu pelapisan *shell* butil akrilat pada *core* metil metakrilat. *Stream I'* yang berupa larutan inisiator dimasukkan bersama *stream II'* secara kontinu selama 4 jam. Kemudian dilakukan *aging* pada suhu $T^{\circ}\text{C}$ selama 1 jam.

Tahapan alir polimerisasi *core-shell* metil metakrilat-butil akrilat dapat terlihat pada **Gambar 3.2**.





Gambar 3.2 Tahapan alir polimerisasi *core-shell* metil metakrilat-butil akrilat (MMA-BA)

3.2.3 Variasi Pengikat Silang Glisidil Metakrilat Pada Pembuatan Polimer Emulsi *Core-Shell* Metil Metakrilat-Butil Akrilat

3.2.3.1 Pembuatan Polimer Emulsi *Core-Shell* Metil Metakrilat-Butil Akrilat Tanpa Glisidil Metakrilat

Pada saat pembuatan *core* metil metakrilat, bahan kimia yang dimasukkan ke dalam reaktor hanya terdiri dari metil metakrilat, surfaktan, air dan NaOH (tanpa pengikat silang glisidil metakrilat). Selanjutnya, dilakukan *aging* pada suhu 70°C selama 30 menit. Pelapisan *shell* pada *core* metil metakrilat dilakukan pra-emulsi butil akrilat, dengan cara mencampurkan bahan kimia berupa air, butil akrilat, asam akrilat, surfaktan sodium lauril sulfat dan NaOH selama 4 jam. Setelah itu, dilakukan *aging* pada suhu 70°C selama 1 jam. Setelah proses *aging* selesai, polimer emulsi yang dihasilkan, didiamkan pada suhu kamar. Polimer emulsi yang terbentuk, dipisahkan dari *grid* nya melalui penyaringan dengan kertas saring khusus polimer.

3.2.3.2 Pembuatan Polimer Emulsi *Core-Shell* Metil Metakrilat-Butil Akrilat dengan Glisidil Metakrilat Sebelum Pra-Emulsi Butil Akrilat

Pembuatan *core-shell* metil metakrilat-butil akrilat dengan pengikat silang glisidil metakrilat sebelum pra-emulsi butil akrilat dilakukan dengan variasi penambahan glisidil metakrilat sebesar 1%, 2%, dan 3% dari total monomer *core* metil metakrilat yang dilakukan pada tahap pembuatan *core*. Setelah itu dilakukan *aging* pada suhu 70°C selama 30 menit, selanjutnya dilakukan *feeding* pra-emulsi butil akrilat dan larutan inisiator selama 4 jam. Setelah selesai, dilakukan *aging* pada suhu 70°C selama 1 jam dan didiamkan pada suhu kamar. Polimer emulsi yang terbentuk, dipisahkan dari grid nya melalui penyaringan dengan kertas saring khusus polimer.

3.2.4 Variasi Suhu Polimerisasi Pada Pembuatan Polimer Emulsi *Core-Shell* Metil Metakrilat-Butil Akrilat

Pembuatan *core-shell* metil metakrilat-butil akrilat dengan variasi suhu polimerisasi dilakukan dengan menggunakan formula polimer dengan konsentrasi monomer sebesar 40% dan tanpa glisidil metakrilat. Pada saat *feeding* dan *aging*, dilakukan variasi suhu polimerisasi sebesar 70°C, 80°C dan 90°C. Tahapan alir polimerisasi nya dapat terlihat pada **Gambar 3.2**.

3.2.5 Variasi Konsentrasi Monomer Pada Pembuatan Polimer Emulsi *Core-Shell* Metil Metakrilat-Butil Akrilat

Pembuatan core-shell metil metakrilat-butil akrilat dengan variasi konsentrasi monomer dilakukan dengan menggunakan formula polimer tanpa menggunakan pengikat silang. Suhu polimerisasi yang digunakan sebesar 70°C. Pada saat feeding, digunakan formula dengan variasi konsentrasi monomer sebesar 30%, 40%, 50% dan 60%. Tahapan alir polimerisasi nya dapat terlihat pada **Gambar 3.2**.

3.3 Karakterisasi Hasil Polimerisasi

3.3.1 Persen Koversi

Menimbang ± 2 g emulsi ke dalam wadah *aluminium foil* yang telah diketahui bobot kosongnya. Sampel dipanaskan dalam oven pada temperatur 105°C selama 2 jam. Sampel didinginkan dalam desikator dan ditimbang. Lalu dihitung total padatan dengan menggunakan persamaan sebagai berikut:

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

dimana W_1 : Berat wadah kosong
 W_2 : Berat wadah kosong + berat sampel emulsi kering
 W_3 : Berat sampel

Persen kandungan padatan teoritis

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

dimana, kandungan padatan teoritis = berat (monomer + surfaktan + inisiator + basa)

Setelah diketahui persen kandungan padatan percobaan dan persen kandungan padatan teoritis, dapat dihitung persen konversi dengan menggunakan persamaan sebagai berikut:

Persen konversi (kedekatan persen kandungan padatan)

$$= \frac{\text{Persen kandungan padatan percobaan}}{\text{Persen kandungan padatan teoritis}} \times 100 \%$$

3.3.2 Pengukuran Distribusi Ukuran Partikel

Sampel yang diambil dengan menggunakan ujung pengaduk, dilarutkan dengan 300 ml air demineral dan diaduk sampai homogen. Larutan sampel harus sedikit transparan, dimasukkan kedalam *disposable plastic cuvet* dengan tinggi larutan maksimum 15 mm. Sampel diukur menggunakan Zeta Nano Particle Analyzer dengan 5 kali pengukuran per

sampel pada *attenuator* lebar slit yang optimum yaitu sekitar 6 – 8. Untuk sampel yang terlalu keruh maka *attenuator* akan berada di bawah 6, maka sampel perlu diencerkan, untuk sampel yang terlalu transparan maka *attenuator* akan berada di atas 8 maka sampel perlu ditambah.

3.3.3 Pengukuran Menggunakan TEM

Sampel emulsi diencerkan menjadi 5% dari konsentrasi sampel sebelumnya. Sampel yang telah diencerkan, diteteskan sebanyak 5 μL pada *grid* (yang telah dilapisi formvar) menggunakan mikropipet, lalu dibiarkan selama 30 detik, dan dikeringkan dengan kertas saring. Setelah itu diteteskan 5 μL uranil asetat 2% ke atas *grid*, dibiarkan selama 1 menit, lalu *grid* dikeringkan menggunakan kertas saring, dibiarkan selama ± 60 menit agar benar-benar kering. Sampel siap diukur dengan mengatur pembesaran foto sesuai kebutuhan.

3.3.4 Pengukuran Spektrum FT-IR

Ada dua cara teknik pengukuran spektrum FT-IR, yakni pengukuran sampel film menggunakan ATR Zirconia dan pengukuran sampel padatan menggunakan serbuk KBr (Part DRS). Pada pengukuran sampel film menggunakan ATR Zirconia, sampel dari lapisan film yang akan diuji,

dipotong menjadi ukuran yang sama, $p \times l : 2 \times 0.5 \text{ cm}$. Sampel diletakkan di atas alat ATR Zirconia, dan ditempatkan pada ruang pengukuran.

Pengukuran dilakukan secara otomatis, kisaran panjang gelombang diatur mulai 1000 nm sampai 4000 nm.

Pada pengukuran sampel padatan menggunakan serbuk KBr (Part DRS), sekitar 0,5 – 1 gram sampel digerus sampai halus. Sebanyak 5% sampel diaduk dengan serbuk KBr, kemudian diletakkan dalam *pan*. Serbuk KBr sebagai blanko diletakkan dalam *pan*, ditempatkan pada ruang pengukuran. Pengukuran blanko KBr dilakukan secara otomatis, kisaran panjang gelombang diatur mulai 650 nm sampai 4000 nm. Untuk pengukuran sampel, dilakukan prosedur seperti penggunaan ATR Zirconia.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini, pembuatan polimer emulsi *core-shell* metil metakrilat-butil akrilat dilakukan dengan memvariasikan glisidil metakrilat yang dibandingkan dengan tanpa glisidil metakrilat serta digunakan konsentrasi monomer yang lebih besar daripada penelitian sebelumnya. Pada penelitian sebelumnya, Iman Abdullah dan Indah Suswanti menggunakan konsentrasi monomer hingga 30%. Pada penelitian ini, adanya peningkatan konsentrasi monomer diharapkan dapat meningkatkan ukuran partikel polimer yang terbentuk. Polimerisasi dilakukan dengan menggunakan konsentrasi monomer sebesar 30%, 40%, 50% dan 60 % serta dengan adanya glisidil metakrilat sebesar 0%, 1%, 2%, dan 3%. Adapun variabel lain dibuat tetap dengan menggunakan hasil optimasi penelitian terdahulu, yaitu teknik polimerisasi semikontinu, inisiator 0,38% terhadap berat total, suhu reaksi 70°C, konsentrasi surfaktan sodium lauril sulfat (SLS) 2,33 CMC serta waktu *feeding* pra-emulsi monomer dan inisiator untuk *core* dan *shell* masing-masing selama 3 jam dan 4 jam.

Hasil yang diharapkan dari reaksi polimerisasi ini adalah polimer emulsi, seperti yang terlihat pada **Gambar 4.1**.



Gambar 4.1 Produk utama (polimer emulsi)

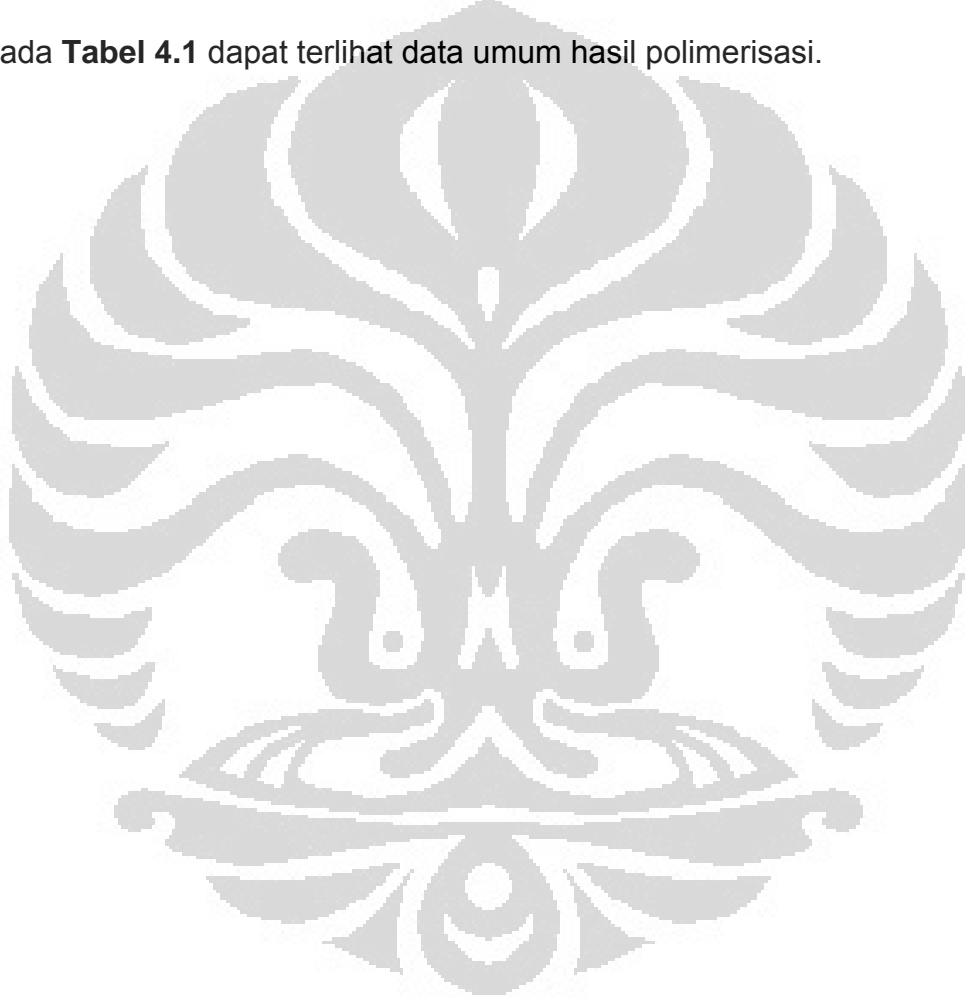
Selain polimer emulsi, reaksi polimerisasi ini menghasilkan *grid* berupa padatan, yang dapat terlihat pada **Gambar 4.2**.



Gambar 4.2 *Grid*

Karakterisasi yang terdiri dari pengukuran persen konversi, ukuran partikel, indeks polidispersitas, morfologi partikel, berat molekul dan spektra FT-IR, dilakukan pada hasil polimerisasi yang hanya berupa polimer emulsi, sedangkan hasil polimerisasi berupa *grid* hanya dilakukan pengukuran terhadap berat yang dimilikinya saja.

Pada **Tabel 4.1** dapat terlihat data umum hasil polimerisasi.



Tabel 4.1 Data umum hasil polimerisasi

Konsentrasi Monomer MMA-BA (%)	Kadar GMA (%)	Simbol Formula	Suhu Reaksi (°C)	Persen Konversi (%)	Jumlah Grid (gram)	Ukuran Partikel (nm)	BM	PDI
30	0	DS-1	70	98,49	25,26	114,3	42776,1	0,081
	3	DS-2	70	95,4	22,04	-	-	-
40	0	DS-3	70	98,31	160,26	177,7	109101,3	0,043
	0	DS-4	80	0	1000	-	-	-
	0	DS-5	90	0	1000	-	-	-
	1	DS-6	70	85,72	190,9	-	-	-
	2	DS-7	70	85,3	203,73	-	-	-
	3	DS-8	70	85,17	349,75	-	-	-
50	0	DS-9	70	0	1000	-	-	-
	0	DS-10	60	92,98	554,64	-	-	-
60	0	DS-11	70	0	1000	-	-	-
	0	DS-12	60	0	990,69	-	-	-

Penjelasan dari data umum hasil polimerisasi (**Tabel 4.1**) dibahas berdasarkan variasi penggunaan pengikat silang glisidil metakrilat, variasi suhu polimerisasi, dan variasi penggunaan konsentrasi monomer metil metakrilat-butyl akrilat. Variasi penggunaan pengikat silang glisidil metakrilat menggunakan perbandingan hasil karakterisasi terhadap formula polimer DS-3, DS-6, DS-7 dan DS-8. Variasi suhu polimerisasi menggunakan

perbandingan hasil karakterisasi terhadap formula polimer DS-3, DS-4 dan DS-5. Sementara itu, variasi konsentrasi monomer metil metakrilat-butil akrilat menggunakan perbandingan hasil karakterisasi terhadap formula polimer DS-1, DS-3, DS-9 dan DS-11.

Keterangan hasil polimerisasi yang diperoleh, dapat terlihat pada

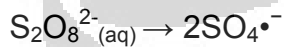
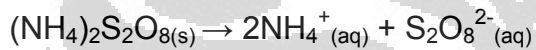
Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Keterangan hasil polimerisasi

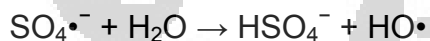
Konsentrasi Monomer MMA-BA (%)	Kadar GMA (%)	Simbol Formula	Keterangan
30	0	DS-1	Emulsi Stabil, monodispers
	3	DS-2	Emulsi stabil
40	0	DS-3	Emulsi stabil, monodispers, hasil optimum core-shell
	0	DS-4	Hanya <i>grid</i> yang didapatkan
	0	DS-5	Hanya <i>grid</i> yang didapatkan
	1	DS-6	Emulsi stabil
	2	DS-7	Emulsi stabil
	3	DS-8	Emulsi stabil
50	0	DS-9	Hanya <i>grid</i> yang didapatkan
	0	DS-10	Emulsi stabil
60	0	DS-11	Hanya <i>grid</i> yang didapatkan
	0	DS-12	Hampir keseluruhan hasil polimerisasi berupa <i>grid</i>

4.1 Proses Masuknya Monomer Metil Metakrilat dan Butil Akrilat Ke Dalam Misel

Proses masuknya monomer metil metakrilat-butyl akrilat ke dalam misel diawali dengan terjadinya dekomposisi pada inisiator amonium persulfat. Ammonium persulfat merupakan suatu garam yang larut dalam air, sehingga dekomposisinya terjadi di dalam fasa air. Hasil dekomposisi termalnya sebagian besar berupa radikal anion sulfat.

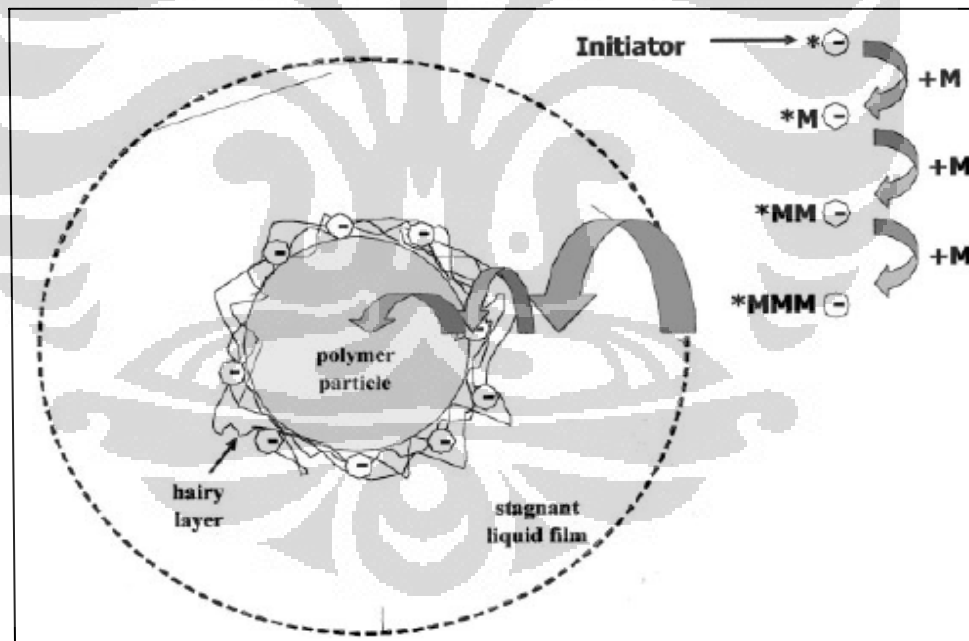


Sebagian kecil radikal sulfat yang terbentuk juga dapat bereaksi dengan air menghasilkan radikal hidroksil.



Radikal anion sulfat yang terbentuk selanjutnya bereaksi dengan monomer yang dimasukkan ke dalam sistem polimerisasi. Dekomposisi inisiator dan adisi radikal ke monomer dikenal dengan tahap inisiasi. Pada tahap ini radikal yang bersifat anionik menyerang monomer yang berada dalam fasa air. Metil metakrilat dan butyl akrilat 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 dalam fasa air. Karena hasil inisiasi dalam fasa air ini masih bersifat cukup polar, maka belum terjadi perpindahan ke dalam misel. Penggabungan

monomer-monomer berikutnya menghasilkan rantai yang lebih panjang sehingga dihasilkan suatu oligomer. Tahap perpanjangan ini biasa disebut propagasi. Oligomer yang jauh bersifat nonpolar dibanding monomer menyebabkan oligomer ini masuk ke dalam misel. Untuk selanjutnya, tahap propagasi berlangsung di dalam misel. Dalam hal ini monomer yang ditetaskan sedikit demi sedikit akan masuk ke dalam misel dengan adanya pengadukan. Pada **Gambar 4.3** berikut ini menunjukkan mekanisme pembentukan *core* poli(metil metakrilat).



Gambar 4.3 Mekanisme pembentukan partikel *core* poli(metil metakrilat) dengan radikal anionik
[Sumber: Supri *et al.*, 2004]

Setelah proses pembentukan *core* metil metakrilat selesai, dilanjutkan dengan pembentukan *shell* dengan butil akrilat. Dengan berlanjutnya monomer yang ditambahkan ke dalam reaktor, maka rantai polimer yang dihasilkan semakin panjang. Hal ini berpengaruh secara langsung terhadap ukuran partikel yang dihasilkan, yaitu menjadi semakin besar. Namun peningkatan ukuran partikel ini tidak linear secara terus-menerus karena ada faktor lain yang membatasi yaitu persaingan antara propagasi di luar dan di dalam misel.

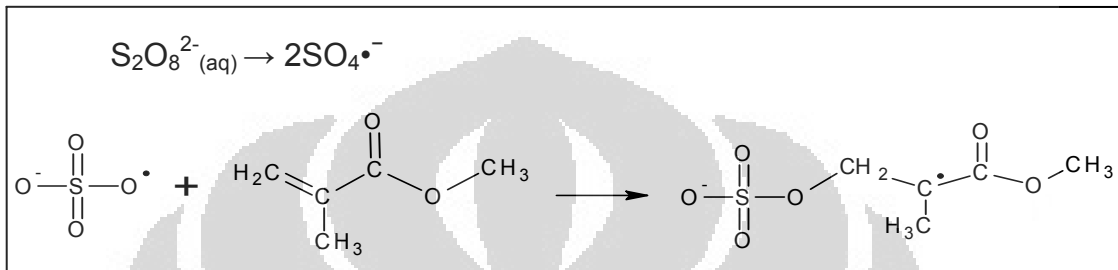
4.2 Mekanisme Pembentukan Polimer Emulsi *Core-Shell* Metil Metakrilat–Butil Akrilat

Mekanisme pembentukan polimer emulsi *core-shell* metil metakrilat-butil akrilat terdiri atas tiga tahap, yakni inisiasi, propagasi dan terminasi.

4.2.1 Mekanisme Pembentukan Polimer Emulsi *Core-Shell* Metil Metakrilat–Butil Akrilat Tanpa Glisidil Metakrilat

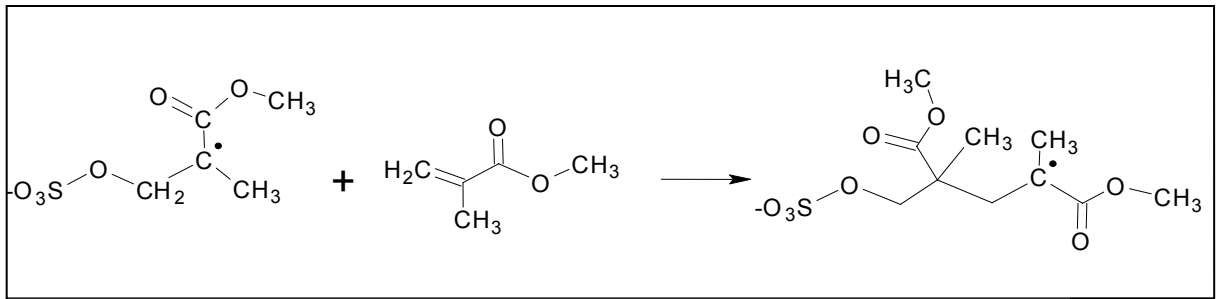
Mekanisme pembuatan polimer emulsi *core-shell* metil metakrilat-butil akrilat tanpa penambahan pengikat silang glisidil metakrilat terdiri dari beberapa tahap. Tahap pertama adalah reaksi inisiasi, yaitu dekomposisi

inisiator menjadi dua radikal bebas serta adisi molekul monomer oleh salah satu radikal bebas yang terbentuk. Tahap inisiasi untuk formula polimer emulsi tanpa glisidil metakrilat dapat terlihat pada **Gambar 4.4**.



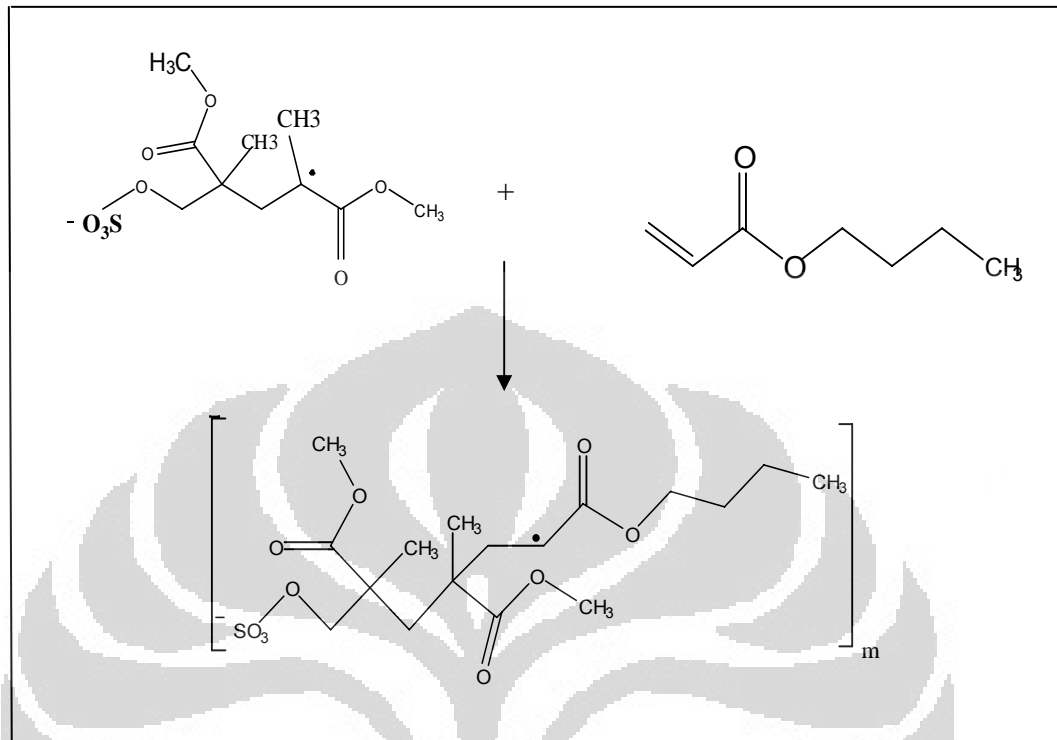
Gambar 4.4 Tahap inisiasi untuk formula polimer emulsi tanpa glisidil metakrilat

Setelah proses inisiasi selesai, terjadi reaksi propagasi. Propagasi merupakan perpanjangan rantai polimer. Pada tahap ini, radikal monomer akan menyerang monomer lain, dan membentuk ikatan kovalen, kemudian membentuk radikal monomer baru dan seterusnya. Tahap propagasi dapat terlihat pada **Gambar 4.5**.



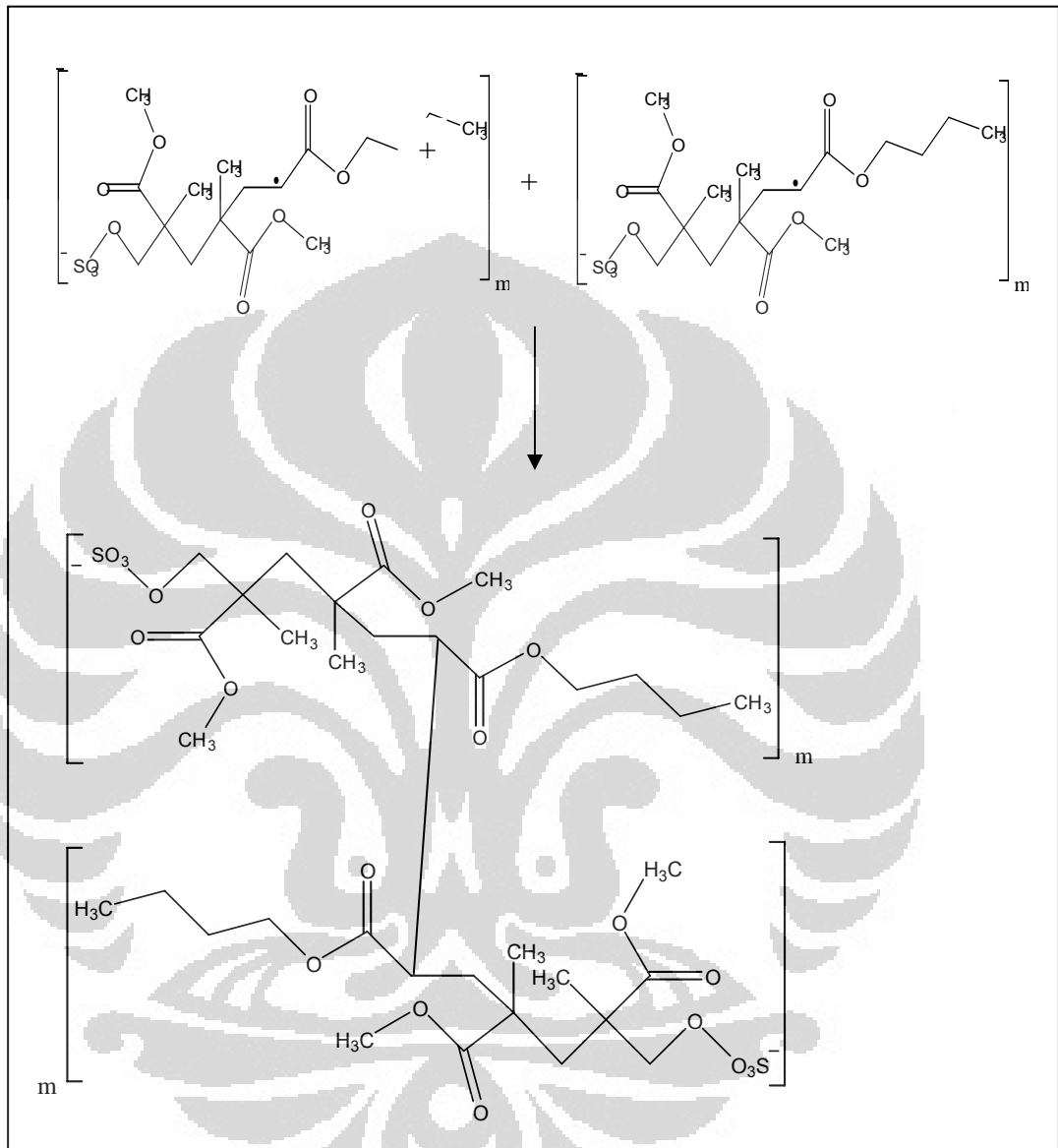
Gambar 4.5 Tahap propagasi untuk formula polimer emulsi tanpa glisidil metakrilat

Produk radikal poli(metilmetakrilat) selanjutnya akan menyerang ikatan rangkap butil akrilat dan terjadi perpanjangan rantai. Reaksi penyerangan ikatan rangkap butil akrilat untuk formula polimer emulsi tanpa glisidil metakrilat dapat terlihat pada **Gambar 4.6**.



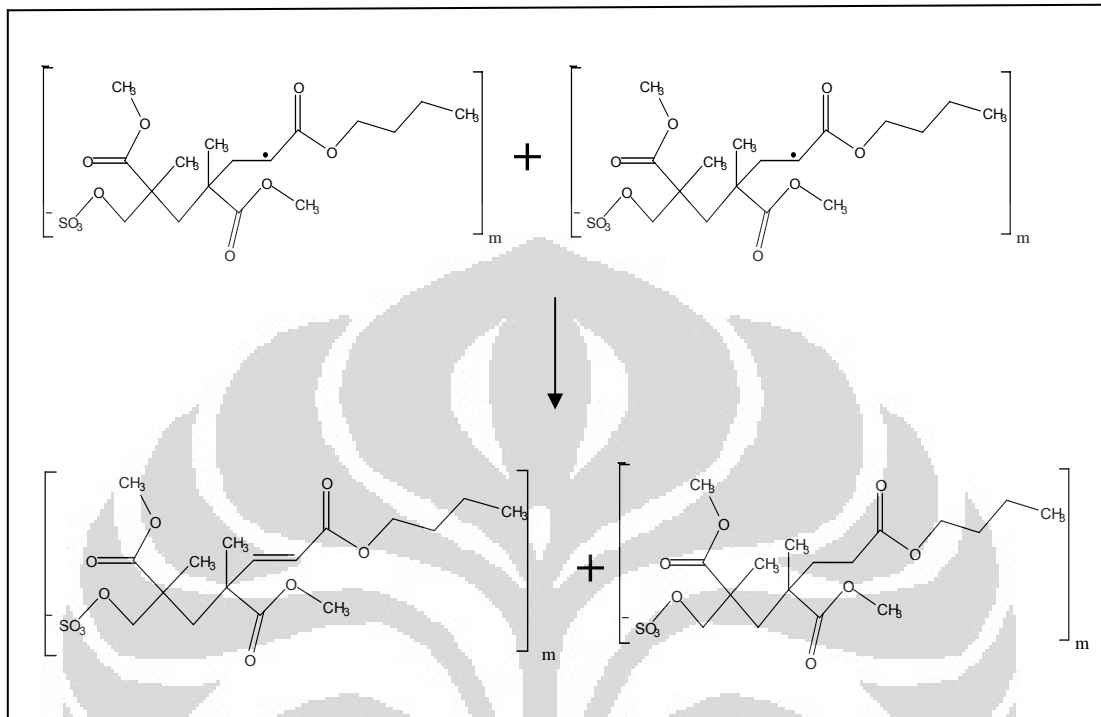
Gambar 4.6 Reaksi penyerangan ikatan rangkap butil akrilat untuk formula polimer emulsi tanpa glisidil metakrilat

Tahap yang terjadi setelah inisiasi dan propagasi yaitu tahap terminasi. Terminasi adalah proses pengakhiran reaksi dari rantai aktif bimolekuler untuk membentuk produk akhir polimer. Proses pengakhiran reaksi dapat terjadi secara kombinasi atau disproporsionasi. Tahap terminasi secara kombinasi untuk formula polimer emulsi tanpa glisidil metakrilat, dapat terlihat pada **Gambar 4.7**.



Gambar 4.7 Tahap terminasi secara kombinasi untuk formula polimer emulsi tanpa glisidil metakrilat

Tahap terminasi secara disproporsionasi untuk formula polimer emulsi tanpa glisidil metakrilat dapat terlihat pada **Gambar 4.8**.

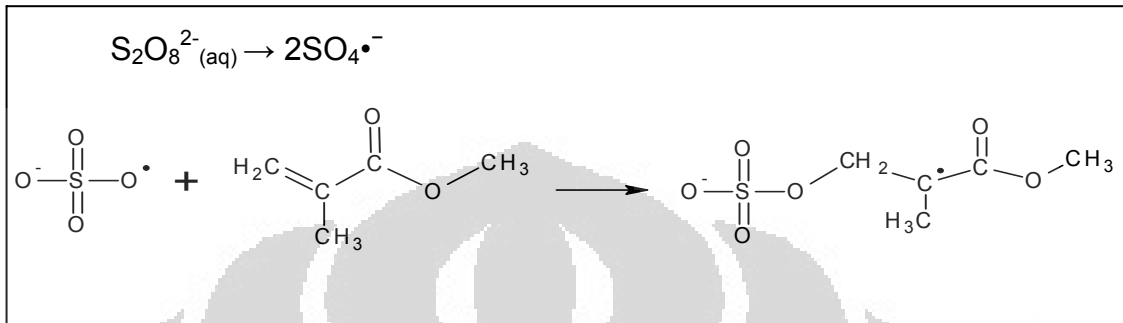


Gambar 4.8 Tahap terminasi secara disproporsionasi untuk formula polimer emulsi tanpa glisidil metakrilat

4.2.2 Mekanisme Pembentukan Polimer Emulsi *Core-Shell* Metil Metakrilat – Butil Akrilat Dengan Glisidil Metakrilat

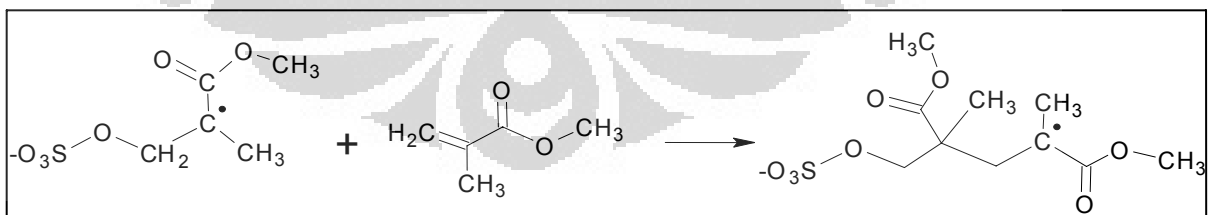
Ada beberapa tahapan reaksi adanya pengikat silang glisidil metakrilat dalam polimer *core-shell* metil metakrilat-butil akrilat. Tahap pertama adalah proses inisiasi, yaitu dekomposisi inisiator menjadi radikal bebas dan adisi radikal ke monomer metil metakrilat. Tahap inisiasi ini sama halnya dengan tahap inisiasi untuk formula polimer emulsi tanpa glisidil metakrilat. Tahap

inisiasi untuk formula polimer emulsi dengan glisidil metakrilat, dapat terlihat pada **Gambar 4.9**.



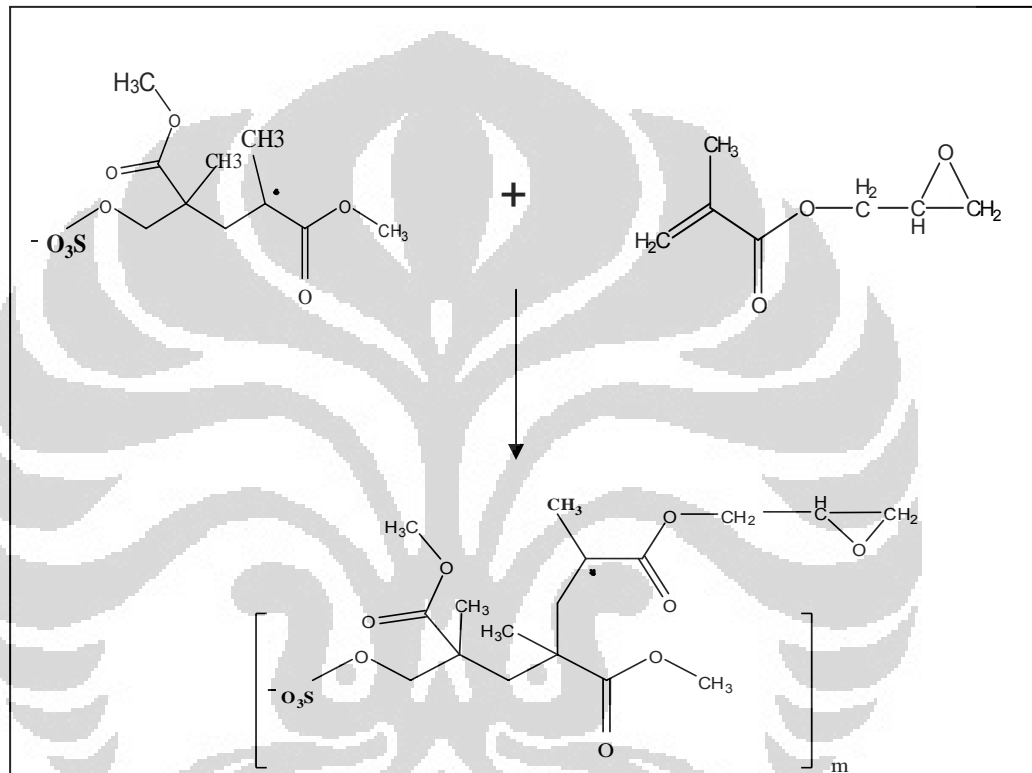
Gambar 4.9 Tahap inisiasi untuk formula polimer emulsi dengan glisidil metakrilat

Setelah proses inisiasi selesai terjadi proses propagasi yaitu perpanjangan rantai polimer. Tahap propagasi ini sama halnya dengan tahap propagasi untuk formula polimer emulsi tanpa glisidil metakrilat. Tahap propagasi untuk formula polimer emulsi dengan glisidil metakrilat, dapat terlihat pada **Gambar 4.10**.



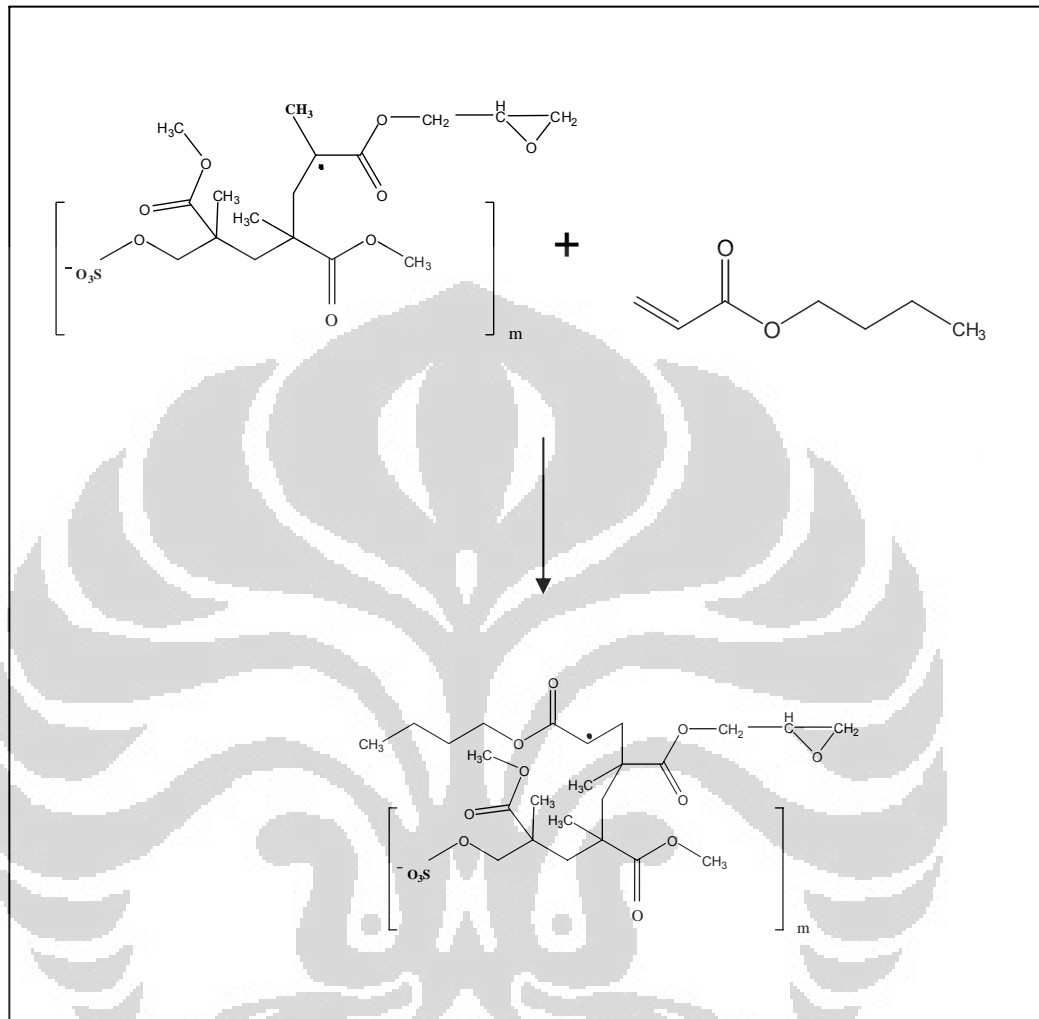
Gambar 4.10 Tahap propagasi untuk formula polimer emulsi dengan glisidil metakrilat

Selanjutnya, terjadi reaksi dengan adanya pengikat silang glisidil metakrilat. Reaksi dengan pengikat silang glisidil metakrilat dapat terlihat pada **Gambar 4.11**.



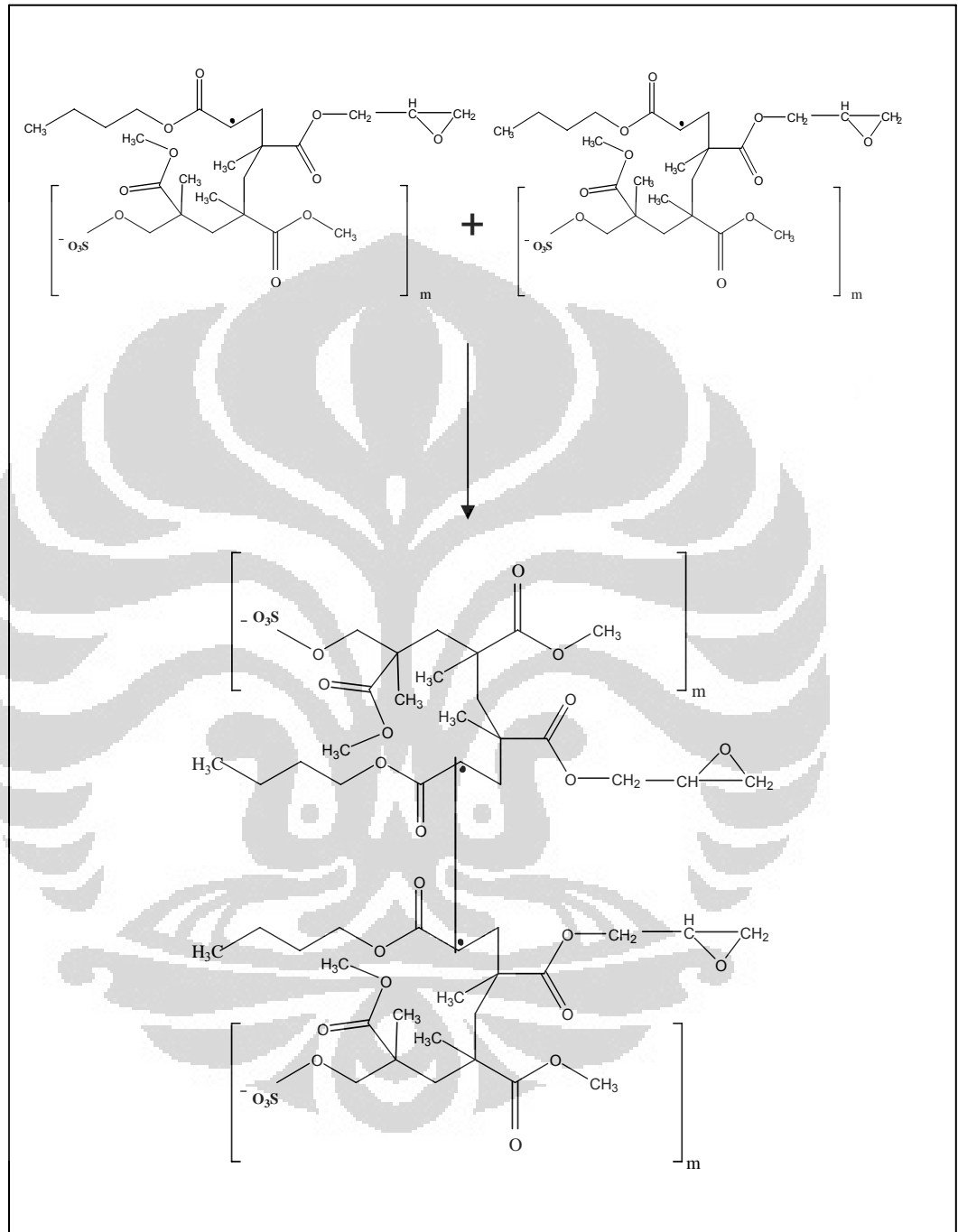
Gambar 4.11 Reaksi dengan pengikat silang glisidil metakrilat

Produk radikal poli(metil metakrilat) yang telah bereaksi dengan glisidil metakrilat ini, selanjutnya akan menyerang ikatan rangkap butil akrilat dan terjadi perpanjangan rantai. Reaksi perpanjangan rantai tersebut, dapat terlihat pada **Gambar 4.12**.



Gambar 4.12 Reaksi perpanjangan rantai

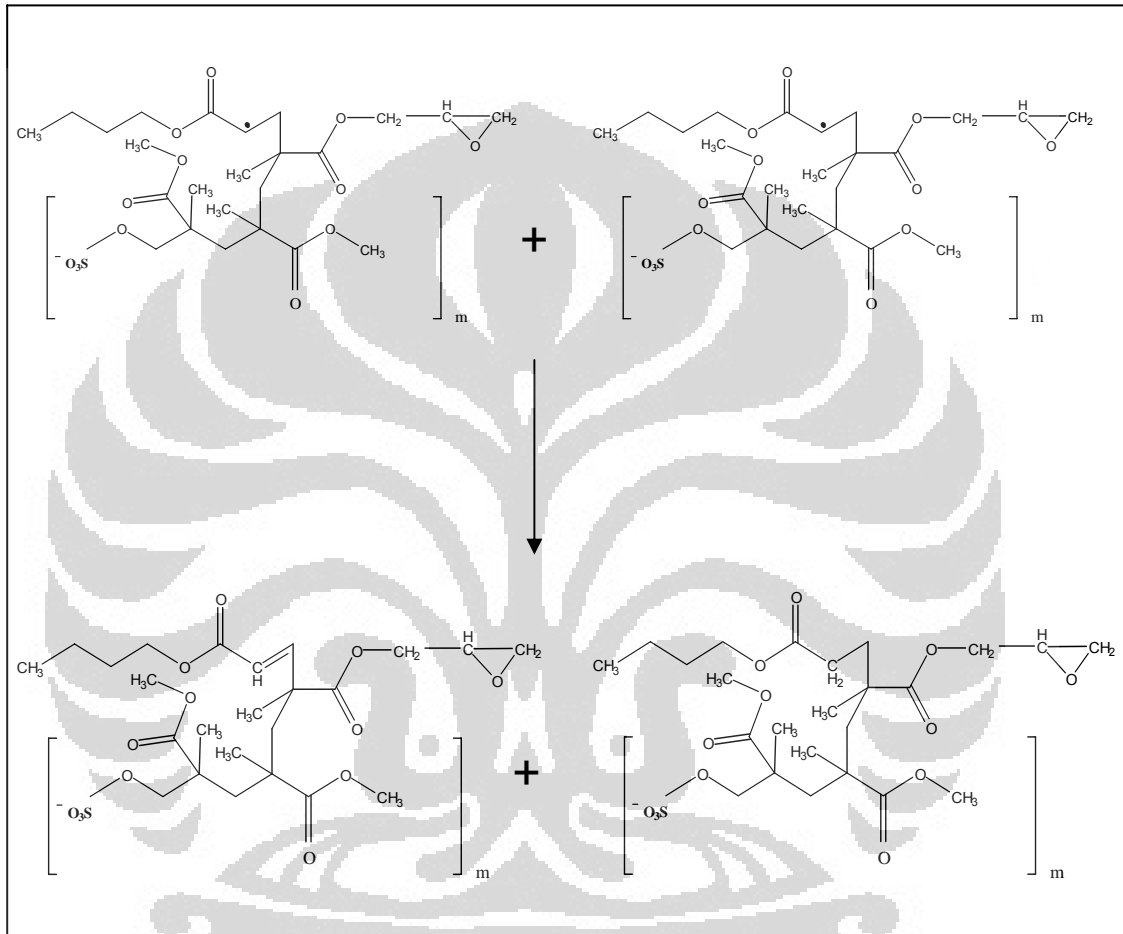
Proses yang terjadi selanjutnya adalah proses terminasi. Proses ini disebut juga proses pengakhiran reaksi. Terminasi dapat terjadi secara disproporsionasi dan kombinasi. Tahap terminasi secara kombinasi dapat terlihat pada **Gambar 4.13**.



Gambar 4.13 Tahap terminasi secara kombinasi

Tahap terminasi secara diproposionasi dapat terlihat pada **Gambar**

4.14.



Gambar 4.14 Tahap terminasi secara diproposionasi

Setelah *feeding* monomer selesai, dilakukan proses *aging* dengan suhu yang sama besarnya dengan suhu *feeding*. Proses *aging* ini berlangsung selama satu jam dan bertujuan untuk memberi kesempatan kepada monomer yang terakhir ditetaskan untuk berpolimerisasi. Dengan kata lain, *aging* bertujuan untuk menyempurnakan reaksi polimerisasi. Penggunaan suhu *aging* yang sama dengan suhu *feeding* dimaksudkan agar tidak dihasilkan terlalu banyak *grid*, tetapi masih dapat mengkonversi monomer menjadi polimer secara maksimum dengan adanya radikal dari dekomposisi inisiator.

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 disproporsionasi. 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. Pada disproporsionasi, terjadi transfer suatu atom, biasanya hidrogen, dari satu ujung rantai ke ujung rantai lainnya. Pada terminasi jenis ini dihasilkan fragmen inisiator hanya pada satu ujung rantai polimer (Stevens, 2001)

Kedua jenis terminasi tersebut mungkin terjadi pada polimerisasi *core* metil metakrilat ini. Tetapi yang lebih memungkinkan adalah secara disproporsionasi. Hal ini berkaitan dengan tolakan sterik yang timbul pada kombinasi, mengingat dua atom karbon radikal yang akan bergabung

mengikat gugus-gugus yang relatif besar. Tolakan elektrostatis dari gugus ester yang polar juga menaikkan energi pengaktifan untuk kombinasi sehingga turut memperkecil kemungkinan terminasi dengan cara ini. Selain itu tersedianya lima hidrogen alfa (pada gugus metil dan metilen) untuk transfer hidrogen mendukung terjadinya terminasi secara disproporsionasi.

Akibat langsung yang ditimbulkan dari terminasi secara disproporsionasi adalah berat molekul yang dihasilkan lebih pendek/ kecil dibandingkan dari terminasi secara kombinasi. Panjang rantai polimer betertinasi secara disproporsionasi hanya mencapai sekitar setengah kali panjang rantai dari polimer yang betertinasi secara kombinasi.

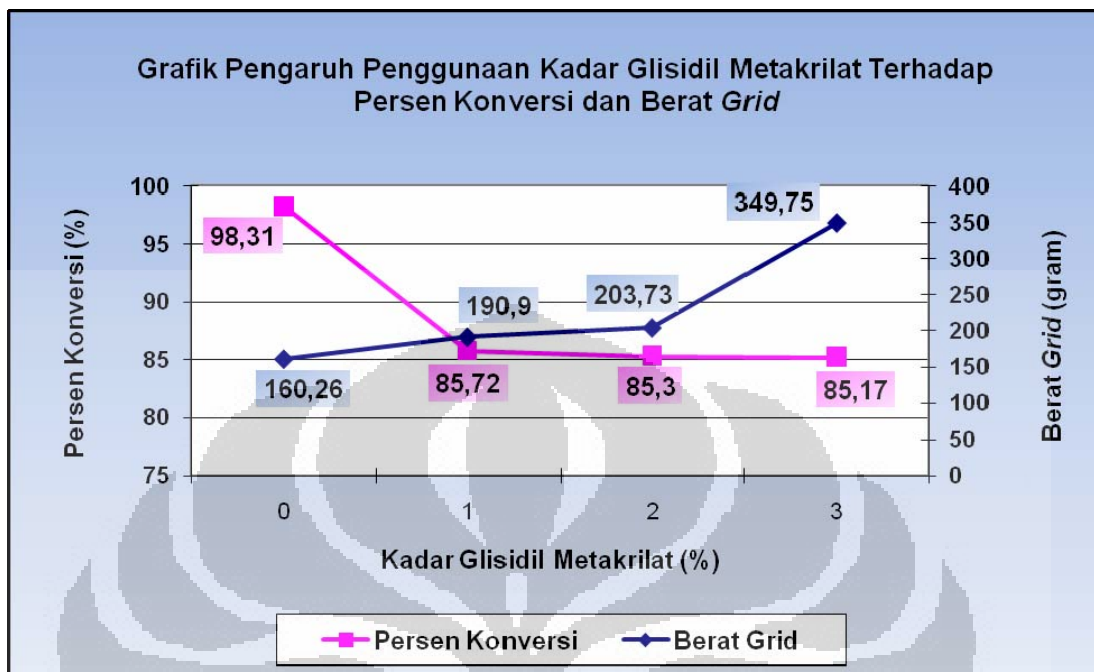
4.3 Optimasi Glisidil Metakrilat Pada Polimerisasi Emulsi *Core-Shell* Metil Metakrilat-Butil Akrilat

Optimasi ini dilakukan dengan menggunakan glisidil metakrilat sebesar 0% (tanpa GMA), 1%, 2%, dan 3%. Penggunaan glisidil metakrilat ini digunakan untuk melihat pengaruhnya pada polimerisasi *core-shell* metil metakrilat-butil akrilat.

Pada penelitian ini hanya menyajikan persen konversi yang berasal dari polimer emulsi saja. Pada dasarnya, persen konversi merupakan jumlah monomer yang telah terkonversi menjadi polimer. Monomer yang telah terkonversi, tidak hanya berada dalam polimer emulsi saja, tetapi juga yang

berada dalam *grid* yang terbentuk. Penambahan pengikat silang glisidil metakrilat dalam polimerisasi *core-shell* metil metakrilat-butil akrilat dapat mempengaruhi persen konversi dan jumlah *grid* yang dihasilkan.

Pada **Gambar 4.15**, terlihat bahwa dengan adanya peningkatan kadar glisidil metakrilat dan konsentrasi monomer yang tetap, dihasilkan persen konversi polimer yang menurun. Penurunan persen konversi yang cukup tajam terjadi pada formula yang menggunakan glisidil metakrilat sebesar 1%. Formula tanpa adanya glisidil metakrilat, didapatkan persen konversi paling tinggi (98,31%) dibandingkan formula yang menggunakan glisidil metakrilat. Penurunan persen konversi ini kemungkinan disebabkan oleh peningkatan terbentuknya *grid* pada akhir reaksi polimerisasi, seperti yang terlihat pada **Gambar 4.15**.



Gambar 4.15 Pengaruh glisidil metakrilat terhadap persen konversi dan berat *grid*, pada konsentrasi monomer sebesar 40%

Pada **Gambar 4.15**, terlihat bahwa semakin besarnya penggunaan glisidil metakrilat menyebabkan semakin besar pula berat *grid* yang dihasilkan. Kecenderungan ini mungkin disebabkan oleh adanya *crosslinking* yang terjadi akibat penggunaan glisidil metakrilat dalam polimerisasi emulsi. Penggunaan glisidil metakrilat yang dilakukan pada saat pembuatan *core* (pra-emulsi *core*) metil metakrilat, menyebabkan kemungkinan *crosslinking* lebih besar terjadi pada *core* metil metakrilat dibandingkan pada *shell* butil akrilat. *Crosslinking* ini menyebabkan rantai polimer metil metakrilat di dalam *core* terjadi *crosslinking* antara satu sama lain sehingga peran glisidil metakrilat tidak lagi berfungsi sebagai *interlayer* melainkan sebagai pemicu

terbentuknya *grid*, karena keberadaannya tidak menyelimuti *core* metil metakrilat melainkan berada di dalam *core* metil metakrilat. Dengan demikian, penggunaan glisidil metakrilat yang semakin besar, memperbesar terjadinya *crosslinking* *core* metil metakrilat, sehingga meningkatkan berat *grid* yang didapatkan.

4.4 Optimasi Suhu Polimerisasi

Suhu polimerisasi terdiri dari 2 macam, yakni suhu saat *feeding* dan suhu saat *aging*. Pada penelitian sebelumnya, Indah Suswanti menggunakan suhu *aging* yang sama besarnya dengan suhu *feeding* dan diperoleh polimer emulsi yang lebih monodispers dibandingkan dengan penggunaan suhu yang berbeda antara suhu *feeding* dan *aging*. Oleh karena itu, pada penelitian ini diatur agar suhu *feeding* sama besarnya dengan suhu *aging*.

Pada penelitian ini akan dilihat pengaruh besarnya suhu polimerisasi (*feeding* dan *aging* dibuat sama) terhadap persen konversi dan berat *grid* yang dihasilkan. Pada penelitian ini dilakukan pada formula dengan konsentrasi monomer sebesar 40% dan tanpa glisidil metakrilat yang suhu polimerisasinya divariasikan sebesar 70⁰C, 80⁰C dan 90⁰C. Pada **Gambar 4.16**, terlihat adanya penurunan persen konversi akibat dari penggunaan suhu polimerisasi yang semakin meningkat. Hal ini tidak sesuai dengan hukum

laju reaksi. Peningkatan suhu polimerisasi menyebabkan laju reaksi yang semakin meningkat, sehingga untuk satuan waktu *feeding* yang sama, jumlah monomer yang terkonversi menjadi lebih besar (persen konversi lebih besar). Peningkatan laju reaksi ini terjadi karena suhu polimerisasi merupakan salah satu faktor yang menentukan laju reaksi sesuai persamaan sebagai berikut:

$$v = -\frac{d[\text{monomer}]}{dt} = k [\text{monomer}]^x [\text{inisiator}]^y$$

dengan v adalah laju reaksi ($\text{M}\cdot\text{s}^{-1}$), k konstanta laju reaksi yang bergantung pada suhu polimerisasi, serta x dan y masing-masing merupakan orde reaksi untuk monomer dan inisiator.

Penurunan persen konversi kemungkinan disebabkan oleh dua faktor berikut ini. Pertama, suhu polimerisasi yang semakin besar dapat menurunkan gaya tolak menolak antarpartikel polimer

(http://books.google.co.id/books?id=YO_o6nAa1M0C&pg=RA3PA662&lpg=R
[A3-PA662&dq=temperature+floculation+in+polymerization&source](http://books.google.co.id/books?id=YO_o6nAa1M0C&pg=RA3PA662&lpg=R), diakses

pada 10 Juni 2009, 20:00 WIB). Penurunan gaya tolak menolak antarpartikel

ini dapat meningkatkan kecenderungan partikel untuk berasosiasi dan

akhirnya membentuk *grid*. Kedua, adanya peningkatan suhu polimerisasi

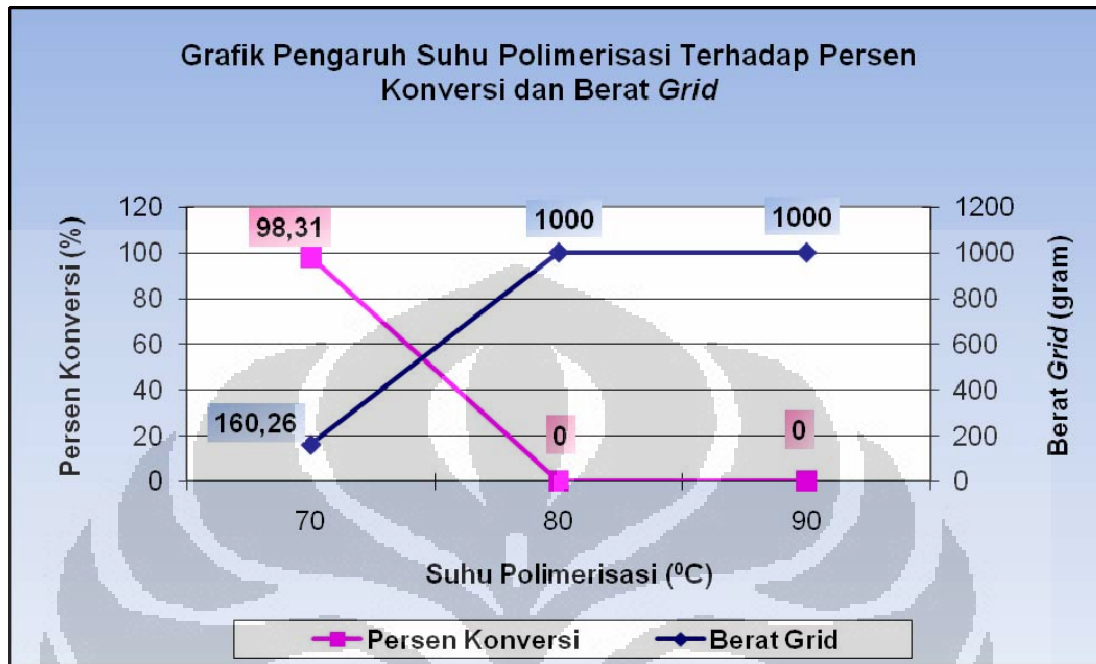
dapat memicu terjadinya autoakselerasi. Hal ini menyebabkan terjadinya

akumulasi radikal dalam sistem polimerisasi dan akhirnya terbentuk *grid*.

Oleh sebab itu, pada **Gambar 4.16**, dapat terlihat bahwa dengan adanya

peningkatan suhu polimerisasi dapat menurunkan persen konversi dan

sekali-gus meningkatkan berat *grid* yang dihasilkan.



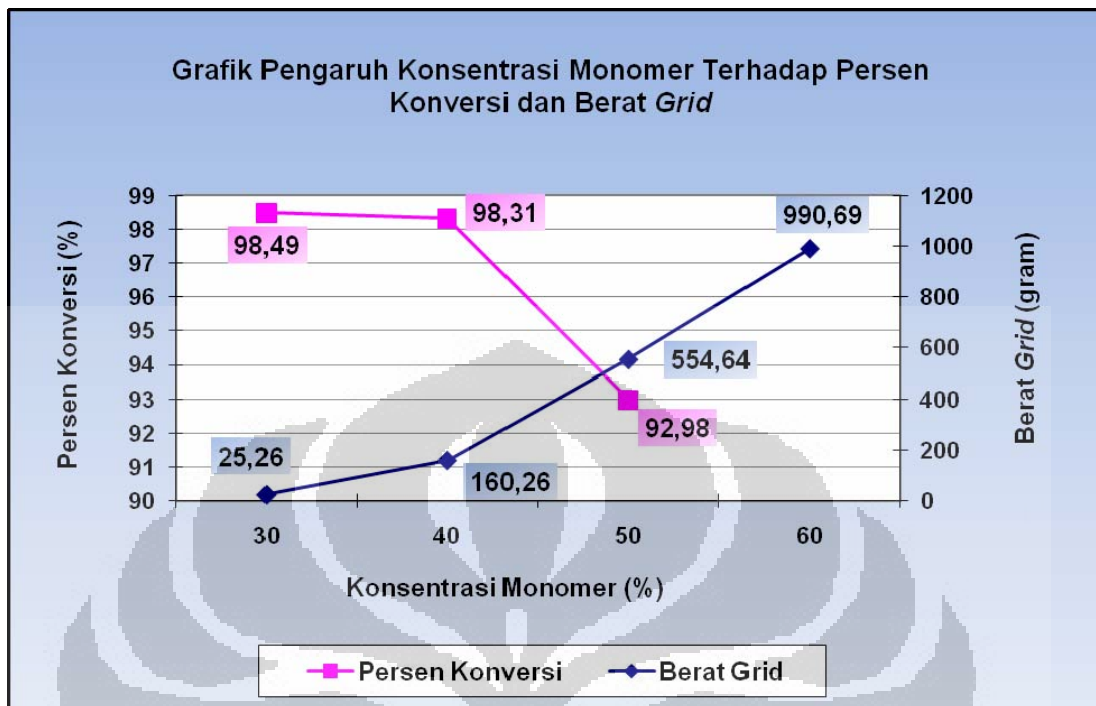
Gambar 4.16 Pengaruh suhu polimerisasi terhadap persen konversi dan berat *grid* pada konsentrasi monomer 40% tanpa GMA

4.5 Optimasi Konsentrasi Monomer Pada Polimerisasi Emulsi Core-Shell Metil Metakrilat-Butil Akrilat

Optimasi ini dilakukan dengan menggunakan konsentrasi monomer yang lebih besar dari penelitian sebelumnya (sebesar 30%, 40%, 50% dan 60%) dan tanpa menggunakan glisidil metakrilat. Suhu polimerisasi yang digunakan sebesar 70⁰C karena pada suhu ini dapat dihasilkan polimer emulsi yang relatif stabil (persen konversi yang paling besar dan berat *grid* yang paling kecil), seperti yang telah diuraikan pada **Sub Bab 4.4**.

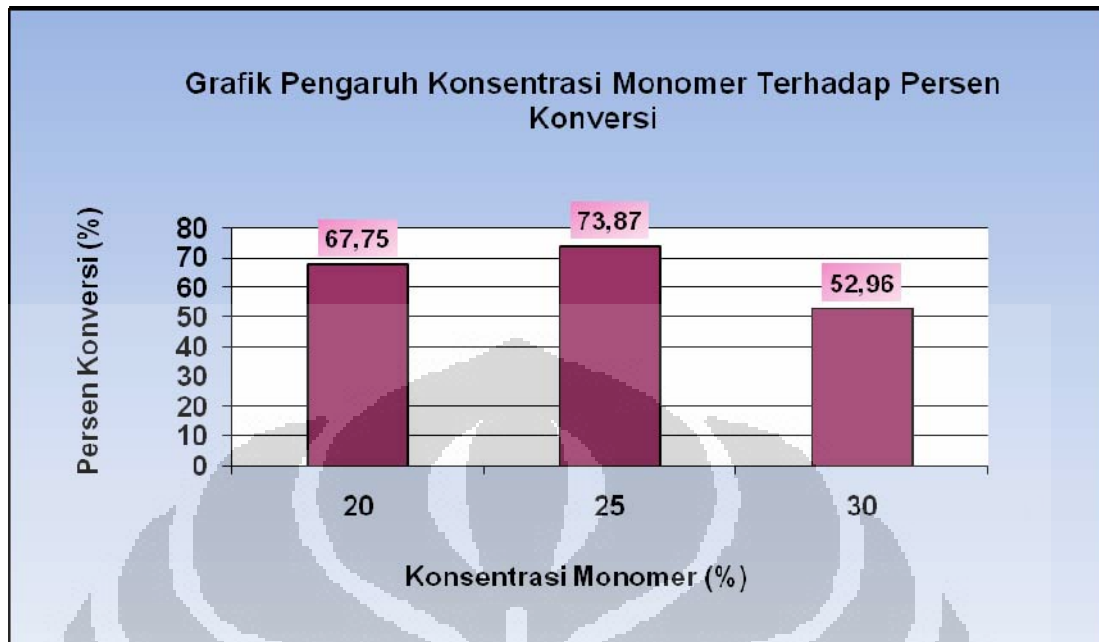
Adanya peningkatan konsentrasi monomer yang lebih besar dibandingkan dengan penelitian sebelumnya, dimaksudkan untuk meningkatkan ukuran partikel polimer emulsi *core-shell* metil metakrilat-butil akrilat sehingga dapat mencapai ukuran sekitar 200-300 nm. Berdasarkan hasil optimasi terhadap penggunaan glisidil metakrilat yang telah dijelaskan pada **Sub Bab 4.3**, formula polimer emulsi yang dapat menghasilkan persen konversi yang paling tinggi dan berat *grid* yang paling rendah, didapatkan dari formula polimer tanpa menggunakan glisidil metakrilat.

Pada penelitian ini dilakukan polimerisasi dengan adanya peningkatan konsentrasi monomer dan komponen lain dibuat tetap (inisiator sebesar 0,387% dari berat total dan tanpa glisidil metakrilat). Pada **Gambar 4.17**, terlihat bahwa adanya peningkatan konsentrasi monomer ini menyebabkan penurunan persen konversi. Persen konversi ini berasal dari monomer yang telah terkonversi menjadi polimer dan masih berada di dalam polimer emulsi. Penurunan persen konversi yang sangat tajam (92,98%), ditunjukkan pada formula dengan penggunaan konsentrasi monomer 50%. Pada penelitian ini juga dilakukan polimerisasi dengan menggunakan konsentrasi monomer sebesar 60%, tetapi polimer yang dihasilkan sangat sedikit, yakni sebesar 9,31 mL. Meskipun persen konversi dari formula polimer dengan konsentrasi monomer 60% tidak tercantumkan pada **Gambar 4.17**, tetapi tidak menutup kemungkinan persen konversi yang didapatkan dari polimer emulsi sangat kecil. Hal ini karena sebagian besar monomer yang telah terkonversi, telah berubah menjadi *grid*.



Gambar 4.17 Pengaruh konsentrasi monomer terhadap persen konversi dan berat *grid* (tanpa glisidil metakrilat)

Pada penelitian sebelumnya, Iman Abdullah juga mendapatkan kecenderungan yang hampir sama. Pada penggunaan konsentrasi monomer metil metakrilat (untuk membuat homopolimer metil metakrilat) menghasilkan kenaikan persen konversi pada penggunaan konsentrasi monomer sebesar 25% dan kemudian mengalami penurunan persen konversi pada saat penggunaan konsentrasi monomer yang relatif besar, yakni sebesar 30%, seperti yang terlihat pada **Gambar 4.18**.



Gambar 4.18 Pengaruh konsentrasi monomer terhadap persen konversi untuk inisiator termal amonium persulfat [Sumber: Abdullah, 2007]

Penurunan persen konversi dari hasil penelitian ini tidak sesuai dengan hukum laju reaksi. Peningkatan konsentrasi monomer menyebabkan laju reaksi yang semakin meningkat, sehingga untuk satuan waktu *feeding* yang sama, jumlah monomer yang terkonversi menjadi lebih besar (persen konversi lebih besar). Peningkatan laju reaksi ini terjadi karena konsentrasi monomer merupakan salah satu faktor yang menentukan laju reaksi sesuai persamaan sebagai berikut:

$$v = -\frac{d[\text{monomer}]}{dt} = k [\text{monomer}]^x [\text{inisiator}]^y$$

dengan v adalah laju reaksi ($\text{M}\cdot\text{s}^{-1}$), k konstanta laju reaksi, serta x dan y masing-masing merupakan orde reaksi untuk monomer dan inisiator.

Pada **Gambar 4.17**, kurva berat *grid* dapat dihubungkan dengan kurva persen konversi. Pada kurva persen konversi (**Gambar 4.17**) terlihat bahwa adanya penggunaan konsentrasi monomer yang semakin besar dan tanpa penggunaan glisidil metakrilat, menghasilkan persen konversi yang semakin menurun. Pada kurva berat *grid* (**Gambar 4.17**) juga dapat terlihat bahwa adanya penggunaan konsentrasi monomer yang semakin meningkat dan tanpa penggunaan glisidil metakrilat, menghasilkan *grid* yang semakin besar. Kedua kurva pada **Gambar 4.17** terlihat adanya hubungan yang berbanding terbalik antara persen konversi dan berat *grid* yang didapatkan. Oleh sebab itu, persen konversi yang cenderung menurun ini mungkin disebabkan oleh adanya pembentukan *grid* yang cenderung meningkat.

Peningkatan berat *grid* mungkin disebabkan oleh tiga faktor. Pertama, efek dari interaksi Van der Waals. Penggunaan konsentrasi monomer yang semakin besar menyebabkan peningkatan tahap perpanjangan rantai atau propagasi. Adanya peningkatan tahap propagasi akan menghasilkan partikel polimer dengan ukuran yang semakin besar. Semakin besar konsentrasi monomer yang digunakan maka akan semakin besar pula ukuran partikel polimer yang didapatkan. Salah satu faktor yang mempengaruhi kestabilan polimer emulsi adalah interaksi Van der Waals. Adanya peningkatan ukuran partikel polimer akan menyebabkan semakin besarnya terjadinya interaksi tarik menarik (Van der Waals), sehingga memperbesar kemungkinan untuk terjadinya asosiasi antara dua atau lebih partikel polimer yang berukuran relatif besar. Asosiasi beberapa partikel polimer ini menyebabkan

terbentuknya *grid*. Partikel polimer yang tidak berasosiasi, masih berada di dalam polimer emulsi.

Kedua, misel yang digunakan sudah tidak cukup lagi menampung partikel polimer yang semakin besar akibat semakin banyaknya monomer yang digunakan. Ketiga variasi konsentrasi monomer tersebut menggunakan formula dengan konsentrasi surfaktan sodium lauril sulfat sebanyak 2,33 CMC. Penggunaan konsentrasi monomer yang semakin besar yang tidak diikuti oleh penggunaan konsentrasi surfaktan sodium lauril sulfat yang semakin besar pula, mengakibatkan semakin besar jumlah oligomer yang tidak dapat masuk ke dalam misel, karena keterbatasan dalam kapasitas misel. Hal ini menyebabkan oligomer ini tidak stabil dan terbentuk *grid*.

Ketiga, adanya persaingan antara propagasi di luar dan di dalam misel. Inisiator yang digunakan bersifat hidrofilik dan didukung oleh metil metakrilat dan butil akrilat yang sedikit larut dalam air, maka inisiasi dan propagasi awal terjadi diluar misel membentuk oligomer. Sebagian oligomer masuk ke dalam misel dan melanjutkan reaksi propagasi di dalamnya. Sebagian oligomer lainnya yang telah mencapai panjang kritis, mengalami tahap propagasi dan terminasi di luar misel. Peristiwa ini menyebabkan terbentuknya polimer berukuran besar yang tidak stabil (akibat tidak diselubungi oleh misel) dan akhirnya terbentuk *grid*.

Dengan demikian, penurunan persen konversi bukan disebabkan oleh penurunan jumlah monomer yang telah terkonversi secara keseluruhan (baik

yang berasal dari polimer emulsi maupun yang berasal dari *grid*), melainkan hanya monomer yang masih berada dalam polimer emulsi saja (masih stabil).

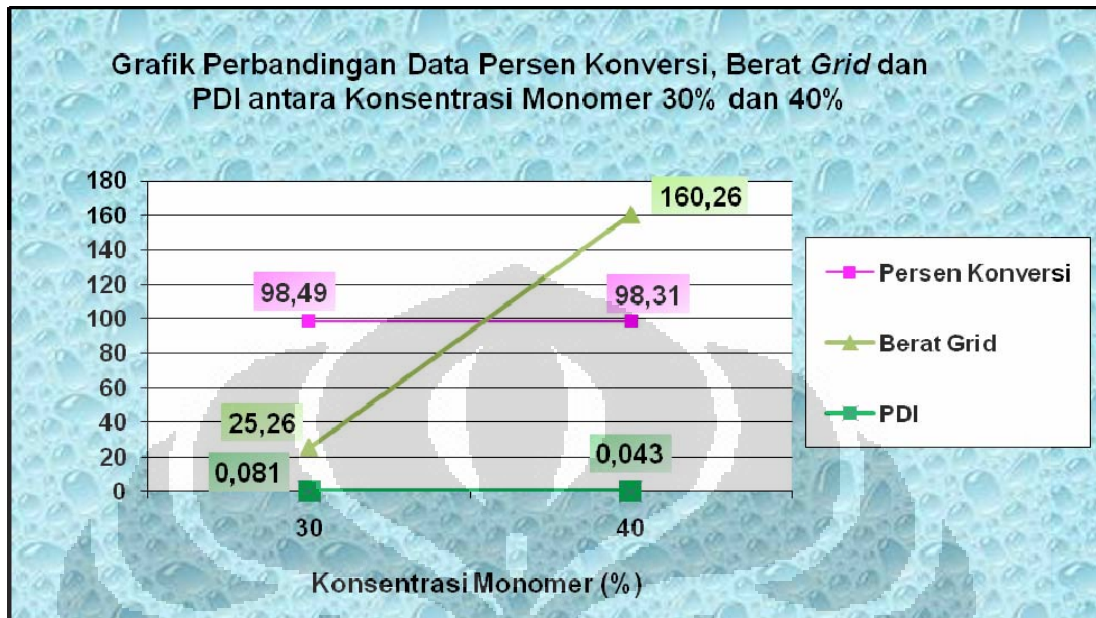
4.6 Hasil Optimum

Berdasarkan persen konversi yang paling besar, formula DS-1 (formula dengan konsentrasi monomer 30% tanpa glisidil metakrilat) dan DS-3 (formula dengan konsentrasi monomer 40% tanpa glisidil metakrilat) memiliki persen konversi yang paling tinggi. Pada **Gambar 4.19**, terlihat tidak adanya perbedaan persen konversi dari kedua formula yang relatif besar, dimana formula DS-1 (formula dengan konsentrasi monomer 30% tanpa glisidil metakrilat) menghasilkan persen konversi sebesar 98,49% sedangkan formula DS-3 (formula dengan konsentrasi monomer 40% tanpa glisidil metakrilat) sebesar 98,31%. Oleh karena itu, kedua hasil formula ini dilakukan karakterisasi lebih lanjut, yakni penentuan ukuran partikel, indeks polidispersitas, berat molekul dan morfologi partikel.

Besarnya persen konversi pada kedua formula memperlihatkan tingkat keberhasilan reaksi polimerisasi yang hampir sama. Hal ini tidak sama perbandingannya dengan berat *grid* yang dihasilkan. Perbedaan jumlah *grid* dari formula DS-3 sekitar enam kali besarnya dibandingkan dari formula DS-1, dimana formula DS-1 menghasilkan *grid* sebesar 25,26 gram sedangkan formula DS-3 sebesar 160,26 gram. Sama seperti yang telah dijelaskan

pada **Sub Bab 4.5**, *grid* mungkin disebabkan oleh beberapa faktor, yakni efek dari interaksi Van der Waals, efek dari kapasitas misel dan efek dari persaingan antara propagasi di luar dan di dalam misel.

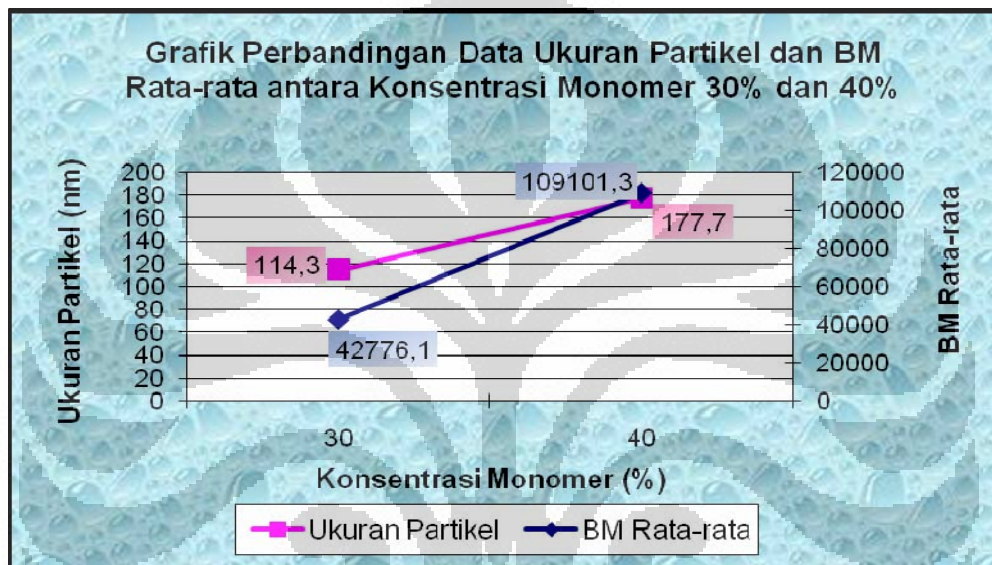
Pada **Gambar 4.19**, terlihat pula perbedaan nilai indeks polidispersitas (PDI) antara formula DS-1 (formula dengan konsentrasi monomer 30% tanpa glisidil metakrilat) dan formula DS-3 (formula dengan konsentrasi monomer 40% tanpa glisidil metakrilat). Formula DS-1 (formula dengan konsentrasi monomer 30% tanpa glisidil metakrilat) menghasilkan nilai PDI sebesar 0,081 sedangkan formula DS-3 (formula dengan konsentrasi monomer 40% tanpa glisidil metakrilat) menghasilkan PDI sebesar 0,043. Ini memperlihatkan bahwa partikel polimer yang dihasilkan oleh formula DS-3 (formula dengan konsentrasi monomer 40% tanpa glisidil metakrilat) lebih monodispers (lebih seragam ukurannya) dibandingkan formula DS-1 (formula dengan konsentrasi monomer 30% tanpa glisidil metakrilat).



Gambar 4.19 Perbandingan data persen konversi, berat *grid* dan PDI antara formula DS-1 dan DS-3

Seperti yang terlihat pada **Gambar 4.20**, ternyata hasil polimer dari formula DS-1 (formula dengan konsentrasi monomer 30% tanpa glisidil metakrilat) memiliki ukuran partikel dan BM rata-rata yang lebih besar dibandingkan formula DS-3 (formula dengan konsentrasi monomer 40% tanpa glisidil metakrilat). Formula DS-1 menghasilkan ukuran partikel sebesar 114,3 nm dan BM rata-rata sebesar 42776,1. Sementara itu, formula DS-3 (formula dengan konsentrasi monomer 40% tanpa glisidil metakrilat) menghasilkan ukuran partikel sebesar 177,7 nm dan BM rata-rata sebesar 109101,3. Nilai BM rata-rata yang sebanding dengan ukuran partikel disebabkan oleh adanya perbedaan konsentrasi monomer yang digunakan.

Hal ini sesuai dengan teori yang ada, dimana konsentrasi monomer yang besar menyebabkan pengembangan (*swelling*) partikel polimer dan akhirnya menghasilkan ukuran partikel yang besar pula (Piirma, 1982).



Gambar 4.20 Perbandingan data ukuran partikel dan Berat Molekul (BM) rata-rata antara formula DS-1 dan DS-3

4.7 Karakterisasi Polimer Emulsi Emulsi *Core-Shell* Metil Metakrilat- Butil Akrilat

4.7.1 Karakterisasi Polimer *Core-Shell* Metil Metakrilat-Butil Akrilat Menggunakan FT-IR

Dari spektrum yang terlihat pada **lampiran 7**, menunjukkan beberapa *peak* spesifik yang dapat merepresentasikan telah terjadi perubahan *peak* setelah polimerisasi. Hal ini dapat dilakukan dengan membandingkan dengan spektra IR standar monomer yang digunakan (**Lampiran 6**) dengan polimer emulsi yang dihasilkan.

Peak dengan bilangan gelombang sebesar $1724,36\text{ cm}^{-1}$ (**Lampiran 7**), menunjukkan gugus C=O dari suatu ester. Bila dibandingkan dengan spektra pada monomer standar (bilangan gelombang C=O pada MMA= 1717 cm^{-1} sedangkan bilangan gelombang C=O pada BA= 1720 cm^{-1}), terlihat adanya pergeseran bilangan gelombang C=O polimer emulsi yang dihasilkan. Perubahan bilangan gelombang C=O pada **Lampiran 7** disebabkan telah terjadinya polimerisasi yang mengakibatkan hilangnya ikatan rangkap konjugasi. Adanya gugus karbonil ester ini juga diperkuat dengan kehadiran *peak* C–O–C pada bilangan gelombang $1147,65\text{ cm}^{-1}$ (**Lampiran 7**).

Dalam spektrum IR juga terdapat *peak* khas hidroksil pada bilangan gelombang $3263,56\text{ cm}^{-1}$ (**Lampiran 7**). *Peak* ini dapat muncul karena dalam

pembuatan polimer *core-shell* dilakukan penambahan asam akrilat sebagai monomer penstabil partikel. Akan tetapi, *peak* ini memiliki intensitas yang sangat lemah. Kondisi ini berkaitan dengan jumlah asam akrilat yang sangat sedikit dan juga fungsinya yang merupakan monomer penstabil yang terikat di permukaan partikel dengan jarak antarmolekul berjauhan sehingga tidak memungkinkan untuk beridimerisasi. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa *peak* tersebut berasal dari -OH yang merupakan bagian dari gugus -COOH dalam asam akrilat. Adanya *peak* yang muncul pada bilangan gelombang sebesar $2953,02 \text{ cm}^{-1}$ (**Lampiran 7**), memperlihatkan adanya uluran C-H sp^2 . Uluran ini kemungkinan berasal dari asam akrilat yang tidak terpolimerisasi, tetapi hanya menempel dipermukaan partikel seperti surfaktan.

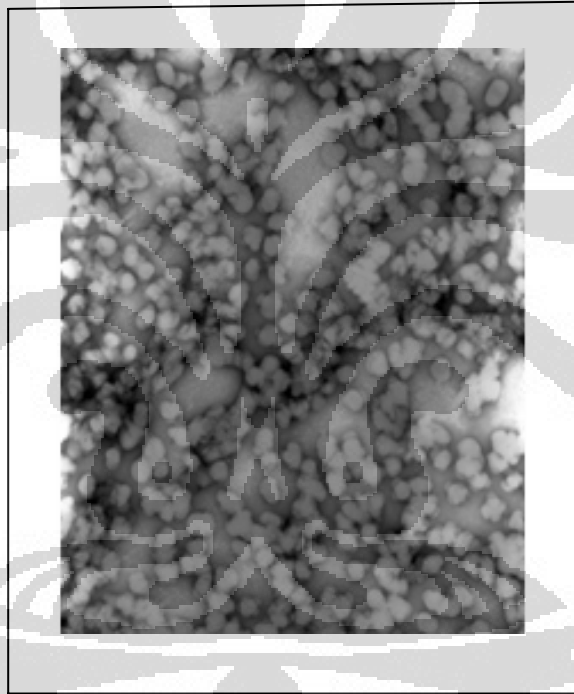
4.7.2 Karakterisasi Morfologi Polimer Menggunakan TEM

Dalam analisa dengan TEM dapat terlihat morfologi dari polimer emulsi metil metakrilat-butil akrilat. Pada analisa ini digunakan pembesaran sebesar 25.000 kali baik pada formula DS-1 (polimer emulsi metil metakrilat-butil akrilat dengan konsentrasi monomer 30% dan tanpa glisidil metakrilat) maupun formula DS-3 (polimer emulsi metil metakrilat-butil akrilat dengan konsentrasi monomer 40% dan tanpa glisidil metakrilat). Pada **Gambar 4.21**, terlihat bahwa polimer yang dihasilkan dari formula DS-1 (polimer emulsi metil metakrilat-butil akrilat dengan konsentrasi monomer 30% dan tanpa glisidil metakrilat) menghasilkan bentuk morfologi partikel polimer yang tidak

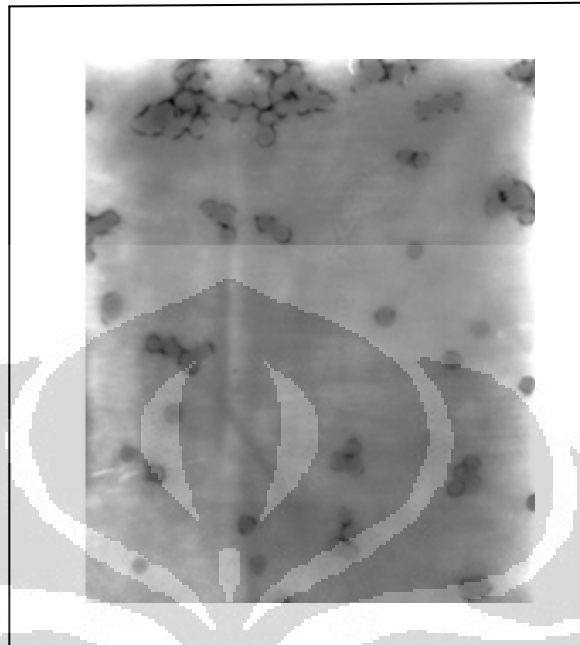
terlalu bulat dan tidak memperlihatkan bentuk polimer emulsi *core-shell*.

Sedangkan hasil polimer yang dihasilkan dari formula DS-3 (polimer emulsi metil metakrilat-butil akrilat dengan konsentrasi monomer 40% dan tanpa glisidil metakrilat) menghasilkan partikel polimer yang bulat (spherical), tetapi belum menunjukkan bentuk *core-shell*. Hal ini bisa terlihat dari **Gambar**

4.22.



Gambar 4.21 Morfologi polimer emulsi metil metakrilat-butil akrilat dengan konsentrasi monomer 30% dan tanpa glisidil metakrilat



Gambar 4.22 Morfologi polimer emulsi core-shell metil metakrilat-butil akrilat dengan konsentrasi monomer 40% dan tanpa glisidil metakrilat

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Polimerisasi *core-shell* metil metakrilat-butil akrilat dengan menggunakan konsentrasi monomer yang relatif besar, telah dilakukan pada penelitian ini. Berdasarkan data yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa:

- Penggunaan konsentrasi monomer yang semakin meningkat dapat menghasilkan polimer emulsi dengan persen konversi yang menurun dan meningkatkan berat *grid*.
- Penggunaan kadar glisidil metakrilat yang semakin meningkat juga dapat menghasilkan polimer emulsi dengan persen konversi yang menurun dan meningkatkan berat *grid*.
- Penggunaan suhu polimerisasi yang semakin tinggi dapat menghasilkan polimer emulsi dengan persen konversi yang menurun dan meningkatkan berat *grid*.
- Hasil konversi tertinggi dihasilkan pada formula polimer dengan konsentrasi monomer 30% tetapi memiliki ukuran partikel yang relatif kecil yakni sebesar 114,3 nm dengan indeks polidispersitas 0,081 dan menghasilkan berat *grid* sebesar 25,26 gram.

- Konsentrasi monomer 40% memberikan hasil optimum pada polimerisasi menggunakan SLS 2,33 CMC, teknik semikontinu, inisiator termal APS 0,97%, waktu *feeding* 7 jam (pra-emulsi *core* 3 jam dan pra-emulsi *shell* 4 jam) dan suhu polimerisasi 70⁰C (*feeding* dan *aging*) dengan ukuran partikel yang dihasilkan sebesar 177,7 nm, indeks polidispersitas 0,043 (monodispers), persen konversi 98,31% dan berat *grid* 160,26 gram.

5.2 Saran

Penelitian ini masih memiliki banyak kekurangan, sehingga perlu dilakukan penelitian lebih lanjut terhadap formula *core-shell* butil akrilat-stirena, antara lain :

- Perlu dilakukan penambahan glisidil metakrilat ketika setelah polimerisasi *core* dan sebelum polimerisasi *shell*.
- Perlu dicari kondisi optimum untuk membuat *core* dan *shell* berdiameter 200-300 nm dengan menggunakan monomer penstabil yang lebih banyak.
- Perlu dilakukan polimerisasi emulsi *core-shell* dengan variasi konsentrasi monomer antara 30-40% untuk menghasilkan ukuran partikel sebesar 200-300 nm.

BAB VI

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, Iman. 2007. "*Studi Polimerisasi Core-Shell Metil Metakrilat-Butil Akrilat: Pengaruh Konsentrasi Monomer, Jenis dan Komposisi Inisiator terhadap Ukuran Partikel dan Indeks Polidispersitas.*" Karya Utama Sarjan Departemen Kimia: FMIPA UI.
- Anselmann, R., Winkler, H., Hellmann, G.P., Ruhl, T., Vulpius, G., Dorr, H. 2004. "*Moulded Bodies Consisting of Core-Shell Particles*".
- Asua, Jose M. 2004. "*Emulsion Polymerization: from Fundamental Mechanisms to Process Developments*". J. Polym. Sci. Part A: Polym. Chem. vol 42. Billmeyer, W. "*Textbook of Polymer Science*". New York: John Wiley and Sons. 1984.
- 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.
- Braun, D., et.al. 2005. "*Polymer Synthesis: Theory ad Practice, Fundamentals, Methods, Experiment*". Springer-Verlag Berlin Heidelberg; xii + 385 hlm.
- Brigitte, et.al. 1991. "*Batch emulsion copolymerization of butyl acrylate and methyl methacrylate in the presence of sodium dodecyl sulfate*". Makromol.Chem.,192, 1629-1647,

- Ding, Tianhua, *et.al.* 2004. “*Synthesis and Characterization of Functionalized Polymer Latex Particles Through a Designed Semicontinuous Emulsion Polymerization Process*”. Wiley Interscience.
- Egen, M., *et.al.* 2004. “*Artificial Opals as Effect Pigments in Clear-Coatings*”. *Macromol. Mater. Eng.*, 289, 158-163.
- Egen, M., Zentel, R., 2001. “*Surfactant-Free Emulsion Polymerization of various Methacrylates; towards Monodisperse Colloids for Polymer Opals*”, *Macromol. Chem. Phys.*, 205, 1479-1488,
- Fried, J.R. 1986. “*Polymer Science and Technology*”. Prentice Hall PTR, New Jersey.
- Helmiyati, Budianto, Emil. 2008. “*Emulsion Polymer of Core-Styrene-Butyl Acrylate: The Effect of Feeding and Aging Time on Particle Size Distribution*”. *Journal of Physical Science*, Vol. 19(2), 117–125.
- Irawadi, H. 2007. “*Pengaruh Inisiator Redoks H₂O₂-Asam Askorbat dan Pengikat Silang Glisidil Metakrilat terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel pada Polimerisasi emulsi Core-Shell Butil Akrilat-Stirena*”. Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI.
- Joannopoulos, *et.al.* 1995. “*Photonic Crystals – Molding the Flow of Light*”. Princeton: Princeton University Press.
- Malvern Instrument Ltd. 2003. “*Zetasizer Nano Series User Manual*”. United Kingdom.

- O'Callaghan, et.al. 1995. "*Emulsion Polymerization of Supramicron, Monodisperse Acrylic Copolymer Particles with Core-Shell Structures*".
J. Polym. Sci., 33,1849-1857.
- Oktavia,E. 2006. *Studi Pendahuluan Polimerisasi Emulsi Opal (Colorant Emulsion) Polistirena-KO-Polibutil Akrilat*. Tesis S2 Program Magister Departemen Kimia FMIPA UI, Depok: vii +118 hlm.
- Piirma, Irja. 1982. "*Emulsion Polymerization*". New York: Academic Express.
- Pra Mauro, E., Pelezetti, E. 1996. "*Surfactant in Analytical Chemistry: Applications of Organized Amphiphilic Media*". Amsterdam: Elsevier Science.
- Putri, K.S. 2008. "*Studi Optimasi Polimerisasi Metil Metakrilat : Pengaruh Variasi Konsentrasi Inisiator Ammonium Persulfat, Monomer Metil Metakrilat dan Surfaktan Sodium Lauryl Sulfate terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel*". Karya Utama Sarjana Departemen Kimia : FMIPA UI.
- Ruhl, T., Hellmann, G.P. 2003. "*Artificial Opals Prepared by Melt Compression*". Polymer, 44, 7625 – 7633.
- Ruhl, T., Hellmann, G.P. 2001. "*Colloidal Crystals in Latex Films: Rubbery Opals*", Macromol. Chem. Phys., 202, 3502-3505.
- Ruhl, T., et.al. 2004. "*Large Area Monodomain Order in Colloidal Crystals*", Macromol. Chem. Phys., 1385 – 1392.

- Schmidt-Thummes, *et.al.* 2002. „*Polymer Dispersion and Their Industrial Applications*”, edited by Urban, Dieter and Koichi Takamura, Wiley-VCH Verlag GmbH, Weinheim: xviii + 408 hlm.
- Stevens, M.P. 2001. ”*Kimia Polimer (terjemahan)*”. 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.
- Suswanti, Indah. 2008. “*Polimerisasi Core-Shell Metil Metakrilat –Butil Akrilat: Pengaruh Variasi Pengikat Silang Glisidil Metakrilat dan Teknik Polimerisasi Terhadap Ukuran Partikel dan Indeks Polidispersitas.*” Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI.
- Tayeb, G., *et.al.* 2003. “*Structural Colors in Nature and Butterfly-Wing Modeling*”, *Optics and Photonics News*, 40-49.
- Urban, D., Takamura, K. 2002 . “*Polymer Dispersions and Their Industrial Applications*”. *Germany: Wiley-VCH*.
- Utami, R. 2008. ”*Pengaruh Konsentrasi Surfaktan Sodium Lauryl Sulfate (SLS), Inisiator Ammonium Peroxodisulfate (APS) dan Teknik Polimerisasi terhadap Ukuran Partikel dan Distribusi Partikel Pada Homopolimerisasi Butil Akrilat*”. Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI.
- Yablonovitch,E., 1987. *Phys.Rev.Lett.*,58,2059,

Yang, W., et al. 1999. "Dispersion Copolymerization of Styrene and Glycidyl Metakrylate in Polar Solvents". Colloid Polym Sci 277:446-451.

Yulizar, Y., T. Utari. 2005. "Diktat Kuliah : Kimia Permukaan". Departemen Kimia FMIPA UI, Depok: iv + 80 hlm.

<http://basf.com/acrylicmonomers/pdfs/butacry.pdf> , diakses 1 Januari 2009, 20:45 WIB

http://books.google.co.id/books?id=YO_o6nAa1M0C&pg=RA3PA662&lpg=RA3-PA662&dq=temperature+floculation+in+polymerization&source , diakses pada 10 Juni 2009, 20:00 WIB

<http://www.basf.com/acrylicmonomers/pdfs/acrylic.pdf> , diakses 1 Januari 2009, 20:40 WIB

<http://www.chem.cmu.edu/groups/matv/images/research/Research%2520Areas/09-Nano/09-05.gif&imgrefurl> , diakses pada 12 Juni 2009, 06:00 WIB

<http://www.chm.bris.ac.uk/pt/colloid1.gif> , diakses pada 20 Maret 2009, 10:00 WIB

<http://www.dow.com/acrylic/products/gma.html> , diakses pada 1 Januari 2009, 20:44 WIB

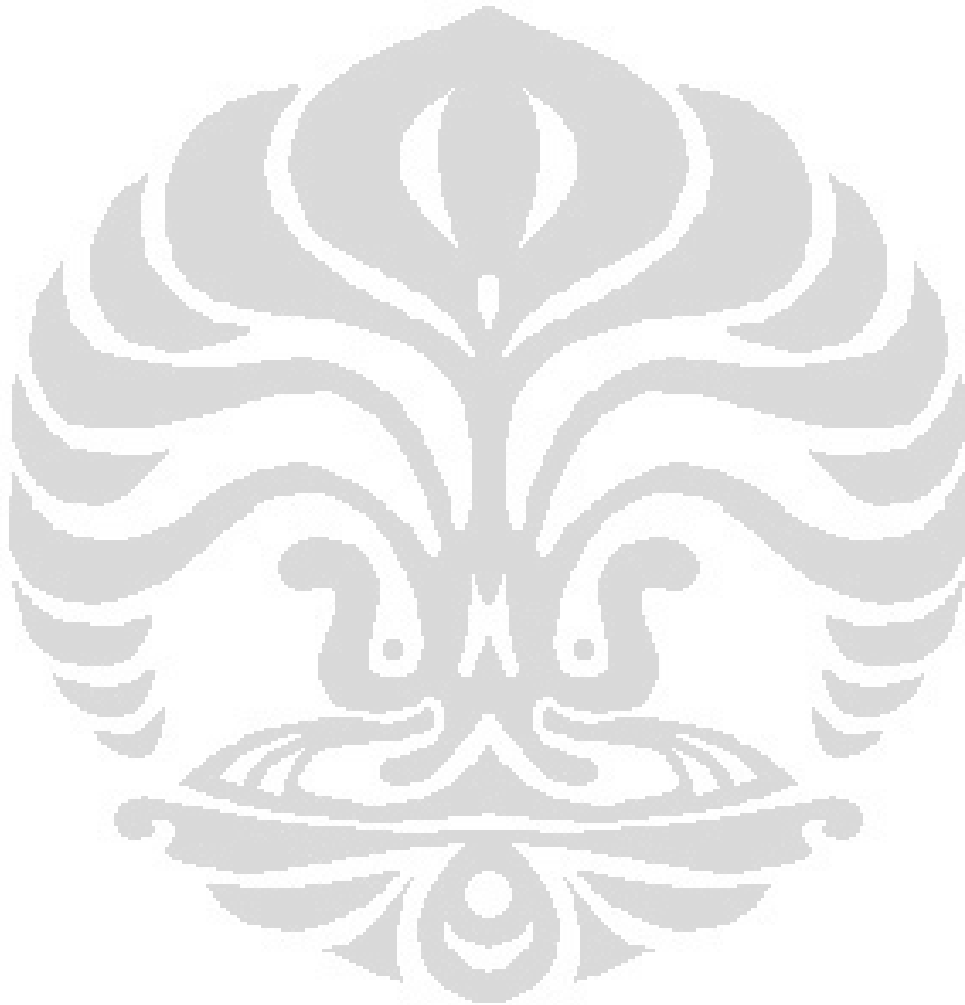
<http://www.jtbaker.com/msds/englishhtml/m5616.htm> , diakses 1 Januari 2009, 20:30 WIB

<http://www.jtbaker.com/msds/englishhtml/s3670.htm> , diakses pada 12 Juni 2009, 06:31 WIB

http://www.rheinperchemie.com/download/rpc_msds_aps_e.pdf , diakses

pada 12 Juni 2009, 06:10 WIB

http://www.tau.ac.il/~phchlab/experiments/Surface_tension/SurfTension_4_files/image096.jpg&imgrefurl, diakses pada 12 Juni 2009, 06:40 WIB





LAMPIRAN

LAMPIRAN 1: Formula Polimerisasi

Tabel Formulasi Polimerisasi Core-Shell MMA-BA

(Konsentrasi monomer 30%, SLS 2,33 CMC, Inisiator 1,29% terhadap berat monomer)

	Tanpa GMA	Dengan GMA 1% sebelum pre-emulsi <i>shell</i>	Dengan GMA 2% sebelum pre-emulsi <i>shell</i>	Dengan GMA 3% sebelum pre-emulsi <i>shell</i>
Teknik	Semi kontinu	Semi kontinu	Semi kontinu	Semi Kontinu
Initial Charge				
Air demineral	100,41	100,41	100,41	100,41
SLS	3,3	3,3	3,3	3,3
Stream 1 Inisiator 1				
Air demineral	10	10	10	10
APS	3	3	3	3
Stream 2 Pre-Emulsi MMA				
Air demineral	245	245	245	245
SLS	2,22	2,22	2,22	2,22
Metil Metakrilat	200	200	200	200
GMA		2	4	6
KOH	0,15	0,15	0,15	0,15
Stream 1' Inisiator 2				
Air demineral	10	10	10	10
APS	0,87	0,87	0,87	0,87
Stream 2' Pre-Emulsi BA				
Air demineral	322,13	320,13	318,13	316,13
SLS	0,55	0,55	0,55	0,55
Butil Akrilat	100	100	100	100
Asam akrilat	2,22	2,22	2,22	2,22
KOH	0,15	0,15	0,15	0,15
TOTAL (gram)	1000	1000	1000	1000

Tabel Formulasi Polimerisasi Core-Shell MMA-BA

(Konsentrasi monomer 40%, SLS 2,33 CMC, Inisiator 0,97% terhadap berat monomer)

	Tanpa GMA	Dengan GMA 1% sebelum pre-emulsi <i>shell</i>	Dengan GMA 2% sebelum pre-emulsi <i>shell</i>	Dengan GMA 3% sebelum pre-emulsi <i>shell</i>
Teknik	Semi kontinu	Semi kontinu	Semi kontinu	Semi Kontinu
Initial Charge				
Air demineral	100,41	100,41	100,41	100,41
SLS	3,3	3,3	3,3	3,3
Stream 1 Inisiator 1				
Air demineral	10	10	10	10
APS	3	3	3	3
Stream 2 Pre-Emulsi MMA				
Air demineral	145	246	246	246
SLS	2,22	2,22	2,22	2,22
Metil Metakrilat	250	250	250	250
GMA		2,5	5	7,5
KOH	0,15	0,15	0,15	0,15
Stream 1' Inisiator 2				
Air demineral	10	10	10	10
APS	0,87	0,87	0,87	0,87
Stream 2' Pre-Emulsi BA				
Air demineral	322,13	218,63	216,13	213,63
SLS	0,55	0,55	0,55	0,55
Butil Akrilat	150	150	150	150
Asam akrilat	2,22	2,22	2,22	2,22
KOH	0,15	0,15	0,15	0,15
TOTAL (gram)	1000	1000	1000	1000

Tabel Formulasi Polimerisasi Core-Shell MMA-BA

(Konsentrasi monomer 50%, SLS 2,33 CMC, Inisiator 0,77% terhadap berat monomer)

	Tanpa GMA	Dengan GMA 1% sebelum pre-emulsi <i>shell</i>	Dengan GMA 2% sebelum pre-emulsi <i>shell</i>	Dengan GMA 3% sebelum pre-emulsi <i>shell</i>
Teknik	Semi kontinu	Semi kontinu	Semi kontinu	Semi Kontinu
Initial Charge				
Air demineral	100,41	100,41	100,41	100,41
SLS	3,3	3,3	3,3	3,3
Stream 1 Inisiator 1				
Air demineral	10	10	10	10
APS	3	3	3	3
Stream 2 Pre-Emulsi MMA				
Air demineral	246	246	246	246
SLS	2,22	2,22	2,22	2,22
Metil Metakrilat	300	300	300	300
GMA		3	6	9
KOH	0,15	0,15	0,15	0,15
Stream 1' Inisiator 2				
Air demineral	10	10	10	10
APS	0,87	0,87	0,87	0,87
Stream 2' Pre-Emulsi BA				
Air demineral	121,13	118,13	115,13	112,13
SLS	0,55	0,55	0,55	0,55
Butil Akrilat	200	200	200	200
Asam akrilat	2,22	2,22	2,22	2,22
KOH	0,15	0,15	0,15	0,15
TOTAL (gram)	1000	1000	1000	1000

Formula Polimerisasi Core-Shell MMA-BA

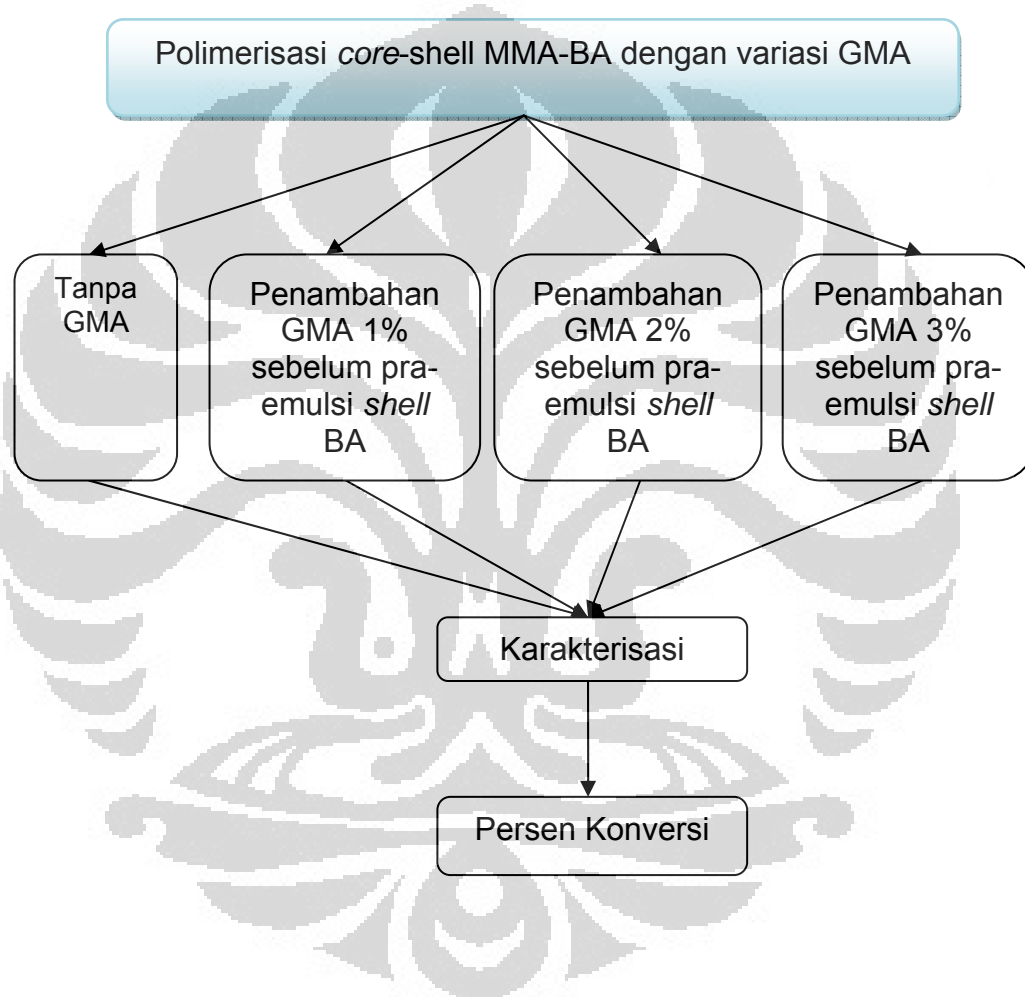
(Konsentrasi monomer 60%, SLS 2,33 CMC, Inisiator 0,64% terhadap berat monomer)

	Tanpa GMA	Dengan GMA 1% sebelum pre-emulsi <i>shell</i>	Dengan GMA 2% sebelum pre-emulsi <i>shell</i>	Dengan GMA 3% sebelum pre-emulsi <i>shell</i>
Teknik	Semi kontinu	Semi kontinu	Semi kontinu	Semi Kontinu
Initial Charge				
Air demineral	100,41	100,41	100,41	100,41
SLS	3,3	3,3	3,3	3,3
Stream 1 Inisiator 1				
Air demineral	10	10	10	10
APS	3	3	3	3
Stream 2 Pre-Emulsi MMA				
Air demineral	217,13	217,13	217,13	217,13
SLS	2,22	2,22	2,22	2,22
Metil Metakrilat	350	350	350	350
GMA		7	10,5	14
KOH	0,15	0,15	0,15	0,15
Stream 1' Inisiator 2				
Air demineral	10	10	10	10
APS	0,87	0,87	0,87	0,87
Stream 2' Pre-Emulsi BA				
Air demineral	50	51,87	48,37	44,87
SLS	0,55	0,55	0,55	0,55
Butil Akrilat	250	250	250	250
Asam akrilat	2,22	2,22	2,22	2,22
KOH	0,15	0,15	0,15	0,15
TOTAL (gram)	1000	1000	1000	1000

LAMPIRAN 2: Diagram Rancangan Umum Tahapan Polimerisasi

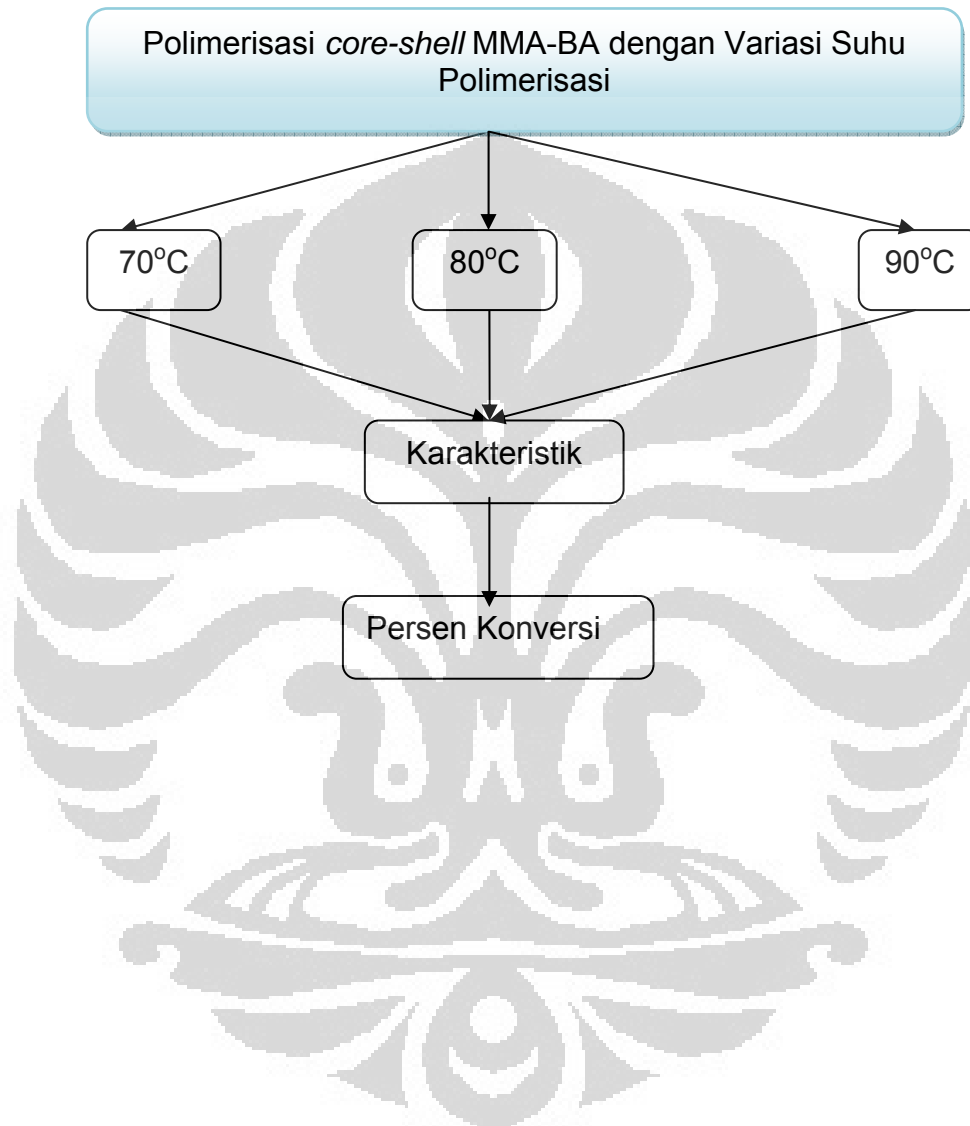
1. Variasi Glisidil Metakrilat (GMA)

(Konsentrasi Monomer = 40%, Suhu *Feeding* = 70°C, Suhu *Aging* = 70°C)



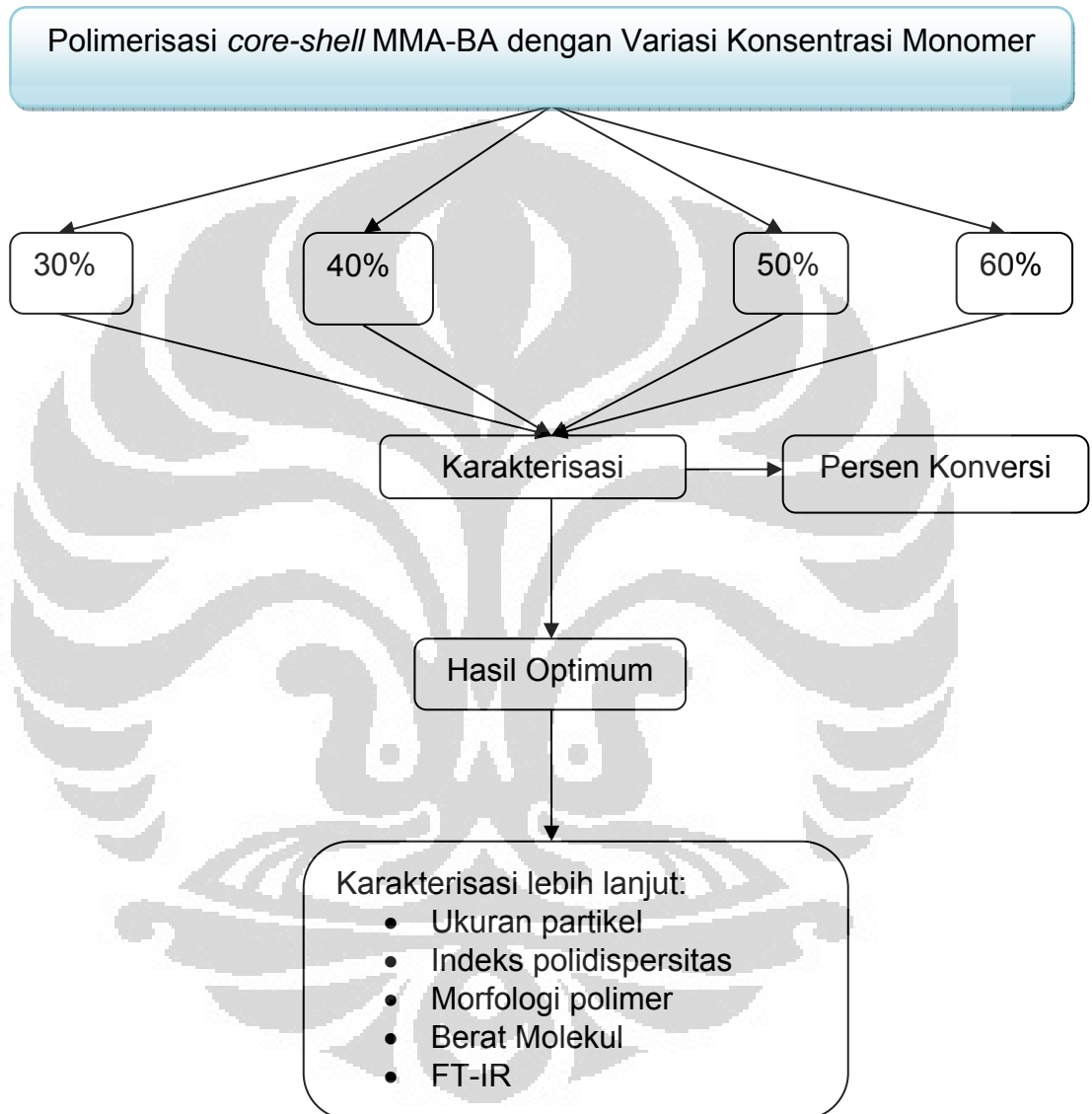
2. Variasi Suhu Polimerisasi

(Konsentrasi Monomer = 40%, Kadar GMA = 0%)



3. Variasi Konsentrasi Monomer

(Kadar GMA = 0%, Suhu *Feeding* = 70°C, Suhu *Aging* = 70°C)



LAMPIRAN 3: Perhitungan Persen Kandungan Padatan (Solid Content)

Teoritis dan Persen Konversi

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

- Persen kandungan padatan teoritis

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

Contoh perhitungan persen kandungan padatan teoritis untuk polimerisasi core-shell MMA-BA 40 % dengan inisiator APS:

MMA = 250 gram

BA = 150 gram

SLS = 6,07 gram

APS = 3,87 gram

NaOH = 0,15 gram

Total Formula = 1000 gram

Maka persen kandungan padatan teoritis

$$= \frac{250 + 150 + 6,07 + 3,87 + 0,15}{1000} \times 100 \%$$

= 41,01%

- Persen konversi (kedekatan persen kandungan padatan)

$$= \frac{\text{Persen kandungan padatan percobaan}}{\text{Persen kandungan padatan teoritis}} \times 100 \%$$

LAMPIRAN 4: Indeks Polidispersitas dan BM Rata-rata *Core-Shell* Metil Metakrilat-Butil Akrilat dengan Konsentrasi Monomer 30% Tanpa Glisidil Metakrilat

ZetaSizer Nano



Protein Crystal Screening Report

Sample Description

Sample: DS3
SOP: Disposable Cuvet External.sop
Filename: Bu Ayu file.dts
Record: 1
Date and Time: 08 Mei 2009 14:48:49
Run duration (s): 100
Notes:

Solvent: Water
Refractive Index: 1,33
Viscosity (cP): 0,8872
Temperature (°C): 25,0

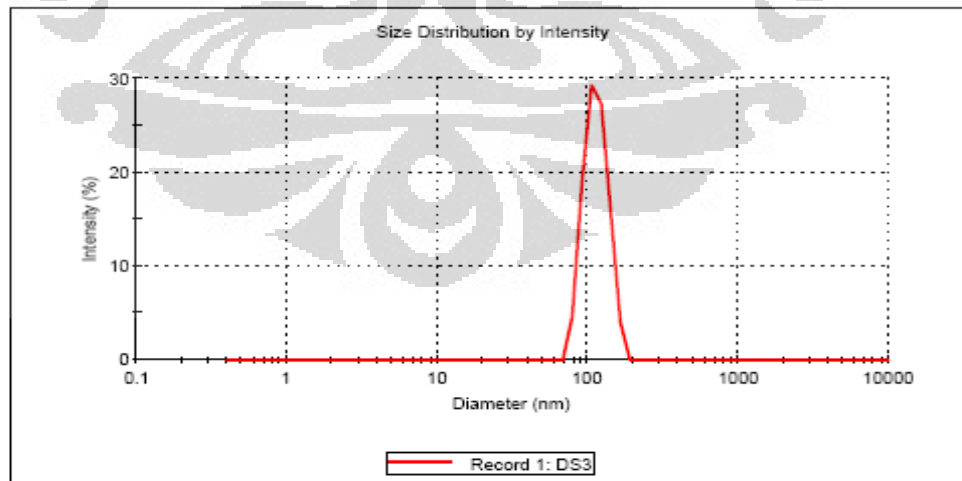
Cumulant Results

Count rate (Kcps): 321
Z-Average size (nm): 113,5
Polydispersity index: 0,081
% Polydispersity: 28,4
Estimated MW (kDa): 42776,1

Distribution Results

	Diam (nm)	% Int	Est MW (kDa)	%Pd
Peak 1:	114,3	100	43487,1	17,9
Peak 2:	0	0	,0	0
Peak 3:	0	0	,0	0

Sample is NOT suitable for crystal...



LAMPIRAN 5: Indeks Polidispersitas dan BM Rata-rata *Core-Shell* Metil Metakrilat-Butil Akrilat dengan Konsentrasi Monomer 40% Tanpa Glisidil Metakrilat

ZetaSizer Nano



Protein Crystal Screening Report

Sample Description

Sample: DS4	Solvent: Water
SOP: Disposable Cuvet External.sop	Refractive Index: 1,33
Filename: Bu Ayu file.dts	Viscosity (cP): 0,8872
Record: 2	Temperature (°C): 25,0
Date and Time: 08 Mei 2009 15:01:58	
Run duration (s): 100	
Notes:	

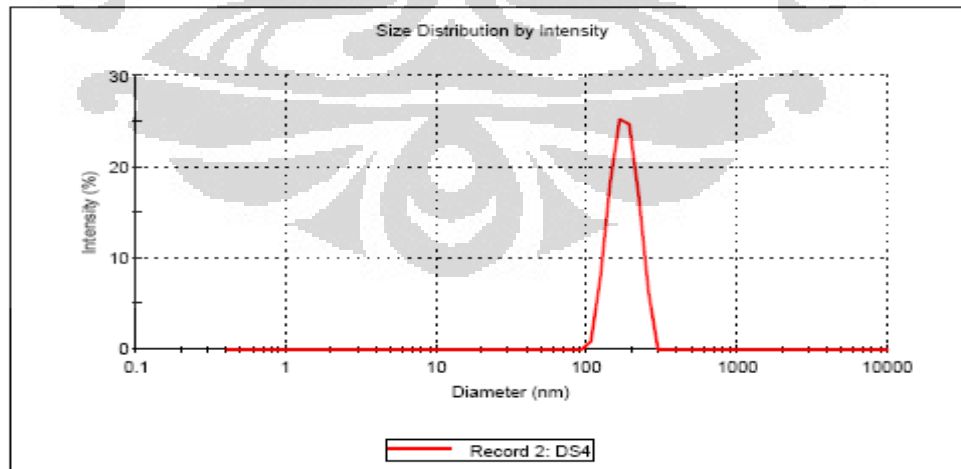
Cumulant Results

Count rate (Kcps): 432
 Z-Average size (nm): 169,4
 Polydispersity index: 0,043
 % Polydispersity: 20,8
 Estimated MW (kDa): 109101,3

Distribution Results

	Diam (nm)	% Int	Est MW (kDa)	%Pd
Peak 1:	177,7	100	122088,1	20,2
Peak 2:	0	0	,0	0
Peak 3:	0	0	,0	0

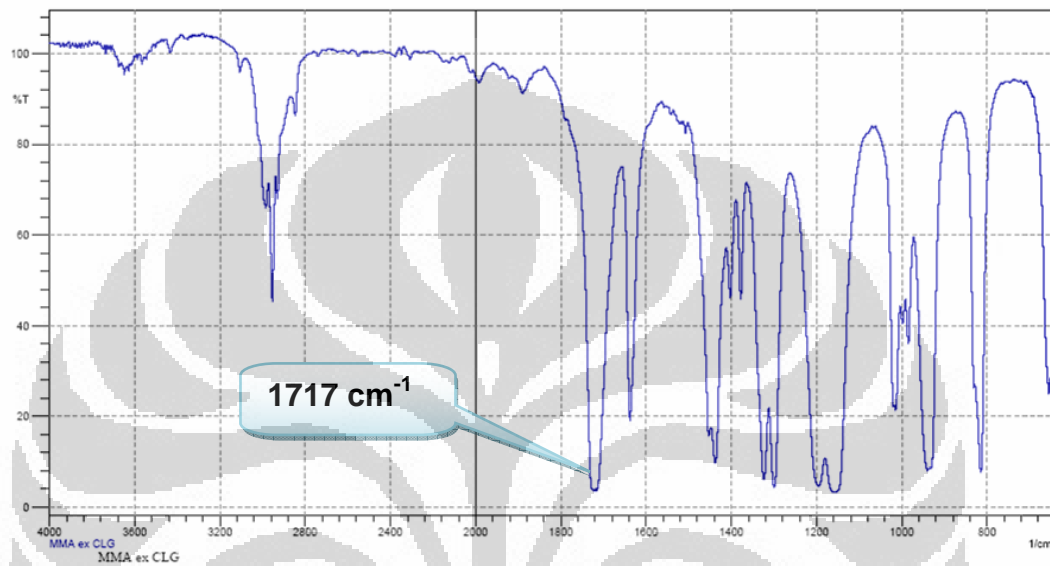
Sample is NOT suitable for crystal...



LAMPIRAN 6: Spektra FTIR Standar Monomer Metil Metakrilat dan Butil Akrilat

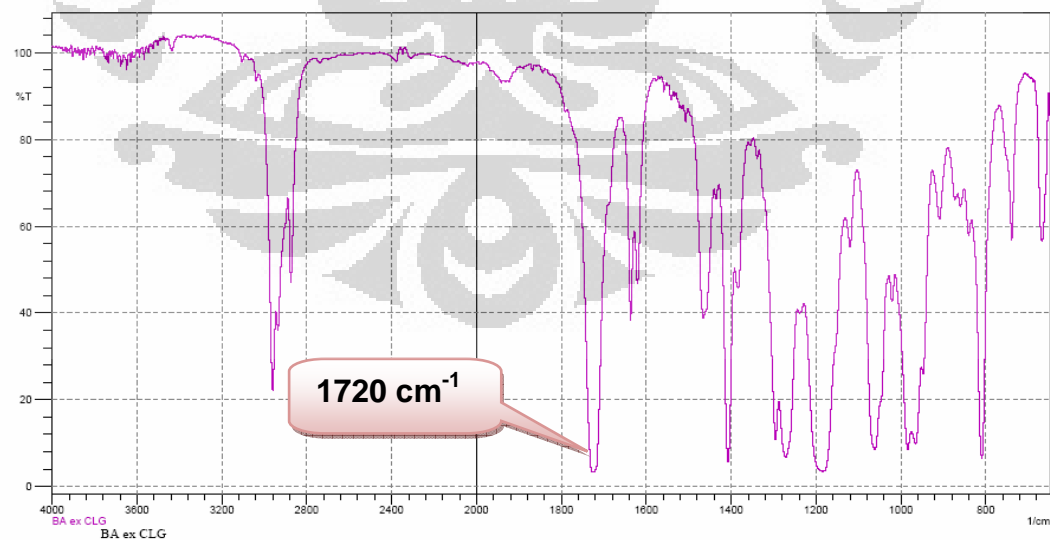
1. Metil Metakrilat

PT Clariant Indonesia
TLP Division
Process & Product Development



2. Butil Akrilat

PT Clariant Indonesia
TLP Division
Process & Product Development



LAMPIRAN 7: Spektra FTIR Core-Shell Monomer Metil Metakrilat-Butil Akrilat dengan Konsentrasi Monomer 40% Tanpa GMA

