



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**SINTESIS POLIMER *CORE-SHELL*  
STIRENA-BUTIL AKRILAT :  
PENGARUH JENIS INISIATOR DAN PENGIKAT SILANG  
GLISIDIL METAKRILAT TERHADAP UKURAN DAN  
DISTRIBUSI UKURAN PARTIKEL**

**SKRIPSI**

**YOGI DWISATRIA  
0806400144**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS INDONESIA  
DEPOK  
JANUARI 2012**



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**SINTESIS POLIMER *CORE-SHELL*  
STIRENA-BUTIL AKRILAT :  
PENGARUH JENIS INISIATOR DAN PENGIKAT SILANG  
GLISIDIL METAKRILAT TERHADAP UKURAN DAN  
DISTRIBUSI UKURAN PARTIKEL**

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

**Oleh :  
YOGI DWISATRIA  
0806400144**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN  
ALAM  
UNIVERSITAS INDONESIA  
DEPOK  
JANUARI 2012**

**Universitas Indonesia**


**HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS**

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

Nama : Yogi Dwisatria

NPM : 0806400144

Tanda Tangan :



Tanggal : 1 Desember 2011

**HALAMAN PENGESAHAN**

Skripsi ini diajukan oleh :

Nama : Yogi Dwisatria

NPM : 0806400144

Program Studi : Kimia

Judul Skripsi : Sintesis Polimer *Core-Shell* Stirena-Butil Akrilat: Pengaruh Jenis Inisiator dan Pengikat Silang Glisidil Metakrilat Terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel

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

**DEWAN PENGUJI**

Pembimbing : Dr. Emil Budianto

Penguji : Drs. Riswiyanto, M.Si

Penguji : Dr. Yoki Yulizar

Penguji : Dr. Asep Saefumillah

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 6 Desember 2011

## KATA PENGANTAR

Puji Syukur penulis panjatkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa karena atas rahmat dan karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi ini tepat pada waktunya. Salawat serta salam semoga senantiasa terlimpahkan kepada Rasulullah Muhammad SAW yang merupakan suri tauladan bagi kita semua.

Dalam penulisan skripsi ini penulis tidak lepas dari bantuan berbagai pihak yang telah membantu dan mendukung penulis dalam melaksanakan penelitian dan menyelesaikan skripsi ini. Terima kasih penulis sampaikan kepada papah dan mamah tersayang, eyang uti serta kakak yang selama ini selalu mendukung dan memberi semangat kepada penulis hingga penelitian dan penulisan skripsi ini dapat berjalan dengan baik dan lancar.

Ucapan terima kasih yang secara khusus juga penulis sampaikan :

1. Kepada Dr. Emil Budianto selaku pembimbing I atas bantuannya selama penelitian dan penyusunan skripsi yang sangat berarti bagi penulis
2. Kepada Ir. Widyastuti Samadi M.Si. selaku pembimbing akademis atas segala bantuannya sehingga memperlancar proses penelitian dan penyusunan skripsi
3. Kepada Dr. Ridla Bakri selaku ketua Departemen Kimia FMIPA UI
4. Kepada Dra. Tresye Utari, M.Si. selaku koordinator penelitian yang telah memberikan kesempatan dan bantuan dalam penelitian
5. Kepada seluruh keluarga penulis, yang akan dan selalu mendukung penulis hingga berhasil menyelesaikan skripsi ini
6. Kepada seluruh dosen-dosen kimia UI yang selama ini telah mengajarkan ilmu-ilmu yang sangat bermanfaat bagi penulis
7. Kepada Pak Hedi S., Pak Marji, Pak Hadi, Pak Sutrisno (Babeh), Mbak Ema, Mbak Tri, Mbak Ina, Mbak Cucu, Mbak Eva, Mbak Sri, Pak Min dan Pak Kiri serta seluruh staf departemen kimia yang telah banyak membantu terlaksananya penelitian ini

8. Kepada pihak-pihak yang telah membantu penulis dalam penyediaan bahan-bahan penelitian dan karakterisasi hasil penelitian; Ibu Ayu (PT.Clariant), Pak Wisnu (Batan) dan Pak Heru Santoso (STP Serpong).
9. Kepada sahabat-sahabatku: Dinda, Sesin, Vivi, Lintang, Dea, Uni Resty, Andi (mol), Maris, Septri, Micu, James, Fairuz, Bocil, Lilid, Ayas, Fitri, Asa, Hapis, Indri, Puti, Wakhid Lay, Boy dan semua teman-teman keluarga besar NonReg 2008 yang sudah penulis anggap sebagai keluarga. Terima kasih atas masa-masa indah yang telah diberikan.
10. Kepada Vivi, Dinda, Laras, Bu Nurlita, Ka Iman, Ka Sonia, Ka Rohman, Ka Mega, atas bantuan dan diskusinya selama penelitian.
11. Kepada rekan-rekan seperjuangan penelitian : Kakak-kakak angkatan 06, 07 dan teman-teman angkatan 08
12. Kepada teman-teman Jurusan Kimia FMIPA UI khususnya angkatan 2008 baik paralel maupun reguler serta berbagai pihak yang telah membantu namun belum tercantumkan dalam skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih banyak kekurangan dan masih jauh dari kata sempurna, sehingga skripsi ini pun kiranya masih perlu evaluasi untuk penyempurnaan. Oleh karena itu, penulis sangat terbuka terhadap kritik dan saran yang membangun dari semua pihak. Penulis juga berharap penelitian dan skripsi ini dapat bermanfaat bagi seluruh pihak yang membaca terlebih bagi pembaca yang akan melaksanakan dan membuat penelitian terkait judul dan tema berikut.

Jakarta, Desember 2011

Penulis

**Universitas Indonesia**

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

---

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

Nama : Yogi Dwisatria  
NPM : 0806400144  
Program Studi : Kimia  
Departemen : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Jenis karya : Skripsi

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

**Sintesis Polimer *Core-Shell* Stirena-Butil Akrilat: Pengaruh Jenis Inisiator dan Pengikat Silang Glisidil Metakrilat Terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel**

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

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok  
Pada tanggal : 1 Desember 2011  
Yang menyatakan



(Yogi Dwisatria)

## Abstrak

Nama : Yogi Dwisatria

Program Studi : Kimia

Judul : Sintesis Polimer *Core-Shell* Stirena-Butil Akrilat: Pengaruh Jenis Inisiator dan Pengikat Silang Glisidil Metakrilat Terhadap Ukuran Partikel dan Distribusi Ukuran Partikel

Polimer emulsi *core-shell* merupakan polimer sintetis yang saat ini sedang berkembang dalam berbagai bidang industri, salah satunya untuk aplikasi *coating*. Dalam penelitian ini dilakukan sintesis polimer emulsi *core-shell* stirena-butil akrilat dengan teknik *batch* untuk *core* dan teknik semikontinu untuk *core-shell* untuk mempelajari pengaruh penggunaan jenis inisiator termal APS dan NaPS dalam sintesis polimer *core* stirena dan *core-shell* stirena-butil akrilat serta pengaruh penambahan glisidil metakrilat (GMA) sebagai pengikat silang terhadap polimerisasi *core* stirena. Dari hasil penelitian diperoleh polimer *core* stirena dengan hasil konversi 61,90% untuk inisiator APS dan 73,52% untuk inisiator NaPS, ukuran partikel yang relatif sama, 49,97 nm untuk inisiator APS dan 43,80 nm untuk inisiator NaPS dan keduanya bersifat monomodal (monodispers). Penambahan pengikat silang GMA pada polimer *core* stirena diperoleh hasil konversi 73,52%, ukuran partikel 43,80 nm dan monodispers sedangkan tanpa penambahan GMA diperoleh hasil konversi 73,48%, ukuran partikel 65,00 nm dan monodispers. Untuk polimer *core-shell* stirena-butil akrilat didapatkan persen hasil konversi dengan inisiator APS sebesar 26,98% dan inisiator NaPS sebesar 45,61%, ukuran partikel sebesar 77,92 nm untuk inisiator APS dan 48,72 nm untuk inisiator NaPS dan distribusi ukuran partikel keduanya bersifat monomodal (monodispers)

Kata Kunci : Polimer emulsi, *core-shell*, inisiator ammonium persulfat, inisiator natrium persulfat, glisidil metakrilat, ukuran partikel, distribusi ukuran partikel

xiii + 93 halaman : 34 gambar; 6 tabel; 8 lampiran

Daftar Referensi : 40 (1983-2011)



## Abstract

Name : Yogi Dwisatria

Program Study : Chemistry

Title : Synthesis of Styrene-Butyl Acrylate Core-Shell Polymer:  
The Effect of Type Initiator and Glisidil Methacrylate as a  
Cross-linker with The Particle Size and Particle Size Distribution

Core-shell emulsion polymer is a synthetic polymer that is currently being developed in various industries, one for coating application. In this research has been synthesized the styrene-butyl acrylate core-shell emulsion polymer with a batch technique for core and semicontinu technique for core-shell to study the effect of type of thermal initiator APS and NaPS in the synthesis of styrene core and styrene-butyl acrylate core-shell polymer and the effect of glisidil methacrylate (GMA) as a cross-linker on the polymerization of styrene core. From this research has been obtained the styrene cores polymer with percent conversion were 61.90% for APS initiator and 73.52% for NaPS initiator, particle size were relatively similar, 49.97 nm for APS initiator and 43.80 nm for NaPS initiator and both the initiator obtained monomodal (monodisperse) particle distribution. The addition of GMA as cross-linker in the styrene core polymer obtained the percent conversion was 73.52%, the particle size was 43.80 nm and monodisperse while the polymerization of styrene core without the addition of GMA obtained 73.48% percent conversion, particle size was 65.00 nm and monodisperse. For styrene-butyl acrylate core-shell polymers obtained the percent conversion with the APS initiator was 26.98% and 45.61% for the NaPS initiator, particle size was 77.92 nm for APS initiator and 48.72 nm for NaPS initiator and both particle size distributions were monomodal (monodisperse).

Key Words : Emulsion polymerization, core-shell, ammonium persulfate initiator, sodium persulfate initiator, glisidil metakrilat, particle size, particle size distribution

xiii + 93 pages: 34 pictures; 6 tables; 8 attachments

Bibliography : 40 (1983-2011)

## DAFTAR ISI

|   |      |
|---|------|
| HALAMAN PENGESAHAN.....   | iii  |
| KATA PENGANTAR.....   | iv   |
| ABSTRAK.....  | vii  |
| ABSTRACT.....   | viii |
| DAFTAR ISI.....   | ix   |
| DAFTAR GAMBAR.....  | xi   |
| DAFTAR TABEL.....   | xii  |
| DAFTAR LAMPIRAN.....  | xiii |
| <br>  |      |
| <b>BAB I PENDAHULUAN</b>  |      |
| I.1 Latar belakang masalah.....                                       | 1    |
| I.2 Perumusan masalah.....  | 2    |
| I.3 Tujuan penelitian.....  | 4    |
| I.4 Hipotesis.....  | 4    |
| <br>  |      |
| <b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>  |      |
| II.1 Polimer.....   | 5    |
| II.1.1 Definisi polimer.....  | 5    |
| II.1.2 Klasifikasi polimer berdasarkan strukturnya.....               | 5    |
| II.1.3 Klasifikasi polimer berdasarkan jenis monomer penyusunnya..... | 6    |
| II.2 Polimer emulsi.....  | 7    |
| II.2.1 Definisi polimer emulsi.....                                   | 7    |
| II.2.2 Komponen dalam polimerisasi emulsi.....                        | 7    |
| II.2.2.1 Air.....   | 7    |
| II.2.2.2 Surfaktan.....   | 7    |
| II.2.2.3 Monomer.....   | 10   |
| II.2.2.4 Inisiator.....   | 14   |
| II.2.2.5 Bahan tambahan lain.....                                     | 15   |
| II.2.3 Teknik polimerisasi emulsi.....                                | 16   |
| II.2.3.1 Teknik <i>batch</i> .....                                    | 16   |
| II.2.3.2 Teknik <i>seeding</i> .....                                  | 16   |
| II.2.3.3 Teknik kontinu.....  | 16   |
| II.2.3.4 Teknik semikontinu.....                                      | 17   |
| II.2.4 Mekanisme polimerisasi emulsi.....                             | 17   |
| II.2.5 Karakteristik polimerisasi emulsi.....                         | 23   |
| II.2.5.1 Ukuran partikel dan indeks polidispersitas.....              | 23   |
| II.2.5.2 Morfologi partikel polimer.....                              | 24   |
| II.2.5.3 Berat molekul dan distribusi berat molekul.....              | 26   |
| II.2.5.4 Kandungan padatan ( <i>Solid Content</i> ).....              | 26   |
| II.2.5.5 Temperatur transisi gelas ( <i>T<sub>g</sub></i> ).....      | 27   |
| II.2.5.6 Spektra Fourier Transform-Infra Red ( FT-IR).....            | 27   |
| II.3 Polimer Emulsi.....  | 28   |
| II.3.1 Definisi polimer emulsi <i>core-shell</i> .....                | 28   |
| II.3.2 Tahapan polimerisasi <i>core-shell</i> .....                   | 29   |

### BAB III METODE PENELITIAN

|  |    |
|--|----|
| III.1 Alat dan Bahan.....  | 32 |
| III.1.1 Alat.....  | 32 |
| III.1.2 Bahan.....   | 32 |
| III.2 Metode Kerja.....  | 33 |
| III.2.1 Pembuatan <i>core</i> stirena dengan teknik <i>batch</i> .....                                     | 33 |
| III.2.1.1 Polimerisasi <i>core</i> Stirena dengan Inisiator APS dan penambahan pengikat silang GMA.....    | 33 |
| III.2.1.2 Polimerisasi <i>core</i> Stirena dengan Inisiator APS tanpa pengikat silang GMA.....             | 34 |
| III.2.1.3 Polimerisasi <i>core</i> stirena dengan inisiator NaPS dan penambahan pengikat silang GMA.....   | 34 |
| III.2.1.4 Polimerisasi <i>core</i> stirena dengan inisiator NaPS tanpa penambahan pengikat silang GMA..... | 35 |
| III.2.2 Pembuatan <i>core-shell</i> Stirena-BA dengan teknik semikontinu.....                              | 36 |
| III.2.2.1 Pembuatan <i>core-shell</i> Stirena-BA dengan inisiator tahap kedua APS.....                     | 37 |
| III.2.2.2 Pembuatan <i>core-shell</i> Stirena-BA dengan inisiator tahap kedua NaPS.....                    | 37 |
| III.3 Karakterisasi hasil polimerisasi.....  | 38 |
| III.3.1 Pengukuran kandungan padatan/ persen konversi (ASTM D 4456).....                                   | 38 |
| III.3.2 Pengukuran spektrum FT-IR.....   | 38 |
| III.3.3 Pengukuran ukuran dan distribusi ukuran partikel.....  | 38 |
| III.3.4 Pengukuran temperatur transisi gelas dengan DSC Perkin Elmer Tipe DSC 8000.....                    | 39 |
| III.3.5 Pengukuran analisis termogravimetrik dengan TGA.....   | 39 |
| III.3.6 Pengukuran morfologi partikel polimer dengan SEM.....  | 39 |

### BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

|   |    |
|---|----|
| IV.1 Polimerisasi <i>core</i> stirena.....  | 40 |
| IV.1.1 Pengaruh jenis inisiator terhadap polimerisasi <i>core</i> stirena.....                                      | 42 |
| IV.1.2 Pengaruh penambahan pengikat silang glisidil metakrilat terhadap polimerisasi <i>core</i> stirena.....       | 45 |
| IV.2 Polimerisasi <i>core-shell</i> stirena-butyl akrilat.....  | 58 |
| IV.2.1 Pengaruh penambahan inisiator tahap kedua terhadap polimerisasi <i>core-shell</i> stirena-butyl akrilat..... | 64 |

### BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

|                     |    |
|---------------------|----|
| V.1 Kesimpulan..... | 71 |
| V.2 Saran.....      | 72 |

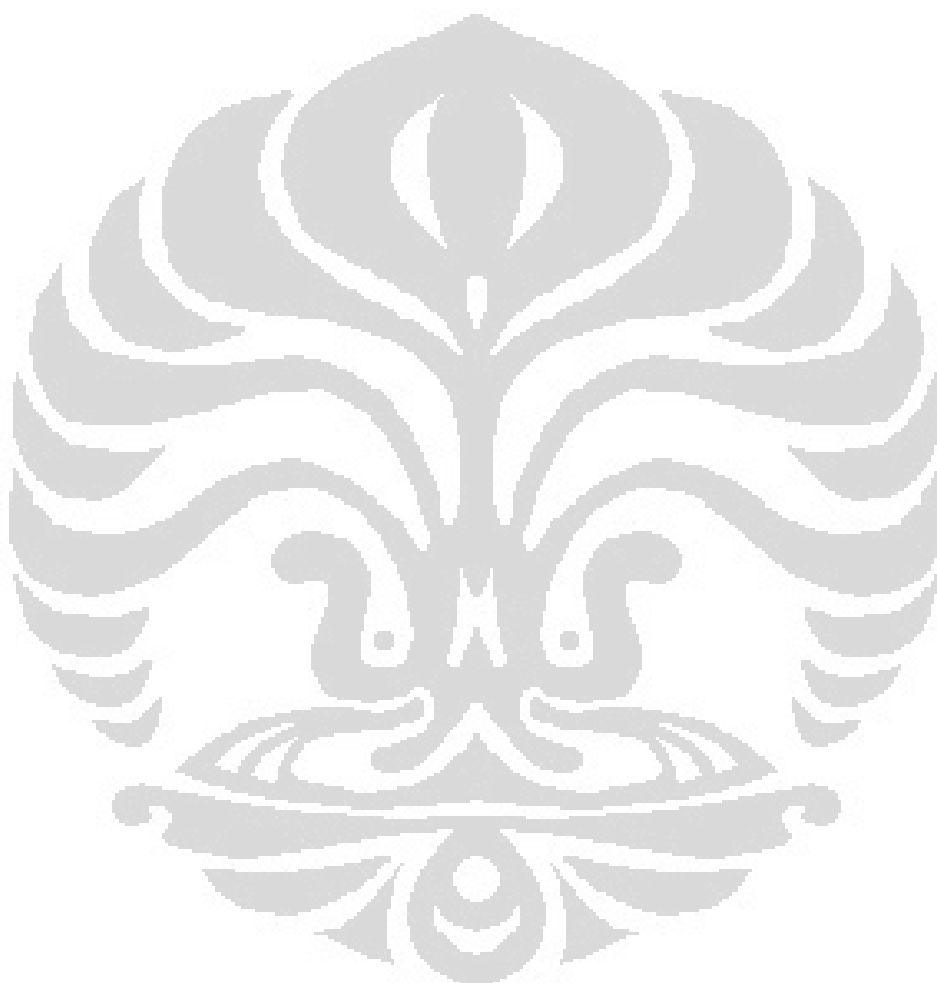
|                     |    |
|---------------------|----|
| DAFTAR PUSTAKA..... | 73 |
| LAMPIRAN.....       | 77 |

## DAFTAR GAMBAR

|   |    |
|---|----|
| Gambar 2.1 Struktur molekul surfaktan SLS.....  | 9  |
| Gambar 2.2 Pembentukan misel saat konsentrasi SLS di atas CMC.....  | 9  |
| Gambar 2.3 Struktur molekul stirena dan tert-butyl akrilat.....   | 12 |
| Gambar 2.4 Struktur molekul glisidil metakrilat.....  | 13 |
| Gambar 2.5 Struktur natrium persulfat dan amonium persulfat.....  | 15 |
| Gambar 2.6 Tahapan polimerisasi emulsi secara umum : makroskopik,<br>mikroskopik dan submikroskopik.....                    | 18 |
| Gambar 2.7 Tahap polimerisasi emulsi.....   | 19 |
| Gambar 2.8 Interval dalam polimerisasi emulsi menurut harkins.....  | 20 |
| Gambar 2.9 Pembentukan monomer droplet.....   | 21 |
| Gambar 2.10 Pembentukan misel.....  | 22 |
| Gambar 2.11 Morfologi partikel polimer emulsi.....  | 25 |
| Gambar 2.12 Distribusi partikel polimodal dan monomodal.....  | 26 |
| Gambar 2.13 Proses hilangnya ikatan rangkap pada polimerisasi adisi.....  | 28 |
| Gambar 2.14 Struktur partikel polimer <i>core-shell</i> .....   | 29 |
| Gambar 3.1 Diagram alir polimerisasi <i>core-shell</i> Stirena-BA.....  | 31 |
| Gambar 3.2 Reaktor polimerisasi skala laboratorium.....   | 32 |
| Gambar 3.3 Diagram alir polimerisasi <i>core</i> stirena dengan Inisiator APS dan<br>penambahan GMA.....                    | 33 |
| Gambar 3.4 Diagram alir polimerisasi <i>core</i> stirena dengan Inisiator APS tanpa<br>penambahan pengikat silang GMA.....  | 34 |
| Gambar 3.5 Diagram alir polimerisasi <i>core</i> stirena dengan Inisiator NaPS dan<br>penambahan pengikat silang GMA.....   | 35 |
| Gambar 3.6 Diagram alir polimerisasi <i>core</i> stirena dengan inisiator NaPS tanpa<br>penambahan pengikat silang GMA..... | 36 |
| Gambar 3.7 Diagram alir polimerisasi polimerisasi <i>core-shell</i> stirena-BA dengan<br>teknik semikontinu.....            | 37 |
| Gambar 4.1 Hasil polimerisasi <i>core</i> stirena dan <i>core-shell</i> stirena-<br>BA.....                                 | 40 |
| Gambar 4.2 Pengaruh Inisiator terhadap dan persen hasil konversi.....   | 42 |
| Gambar 4.3 Pengaruh inisiator terhadap ukuran partikel.....   | 43 |
| Gambar 4.4 Pengaruh inisiator terhadap distribusi ukuran partikel.....  | 44 |
| Gambar 4.5 Pengaruh penambahan pengikat silang terhadap persen konversi.....  | 45 |
| Gambar 4.6 Pengaruh penambahan pengikat silang terhadap ukuran partikel.....  | 53 |
| Gambar 4.7 Ilustrasi ukuran polimer <i>core</i> stirena yang terbentuk .....  | 54 |
| Gambar 4.8 Interaksi ikat silang antara GMA dengan polimer <i>core</i> stirena.....   | 55 |
| Gambar 4.9 Pengaruh penambahan pengikat silang terhadap distribusi ukuran<br>partikel.....                                  | 56 |
| Gambar 4.10 Pengaruh penambahan inisiator tahap kedua terhadap persen<br>Konversi.....                                      | 65 |
| Gambar 4.11 Pengaruh penambahan inisiator tahap kedua terhadap ukuran<br>partikel.....                                      | 66 |
| Gambar 4.12 Pengaruh penambahan inisiator tahap kedua terhadap distribusi<br>ukuran partikel.....                           | 67 |
| Gambar 4.13 Morfologi partikel polimer <i>core-shell</i> Stirena-BA.....  | 69 |

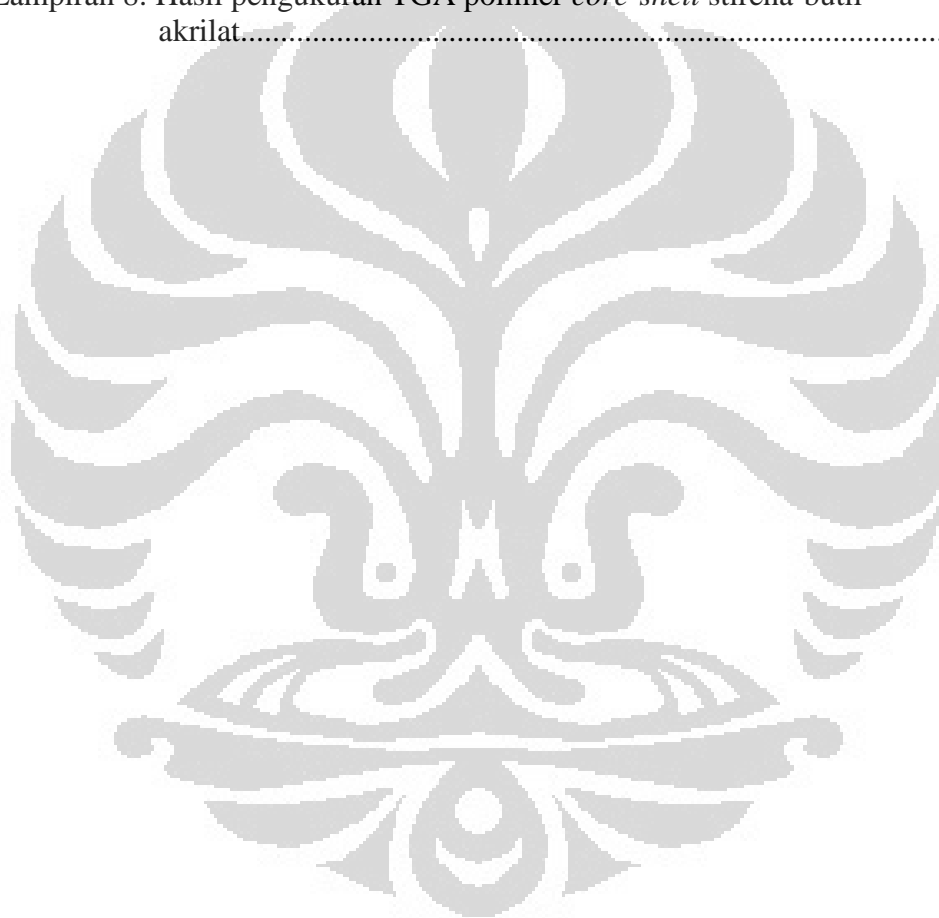
**DAFTAR TABEL**

|  |    |
|--|----|
| Tabel 2.1 Spesifikasi <i>sodium lauril sulfat</i> (SLS).....                             | 8  |
| Tabel 2.2 Sifat kimia dan fisika monomer yang digunakan.....                             | 14 |
| Tabel 2.3 Spesifikasi amonium persulfat dan natrium persulfat.....                       | 15 |
| Tabel 4.1 Tabel waktu paruh inisiator APS dan NaPS.....                                  | 42 |
| Tabel 4.2 Karakterisasi secara umum polimer <i>core</i> stirena.....                     | 42 |
| Tabel 4.3 Karakterisasi secara umum polimer <i>core-shell</i> stirena-butil akrilat..... | 64 |



**DAFTAR LAMPIRAN**

|  |    |
|--|----|
| Lampiran 1: Spektra FT-IR.....   | 77 |
| Lampiran 2: Tabel formulasi polimerisasi <i>core</i> stirena polimerisasi <i>core-shell</i> stirena-butil akrilat..... | 81 |
| Lampiran 3: Perhitungan kandungan padatan teoritis.....  | 82 |
| Lampiran 4: Data pengukuran ukuran dan distribusi ukuran partikel dengan PSA.....                                      | 83 |
| Lampiran 5: Gambar grid hasil polimerisasi.....  | 89 |
| Lampiran 6: Kurva DSC polimer <i>core-shell</i> Stirena-BA dan <i>core</i> stirena.....                                | 89 |
| Lampiran 7: Perhitungan temperatur gelas (T <sub>g</sub> ) teoritis.....   | 91 |
| Lampiran 8: Hasil pengukuran TGA polimer <i>core-shell</i> stirena-butil akrilat.....                                  | 92 |



## BAB I PENDAHULUAN

### I.1 Latar Belakang Masalah

Pada saat ini penggunaan polimer di dalam kehidupan sehari-hari sudah sangat berkembang, baik polimer alam maupun polimer sintetis. Salah satu jenis polimer sintetis yang saat ini banyak dikembangkan ialah polimer emulsi. Proses polimerisasi emulsi menggunakan teknik polimerisasi radikal bebas dimana teknik polimerisasi emulsi menyerupai polimerisasi suspensi yaitu membutuhkan air sebagai medium pendispersi serta surfaktan yang berfungsi sebagai bahan pengemulsi dan penstabil partikel polimer.

Produk-produk polimerisasi emulsi banyak digunakan dalam berbagai jenis sektor industri. Salah satu contohnya ialah untuk aplikasi *coating*, pembuatan PVAc (*polivinyl asetat*)<sup>[1]</sup> atau disebut juga lem putih yang digunakan sebagai lem kayu dan kertas, selain itu juga dalam pembuatan polimer-polimer lengket karena ukuran partikel-partikelnya yang sangat kecil, cukup stabil dan tahan terhadap penggumpalan.

Ada tiga bentuk struktur polimer emulsi<sup>[2]</sup>, yaitu *raspberry*, *core-shell* dan struktur *acorn*. Polimer *core-shell* banyak dikembangkan di dalam industri pelapis (*coating*) dan cat karena sifat fisika dan kimianya yang lebih stabil. Jenis polimer yang biasanya digunakan ialah polimer akrilik karena daya tahan, *toughness* dan kestabilan UV yang kuat. Hal ini terbukti dari penelitian yang telah dilakukan oleh Baumstark *et al*<sup>[3]</sup>, menyatakan bahwa sifat polimer akrilat berupa *core-shell* dapat memberikan daya tahan, kestabilan, kekuatan adhesi, ketahanan terhadap air dan elastisitas yang baik untuk *coating* kayu eksterior.

Polimer emulsi *core-shell* juga dapat digunakan sebagai zat pewarna hal ini dikarenakan polimer ini dapat menghasilkan efek warna. Efek warna tersebut sama halnya seperti pada warna sayap kupu-kupu, bulu burung merak dan batuan opal alami. Prinsip adanya warna pada polimer emulsi *core-shell*, yaitu adanya refleksi selektif. Hal ini didasarkan pada fakta bahwa efek warna ternyata dapat pula dihasilkan, akibat terjadinya refleksi selektif terhadap suatu sinar tampak

yang mengenai permukaan suatu benda dengan ukuran partikel tertentu yang tersusun secara teratur. Jenis warna yang dihasilkan, bukan karena adanya pigmen tertentu yang mengandung gugus kromofor atau ikatan rangkap konjugasi di dalamnya melainkan bergantung pada sudut datang sinar yang diradiasikan tersebut. Untuk menghasilkan suatu material berwarna maka struktur polimer *core-shell* harus memiliki ukuran partikel yang monodispers (monomodal) dan harus memiliki ukuran diameter partikel 200-300 nm karena sesuai dengan panjang gelombang sinar tampak. Agar diperoleh ukuran partikel sebesar 200-300 nm dan bersifat monomodal (monodispers) pada penelitian ini akan dilakukan variasi penambahan jenis inisiator, yaitu inisiator termal APS dan NaPS dan variasi penambahan pengikat silang glisidil metakrilat (GMA).

Dalam pembuatan polimer *core-shell*, monomer yang digunakan sebagai *core* dan *shell* harus memiliki perbedaan nilai  $T_g$  (*temperature glass*) dan indeks refraksi yang besar. Untuk aplikasi *coating*, *core* yang digunakan mempunyai nilai  $T_g$  yang besar dan untuk *shell* digunakan polimer dengan  $T_g$  rendah. Pada penelitian ini digunakan monomer stirena yang dikategorikan monomer keras sebagai *core* ( $T_g$ , 100°C), dan monomer butil akrilat yang dikategorikan monomer lunak sebagai *shell* ( $T_g$ , -54°C).

## I.2 Perumusan Masalah

Penelitian ini merupakan pengembangan penelitian lanjutan yang sebelumnya telah dilakukan oleh Irawadi [4]. Irawadi melakukan penelitian mengenai pembuatan *core-shell* butil akrilat-stirena, butil akrilat sebagai *core* dan stirena sebagai *shell*, dengan variasi pengikat silang glisidil metakrilat menggunakan inisiator redoks ( $H_2O_2$  – asam askorbat) dan teknik *seeding* semikontinu. Dari penelitian yang dilakukan oleh Irawadi berhasil diperoleh *core-shell* dengan ukuran mencapai 250-500 nm namun masih bersifat polidispers. Namun dalam penelitian ini, butil akrilat akan bertindak sebagai *shell* sedangkan stirena bertindak sebagai *core* dan inisiator yang digunakan ialah inisiator termal (APS dan NaPS). Distribusi ukuran partikel *core-shell* yang masih bersifat polidispers tersebut dapat dikarenakan banyak terbentuknya inti sekunder selama reaksi polimerisasi berlangsung akibat dari laju dekomposisi dari jenis



inisiator yang digunakan. Kemudian Oktavia, E<sup>[5]</sup> telah melakukan penelitian sintesis polimer *core-shell* stirena-butyl akrilat dan berhasil menghasilkan polimer dengan efek warna tetapi kandungan padatan yang masih rendah. Selain itu, Anjar Margisari<sup>[6]</sup> dalam penelitiannya telah melakukan perbandingan inisiator dalam polimerisasi *core-shell* stirena-butyl akrilat terhadap distribusi ukuran partikel yang dihasilkan, inisiator yang dibandingkan ialah inisiator termal dengan inisiator redoks. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dilakukan variasi penambahan jenis inisiator termal, yaitu inisiator APS (*ammonium persulfate*) dan inisiator NaPS (*sodium persulfate*) untuk mempelajari efek pengaruh laju dekomposisi inisiator selama reaksi polimerisasi berlangsung sehingga diharapkan dapat diperoleh distribusi partikel yang bersifat monomodal (monodispers).

Pada penelitian ini juga akan dipelajari pengaruh variasi penambahan pengikat silang glisidil metakrilat (GMA) pada pre-emulsi *core* dalam polimerisasi *core-shell* stirena-butyl akrilat. Dengan variasi penambahan pengikat silang tersebut akan dilihat ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel polimer *core-shell* yang dihasilkan. Dari penelitian yang dilakukan oleh Indah Suswanti<sup>[7]</sup> yang berjudul Polimerisasi *Core-Shell* Metil Metakrilat-Butyl Akrilat: Pengaruh Variasi Pengikat Silang Glisidil Metakrilat dan Teknik Polimerisasi Terhadap Ukuran Partikel dan Indeks Polidispersitas memberikan kesimpulan bahwa secara umum, penambahan pengikat silang pada polimer *core-shell* MMA-BA memberikan hasil persen konversi, nilai viskositas, dan ukuran partikel yang lebih besar dari polimer *core-shell* MMA-BA tanpa GMA.

Kemudian penelitian lain yang bertujuan untuk mendapatkan distribusi ukuran partikel yang monodispers dengan kandungan padatan tinggi telah dilakukan oleh O'Callaghan *et al*<sup>[8]</sup>. O'Callaghan *et al* telah melakukan penelitian polimerisasi emulsi supermikron dengan struktur *core-shell* yang menghasilkan partikel yang monodispers dengan ukuran 300 nm dan kandungan padatan 30% menggunakan teknik semikontinu.

Penelitian lain berikutnya telah dilakukan oleh Kim S.H. *et al*<sup>[9]</sup> dan Perez-Carrillo L.A. *et al*<sup>[10]</sup> yang telah berhasil mensintesis polimer *core-shell* stirena-butyl akrilat dengan mempelajari morfologi permukaan dan karakteristik mekanik dari polimer yang dihasilkan. Selain itu, sintesis polimer *core-shell*

stirena-butil akrilat dengan mempelajari sifat koloidal dan termomekanik telah dilakukan oleh Hidalgo M. *et al*<sup>[11]</sup> dan Rios L. *et al*<sup>[12]</sup>.

Pada penelitian ini akan dilakukan polimerisasi *core-shell* Stirena-BA dengan variasi jenis inisiator dan penambahan pengikat silang GMA dengan teknik polimerisasi semikontinu setelah terbentuk polimer *core* stirena yang dilakukan dengan teknik polimerisasi *batch*. Pada penelitian ini akan dilihat pengaruh penggunaan jenis inisiator APS dan NaPS serta pengaruh penambahan pengikat silang glisidil metakrilat (GMA) pada polimerisasi *core* stirena kemudian dilihat pula pengaruh penambahan jenis inisiator APS dan NaPS tahap kedua pada polimerisasi *core-shell* stirena-butil akrilat.

### **I.3 Tujuan Penelitian**

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh penggunaan jenis inisiator termal, APS dan NaPS pada polimerisasi *core* stirena dan variasi jenis inisiator tahap kedua APS dan NaPS pada polimerisasi *core-shell* stirena-BA serta pengaruh penambahan pengikat silang glisidil metakrilat (GMA) pada polimerisasi *core* stirena agar diperoleh polimer *core-shell* stirena-BA yang bersifat monodispers (monomodal) dengan persen konversi tinggi.

### **I.4 Hipotesis**

Dengan memvariasikan penggunaan jenis inisiator APS dan NaPS pada polimerisasi *core* stirena dan *core-shell* stirena-BA serta pengaruh penambahan pengikat silang glisidil metakrilat (GMA) diharapkan dapat diperoleh polimer *core-shell* stirena-BA yang monodisperse dan memiliki kandungan padatan (persen konversi) yang cukup tinggi.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### II.1 Polimer

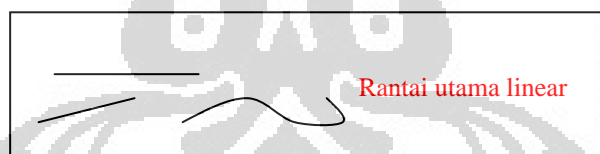
#### II.1.1 Definisi Polimer <sup>[13]</sup>

Polimer merupakan molekul besar atau makromolekul yang tersusun oleh unit-unit molekul sederhana yang tersusun secara berulang-ulang. Molekul sederhana penyusun polimer dinamakan monomer. Jika hanya ada beberapa unit monomer (3 hingga 9 monomer) yang tergabung bersama, maka polimer dengan berat molekul kecil yang terbentuk, polimer hasil penyusunan beberapa monomer ini disebut oligomer (bahasa Yunani oligos “beberapa”).

#### II.1.2 Klasifikasi Polimer Berdasarkan Strukturnya <sup>[13]</sup>

##### A. Polimer linear

Polimer linear terdiri dari rantai panjang atom-atom skeletal yang dapat mengikat gugus substituen. Polimer ini biasanya dapat larut dalam beberapa pelarut, dan dalam keadaan padat pada temperatur normal. Polimer ini terdapat sebagai elastomer, bahan yang fleksibel (lentur) atau termoplastik seperti gelas).

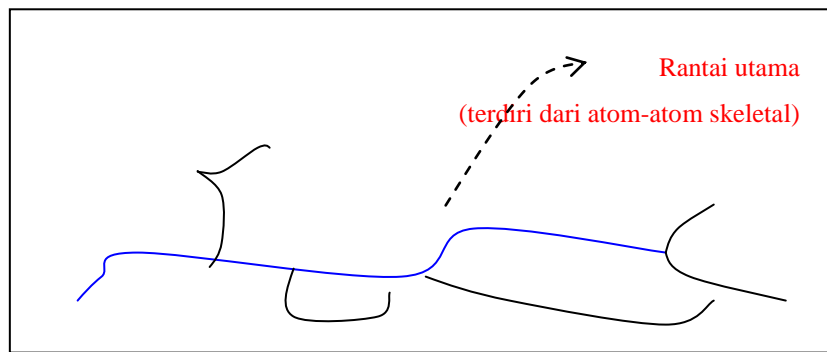


Contoh :

Polietilena, poli(vinil klorida) atau PVC, poli(metil metakrilat) (juga dikenal sebagai PMMA, Lucite, Plexiglas, atau perspex), poliakrilonitril (orlon atau creslan) dan nylon 66.

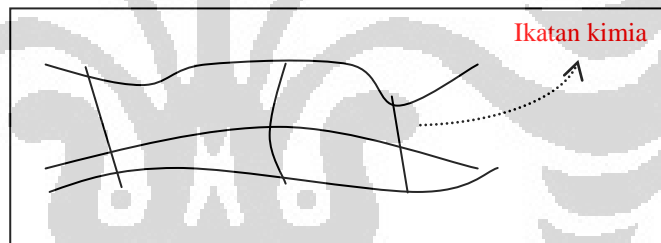
##### B. Polimer bercabang

Polimer bercabang dapat divisualisasi sebagai polimer linear dengan percabangan pada struktur dasar yang sama sebagai rantai utama. Struktur polimer bercabang diilustrasikan sebagai berikut.



### C. Polimer jaringan tiga dimensi (three-dimension network)

Polimer jaringan tiga dimensi adalah polimer dengan ikatan kimia yang terdapat antara rantai, seperti digambarkan pada gambar berikut. Bahan ini biasanya di "swell" (digembungkan) oleh pelarut tetapi tidak sampai larut. Ketaklarutan ini dapat digunakan sebagai kriteria dari struktur jaringan. Makin besar persen sambung-silang (cross-links) makin kecil jumlah penggembungannya (swelling). Jika derajat sambung-silang cukup tinggi, polimer dapat menjadi kaku, titik leleh tinggi, padat yang tak dapat digembungkan, misalnya intan (diamond).



## II.1.3 Klasifikasi Polimer Berdasarkan Jenis Monomer Penyusunnya <sup>[13]</sup>

### A. Homopolimer

Polimer yang tersusun dari unit-unit monomer yang sejenis.



### B. Kopolimer

Polimer yang terbentuk dari dua atau lebih monomer yang berbeda.

Berdasarkan penyusunannya kopolimer dapat diklasifikasikan dalam 4 jenis :

I. Kopolimer alternasi : -A-B-A-B-A-B-A-B-A-B-A-B-A-B-

II. Kopolimer acak : -A-A-B-A-B-B-A-A-A-B-B-B-A-B-

a. Kopolimer blok : -A-A-A-A-A-A-A-B-B-B-B-B-B-B-

b. Kopolimer cangkok : -A-A-A(B-B-B)A-A-A-A(B-B-B)A

## II.2 Polimer Emulsi

### II.2.1 Definisi Polimer Emulsi <sup>[13]</sup>

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

Polimerisasi emulsi menjadi salah satu teknik yang dapat digunakan untuk membuat partikel dalam skala nano sampai 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.

### II.2.2 Komponen dalam Polimerisasi Emulsi

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

#### II.2.2.1 Air

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

#### II.2.2.2 Surfaktan

Surfaktan atau *surface active agent* adalah 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.

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

Berdasarkan gugus hidrofiliknya, surfaktan dikelompokkan sebagai berikut :

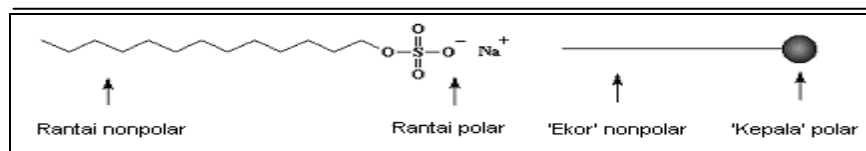
- ❖ Surfaktan anionik, bagian aktif permukaan mengandung muatan negatif.  
Contoh : *sodium lauryl sulfate* dan *sodium dodecyl sulfate*.
- ❖ Surfaktan kationik, bagian aktif permukaan mengandung muatan positif.  
Contoh : garam dari amina rantai panjang.
- ❖ Surfaktan non-ionik, bagian aktif permukaan tidak bermuatan. Contoh : asam lemak rantai panjang.
- ❖ Surfaktan *zwitter ion*, bagian aktif permukaan mengandung muatan positif dan muatan negatif. Contoh : asam amino rantai panjang.

Umumnya pada proses polimerisasi emulsi menggunakan surfaktan anionik. Dalam penelitian ini, surfaktan yang digunakan adalah *sodium lauryl sulfate* (SLS) yang termasuk surfaktan anionik. Spesifikasi dari SLS dapat dilihat pada Tabel 2.1.

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

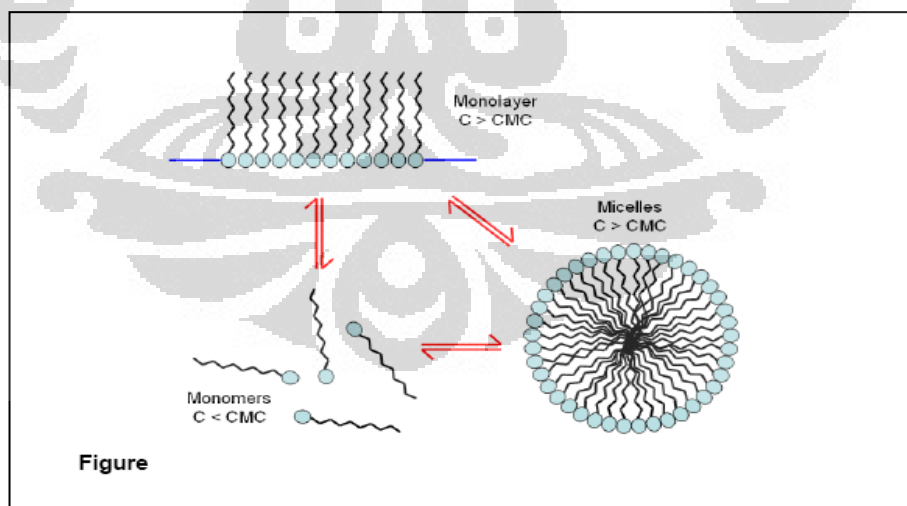
**Tabel 2.1** Spesifikasi *sodium lauryl sulfate* (SLS) <sup>[14]</sup>

Gambar 2.1 merupakan gambar stuktur dari surfaktan SLS yang terdiri dari rantai nonpolar sebagai ekor dan rantai polar sebagai kepala.



**Gambar 2.1** Struktur molekul surfaktan SLS <sup>[14]</sup>

Saat surfaktan dilarutkan dalam pelarut, maka molekul-molekulnya akan teradsorpsi pada permukaan. Pada konsentrasi 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 2.2. 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 2.2** Pembentukan misel saat konsentrasi SLS di atas CMC <sup>[7]</sup>

Secara teoritis diketahui bahwa semakin besar konsentrasi surfaktan yang digunakan, maka ukuran partikel polimer yang dihasilkan semakin kecil. Hal ini

terjadi karena jumlah misel yang terbentuk lebih banyak, sehingga monomer yang terdistribusi dan berpolimerisasi pada tiap misel lebih sedikit. Sementara itu untuk persen konversi terjadi hal sebaliknya. Dalam hal ini, terjadi kecenderungan kenaikan persen konversi untuk konsentrasi surfaktan yang semakin besar. Ini terjadi karena dengan semakin banyaknya misel yang terbentuk maka semakin banyak pula radikal bebas dari inisiator yang terabsorpsi sehingga laju polimerisasi semakin bertambah. Akibatnya, persen konversi meningkat. Oleh karena itu, perlu dicari titik temu antara keduanya agar dihasilkan partikel polimer berukuran cukup besar dengan persen konversi tinggi <sup>[1]</sup>.

### II.2.2.3 Monomer

Monomer merupakan salah satu komponen utama dalam proses 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 <sup>[13]</sup>.

Berdasarkan sifat fisik suhu transisi gelas ( $T_g$ ) monomer, maka monomer dapat diklasifikasikan sebagai :

- **Monomer keras**, yaitu monomer yang memiliki  $T_g$  tinggi atau di atas suhu kamar. Homopolimer yang terbentuk bersifat keras dan mempunyai ketahanan mekanik yang tinggi. Contoh : stirena ( $100^\circ\text{C}$ ), metil metakrilat ( $105^\circ\text{C}$ ), vinil klorida ( $81^\circ\text{C}$ ), dan vinil asetat ( $32^\circ\text{C}$ ) <sup>[15]</sup>.
- **Monomer lunak**, yaitu monomer yang memiliki  $T_g$  rendah atau di bawah suhu kamar. Homopolimer yang terbentuk biasanya bersifat lunak atau *rubbery* dan *tacky*. Contoh : ester akrilat, butadiena ( $-138^\circ\text{C}$ ), butil akrilat ( $-54^\circ\text{C}$ ), dan etilena ( $-125^\circ\text{C}$ ) <sup>[15]</sup>.

Berdasarkan fungsi monomer dalam polimerisasi emulsi, monomer diklasifikasikan sebagai :



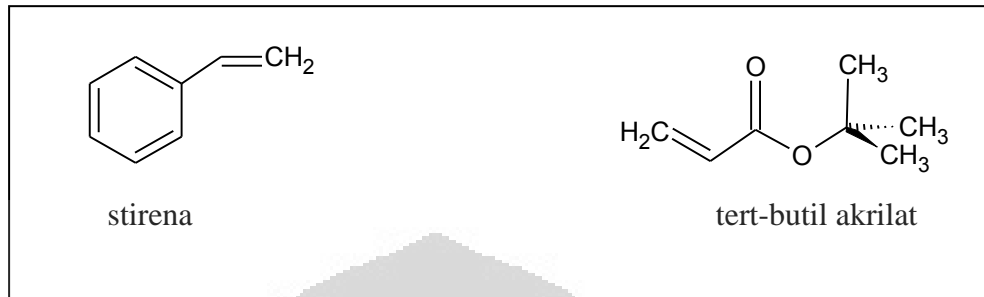
- **Monomer penstabil**, merupakan monomer yang larut dalam air atau umumnya monomer yang mempunyai gugus fungsi karboksil. Monomer ini dapat menstabilkan partikel dispersi dengan cara menggabungkan pusat hidrofilik ke polimer hidrofobik. Monomer-monomer ini memperbaiki sifat mekanik, meningkatkan stabilitas dispersi lateks, meningkatkan toleransi terhadap elektrolit, meningkatkan kekerasan film, dan meningkatkan adhesi film lateks terhadap substrat. Contoh : asam akrilat, asam metakrilat, asam maleat, dan asam fumarat.
- **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. Contoh : senyawa polivinil dan polialil atau diena, divinil benzena, senyawa N-metilol dan derivat ester diakrilat atau triakrilat.

Monomer utama yang digunakan dalam polimerisasi emulsi adalah monomer yang mempunyai kelarutan rendah di dalam media air. Kelarutan monomer berkisar  $< 0,004$  mol monomer per liter air. Jika kelarutan monomer terlalu tinggi, maka terbentuk polimerisasi larutan, dan bukan polimerisasi emulsi. Monomer utama pada penelitian ini, yaitu stirena dan butil akrilat.

**Stirena**, atau dikenal sebagai vinil benzena merupakan turunan dari benzena. Stirena berwujud cairan bening yang mudah menguap dan berbau. Stirena banyak diproduksi dengan reaksi katalik dehidrogenasi dari etilbenzena. Selain itu, stirena dapat dibuat dari etilbenzena dengan reaksi alkilasi dari benzena dengan etilen. Stirena memiliki temperatur gelas ( $T_g$ ) yang cukup tinggi ( $100\text{ }^\circ\text{C}$ ) sehingga dalam penelitian ini digunakan sebagai *core*.

**Butil akrilat**, atau dikenal sebagai butakrilat merupakan turunan monomer akrilat. Butil akrilat berwujud cair dengan aroma buah-buahan, larut dalam pelarut organik, dan bersifat iritasi. Butil akrilat dapat digunakan sebagai homopolimer, kopolimer, dan terlibat di dalam reaksi adisi pada sintesa organik dan anorganik.

Butil Akrilat mempunyai Tg yang rendah ( $-54^{\circ}\text{C}$ ). Nilai Tg dipengaruhi oleh panjang rantai alkil pada monomer tersebut. Makin panjang rantai alkil, maka rantai polimer akan semakin sulit mengalami agregasi dan mikrokristalisasi.



**Gambar 2.3** Struktur molekul stirena dan tert-butil akrilat

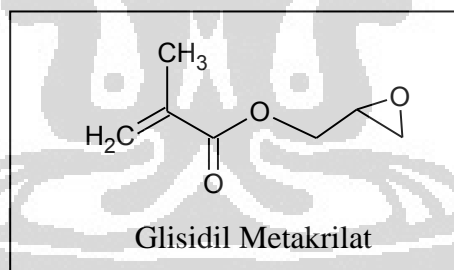
Untuk aplikasi coating, baik dengan fungsi dekoratif maupun protektif, polimer kopolimer yang disintesis harus mempunyai suhu transisi gelas  $10\text{-}40^{\circ}\text{C}$  [15]. Polimer dengan suhu transisi gelas rendah (di bawah  $0^{\circ}\text{C}$ ) tidak berguna pada aplikasi coating karena lapisan film yang terbentuk bersifat lembek dan lemah pada suhu ambien normal. Sementara polimer dengan suhu transisi gelas di atas  $50^{\circ}\text{C}$  cenderung bersifat kaku, sehingga rapuh dan tidak fleksibel pada kondisi ambien normal. Dengan demikian polimer ini juga tidak cocok untuk aplikasi coating. Oleh karena itu biasanya digunakan perpaduan antara monomer keras dengan lunak sehingga dihasilkan polimer dengan suhu transisi gelas yang cocok.

Dasar pemilihan dua monomer ini, yaitu bahwa stirena memiliki Tg tinggi ( $100^{\circ}\text{C}$ ) dan butil akrilat mempunyai Tg yang rendah ( $-54^{\circ}\text{C}$ ). Gabungan kedua homopolimer ini di dalam polimerisasi *core-shell* akan menghasilkan sifat-sifat mekanik yang lebih baik. Ini terjadi karena polimer *core shell* mempunyai dua Tg khas yang berasal dari masing-masing monomernya. Selain itu, *core-shell* juga tetap mempunyai sifat kimia masing-masing yang karakteristik atau tidak seperti kopolimer biasa. Monomer-monomer yang mempunyai Tg rendah dan Tg tinggi banyak tersedia, maka dari itu pertimbangan lain dipilihnya stirena – butil akrilat yaitu perbedaan indeks refraksi yang tinggi diantara kedua monomer ini.

Monomer lain yang ditambahkan dalam polimerisasi emulsi ini, yaitu glisidil metakrilat (GMA) sebagai monomer pengikat silang.

**Glisidil metakrilat** atau 2,3-epoksipropil metakrilat, asam metakrilat glisidil ester yang merupakan koloid pelindung 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 lain yaitu tersedia secara luas jenis komonomer yang akan memudahkan kontrol sifat fisik dan kimia seperti Tg dan viskositas. Keuntungan dari gugus fungsi epoksi yaitu dapat terjadinya ikatan silang dengan amina, asam karboksilat, dan polimer yang mengandung gugus hidroksil.

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 (hanya reaksi metakrilat), ketahanan terhadap asam (hanya reaksi epoksida), ketahanan impact, 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 <sup>[16]</sup>.



**Gambar 2.4** Struktur molekul glisidil metakrilat

Sifat kimia dan fisika monomer-monomer yang digunakan dapat dilihat pada Tabel 2.2 berikut.

| Besaran                          | Monomer                       |   |   |
|----------------------------------|-------------------------------|---|---|
|                                  | Stirena                       | Butil Akrilat                                 | Glisidil Metakrilat                           |
|                                  |                               | (BA)  | (GMA)   |
| Berat Molekul (g/mol)            | 104,15                        | 128,2   | 142,2   |
| Rumus Molekul                    | C <sub>8</sub> H <sub>8</sub> | C <sub>7</sub> H <sub>12</sub> O <sub>2</sub> | C <sub>7</sub> H <sub>10</sub> O <sub>3</sub> |
| Berat Jenis (g/cm <sup>3</sup> ) | 0,909                         | 0,898   | 1,068   |
| Kelarutan dalam air (g/mL)       | < 1 %                         | 0,16 – 0,2                                    | 0,023   |
| Titik leleh (°C)                 | -30                           | -65   | -70   |
| Titik didih (°C)                 | 145                           | 147,8   | 195   |
| Temperatur glass (°C)            | 100                           | -54   | 75  |
| Indeks refraksi                  | 15,469                        | 1,418   | 14,473  |

**Tabel 2.2** Sifat kimia dan fisika monomer yang digunakan <sup>[16,17,18]</sup>

#### II.2.2.4 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, maka inisiasi yang merupakan tahap awal polimerisasi akan berlangsung. Inisiator bukan katalis yang sebenarnya. Ini dikarenakan inisiator dikonsumsi dalam jumlah tertentu pada reaksi kimia. Inisiator yang umum digunakan dalam polimerisasi emulsi diantaranya adalah inisiator termal dan redoks. Inisiator termal yaitu inisiator yang tidak stabil terhadap panas dan akan terdekomposisi menjadi radikal pada suhu tertentu sesuai dengan strukturnya. Contoh inisiator termal adalah : persulfat, organik peroksida dan hidroperoksida. Sedangkan inisiator redoks yaitu inisiator

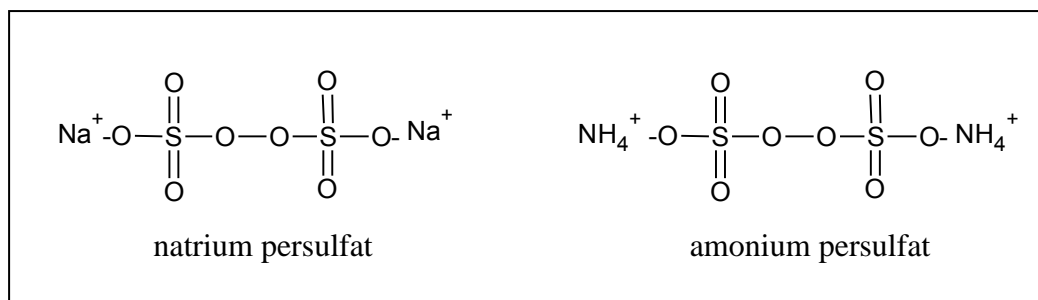
yang menghasilkan radikal bebas melalui reaksi oksidasi reduksi pada temperatur yang relatif rendah. Dalam penelitian ini digunakan inisiator termal, yaitu amonium persulfat (APS) dan natrium persulfat (NaPS). Alasan digunakannya inisiator termal karena dibanding dengan inisiator redoks, inisiator termal lebih stabil (*colloidal stability*). Hal ini dikarenakan adanya gugus sulfat yang bermuatan negatif disetiap ujung rantai polimer yang akan terbentuk<sup>[15]</sup>. Kedua inisiator termal yang digunakan merupakan suatu garam yang di dalam air memiliki kemampuan terionisasi yang berbeda-beda hal ini bergantung dari kekuatan hidrolisis dan interaksi ionik (elektrostatik) dari garam tersebut. 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 APS dan NaPS dapat dilihat pada Tabel 2.3 dan struktur dari APS dan NaPS dapat dilihat pada Gambar 2.5.

| Rumus molekul                  | $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$            | $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ |
|--------------------------------|--|-----------------------------------|
| Berat molekul (g/mol)          | 228,18   | 238,1                             |
| Wujud fisik                    | Serbuk kristal putih higroskopis yang tak berbau | Serbuk kristal putih              |
| Titik leleh                    | 120°C  | <i>Decomposes</i>                 |
| Kerapatan (g/cm <sup>3</sup> ) | 1,982  |                                   |
| Kelarutan                      | 620 (g/liter H <sub>2</sub> O, 20°C)             | 549 g/l H <sub>2</sub> O, 20°C    |
| pH (larutan jenuh, 25°C)       | ± 4,4  | 4.3 (250 g/l)                     |
| Waktu paruh (jam) *            | ± 192 (50°C)                                     | ± 125 (50°C) pada pH 3            |
|                                | ± 8,4 (70°C)                                     |                                   |
|                                | ± 0,55 (90°C)                                    |                                   |

Keterangan \* : Nilai pendekatan dan tergantung pada pH

**Tabel 2.3** Spesifikasi amonium persulfat dan natrium persulfat<sup>[15,19,20]</sup>



**Gambar 2.5** Struktur Natrium Persulfat dan Amonium Persulfat

### II.2.2.5 Bahan Tambahan Lain

- Agen pentransfer rantai (*chain transfer agent*), berfungsi sebagai pengatur berat molekul polimer dengan mengurangi pengembangan panjang rantai polimer. Contohnya adalah merkaptan (RSH).
- Larutan buffer, berguna untuk menjaga nilai pH agar stabil selama proses polimerisasi.
- Basa (NaOH atau KOH), berguna untuk meningkatkan pH polimer emulsi agar dapat digunakan untuk aplikasi *coating*, karena pada pH asam akan mudah terdegradasi.

### II.2.3 Teknik Polimerisasi Emulsi

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

#### II.2.3.1 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).

#### II.2.3.2 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.

### II.2.3.3 Teknik Kontinu

Pada polimerisasi kontinu, reaktor diaduk secara kontinu, dengan *feeding* komponen secara kontinu, produk yang terbentuk langsung dapat diisolasi. Kelebihan dari proses ini yaitu teknis yang sederhana, diperoleh jumlah produk yang tinggi per satuan ruang dan waktu, komposisi kopolimer yang seragam. Kekurangan proses ini yaitu hanya cocok untuk dispersi yang stabil terhadap tegangan, viskositas dispersi rendah, dan berat molekul yang rendah.

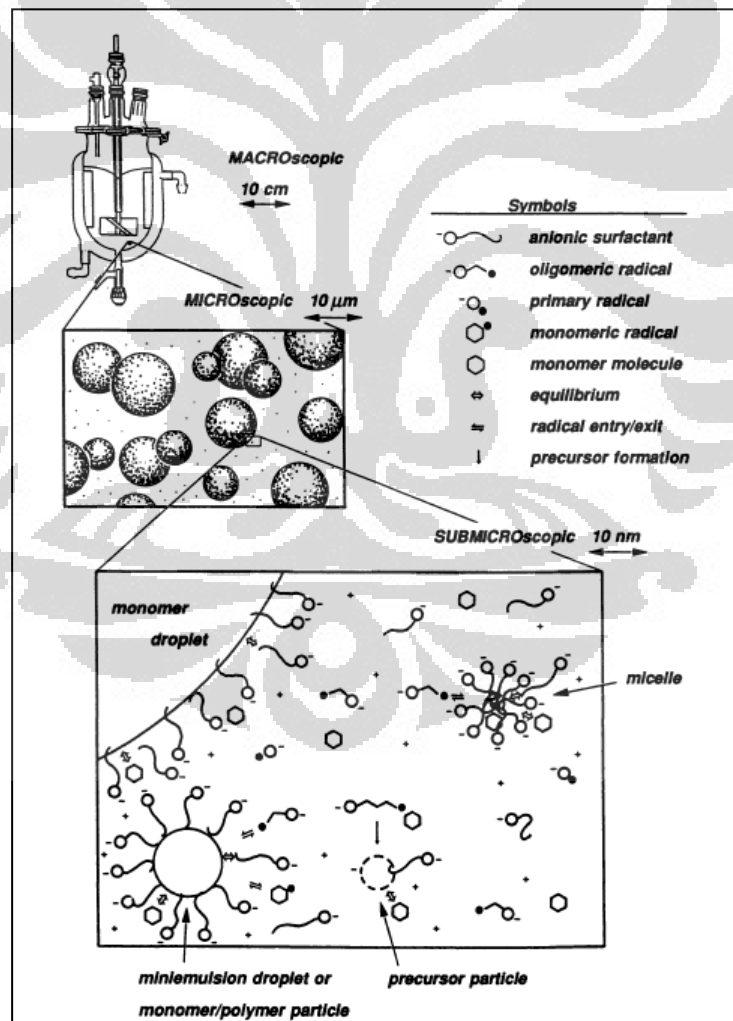
### II.2.3.4 Teknik Semikontinu

Pada teknik semikontinu, sebagian air dan surfaktan dicampurkan dan kemudian dimasukkan ke dalam reaktor. Selanjutnya ke dalam campuran yang disebut *initial charge* ini dimasukkan pre-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 pre-emulsi monomer.

Teknik semikontinu merupakan teknik polimerisasi yang paling banyak digunakan di industri polimer khususnya yang menghasilkan partikel polimer bergugus fungsi. 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, melalui teknik ini, komposisi kopolimer yang dihasilkan dapat dikontrol dengan mengubah *feed* komonomer atau kecepatan *feed* komonomer tersebut. Kelebihan lainnya dari teknik ini adalah dihasilkan ukuran partikel yang seragam (monodispers).

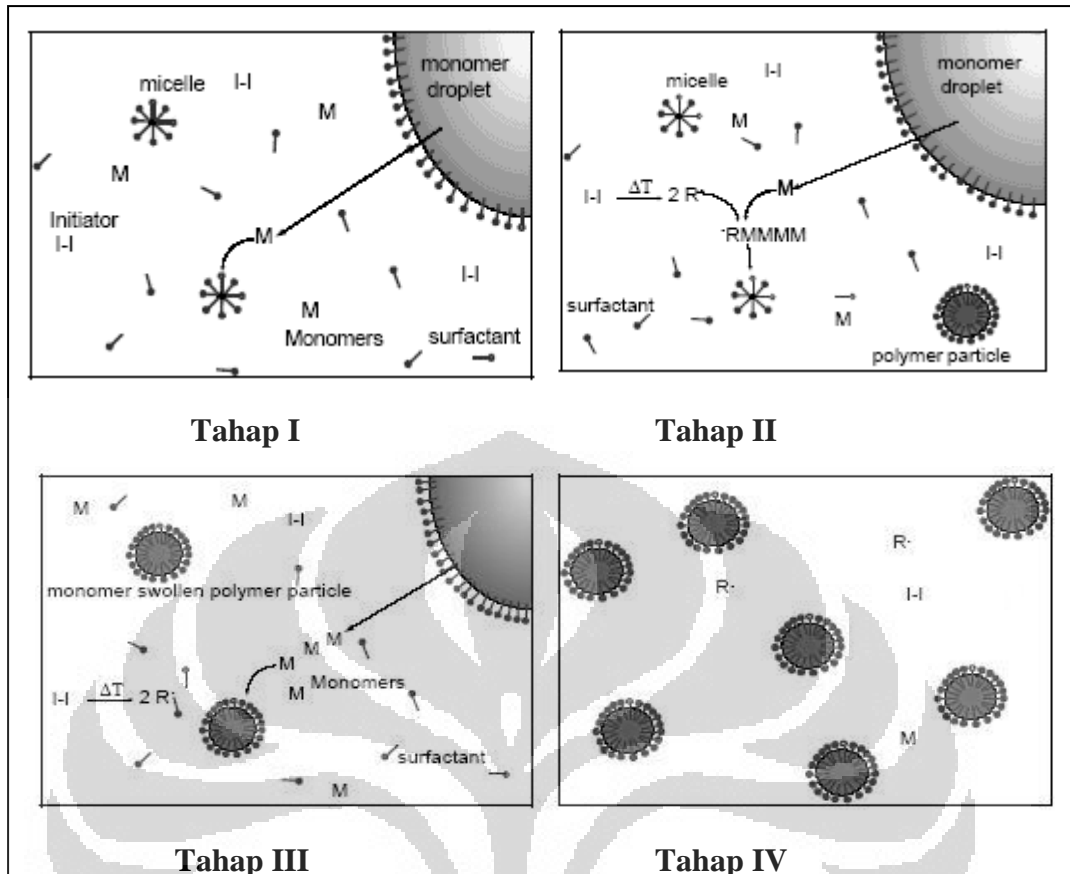
## II.2.4 Mekanisme Polimerisasi Emulsi

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 amat kecil. Saat terbentuk misel, bagian hidrofobik surfaktan akan berorientasi sejauh mungkin dari media air. Ukuran dari misel ini sekitar 4 nm.



**Gambar 2.6** Tahapan polimerisasi emulsi secara umum : makroskopik, mikroskopik dan submikroskopik <sup>[21]</sup>





Gambar 2.7 Tahap polimerisasi emulsi [22]

Berdasarkan Gambar 2.7, tahap I menunjukkan molekul monomer 'terlarut' di dalam misel. Untuk polimerisasi *seeding*, tahap I berhubungan dengan pembentukan *seed* lateks. 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/cm<sup>3</sup> 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. Dan pada tahap IV yaitu setelah semua monomer habis dikonsumsi, terjadi pasca

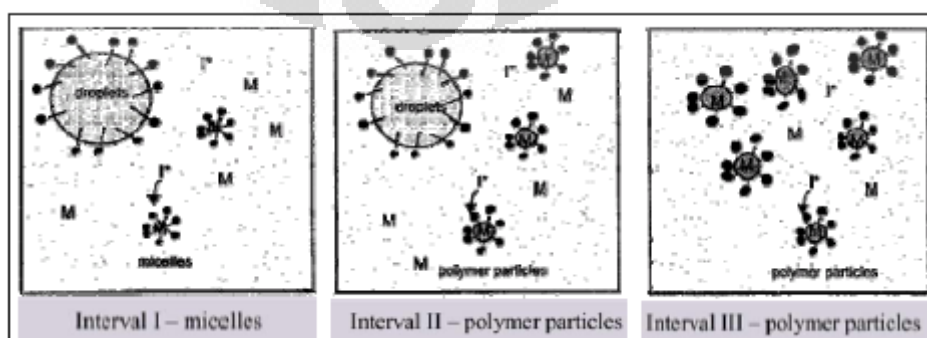
polimerisasi tanpa penambahan kembali monomer. Kemudian dihasilkan rantai polimer hingga tidak lagi terdapat monomer bebas.

Kemudian, Fitch dan Tsai mengungkapkan teori nukleasi homogen. Berdasarkan teori ini inisiator radikal primer tidak suka bergerak menuju misel ataupun partikel lain yang berada dalam sistem, disebabkan oleh sifatnya yang hidrofilik (berhubungan dengan fasa pelarut polar dan penolakan misel oleh adanya surfaktan anionik yang digunakan). Berdasarkan mekanisme Fitch dan Tsai, nukleasi partikel primer terjadi dalam fasa air membentuk oligomer radikal hingga mencapai panjang rantai kritisnya. Oligomer radikal ini bertindak seperti emulsifier klasik sehingga dapat berdifusi ke dalam misel dan partikel lain yang bersifat nonpolar dalam sistem emulsi.

Laju pembentukan partikel menurut Fitch bergantung pada laju generasi oligomer radikal, laju ini akan menurun seiring dengan penangkapan oligomer radikal oleh partikel yang mengalami pertumbuhan.

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

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

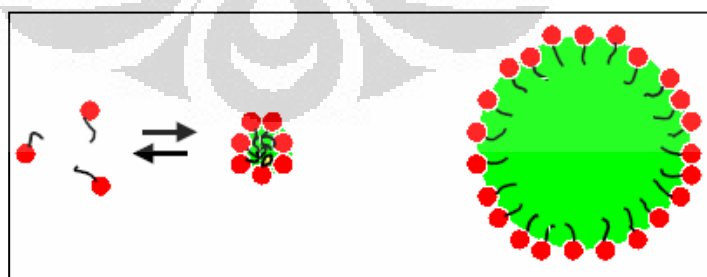


**Gambar 2.8** Interval dalam polimerisasi emulsi menurut harkins

Polimerisasi terjadi di dalam misel. Ini terjadi karena terdapat konsentrasi monomer yang tinggi, rasio permukaan terhadap volume yang besar, dan terdapat antarfasa antara monomer organik dengan inisiator yang larut di dalam air. Polimerisasi akan terus terjadi dan akan berhenti, jika monomer yang tersedia telah habis ataupun adanya radikal bebas yang menghentikan rantai pengembangan polimerisasi. Selama proses polimerisasi berlangsung, stabilitas dijaga dengan penyerapan molekul surfaktan dari permukaan. Dalam sistem polimerisasi emulsi, terjadi pembentukan dan pertumbuhan partikel polimer yang berbeda selama proses polimerisasi berlangsung, yaitu :

### 1. Nukleasi Monomer Droplet

Pada awal proses polimerisasi berlangsung, sebagian besar monomer (>95%) berada dalam sistem terdispersi sebagai monomer droplet yang ukurannya bergantung pada kecepatan pengadukan. Monomer droplet distabilisasikan oleh molekul surfaktan yang terabsorpsi pada permukaan. Monomer droplet memiliki diameter sekitar 1-10  $\mu\text{m}$  (103-104 nm) atau lebih besar lagi. Jadi pada sistem polimerisasi emulsi, monomer droplet ukurannya lebih besar dibandingkan monomer yang terkandung dalam misel. Sebenarnya, ketika konsentrasi misel 10<sup>17</sup>-10<sup>18</sup> per mililiter, ada setidaknya 10<sup>10</sup>-10<sup>11</sup> monomer droplet per mililiter. Perbedaan antara misel dan monomer droplet adalah total daerah permukaan misel lebih besar daripada monomer droplet. Pembentukan monomer droplet dalam sistem emulsi dapat dilihat pada Gambar 2.9.



**Gambar 2.9** Pembentukan monomer droplet <sup>[1]</sup>

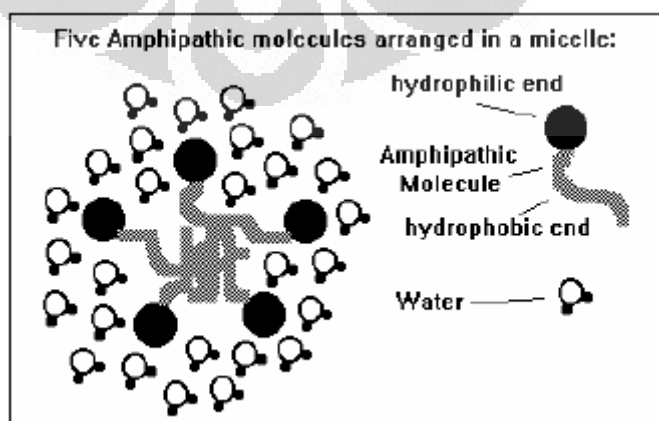
Terjadinya polimerisasi bukan pada monomer droplet. Polimerisasi umumnya selalu terjadi di dalam misel, disebabkan sifat dari monomer droplet

yang cenderung tidak stabil. Monomer droplet tidak dapat berkompetisi efektif dengan misel dalam menangkap radikal yang dihasilkan dari fasa air, karena total daerah permukaan droplet yang lebih kecil <sup>[1]</sup>.

## 2. Nukleasi Miselar vs Homogen

Pada tahapan ini, sifat kelarutan monomer dalam air sangat berperan. Saat monomer ditambahkan, beberapa fraksi monomer akan terurai didalam fasa air. Kelarutan monomer di dalam air berbeda-beda. Jumlah monomer di dalam misel, sesuai dengan besar kelarutan monomer dalam media air, untuk monomer non polar jumlah monomer di dalam misel lebih besar dibandingkan untuk monomer polar yang jumlah monomer nya dalam misel hanya sedikit dibandingkan pada fasa air <sup>[1]</sup>. Menurut Harkins-Smith-Ewart, nukleasi misellar terjadi disebabkan oleh hadirnya radikal yang terbentuk pada fasa air yang masuk ke dalam misel, lalu tahapan inisiasi monomer terjadi di dalam misel <sup>[1]</sup>. Gambaran mengenai misel yang terbentuk dapat dilihat pada Gambar 2.10.

Pada nukleasi misellar molekul monomer berdifusi ke dalam misel dengan ukuran 50-100 Å<sup>0</sup> untuk membentuk misel monomer-swollen <sup>[5]</sup>. Selanjutnya terjadi pertumbuhan rantai polimer membentuk oligomer di dalam misel yang diinisiasi oleh radikal bebas yang diperoleh dari dekomposisi inisiator termal. Ketersediaan molekul monomer berasal dari hasil difusi monomer dari monomer droplet menuju misel. Surfaktan yang masih ada, terus terdistribusi dalam sistem emulsi, hingga menghasilkan lebih banyak partikel monomer- swollen micelle, yang mengurangi jumlah monomer droplet.



**Gambar 2.10** Pembentukan misel <sup>[23]</sup>

Polimerisasi monomer di dalam fasa air tidak diragukan lagi dapat terjadi, tetapi tidak berkontribusi secara signifikan. Pembentukan partikel dalam fasa air dikenal dengan nukleasi homogen atau pembentukan inti sekunder. Pada nukleasi homogen, radikal yang terbentuk pada fasa air langsung menginisiasi monomer di dalam larutan, inti homogen yang terbentuk ini menjadi tidak terlarut dan tidak stabil, dikarenakan memiliki batas panjang rantai yang disebut panjang rantai kritis<sup>[24]</sup>. Ketidakstabilan dari inti sekunder ini dapat distabilkan oleh surfaktan yang terabsorpsi (dari larutan, monomer droplet dan misel)<sup>[1]</sup>. Misel bertindak sebagai tempat bertemunya organik monomer (*oil soluble*) dan inisiator (*water soluble*). Misel disukai sebagai tempat reaksi polimerisasi dikarenakan sifat kepolarannya sama dengan monomer dibandingkan dalam fasa air. Sebagai hasil polimerisasinya, misel berkembang dengan adanya penambahan monomer dari fasa air yang konsentrasinya dilengkapi dengan terurainya monomer dari monomer droplet<sup>[1]</sup>.

Luas relatif dari misel dan inti homogen dipengaruhi oleh adanya kelarutan monomer dalam air dan konsentrasi surfaktan. Kelarutan monomer dalam air yang tinggi dan konsentrasi surfaktan yang rendah, lebih menyenangi terbentuknya inti homogen, inti misel lebih menyukai monomer dengan sifat kelarutan dalam air yang rendah dan konsentrasi surfaktan yang tinggi (inti homogen terjadi dibuktikan dengan terjadinya polimerisasi emulsi saat konsentrasi surfaktan di bawah CMC). Ketidakstabilan nukleasi homogen ini didukung dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh De La Rosa *et al*<sup>[25]</sup> Dari percobaan yang mereka lakukan saat konsentrasi surfaktan di bawah CMC, ternyata nukleasi partikel polimer berakhir pada konversi yang sangat singkat, yaitu sekitar 2%.

## **II.2.5 Karakteristik Polimerisasi Emulsi**

### **II.2.5.1 Ukuran Partikel dan Indeks Poldispersitas**

Ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel adalah sangat penting dalam sistem partikulat seperti aerosol, emulsi, suspensi, dispersi, dan bubuk. Dalam polimerisasi emulsi, analisis ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel adalah sangat penting berkaitan dengan teori kinetik yang menyangkut pembentukan

partikel, pertumbuhan partikel dan interaksi partikel jika dihubungkan dengan kondisi reaksi polimerisasi. Dalam industri, ukuran partikel dan distribusinya adalah sangat penting dan berhubungan dengan hal-hal seperti sifat cat dan stabilisasi polimer emulsi. Secara umum stabilisasi sistem emulsi atau dispersi akan berkurang dengan kenaikan ukuran partikel dan distribusinya <sup>[26]</sup>. Distribusi ukuran partikel dipengaruhi oleh jumlah inisiator dan surfaktan yang digunakan dalam teknik polimerisasi. Pada teknik *seeding* dapat menghasilkan ukuran partikel yang lebih besar, sedangkan untuk teknik semikontinu atau teknik semi *batch* menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil tetapi indeks distribusi partikel (PDI) lebih kecil.

Nilai indeks polidispersitas 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 polidispers.

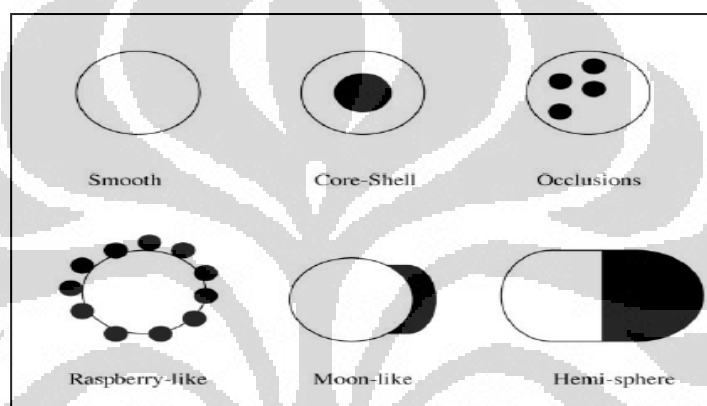
Salah satu alat yang dapat menentukan keseragaman partikel polimer emulsi adalah Malvern Zeta Nano *Particle Analyzer Nano Series* (Nano S). Selain pengukuran indeks polidispersitas, alat ini juga mampu menentukan ukuran partikel dan berat molekul polimer. Sampel polimer emulsi yang bersifat monodispers memiliki nilai indeks polidispersitas di bawah 0,1, sedangkan polimer emulsi yang bersifat polidispers memiliki nilai indeks polidispersitas di atas 0,5. Nilai indeks polidispersitas 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 polidispersitas yang semakin kecil (semakin monodispers) <sup>[27]</sup>.

### II.2.5.2 Morfologi Partikel Polimer

Polimer dispersi umumnya berbentuk partikel bulat (*spherical*). Partikel dispersi ini dapat menghamburkan cahaya, sehingga menimbulkan penampakan yang keruh (*milky*). Partikel polimer yang terlalu kecil, sulit untuk

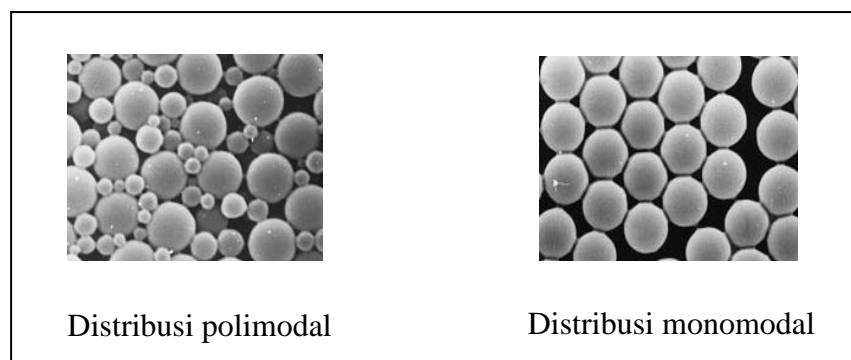
menghamburkan sinar/cahaya tampak, tipe polimer dispersi seperti ini memiliki penampakan yang lebih transparan (tembus cahaya). Jika semua partikel memiliki ukuran yang sama dinamakan dispersi monodispers, jika tidak dinamakan polidispers.

Alat yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi morfologi partikel polimer adalah SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dan TEM (*Transmission Electron Microscopy*). Partikel polimer dispersi memiliki berbagai macam morfologi yang berbeda <sup>[28]</sup>. Partikel polimer dispersi memiliki berbagai macam morfologi yang berbeda. Gambar 2.11 berikut adalah gambaran morfologinya.



**Gambar 2.11** Morfologi partikel polimer emulsi <sup>[28]</sup>

Karakteristik dengan TEM juga dapat menggambarkan distribusi ukuran partikel. Distribusi ukuran partikel polimer dapat dibagi menjadi polimodal (polidispers) dan monomodal (monodispers). Polimer dengan distribusi polimodal mempunyai ukuran partikel yang bervariasi dengan perbedaan cukup besar. Distribusi ukuran partikel yang dihasilkan akan melebar, atau mempunyai banyak puncak kurva distribusi. Emulsi yang mengandung koloid pelindung biasanya menghasilkan distribusi polimodal. Secara ideal, seluruh partikel polimer monomodal mempunyai ukuran yang sama. Maka distribusi ukuran partikel yang dihasilkan akan sempit (*narrow*). Distribusi partikel polimodal dan monomodal dapat terlihat pada Gambar 2.12 berikut.



**Gambar 2.12** Distribusi partikel polimodal dan monomodal <sup>[22]</sup>

### II.2.5.3 Berat Molekul dan Distribusi Berat Molekul

Berat molekul dan distribusi berat molekul merupakan 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. Polimer emulsi yang dihasilkan dari proses polimerisasi emulsi yang melibatkan dua fasa cair dan menghasilkan fasa solid yang terdispersi dalam media cair dapat memiliki ukuran partikel yang seragam.

### II.2.5.4 Kandungan Padatan (*Solid Content*)

Kandungan padatan menggambarkan hasil polimer yang dihasilkan berdasarkan total formula polimerisasi kecuali air. Penentuan kandungan padatan pada aplikasi polimer emulsi umumnya adalah bagian awal karakterisasi yang harus dilakukan pada hasil polimerisasi emulsi.

Biasanya, polimer emulsi dikeringkan dahulu pada massa yang konstan dan temperatur diantara 100-140<sup>0</sup> 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. Perbandingan antara kandungan padatan



teoritis (dengan asumsi bahwa semua monomer terpolimerisasi) dengan percobaan dapat digunakan untuk melihat apakah suatu proses polimerisasi berjalan sempurna. Nilai yang mendekati nilai teoritisnya dapat menjadi salah satu parameter sempurnanya reaksi karena hal ini menjelaskan bahwa monomer telah terpolimerisasi seluruhnya dengan sempurna.

#### II.2.5.5 Temperatur Transisi Gelas (T<sub>g</sub>)

Suhu transisi gelas adalah salah satu kriteria yang dapat dipertimbangkan dalam pemilihan monomer. Suhu transisi gelas (T<sub>g</sub>) merupakan suhu dimana suatu polimer melepaskan sifat-sifat gelasnya dan berubah menjadi lebih condong elastis seperti karet. Jika pemanasan dilanjutkan, polimer akan melepaskan sifat-sifat elastomernya dan melebur menjadi cairan yang dapat mengalir. Instrumen atau alat yang digunakan untuk mengukur temperatur transisi gelas (T<sub>g</sub>) ialah dengan DSC. Sifat-sifat polimer yang berpengaruh pada temperatur transisi gelas adalah <sup>[29]</sup> :

- Adanya gugus lain pada rantai polimer, gugus tersebut dapat meningkatkan energi yang dibutuhkan untuk merotasi molekul disekitar ikatan primer pada rantai utama polimer. Khususnya pada sisi rantai polimer atau cabang.
- Adanya kehadiran struktur yang memiliki sifat kaku pada rantai polimer, seperti gugus phenylene.
- Adanya ikatan hidrogen diantara rantai polimer.
- Kehadiran pengikat silang.
- Massa molar relatif, yang memengaruhi T<sub>g</sub> sebab massa molar polimer yang lebih besar memiliki sedikit pergerakan dan lebih dibatasi pada keseluruhan kebebasan molekulernya dibandingkan massa molar yang lebih kecil.

#### II.2.5.6 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* stirena-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 ( $\nu$ ) sesuai dengan persamaan sebagai berikut :

$$E = hc\nu$$

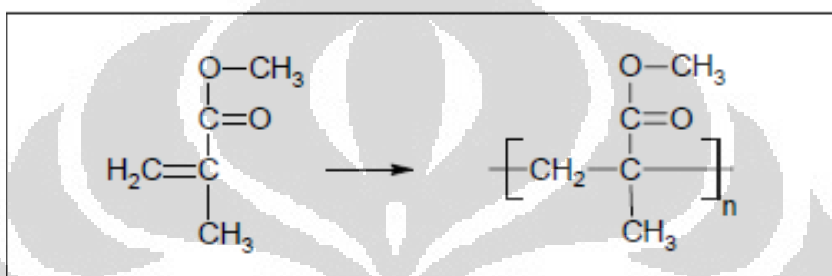
dimana, E = energi vibrasi

c = kecepatan rambat foton di udara

$\nu$  = bilangan gelombang

h = konstanta Planck

Proses hilangnya ikatan rangkap pada polimerisasi adisi dapat terlihat pada Gambar 2.13.



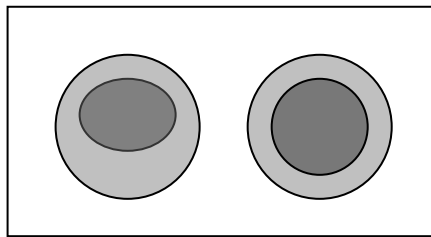
**Gambar 2.13** Proses hilangnya ikatan rangkap pada polimerisasi adisi <sup>[30]</sup>

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) <sup>[30]</sup>.

## II.3 Polimer Emulsi *Core-Shell*

### II.3.1 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*. Gambar 2.14 menunjukkan struktur yang mungkin dari suatu partikel polimer *core-shell*.



**Gambar 2.14** Struktur partikel polimer *core-shell* <sup>[33]</sup>

### II.3.2 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 polimerisasi *core* digunakan suatu agen pengikat silang yang dapat bertindak sebagai interlayer antara polimer *core* dan *shell* sehingga membentuk adanya ikat silang diantara kedua polimer tersebut.

Dalam penelitian ini digunakan monomer stirena sebagai penyusun *core* dan monomer butil akrilat sebagai *shell*. Alasannya karena selain faktor temperatur transisi gelas ( $T_g$ ), gugus akrilat resisten terhadap oksidasi udara dan degradasi oleh cahaya sehingga butil akrilat cocok digunakan sebagai *shell* partikel polimer *core*.

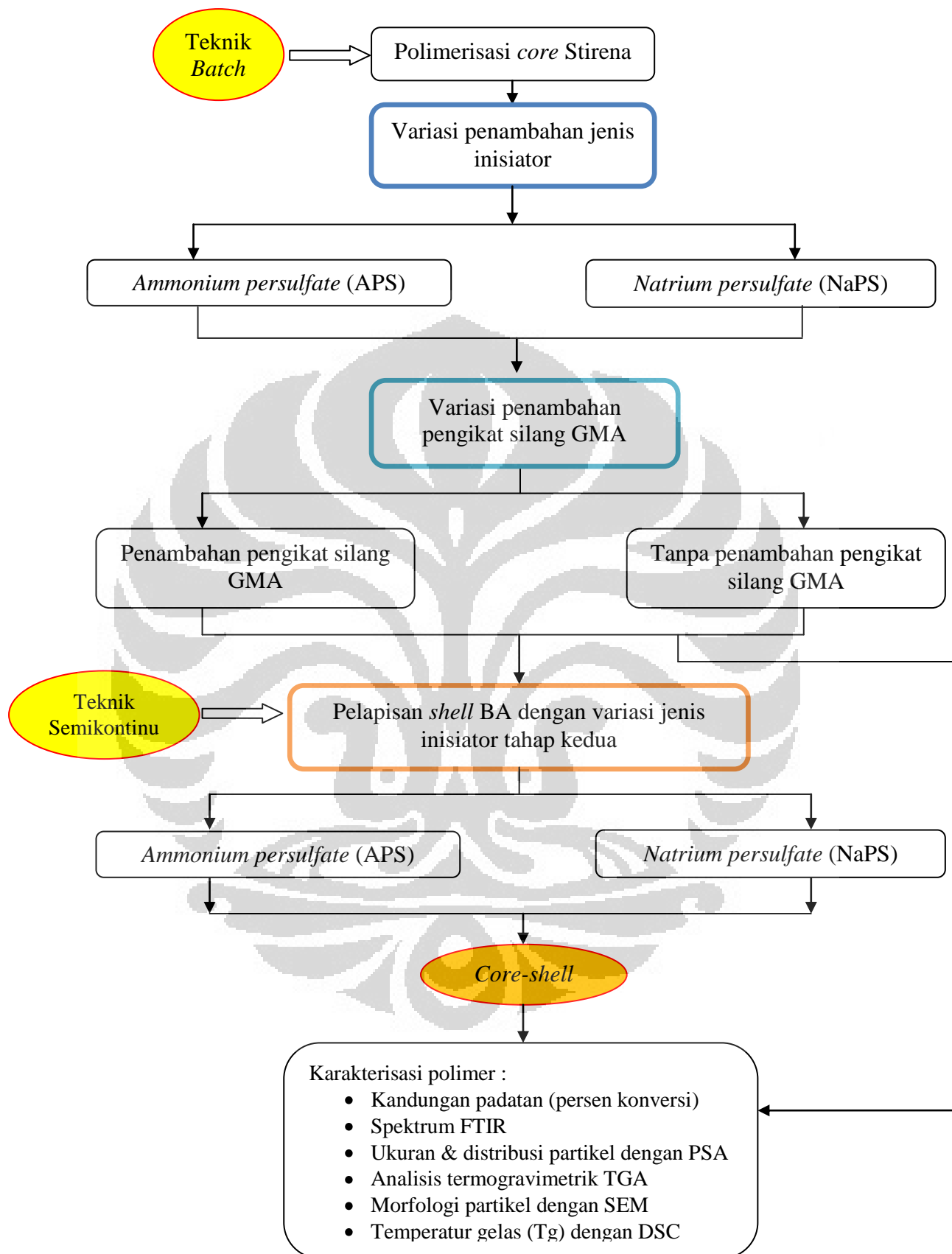
### BAB III METODE PENELITIAN

Proses polimerisasi emulsi *core-shell* dilakukan dengan dua tahap. Tahap pertama ialah pembentukan *core* stirena dengan metode polimerisasi emulsi menggunakan teknik batch. Dan tahap kedua, pelapisan *shell* butil akrilat (BA) pada *core* stirena dengan teknik semikontinu.

Pada tahap pembentukan *core* stirena dilakukan variasi pada penambahan jenis inisiator, yaitu inisiator *ammonium persulfate* (APS) dan *sodium persulfate* (NaPS). Selain itu, dilakukan pula variasi penambahan pengikat silang glisidil metakrilat (GMA) ke dalam pembentukan *core* stirena, yaitu dengan penambahan GMA dan tanpa penambahan GMA. Kemudian pada tahap pembentukan polimer *core-shell* stirena-butil akrilat dilakukan kembali variasi penambahan jenis inisiator tahap kedua, APS dan NaPS. Suhu reaksi yang digunakan ialah 75<sup>0</sup> C dengan gas N<sub>2</sub> sebagai atmosphere udara dalam reaktor.

Selanjutnya, dilakukan karakterisasi terhadap *core* stirena dan polimer *core-shell* Stirena-BA yang terbentuk. Karakterisasi yang dilakukan meliputi kandungan padatan (*solid content*) dengan oven, ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel dengan PSA (*particle size analyzer*), analisis gugus polimer *core* Stirena dan *core-shell* Stirena-BA dengan FT-IR, analisis termogravimetrik (TGA), temperatur transisi gelas (Tg) dengan DSC dan morfologi partikel dengan SEM untuk mengetahui terbentuknya polimer *core-shell* Stirena-BA.

Bagan diagram alir pembentukan *core-shell* Stirena-BA dapat dilihat pada Gambar 3.1 berikut.



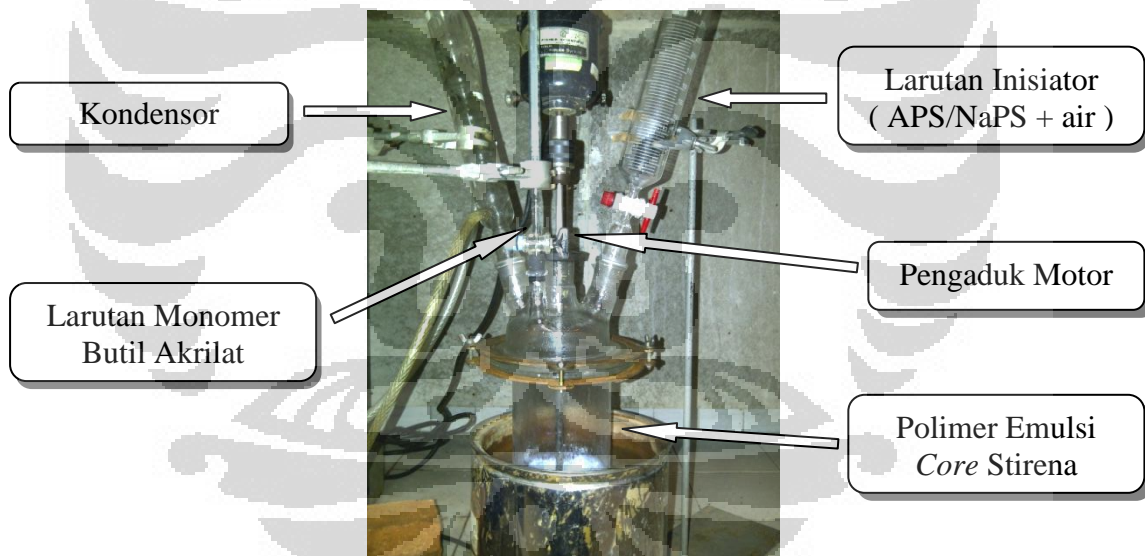
**Gambar 3.1** Diagram alir polimerisasi *core-shell* Stirena-BA

### III.1 Alat dan Bahan

#### III.1.1 Alat

Peralatan laboratorium yang digunakan adalah, alat-alat gelas yang biasa digunakan di laboratorium, satu perangkat mini reaktor polimerisasi (yang terdiri dari labu reaktor berkapasitas 1 kg, kondensor, funel berukuran 50 mL dan 100 mL, buret berukuran 10 mL) dapat dilihat pada gambar 3.2, penangas air, saluran gas  $N_2$ , termometer dan *mechanical stirrer*. Perangkat mini reaktor polimerisasi yang digunakan dalam penelitian dapat dilihat pada Gambar 3.2.

Peralatan analisis yang digunakan adalah oven, timbangan analitik, malvern Zeta Nano *Particle Analyzer Nano Series* (Nano S), *differential scanning calorimeter* (DSC), spektrofotometer FT-IR, *thermogravimetric analyzer* (TGA) dan *scanning electron microscopy* (SEM).



Gambar 3.2 Reaktor polimerisasi skala laboratorium

#### III.1.2 Bahan

Monomer yang digunakan adalah monomer stirena, butil akrilat (BA), monomer pengikat-silang glisidil metakrilat (GMA), *ammonium persulfate* (APS) dan *sodium persulfate* (NaPS) sebagai inisiator, surfaktan *sodium lauryl sulfate* (SLS) sebagai emulsifier, air demineral sebagai media pendispersi dan natrium hidroksida (NaOH).

## III.2 Metode Kerja

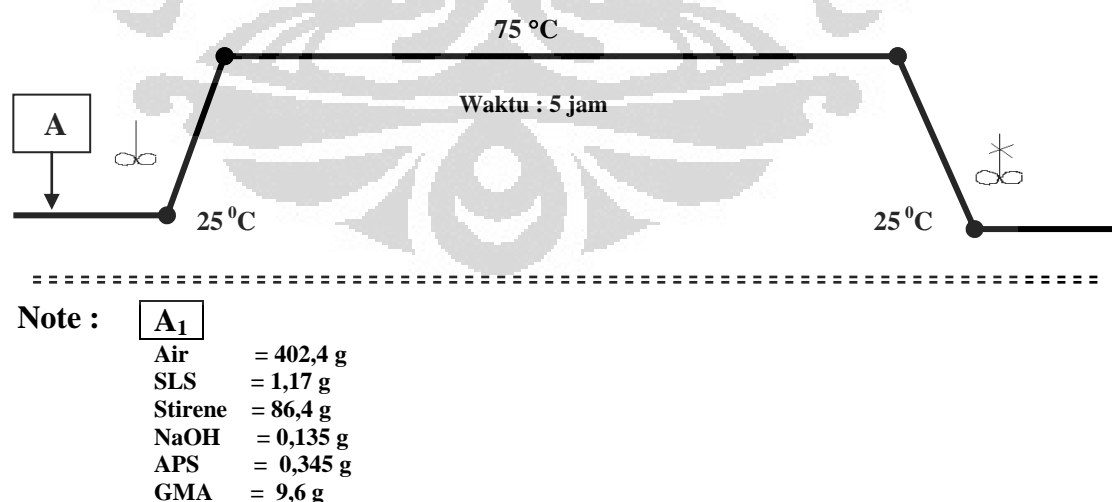
### III.2.1 Pembuatan *Core* Stirena dengan Teknik Batch

Pada pembuatan *core* stirena dilakukan variasi penambahan dua jenis inisiator dan variasi penambahan pengikat silang glisidil metakrilat (GMA), yaitu polimerisasi *core* dengan inisiator APS dengan dan tanpa GMA dan polimerisasi *core* dengan inisiator NaPS dengan dan tanpa GMA.

#### III.2.1.1 Polimerisasi *Core* Stirena dengan Inisiator APS dan penambahan pengikat silang GMA

Pada pembuatan *core* stirena dengan inisiator APS dan penambahan GMA, tahap pertama yaitu mencampurkan larutan *initial charge* yang berisi air, surfaktan SLS, monomer stirena, monomer pengikat silang GMA dan inisiator APS dimasukkan ke dalam reaktor, larutan *initial charge* kemudian dilarutkan dengan pengadukan pada kecepatan 300 rpm dengan dialiri gas N<sub>2</sub> selama 30 menit dengan laju alir rendah dan dipanaskan pada suhu 75<sup>0</sup>C selama 5 jam. Selanjutnya, reaktor didinginkan hingga mencapai temperatur 25<sup>0</sup>C kemudian produk yang terbentuk disaring.

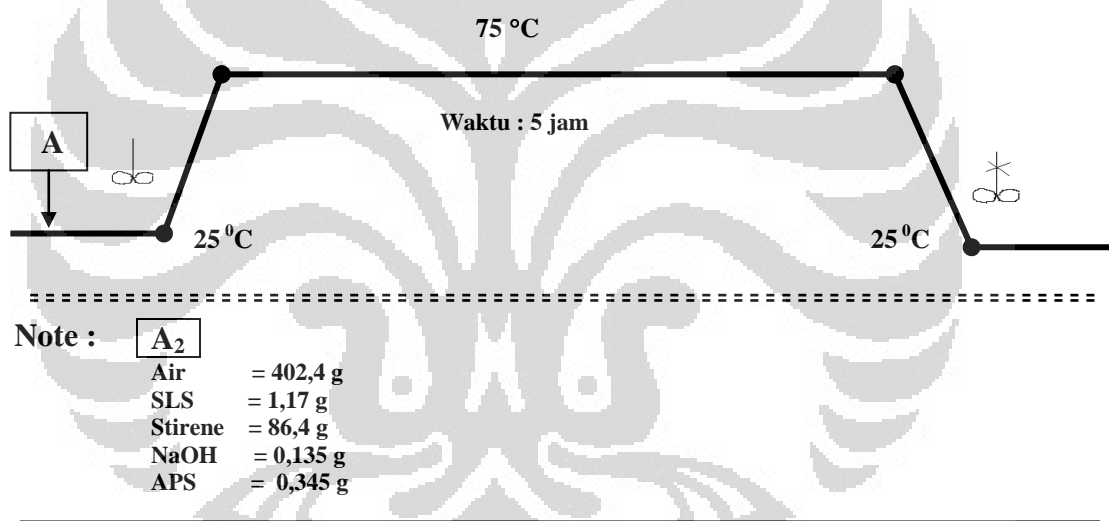
Diagram alir pembentukan *core* stirena teknik *batch* dengan inisiator APS dan penambahan GMA dapat dilihat pada Gambar 3.3.



**Gambar 3.3** Diagram alir polimerisasi *core* stirena dengan inisiator APS dan penambahan GMA

### III.2.1.2 Polimerisasi *Core* Stirena dengan Inisiator APS tanpa penambahan pengikat silang GMA

Pada pembuatan *core* stirena dengan inisiator APS tanpa penambahan GMA, tahap pertama, yaitu mencampurkan larutan *initial charge* yang berisi air, surfaktan SLS, monomer stirena dan inisiator APS dimasukkan ke dalam reaktor, larutan *initial charge* kemudian dilarutkan dengan pengadukan pada kecepatan 300 rpm dengan dialiri gas N<sub>2</sub> selama 30 menit dengan laju alir rendah dan dipanaskan pada suhu 75<sup>0</sup>C selama 5 jam. Selanjutnya, reaktor didinginkan hingga mencapai temperatur 25<sup>0</sup>C kemudian produk yang terbentuk disaring. Diagram alir pembentukan *core* stirena teknik *batch* dengan inisiator APS tanpa penambahan pengikat silang GMA dapat dilihat pada Gambar 3.4.



**Gambar 3.4** Diagram alir polimerisasi *core* stirena dengan inisiator APS tanpa penambahan pengikat silang GMA

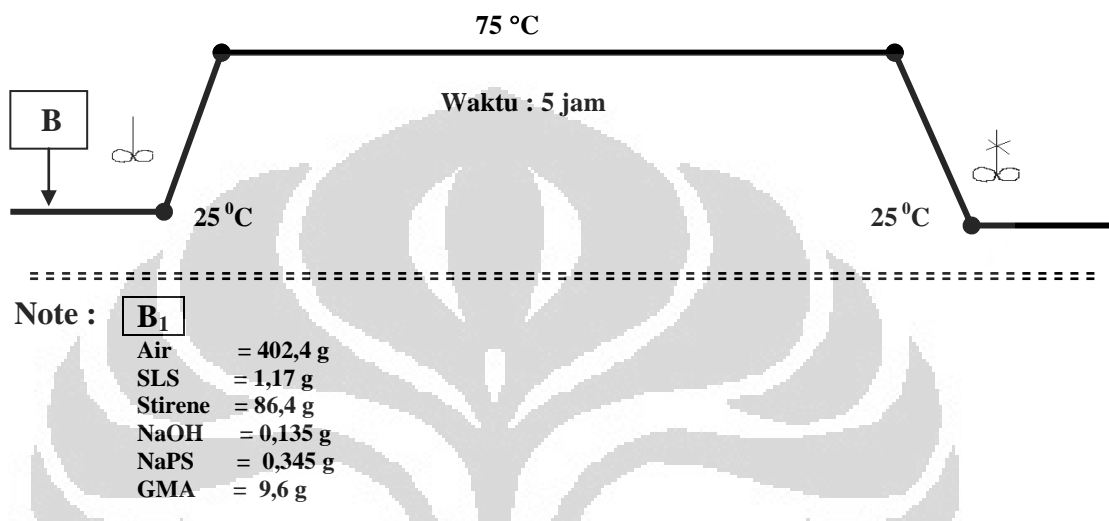
### III.2.1.3 Polimerisasi *Core* Stirena dengan Inisiator NaPS dan penambahan pengikat silang GMA

Pada pembuatan *core* stirena dengan inisiator NaPS dan penambahan GMA, tahap pertama, yaitu mencampurkan larutan *initial charge* yang berisi air, surfaktan SLS, monomer stirena, monomer pengikat silang GMA dan inisiator NaPS dimasukkan ke dalam reaktor, larutan *initial charge* kemudian dilarutkan dengan pengadukan pada kecepatan 300 rpm dengan dialiri gas N<sub>2</sub> selama 30



menit dengan laju alir rendah dan dipanaskan pada suhu  $75^{\circ}\text{C}$  selama 5 jam. Selanjutnya, reaktor didinginkan hingga mencapai temperatur  $25^{\circ}\text{C}$  kemudian produk yang terbentuk disaring.

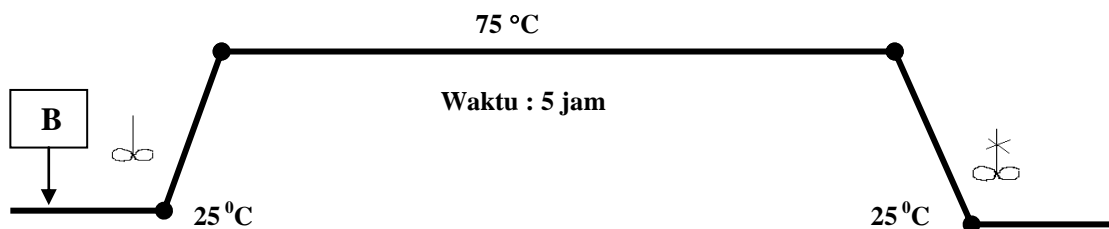
Diagram alir pembentukan *core* stirena teknik *batch* dengan inisiator NaPS dan penambahan GMA dapat dilihat pada Gambar 3.5.



**Gambar 3.5** Diagram alir polimerisasi *core* stirena dengan Inisiator NaPS dan penambahan pengikat silang GMA

#### III.2.1.4 Polimerisasi *Core* Stirena dengan Inisiator NaPS tanpa Penambahan Pengikat Silang GMA

Pada pembuatan *core* stirena dengan inisiator NaPS tanpa penambahan GMA, tahap pertama, yaitu mencampurkan larutan *initial charge* yang berisi air, surfaktan SLS, monomer stirena dan inisiator NaPS dimasukkan ke dalam reaktor, larutan *initial charge* kemudian dilarutkan dengan pengadukan pada kecepatan 300 rpm dengan dialiri gas  $\text{N}_2$  selama 30 menit dengan laju alir rendah dan dipanaskan pada suhu  $75^{\circ}\text{C}$  selama 5 jam. Selanjutnya, reaktor didinginkan hingga mencapai temperatur  $25^{\circ}\text{C}$  kemudian produk yang terbentuk disaring. Diagram alir pembentukan *core* stirena teknik *batch* dengan inisiator NaPS tanpa penambahan GMA dapat dilihat pada Gambar 3.6.



Note : **B<sub>2</sub>**

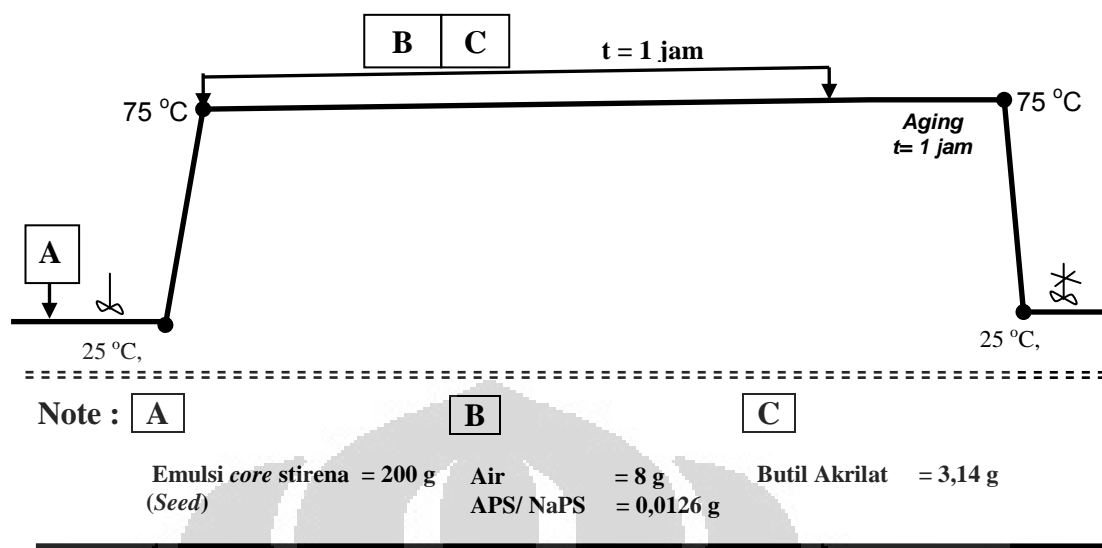
|         |           |
|---------|-----------|
| Air     | = 402,4 g |
| SLS     | = 1,17 g  |
| Stirene | = 86,4 g  |
| NaOH    | = 0,135 g |
| NaPS    | = 0,345 g |

**Gambar 3.6** Diagram alir polimerisasi *core* styrene dengan Inisiator NaPS tanpa penambahan pengikat silang GMA

### III.2.2 Pembuatan *Core-shell* Styrene-BA

Pada pembuatan *core-shell* styrene-BA, pertama, dilakukan tahap pembentukan *core* styrene yang sebelumnya telah dibuat dengan variasi inisiator dan penambahan pengikat silang GMA. Selanjutnya dilakukan *feeding* monomer butil akrilat (BA) secara semikontinu untuk membentuk *shell* yang menyelimuti *core* polistirena dan larutan inisiator (APS dan NaPS yang ditambah air) selama 1 jam sebelumnya reaktor dialiri gas N<sub>2</sub> terlebih dahulu dengan kecepatan rendah selama 15 menit dan temperatur dijaga konstan (75°C). Kemudian setelah 1 jam reaksi, dilakukan *aging* selama 1 jam dengan pengadukan dan temperatur konstan. Kemudian didiamkan pada suhu kamar (25°C) dan pengadukan dihentikan. Produk yang terbentuk disaring dan dipisahkan.

Diagram alir polimerisasi *core-shell* styrene-BA dengan teknik semikontinu dapat dilihat pada Gambar 3.7.



**Gambar 3.7** Diagram alir polimerisasi polimerisasi *core-shell* styrena-BA dengan teknik semikontinu

### III.2.2.1 Pembuatan *Core-shell* Styrena-BA dengan inisiator tahap kedua APS

Pada pembuatan *core-shell* styrena-BA dengan inisiator APS, pertama, dilakukan tahap pembentukan *core* styrena. Selanjutnya dilakukan *feeding* butil akrilat (BA) secara semikontinu dan ditambahkan larutan inisiator (APS + air) selama 1 jam yang sebelumnya reaktor dialiri gas  $N_2$  terlebih dahulu dengan kecepatan rendah selama 15 menit dan temperatur dijaga konstan ( $75^{\circ}C$ ). Kemudian setelah 1 jam, dilakukan *aging* selama 1 jam dengan pengadukan dan temperatur konstan. Kemudian didiamkan pada suhu kamar ( $25^{\circ}C$ ) dan pengadukan dihentikan. Produk yang terbentuk disaring dan dipisahkan.

### III.2.2.2 Pembuatan *Core-shell* Styrena-BA dengan inisiator tahap kedua NaPS

Pada pembuatan *core-shell* styrena-BA dengan inisiator NaPS, langkah pertama, dilakukan tahap pembentukan *core* styrena. Selanjutnya dilakukan *feeding* butil akrilat (BA) secara semikontinu dan ditambahkan larutan inisiator (NaPS + air) selama 1 jam yang sebelumnya reaktor dialiri gas  $N_2$  terlebih dahulu dengan kecepatan rendah selama 15 menit dan temperatur dijaga konstan ( $75^{\circ}C$ ).

Kemudian setelah 1 jam reaksi, dilakukan *aging* selama 1 jam dengan pengadukan dan temperatur konstan. Kemudian didiamkan pada suhu kamar (25°C) dan pengadukan dihentikan. Produk yang terbentuk disaring dan dipisahkan.

### III.3 Karakterisasi Hasil Polimerisasi

#### III.3.1 Pengukuran Kandungan Padatan/Persen Konversi (ASTM D 4456)

Menimbang  $\pm 2$  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 persamaan sebagai berikut

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

dimana  $W_1$  : Berat wadah kosong

$W_2$  : Berat wadah kosong + berat sampel emulsi  
kering

$W_3$  : Berat sampel

#### III.3.2 Pengukuran Spektum FT-IR

Pengukuran sampel cairan (polar)

Sekitar 25  $\mu\text{L}$  sampel polimer emulsi diinjekkan ke dalam celah lapisan yang terbuat dari dua lempengan  $\text{ZnCl}_2$  yang diletakkan berhimpit didalam kompartemen khusus. Kemudian dilakukan pengukuran blanko lempengan kosong terlebih dahulu yang dilakukan secara otomatis pada kisaran panjang gelombang diatur mulai 400 nm sampai 4000 nm. Selanjutnya dilakukan pengukuran untuk sampel.

#### III.3.3 Pengukuran Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel

Sampel diambil dengan menggunakan ujung pengaduk kemudian dilarutkan dengan 300 ml air demineral dan diaduk sampai homogen. Larutan sampel harus sedikit transparan, dimasukan 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. Pengukuran dilakukan di Clariant Serpong.

### **III.3.4 Pengukuran Temperatur Transisi Gelas dengan DSC Perkin Elmer**

#### **Tipe DSC 8000**

Sampel ditimbang sebanyak 5 mg dan dimasukkan dalam crussible 40 $\mu$ L. Analisis dilakukan dengan program temperatur *heating-cooling-heating* yaitu 30 $^{\circ}$ C  $\rightarrow$  350 $^{\circ}$ C  $\rightarrow$  30 $^{\circ}$ C  $\rightarrow$  350 $^{\circ}$ C. Kecepatan pemanasan 20 $^{\circ}$ C/menit  $\rightarrow$  (-20 $^{\circ}$ C/menit)  $\rightarrow$  10 $^{\circ}$ C/menit. Sebagai *purge* gas digunakan gas nitrogen dengan kecepatan aliran 50 mL/menit. Alat uji yang digunakan adalah DSC Perkin Elmer Tipe DSC 8000. Pengukuran dilakukan di STP Puspiptek Serpong.

### **III.3.5 Pengukuran Analisis Termogravimetrik dengan TGA**

Termogram dari *thermogravimetric analyzer* (TGA) diukur dengan SETARAM *instrument* di Batan Serpong. Pengukuran dengan TGA digunakan untuk mengetahui kestabilan termal dari polimer *core-shell* stirena-butil akrilat. Pengukuran dilakukan pada temperatur 650 $^{\circ}$ C dengan laju pemanasan 10 $^{\circ}$ C/min dengan argon sebagai atmosfer udara.

### **III.3.6 Pengukuran Morfologi Partikel Polimer dengan SEM**

Sampel digerus terlebih dahulu, kemudian ditempelkan pada *carbon tape* dan *dicoating* dengan platina selama 60 detik. Sampel kemudian diamati morfologinya dengan SEM (*Scanning Electron Microscopy*). SEM yang dipakai dengan merek JEOL tipe JSM 6510 LV. Pengukuran dilakukan di STP Puspiptek Serpong.

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis polimer *core-shell* stirena-butil akrilat melalui dua tahap, tahap pertama yaitu polimerisasi *core* stirena yang kemudian dilanjutkan dengan polimerisasi *core-shell* stirena-butil akrilat yang menghasilkan polimer emulsi berwarna putih susu, seperti terlihat pada Gambar 4.1.



**Gambar 4.1** Hasil polimerisasi *core* stirena dan *core-shell* Stirena-BA

### IV.1 Polimerisasi *Core* Stirena

Pada penelitian ini pembuatan *core* stirena dilakukan dengan teknik *batch* dan dilakukan variasi penambahan jenis inisiator, yaitu APS dan NaPS serta dilakukan pula variasi penambahan pengikat silang GMA (dapat dilihat pada Lampiran 2).

Teknik *batch* digunakan dalam pembuatan *core* stirena dikarenakan dengan teknik ini dapat menghasilkan persen konversi yang tinggi dengan ukuran partikel yang besar yaitu sekitar 100 nm serta proses polimerisasi berlangsung lebih cepat karena pada teknik ini semua monomer, surfaktan dan inisiator dicampur pada awal reaksi sehingga monomer langsung dengan mudah bertumbukan dengan radikal inisiator<sup>[4]</sup>.

Tahapan pertama dalam penelitian ini ialah pembuatan *core* stirena yang dilakukan dengan memvariasikan jenis inisiator, yaitu inisiator ammonium persulfat (APS) dengan inisiator natrium persulfat (NaPS). Dari kedua variasi

tersebut akan diamati perbedaan hasil polimerisasi *core* stirena yang terbentuk, yaitu kandungan padatan, persen konversi, ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel. Konsentrasi inisiator dibuat tetap yaitu 0,4% dari berat monomer total. Formulasi pembuatan *core* stirena dapat dilihat pada Lampiran 2.

Polimerisasi *core* stirena dilakukan pada suhu 75<sup>0</sup>C. Pada suhu tersebut dekomposisi inisiator APS dan NaPS menghasilkan jumlah radikal anion sulfat yang optimal. Hal ini sesuai dengan waktu paruh dari kedua inisiator, semakin tinggi suhu yang digunakan maka waktu paruh inisiator semakin pendek sehingga laju dekomposisinya meningkat. Dengan jumlah radikal anion sulfat yang optimal tersebut dapat mencegah terbentuknya inti sekunder selama reaksi polimerisasi berlangsung sehingga diharapkan partikel-partikel polimer yang dihasilkan berukuran seragam dan bersifat monodispers.

| APS       |                   | NaPS      |                   |
|-----------|-------------------|-----------|-------------------|
| Suhu (°C) | Waktu paruh (jam) | Suhu (°C) | Waktu paruh (jam) |
| 50        | 192               | 50        | 125               |
| 70        | 8,4               |           |                   |
| 90        | 0,55              |           |                   |

**Tabel 4.1** Tabel waktu paruh inisiator APS dan NaPS <sup>[15,19,20]</sup>

Berikut hasil polimerisasi *core* stirena berdasarkan persen konversi, ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel (indeks polidispersitas) yang terdapat pada Tabel 4.2.

| No | Formulasi | Variasi |           | Karakterisasi         |                     |                               |       |
|----|-----------|---------|-----------|-----------------------|---------------------|-------------------------------|-------|
|    |           | GMA     | Inisiator | Kandungan Padatan (%) | Persen Konversi (%) | Diameter Ukuran Partikel (nm) | PDI   |
| 1  | C IA      | +       | APS       | 12,208                | 61,90               | 49,97                         | 0,254 |
| 2  | C IB      | +       | NaPS      | 14,499                | 73,52               | 43,80                         | 0,104 |
| 3  | C IVA     | -       | APS       | 5,686                 | 32,31               | 63,10                         | 0,115 |
| 4  | C IVB     | -       | NaPS      | 12,933                | 73,48               | 65,00                         | 0,163 |

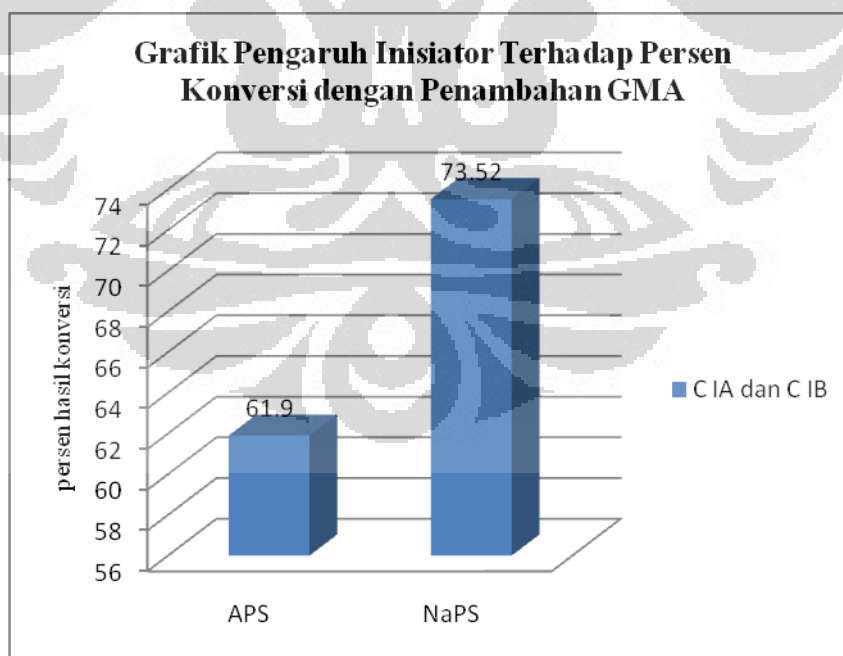
**Tabel 4.2** Karakterisasi secara umum polimer *core* stirena

#### IV.1.1 Pengaruh Jenis Inisiator Terhadap Polimerisasi *Core* Stirena

Inisiator ammonium persulfat (APS) dan natrium persulfat (NaPS) merupakan suatu garam. Natrium persulfat ialah suatu garam yang lebih kuat dibandingkan dengan garam ammonium persulfat hal ini berkaitan dengan kemampuan ionisasinya dalam air, garam kuat akan lebih mudah terionisasi dibanding garam lemah. Inisiator natrium persulfat di dalam air akan terionisasi menjadi ion  $\text{Na}^+$  dan  $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ . Anion persulfat  $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$  ini apabila berada pada suhu yang tinggi akan terdekomposisi termal menjadi sebagian besar radikal anion sulfat<sup>[15]</sup>.



Semakin cepat radikal anion sulfat yang terbentuk maka akan semakin banyak radikal yang dihasilkan dan tumbukan antara radikal dengan monomer akan semakin cepat sehingga oligomer-oligomer yang terbentuk akan lebih cepat masuk ke dalam misel, dan ini akan mempercepat reaksi polimerisasi *core* stirena sehingga kandungan padatan polimer *core* dan persen konversi yang diperoleh akan semakin besar.

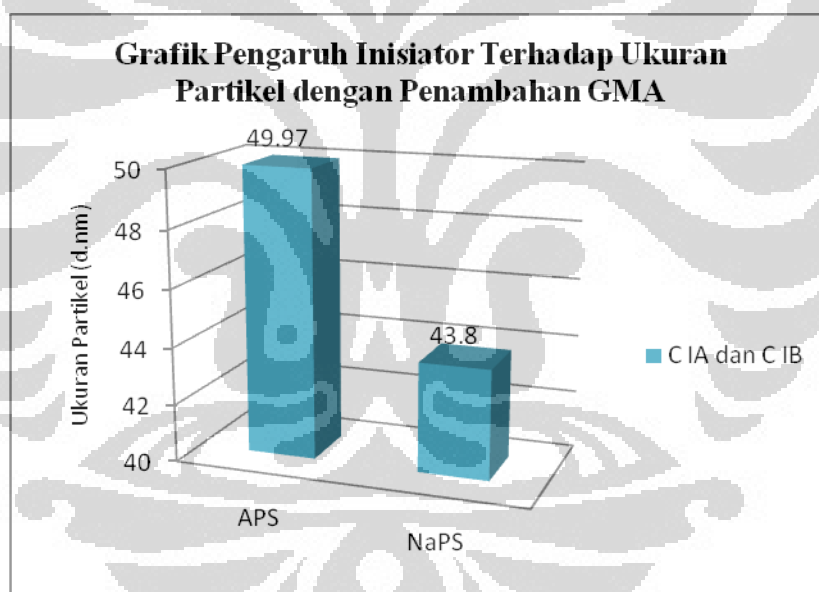


**Gambar 4.2** Pengaruh inisiator terhadap persen hasil konversi



Hal tersebut sesuai dengan hasil penelitian seperti pada Gambar 4.2. Dari Gambar tersebut menunjukkan bahwa kecenderungan persen hasil konversi polimer yang diperoleh pada polimerisasi *core* stirena dengan inisiator natrium persulfat lebih besar dibanding dengan inisiator ammonium persulfat.

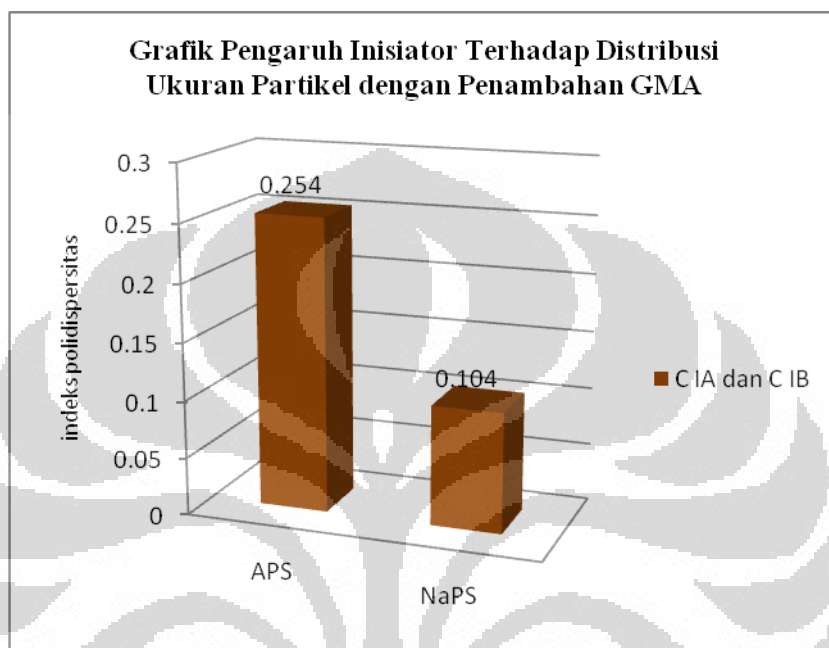
Selanjutnya akan dilihat pengaruh jenis inisiator APS dan NaPS terhadap ukuran partikel polimer *core* stirena yang dihasilkan. Pengaruh inisiator APS dan NaPS terhadap ukuran partikel dapat dilihat pada Gambar 4.3. Terlihat bahwa ukuran partikel yang dihasilkan baik oleh inisiator APS maupun inisiator NaPS cenderung sama, tidak memperlihatkan perbedaan yang berarti. Hal ini dikarenakan penggunaan inisiator APS dan NaPS hanya mempengaruhi laju polimerisasi terkait dengan kemampuan masing-masing inisiator untuk terdekomposisi membentuk radikal bebas.



**Gambar 4.3** Pengaruh inisiator terhadap ukuran partikel

Perbedaan laju dekomposisi antara inisiator APS dengan NaPS membentuk radikal bebas mempengaruhi pembentukan inti sekunder selama reaksi polimerisasi. Semakin cepat suatu inisiator terdekomposisi menjadi radikal bebas maka peluang terbentuknya inti-inti sekunder akan semakin besar. Hal ini akan mempengaruhi distribusi atau keberagaman dari ukuran partikel yang terbentuk. Distribusi ukuran partikel yang terbentuk dari hasil polimerisasi dapat

dilihat dari nilai indeks polidispersitas (PDI), apabila polimer emulsi yang dihasilkan memiliki nilai PDI yang rendah maka bersifat monomodal (*monodisperse*) sedangkan jika nilai PDI yang dihasilkan tinggi maka bersifat polimodal (*polydisperse*)<sup>[2]</sup>.



**Gambar 4.4** Pengaruh inisiator terhadap distribusi ukuran partikel

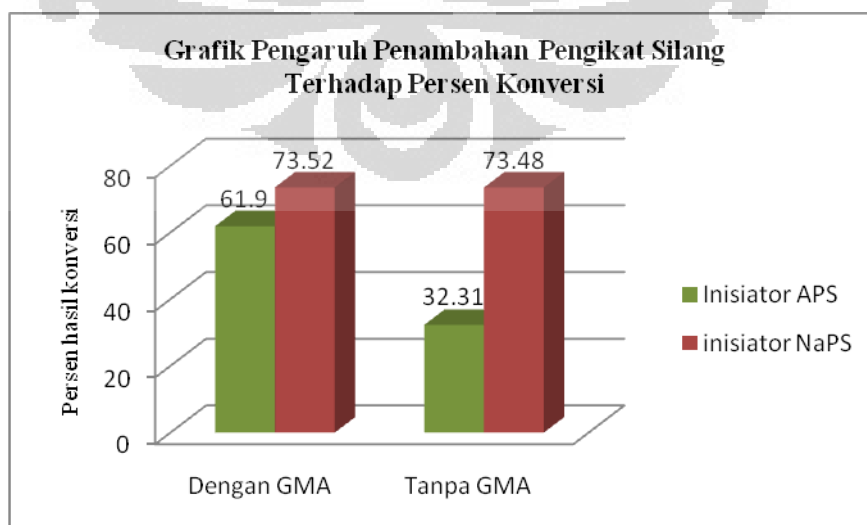
Pada Gambar 4.4 dapat dilihat nilai indeks polidispersitas (PDI) polimerisasi *core* stirena yang menggambarkan distribusi ukuran partikel yang dihasilkan. Dari hasil tersebut terlihat penggunaan inisiator APS menghasilkan nilai PDI yang lebih besar dibandingkan dengan inisiator NaPS tetapi keduanya masih bersifat monomodal (*monodisperse*). Hal ini didukung dari kurva hasil pengukuran *particle size analyser* (PSA) yang dapat dilihat pada Lampiran 4 bahwa luas area *peak* dari kedua inisiator yang masih sempit. Luas area *peak* yang sempit tersebut menandakan polimer ini bersifat *monodisperse*<sup>[7,27]</sup>.

#### IV.1.2 Pengaruh Penambahan Pengikat Silang Glisidil Metakrilat Terhadap Polimerisasi *Core Stirena*

Pengaruh penambahan pengikat silang Glisidil Metakrilat (GMA) pada polimerisasi *core stirena* baik dengan inisiator APS maupun inisiator NaPS, dapat dilihat pada Gambar 4.5. Perbedaan persen hasil konversi yang signifikan terlihat pada penggunaan inisiator APS dibanding dengan inisiator NaPS hal ini dikarenakan laju dekomposisi inisiator NaPS membentuk radikal bebas yang lebih cepat dibandingkan inisiator APS sehingga laju polimerisasi semakin cepat dan semakin banyak monomer stirena yang membentuk polimer *core stirena*. Pada Gambar 4.5 terlihat bahwa persen hasil konversi polimer *core stirena* dengan penambahan GMA sebagai pengikat silang lebih besar dibandingkan tanpa penambahan GMA.

Hal ini dikarenakan oleh adanya gugus fungsi akrilat dan epoksi pada struktur GMA yang menyediakan beberapa pasangan elektron bebas sehingga memudahkan proses berantai, atau dapat juga bertindak sebagai monomer penstabil seperti asam akrilat<sup>[5]</sup>.

Dengan adanya penambahan monomer GMA, oligomer stirena akan bereaksi dengan GMA dan menyerang monomer stirena lain hingga seluruh monomer stirena yang tersedia habis bereaksi membentuk polimer *core stirena* yang akan saling berikatan silang membentuk *core* yang lebih stabil sehingga kandungan padatan polimer *core stirena* yang terbentuk akan semakin banyak dan persen konversinya pun meningkat.

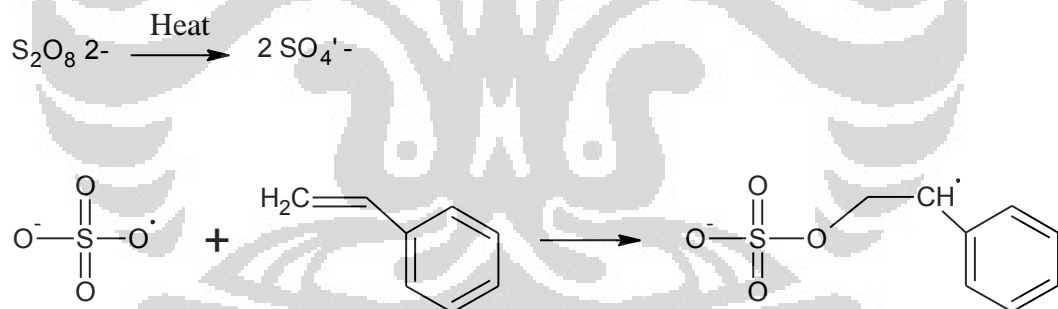


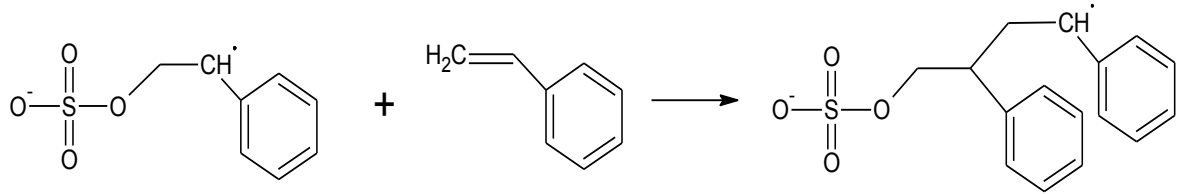
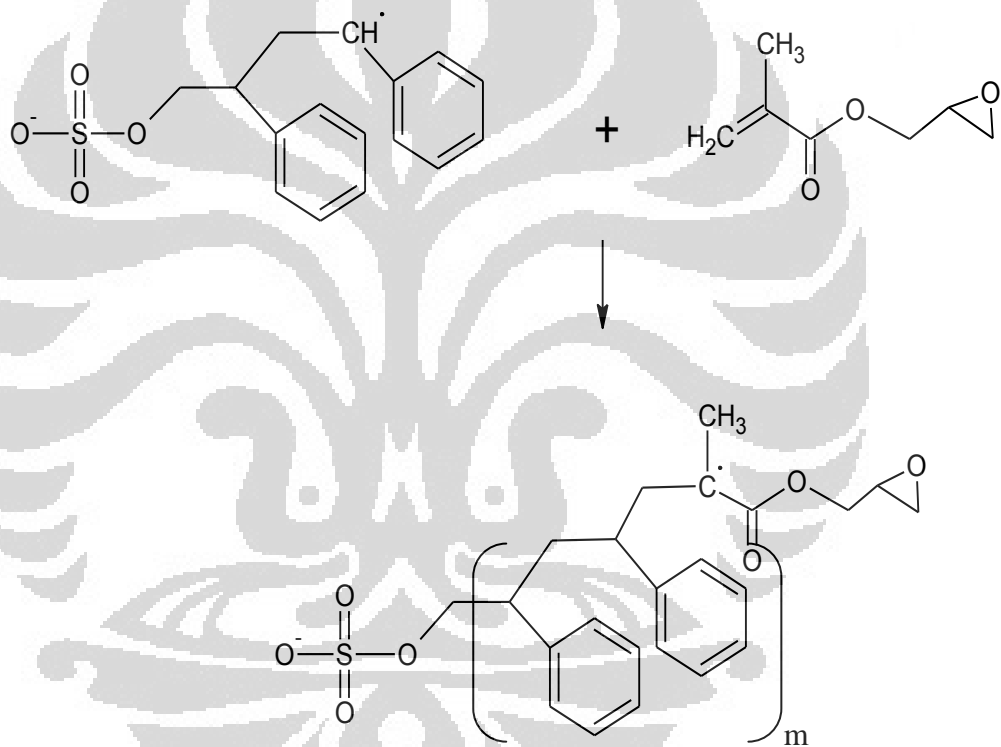
**Gambar 4.5** Pengaruh penambahan pengikat silang terhadap persen konversi

Secara umum reaksi polimerisasi *core* stirena berlangsung dalam tiga tahapan utama <sup>[13]</sup>. Tahap pertama ialah dekomposisi inisiator dan inisiasi. Dekomposisi inisiator persulfat ini membentuk dua radikal anion sulfat lalu salah satu radikal bebas sulfat yang terbentuk menyerang molekul monomer stirena. Kemudian tahap berikutnya ialah reaksi propagasi. Propagasi merupakan reaksi perpanjangan rantai polimer. Pada tahap ini berlangsung penyerangan radikal monomer stirena ke monomer lain, yaitu monomer stirena, monomer GMA sebagai pengikat silang dan monomer butil akrilat sebagai *shell* yang membentuk polimer *core-shell* stirena-butil akrilat yang berikatan silang dengan GMA. Tahap terakhir ialah reaksi terminasi. Terminasi adalah proses pengakhiran reaksi dari rantai aktif bimolekuler untuk membentuk produk akhir polimer. Tahap terminasi berlangsung dalam dua cara, yaitu kombinasi dan disproporsionasi

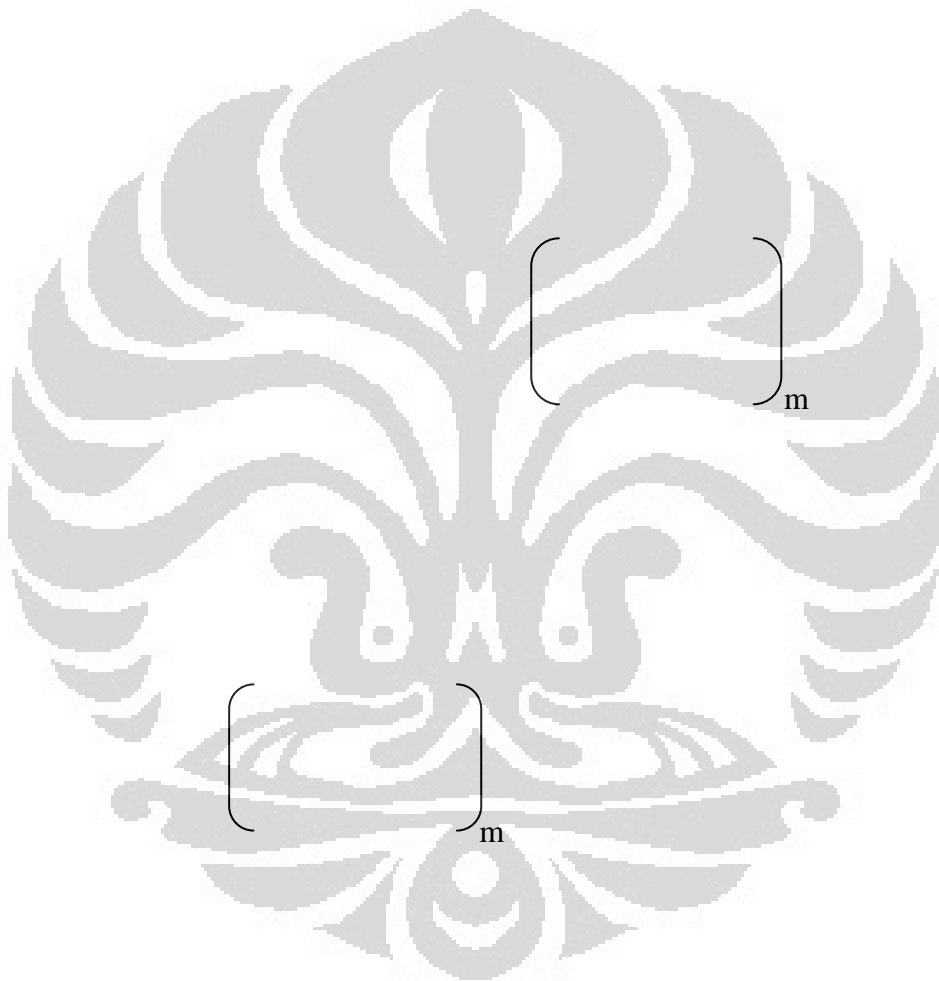
Berikut mekanisme reaksi polimerisasi *core* stirena dengan penambahan pengikat silang GMA.

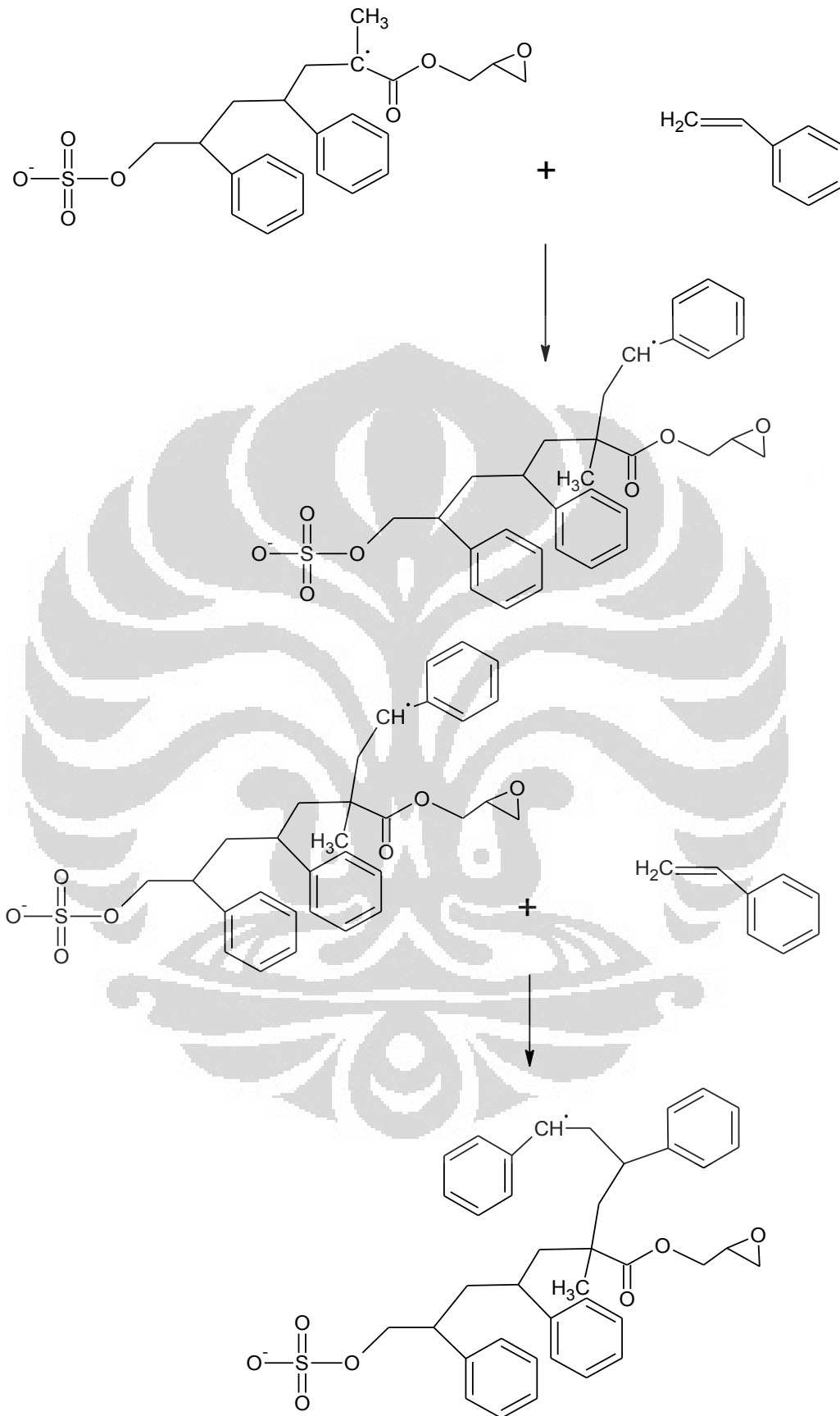
#### Dekomposisi Inisiator dan Inisiasi :

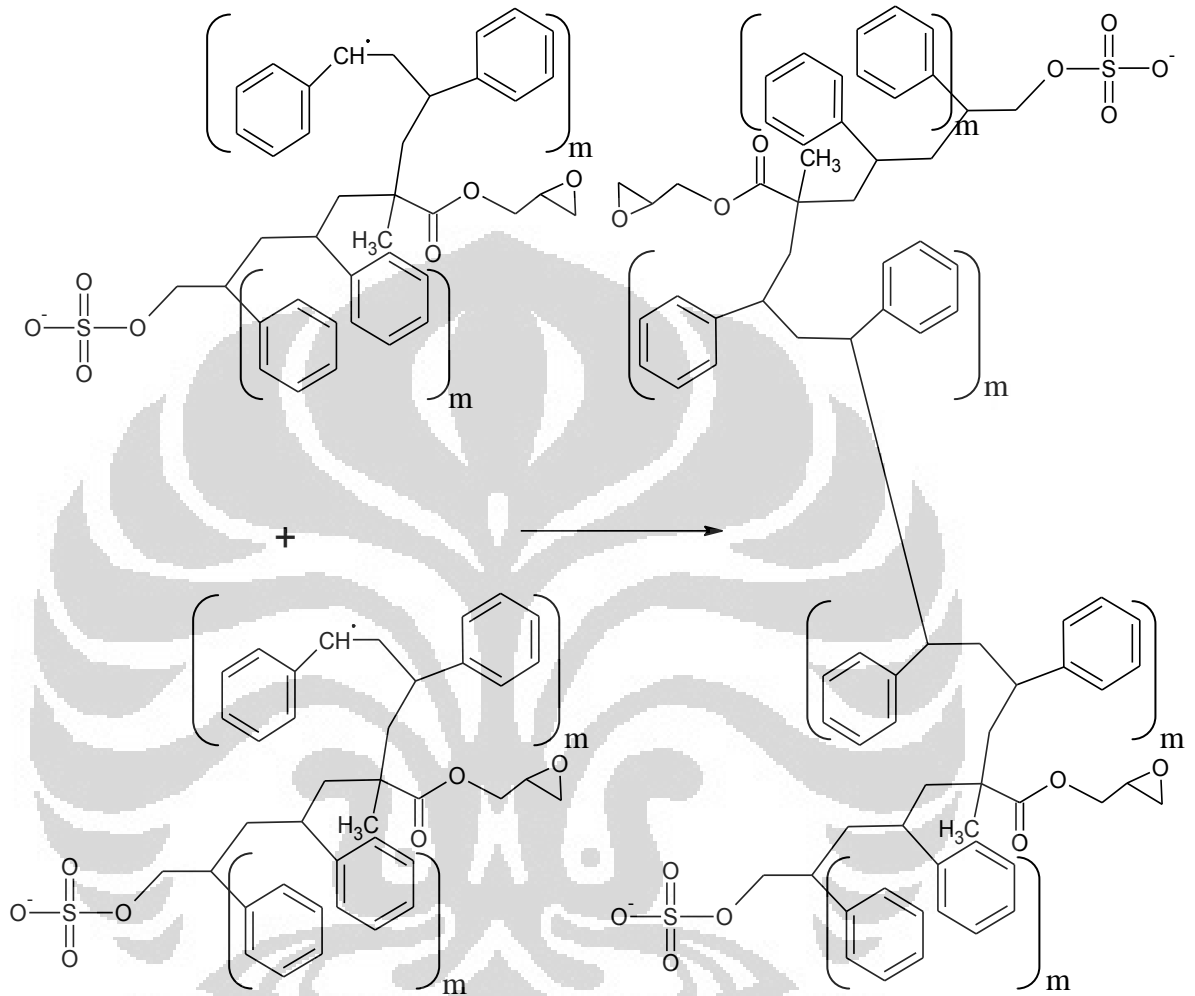


**Propagasi :****A. Penyerangan Monomer Stirena oleh Radikal Monomer****B. Penyerangan Monomer Pengikat Silang GMA oleh Radikal Polimer**

C. Penyerangan Monomer Stirena oleh Radikal Polimer

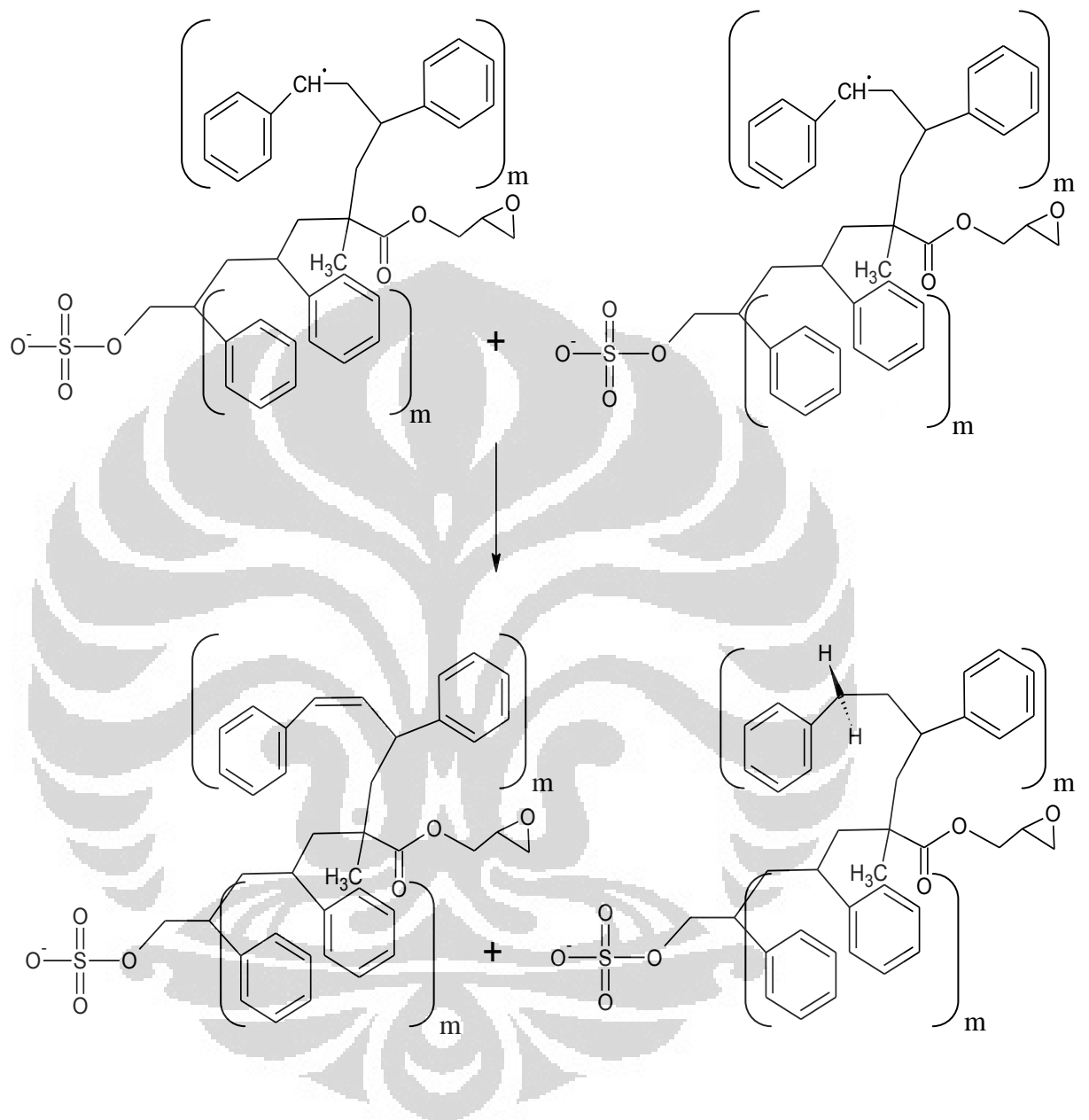




**Terminasi :****A. Secara Kombinasi**

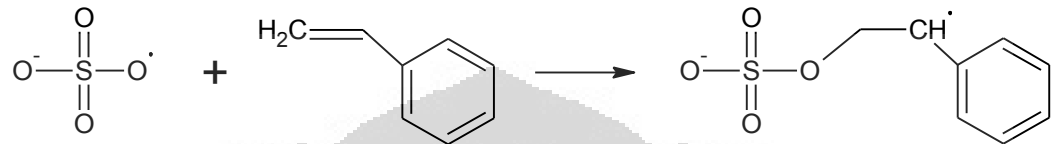
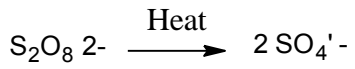


## B. Secara Disproporsionasi



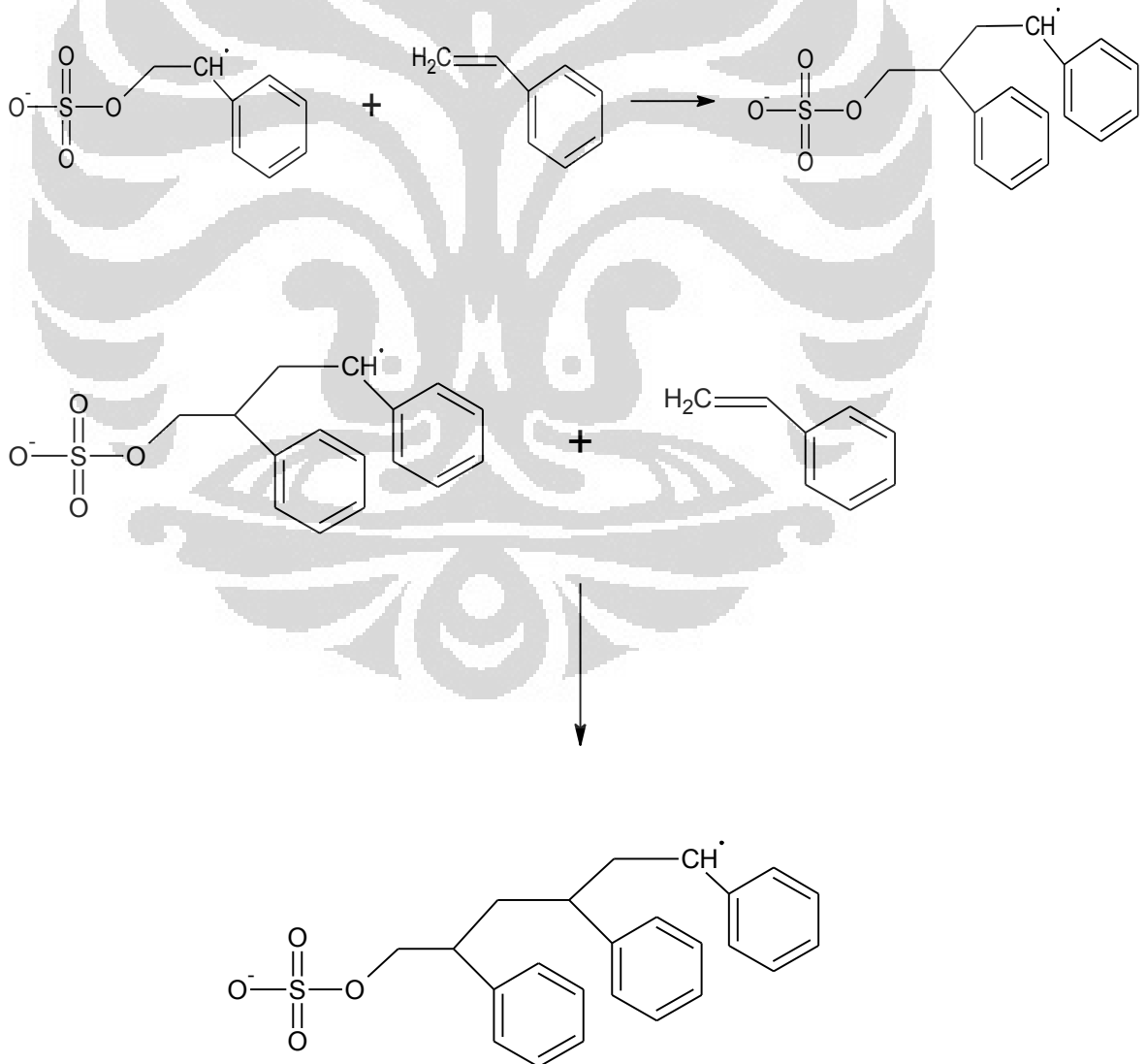
Sementara itu, mekanisme reaksi yang terjadi pada polimerisasi *core* stirena tanpa dilakukannya penambahan GMA dapat dilihat sebagai berikut.

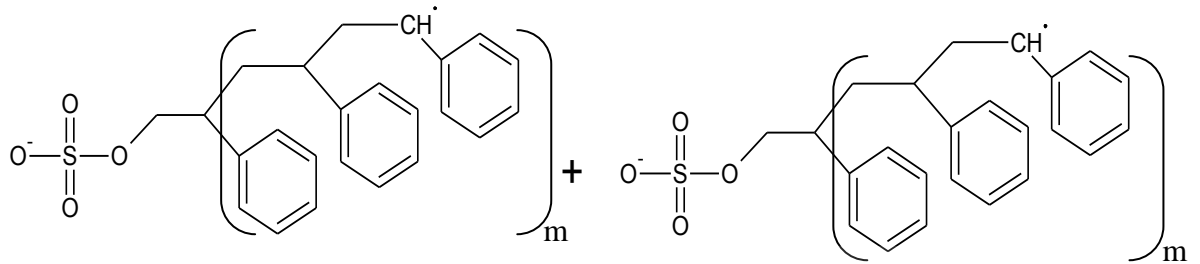
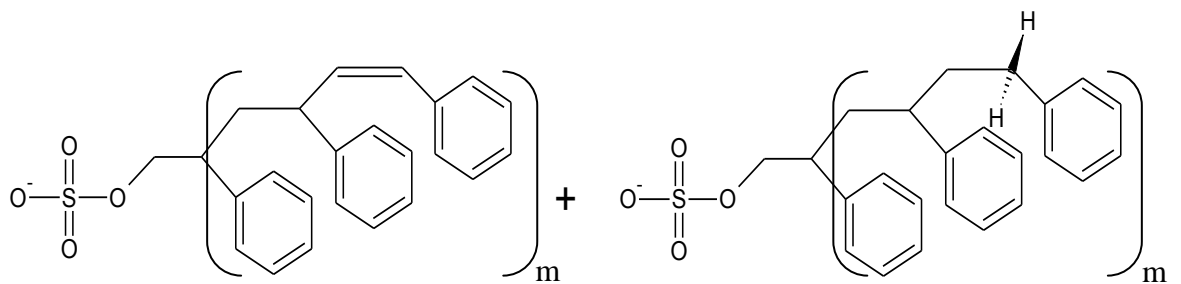
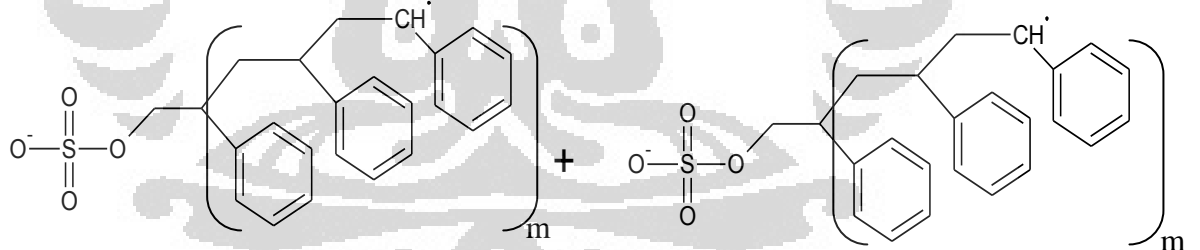
### Dekomposisi Inisiator dan Inisiasi :



### Propagasi :

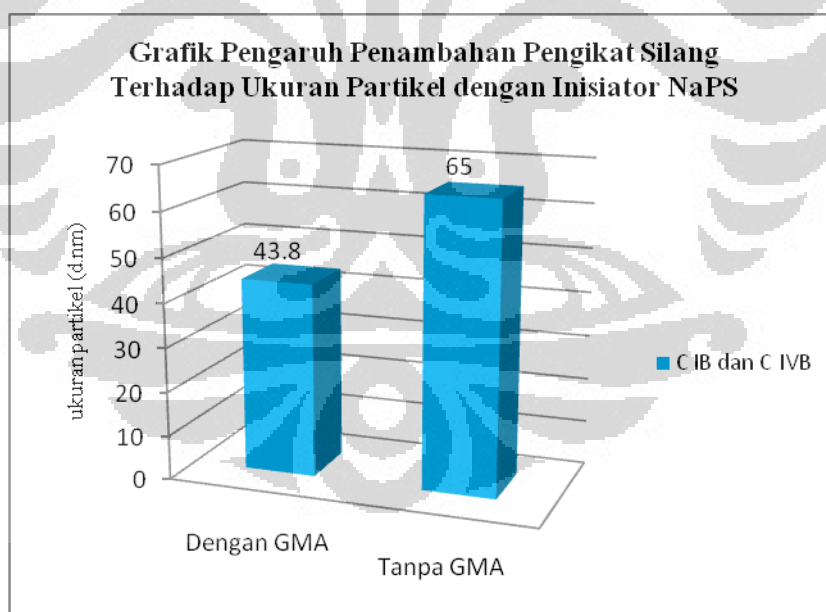
Penyerangan Monomer Stirena oleh Radikal Monomer



**Terminasi :****A. Secara Kombinasi****B. Secara Disproporsionasi**

Untuk mengamati pengaruh dari penambahan pengikat silang glisidil metakrilat (GMA) terhadap ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel pada penelitian ini dilakukan penggunaan jenis inisiator yang sama, yaitu inisiator NaPS. Hal ini dikarenakan dengan inisiator NaPS akan mempermudah dilakukannya pengamatan. Hal ini berhubungan dengan laju dekomposisi inisiator NaPS yang lebih mudah dan cepat dalam membentuk radikal bebas dibandingkan inisiator APS sehingga laju polimerisasi akan semakin cepat dan kandungan padatan dan persen konversi dari polimer *core* stirena yang dihasilkan akan semakin besar.

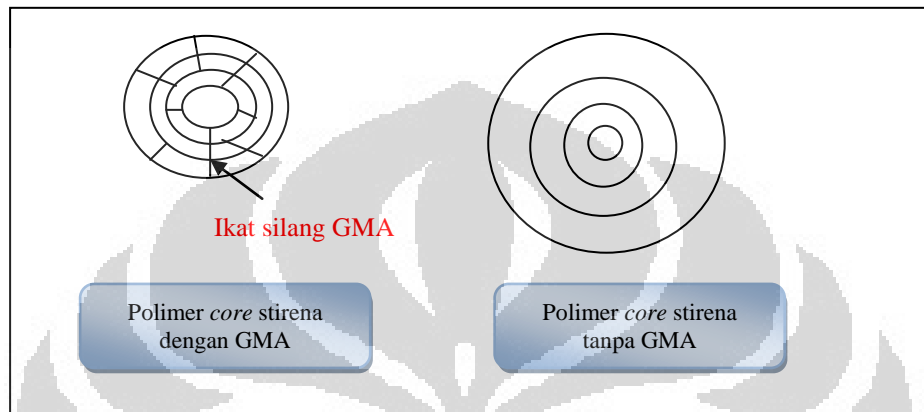
Polimerisasi *core* stirena dengan penambahan pengikat silang GMA akan menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil. Hal ini berkaitan dengan interaksi oligomer-oligomer stirena yang terbentuk dengan GMA yang keduanya bersifat nonpolar sehingga pembentukan rantai polimer menjadi lebih cepat. Selain itu, struktur polimer *core* yang terbentuk saling berikatan silang dengan GMA membentuk struktur polimer *core* yang berukuran lebih kecil.



**Gambar 4.6** Pengaruh penambahan pengikat silang terhadap ukuran partikel

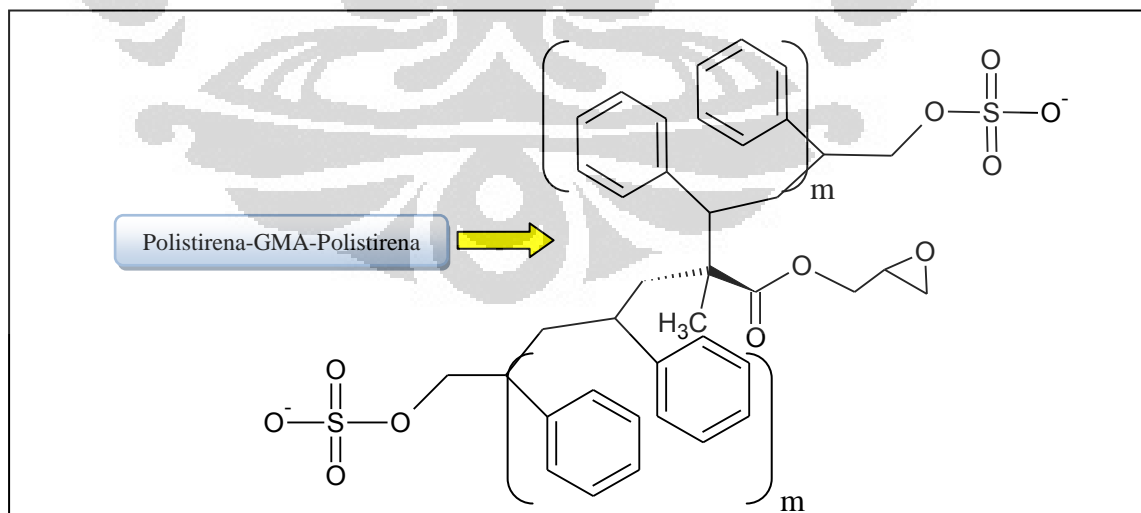
Seperti terlihat pada Gambar 4.6 hasil polimerisasi *core* stirena dengan penambahan pengikat silang GMA menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan tanpa penambahan GMA. Hal ini dapat berkaitan dengan

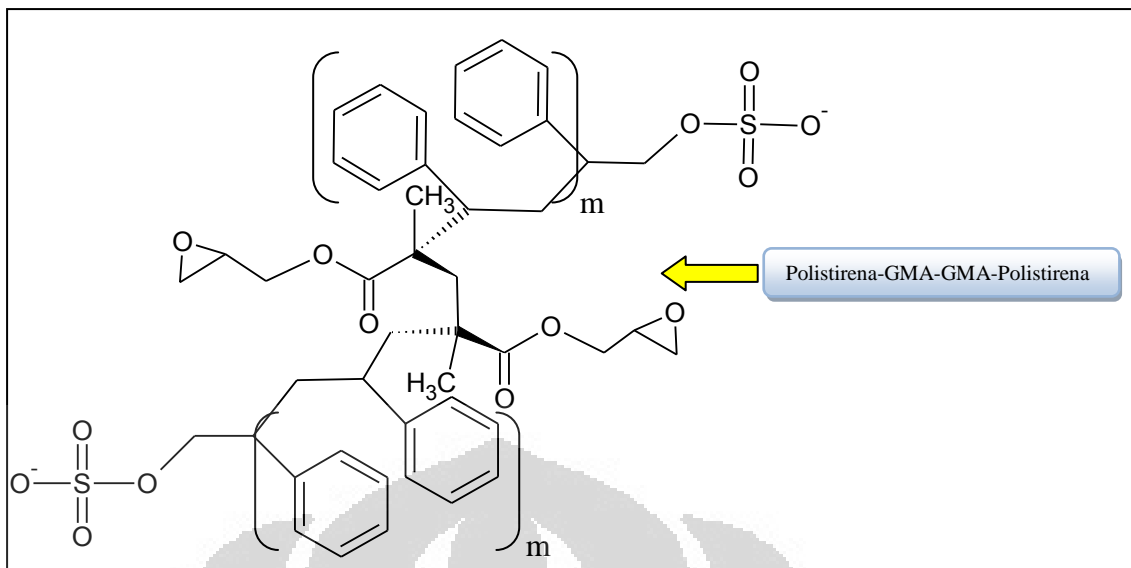
terbentuknya ikatan silang antar polimer *core* stirena dengan GMA yang mengakibatkan jarak antara polimer *core* stirena yang terbentuk akan semakin rapat maka ukuran partikel polimer *core* yang dihasilkan akan lebih kecil. Ilustrasi struktur polimer *core* stirena yang berikatan silang dengan GMA dan polimer *core* stirena tanpa adanya ikatan silang dengan GMA dapat dilihat pada Gambar 4.7.



**Gambar 4.7** Ilustrasi ukuran polimer *core* stirena yang terbentuk

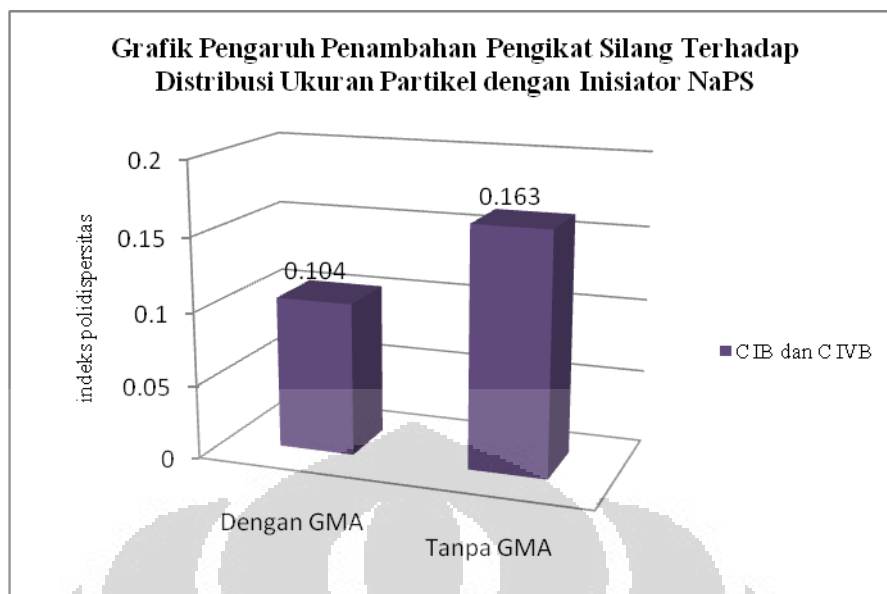
Ikatan yang terjadi antara GMA sebagai pengikat silang dengan polimer *core* stirena yang mempengaruhi ukuran partikel polimer *core* yang terbentuk dapat dilihat pada Gambar 4.8.





**Gambar 4.8** Interaksi ikat silang antara GMA dengan polimer *core* stirena

Untuk distribusi ukuran partikel yang terbentuk dari hasil polimerisasi *core* stirena dapat dilihat pada Gambar 4.9. Dari gambar tersebut terlihat nilai indeks polidispersitas pada polimerisasi *core* stirena baik dengan penambahan GMA maupun tanpa penambahan GMA cenderung sama masih pada kisaran daerah nilai PDI 0,100. Semakin rendah nilai PDI maka distribusi ukuran suatu partikel semakin homogen/seragam<sup>[2]</sup> sehingga pada daerah nilai PDI tersebut distribusi ukuran partikel yang terbentuk lebih homogen atau seragam sehingga bersifat monomodal (*monodisperse*). Hal ini juga diperkuat dari lebar *peak* kurva pengukuran PSA yang dihasilkan dari kedua polimer *core* stirena yang sempit<sup>[7,27]</sup> (dapat dilihat pada Lampiran 4).



**Gambar 4.9** Pengaruh penambahan pengikat silang terhadap distribusi ukuran partikel

Untuk mengetahui apakah polimer *core* stirena benar-benar telah terbentuk dibutuhkan data penunjang untuk memastikannya. Dengan instrumen FTIR dapat diketahui apakah benar polimer *core* stirena yang disintesis telah terbentuk, yaitu dengan mengidentifikasi gugus-gugus fungsi yang terdapat pada polimer *core* stirena dibandingkan dengan monomer stirena standart. Spektrum FTIR untuk semua polimer *core* stirena hasil sintesis dan monomer stirena standart dapat dilihat pada Lampiran 1.

Dari data spektra FTIR<sup>[4,9,31,32]</sup>, diperoleh beberapa puncak (*peak*) yang khas. Untuk melihat telah terbentuknya polimer *core* stirena, dilakukan perbandingan antara spektra FTIR dari polimer *core* stirena hasil sintesis dengan monomer stirena standart. Puncak yang khas untuk monomer stirena ialah pada bilangan gelombang  $1629,85\text{ cm}^{-1}$ , yaitu gugus C=C vinyl stretching dan gugus -CH<sub>2</sub>- tekuk & ulur aromatik pada bilangan gelombang  $1448,54\text{ cm}^{-1}$ . Dari keempat polimer *core* stirena yang disintesis terlihat adanya pergeseran bilangan gelombang gugus -CH<sub>2</sub>- tekuk & ulur aromatik dari  $1448,54\text{ cm}^{-1}$  menjadi  $1452,40\text{ cm}^{-1}$ . Hal ini menunjukkan bahwa terjadi kenaikan energi yang dibutuhkan oleh cincin aromatik stirena untuk melakukan ulur dan tekuk karena ikatan rangkap pada gugus vinylnya telah terpolimerisasi.

Selain itu puncak untuk gugus C=C vinyl stretching pada polimer *core styrena* masih terlihat meskipun terjadi pergeseran bilangan gelombang kearah energi yang lebih besar, hal ini menandakan terjadinya kenaikan energi pada gugus vinyl yang berikatan pada cincin aromatik. Masih munculnya puncak untuk gugus vinyl tersebut menandakan masih terdapatnya gugus vinyl yang terdapat pada monomer *styrena*, hal ini diperkuat dengan hasil dari persen konversi yang diperoleh untuk keempat formulasi polimer *core styrena* tersebut yang belum mencapai 100%.

Kemudian dari keempat spektra polimer *core* yang disintesis terlihat adanya puncak yang sangat melebar pada kisaran bilangan gelombang 3000-3600  $\text{cm}^{-1}$ . Puncak ini merupakan puncak yang khas untuk ikatan hidrogen O-H. Munculnya puncak ini dikarenakan adanya interaksi ikatan hidrogen antar molekul air yang digunakan sebagai medium pendispersi dan interaksi antara polimer *core* yang terbentuk pada gugus sulfat dari radikal inisiator yang berikatan dengan monomer dan berpolimerisasi hingga membentuk polimer *core styrena* dengan medium yang digunakan, yaitu air. Interaksi ini terlihat pada spektrum dikarenakan pengukuran sampel dilakukan dalam bentuk cairan emulsi dengan menggunakan tempat sampel (sel) khusus pelarut polar tidak menggunakan metode dengan ATR-Zirconia ataupun pelet KBr.

Pada polimer *core styrena* yang dilakukan penambahan pengikat silang glisidil metakrilat seharusnya muncul peak pada daerah bilangan gelombang 1250-1125  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan serapan kuat dari eter tersier jenuh dari gugus epoksi glisidil metakrilat tetapi pada polimer *core* dengan penambahan glisidil metakrilat sebagai pengikat silang yang telah disintesis, puncak pada bilangan gelombang tersebut intensitas serapannya sangat lemah ini dikarenakan jumlah GMA yang ditambahkan sangat sedikit dibandingkan monomer-monomer lainnya.

Kemudian untuk melihat pengaruh pengikat silang terhadap polimer *core styrena* hasil sintesis juga dilakukan karakterisasi pengukuran temperatur gelas ( $T_g$ ) dengan DSC. Dari hasil pengukuran (dapat dilihat pada Lampiran 6), diperoleh bahwa  $T_g$  polimer *core styrena* dengan pengikat silang GMA lebih besar,  $101,63^{\circ}\text{C}$  sedangkan polimer *core styrena* tanpa GMA sebesar  $97,81^{\circ}\text{C}$ . Hal ini menunjukkan bahwa pada polimer *core styrena* (C IB) telah terbentuk reaksi



ikat silang dengan GMA yang ditambahkan. Dengan adanya ikat silang tersebut struktur dan interaksi polimer *core* stirena yang terbentuk akan semakin kuat sehingga temperatur transisi gelas ( $T_g$ ) nya pun akan meningkat<sup>[13]</sup>.

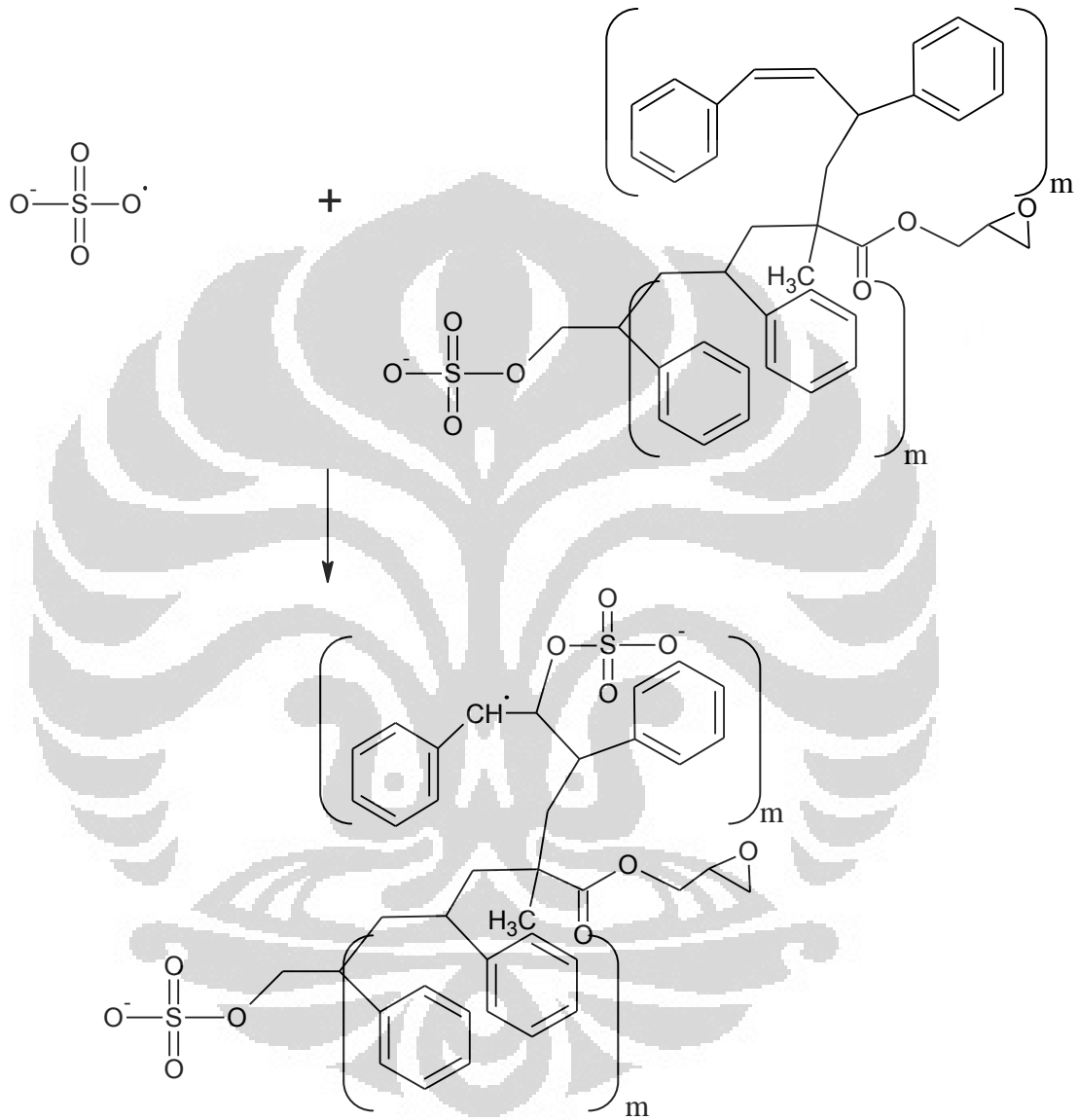
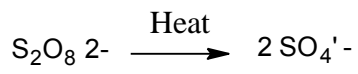
#### IV.2 Polimerisasi *Core-Shell* Stirena-Butil Akrilat

Setelah dilakukan polimerisasi *core* stirena dengan teknik *batch* kemudian dilanjutkan dengan polimerisasi *core-shell* stirena-butil akrilat. Teknik yang digunakan dalam pembuatan *core-shell* stirena-butil akrilat ialah teknik semikontinu hal ini dikarenakan dengan teknik ini dapat dihasilkan ukuran diameter partikel yang besar dengan distribusi ukuran partikel yang monomodal<sup>[2]</sup>. Pada teknik ini penambahan monomer dan larutan inisiator dilakukan secara perlahan-lahan agar tidak terbentuk inti sekunder. Selain itu, penambahan monomer dan larutan inisiator dengan perlahan ini dimaksudkan agar monomer *shell* yang ditambahkan, dalam penelitian ini digunakan butil akrilat, tidak berpolimerisasi membentuk homopolimer melainkan berpolimerisasi dengan *core* stirena membentuk polimer *core-shell* stirena-butil akrilat.

Pada penelitian ini waktu *feeding* monomer butil akrilat terlama hanya dapat dilakukan 1 jam dan selanjutnya dilakukan *aging* selama 1 jam untuk memberikan kesempatan untuk monomer dan inisiator sisa untuk berpolimerisasi. Suhu reaksi yang digunakan ialah 75<sup>0</sup>C dengan gas N<sub>2</sub> sebagai atmosphere udara.

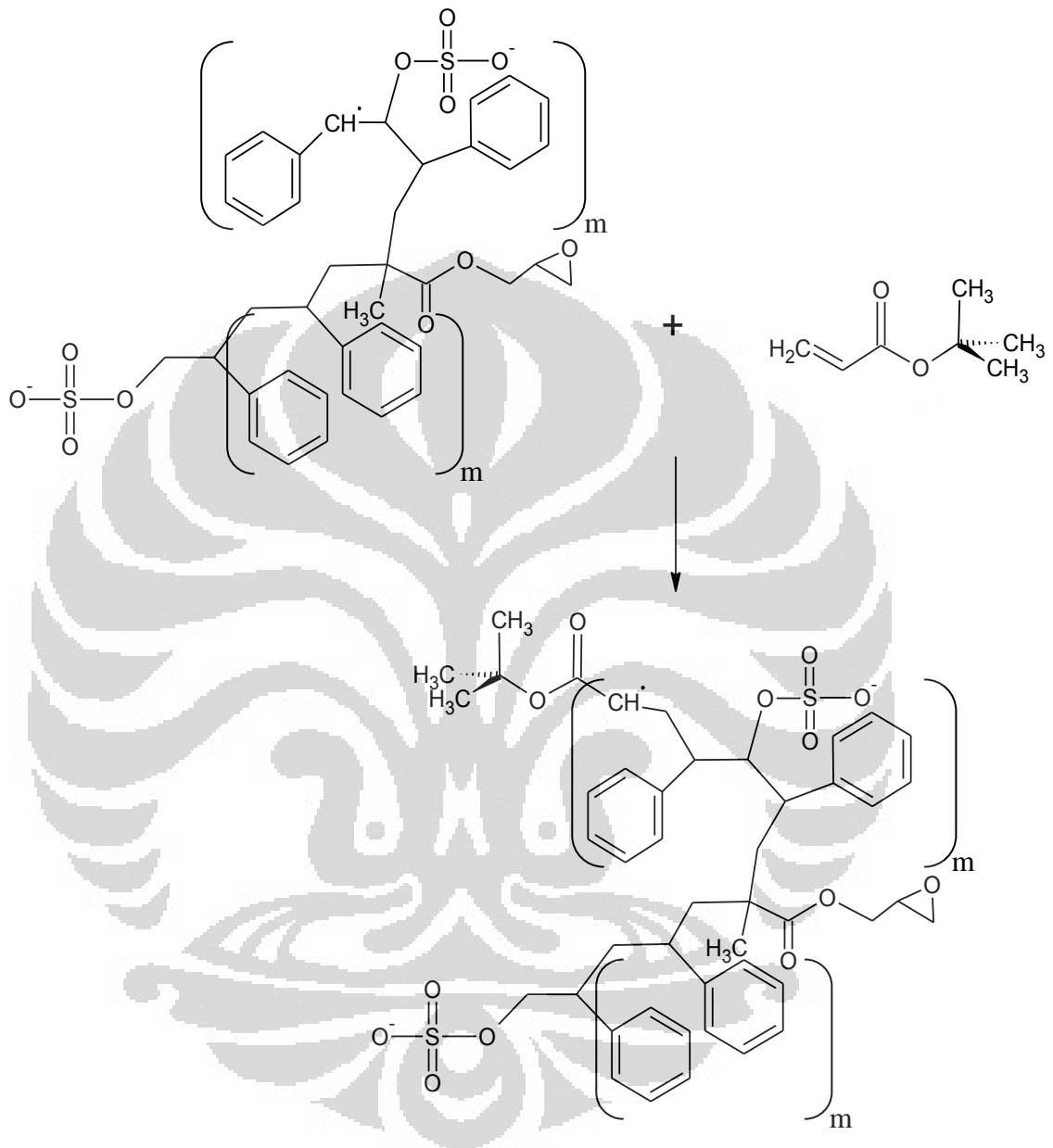
Reaksi pembentukan polimer *core-shell* stirena-butil didahului dengan pembentukan polimer *core* stirena. Polimer *core* stirena yang sebelumnya telah disintesis diinisiasi terlebih dahulu dengan radikal yang berasal dari dekomposisi inisiator tahap kedua yang ditambahkan. Setelah terbentuk radikal polimer *core* stirena lalu terjadi penyerangan monomer butil akrilat. Butil akrilat tersebut akan membentuk struktur *shell* yang melapisi polimer *core* stirena membentuk polimer *core-shell* stirena-butil akrilat. Berikut mekanisme reaksi polimerisasi *core-shell* stirena-butil akrilat dengan penambahan pengikat silang GMA pada pre-emulsi *core* stirena.

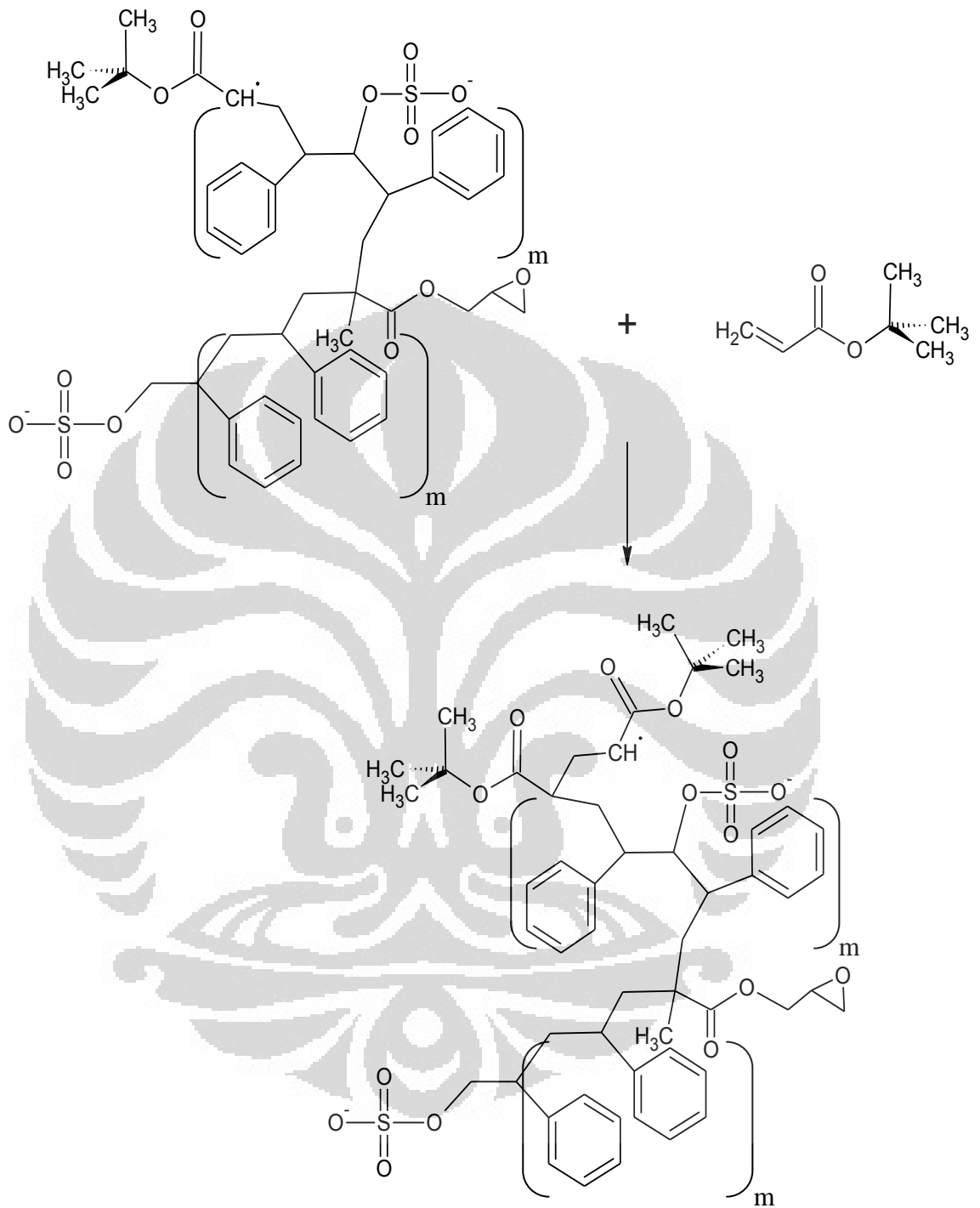
### Dekomposisi Inisiator Tahap Kedua dan Inisiasi :



**Propagasi :**

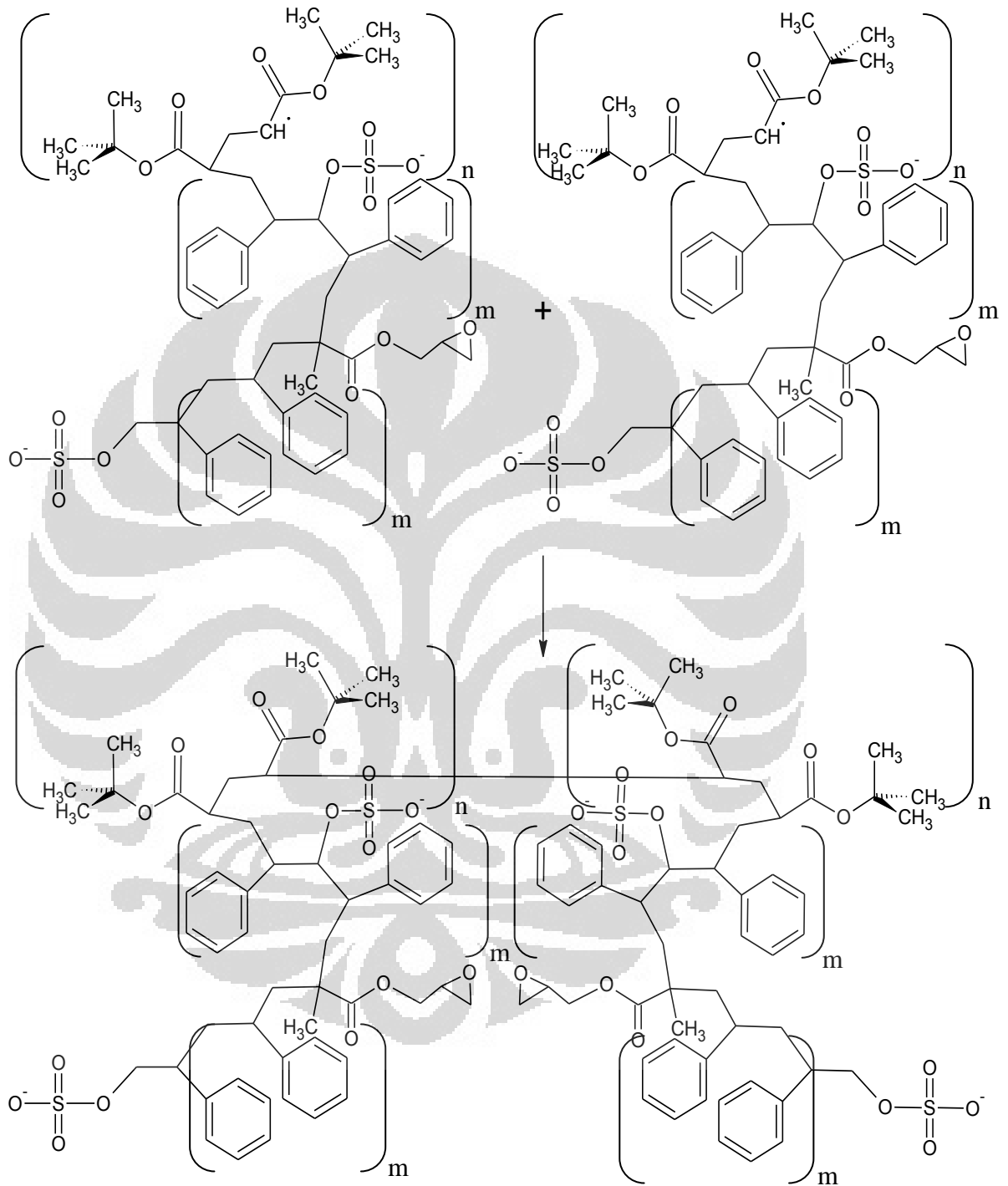
Penyerangan monomer butil akrilat sebagai *shell* oleh radikal polimer *core* stirena





## Terminasi :

### A. Secara Kombinasi





Pada penelitian ini, polimerisasi *core-shell* stirena-butyl akrilat dilakukan variasi penambahan jenis inisiator tahap kedua, yaitu inisiator APS dan inisiator NaPS. Formulasi polimerisasi *core-shell* stirena-butyl akrilat dapat dilihat pada Lampiran 2.

Berikut hasil polimerisasi *core-shell* stirena-butyl akrilat berdasarkan persen konversi, ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel (indeks polidispersitas) yang terdapat pada Tabel 4.3.

| Formulasi | Variasi               | Karakterisasi         |                     |                             |                                   |       |
|-----------|-----------------------|-----------------------|---------------------|-----------------------------|-----------------------------------|-------|
|           | Inisiator Tahap Kedua | Kandungan Padatan (%) | Persen Konversi (%) | Ukuran Partikel Core (d.nm) | Ukuran Partikel Core-Shell (d.nm) | PDI   |
| CS IA     | APS                   | 11.24                 | 26.98               | 49.97                       | 77.92                             | 0.224 |
| CS IB     | NaPS                  | 19.22                 | 45.61               | 43.8                        | 48.72                             | 0.062 |

**Tabel 4.3** Karakterisasi secara umum polimer *core-shell* stirena-butyl akrilat

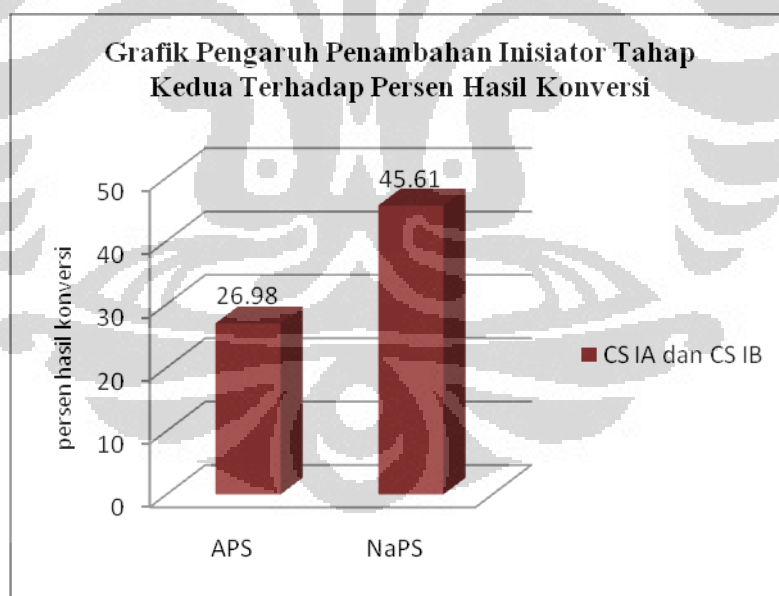
#### IV.2.1 Pengaruh Penambahan Inisiator Tahap Kedua Terhadap Polimerisasi *Core-Shell* Stirena-Butyl Akrilat

Untuk mengamati pengaruh inisiator tahap kedua terhadap persen hasil konversi pada polimerisasi *core-shell* stirena-butyl akrilat kedua formulasi ditambahkan monomer butyl akrilat yang sama, yaitu sebesar 3,14 gram. Inisiator tahap kedua ini berfungsi untuk menyediakan sumber radikal bebas untuk menginisiasi polimer *core* stirena agar dapat mengalami propagasi dengan monomer butyl akrilat yang ditambahkan sebagai *shell* untuk membentuk polimer *core-shell* stirena-butyl akrilat. Jenis inisiator termal yang digunakan, yaitu inisiator APS dan inisiator NaPS.

Pengaruh inisiator tahap kedua ini dapat diamati pada Gambar 4.10. Dari gambar tersebut terlihat adanya pengaruh penggunaan inisiator APS dan NaPS pada persen hasil konversi yang dihasilkan. Gambar tersebut menunjukkan persen konversi yang dihasilkan oleh penggunaan inisiator NaPS lebih besar dibandingkan inisiator APS. Inisiator NaPS merupakan suatu garam kuat yang mudah terionisasi di dalam air dan dengan pemanasan yang tinggi menghasilkan

radikal bebas anion sulfat lebih cepat dan banyak. Semakin banyak radikal bebas yang tersedia maka tumbukan antara monomer dengan radikal semakin besar sehingga proses inisiasi lebih cepat terjadi dan pembentukan inti-inti sekunder lebih banyak sehingga dapat mempercepat laju polimerisasi yang menyebabkan persen konversi meningkat.

Walaupun secara umum persen hasil konversi yang dihasilkan keduanya masih cukup rendah. Hal ini dapat dimungkinkan karena proses pengadukan yang tidak sempurna sehingga misel polimer *core-shell* yang terbentuk pecah<sup>[33]</sup>. Hal ini terlihat dari timbulnya grid pada akhir reaksi (dapat dilihat pada Lampiran 5). Grid merupakan hasil produk samping (*by product*) pada polimerisasi emulsi yang merupakan gabungan dari partikel-partikel polimer yang menghasilkan koloid yang tidak stabil dan akhirnya mengendap. Grid pada polimer *core-shell* stirena-butil akrilat dengan inisiator NaPS menghasilkan grid dengan jumlah yang lebih sedikit dibandingkan polimer *core-shell* stirena-butil akrilat dengan inisiator APS (grid yang dihasilkan dapat dilihat pada Lampiran 5).



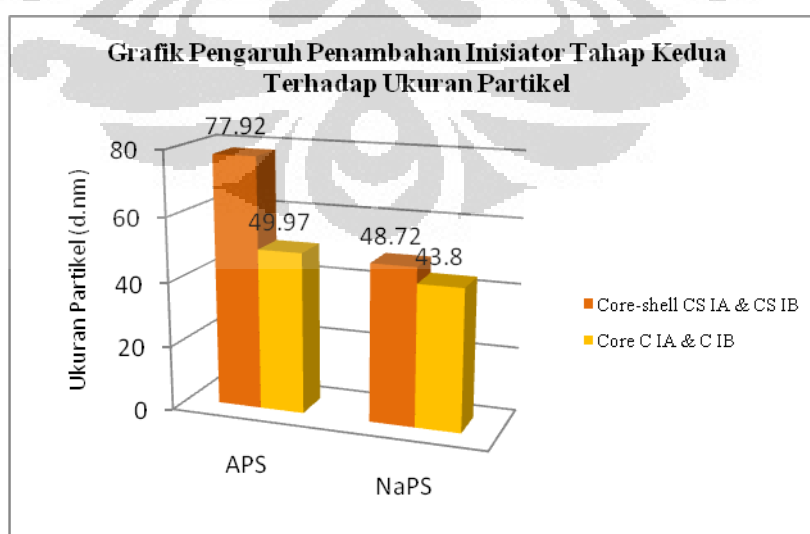
**Gambar 4.10** Pengaruh penambahan inisiator tahap kedua terhadap persen konversi

Pada Gambar 4.11 dapat diamati pengaruh inisiator APS dan NaPS terhadap ukuran partikel polimer *core-shell* stirena-butil akrilat yang terbentuk. Dari gambar tersebut terlihat penambahan inisiator APS menghasilkan ukuran



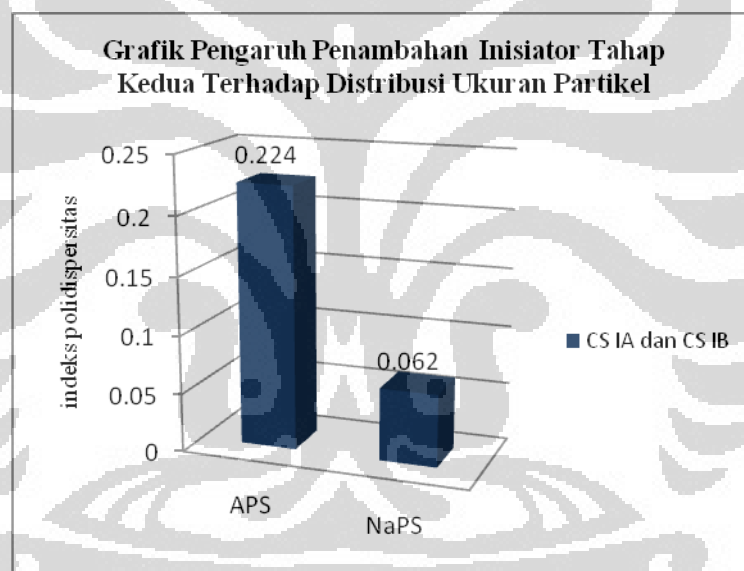
partikel yang lebih besar dibanding dengan inisiator NaPS. Inisiator APS merupakan garam yang lebih lemah dibandingkan garam NaPS. Hal ini berkaitan dengan kemampuan dekomposisi inisiator APS membentuk radikal bebas yang lebih lama dibandingkan inisiator NaPS. Kemampuan inisiator APS untuk terionisasi di dalam air lebih lemah sehingga untuk mengalami dekomposisi termal membentuk radikal bebas anion sulfat lebih lambat. Oleh karena radikal bebas yang dihasilkan oleh inisiator APS lebih lambat maka monomer butil akrilat yang ditambahkan tidak langsung membentuk homopolimer tetapi berikatan dan bereaksi dengan polimer *core* stirena membentuk polimer *core-shell* stirena-butil akrilat. Hal ini terlihat pada Gambar 4.11 yang menunjukkan bahwa penambahan ukuran partikel polimer *core-shell* stirena-BA pada penggunaan inisiator APS lebih besar dibandingkan inisiator NaPS.

Selain itu, faktor waktu *feeding* monomer butil akrilat yang terlalu cepat, yaitu hanya 1 jam dan juga pengadukan pada saat reaksi polimerisasi *core-shell* yang tidak homogen juga dapat mempengaruhi hasil ukuran dari polimer *core-shell* stirena-BA yang terbentuk, sebagian monomer butil akrilat yang *difeeding* tidak cukup waktu untuk berpolimerisasi dengan polimer *core* stirena melainkan berpolimerisasi membentuk homopolimer butil akrilat. Sebagai perbandingan pada penelitian yang dilakukan oleh Anjar Margisari<sup>[6]</sup> dan Evi Oktavia<sup>[5]</sup>, mempendek waktu *feeding* dapat menurunkan ukuran partikel.



**Gambar 4.11** Pengaruh penambahan inisiator tahap kedua terhadap ukuran partikel

Untuk distribusi ukuran partikel polimer *core-shell* yang terbentuk dapat dilihat pada Gambar 4.12. Dari gambar tersebut terlihat nilai PDI untuk polimer *core-shell* stirena-butil akrilat dengan inisiator tahap kedua APS lebih besar, ini menunjukkan bahwa ukuran partikel yang terbentuk tidak sama sehingga bersifat polimodal (*polydisperse*). Sedangkan dengan inisiator tahap kedua NaPS nilai PDI yang dihasilkan lebih rendah yang menandakan ukuran partikel yang terbentuk seragam/sama yang bersifat monomodal (*monodisperse*). Tetapi secara umum dengan penambahan baik inisiator APS maupun inisiator NaPS distribusi ukuran partikel yang dihasilkan bersifat monomodal (*monodisperse*) hal ini sesuai dengan lebar *peak* kurva hasil pengukuran PSA yang cenderung sempit <sup>[7,27]</sup> (dapat dilihat pada Lampiran 4).



**Gambar 4.12** Pengaruh penambahan inisiator tahap kedua terhadap distribusi ukuran partikel

Polimer *core-shell* stirena-butil akrilat yang telah disintesis pada penelitian ini kemudian dikarakterisasi menggunakan FTIR <sup>[4,9,31,32]</sup>. Dengan FTIR dapat diketahui gugus-gugus yang terbentuk pada polimer *core-shell* stirena-butil akrilat. Hasil spektra yang dihasilkan lalu dibandingkan dengan spektra monomer standart stirena dan butil akrilat. Data spektrum FTIR polimer *core-shell* stirena-butil akrilat dapat dilihat pada Lampiran 1.

Dari data spektra monomer standart stirena terlihat puncak serapan yang khas, yaitu berada pada daerah bilangan gelombang pada bilangan gelombang  $1629,85\text{ cm}^{-1}$ , yaitu gugus C=C vinyl stretching dan gugus -CH<sub>2</sub>- tekuk & ulur aromatik pada bilangan gelombang  $1448,54\text{ cm}^{-1}$ . Sedangkan puncak yang serapan yang khas untuk monomer standart butil akrilat ialah pada daerah bilangan gelombang  $1728,25\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan serapan gugus karbonil C=O.

Pada polimer *core-shell* stirena-butil akrilat yang disintesis terlihat adanya puncak serapan pada daerah bilangan gelombang  $1640\text{-}1660\text{ cm}^{-1}$  yang bergeser kearah bilangan gelombang yang lebih besar hal ini menunjukkan terjadi kenaikan energi yang dibutuhkan ikatan C=C dan ini menandakan bahwa C=C vinyl tersebut telah terpolimerisasi.

Puncak serapan gugus karbonil C=O pada bilangan gelombang  $1728,25\text{ cm}^{-1}$  yang memiliki intensitas serapan yang kuat pada monomer butil akrilat standart tidak terlihat pada spektra polimer *core-shell* stirena-butil akrilat, puncak pada daerah gelombang tersebut memberikan intensitas serapan yang lebih lemah dan melebar hingga bilangan gelombang  $1500\text{ cm}^{-1}$ . Hal ini dapat dikarenakan jumlah monomer butil akrilat yang ditambahkan sangat sedikit bila dibandingkan dengan monomer lain, stirena ataupun GMA.

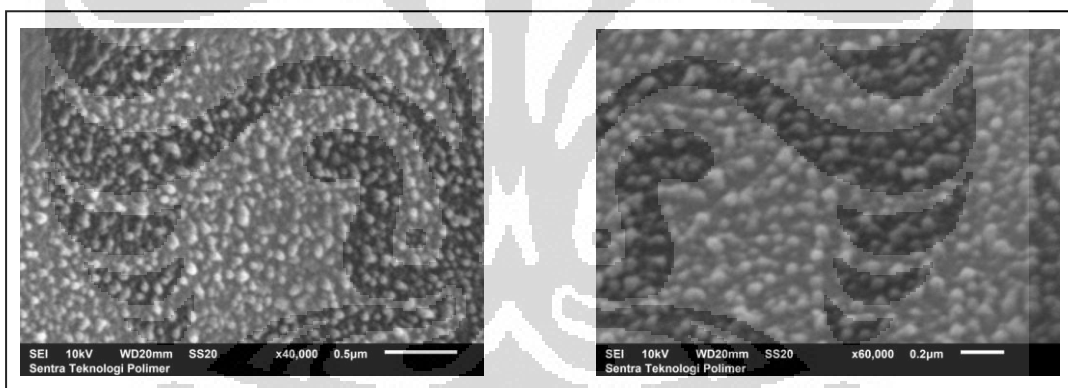
Puncak serapan lain yang muncul ialah puncak pada daerah panjang gelombang  $1450\text{-}1490\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan puncak serapan C=C aromatik, serapan ini lebih lemah dibandingkan pada spektra monomer stirena standart. Hal ini menandakan telah terjadi interaksi antara polimer *core* stirena dengan monomer butil akrilat.

Selanjutnya dilakukan karakterisasi analisis termogravimetrik (TGA). Metode yang digunakan pada pengukuran TGA ini berdasarkan pada pengukuran berat yang kontinyu terhadap suatu neraca panas ketika temperatur polimer dinaikkan dalam udara atau dalam suatu atmosfer yang inert<sup>[13]</sup>. Kurva yang diperoleh merupakan plot antara termogram berat lawan temperatur. Dengan pengukuran TGA dapat diketahui kestabilan termal suatu polimer. Dari hasil pengukuran TGA diperoleh bahwa polimer *core-shell* stirena-butil akrilat hasil sintesis masih stabil hingga temperatur maksimal sekitar  $400^{\circ}\text{C}$ . Di atas

temperatur 400<sup>0</sup>C polimer *core-shell* sudah mengalami dekomposisi. Termogram TGA dapat dilihat pada Lampiran 8.

Dari hasil termogram TGA yang diperoleh tersebut lalu dibandingkan dengan hasil termogram TGA polimer *core-shell* stirena-butil akrilat hasil penelitian Kim, S. H *et al* <sup>[9]</sup> sebagai data sekunder. Terlihat adanya kemiripan kurva TGA dari polimer *core-shell* hasil sintesis dengan data sekunder (dapat dilihat pada Lampiran 8). Hal ini menandakan polimer yang diperoleh dari hasil sintesis sudah membentuk struktur polimer *core-shell* stirena-butil akrilat. Butil akrilat yang ditambahkan bereaksi dan berikatan membentuk *shell* dengan polimer *core* stirena.

Karakterisasi berikutnya ialah morfologi partikel menggunakan SEM. Karakterisasi dengan SEM ini dilakukan pada polimer *core-shell* stirena-BA CS IB dengan pembesaran 40.000 kali dan 60.000 kali. Hasil pengukuran dengan SEM dapat dilihat pada Gambar 4.13.



**Gambar 4.13** Morfologi Partikel Polimer *Core-Shell* Stirena-BA

Dari Gambar 4.13, terlihat bentuk polimer *core-shell* stirena-BA hasil sintesis yang berbentuk bulat (*spherical*). Dan dari gambar juga menunjukkan distribusi partikel polimer *core-shell* yang homogen/ seragam sehingga bersifat monomodal (*monodisperse*). Hal ini mendukung dari nilai PDI dan lebar *peak* yang diperoleh dari pengukuran dengan PSA yang menunjukkan distribusi ukuran partikel yang terbentuk masih bersifat *monodisperse*.

Kemudian dilakukan karakterisasi termal dengan DSC untuk mengetahui temperatur transisi gelas ( $T_g$ ) dari polimer *core-shell* stirena-butil akrilat hasil sintesis. Temperatur transisi gelas ( $T_g$ ) suatu polimer *core-shell* dengan dua

monomer penyusun, pada penelitian ini digunakan stirena sebagai *core* dan butil akrilat sebagai *shell*, tetap memiliki karakteristik termal dari masing-masing monomernya. Sedangkan untuk kopolimer biasa yang juga terdiri dari dua monomer, dihasilkan polimer baru yang memiliki karakteristik termal dan sifat fisik yang berbeda dari monomernya. Pada kopolimer biasa, Tg yang dihasilkan merupakan gabungan Tg dari kedua monomer penyusunnya.

Dari hasil pengukuran yang dilakukan pada polimer *core-shell* stirena-BA (kurva DSC dapat dilihat pada Lampiran 6) menunjukkan bahwa Tg yang muncul hanya satu nilai Tg, yaitu 114,75<sup>0</sup>C.

Nilai Tg yang dihasilkan tidak jauh berbeda dari nilai Tg teoritis stirena, yaitu 100<sup>0</sup>C tetapi nilai Tg untuk butil akrilat tidak muncul pada kurva DSC. Tidak munculnya nilai Tg untuk butil akrilat tersebut dapat dikarenakan pengukuran DSC pada penelitian ini tidak dilakukan pengukuran dari – 80<sup>0</sup>C sehingga nilai Tg untuk monomer butil akrilat yang sebesar – 54<sup>0</sup>C tidak terbaca.

Dari kurva DSC tersebut juga menunjukkan bahwa nilai Tg yang dihasilkan sangat jauh berbeda bila dibandingkan dengan nilai Tg teoritis kopolimer stirena-butil akrilat, yaitu 49,58<sup>0</sup>C (perhitungan dapat dilihat pada Lampiran 7). Hal ini menunjukkan bahwa polimer yang terbentuk bukanlah suatu kopolimer melainkan suatu polimer *core-shell* stirena-butil akrilat. Pernyataan ini juga telah diperkuat sebelumnya dengan hasil pengukuran ukuran partikel dengan PSA yang memberikan hasil bahwa terjadi penambahan ukuran partikel *core* ke partikel *core-shell* (dapat dilihat pada Tabel 4.3).

## BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

### V.1 Kesimpulan

1. Pada penelitian ini telah berhasil disintesis polimer *core* stirena dengan persen konversi 32-75% dan ukuran partikel berkisar antara 43-65 nm dengan nilai PDI keseluruhan yang cenderung rendah sehingga bersifat monomodal (*monodisperse*)
2. Polimer *core-shell* stirena-butil akrilat diperoleh dengan persen konversi sebesar 27-46% dan ukuran partikel antara 49-78 nm dengan distribusi ukuran partikel yang bersifat monomodal (*monodisperse*)
3. Polimerisasi *core* stirena dengan inisiator NaPS menggunakan teknik *batch* yang ditambahkan pengikat silang GMA memberikan hasil persen konversi yang lebih besar dibandingkan dengan inisiator APS, yaitu 73,52% untuk NaPS dan 61,90% untuk APS, dengan ukuran partikel yang tidak berbeda secara signifikan dan distribusi ukuran partikel yang monomodal (*monodisperse*)
4. Penambahan pengikat silang GMA pada polimerisasi *core* stirena dengan teknik *batch* menggunakan inisiator APS menghasilkan polimer *core* stirena dengan persen konversi yang lebih tinggi, yaitu 61,90% sedangkan tanpa GMA sebesar 32,31% , ukuran partikel yang lebih kecil, yaitu 43,80 nm dan tanpa GMA sebesar 63,10 nm dan distribusi ukuran partikel yang terbentuk relatif sama dengan polimer *core* stirena tanpa penambahan GMA, yaitu masih bersifat monodispers
5. Penambahan jenis inisiator termal tahap kedua, APS dan NaPS dengan teknik semikontinu pada polimerisasi *core-shell* stirena-butil akrilat memberikan pengaruh pada hasil persen konversi dan ukuran partikel sedangkan untuk distribusi ukuran partikel tidak menunjukkan adanya perbedaan. Penambahan inisiator tahap kedua dengan inisiator NaPS menghasilkan persen konversi yang lebih besar dibandingkan APS, yaitu 45,61% untuk inisiator NaPS dan 26,98% untuk inisiator APS. Kemudian ukuran partikel yang lebih kecil, yaitu 48,72 nm dibanding dengan inisiator APS yang sebesar 77,92 nm. Untuk distribusi ukuran partikel yang

terbentuk, kedua jenis inisiator termal menghasilkan distribusi ukuran partikel dengan indeks polidispersitas yang rendah (*monodisperse*)

## V.2 Saran

Untuk menyempurnakan hasil penelitian yang telah dilakukan ini perlu dilakukan kajian dan penelitian lebih lanjut, antara lain :

1. Meningkatkan konsentrasi inisiator termal yang digunakan agar diperoleh persen hasil konversi yang tinggi dengan ukuran partikel yang lebih besar
2. Perlu dilakukannya karakterisasi morfologi partikel polimer dengan TEM untuk melihat bentuk dari polimer yang telah disintesis benar-benar membentuk struktur polimer *core-shell* ataukah membentuk homopolimer serta mengetahui bentuk distribusi ukuran partikel yang terbentuk
3. Waktu *feeding shell* butil akrilat pada polimerisasi *core-shell* stirena-butil akrilat perlu diperlama agar semua monomer butil akrilat bereaksi sempurna dengan *core* stirena membentuk polimer *core-shell* stirena-butil akrilat

## Daftar Pustaka

1. Braun, D., H, Cherdron., M.Rehahn., H, Ritter., B, Voit. 2005. *Polymer Synthesis: Theory ad Practice, Fundamentals, Methods, Experiment*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg; xii + 385 hlm
2. Helmiyati. Budianto, Emil. Arinda, Nitri. 2009 . “*Polimerisasi Emulsi Etil Akrilat: Pengaruh Konsentrasi Surfaktan, Inisiator dan Teknik Polimerisasi Terhadap Distribusi Ukuran Partikel*”. Makara Sains. Vol 13, 59-64. No. 1
3. Baumstark, F. Tiarks, “*Studies For a New Generation of Acrylic Binders for Exterior Wood Coatings. Macromolecul. Symp*”. p. 187
4. Irawadi, H. 2007. “*Pengaruh Inisiator Redoks  $H_2O_2$ -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
5. Oktavia, E. 2006. ”*Studi Pendahuluan Polimerisasi Emulsi Opal (Colorant Emulsion) Polistirena-ko-Polibutil Akrilat*“. Karya Utama Magister Departemen Kimia: FMIPA UI
6. Margisari, Anjar. 2007. “*Studi Polimerisasi core-shell Stirena-Butil Akrilat: Perbandingan antara inisiator redoks dan ammonium persulfat terhadap distribusi ukuran partikel*“. Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI
7. Suswanti, Indah. 2008. “*Polimerisasi Core-Shell Metil Metakrilat-Butil Akrilat: Pengaruh Pengikat Silang Glisidil Metakrilat dan Teknik Polimerisasi Terhadap Ukuran Partikel dan Indeks Polidispersitas*”. Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI
8. O’Callaghan, *et al.* 1995. “*Emulsion Polymerization of Supramicron, Monodisperse Acrylic Copolymer Particles with Core-Shell Structures*”. J. Polym. Sci., 33,1849-1857
9. Kim, S. H, *et al.* 2003. “*Synthesis of Polystyrene/Poly(butyl acrylate) Core-Shell Latex and Its Surface Morphology*”. J. of Applied Polym. Sci. vol 88,595-601



10. Perez-Carrillo, L. A, *et al.* 2007. “*Effect of Particle size on the mechanical properties of polystyrene and poly (butyl acrylate) core/shell polymers*”. J. Polym. vol 48,1212-1218
11. Hidalgo, M. *et al.* 1992. “*Polystyrene(1)/poly(butyl acrylate-methacrylic acid)(2) core-shell emulsion polymers. Part II: Thermomechanical properties of latex films*”. Colloid Polym Sci. vol 270:1208-1221
12. Rios, L, *et al.* 1991. “*Polystyrene(1)/poly(butyl acrylate-methacrylic acid)(2) core-shell emulsion polymers. Part I. Synthesis and colloidal characterization*”. Colloid Polym Sci. vol 269:812-824
13. Malcolm, P. S. 2007. “*Polymer Chemistry : An Introduction, diindonesiakan oleh Lis Sopyan*”. PT Pradnya Paramita: Jakarta
14. Pramauro, E.; Pelezetti, E, *et al.* 1996. “*Surfactan in Analytical Chemistry: Applications of Organized Amphiphilic Media*”. Elsevier Science: Amsterdam
15. Urban, D.; Takamura, K. 2002. “*Polymer Dispersions and Their Industrial Applications*”. Germany: Wiley-VCH
16. <http://www.dow.com/acrylic/products/gma.html>  
(8 Oktober 2011, pukul 13.10 WIB)
17. <http://www.physchem.ox.ac.uk/MSDS/ME/butylacrylic.html>,  
(8 Oktober 2011, pukul 13.20 WIB)
18. <http://www.physchem.ox.ac.uk/MSDS/ME/styrene.html>  
( 8 Oktober 2011, pukul 14.12 WIB)
19. <http://datasheets.scbt.com/sc-203401.pdf>  
(8 Oktober 2011, pukul 20.55 WIB)
20. <http://www.chemicaland21.com/industrialchem/inorganic/ammonium%20persulfate.htm>.  
(12 Oktober 2011, pukul 19.15 WIB)
21. <http://pubs.acs.org/10.1021/bk-1992-0492.ch001>  
(28 Oktober 2011, pukul 18.35 WIB)
22. Yang, W., *et al.* 1999. “*Dispersion Copolymerization of Styrene and Glycidyl Metakrylate in Polar Solvents*”. Colloid Polym Sci 277: 446-451
23. [www.mansfield.ohio-state.edu/.../biol1015.htm](http://www.mansfield.ohio-state.edu/.../biol1015.htm).  
(28 Oktober 2011, pukul 11.15 WIB)

24. Snuparek, Jr, J., Kleckova, Z. 1984. “*Some Factors Effecting The Particle Growth in Semicontinuous Emulsion Polymerization of Acrylic Monomers*”. J. Appl. Polymer Sci. 29. 1-11
25. De La Rosa et al. 1999. “*Emulsion Polymerization of Styrene Using Reaction Calorimeter. III. Effect of Initial Monomer/Water Ratio.*”. Polym Sci. Chem, Polymer 37: 4073-4089
26. 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
27. Malvern Instrument Ltd. 2003. “*Zetasizer Nano Series User Manual*”. United Kingdom
28. Schmidt-Thummes, J. E. Schwarzenbach, D.I.Lee in. 2002. “*Polymer Dispersion and Their Industrial Applications*”, Urban, D, Takamura K, (Eds). Wiley-VCH Verlag GmbH, Weinhe
29. Andika, C. 2008. “*Studi Polimerisasi Core Stirena dengan teknik seeding : Pengaruh Konsentrasi Surfaktan SLS dan Konsentrasi Monomer Stirena pada Seeding Terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran partikel*”. Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI
30. Abdullah, I. 2007. “*Studi Polimerisasi Core-Shell Metil Metakrilat-Butil Akrilat: Pengaruh Konsentrasi Monomer, Jenis dan Komposisi Inisiator terhadap Ukuran Partikel dan Indeks Polidispersitas.*” Karya Utama Sarjan Departemen Kimia: FMIPA UI
31. Sudjadi. 1983. “*Penentuan Struktur Senyawa Organik*”. Ghalia Indonesia: Jakarta
32. Williams, H. D., I. Flemming. 1980. “*Spectroscopic Methods in Organic Chemistry*”. McGraw-Hill Book Company: UK
33. Enggrit K, D. 2009. ”*Polimerisasi Core-Shell Metil Metakrilat-Butil Akrilat: Pengaruh Pengikat Silang, Suhu Polimerisasi dan Konsentrasi Monomer Terhadap Distribusi Ukuran Partikel*”. Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI
34. <http://www.physchem.ox.ac.uk/MSDS/ME/sodiumlaurylsulphate.html>.  
( 29 Oktober 2011, pukul 19.27 WIB)

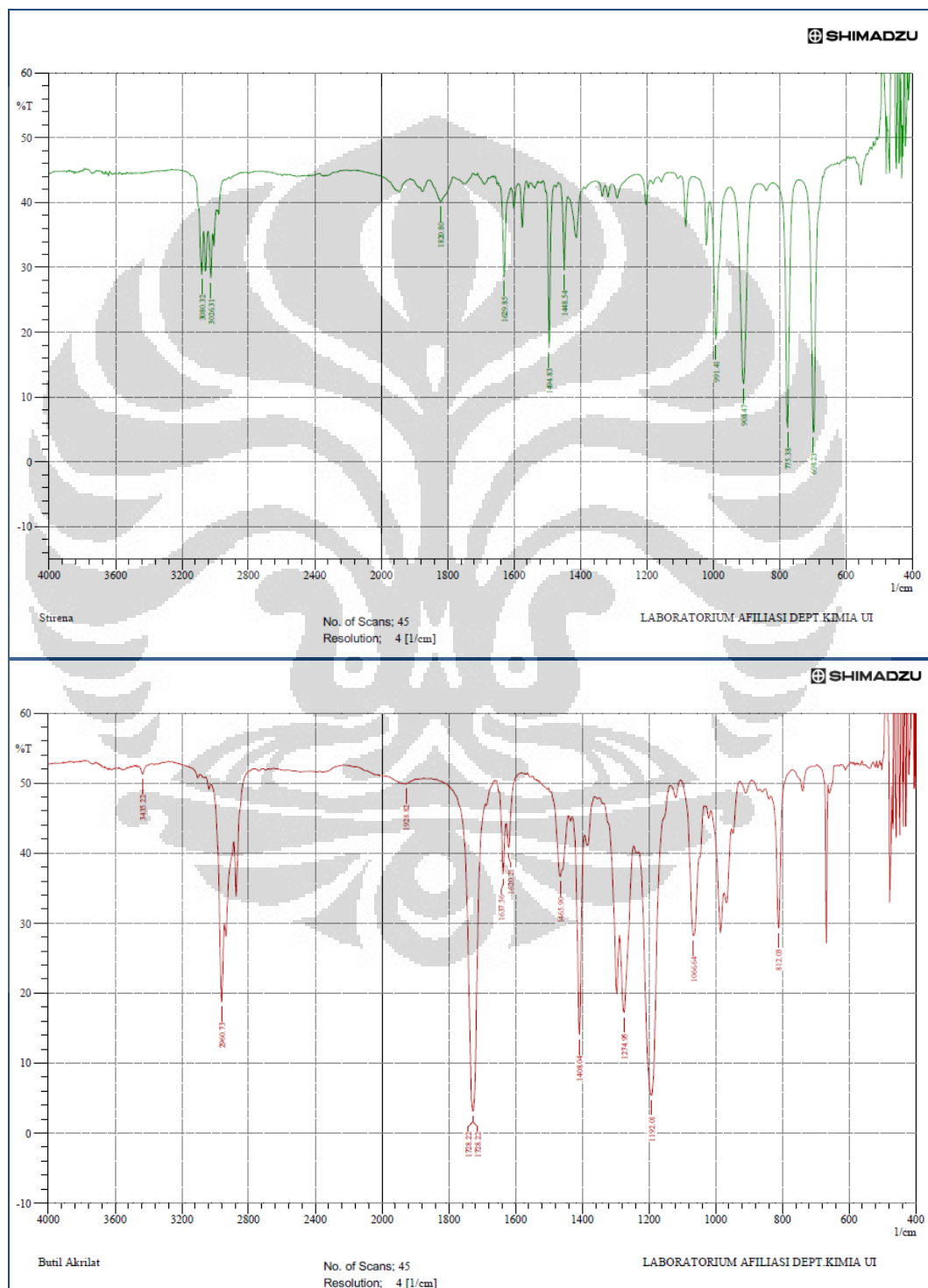
35. Anon., "*Instruction Manual Malvern Zeta Sizer*", Biotech, Germany, 2005, p. 132.
36. Fried, J. R. 1986. "*Polymer Science and Technology*". Prentice Hall PTR: New Jersey
37. Hendry. 2007. "*Pengaruh Jenis Inisiator dan konsentrasi monomer Terhadap Ukuran dan Distribusi ukuran partikel pada polimerisasi core-shell stirena-butil akrilat*". Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI
38. Odian, G. et al. 1991. "*Principles of Polymerization. A Willey-interscience publication, John Wiley & Sons*". New York: iv + 812 hlm
39. 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
40. Yulizar, Yoki dkk. 2005. "*Diktat Kuliah Kimia Permukaan*". Depok: Departemen Kimia FMIPA UI



## LAMPIRAN

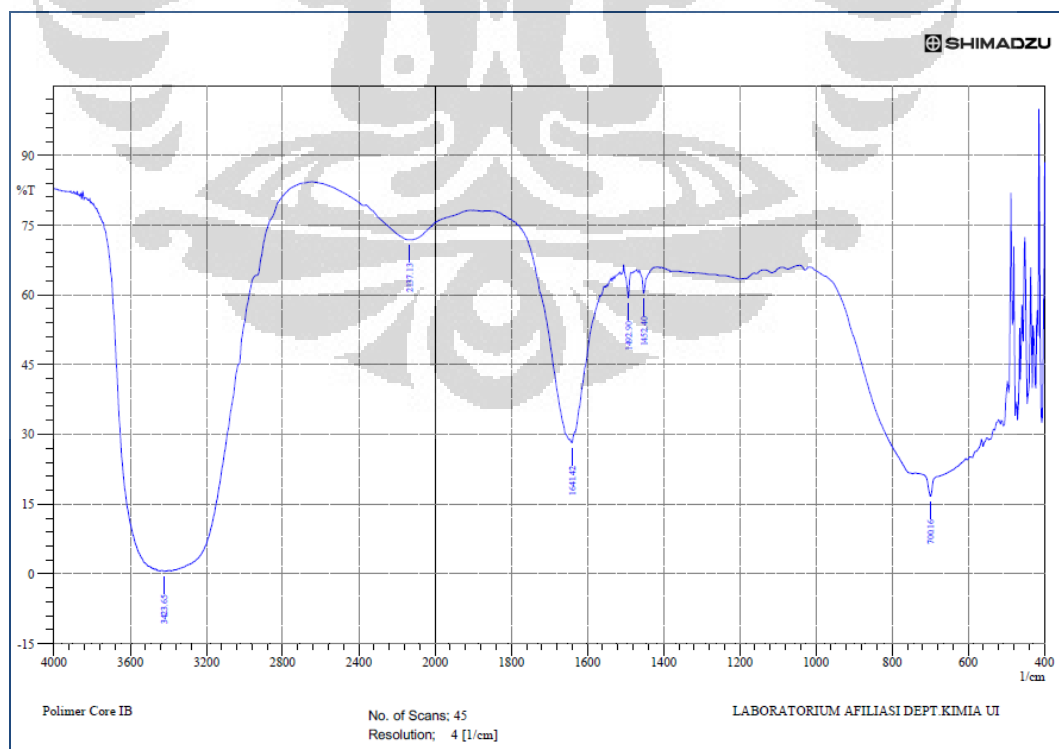
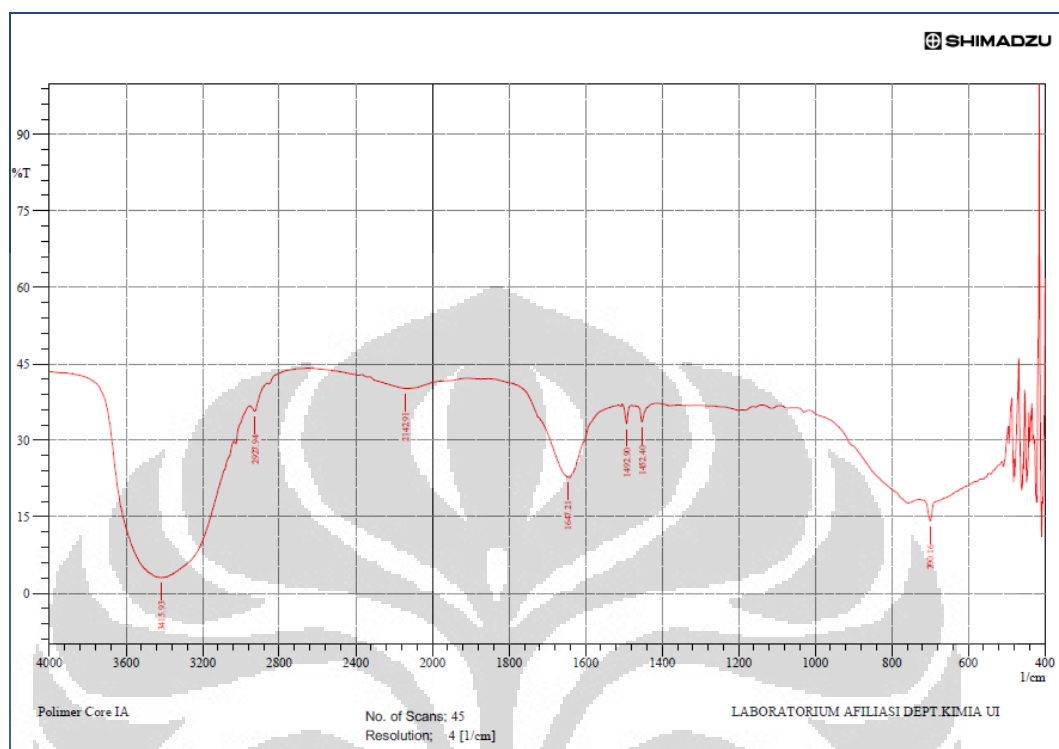
### LAMPIRAN 1: Spektra FT-IR

#### A. Standart Monomer

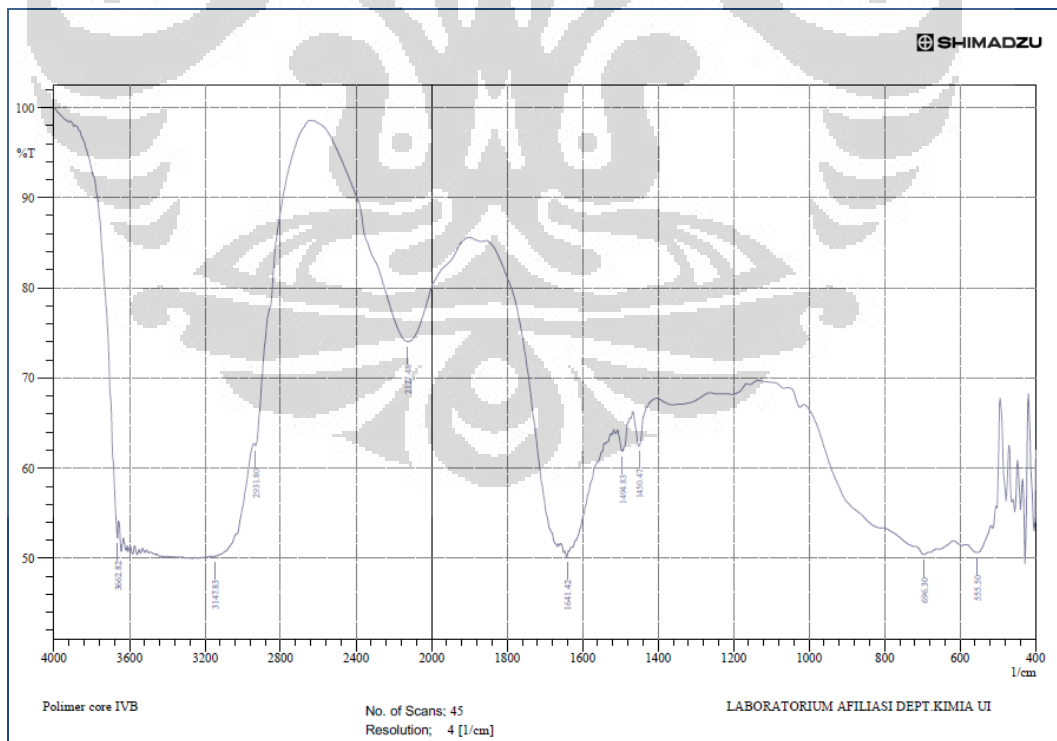
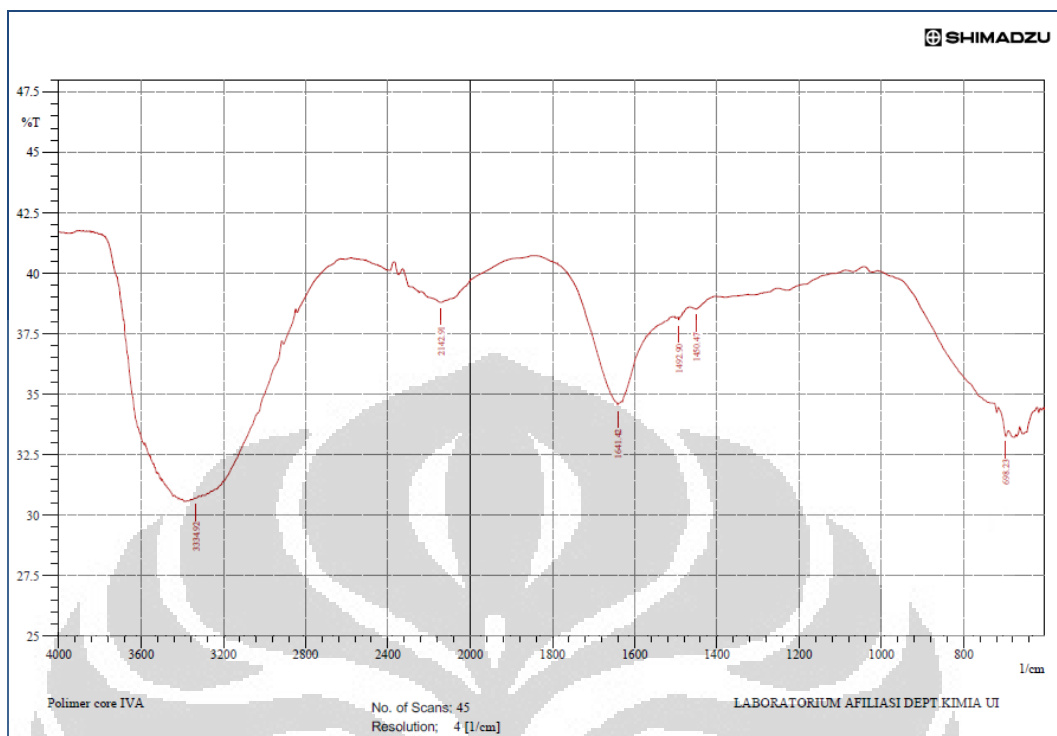


(Lanjutan)

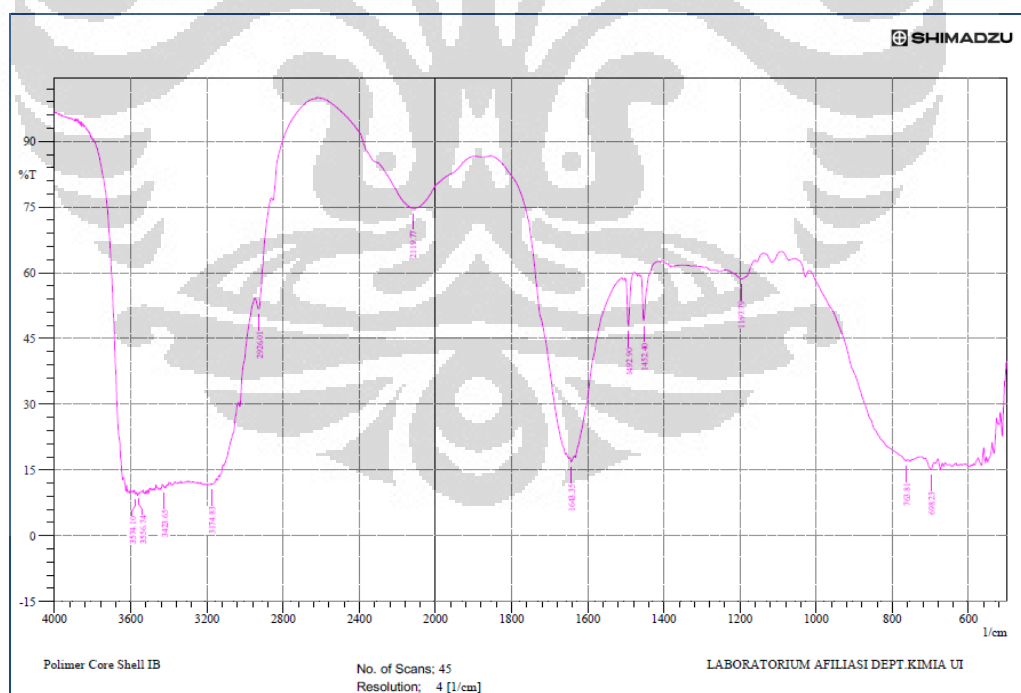
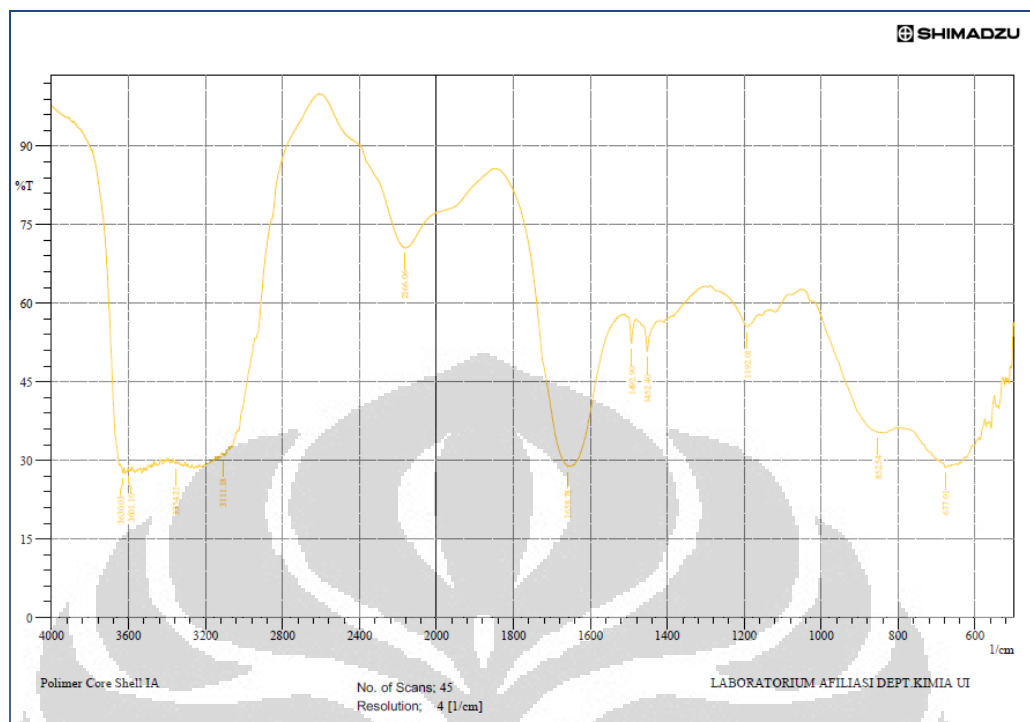
## B. Polimer Core Stirena



(Lanjutan)



(Lanjutan)

C. Polimer *Core-Shell* Stirena-Butil AkrilatLAMPIRAN 2: Tabel Formulasi Polimerisasi *Core* Stirena dan *Core-Shell* Stirena-Butil Akrilat

| No. | Formula | Core    |         | Core-Shell |               |        |                   |          |
|-----|---------|---------|---------|------------|---------------|--------|-------------------|----------|
|     |         |         |         | Seed       | Pre-emulsi    |        | Larutan Inisiator |          |
| 1   | IA      | Stirena | 84,4 g  | 200 g      | Butil Akrilat | 3,14 g | APS               | 0,0126 g |
|     |         | GMA     | 9,6 g   |            |               |        | Air               | 8 g      |
|     |         | SLS     | 1,17 g  |            |               |        |                   |          |
|     |         | APS     | 0,345 g |            |               |        |                   |          |
|     |         | NaOH    | 0,135 g |            |               |        |                   |          |
|     |         | Air     | 402,4 g |            |               |        |                   |          |
| 2   | IB      | Stirena | 84,4 g  | 200 g      | Butil Akrilat | 3,14 g | NaPS              | 0,0126 g |
|     |         | GMA     | 9,6 g   |            |               |        | Air               | 8 g      |
|     |         | SLS     | 1,17 g  |            |               |        |                   |          |
|     |         | NaPS    | 0,345 g |            |               |        |                   |          |
|     |         | NaOH    | 0,135 g |            |               |        |                   |          |
|     |         | Air     | 402,4 g |            |               |        |                   |          |
| 3   | IVA     | Stirena | 84,4 g  |            |               |        |                   |          |
|     |         | SLS     | 1,17 g  |            |               |        |                   |          |
|     |         | APS     | 0,345 g |            |               |        |                   |          |
|     |         | NaOH    | 0,135 g |            |               |        |                   |          |
|     |         | Air     | 402,4 g |            |               |        |                   |          |
| 4   | IVB     | Stirena | 84,4 g  |            |               |        |                   |          |
|     |         | SLS     | 1,17 g  |            |               |        |                   |          |
|     |         | NaPS    | 0,345 g |            |               |        |                   |          |
|     |         | NaOH    | 0,135 g |            |               |        |                   |          |
|     |         | Air     | 402,4 g |            |               |        |                   |          |

### LAMPIRAN 3: Perhitungan Kandungan Padatan Teoritis

|                              |
|------------------------------|
| <b>Universitas Indonesia</b> |
|------------------------------|



Kandungan padatan teoritis

$$= \text{berat monomer} + \text{berat surfaktan} + \text{berat inisiator} + \text{berat NaOH}$$

% Kandungan padatan teoritis

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

Contoh perhitungan untuk formula *core C IA* :

Berat monomer stirena = 86,4 g

Berat monomer butil akrilat = 3,14 g

Berat monomer glisidil metakrilat = 9,6 g

Berat surfaktan (SLS) = 1,17 g

Berat inisiator (APS) = 0,3576 g

Berat NaOH =  $\frac{0,135 \text{ g}}{100,8026 \text{ g}} +$

Berat air demineral =  $\frac{410,4 \text{ g}}{511,2026 \text{ g}} +$

Total formula polimerisasi = 511,2026 g

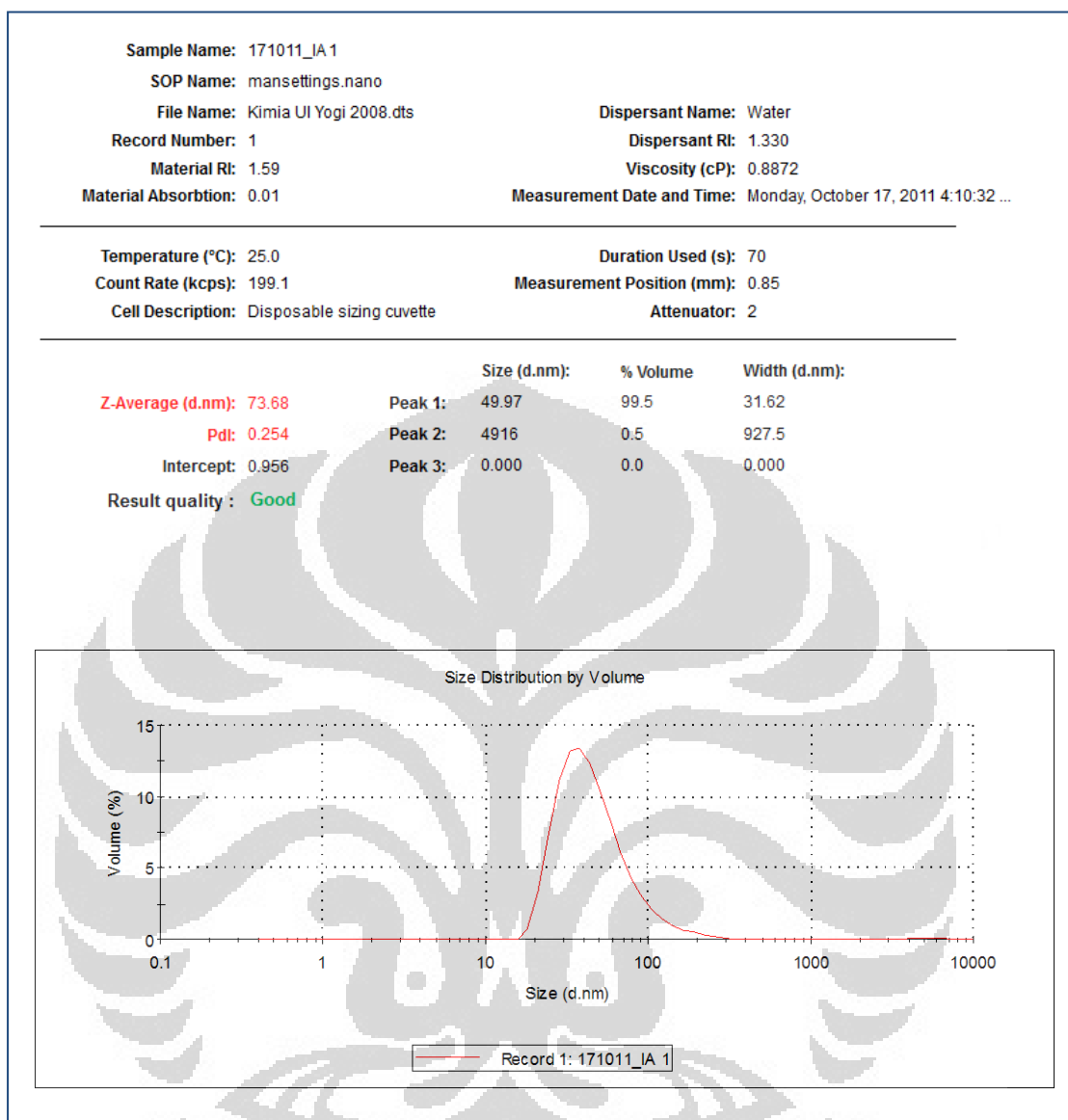
➤ % Kandungan padatan teoritis =  $(100,8026 \text{ g} / 511,2026 \text{ g}) \times 100\%$   
= 19,72 %

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

=  $\frac{12,208 \text{ \%}}{19,72 \text{ \%}} \times 100 \%$

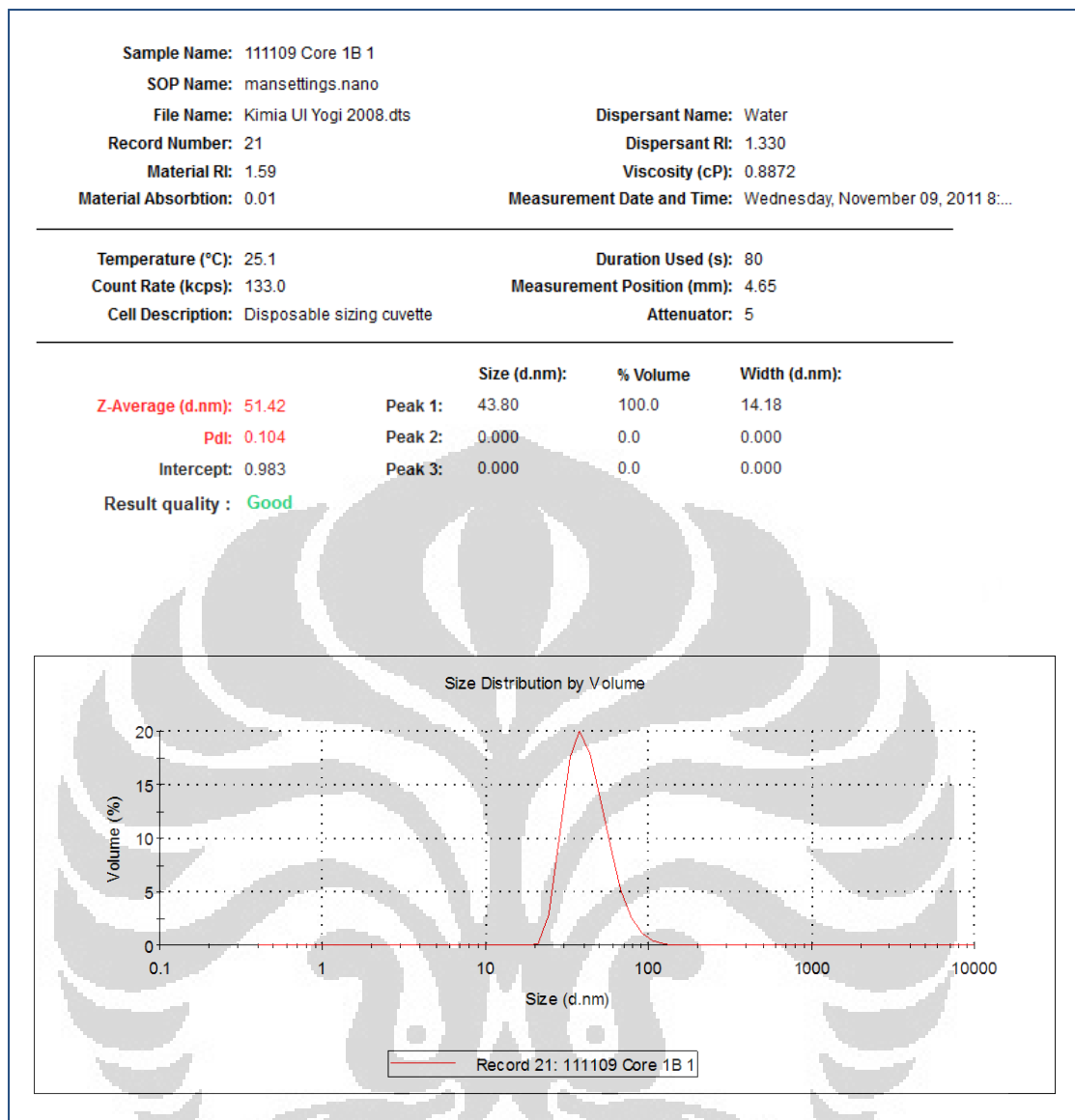
= 61,90 %

#### LAMPIRAN 4: Data Pengukuran Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel Dengan PSA



Core C IA

(Lanjutan)



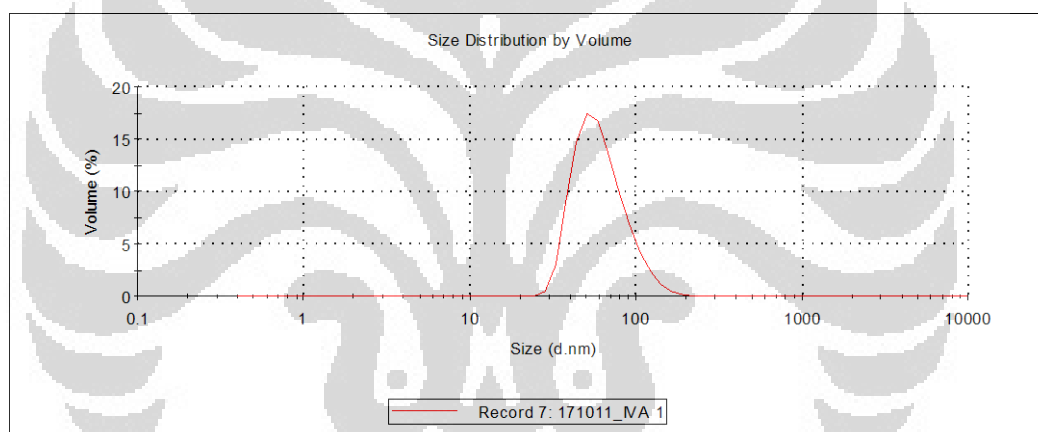
Core C IB

(Lanjutan)

**Sample Name:** 171011\_IVA 1  
**SOP Name:** mansettings.nano  
**File Name:** Kimia UI Yogi 2008.dts  
**Record Number:** 7  
**Material RI:** 1.59  
**Material Absorbtion:** 0.01  
**Dispersant Name:** Water  
**Dispersant RI:** 1.330  
**Viscosity (cP):** 0.8872  
**Measurement Date and Time:** Monday, October 17, 2011 4:59:52 ...

**Temperature (°C):** 25.0  
**Count Rate (kcps):** 228.8  
**Cell Description:** Disposable sizing cuvette  
**Duration Used (s):** 70  
**Measurement Position (mm):** 0.85  
**Attenuator:** 2

|                                | Size (d.nm):         | % Volume | Width (d.nm): |
|--------------------------------|----------------------|----------|---------------|
| <b>Z-Average (d.nm):</b> 74.36 | <b>Peak 1:</b> 63.10 | 100.0    | 23.66         |
| <b>Pd:</b> 0.115               | <b>Peak 2:</b> 0.000 | 0.0      | 0.000         |
| <b>Intercept:</b> 0.954        | <b>Peak 3:</b> 0.000 | 0.0      | 0.000         |
| <b>Result quality:</b> Good    |                      |          |               |



Core C IVA

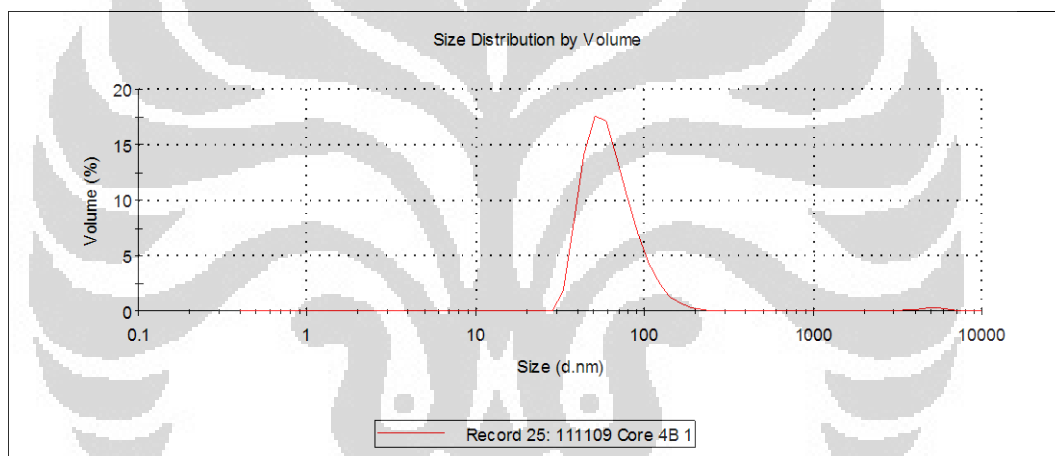
(Lanjutan)

**Sample Name:** 111109 Core 4B 1  
**SOP Name:** mansettings.nano  
**File Name:** Kimia UI Yogi 2008.dts  
**Record Number:** 25  
**Material RI:** 1.59  
**Material Absorbtion:** 0.01  
**Dispersant Name:** Water  
**Dispersant RI:** 1.330  
**Viscosity (cP):** 0.8872  
**Measurement Date and Time:** Wednesday, November 09, 2011 9:...

**Temperature (°C):** 25.0  
**Count Rate (kcps):** 371.3  
**Cell Description:** Disposable sizing cuvette  
**Duration Used (s):** 60  
**Measurement Position (mm):** 1.05  
**Attenuator:** 5

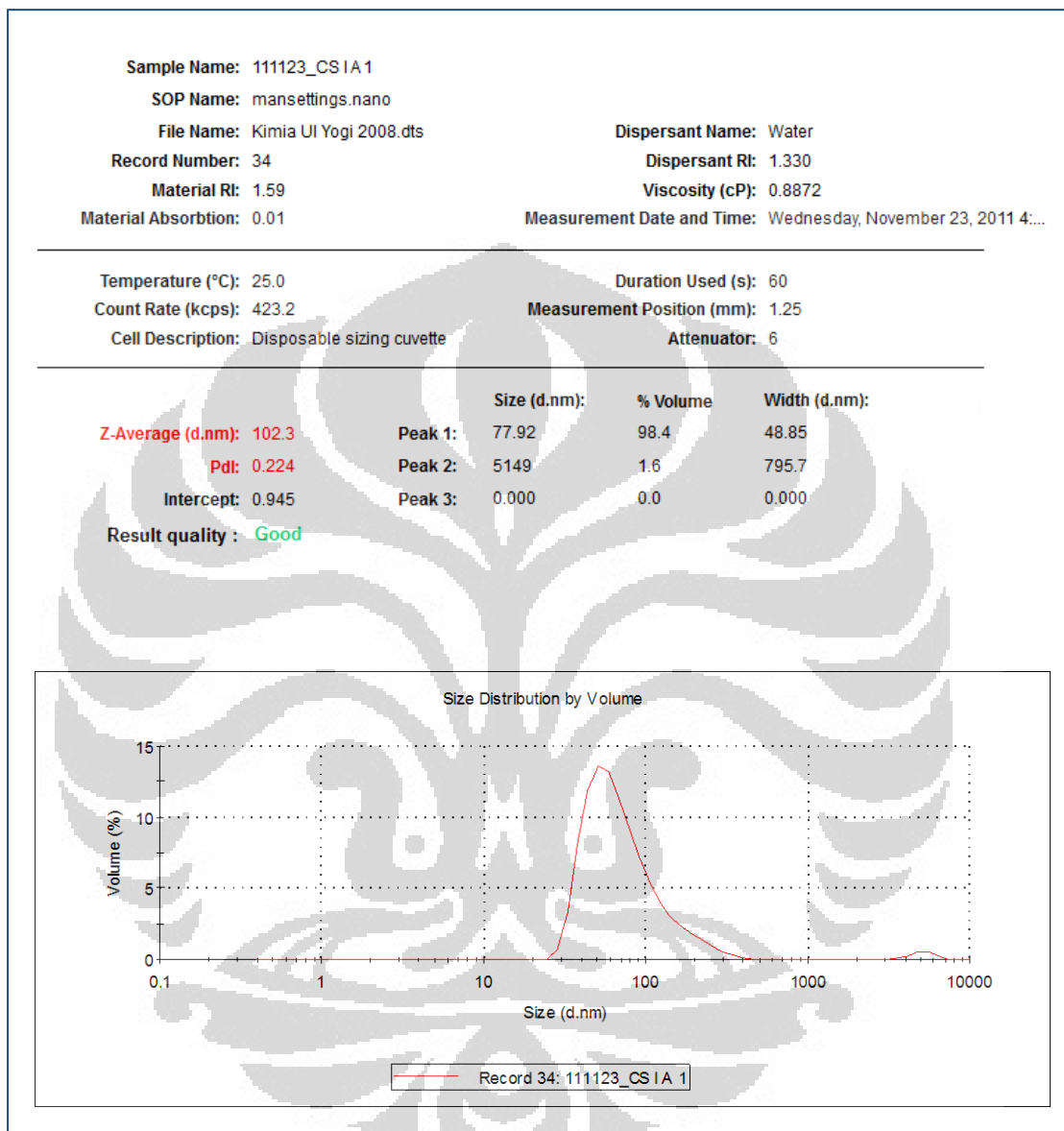
|                                | Size (d.nm):  | % Volume | Width (d.nm): |
|--------------------------------|---------------|----------|---------------|
| <b>Z-Average (d.nm):</b> 79.65 | Peak 1: 65.00 | 98.8     | 25.13         |
| <b>Pdl:</b> 0.163              | Peak 2: 4916  | 1.2      | 924.2         |
| <b>Intercept:</b> 0.953        | Peak 3: 0.000 | 0.0      | 0.000         |

Result quality : **Good**



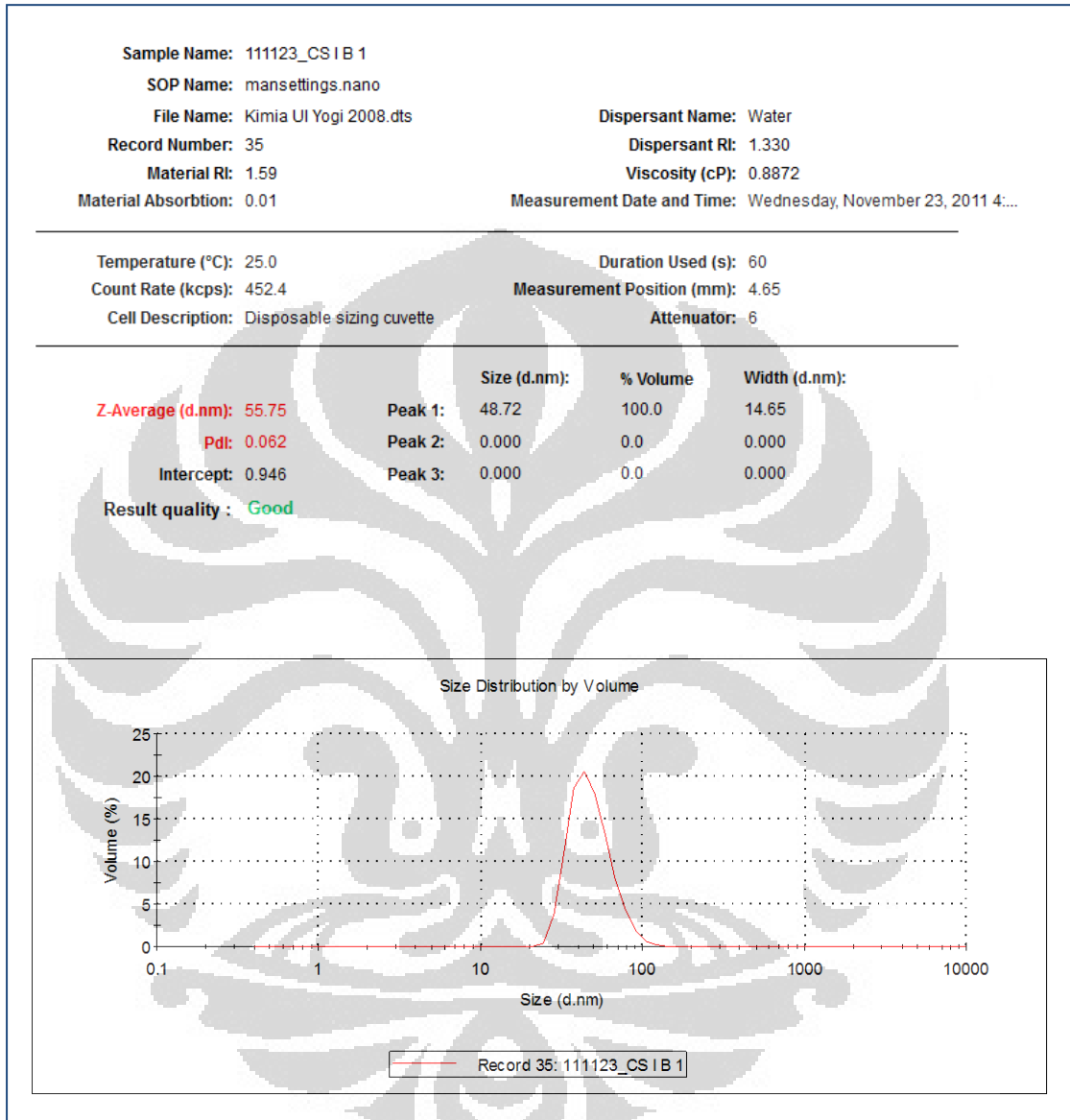
Core C IVB

(Lanjutan)

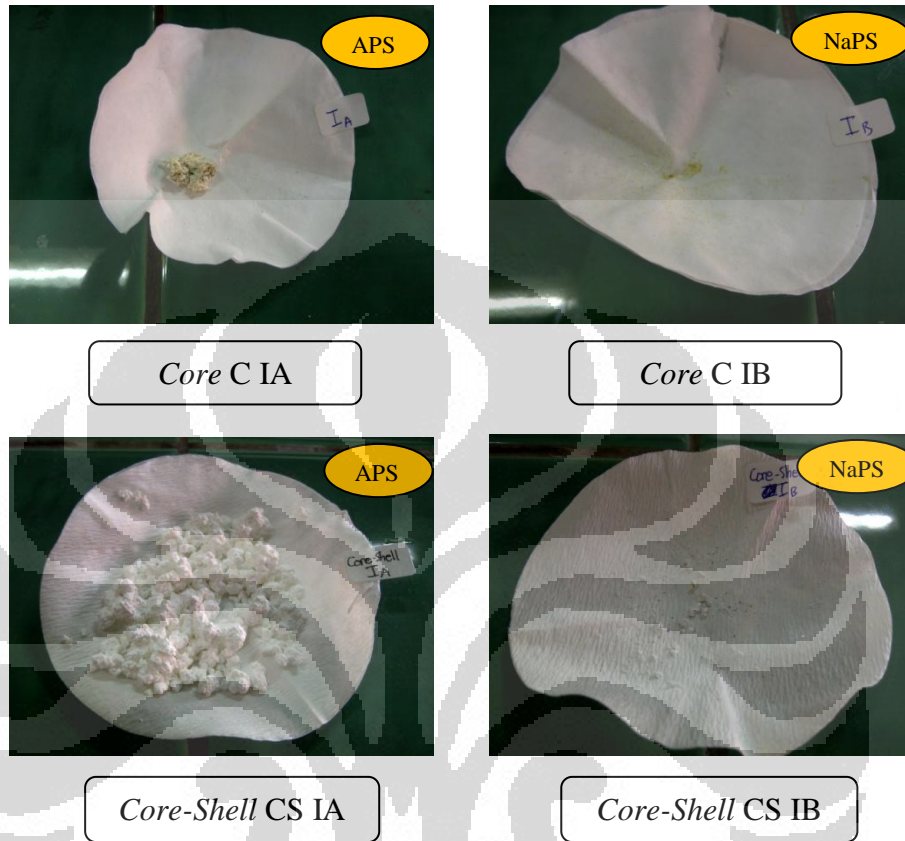


*Core-Shell CS IA*

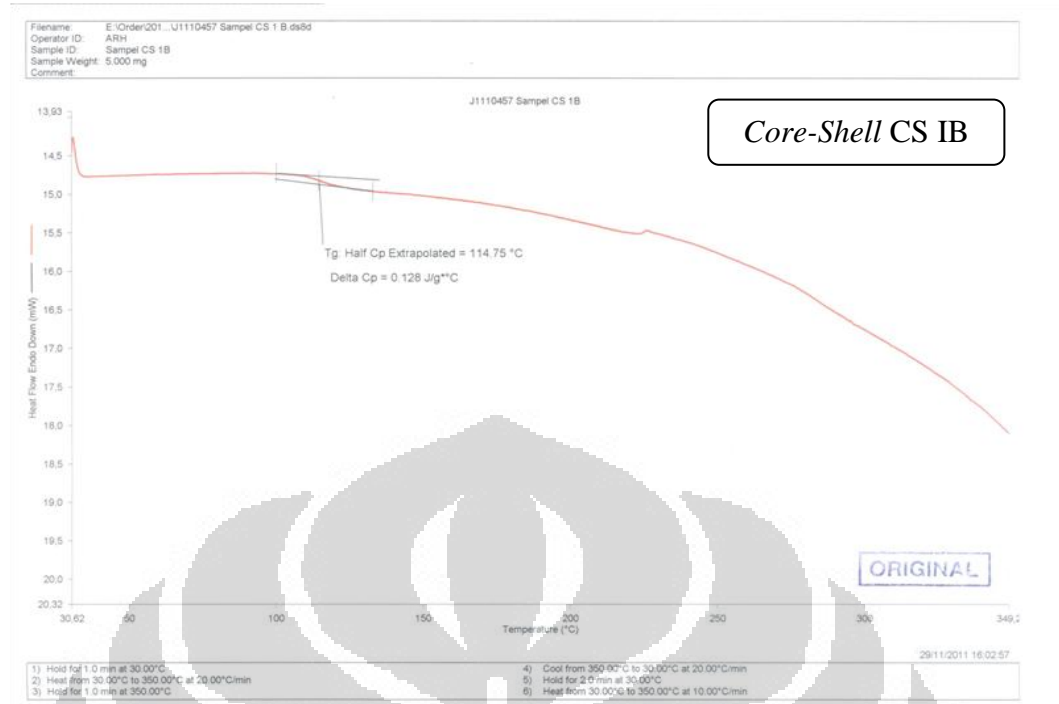
(Lanjutan)



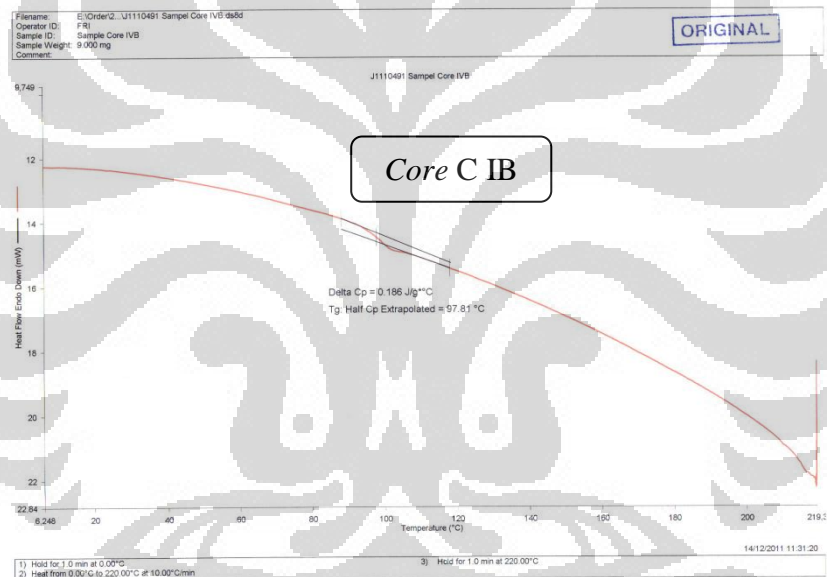
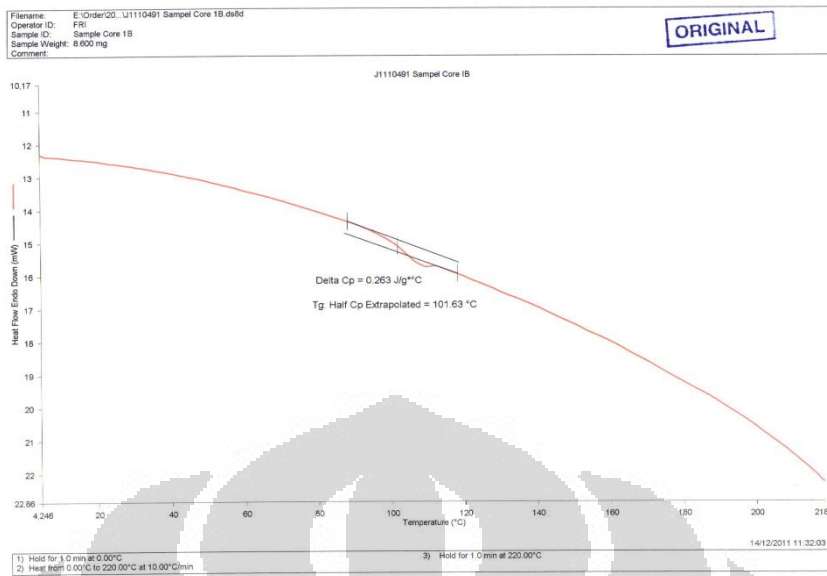
*Core-Shell CS IB*

**LAMPIRAN 5: Gambar Grid Hasil Polimerisasi****LAMPIRAN 6: Kurva DSC Polimer Core-Shell Stirena-BA dan Core Stirena**





(Lanjutan)

**Core C IVB**

### LAMPIRAN 7: Perhitungan Temperatur Gelas (Tg) Teoritis

Nilai Tg teoritis dihitung mengikuti persamaan Fox :

$$\frac{1}{T_g} = \frac{W_1}{T_{g1}} + \frac{W_2}{T_{g2}} + \dots$$

Dimana, Tg = Transisi gelas kopolimer

Tg<sub>1</sub> = Transisi gelas komonomer 1

W = Fraksi berat monomer terhadap monomer total

Tg teoritis dalam penelitian ini :

Contoh digunakan formula CS IB,

$$W_1 = W \text{ stirena} = \frac{84.4 \text{ g}}{87.5496 \text{ g}} = 0.9640, T_{g1} = 373 \text{ K}$$

$$W_2 = W \text{ butil akrilat} = \frac{3.14 \text{ g}}{87.5496 \text{ g}} = 0.0359, T_{g2} = 219 \text{ K}$$

$$W_3 = W \text{ glisidil metakrilat} = \frac{9.6 \text{ g}}{87.5496 \text{ g}} = 0.1096, T_{g3} = 348 \text{ K}$$

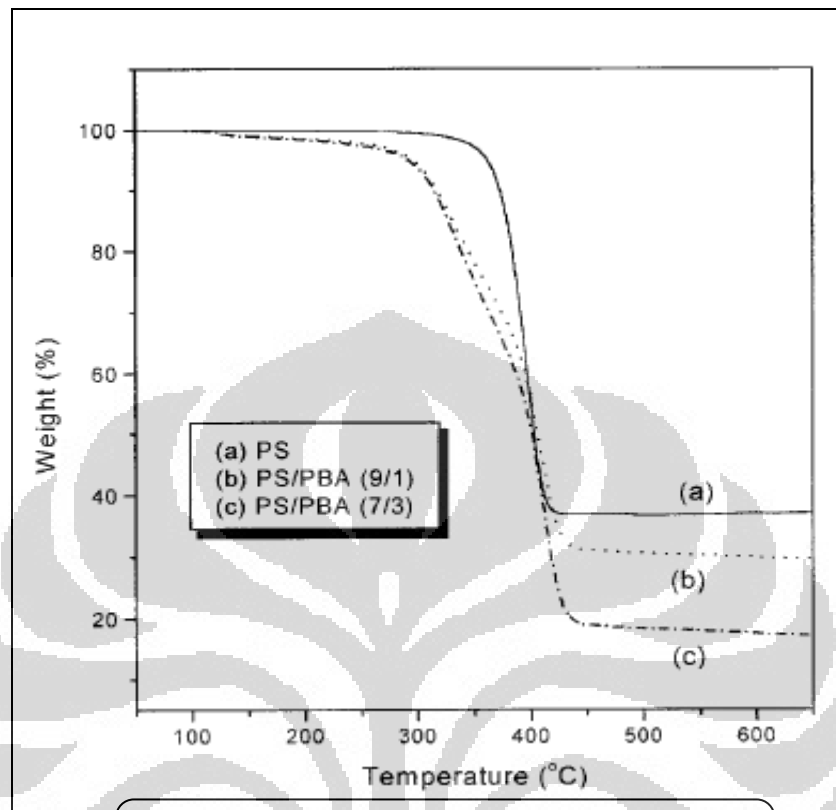
$$\frac{1}{T_g} = \frac{W_1}{T_{g1}} + \frac{W_2}{T_{g2}} + \frac{W_3}{T_{g3}}$$

$$1/T_g = 0.0026 + 0.0002 + 0.0003$$

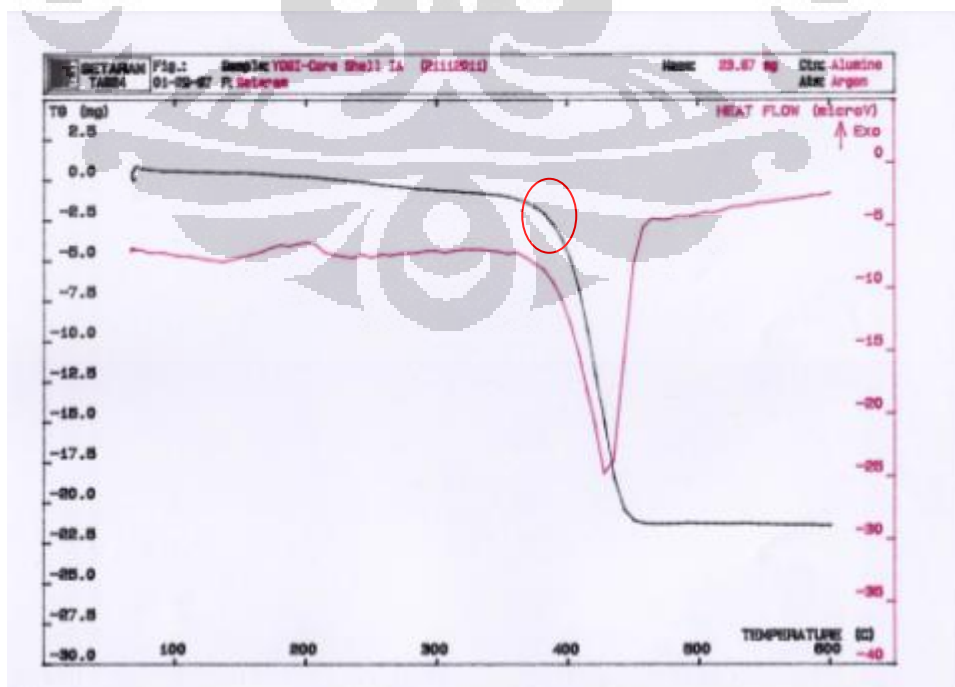
$$T_g = 322.58 \text{ K}$$

$$T_g \text{ teoritis} = 49.58 \text{ }^\circ\text{C}$$

LAMPIRAN 8: Hasil Pengukuran TGA Polimer *Core-Shell* Stirena-Butil Akrilat

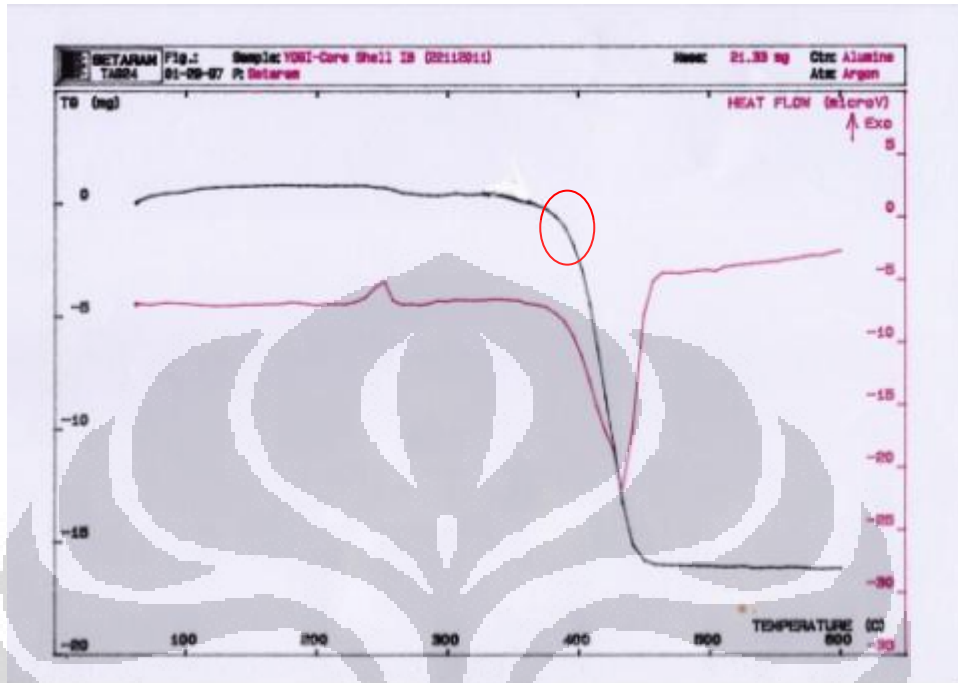


Termogram TGA polimer *core-shell* stirena-butil akrilat hasil penelitian Kim, S. H *et al* <sup>[12]</sup>



*Core-Shell CS IA*

(Lanjutan)



Core-Shell CS IB