



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI POLIMERISASI ANTARMUKA TERHADAP
DISTRIBUSI UKURAN PARTIKEL MIKROKAPSUL
POLIURETAN BERBASIS GLISEROL**

TESIS

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Magister Sains**

**EVI TRIWULANDARI
0906577242**

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

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Evi Triwulandari
NPM : 0906577242
Tanda Tangan : 
Tanggal : 5 Januari 2012

HALAMAN PENGESAHAN

Tesis ini diajukan oleh :
Nama : Evi Triwulandari
NPM : 0906577242
Program Studi : Magister Ilmu Kimia
Judul Tesis : Studi Polimerisasi Antarmuka Terhadap Distribusi
Ukuran Partikel Mikro kapsul Poliuretan Berbasis
Gliserol

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

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Emil Budianto (.....)

Pembimbing : Dr. Agus Haryono (.....)

Penguji : Dr. Widayanti Wibowo (.....)

Penguji : Dr. Yoki Yulizar (.....)

Penguji : Dr. Herry Cahyana (.....)

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 5 Januari 2012

KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan kepada Allah SWT, karena atas berkat dan rahmat-Nya, saya dapat menyelesaikan tesis ini. Penulisan tesis ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Magister Sains Jurusan Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

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

1. Dr. Emil Budiarto selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran untuk mengarahkan, membimbing penulis dalam penelitian dan penyelesaian tesis ini;
2. Dr. Agus Haryono selaku pembimbing yang telah memberikan waktu, tenaga dan pikirannya dalam membimbing penulis dalam penelitian.
3. Dr. Endang Saefudin dan Dr. Asep Saefumillah, M. Si, selaku Ketua dan Sekretaris Program Studi beserta seluruh staf pengajar pascasarjana Ilmu Kimia
4. Dr. Hery Cahyana, selaku pembimbing akademik yang telah memberikan saran selama mengikuti perkuliahan dan menyelesaikan penelitian ini.
5. Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) yang telah memberikan beasiswa kepada penulis sehingga dapat diberi kesempatan untuk menyelesaikan pendidikan S2.
6. Dr. Linar Zalarin Udin, selaku Pimpinan Pusat Penelitian Kimia LIPI yang telah memberikan izin kepada penulis untuk melakukan penelitian dan menggunakan fasilitas alat di Laboratorium Polimer, Pusat Penelitian Kimia LIPI Serpong.
7. Keluarga tercinta, Suami “Ayotollah Khomini”, anak-anakku “Nailah Luthfiah Khumaini dan Nadhifah Hafsyah Khumaini”, Ibunda dan Ayahanda serta kakak-kakak saya yang telah memberikan doa, dukungan

spiritual, materiil dan pengertiannya selama masa perkuliahan dan penyelesaian tesis ini;

8. Teman-teman seperjuangan, para mahasiswa S2 angkatan 2009, terutama teh Sofa, mba Muryeti, mba Tanti, mba Ellya, Nurul, Shafa, mba Dyah, mba Dwi, dan Desti yang telah memberikan dukungannya;
9. Para karyawan Departemen Kimia, Bapak Hadi dan administrasi Departemen Kimia-UI, yang telah memberikan bantuannya;
10. Teman-teman di laboratorium polimer Pusat Penelitian Kimia, Bu Dewi, mba Mamie, Ghozali, Randy, Amanda, Teh Yeni, dan Yuli yang telah memberikan bantuan dan waktunya untuk diskusi.
11. Semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian tesis ini.

Akhir kata, saya berharap semoga Tuhan Yang Maha Esa berkenan membalas segala amal kebaikan semua pihak yang telah membantu, membimbing, dan memberikan dukungannya. Semoga tesis ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu kimia.

Penulis

2012

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

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

Nama : Evi Triwulandari
NPM : 0906577242
Program Studi : Magister Ilmu Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Tesis

demikian pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :
Studi Polimerisasi Antarmuka Terhadap Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan Berbasis Gliserol
berserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan memublikasikan tugas akhir 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 : 5 Januari 2012
Yang menyatakan


(Evi Triwulandari)

ABSTRAK

Nama : Evi Triwulandari
Program Studi : Magister Ilmu Kimia
Judul : Studi Polimerisasi Antarmuka Terhadap Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan Berbasis Gliserol

Studi polimerisasi antarmuka terhadap distribusi ukuran partikel dalam pembuatan mikrokapsul poliuretan telah dilakukan dengan memvariasi beberapa parameter diantaranya yaitu waktu pengadukan, kecepatan pengadukan, konsentrasi surfaktan dan perbandingan rasio monomer isosianat dan polioliol (rasio NCO/OH). Polimerisasi antarmuka merupakan reaksi polikondensasi antara dua reaktan pada antarmuka yang merupakan dua cairan yang tidak saling larut untuk membentuk film polimer yang menyalut (mengkapsulasi) fasa terdispersi. Dalam penelitian ini, monomer/reaktan tidak saling larut yang digunakan yaitu toluena diisosianat (sebagai monomer larut minyak) dan gliserol (sebagai monomer larut air). Karakterisasi terhadap produk mikrokapsul dilakukan dengan analisa *particle size* (untuk mengetahui distribusi ukuran partikel mikrokapsul), penentuan persen konversi, spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infra Red*), dan analisa struktur morfologi mikrokapsul poliuretan dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*). Variasi waktu pengadukan yang digunakan yaitu 20, 30, 40, 50 dan 60 menit. Dari hasil penelitian menunjukkan bahwa semakin lama waktu pengadukan maka distribusi ukuran partikel yang dihasilkan semakin sempit. Demikian halnya pada pengaruh variasi kecepatan pengadukan (8000 rpm, 9500 rpm dan 13.500 rpm) menunjukkan semakin besar kecepatan pengadukan maka distribusi ukuran partikel mikrokapsul yang dihasilkan juga semakin sempit. Berbeda dengan kedua parameter di atas pengaruh variasi konsentrasi surfaktan (0,11%, 0,22%, 0,33% dan 0,44%) menunjukkan semakin besar konsentrasi surfaktan maka distribusi ukuran partikel mikrokapsul semakin lebar. Pada variasi rasio monomer menunjukkan bahwa rentang ukuran partikel terkecil dihasilkan pada rasio NCO/OH = 1 dan rentang ukuran partikel terbesar dihasilkan oleh rasio NCO/OH = 1,5. Kondisi proses polimerisasi antarmuka yang memberikan distribusi ukuran partikel paling sempit yaitu ditunjukkan pada kecepatan pengadukan selama 60 menit, kecepatan pengadukan 13.500 rpm, konsentrasi surfaktan 0,11% dan rasio NCO/OH = 1.

Kata kunci : polimerisasi antarmuka, distribusi ukuran partikel, mikrokapsul, poliuretan, gliserol
Xii + 67 halaman : 31 gambar; 14 tabel
Daftar Pustaka : 54 (1975-2011)

ABSTRACT

Name : Evi Triwulandari
Program Study : Chemistry
Title : Study on the Interfacial Polymerization toward Particle Size
Distribution of Glycerol-Based Polyurethane Microcapsule

Study on the interfacial polymerization toward the particle size distribution in the formation of polyurethane microcapsules have been carried out by varying several parameters, which were stirring time, stirring speed, surfactant concentration, and ratio between isocyanate monomer and polyol (NCO/OH ratio). Interfacial polymerization is a polycondensation reaction between two reactants at the interface of two immiscible liquids to form polymer film that encapsulates the dispersed phase. The immiscible monomer/reactants that were used in this study were toluene diisocyanate (as an oil-soluble monomer) and glycerol (as a water-soluble monomers). Microcapsule product were characterized with particle size analysis (to determine particle size distribution of microcapsule), determination of percent conversion, FTIR (Fourier Transform Infra Red) Spectroscopy analysis, and morphological structure analysis of polyurethane microcapsule by using SEM (Scanning Electron Microscope). Stirring time was varied for 20, 30, 40, 50 and 60 minutes. The results showed that longer stirring time produced narrower particle size distribution. Similarly, the influence of variations in the stirring speed (8000 rpm, 9500 rpm and 13,500 rpm) showed that higher stirring speed gave narrower particle size distribution of the microcapsules. In contrast to those two parameters, the effect of varying the surfactant concentration (0.11%, 0.22%, 0.33% and 0.44%) showed that increasing surfactant concentration gave wider particle size distribution of the microcapsules. Variation of the monomer ratio showed that the smallest particle size distribution was obtained at the ratio of NCO/OH = 1 and the largest particle size distribution was obtained at the ratio of NCO/OH = 1.5. Process condition of interfacial polymerization which gave the narrowest particle size distribution was at stirring time of 60 minutes, stirring speed of 13,500 rpm, 0.11% concentration of surfactant and NCO/OH ratio = 1.

Key words : interfacial polymerization, particle size distribution,
microcapsule, polyurethane, glycerol
xii+67 pages :31 pictures; 14 tables
Bibliography :54 (1975-2011)

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH.....	vi
ABSTRAK.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
BAB I. PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	5
1.3 Tujuan Penelitian.....	6
1.4 Hipotesis.....	7
1.5 Manfaat.....	7
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA.....	8
2.1 MIKROENKAPSULASI.....	8
2.1.1 Pengertian Mikroenkapsulasi.....	8
2.1.2 Teknik-teknik Mikroenkapsulasi.....	9
2.2 Polimerisasi Antarmuka.....	11
2.2.1 Definisi Polimerisasi Antarmuka.....	11
2.2.2 Perbedaan Metode Polimerisasi Antarmuka dengan Metode Kimia Lain Dalam Pembuatan Mikrokapsul.....	12
2.2.2.1 Polimerisasi Emulsi.....	13
2.2.2.2 Polimerisasi Suspensi.....	13
2.2.3 Tahapan Polimerisasi Antarmuka Dalam Pembuatan Mikrokapsul.....	14
2.2.4 Faktor-faktor Yang Berpengaruh Terhadap Reaksi Polimerisasi Antarmuka.....	17
2.3 Poliuretan.....	18
2.3.1 Sekilas Tentang Poliuretan.....	18
2.3.2 Monomer Penyusun Poliuretan.....	19
2.3.2.1 Isosianat.....	19
2.3.2.2 Polioliol.....	21
2.3.3 Penelitian Tentang Mikrokapsul Poliuretan.....	24
2.4 Karakterisasi Mikrokapsul Poliuretan.....	25
2.4.1 Identifikasi dengan <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR).....	25
2.4.2 Identifikasi Dengan Analisa Ukuran Partikel (Particle Size Analyzier).....	27
2.4.3 Identifikasi Dengan <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)...	28

BAB III. METODE PENELITIAN.....	31
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	31
3.2 Bahan-bahan Penelitian.....	31
3.3 Alat-alat Penelitian.....	32
3.4 Cara Kerja.....	32
3.4.1. Analisa Bilangan Hidroksil (ASTM-D 4274-88).....	32
3.4.2 Koreksi Keasaman atau Kebasaan (ASTM-D 4274-88).....	33
3.4.3 Analisa Kandungan Gugus Isosianat (NCO).....	33
3.4.4 Perhitungan Perbandingan antara Isosianat dan Gliserol (rasio NCO/OH).....	34
3.4.5 Pembuatan Mikrokapsul Poliuretan.....	34
3.4.5.1 Variasi Lamanya Waktu Pengadukan.....	34
3.4.5.2 Variasi Kecepatan Pengadukan.....	36
3.4.5.3 Variasi konsentrasi surfaktan.....	36
3.4.5.4 Variasi Perbandingan Antara Isosianat dan Poliol Yang Digunakan (rasio NCO/OH).....	37
3.4.6 Karakterisasi Produk Mikrokapsul Poliuretan.....	37
3.4.6.1 Persen Konversi.....	37
3.4.6.2 Pengukuran Distribusi Ukuran Partikel.....	38
3.4.6.3 Karakterisasi Dengan Spektrometer FTIR (<i>Fourier Transform Infrared</i>)	38
3.4.6.4 Karakterisasi Dengan Menggunakan <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	39
3.5 Bagan Kerja.....	40
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	41
4.1. Pengaruh Variasi Waktu Pengadukan.....	43
4.2. Pengaruh Kecepatan Pengadukan.....	49
4.3. Pengaruh Konsentrasi Surfaktan.....	54
4.4. Pengaruh Perbandingan Antara Isosianat dan Poliol (Rasio NCO/OH)	61
4.5. Karakterisasi Dengan Spektrometer FTIR (<i>Fourier Transform Infrared</i>).....	65
4.6. Karakterisasi Dengan Menggunakan <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM).....	69
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN.....	71
5.1 Kesimpulan.....	71
5.2 Saran.....	72
DAFTAR PUSTAKA.....	73

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1.	Skematik Mikrokapsul.....	8
Gambar 2.2.	Skematik Polimerisasi Antarmuka Pada Pembuatan Mikrokapsul	11
Gambar 2.3.	Reaksi Antara Klorida Asam Dengan Amina atau Alkohol Dalam Reaksi Schotten Baumann.....	11
Gambar 2.4.	Ilustrasi Skematik Polimerisasi Antarmuka (Reaksi Schotten Baumann).....	12
Gambar 2.5.	Contoh Tahapan Polimerisasi Antarmuka Dalam Pembuatan Mikrokapsul.....	16
Gambar 2.6.	Reaksi pembentukan poliurea (a), poliamida (b) dan poliuretan (c).....	17
Gambar 2.7.	Reaksi Pembentukan Poliuretan.....	18
Gambar 2.8.	Struktur isomer MDI.....	20
Gambar 2.9.	Struktur isomer TDI.....	20
Gambar 2.10.	Struktur Polioliol Paling Sederhana.....	21
Gambar 2.11.	Contoh Struktur Poliester Polioliol (a) dan Polieter Polioliol (b).....	22
Gambar 2.12.	Struktur Gliserol.....	23
Gambar 2.13.	Komponen Dasar Spektrometer FTIR.....	26
Gambar 2.14.	Geometri SEM.....	30
Gambar 3.1.	Skema Pembuatan Mikrokapsul Poliuretan Dengan Variasi Lamanya Waktu Pengadukan.....	35
Gambar 4.1.	Mekanisme Ideal Pembentukan Partikel/Kapsul Melalui Polimerisasi Antarmuka (A dan B monomer komplementer; o material inti (<i>core</i>) yang disalut).....	42
Gambar 4.2.	Pengaruh Waktu Pengadukan Terhadap Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan.....	45
Gambar 4.3.	Proses pengecilan ukuran partikel pada <i>homogenizer rotor Stator</i>	47
Gambar 4.4.	Diagram Pengaruh Waktu Pengadukan Terhadap Persen Konversi.....	49
Gambar 4.5.	Pengaruh Kecepatan Pengadukan Terhadap Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan.....	50
Gambar 4.6.	Pengaruh Kecepatan Pengadukan Terhadap Persen Konversi.....	54
Gambar 4.7.	Stabilisasi Elektrostatik Droplet Emulsi.....	56
Gambar 4.8.	Pengaruh Konsentrasi Surfaktan Terhadap Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan.....	57
Gambar 4.9.	Pengaruh Konsentrasi Surfaktan Terhadap Persen Konversi.....	61
Gambar 4.10.	Pengaruh Rasio NCO/OH Terhadap Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul.....	62
Gambar 4.11.	Pengaruh Rasio NCO/OH Terhadap Persen Konversi.....	65
Gambar 4.12.	Reaksi Pembuatan Mikrokapsul Poliuretan.....	66
Gambar 4.13.	Reaksi Gugus Isosianat dengan Air.....	67
Gambar 4.14.	Reaksi Pembentukan Allophonate.....	67
Gambar 4.15.	Reaksi Pembentukan Biuret.....	67
Gambar 4.16.	Morfologi Mikrokapsul Poliuretan Pada kondisi proses rasio NCO/OH=1, kecepatan pengadukan sebesar 13.500 rpm, waktu pengadukan selama 60 menit dan konsentrasi surfaktan sebesar 0,11%.....	70

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1. Metode Utama Mikroenkapsulasi.....	10
Tabel 2.2. Sifat Fisik 80% isomer 2,4-TDI dan 20% isomer 2,6-TDI.....	21
Tabel 2.3. Sifat fisikokimia gliserol pada suhu 20°C.....	23
Tabel 3.1. Komposisi Bahan Dalam Proses Pembuatan Mikro kapsul Poliuretan Dengan Variasi Konsentrasi Surfaktan.....	36
Tabel 3.2. Komposisi Bahan Dalam Proses Pembuatan Mikro kapsul Poliuretan Dengan Variasi Rasio NCO/OH	37
Tabel 4.1. Pengaruh Waktu Pengadukan Terhadap Distribusi Ukuran Partikel Mikro kapsul Poliuretan.....	45
Tabel 4.2. Pengaruh Kecepatan Pengadukan Terhadap Distribusi Ukuran Partikel Mikro kapsul Poliuretan.....	51
Tabel 4.3. Ukuran Partikel Pada Masing-Masing Puncak Pada Distribusi yang Dihasilkan oleh Konsentrasi Surfaktan 0,11% hingga 0,44%.....	57
Tabel 4.4. Pengaruh Konsentrasi Surfaktan Terhadap distribusi Ukuran Partikel Mikro kapsul Poliuretan.....	58
Tabel 4.5. Data Bilangan Hidroksil dan Kandungan Gugus Isosianat.....	62
Tabel 4.6. Komposisi Bahan Dalam Proses Pembuatan Mikro kapsul Poliuretan Dengan Variasi Rasio NCO/OH	62
Tabel 4.7. Ukuran Partikel Pada Masing-masing Puncak pada Distribusi yang Dihasilkan oleh rasio NCO/OH.....	64
Tabel 4.8. Pengaruh Rasio NCO/OH Terhadap Distribusi Ukuran Partikel Mikro kapsul.....	65
Tabel 4.9. Beberapa pita serapan spektrum FTIR mikro kapsul poliuretan.....	68

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1.	Perhitungan Hasil Analisa Bilangan Hidroksil (OH) Pada Gliserol..... 79
Lampiran 2.	Perhitungan Hasil Analisa Kandungan Gugus Isosianat (NCO) Pada TDI..... 80
Lampiran 3.	Contoh Perhitungan Perbandingan antara Isosianat dan Gliserol (rasio NCO/OH)..... 81
Lampiran 4.	Perhitungan Persen Konversi..... 82
Lampiran 5.	Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan Pada Waktu Pengadukan Selama 20 menit..... 83
Lampiran 6.	Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan Pada Waktu Pengadukan Selama 30 menit..... 84
Lampiran 7.	Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan Pada Waktu Pengadukan Selama 40 menit..... 85
Lampiran 8.	Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan Pada Waktu Pengadukan Selama 50 menit..... 86
Lampiran 9.	Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan Pada Waktu Pengadukan Selama 60 menit, konsentrasi surfaktan 0,11% , rasio NCO/OH =1 dan kecepatan 13.500 rpm..... 87
Lampiran 10.	Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan Pada Kecepatan Pengadukan 8000 rpm... 88
Lampiran 11.	Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan Pada Kecepatan Pengadukan 9500 rpm.... 89
Lampiran 12.	Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan Pada Rasio NCO/OH = 0,5..... 90
Lampiran 13.	Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan Pada Rasio NCO/OH = 1,5..... 91
Lampiran 14.	Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan Pada Rasio NCO/OH = 2..... 92
Lampiran 15.	Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan Pada Konsentrasi Surfaktan 0,22%..... 93
Lampiran 16.	Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan Pada Konsentrasi Surfaktan 0,33%..... 94
Lampiran 17.	Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan Pada Konsentrasi Surfaktan 0,44%..... 95
Lampiran 18.	Hasil Analisa FTIR terhadap produk Mikrokapsul Poliuretan..... 96
Lampiran 19.	Hasil Analisa FTIR terhadap gliserol..... 97
Lampiran 20.	Hasil Analisa FTIR terhadap Toluena Diisosianat (TDI)..... 98

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pelapis (*coating*) merupakan suatu bahan yang diaplikasikan pada suatu permukaan. *Coating* dari bahan polimer memiliki keuntungan diantaranya yaitu bersifat ringan, memiliki stabilitas kimia dan ketahanan kondisi atmosfer yang baik. Namun kelemahannya yaitu apabila polimer tersebut digunakan dalam jangka waktu yang panjang maka daya tahan dan kehandalan bahan polimer tersebut semakin lama menjadi semakin berkurang, sehingga dapat rusak yang disebabkan oleh adanya faktor mekanik, faktor kimia, panas, radiasi sinar UV atau kombinasi antara beberapa faktor tersebut. Faktor-faktor tersebut dapat mengakibatkan terjadinya degradasi komponen polimer sehingga terbentuk retakan pada struktur lapisan *coating* (Wu *et al.*, 2008).

Terbentuknya retakan atau kerusakan kecil pada struktur polimer merupakan hal kritis dalam aplikasi polimer dan komposit polimer, serta dapat mengurangi masa pemakaiannya. Oleh karena itu perbaikan pada struktur pelapis menjadi penting untuk mengatasi masalah tersebut. Dalam konteks ini, material yang memiliki sifat *self-healing* sangat ideal untuk pemakaian dalam waktu yang lebih lama (Yuan *et al.*, 2008). *Self healing* merupakan kemampuan suatu material untuk menyembuhkan (*heal*), memulihkan atau memperbaiki secara otomatis dan secara otonom tanpa adanya intervensi eksternal (Ghosh, 2009). Pada kondisi alami, proses *self healing* tersebut dapat dijumpai pada manusia dan hewan. Sebagai contoh yaitu pada kasus penyembuhan luka kulit. Luka tersebut dapat terhubung kembali melalui pembekuan fibrin yang disisipi oleh sel inflamasi, fibroblast, dan pleksus kapiler padat dari jaringan baru. Selanjutnya proliferasi fibroblas dengan sintesis kolagen baru dan penataan kembali jaringan bekas luka tersebut menjadi langkah kunci (Yuan *et al.*, 2008). Dari proses *self healing* pada organisme hidup tersebut memicu adanya ide pembuatan *self healing* pada polimer. Pada *self healing* buatan manusia untuk keperluan material *coating* sangat sering tidak dapat melakukan aksi *self healing* tanpa adanya pemicu eksternal (Ghosh, 2009).

Menurut cara penyembuhan (perbaikan), material *self healing* dapat diklasifikasikan ke dalam dua kategori yaitu : (i) *Self healing* intrinsik : memiliki kemampuan untuk memperbaiki retakan oleh polimer itu sendiri tetapi memerlukan stimulasi eksternal (misalnya panas). Pada jenis ini, salah satu contohnya adalah polimer dengan kemampuan *self-healing* berdasarkan ikatan hidrogen. Kerusakan pada struktur diperbaiki dengan memberikan panas sehingga ikatan hidrogen ditata kembali. Sedangkan yang kedua (ii) *self healing* ekstrinsik : matriks polimer tidak dapat memperbaiki strukturnya sendiri sehingga harus ditambah dengan suatu agen *healing* (penyembuh). Suatu agen *healing* harus dienkapsulasi dan ditanam pada matrik polimer tersebut. Ketika retakan merusak kapsul, maka kapsul akan rapuh dan agen *healing* dilepaskan pada daerah retakan tersebut karena adanya efek kapiler dan bereaksi membentuk struktur polimer baru, sehingga kerusakan dapat dikurangi (Yuan *et al.*, 2008). Beberapa jenis agen *healing* yang dapat digunakan pada suatu matrik polimer dalam suatu kapsul diantaranya yaitu *endo*-dicyclopentadiene (*endo*-DCPD), polydimethyl siloxane, katalis dibutyl-tin dilaurat dan monomer diisocyanate (Yang *et al.*, 2008 dan Paul *et al.*, 2009).

Proses enkapsulasi suatu senyawa aktif telah banyak dilaporkan yaitu pada ukuran mikro sehingga lebih dikenal dengan istilah mikroenkapsulasi. Beberapa metode tentang pembuatan mikrokapsul telah banyak dilaporkan, yaitu dapat dilakukan dengan menggunakan metode emulsi, suspensi, semi suspensi, presipitasi, dispersi, polimerisasi antarmuka (*interfacial polymerization*), granulasi, pengeringan semprot (*spray drying*) dan polikondensasi suspensi (Jabbari, 2001). Dari beberapa metode tersebut, metode polimerisasi antarmuka merupakan salah satu metode yang paling layak dan banyak digunakan untuk pembuatan mikrokapsul. Secara umum, prosedur tersebut diawali dengan pembuatan emulsi dari dua fasa yang tidak saling larut, dimana masing-masing mengandung monomer komplementer. Setelah terjadi emulsifikasi, selanjutnya kulit (*shell*) polimer dari mikrokapsul akan terbentuk pada permukaan droplet fasa terdispersi melalui reaksi polikondensasi (Pensé *et al.*, 1994). Pemanfaatan proses pembuatan mikrokapsul ini telah banyak digunakan diantaranya yaitu untuk pelepasan obat secara terus menerus (*drug release*), mempertahankan rasa,

kosmetik, insektisida, material farmasi, bioteknologi, katalis logam anorganik dan lain-lain. Saat ini, telah terjadi perkembangan yang menarik dimana material yang terenkapsulasi telah digunakan untuk penyembuhan (perbaikan) retakan yang terjadi selama pemanfaatan polimer (Suyanarayana *et al.*, 2008).

Penelitian tentang pembuatan pelapis *self healing* berbasis mikroenkapsulasi salah satunya telah dilakukan oleh Cho *et al.* Pada penelitian tersebut dilaporkan bahwa material stabil yang digunakan dalam proses *self healing* yaitu berbasis katalis tin untuk polikondensasi antara polidimetil siloksan yang memiliki ujung hidroksi dengan polidietoksi siloksan. Katalis tin yang digunakan yaitu di-n-butiltin dilaurat (DBTL) yang dienkapsulasi dengan menggunakan mikrokapsul poliuretan. Poliuretan merupakan suatu jenis polimer yang memiliki unit rantai organik yang dihubungkan oleh rantai uretan. Poliuretan dibentuk melalui reaksi antara monomer yang mengandung paling sedikit dua gugus fungsional isosianat dengan monomer lain yang mengandung paling sedikit dua gugus alkohol. Poliuretan merupakan suatu jenis polimer yang murah, mudah dibentuk, dan dapat dibuat oleh manusia. Oleh karena itu poliuretan memiliki potensi besar untuk dapat diaplikasikan dalam kehidupan sehari-hari. Dalam aplikasinya, poliuretan banyak digunakan untuk membuat busa (*foam*), bahan elastomer (karet/plastik), lem, pelapis (*coating*), dan lain-lain (Chattopadhyay, 2007). Seiring dengan berkembangnya teknologi, poliuretan kini telah mulai dikembangkan sebagai dinding penyalut (*shell*) dalam pembuatan mikrokapsul.

Pada penelitian yang dilakukan oleh Cho *et al.*, proses mikroenkapsulasi dilakukan dengan menggunakan metode polimerisasi antarmuka yang diawali dengan pembentukan poliuretan prepolimer terlebih dahulu. Proses pembuatan prepolimer dilakukan dengan mereaksikan Toluena Diisocyanat (TDI) dengan 1,4-butandiol dengan menggunakan pelarut sikloheksanon. Agar terbentuk prepolimer maka dalam hal ini TDI yang ditambahkan dibuat berlebih dengan perbandingan tertentu dengan 1,4-butandiol. Setelah prepolimer terbentuk kemudian dilanjutkan dengan proses mikroenkapsulasi dengan cara melarutkan prepolimer dan katalis DBTL ke dalam pelarut klorobenzen dan ditambah dengan air yang telah berisi arabik gum. Polimerisasi kemudian akan terbentuk setelah ditambah dengan etilen glikol (Cho *et al.*, 2006). Dengan cara yang sama Yang *et al.* juga telah

melakukan mikroenkapsulasi dengan menggunakan poliuretan, yang berbeda yaitu hanya pada agen *healing* yang dienkapsulasi dalam hal ini monomer isosianat yaitu isoporon diisosianat (IPDI) (Yang *et al.*, 2008). Metode mikroenkapsulasi yang digunakan oleh kedua penelitian tersebut mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh Choi *et al.* tentang mikroenkapsulasi pestisida. Dari penelitian tersebut dapat diketahui bahwa kelemahan dari metode tersebut yaitu proses mikroenkapsulasi dilakukan melalui dua tahap sehingga kurang efektif bila digunakan untuk proses produksi dalam skala besar. Selain itu, proses tersebut diawali dengan pembentukan poliuretan prepolimer dengan ujung rantai gugus isosianat. Isosianat merupakan senyawa yang reaktif dan sensitif terhadap kelembaban, sehingga dalam hal ini prepolimer poliuretan yang dihasilkan akan dapat mengeras apabila telah berinteraksi dengan udara terbuka. Oleh karena itu prepolimer poliuretan yang dihasilkan memerlukan perlakuan khusus sebelum dilanjutkan pada proses mikroenkapsulasi.

Sebagai alternatif lain dalam pembuatan mikrokapsul poliuretan dengan metode polimerisasi antarmuka yaitu dengan tanpa melalui pembentukan prepolimer poliuretan (menggunakan bahan awal monomer) seperti yang telah dilakukan oleh Hong *et al.* (1999), Bouchemal *et al.* (2004) dan Jun *et al.* (2007). Tetapi penelitian tersebut bukan untuk aplikasi pelapis *self healing*.

Pada metode tersebut proses polimerisasi antarmuka dilakukan dengan cara mencampur larutan organik dan air yang masing-masing larutan telah berisi monomer poliuretan. Secara umum larutan organik berisi isosianat dan senyawa aktif (yang akan dienkapsulasi), sedangkan pada larutan air berisi polioliol.

Polioliol merupakan suatu senyawa yang memiliki dua atau lebih gugus hidroksil. Pada umumnya jenis polioliol yang digunakan dalam penelitian di atas yaitu 1,4-butandiol, etilen glikol, 1,6-heksandiol, trimetilol propan dan polietilen glikol. Polioliol-polioliol tersebut merupakan produk turunan petrokimia. Karena berasal dari turunan petrokimia maka pemanfaatan polioliol tersebut sangat tergantung pada ketersediaan petrokimia. Seiring dengan meningkatnya kebutuhan akan petrokimia tetapi persediaan yang justru semakin berkurang, maka perlu adanya suatu alternatif pencarian sumber daya alam terbarukan yang dapat menggantikan polioliol turunan petrokimia tersebut. Satu fokus perhatian

saat ini yang dapat menggantikan posisi petrokimia yaitu minyak nabati. Pada minyak nabati, komponen yang dapat digunakan sebagai polioli rantai pendek yaitu gliserol.

Pada penelitian sebelumnya tentang *self healing* material disebutkan bahwa mikrokapsul yang dihasilkan yang mengandung agent *healing* yaitu pada skala 100 μm . Ukuran tersebut cocok untuk beberapa potensi aplikasi. Dalam perkembangannya terdapat minat teknologi yang signifikan untuk menurunkan/mengurangi ukuran mikrokapsul. Mikrokapsul dengan ukuran yang lebih kecil diperlukan ketika salah satu karakteristik dimensi material lebih kecil dari 100 μm (misalnya yaitu lapisan tipis atau dalam komposit fraksi volume serat tinggi). Selain itu, penyembuhan diri (*self healing*) membutuhkan baik suatu partikel mikrokapsul dan katalis yang berpotongan dengan jalan atau jaringan retak yang sama. Pengurangan ukuran mikrokapsul dapat memungkinkan penyembuhan diri untuk bentuk kerusakan yang lebih kecil seperti retakan mikro (*microcraks*). Prosedur untuk membuat mikrokapsul yang lebih kecil telah dilaporkan dalam beberapa literatur, oleh karena itu *self healing* material dengan komponen yang lebih kecil dapat disintesis (Rule *et al*, 2007).

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan uraian pada latar belakang di muka dapat diketahui bahwa metode mikroenkapsulasi dapat dilakukan dengan menggunakan beberapa metode salah satu diantaranya yaitu dengan metode polimerisasi antarmuka. Pada penelitian sebelumnya, mikroenkapsulasi poliuretan dengan metode polimerisasi antarmuka telah dilakukan yaitu dengan menggunakan bahan awal (*starting material*) prepolimer dan monomer. Kelemahan dari metode mikroenkapsulasi poliuretan dengan menggunakan bahan dasar prepolimer yaitu kurang efektif bila digunakan untuk proses produksi dalam skala besar karena proses dilakukan dalam dua tahap. Selain itu karena produk prepolimer yang dihasilkan memiliki ujung rantai isosianat maka bersifat reaktif dan sensitif terhadap kelembaban sehingga memerlukan perlakuan khusus sebelum dilanjutkan pada proses mikroenkapsulasi. Oleh karena itu pada penelitian ini perlu dilakukan studi lebih

lanjut tentang pembuatan mikrokapsul poliuretan yaitu dengan menggunakan bahan awal monomer.

Permasalahan lainnya yaitu bahwa polioliol yang digunakan dalam pembuatan poliuretan pada umumnya merupakan turunan dari petrokimia yang sifatnya tidak terbarukan, oleh karena itu pada penelitian ini polioliol yang akan digunakan yaitu gliserol. Gliserol dapat diperoleh dari turunan keduanya yaitu bahan baku alami (minyak nabati) yang sifatnya dapat terbarukan dan petrokimia. Penggunaan gliserol dalam proses pembuatan mikrokapsul poliuretan perlu dilakukan pada penelitian ini untuk mengetahui apakah gliserol memiliki kemampuan untuk dapat membentuk mikrokapsul poliuretan.

Kemampuan suatu mikrokapsul poliuretan untuk dapat digunakan sebagai bahan pelapis *self healing* salah satunya yaitu bergantung pada ukuran partikel mikrokapsul. Ukuran partikel mikrokapsul yang kecil dapat digunakan untuk dimensi material yang lebih tipis. Ukuran partikel yang dihasilkan selama proses pembuatan mikrokapsul dapat bervariasi dan beragam, oleh karena itu untuk mendapatkan ukuran partikel yang kecil dan homogen perlu dipelajari distribusi ukuran partikelnya. Pada polimerisasi antarmuka beberapa faktor yang dapat mempengaruhi distribusi ukuran partikel mikrokapsul diantaranya yaitu lamanya waktu pengadukan, kecepatan pengadukan, konsentrasi surfaktan, dan perbandingan antara isosianat dan polioliol. Oleh karena pentingnya kontrol distribusi ukuran partikel mikrokapsul untuk mendapatkan ukuran partikel yang cenderung homogen, maka pada penelitian ini perlu dipelajari pengaruh beberapa parameter tersebut terhadap distribusi ukuran partikel mikrokapsul poliuretan berbasis gliserol.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini yaitu mempelajari pengaruh beberapa parameter polimerisasi antarmuka yaitu lamanya waktu pengadukan, kecepatan pengadukan, konsentrasi surfaktan, serta perbandingan antara isosianat dan polioliol terhadap distribusi ukuran partikel dalam pembuatan mikrokapsul poliuretan dengan menggunakan bahan awal monomer yaitu toluena diisosianat dan gliserol sebagai polioliol.

1.4 Hipotesis

Beberapa parameter polimerisasi antarmuka yaitu lamanya waktu pengadukan, kecepatan pengadukan, konsentrasi surfaktan, serta perbandingan antara isosianat dan polioliol akan berpengaruh terhadap distribusi ukuran partikel mikrokapsul yang dihasilkan. Gliserol sebagai senyawa organik yang memiliki tiga gugus hidroksil dapat digunakan sebagai polioliol dalam pembuatan mikrokapsul poliuretan melalui polimerisasi antarmuka.

1.5 Manfaat

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan kajian dan informasi ilmiah mengenai pembuatan mikrokapsul poliuretan berbasis gliserol melalui polimerisasi antarmuka dan parameternya yang berpengaruh terhadap distribusi ukuran partikel mikrokapsul, sehingga diharapkan produk mikrokapsul yang dihasilkan dapat digunakan sebagai bahan pelapis *self healing*.

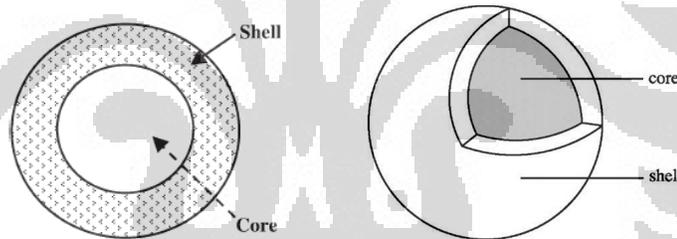
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 MIKROENKAPSULASI

2.1.1 Pengertian Mikroenkapsulasi

Mikroenkapsulasi merupakan suatu proses penyalutan bahan aktif berukuran mikron dalam bentuk partikel padatan, cairan, atau gas dalam suatu kulit penyalut yang inert, untuk mengisolasi dan melindungi mereka dari lingkungan sekitarnya. Sifat inert tersebut berhubungan dengan reaktivitas antara penyalut (*shell*) dan material tersalut (*core*). Produk akhir dari proses mikroenkapsulasi disebut sebagai mikrokapsul. Mikrokapsul memiliki dua bagian yaitu bahan aktif yang tersalut yang disebut dengan inti (*core*) dan material penyalut yang membentuk kulit (*shell*) dengan bentuk bulat atau tidak teratur dan memiliki ukuran yang bervariasi mulai dari ukuran kurang dari satu mikron hingga beberapa ratus mikron (Ghosh, 2009).



Gambar 2.1. Skematik Mikrokapsul

[Sumber : Ghosh, 2006]

Tergantung pada aplikasinya, beberapa jenis material inti yang dapat dienkapsulasi diantaranya yaitu pigmen, pewarna, monomer, katalis, *curing agent*, *flame retardant*, plasticizer dan nanopartikel (Ghosh, 2006). Pada aplikasinya sebagai contoh yaitu di industri makanan, mikroenkapsulasi dapat digunakan untuk menstabilkan material inti, mengontrol reaksi oksidasi, memberikan pelepasan berkelanjutan atau dikendalikan (*controlled release*), mempertahankan rasa, warna atau bau, untuk memperpanjang umur simpan atau melindungi komponen terhadap kerugian gizi (Huang *et al*, 2009).

Melimpahnya polimer alam dan polimer buatan manusia telah memberikan ruang lingkup yang luas dalam pemilihan material penyalut (*shell*), yang mungkin dibuat dapat ditembus (*permeable*), setengah dapat ditembus (*semi-permeable*) atau tidak dapat ditembus (*impermeable*). Kulit penyalut yang *permeable* digunakan untuk aplikasi pelepasan (*release*), sedangkan kapsul *semi-permeabel* biasanya kedap terhadap bahan inti (*core*) tetapi *permeable* terhadap cairan dengan berat molekul rendah. Oleh karena itu kapsul tersebut dapat digunakan untuk menyerap zat dari lingkungan dan membebaskannya kembali ketika dibawa ke media lain. Kapsul yang *impermeable* membungkus bahan inti (*core*) dan melindunginya dari lingkungan eksternal. Oleh karena itu, untuk melepaskan materi isi dari kapsul harus dipecah oleh tekanan luar, dilelehkan, dikeringkan, dilarutkan dalam pelarut atau dirusak di bawah pengaruh cahaya (Ghosh, 2006).

Pengembangan mikroenkapsulasi secara komersial pertama kalinya yaitu untuk pembuatan kapsul yang mengandung pewarna (tinta) yang dimasukkan ke dalam kertas untuk keperluan menyalin dan menggantikan kertas karbon. Ketika tekanan diberikan saat menulis maka mikro kapsul yang mengandung prekursor pewarna akan pecah dan prekursor pewarna dibagian atas halaman bereaksi dengan sumber asam di halaman bagian bawah sehingga terbentuk gambar atau tulisan (Benita, 1996). Dalam perkembangannya teknik mikroenkapsulasi telah banyak digunakan dalam berbagai bidang mulai dari kimia, pertanian, pangan, farmasi, pewangi tekstil, cat, pelapis (*coating*), perekat, kosmetik, dan percetakan. Oleh karena itu adanya minat yang luas tentang mikroenkapsulasi maka telah banyak yang mengembangkan teknologi mikroenkapsulasi tersebut.

2.1.2 Teknik-teknik Mikroenkapsulasi

Beberapa teknik pembuatan mikro kapsul secara umum dapat dibagi menjadi dua kelompok utama. Kelompok pertama merupakan metode kimia dan kelompok kedua merupakan metode mekanika atau fisika (Tabel 2.1). Pada kelompok pertama meliputi metode dimana bahan awal (*starting material*) yang digunakan adalah monomer/prepolimer, pada metode tersebut melibatkan reaksi kimia dalam proses pembentukan mikro kapsul. Sedangkan kelompok kedua yaitu

terdiri dari metode dengan bahan awal polimer dimana tidak melibatkan terjadinya reaksi kimia dan hanya terjadi fabrikasi bentuk. Pada umumnya pemilihan metode mikroenkapsulasi tergantung pada sifat dari bahan polimer/monomer yang digunakan. Oleh karena itu kombinasi yang tepat antara bahan awal dan metode sintesis dapat dipilih untuk menghasilkan produk mikro kapsul dengan berbagai komposisi dan karakteristik morfologi (Dubey *et al.*, 2009).

Tabel 2.1. Metode Utama Mikroenkapsulasi

Metode Mikroenkapsulasi	Material Kulit Penyalut (<i>Shell</i>)	Aplikasi
Metode Kimia		
Polimerisasi Suspensi	Polistiren	Tekstil
Polimerisasi Emulsi	Poli(alkil akrilat)	<i>Drug Delivery</i>
Dispersi	Poli(2-hidroksietil-co-glisidil metakrilat), poli(N-vinil α -fenilalanin)	Biosains
Polimerisasi Antarmuka	Poliurea, poliamida, poliuretan, poliester	Perlindungan tanaman, katalis, <i>Drug Delivery</i>
Metode Fisika/Mekanika		
Suspensi Crosslinking	Protein, albumin, polisakarida	<i>Drug Delivery</i>
Evaporasi pelarut/ekstraksi	Poli(laktida), poly(laktida-coglikolida)	<i>Drug Delivery</i>
Koaservasi/Pemisahan Fasa	Protein, polisakarida, etil selulose, gelatin	<i>Drug Delivery</i>
Pengeringan Semprot (<i>Spray drying</i>)	Polimer	Teknologi Makanan
<i>Fluidized bed coating</i>	Gelatin, karbohidrat, lipid	Teknologi Makanan
<i>Melt solidification</i>	Polianhidrida	Teknologi Makanan
Presipitasi	Polimer fenolik	Biokatalis
Co-ekstruksi	Poliakrilonitril	Biomedikal
<i>Layer by Layer deposition</i>	Polielektrolit	Biosensor
<i>Supercritical fluid expansion</i>	Poli(etilen glikol)	<i>Drug Delivery</i>
<i>Spinning disk</i>	Parafin	Rekayasa Pangan

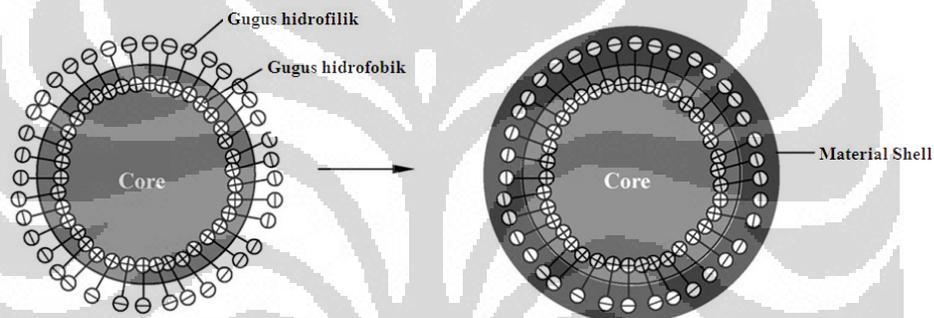
Sumber : Dubey *et al.*, 2009

Berdasarkan pada tabel di atas dapat diketahui bahwa untuk mikroenkapsulasi suatu katalis, salah satu metode yang tepat yaitu dengan menggunakan metode kimia yaitu polimerisasi antarmuka. Oleh karena itu pada penelitian ini proses penyalutan katalis Dibutyltin dilaurat (DBTL) dilakukan dengan menggunakan poliuretan melalui metode polimerisasi antarmuka.

2.2 Polimerisasi Antarmuka

2.2.1 Definisi Polimerisasi Antarmuka

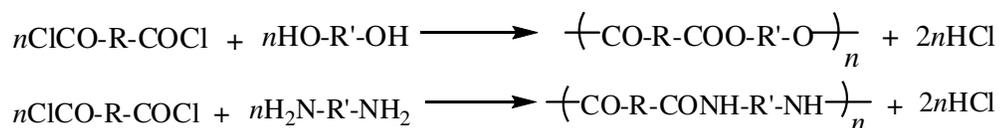
Polimerisasi antarmuka meliputi reaksi polikondensasi antara dua reaktan pada antarmuka yang merupakan dua cairan yang tidak saling larut untuk membentuk film polimer yang menyalut (mengkapsulasi) fasa terdispersi. Pada umumnya kedua reaktan bekerja dimana salah satu terlarut dalam fasa air dan yang lainnya larut pada fasa organik. Ketika fasa air dan fasa organik diemulsikan untuk membentuk misalnya sebuah emulsi minyak dalam air (O/W), reaktan kemudian berdifusi bersama dan secara cepat terpolimerisasi pada antarmuka antara dua fasa untuk membentuk lapisan tipis seperti yang diilustrasikan pada Gambar 2.2 (Nianxi *et al*, 1992).



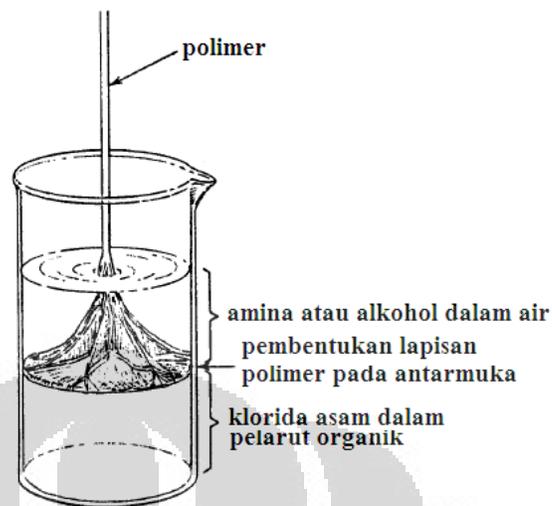
Gambar 2.2. Skematik Polimerisasi Antarmuka Pada Pembuatan Mikrokapsul

[Sumber : Jun *et al.*, 2007]

Dasar dari metode ini merupakan reaksi klasik dari Schotten Baumann yaitu reaksi antara klorida asam dan senyawa yang mengandung atom hidrogen aktif seperti amina atau alkohol (Gambar 2.3), dimana pada kondisi yang tepat dinding tipis yang fleksibel akan terbentuk secara cepat pada antarmuka (Bansode *et al.*, 2010).



Gambar 2.3. Reaksi Antara Klorida Asam Dengan Amina atau Alkohol Dalam Reaksi Schotten Baumann



Gambar 2.4. Ilustrasi Skematik Polimerisasi Antarmuka (Reaksi Schotten Baumann)

[Sumber : Odian, 2004]

Teknik antarmuka telah digunakan secara luas untuk proses polimerisasi yang berbeda yaitu meliputi pembentukan poliamida, poliester, poliuretan, polisulfonamida, polikarbonat dan poliurea (Odian, 2004).

2.2.2 Perbedaan Metode Polimerisasi Antarmuka dengan Metode Kimia Lain Dalam Pembuatan Mikrokapsul

Proses in-situ seperti polimerisasi emulsi, suspensi, dispersi dan polimerisasi antarmuka merupakan teknik kimia yang paling penting yang digunakan dalam mikroenkapsulasi (Ghosh, 2006). Pada penelitian ini proses pembuatan mikrokapsul poliuretan yang digunakan yaitu dengan menggunakan teknik polimerisasi antarmuka. Hal ini mengingat bahwa bahan penyalut yang digunakan merupakan poliuretan yang merupakan hasil reaksi antara polioli dengan isosianat yang keduanya tidak saling larut satu sama lain dan bahan aktif yang disalut merupakan katalis.

Perbedaan metode polimerisasi antarmuka dengan metode kimia lain dalam pembuatan mikrokapsul dapat dilihat dari definisi masing-masing metode kimia sebagai berikut :

2.2.2.1 Polimerisasi Emulsi

Berbeda dengan polimerisasi antarmuka, pada polimerisasi emulsi, partikel polimer dibentuk dengan diawali emulsifikasi monomer yang tidak larut air dengan penambahan surfaktan di atas konsentrasi kritis misel (Ghosh, 2006). Polimerisasi emulsi yang merupakan proses polimerisasi radikal bebas heterogen, melibatkan emulsifikasi dari monomer yang relatif hidrofobik dalam air dengan pengemulsi minyak dalam air, diikuti dengan reaksi inisiasi baik dengan inisiator larut air (misalnya natrium persulfat (NaPS)) atau inisiator larut minyak (misalnya 2,2'-azobisisobutironitril (AIBN)). Beberapa contoh monomer yang dapat digunakan untuk mensintesis polimer emulsi diantaranya yaitu etilena, butadiena, stirena, akrilonitril, monomer ester akrilat dan ester metakrilat, vinil asetat dan vinil klorida. Karena kompatibilitas antara polimer yang dihasilkan dan air sangat rendah, maka daerah antarmuka minyak-air yang sangat besar dihasilkan sebagai bentuk partikel inti dan tumbuh dalam ukuran dengan kemajuan polimerisasi. Sehingga stabilizer yang efektif seperti misalnya surfaktan ionik, surfaktan nonionik atau koloid pelindung (misalnya hidroksietil selulose, polivinil alkohol, polivinil pirolidon dan dekstrin) yang dapat teradsorpsi secara fisik atau kimia dimasukkan ke permukaan partikel yang umumnya diperlukan untuk mencegah interaktif partikel lateks dari koagulasi (Chorng, 2008).

Radikal-radikal inisiator pada proses polimerisasi dihasilkan dalam fasa air dan berdifusi ke dalam misel-misel surfaktan yang tergebung dengan molekul-molekul monomer. Ketika monomer yang digunakan dalam reaksi polimerisasi bertambah, maka lebih banyak lagi monomer yang berpindah ke dalam misel-misel, dan dengan demikian reaksinya berlanjut. Penghentian polimerisasi terjadi melalui kombinasi radikal ketika suatu radikal baru berdifusi ke dalam misel tersebut (Stevens, 2001). Pada polimerisasi emulsi, proses polimerisasi yaitu berlangsung di dalam misel (Helmiyati *et al.*, 2009).

2.2.2.2 Polimerisasi Suspensi

Polimerisasi suspensi merupakan suatu proses polimerisasi dimana monomer atau campuran monomer didispersikan secara mekanik dalam suatu cairan nonkompatibel, biasanya air dan polimerisasi tetesan-tetesan kecil

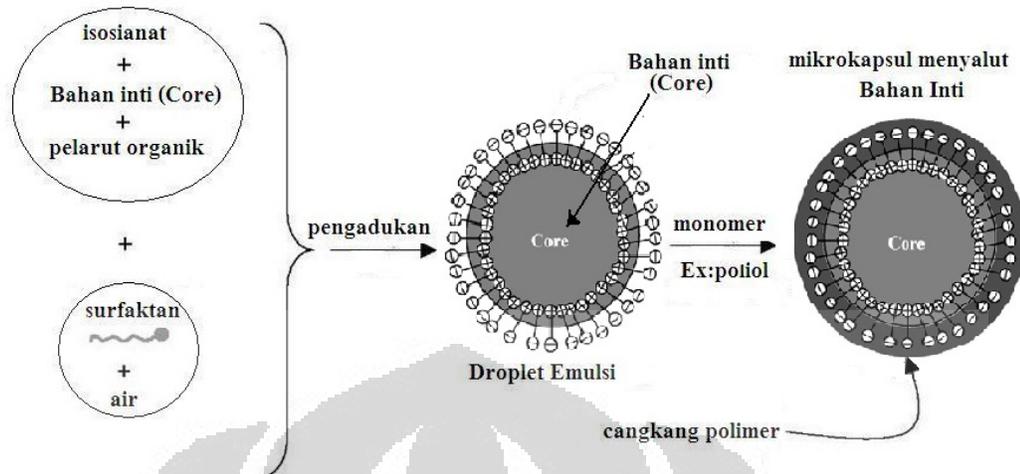
monomer yang terjadi dengan menggunakan inisiator yang bisa larut dalam monomer (Steven, 2001). Stirena, ester akrilat dan metakrilat, vinil klorida, vinil asetat dan tetrafluoroetilena dapat dipolimerisasi dengan menggunakan metode suspensi. Pada kebanyakan reaksi polimerisasi, rasio berat antara air dan monomer yang digunakan biasanya bervariasi dari 1:1 hingga 4:1. Tetesan monomer (kemudian dikonversi menjadi partikel polimer) dicegah dari penggabungan (*coalescing*) melalui agitasi dan dengan adanya stabilisator suspensi (juga disebut sebagai dispersan atau surfaktan). Dua tipe stabilisator yang digunakan yaitu polimer larut air (sering dengan adanya elektrolit atau buffer) dan senyawa anorganik tidak larut air. Tipe terdahulu yaitu meliputi poli(vinil alkohol), hidroksipropil selulose, natrium poli (stirena sulfonat) dan garam natrium dari asam akrilik- kopolimer ester akrilat, jenis terakhir termasuk hidroksiapatit, barium sulfat, kaolin, magnesium karbonat dan hidroksida, kalsium fosfat dan aluminium hidroksida. Tingkat stabilisator suspensi biasanya kurang dari 0,1 persen berat (% berat) dari fasa air. Ini jauh lebih rendah daripada konsentrasi surfaktan yang digunakan dalam polimerisasi emulsi (biasanya sebanyak 1-5%) dan memiliki ukuran tetesan (droplet) monomer yang lebih tinggi dalam polimerisasi suspensi. Tidak seperti polimerisasi emulsi, sistem dua fasa tidak dapat dipertahankan dalam polimerisasi suspensi tanpa agitasi. Perbedaan lainnya yaitu bahwa surfaktan yang digunakan dalam polimerisasi suspensi jarang membentuk misel koloid seperti pada polimerisasi emulsi (Odiان, 2004). Jika proses polimerisasi suspensi ini dikontrol dengan baik, maka polimer akan diperoleh dalam bentuk butiran, yang mudah ditangani dan bisa diperoleh dengan filtrasi atau dengan menyemprotkannya ke dalam suatu wadah yang dipanaskan (pengeringan semprot) (Steven, 2001).

2.2.3 Tahapan Polimerisasi Antarmuka Dalam Pembuatan Mikrokapsul

Polimerisasi antarmuka merupakan metode yang unik dalam pembuatan mikrokapsul, karena kulit (cangkang) kapsul dibentuk pada permukaan droplet atau partikel melalui polimerisasi monomer yang reaktif. Pendekatan enkapsulasi ini telah berkembang menjadi teknologi serbaguna yang mampu mengenkapsulasi berbagai bahan inti termasuk cairan dan padatan (Benita, 1996).

Secara umum polimerisasi antarmuka dalam pembuatan mikrokapsul dapat terjadi melalui dua tahap yaitu tahap pertama merupakan tahap emulsifikasi, dimana emulsi dibentuk dengan menggunakan pengadukan mekanik selama beberapa menit sedangkan tahap kedua yaitu tahap polimerisasi. Pada tahap ini monomer pelengkap kedua ditambahkan pada fasa emulsi eksternal dan reaksi polikondensasi terjadi pada antarmuka emulsi. Tahap emulsi merupakan tahapan yang penting dalam polimerisasi antarmuka, karena hal ini menentukan ukuran dan distribusi ukuran partikel. Sejumlah energi mekanik dipertahankan selama beberapa menit untuk mencapai langkah emulsifikasi dan untuk mencapai distribusi ukuran yang stabil. Pencapaian emulsi dengan menerapkan energi mekanik antarmuka antara dua fasa sedemikian rupa sehingga terbentuk droplet (Bouchemal *et al.*, 2004). Droplet ini biasanya besar dan kemudian terganggu atau dipecah menjadi yang lebih kecil. Kemampuan untuk mengganggu droplet yang lebih besar merupakan langkah penting dalam emulsifikasi dan enkapsulasi dimana emulsi disiapkan. Pada proses emulsifikasi sebuah surfaktan yang cocok dibutuhkan untuk menghasilkan emulsi yang stabil yaitu dengan menurunkan tegangan permukaan (Obeidat, 2009).

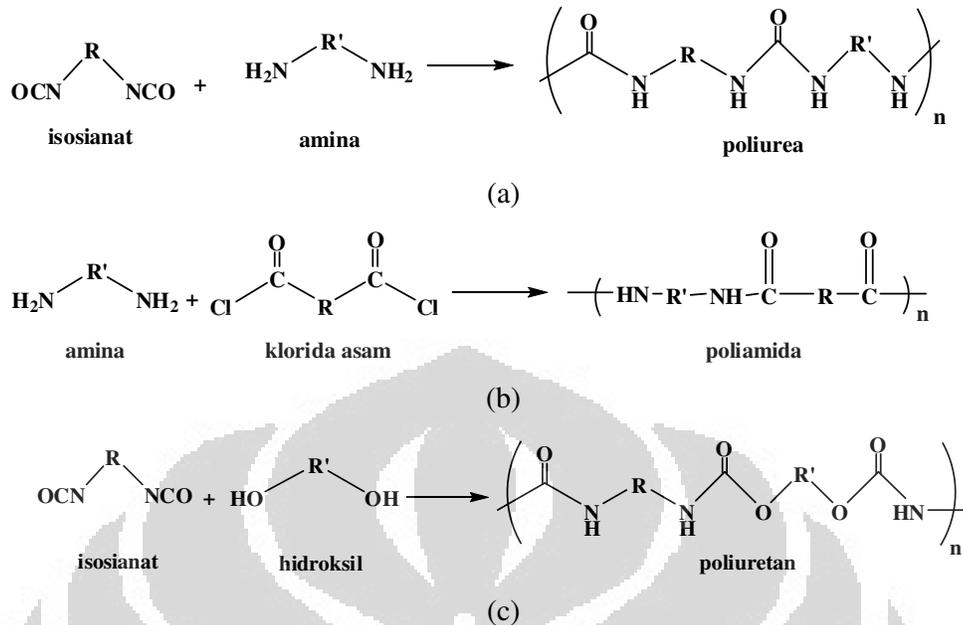
Pada beberapa kasus, tahapan emulsifikasi diawali dengan melarutkan monomer multifungsi dalam cairan bahan inti yang disalut. Monomer tersebut sering merupakan isosianat multifungsi tetapi bisa juga merupakan klorida asam multifungsi atau kombinasi dari isosianat dan klorida asam. Larutan yang dihasilkan kemudian didispersikan dalam fasa air yang mengandung agen pendispersi untuk mendapatkan ukuran droplet yang diinginkan. Reaktan kedua biasanya amina atau poliol, kemudian ditambahkan ke dalam fasa air. Reaksi polimerisasi dengan cepat kemudian akan terjadi pada antarmuka dan membentuk cangkang kapsul (Gambar 2.5).



Gambar 2.5. Contoh Tahapan Polimerisasi Antarmuka Dalam Pembuatan Mikrokapsul

Apabila bahan inti disalut dalam larutan air, maka urutan penambahan reaktan di atas dibuat terbalik. Misalnya, reaktan amina yang larut air dilarutkan dalam fasa air. Campuran antara larutan bahan inti dan reaktan larut air yang dihasilkan kemudian didispersikan ke dalam pelarut yang tidak dapat bercampur dengan air sampai diperoleh ukuran droplet yang diinginkan. Reaktan larut dalam pelarut organik misalnya isosianat ditambahkan pada fasa organik, dengan demikian polimerisasi dengan cepat dapat terjadi pada antarmuka dan membentuk cangkang kapsul.

Sebuah cangkang kapsul poliurea diperoleh jika reaksi polimerisasi antarmuka melibatkan reaksi antara isosianat dan amina. Cangkang kapsul poliamida atau nilon akan dihasilkan jika polimerisasi antarmuka melibatkan klorida asam dan amina. Sedangkan reaksi isosianat dengan monomer yang mengandung gugus hidroksil yang larut dalam fasa air akan menghasilkan cangkang kapsul poliuretan, dimana reaksi pembentukan senyawa-senyawa tersebut ditunjukkan oleh Gambar 2.6 (Benita, 1996).



Gambar 2.6. Reaksi pembentukan poliurea (a), poliamida (b) dan poliuretan (c).

2.2.4 Faktor-faktor Yang Berpengaruh Terhadap Reaksi Polimerisasi

Antarmuka

Beberapa faktor yang berpengaruh terhadap reaksi polimerisasi antarmuka diantaranya yaitu :

a. Pengadukan. Pengadukan merupakan variabel kritis dan diketahui telah mempengaruhi berat molekul berbagai jenis polimer. Distribusi ukuran partikel suatu mikrokapsul dapat dikontrol oleh modifikasi yang tepat dari suatu kondisi proses salah satunya yaitu pengadukan. Nilai dispersi yang diperoleh dari pengadukan dari dua fasa yang tidak dapat dicampur ditentukan oleh pemecahan droplet dan penggabungan droplet. Telah ditunjukkan bahwa tingkat pengadukan semakin meningkat, dapat dimungkinkan untuk mendapatkan diameter yang lebih kecil dan distribusi ukuran yang sempit (Persico, 2005). Pengadukan yang dihasilkan oleh pengaduk magnetik dalam gelas kimia, seperti yang umumnya tersedia di laboratorium dapat menghasilkan diameter mikrokapsul sekitar 10-20 μm . Emulsifikasi dengan kekuatan lebih diperlukan untuk memperoleh mikrokapsul dengan ukuran yang lebih kecil (diameter sekitar 1 μm , salah satunya yaitu dengan menggunakan impeller dengan kecepatan tinggi dalam reaktor khusus).

b. Surfaktan. Surfaktan merupakan suatu zat yang bila hadir pada konsentrasi rendah dalam sistem mempunyai sifat adsorpsi pada permukaan/antarmuka pada sistem dan merubah nilai energi bebas permukaan/antarmuka dari sistem tersebut. Penambahan surfaktan dalam proses mikroenkapsulasi merupakan sesuatu hal yang penting untuk pembentukan emulsi. Surfaktan juga memegang peranan penting dalam proses transfer diamin atau poliol pada fasa organik. Secara umum peningkatan konsentrasi surfaktan menghasilkan jumlah diamin atau poliol yang meningkat yang di transfer ke fasa organik.

c. Rasio konsentrasi reaktan. Rasio konsentrasi antara dua reaktan menjadi suatu hal yang penting ketika polimer yang diinginkan merupakan polimer dengan berat molekul tinggi. Namun, dalam aplikasi mikroenkapsulasi, rasio ini belum diteliti. Kondisi-kondisi reaksi memberikan batasan konsentrasi yang dapat digunakan. Pada mikroenkapsulasi, pada umumnya salah satu reaktan dibuat berlebih. Ketika emulsi minyak dalam air (O/W) yang digunakan dalam proses mikroenkapsulasi, maka monomer yang larut air dapat dibuat berlebih, dan oleh karena itu ketebalan dinding mikrokapsul dapat dikontrol oleh difusi yang lengkap dari monomer larut minyak untuk membentuk dinding (Benita, 1996).

2.3 Poliuretan

2.3.1 Sekilas Tentang Poliuretan

Poliuretan merupakan suatu jenis polimer hasil reaksi polikondensasi antara dua atau lebih gugus isosianat (*hard segment* dengan gugus $-N=C=O$) dan poliol yang mengandung dua atau lebih gugus hidroksil (*soft segment* dengan gugus $-OH$) (Bouchemal *et al.*, 2004).



Gambar 2.7. Reaksi Pembentukan Poliuretan

Pembuatan poliuretan telah dimulai sejak tahun 1937 dan pasar poliuretan mulai berkembang di tahun 1970-an. Kapasitas produksi untuk produk ini mulai tumbuh pesat dan industri menjadi didominasi oleh perusahaan-perusahaan kimia

besar. Dalam aplikasinya, bahan poliuretan ada dalam berbagai bentuk termasuk busa fleksibel dan busa kaku, pelapis tahan kimia, perekat khusus dan elastomer. Kebanyakan bahan poliuretan bersifat termoset, mereka tidak dapat dilelehkan dan dibentuk kembali sebagai bahan termoplastik. Stabilitas termal dari poliuretan dihasilkan dari tingkat *crosslinking* rantai polimer (kepadatan crossling) dan dari sifat dan frekuensi pengulangan unit dalam rantai polimer.

Poliuretan memiliki berbagai macam aplikasi karena sifat mereka yang unik seperti kekuatan tinggi, kekerasan tinggi, modulus tinggi dan elongasi yang tinggi. Oleh karena itu ada begitu banyak masalah yang bisa diselesaikan oleh bahan ini mulai dari bagian bangunan dan konstruksi, dari obat hingga elektronik dan dari tekstil hingga furnitur (Prisacariu, 2011).

Seiring dengan berkembangnya teknologi, poliuretan kini telah mulai dikembangkan sebagai dinding penyalut (*shell*) dalam pembuatan mikrokapsul misalnya di bidang *drug release*, pestisida dll (Kil *et al*, 1990).

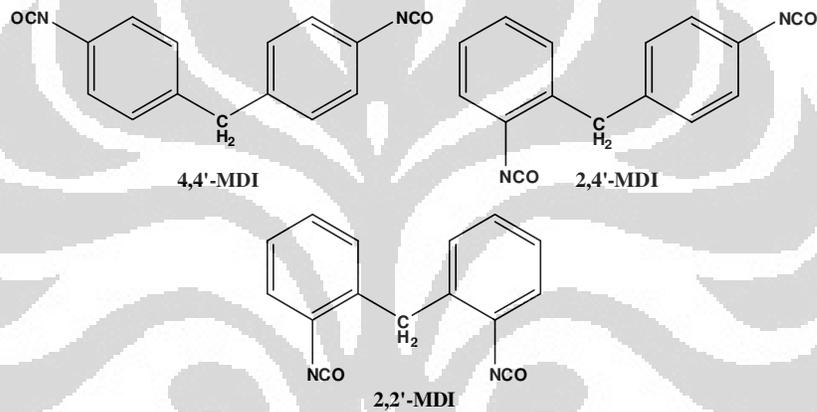
2.3.2 Monomer Penyusun Poliuretan

2.3.2.1 Isosianat

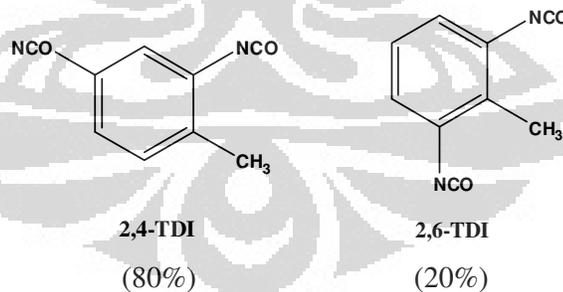
Komponen penting pertama dari polimer poliuretan yaitu isosianat. Molekul yang mengandung dua gugus isosianat disebut sebagai diisosianat. Isosianat dapat diklasifikasikan sebagai isosianat aromatik misalnya difenilmetan diisosianat (MDI) atau toluena diisosianat (TDI) dan isosianat alifatik misalnya heksametilen diisosianat (HDI) atau isoporon diisosianat (IPDI). Isosianat alifatik juga memiliki peranan yang penting untuk bahan poliuretan, tetapi dalam volume yang lebih kecil. Hal ini dikarenakan kelompok isosianat aromatik jauh lebih reaktif dan lebih ekonomis bila dibandingkan kelompok isosianat alifatik (Wikipedia the free encyclopedia, 2011). Bahkan di dalam kelas yang sama, terdapat perbedaan yang signifikan dalam reaktifitas gugus fungsi. Perbedaan tersebut berasal dari struktur, pengaruh substituen, dan karena pengaruh halangan sterik yang akan memainkan peranan penting. Sebagai contohnya yaitu 2,4-toluena diisosianat, gugus isosianat pada posisi para terhadap gugus metil secara signifikan lebih reaktif bila dibandingkan dengan gugus isosianat posisi orto.

Selain itu, reaktivitas gugus NCO kedua suatu diisocianat dapat berubah setelah yang pertama telah bereaksi selama pembentukan poliuretan (Odian, 2004).

Isocianat yang paling banyak digunakan dalam pembuatan poliuretan yaitu TDI dan MDI. TDI terutama digunakan untuk membuat busa fleksibel atau isolasi. Sedangkan MDI digunakan terutama untuk membuat busa kaku dan untuk insulasi di gedung-gedung, kendaraan dan peralatan industri. MDI murni didominasi oleh monomer 4,4'-MDI dengan persentase yang sangat kecil dari isomer 2,4'-MDI dan 2,2'-MDI (Gambar 2.8). Sedangkan TDI biasanya merupakan campuran antara 80% isomer 2,4-TDI dan 20% isomer 2,6-TDI (Gambar 2.9) (Allport *et al.*, 2003).



Gambar 2.8. Struktur isomer MDI



Gambar 2.9. Struktur isomer TDI

Pada penelitian ini jenis isocianat yang digunakan dalam pembuatan mikrokapsul poliuretan yaitu toluena diisocianat (TDI) campuran antara 80% isomer 2,4-TDI dan 20% isomer 2,6-TDI dengan karakteristik sebagai berikut:

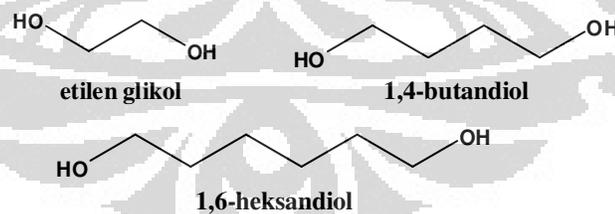
Tabel 2.2. Sifat Fisik 80% isomer 2,4-TDI dan 20% isomer 2,6-TDI

Keadaan Fisik	Cair
Warna	Jernih, tidak berwarna sampai sedikit kuning
Bau	Berbau tajam
Berat molekul	174.163
Densitas relatif	1.2 @ 20 °C (68 °F)
Viskositas	3.0 mPa.s @ 25 °C (77 °F)
Titik leleh	13.5 - 14.5 °C (56.3 - 58.1 °F)
Titik didih	250 °C (482 °F) @ 750 mmHg
Titik nyala	132 °C (269.6 °F) (COC)
Tekanan Uap	0.003 kPa @ 25 °C (77 °F)
Kelarutan (air)	bereaksi

Sumber: www.ciscochem.com/msds/files/Toluena_Diisocyanate_80-20.pdf

2.3.2.2 Polioliol

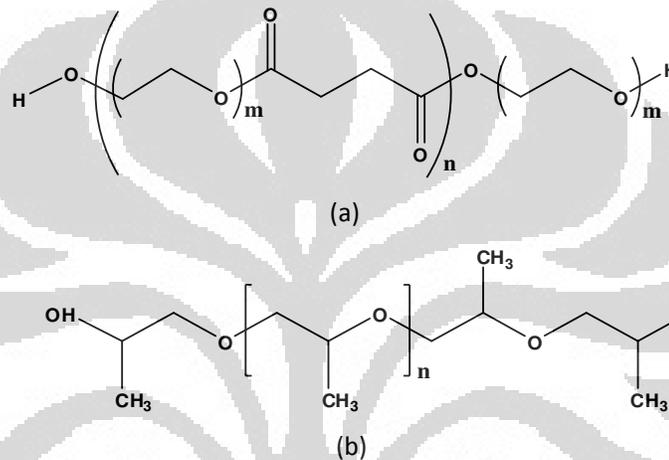
Polioliol merupakan suatu senyawa yang memiliki beberapa gugus fungsi hidroksil dalam molekulnya. Molekul dengan dua gugus hidroksil disebut sebagai dioliol, sedangkan dengan tiga gugus hidroksil disebut dengan trioliol dan seterusnya. Selain isosianat, polioliol merupakan komponen yang penting untuk pembentukan poliuretan. Polioliol yang paling sederhana yaitu glikol misalnya etilen glikol, 1,4-butandiol, dan 1,6-heksandiol (Gambar 2.10).



Gambar 2.10. Struktur Polioliol Paling Sederhana

Reaktan dengan berat molekul yang rendah tersebut menghasilkan segmen polimer yang keras dan kaku karena tingginya konsentrasi gugus uretan yang terbentuk dalam rantai cincin polimer. Polioliol dengan berat molekul yang lebih besar sebagai reaktan utama menghasilkan rantai polimer dengan gugus uretan yang lebih sedikit dan rantai alkil yang lebih fleksibel. Segmen lembut tersebut

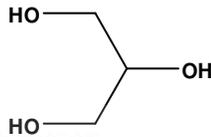
lebih fleksibel bila dibandingkan produk dari polioliol dengan berat molekul yang lebih rendah. Kebanyakan polioliol dengan berat molekul tinggi diperoleh dari proses polimerisasi. Polioliol dengan molekul tinggi biasanya dalam bentuk polieter dan poliester. Polioliol dengan rantai panjang (fungsionalisasi rendah) menghasilkan produk polimer yang lembut, lentur (busa fleksibel dan elastomer). Sedangkan polioliol dengan rantai lebih pendek (fungsionalisasi yang lebih tinggi) memberikan produk polimer yang lebih kaku (busa kaku dan pelapis dengan kinerja tinggi (*High performance coating*)).



Gambar 2.11. Contoh Struktur Poliester Polioliol (a) dan Polieter Polioliol (b)

Pada pembuatan mikrokapsul poliuretan, beberapa polioliol yang telah digunakan diantaranya yaitu polietilen glikol (dengan variasi berat molekul yang berbeda), etilen glikol, 1,4-butandiol, dan 1,6-heksandiol. Perbedaan berat molekul polioliol yang digunakan dalam pembuatan mikrokapsul tersebut dapat mempengaruhi ukuran dan distribusi ukuran partikel yang dihasilkan. Peningkatan berat molekul polioliol cenderung meningkatkan ukuran rata-rata kapsul dan memperlebar distribusi ukuran partikel (Hong *et al.*, 1999 ; Bouchemal *et al.*, 2004). Pada umumnya polioliol yang digunakan tersebut merupakan turunan dari petrokimia yang bersifat tidak terbarui. Pada penelitian ini polioliol yang digunakan dalam pembuatan mikrokapsul poliuretan yaitu gliserol, karena gliserol dapat diperoleh dari turunan keduanya yaitu bahan baku alami dan petrokimia. Gliserol yang biasa dikenal sebagai gliserin merupakan triol sederhana yang tidak berwarna, tidak berbau dan berbentuk cairan kental dengan rasa manis. Gliserol

memiliki tiga gugus hidroksil hidrofilik yang bertanggung jawab untuk larut dalam air dan sifat higroskopiknya (Pagliaro *et al*, 2010). Karena gliserol memiliki tiga gugus hidroksil maka dalam hal ini memungkinkan untuk dapat bereaksi dengan isosianat untuk membentuk poliuretan.



Gambar 2.12. Struktur Gliserol

Gliserol dapat ditemukan pada semua lemak dan minyak alami sebagai ester lemak dan merupakan intermediet yang penting dalam metabolisme organisme hidup. Hal ini jarang ditemukan gliserol dalam keadaan bebas dalam lemak tetapi biasanya hadir sebagai trigliserida yang dikombinasikan dengan asam lemak baik jenuh maupun tidak jenuh seperti asam stearat, asam oleat, dan palmitat dan umumnya kombinasi gliserida dari beberapa asam lemak. Beberapa minyak seperti minyak kelapa, kapas, kacang kedelai dan zaitun menghasilkan jumlah gliserol yang lebih besar bila dibandingkan minyak hewani seperti lemak babi. Karena gliserol ada dalam bentuk trigliserida maka untuk mendapatkan gliserol dapat diperoleh sebagai produk samping dari proses transesterifikasi, hidrolisis dan saponifikasi minyak nabati atau lipid tersebut (Khan, 2002). Adapun sifat fisikokimia dari gliserol pada suhu 20°C yaitu dapat ditunjukkan oleh Tabel 2.3. berikut :

Tabel 2.3. Sifat fisikokimia gliserol pada suhu 20°C

Rumus Kimia	$C_3H_5(OH)_3$
Berat molekul	92,094 g/mol
Densitas	1,261 g/cm ³
Viskositas	1,5 Pa.s
Titik leleh	18.2°C
Titik didih	290 °C
Titik nyala	160 °C
Tegangan permukaan	64,00 mN/m

[Sumber : Pagliaro *et al.*, 2010]

2.3.3 Penelitian Tentang Mikrokapsul Poliuretan

Bermula dari aplikasi mikrokapsul sebagai penyalut tinta yang dimasukkan ke dalam kertas untuk keperluan menyalin dan menggantikan kertas karbon, maka saat ini aplikasi mikrokapsul telah meningkat secara cepat diantaranya yaitu untuk bidang farmasi, bahan makanan, pestisida dan baru-baru ini yaitu untuk pelapis *self healing*. Mikrokapsul berfungsi untuk menyalut suatu bahan aktif (inti) dengan suatu material dinding penyalut. Dinding penyalut biasanya dibuat dari membran tipis polimer sintetik atau alam untuk mengontrol pelepasan bahan inti (*core material*) yang disalut. Laju pelepasan bahan inti dari mikrokapsul dapat dikontrol oleh struktur kimia dari dinding kapsul, ketebalan dan ukuran partikel mikrokapsul (Kil *et al.*, 1990).

Poliuretan merupakan salah satu material polimer yang dapat digunakan untuk proses pembuatan mikrokapsul. Beberapa penelitian tentang pembuatan mikrokapsul poliuretan diantaranya yaitu untuk menyalut pestisida (Kil *et al.*, 1990), ovalbumin (Kijeong *et al.*, 2000), herbisida (Jabbari, 2001), tokoferol (Bouchemal *et al.*, 2004), ammonium fosfat untuk keperluan flame retardant (Saihi *et al.*, 2006), katalis (Cho *et al.*, 2006) dan isosianat (Yang *et al.*, 2008). Poliuretan menjadi bahan pilihan untuk membuat dinding mikrokapsul karena poliuretan merupakan kelas polimer yang penting karena aplikasinya banyak ditemukan sebagai biomaterial dengan sifat fisik yang baik (Bouchemal *et al.*, 2004), menunjukkan kekuatan mekanik yang baik, memiliki perilaku pelepasan yang terkendali (Kil *et al.*, 1990), dan memiliki karakteristik yang luas terkait dengan sifat monomer penyusunnya dalam komposisi molekul (Kijeong *et al.*, 2000).

Kijeong *et al.* telah membuat mikrokapsul poliuretan yang mengandung ovalbumin yang diperoleh dari hasil reaksi antara toluena diisosianat (TDI) dengan polioliol yang berbeda yaitu gliserol, etanadiol, dan propilen glikol. Metode yang digunakan yaitu melalui polimerisasi antarmuka dengan cara membuat emulsi air dalam minyak (W/O) terlebih dahulu yang merupakan campuran antara TDI dan larutan ovalbumin 10% dalam air dengan menggunakan Span 80 sebagai emulsifier. Sistem emulsi yang digunakan merupakan air dalam minyak (W/O) karena bahan inti yang disalut merupakan ovalbumin yang bersifat larut dalam air.

Kemudian emulsi ditambah dengan polivinil alkohol (PVA) untuk menghasilkan emulsi kedua yaitu air dalam minyak dalam air (W/O)/W. Membran dinding poliuretan akan terbentuk pada globula membran setelah polioliol ditambahkan ke dalam emulsi (W/O)/W tersebut. Dari hasil penelitian disimpulkan bahwa mikrokapsul dari gliserol menunjukkan stabilitas termal tertinggi dengan pembentukan ikatan hidrogen yang banyak.

Saihi *et al.* juga telah melakukan mikroenkapsulasi dengan menggunakan dinding penyalut (*Shell*) poliuretan. Sebagai bahan inti yang disalut yaitu di-ammonium hidrogen fosfat. Seperti halnya dengan penelitian yang dilakukan oleh Kijeong *et al.*, metode yang digunakan merupakan polimerisasi antarmuka. Prosedur penelitian yang dilakukan yaitu dengan membuat tiga larutan terlebih dahulu. Larutan pertama (larutan organik satu) merupakan larutan polioksietilen dioleat (POEDO) dan span 85 dalam toluena. Larutan kedua (larutan air) yaitu terdiri dari di-ammonium hidrogen fosfat dalam air dan larutan ketiga (larutan organik dua) yaitu merupakan difenil metan diisosianat (MDI) dan Dibutiltin dilaurat dalam larutan organik pertama. Proses pembentukan emulsi dilakukan dengan cara mencampur larutan organik pertama dengan larutan air yang telah mengandung bahan inti yang akan disalut. Pembentukan dinding poliuretan kemudian terbentuk setelah ditambahkan larutan organik kedua ke dalam emulsi yang terbentuk. Dari hasil penelitian diperoleh data bahwa ukuran partikel mikrokapsul yang dihasilkan paling besar yaitu 30 μm .

2.4 Karakterisasi Mikrokapsul Poliuretan

2.4.1 Identifikasi dengan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR) merupakan suatu teknik yang sangat bermanfaat untuk karakterisasi suatu material organik (termasuk polimer) dan beberapa senyawa anorganik. Spektra yang diperoleh dari FTIR akan memberikan informasi tentang adanya suatu struktur molekul yang spesifik. Dalam spektroskopi inframerah, radiasi inframerah dilewatkan melalui sampel. Beberapa radiasi infra merah diserap (absorpsi) oleh sampel dan sebagian diteruskan (transmisi). Spektrum yang dihasilkan merupakan hasil penyerapan dan transmisi molekul, membuat sidik jari molekul suatu sampel. Seperti halnya sidik

jari, tidak ada dua struktur molekul unik yang menghasilkan spektrum inframerah yang sama. Hal ini menjadikan spektroskopi inframerah berguna untuk beberapa jenis analisis.

Fourier Transform Infrared (FTIR) merupakan metoda yang disukai dalam spektroskopi inframerah. FTIR dikembangkan dalam rangka mengatasi keterbatasan yang ditemukan dengan menggunakan instrumen inframerah dispersi. Kesulitan utama adalah proses scanning yang lambat. Oleh karena itu diperlukan sebuah metode untuk mengukur semua frekuensi inframerah secara bersamaan, bukan secara individual. Solusi yang telah dikembangkan yang digunakan oleh perangkat optik yang sangat sederhana disebut dengan interferometer. Interferometer menghasilkan jenis sinyal unik yang memiliki semua frekuensi inframerah “encode” ke dalamnya. Sinyal dapat diukur dengan sangat cepat, biasanya dalam urutan satu detik atau lebih. Dengan demikian, unsur waktu per sampel berkurang hingga hanya hitungan beberapa detik daripada beberapa menit. *Fourier Transform Infrared* didasarkan pada gagasan adanya gangguan radiasi antara dua balok untuk menghasilkan sebuah interferogram, yang terakhir merupakan sinyal yang dihasilkan sebagai fungsi dari perubahan pathlength antara kedua balok. Jarak dan frekuensi antara dua domain ditukar satu sama lain dengan menggunakan metode matematika Fourier transformasi.

Komponen dasar dari sebuah spektrometer FTIR dapat ditunjukkan secara skematis pada Gambar 2.13. Radiasi yang muncul dari sumber dilewatkan melalui suatu interferometer menuju sampel sebelum mencapai detektor. Setelah amplifikasi sinyal, di mana kontribusi frekuensi tinggi telah dieliminasi oleh penyaring, kemudian data dikonversi ke bentuk digital oleh konverter analog ke digital dan dipindahkan ke komputer untuk Fourier transformasi.



Gambar 2.13. Komponen Dasar Spektrometer FTIR

Pada analisa FTIR dapat dilakukan dengan menggunakan metode transmisi atau refleksi. Spektroskopi transmisi merupakan metode inframerah tertua dan paling sederhana. Teknik ini didasarkan pada penyerapan radiasi

inframerah pada panjang gelombang tertentu saat melewati sampel. Hal ini dimungkinkan untuk dapat menganalisa sampel dalam bentuk cairan, padatan atau gas ketika menggunakan pendekatan ini. Sedangkan teknik reflektansi dapat digunakan untuk sampel yang sulit untuk dianalisa dengan menggunakan metode transmisi konvensional. Metode reflektansi dapat dibagi menjadi dua kategori. Pengukuran reflektansi internal dapat dilakukan dengan menggunakan pantulan total terlemahkan (*attenuated total reflectance cell*) yang kontak dengan sampel. Dan yang kedua yaitu pengukuran dengan reflektansi eksternal yang melibatkan sinar inframerah dicerminkan langsung dari permukaan sampel. Untuk pengukuran dengan reflektansi eksternal dapat menggunakan *Specular Reflectance Spectroscopy* dan *Diffuse Reflectance Spectroscopy*.

Pada penelitian ini, karakterisasi sampel dengan FTIR dilakukan dengan menggunakan metode *Diffuse Reflectance Spectroscopy*. Metode ini dapat digunakan pada sampel bubuk dan sampel dengan permukaan kasar. Pada metode ini permukaan sampel memantulkan cahaya dalam berbagai arah yang berbeda. Pada sampel bahan padat dijadikan serbuk halus bersama dengan matriks yang tidak menyerap yaitu KBr atau KCl (Stuart, 2004).

2.4.2 Identifikasi Dengan Analisa Ukuran Partikel (*Particle Size Analyzier*)

Metode untuk menentukan distribusi ukuran partikel dari suatu material umumnya yaitu dengan menggunakan analisa gambar (pengamatan dengan mikroskop), metode ayakan (*Sieve analyses*), sedimentasi, dan Elektrikal Zona Sensing (*Electronical Zone Sensing*). Seiring dengan berkembangnya ilmu pengetahuan, penentuan distribusi ukuran partikel mulai menggunakan difraksi sinar laser (*Laser Diffraction*). Metode ini dinilai lebih akurat bila dibandingkan dengan metode analisa gambar maupun metode ayakan, terutama untuk sampel-sampel dalam orde nanometer maupun submikron.

Teknik difraksi sinar laser didasarkan pada prinsip bahwa partikel melewati sinar laser akan menghamburkan cahaya pada sudut yang secara langsung berkaitan dengan ukuran mereka : partikel besar akan berpecah di sudut rendah, sedangkan partikel kecil berpecah pada sudut yang besar. Difraksi sinar laser secara akurat dijelaskan oleh pendekatan Fraunhofer dan teori Mie, dengan

asumsi morfologi partikel bulat. Kisaran ukuran yang terukur yaitu dari 50 nm hingga 1000 μm (Allen, 2003). Konsentrasi suspensi pada urutan 1,0 (% berat), dipreparasi dengan menggunakan agen pembasahan dan/atau pendispersi yang sesuai. Sebuah perlakuan ultrasonik kecil kadang-kadang berguna dalam memecahkan aglomerat. Beberapa (mL) suspensi diperlukan untuk dilakukan pengukuran. Metode ini sangat menarik karena hanya beberapa menit yang diperlukan untuk analisa sampel. Suspensi sebagian besar disiapkan dengan air, tetapi pelarut lain juga dapat digunakan (etanol, isopropanol, atau oktan). Hal ini juga dimungkinkan untuk melakukan pengukuran pada bubuk kering dengan mengadaptasi menggunakan peralatan khusus.

Difraksi sinar laser tidak hanya menyediakan distribusi ukuran partikel tetapi juga menyediakan nilai dari konsentrasi volume. Untuk partikel berbentuk bola dan butiran, volume ini sesuai dengan konsentrasi volume yang diukur. Untuk partikel seperti piring, volume yang diukur adalah perkiraan yang terkait dengan ketipisan dan aspek rasio. Difraksi sinar laser memerlukan konsentrasi partikel yang sangat rendah, biasanya memerlukan pengenceran. Pengenceran sering diperlukan untuk mengoptimalkan intensitas difraksi cahaya pada detektor. Metode ini memberikan bobot rata-rata ukuran partikel (Allen, 2003).

2.4.3 Identifikasi Dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM)

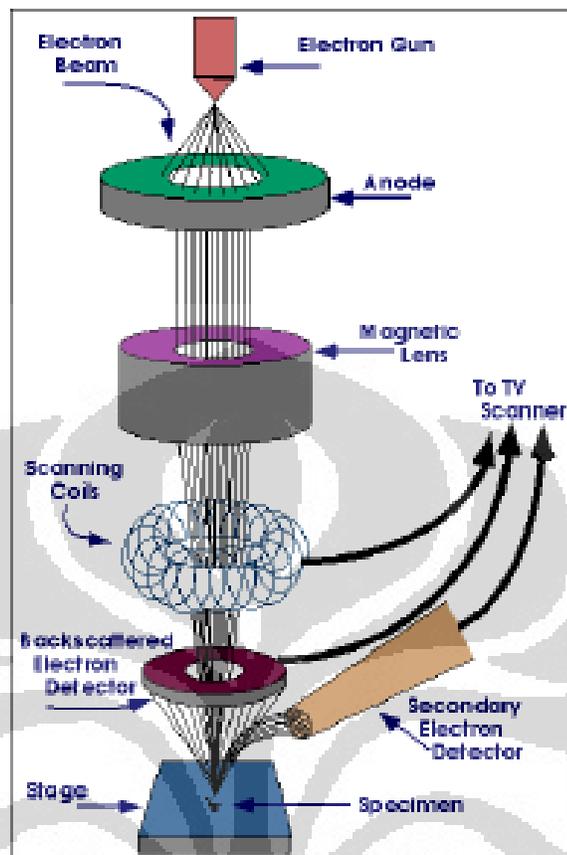
Scanning Electron Microscope (SEM) merupakan sebuah tipe mikroskop elektron yang menggambarkan permukaan sampel melalui proses scan dengan menggunakan pancaran energi yang tinggi dari elektron dalam suatu pola scan raster. Elektron berinteraksi dengan atom-atom yang membentuk sampel dan menghasilkan sinar yang mengandung informasi tentang komposisi topografi permukaan sampel dan sifat lain seperti konduktivitas listrik. *Scanning Electron Microscope* telah menjadi alat yang berharga dalam perkembangan teori ilmiah dan memberikan andil besar di bidang biologi, obat-obatan dan ilmu material. Penggunaan SEM sebagai salah satu mikroskop elektron didasarkan pada fakta bahwa mereka dapat digunakan untuk mengamati dan mengkarakterisasi bahan dengan skala mikrometer (μm) hingga nanometer (nm) (Voutou dan Stefanaki, 2008).

Dalam SEM, lensa yang digunakan adalah suatu lensa elektromagnetik, yakni medan magnet dan medan listrik, yang dibuat sedemikian rupa sehingga elektron yang melewatinya dibelokkan seperti cahaya oleh lensa elektromagnetik tersebut. Sebagai pengganti sumber cahaya dipergunakan suatu pemacu elektron (Electron Gun), yang berfungsi sebagai sumber elektron yang dapat menembaki elektron yang berenergi tinggi, biasanya antara 20 KeV-200KeV, terkadang sampai 1 MeV. (Yulizar, 2005).

Dalam SEM, sumber elektron difokuskan dalam ruang hampa ke dalam probe halus yang teraster atas permukaan spesimen. Berkas elektron melewati kumparan scan dan lensa objektif yang membelokkan secara horizontal dan vertikal sehingga sinar dapat menscan permukaan sampel. Sebagai elektron yang menembus permukaan, sejumlah interaksi terjadi yang dapat menghasilkan emisi elektron atau foton dari atau melalui permukaan. Fraksi yang wajar dari elektron yang dipancarkan dapat dikumpulkan dengan detektor yang tepat dan output dapat digunakan untuk mengatur kecerahan tabung sinar katoda yang input x dan y nya didorong dalam sinkronisme dengan tegangan x-y rastering berkas elektron. Dengan cara ini gambar dihasilkan pada tabung sinar katoda, setiap titik dimana sinar menyerang pada sampel tersebut dipetakan secara langsung ke sebuah titik yang sesuai pada layar (Gambar 2.14). Akibatnya pembesaran adalah pembesaran sederhana dan linier dengan persamaan :

$$M = \frac{L}{I}$$

Dimana L merupakan panjang raster dari tabung sinar katoda dan I merupakan panjang raster pada permukaan sampel.



Gambar 2.14. Geometri SEM

[Sumber : Voutou dan Stefanaki, 2008]

BAB III

METODE PENELITIAN

Studi polimerisasi antarmuka terhadap distribusi ukuran partikel dalam pembuatan mikrokapsul poliuretan dilakukan dengan menggunakan bahan awal gliserol sebagai monomer polioliol. Pada metode ini telah dilakukan dengan cara mereaksikan langsung antara gliserol dengan isosianat untuk membentuk mikrokapsul poliuretan tanpa melalui pembentukan prepolimer poliuretan terlebih dahulu seperti yang dilakukan oleh Cho *et al.* Pada penelitian ini parameter polimerisasi antarmuka yang dipelajari yaitu dengan memvariasi lamanya waktu pengadukan, variasi konsentrasi surfaktan, variasi kecepatan pengadukan dan perbandingan antara isosianat dan gliserol yang digunakan.

Sebagai tahap awal dalam penelitian ini yaitu dengan melakukan analisa bilangan hidroksil terhadap gliserol dan kandungan gugus isosianat (NCO) terhadap Toluena Diisosianat (TDI) yang digunakan untuk menentukan rasio NCO/OH yaitu perbandingan antara isosianat dan gliserol yang digunakan.

Produk mikrokapsul yang terbentuk kemudian dikarakterisasi dengan melakukan analisa *particle size* (untuk mengetahui ukuran dan distribusi ukuran partikel mikrokapsul), penentuan persen konversi, FTIR (*Spektrofotometri Fourier Transform Infra Red*), dan analisa struktur morfologi mikrokapsul poliuretan dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*).

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilaksanakan di Laboratorium Kimia Polimer, Bidang Teknologi Proses dan Katalisis, Pusat Penelitian Kimia-LIPI, Kawasan PUSPIPTEK Serpong, Tangerang Selatan pada bulan Agustus 2010 hingga Agustus 2011.

3.2 Bahan-bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu terdiri dari bahan untuk keperluan:

- a). Analisa kandungan gugus isosianat (NCO). Terdiri dari toluena, larutan 0,1 N di-n-butilamin, isopropanol, larutan indikator bromkresol, larutan 0,1 N asam klorida (HCl), semua bahan p.a. berasal dari Merck.
- b). Analisa bilangan hidroksil (OH). Terdiri dari pereaksi asetilasi (12,7 mL asetat anhidrat + 100 mL piridin), aquades, indikator *phenolphthalein* dalam piridin, larutan 0,5 N natrium hidroksida (NaOH), asam oksalat dan larutan 0,1 N asam klorida (HCl), semua bahan p.a. berasal dari Merck.
- c). Pembuatan mikrokapsul poliuretan. Terdiri dari toluena diisocyanate (80% isomer 2,4-TDI) dari Aldrich, gliserol p.a. (Merck), aseton p.a. (Merck), sodium dodesil sulfat (SDS) dari Merck, dibutiltin dilaurat (DBTL) dari Aldrich dan aquades.

3.3 Alat-alat Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian meliputi peralatan gelas yang biasa digunakan dalam laboratorium kimia, neraca analitik, *homogenizer* Heidolph DIAX 600 (8000-24.000 rpm), hotplate stirrer, pengaduk magnetik, termometer, oven, penangas air, buret, Coulter LS 100 *Particle Size Analyzer*, FTIR-IRPrestige-21 SHIMADZU, dan SEM (*Scanning Electron Microscope*) JEOL JSEM 650 LA.

3.4 Cara Kerja

3.4.1. Analisa Bilangan Hidroksil

Sebanyak 1 gram gliserol direaksikan dengan 5 mL pereaksi asetilasi (12,7 mL asetat anhidrat + 100 mL piridin) dalam erlenmeyer 100 mL, kemudian direfluks pada suhu $98^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$ selama 1 jam di dalam *water bath*. Setelah 1 jam larutan tersebut diangkat dan didinginkan pada suhu ruang selama beberapa menit. Kemudian ditambahkan aquades sebanyak 20 mL. Lalu ditambahkan 20 tetes indikator *phenolphthalein* dalam piridin. Selanjutnya larutan tersebut dititrasi dengan NaOH 0,5 N yang telah distandardisasi dengan asam oksalat hingga larutan berwarna merah muda. Perlakuan yang sama dilakukan terhadap blanko. Bilangan hidroksil ditentukan dari nilai hidroksil ditambah nilai koreksi keasaman atau dikurangi nilai koreksi kebasaaan.

$$\text{Bilangan Hidroksil} = \frac{[(B - A) \times N \times 40]}{W}$$

$$\text{Koreksi Keasaman} = \frac{[(A - B) \times N \times 40]}{W}$$

$$\text{Koreksi Kebasaan} = \frac{[(B - A) \times N \times 40]}{W}$$

$$\begin{aligned} \text{Bilangan Hidroksil} &= \text{nilai hidroksil} + \text{koreksi keasaman} \\ &= \text{nilai hidroksil} - \text{koreksi kebasaan} \end{aligned}$$

dimana A = ml NaOH 0.5 N sampel

B = ml NaOH 0.5 N blanko

N = normalitas NaOH 0.5 N

W = berat sampel (gram)

3.4.2 Koreksi Keasaman atau Kebasaan

Sebanyak 1 gram gliserol ditambahkan piridin sebanyak 5 mL, aquades sebanyak 25 mL dan 20 tetes indikator *phenolphthalein* dalam piridin. Jika larutan yang dihasilkan tidak berwarna maka dikoreksi keasamannya dengan dititrasi oleh NaOH 0,5 N sampai larutan berwarna merah muda. Dan jika larutan yang dihasilkan berwarna merah muda maka dikoreksi kebasaannya dengan dititrasi oleh HCl 0,1 N sampai warna merah muda hilang. Kemudian ditambahkan 1 mL HCL 0,1 N dan dilakukan titrasi ulang dengan NaOH 0,5 N sampai larutan berwarna merah muda. Perlakuan yang sama dilakukan terhadap blanko.

3.4.3 Analisa Kandungan Gugus Isosianat (NCO)

0,025 g sampel dilarutkan ke dalam 6,25 mL toluena dan kemudian ditambah 6,25 mL larutan 0,1 N di-n-butilamin dan terus diaduk selama 15 menit. Kemudian ditambah 25 mL isopropanol dan 4-6 tetes indikator larutan bromkresol. Larutan dititrasi dengan HCl 0,1 N hingga titik akhir berwarna kuning. Kandungan isosianat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut :

$$\text{Kandungan isosianat (\%)} = \frac{[(B - V) \times N \times 0,0420]}{W} \times 100$$

Dimana B = volume HCl untuk titrasi blanko (mL)

V = volume HCl untuk titrasi sampel (mL)

N = Normalitas HCl

W = Berat sampel (g).

3.4.4 Perhitungan Perbandingan antara Isosianat dan Gliserol (rasio NCO/OH)

$$\text{Rasio } [NCO]/[OH] = \frac{M_{TDI} \times W_{TDI}}{M_{gliserol} \times W_{gliserol}}$$

Dimana M_{TDI} = Kandungan gugus isosianat dalam TDI (mmol/g)

$M_{gliserol}$ = Kandungan gugus hidroksil dalam gliserol (mmol/g)

W_{TDI} = Berat TDI (g)

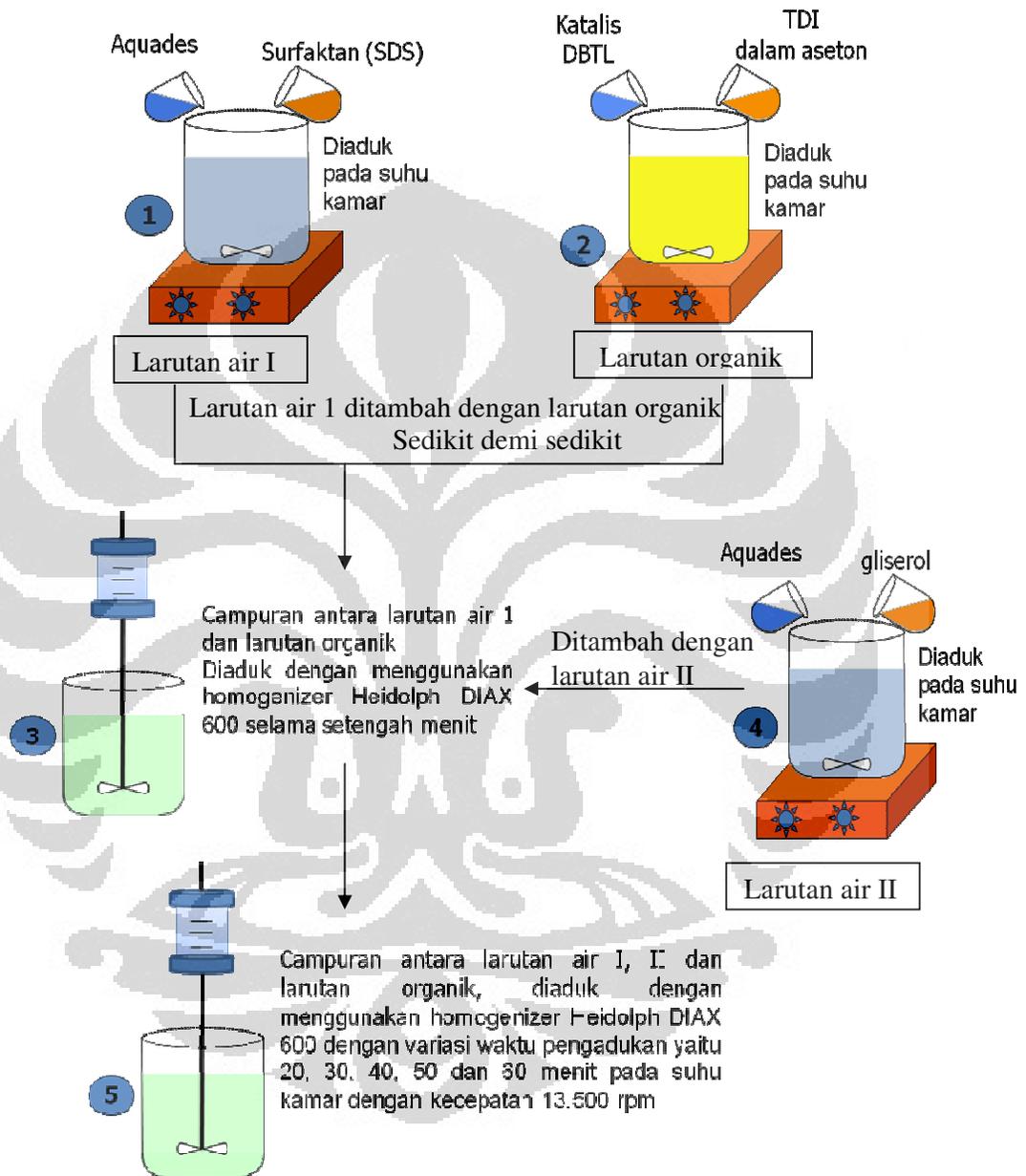
$W_{gliserol}$ = Berat gliserol (g)

3.4.5 Pembuatan Mikrokapsul Poliuretan Melalui Polimerisasi Antarmuka Dengan Variasi Beberapa Parameter

3.4.5.1 Variasi Lamanya Waktu Pengadukan

Pada studi variasi lamanya waktu pengadukan, perbandingan antara isosianat dan gliserol yang digunakan yaitu dengan rasio NCO/OH = 1. Pada metode ini diawali dengan pembuatan larutan organik dan larutan air (larutan air I dan larutan air II). Larutan air I terdiri dari SDS sebesar 0,11% yang dilarutkan ke dalam 40 mL aquades. Sedangkan Larutan organik terdiri dari Toluena Diisosianat (TDI) sebesar 0,783 g, katalis Dibutiltin dilaurat (DBTL) sebesar 0,277 g (10% dari berat total antara TDI dan gliserol) sebagai *core material*, dan aseton sebesar 20 mL, kemudian diaduk dengan menggunakan pengaduk magnetik. Terakhir yaitu membuat larutan air II yang terdiri dari larutan 1,985 g gliserol ke dalam 20 mL aquades. Setelah masing-masing larutan selesai dibuat, kemudian larutan air I ditambah dengan larutan organik sedikit demi dan diaduk dengan menggunakan *homogenizer* Heidolph DIAX 600 selama setengah menit kemudian ditambah dengan larutan air II sedikit demi sedikit dan pengadukan

dilanjutkan selama 20 menit dengan kecepatan 13500 rpm pada suhu kamar sesuai skema pada Gambar 3.1. Prosedur yang sama kemudian diulangi dengan melakukan variasi waktu berikutnya yaitu 30, 40, 50 dan 60 menit.



Gambar 3.1. Skema Pembuatan Mikro kapsul Poliuretan Dengan Variasi Lamanya Waktu Pengadukan

3.4.5.2 Variasi Kecepatan Pengadukan

Prosedur yang digunakan yaitu sama dengan metode yang digunakan sebelumnya di muka (3.4.5.1), hanya saja parameter konstan yang digunakan yaitu konsentrasi surfaktan sebesar 0,11%, rasio NCO/OH=1 dengan pengadukan dilakukan selama 60 menit dan variasi kecepatan pengadukan yang digunakan yaitu 8000, 9500 dan 13500 rpm.

3.4.5.3 Variasi konsentrasi surfaktan

Seperti pada metode kerja sebelumnya di muka (3.4.5.1), pembuatan mikrokapsul poliuretan dengan variasi konsentrasi surfaktan juga dilakukan dengan membuat larutan organik dan larutan air (larutan air I dan larutan air II) dan perbandingan antara isosianat dan gliserol yang digunakan yaitu dengan rasio NCO/OH = 1 dan. Larutan air I terdiri dari SDS dengan variasi konsentrasi 0,11% ; 0,22%; 0,33% dan 0,44% (terhadap berat pelarut air) yang masing-masing dilarutkan ke dalam 40 mL aquades. Sedangkan Larutan organik terdiri dari Toluena Diisosiyanat (TDI) sebesar 0,783 g, katalis DBTL sebesar 0,277 g (10% dari berat total antara TDI dan gliserol) sebagai *core material*, dan aseton sebesar 20 mL, kemudian diaduk dengan menggunakan pengaduk magnetik. Terakhir yaitu membuat larutan air II yang terdiri dari larutan 1,985 g gliserol ke dalam 20 mL aquades. Setelah masing-masing larutan selesai dibuat, kemudian larutan air I ditambah dengan larutan organik demi sedikit dan diaduk dengan menggunakan *homogenizer* Heidolph DIAX 600 dengan kecepatan 13500 rpm selama setengah menit kemudian ditambah dengan larutan air II sedikit demi sedikit dan pengadukan dilanjutkan selama 60 menit pada suhu kamar.

Tabel 3.1. Komposisi Bahan Dalam Proses Pembuatan Mikrokapsul Poliuretan Dengan Variasi Konsentrasi Surfaktan

No	Konsentrasi SDS (% berat)	SDS (g)	TDI (g)	Gliserol (g)	Aquades Total (mL)	Aseton (mL)
1	0,11	0,044	0,783	1,985	60	20
2	0,22	0,088	0,783	1,985	60	20
3	0,33	0,132	0,783	1,985	60	20
4	0,44	0,176	0,783	1,985	60	20

3.4.5.4 Variasi Perbandingan Antara Isosianat dan Polioliol yang Digunakan (rasio NCO/OH)

Pada pembuatan mikrokapsul poliuretan dengan variasi perbandingan antara isosianat dan polioliol, prosedur yang digunakan yaitu mengacu pada prosedur kerja sebelumnya (3.4.5.1), dengan parameter konstan yang digunakan yaitu waktu pengadukan dilakukan selama 60 menit, konsentrasi surfaktan 0,11% dan kecepatan 13500 rpm. Variasi rasio NCO/OH yang dilakukan yaitu 0,5 ; 1 ; 1,5 dan 2. Komposisi bahan yang digunakan dalam proses pembuatan mikrokapsul poliuretan dengan variasi rasio NCO/OH ditunjukkan oleh Tabel 3.2 berikut :

Tabel 3.2. Komposisi Bahan Dalam Proses Pembuatan Mikrokapsul Poliuretan Dengan Variasi Rasio NCO/OH

No	Rasio NCO/OH	TDI (g)	Gliserol (g)	DBTL (g)	SDS (g)	Aquades (mL)	Aseton (mL)
1	0,5	0,783	3,97	0,4753	0,044	60	20
2	1	0,783	1,985	0,277	0,044	60	20
3	1,5	0,783	1,32	0,2103	0,044	60	20
4	2	0,783	0,993	0,1776	0,044	60	20

3.4.6 Karakterisasi Produk Mikrokapsul Poliuretan

3.4.6.1 Persen Konversi

Menimbang ± 2 g sampel mikrokapsul (sebelum dicuci dan disaring) ke dalam wadah aluminium foil yang telah diketahui bobot kosongnya. Sampel kemudian dipanaskan dalam oven pada temperatur 105°C selama 2 jam. Sampel didinginkan dalam desikator kemudian ditimbang. Persen konversi merupakan perbandingan antara kandungan padatan yang dihasilkan pada percobaan dengan kandungan padatan pada teoritisnya. Total padatan mikrokapsul yang diperoleh pada percobaan dihitung dengan menggunakan persamaan sebagai berikut :

- Persen Kandungan Padatan Mikrokapsul Percobaan = $\frac{W_2 - W_1}{W_3} \times 100\%$

Dimana W_1 = Berat wadah kosong

$W_2 = \text{Berat wadah kosong} + \text{berat sampel mikrokapsul}$
Kering

$W_3 = \text{Berat sampel mikrokapsul (sebelum dicuci dan disaring)}$

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

Dimana, kandungan padatan teoritis = berat (TDI + gliserol + DBTL + SDS).

- Persen konversi dapat dihitung dengan menggunakan persamaan sebagai berikut :

$$\begin{aligned} & \text{Persen konversi (kedekatan persen kandungan padatan)} \\ & = \frac{\text{Persen kandungan padatan mikrokapsul percobaan}}{\text{Persen kandungan padatan teoritis}} \times 100\% \end{aligned}$$

3.4.6.2 Pengukuran Distribusi Ukuran Partikel

Pengukuran distribusi ukuran partikel mikrokapsul dilakukan dengan menggunakan alat Coulter LS 100 Particle Size Analyzer. Sampel mikrokapsul yang telah terdispersi dalam air (agar sampel terbasahi dan tidak terjadi aglomerasi) dimasukkan ke dalam sistem sampai konsentrasi yang telah ditentukan (8-12%). Kemudian dilakukan analisa ukuran partikel.

3.4.6.3 Karakterisasi Dengan Spektrometer FTIR (*Fourier Transform Infrared*)

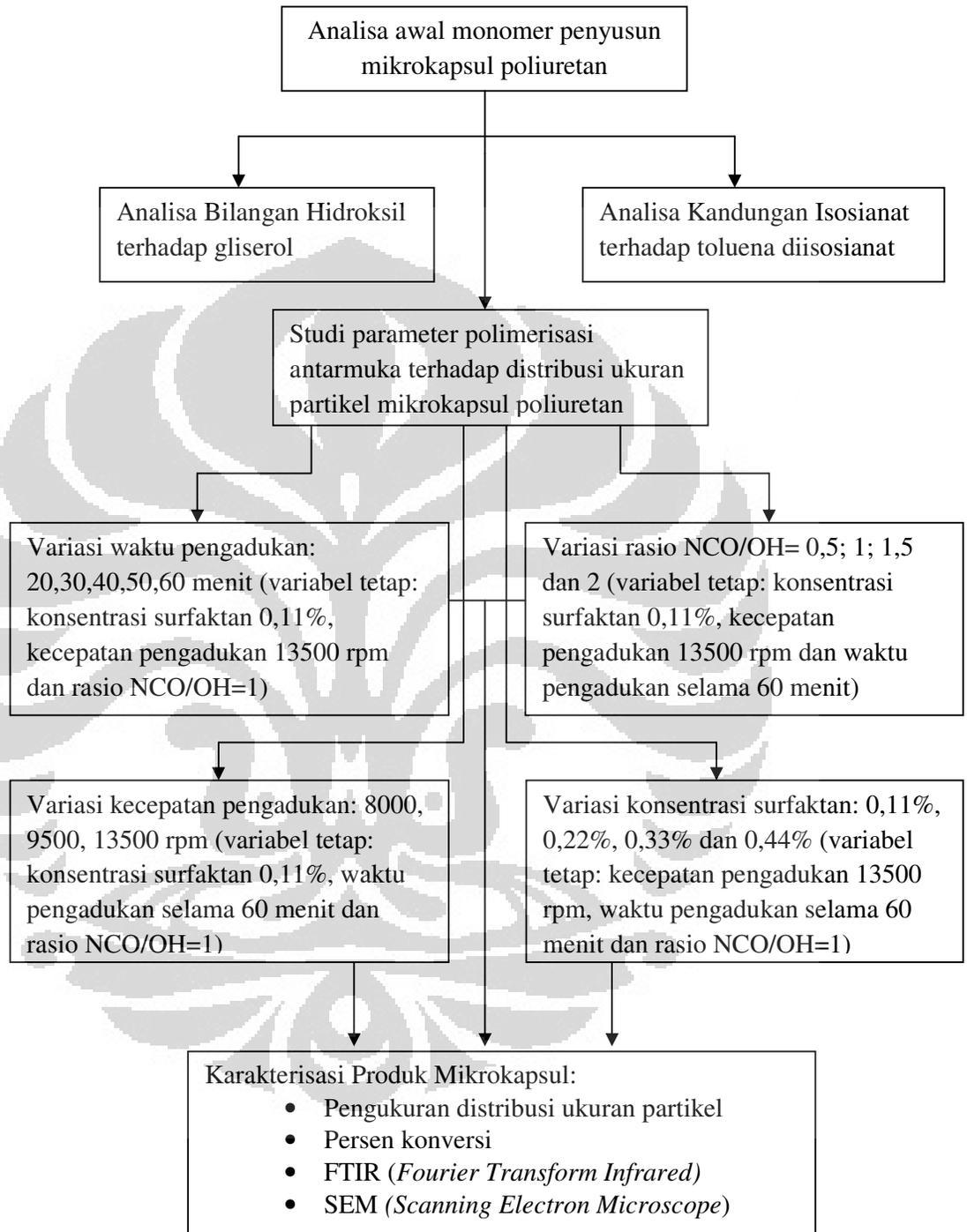
Teknik karakterisasi dengan spektrometer FTIR dilakukan dengan menggunakan DRS (*Diffuse Reflectance Spectroscopy*). Sampel padatan sekitar 1 mg digerus sampai halus dalam mortar. Sampel kemudian dicampur dan digerus lagi bersama dengan 50 mg serbuk KBr dan diletakkan dalam pan. Serbuk KBr sebagai blanko diletakkan dalam pan yang berbeda dan ditempatkan pada ruang pengukuran. Pengukuran blanko dilakukan terlebih dahulu sebelum pengukuran sampel. Pengukuran dilakukan pada kisaran bilangan gelombang yang diatur mulai dari 400-4000 cm^{-1} .

3.4.6.4 Karakterisasi Dengan Menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Pada pengukuran dengan menggunakan SEM, pada umumnya sampel haruslah bahan yang bersifat konduktif seperti halnya logam. Untuk sampel yang bersifat non logam harus dibuat bersifat konduktif terlebih dahulu. Karena sampel yang dianalisa pada penelitian ini tidak bersifat konduktif maka untuk menjadi bersifat konduktif, sampel harus dilakukan pelapisan dengan suatu lapisan yang sangat tipis dari bahan material yang bersifat konduktif seperti Au, Pt, C. Dalam hal ini yang digunakan yaitu logam emas karena bersifat konduktif serta inert.

Secuplik sampel mikrokapsul poliuretan yang telah kering didispersikan di atas plat kaca dan ditempelkan ke atas holder SEM. Kemudian sampel dilapisi emas melalui proses *Sputter Coater* selama 5-10 menit. Selanjutnya holder ditempatkan ke dalam sample chamber SEM dan diamati dengan perbesaran 500x pada tegangan konstan 20 kV (keV).

3.5 Bagan Kerja



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

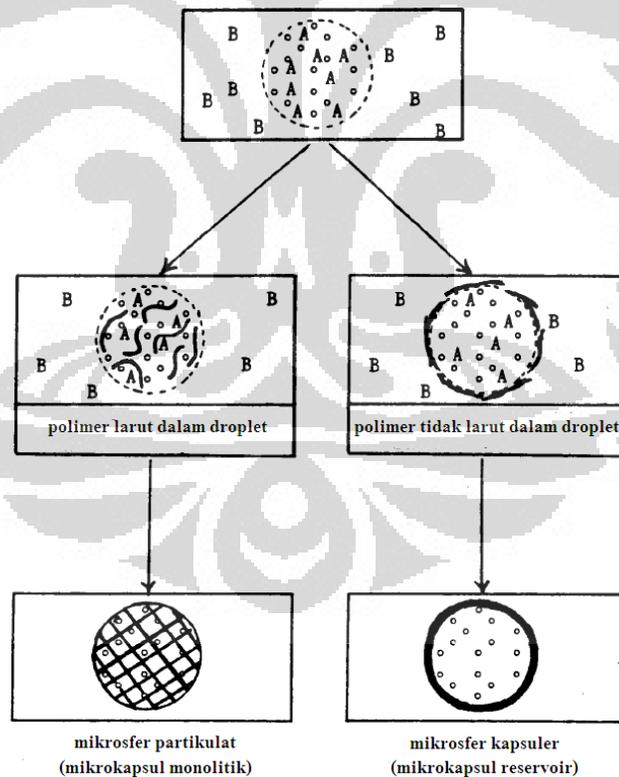
Pada penelitian ini telah dilakukan studi polimerisasi antarmuka (*interfacial polymerization*) terhadap distribusi ukuran partikel dalam pembuatan mikrokapsul poliuretan dengan menggunakan gliserol sebagai poliol. Prinsip dari metode polimerisasi antarmuka tersebut yaitu berdasarkan pada reaksi polikondensasi antara monomer hidrofilik dan lipofilik yang terjadi pada antarmuka emulsi submikron (Jun *et al.*, 2007). Sebagai monomer hidrofilik yang digunakan yaitu poliol (gliserol) dan sebagai monomer lipofilik yaitu toluena diisosiyanat (TDI). Tahapan yang terjadi pada proses polimerisasi antarmuka yaitu diawali dengan tahap pembentukan emulsi, yaitu dengan cara menambahkan larutan organik (aseton, TDI dan DBTL) ke dalam larutan air (SDS dan air). Sistem emulsi yang digunakan dalam penelitian ini yaitu O/W (minyak dalam air) karena bahan aktif katalis dibutiltin dilaurat (DBTL) yang disalut (*core*) bersifat lipofilik. Tahap berikutnya yaitu tahap polimerisasi, dalam hal ini monomer poliol (gliserol) ditambahkan pada fasa eksternal emulsi dan kemudian terjadi reaksi polikondensasi pada antarmuka emulsi.

Pada penelitian ini sebagai pelarut organik yang digunakan yaitu aseton. Hal ini dikarenakan aseton merupakan salah satu pelarut yang dapat melarutkan bahan inti yang disalut yaitu DBTL dan monomer TDI. Selain itu digunakannya aseton sebagai pelarut organik yaitu karena bersifat pelarut yang *miscible* (dapat larut) dalam air sehingga dapat berdifusi ke dalam fasa air, sehingga dua monomer dapat bereaksi pada antarmuka dan membentuk membran untuk pembentukan mikrokapsul (Bouchemal *et al.*, 2004).

Menurut Arshady (1989) mekanisme pembentukan kapsul melalui polimerisasi antarmuka memerlukan pembentukan droplet pada sistem dua fasa dengan adanya surfaktan yang tepat. Dalam proses polimerisasi antarmuka, awalnya terbentuk droplet yang dapat digambarkan sebagai cetakan atau template untuk pembentukan akhir mikrokapsul. Cara di mana partikel-partikel terbentuk dan morfologi akhir ditentukan sebagian besar oleh kelarutan molekul polimer

(polikondensat) pada fasa droplet. Dua situasi ekstrim yang dapat terjadi dijelaskan sebagai berikut :

1. Molekul oligomer yang terbentuk selama tahap awal polikondensasi yaitu sangat larut dalam droplet. Jadi terlepas dari mana mereka terbentuk, oligomer menjadi terperangkap (dan tumbuh lebih besar) dalam droplet. Dengan kondisi tersebut, partikel-partikel secara bertahap menjadi mikrosfer (atau mikrokapsul monolitik) yang membengkak.
2. Awalnya molekul-molekul oligomer yang terbentuk tidak larut dalam fasa droplet. Dengan demikian, oligomer tumbuh di lokus awal pembentukan sampai menjadi tidak larut. Pada titik ini oligomer runtuh dan mengendap pada antarmuka. Endapan rantai oligomer/polimer disimpan pada permukaan droplet dan dengan demikian membentuk membran primer sekitar droplet. Selanjutnya polikondensasi dari monomer meningkatkan ketebalan membran dan menghasilkan dinding kapsul akhir (Arshady, 1989).



Gambar 4.1. Mekanisme Ideal Pembentukan Partikel/Kapsul Melalui Polimerisasi Antarmuka (A dan B monomer komplementer; o material inti (*core*) yang disalut).

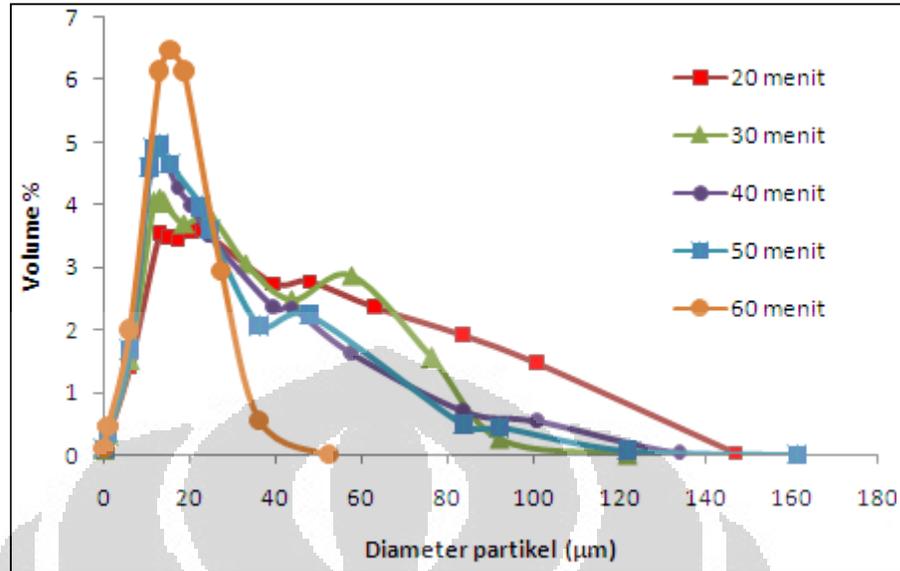
Tahapan pada reaksi polimerisasi antarmuka dalam pembuatan mikrokapsul poliuretan yang akan menentukan distribusi ukuran partikel mikrokapsul dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya yaitu lamanya waktu pengadukan, kecepatan pengadukan, konsentrasi surfaktan, serta perbandingan reaktan yaitu antara isosianat dan polioliol (rasio NCO/OH) (Benita, 1996 dan Persico, 2005). Pada penelitian ini pengaruh dari variasi ke empat parameter tersebut telah dipelajari.

4.1. Pengaruh Variasi Waktu Pengadukan

Pengaruh variasi lamanya waktu pengadukan dipelajari dengan menggunakan variabel tetap yaitu rasio NCO/OH = 1, kecepatan pengadukan 13500 rpm dan konsentrasi surfaktan 0,11%. Variasi lamanya waktu pengadukan yang dilakukan yaitu 20, 30, 40, 50, dan 60 menit. Waktu pengadukan mulai divariasikan setelah larutan gliserol ditambahkan pada sistem emulsi yang terdiri dari larutan organik (TDI, DBTL, aseton) dengan larutan air (SDS dan air). Waktu pengadukan untuk terbentuknya emulsi dibuat tetap yaitu selama setengah menit. Pendeknya waktu pengadukan yang digunakan untuk terbentuknya emulsi dimaksudkan untuk mengurangi terjadinya hidrolisis monomer larut minyak (TDI) pada antarmuka minyak dan air (Ni *et al.*, 1995).

Identifikasi pengaruh waktu pengadukan terhadap distribusi ukuran partikel dilakukan dengan menggunakan alat Coulter LS 100 Particle Size Analyzer. Data yang diperoleh dapat dilihat pada Gambar 4.2. Dari hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa semakin lama waktu pengadukan maka distribusi ukuran partikel yang dihasilkan semakin sempit, hal ini menunjukkan partikel dipisahkan sebagai bentuk stabil tanpa agregasi antara kapsul. Pada saat pengadukan selama 20 dan 30 menit distribusi ukuran partikelnya cenderung polimodal, sedangkan pada saat pengadukan selama 40 dan 50 menit distribusi ukuran partikel mulai terbentuk bimodal hingga akhirnya terbentuk monomodal pada saat pengadukan selama 60 menit. Volume atau puncak tertinggi yang diperoleh pada waktu pengadukan selama 20, 30, 40, 50, 60 menit masing-masing yaitu ditunjukkan pada ukuran partikel 23,81 μm ; 13,61 μm ; 13,61 μm ; 13,61 μm ; 16,40 μm . Ukuran partikel pada puncak (volume) tertinggi tersebut menunjukkan

ukuran partikel yang sering ditemukan pada distribusi. Meskipun pada saat pengadukan selama 60 menit memiliki puncak tertinggi yang ditunjukkan pada ukuran partikel yang lebih besar bila dibandingkan pada waktu 30, 40, 50 yaitu sebesar 16,40 μm , namun demikian pada kondisi proses tersebut distribusi ukuran partikelnya hanya memiliki satu puncak, sehingga distribusi ukuran partikelnya paling sempit dan ukuran partikelnya lebih homogen. Hal ini berbeda dengan distribusi ukuran partikel yang diperoleh pada saat pengadukan selama 20 menit hingga 50 menit, dimana terdapat lebih dari satu puncak sehingga ukuran partikelnya lebih heterogen. Meskipun pada saat pengadukan selama 30, 40, dan 50 menit memiliki puncak tertinggi yang ditunjukkan pada ukuran yang sama yaitu 13,61 μm , namun demikian frekuensi volume pada rentang ukuran partikel 14 μm hingga 90 μm memiliki kecenderungan bahwa pada waktu pengadukan 30 menit memiliki frekuensi volume tertinggi dan waktu pengadukan 50 menit memiliki frekuensi volume terendah yang menunjukkan bahwa partikel yang terdistribusi pada rentang ukuran 14 μm hingga 90 μm tersebut semakin sedikit. Dengan adanya data tersebut menunjukkan bahwa rentang ukuran partikel yang terdistribusi ukurannya semakin kecil, hal ini seperti yang dapat dilihat pada Tabel 4.1. Berdasarkan tabel tersebut dapat diketahui bahwa sekitar 90% partikel yang terdistribusi untuk waktu pengadukan selama 20, 30, 40, 50 dan 60 menit masing-masing yaitu ukurannya kurang dari 73,44 μm ; 58,77 μm ; 50,06 μm ; 48,67 μm ; dan 25,44 μm . Dengan demikian dapat dikatakan bahwa semakin lama waktu pengadukan maka ukuran partikel yang dihasilkan semakin kecil.



Gambar 4.2. Pengaruh Waktu Pengadukan Terhadap Distribusi Ukuran Partikel Mikro kapsul Poliuretan

Tabel 4.1. Pengaruh Waktu Pengadukan Terhadap Distribusi Ukuran Partikel Mikro kapsul Poliuretan

Waktu	10 %	25 %	50 %	75 %	90 %
20 menit	<4,539 µm	<10,45 µm	<20,59 µm	<42,78 µm	<73,44 µm
30 menit	<4,789 µm	<10,09 µm	<18,36 µm	<34,79 µm	<58,77 µm
40 menit	<4,289 µm	<9,448 µm	<15,82 µm	<28,60 µm	<50,06 µm
50 menit	<4,319 µm	<9,407 µm	<15,60 µm	<27,12 µm	<48,67 µm
60 menit	<3,251 µm	<8,351 µm	<13,59 µm	<19,61 µm	<25,44 µm

Pada penelitian ini, hasil studi pengaruh variasi waktu pengadukan terhadap distribusi ukuran partikel mikro kapsul adalah seperti yang tersebut di atas, dimana pada saat pengadukan selama kurang dari 60 menit memiliki kecenderungan distribusi ukuran partikel yang bimodal dan polimodal. Hal ini diduga bahwa pada saat proses pembentukan emulsi selama setengah menit (sebagai tahap awal dalam proses polimerisasi antarmuka) tersebut, droplet emulsi yang terbentuk belum mencapai keseimbangan, sehingga pada saat gliserol

ditambahkan pada fase eksternal emulsi maka keseimbangan antara pemecahan dan penggabungan droplet masih terjadi. Secara prinsip, ukuran suatu droplet dalam sistem dispersi cair-cair ditentukan oleh keseimbangan antara gaya turbulen (*turbulent force*) yang cenderung memecah droplet dan tegangan antarmuka dan viskositas yang menyebabkan droplet bergabung (Shulkin, 2002).

Sistem dua fasa dalam proses agitasi membutuhkan panjang waktu tertentu untuk mencapai kesetimbangan antara pemecahan dan penggabungan droplet. Waktu yang diperlukan bervariasi dari beberapa menit hingga beberapa jam tergantung sistem dispersinya (Ni *et al.*, 1995). Pada penelitian ini, pada saat pengadukan selama beberapa menit, karena droplet emulsi belum mencapai kesetimbangan maka sebagian droplet akan mengalami penggabungan dan sebagian akan pecah menjadi droplet dengan ukuran yang lebih kecil. Dimana ukuran droplet yang terbentuk dari proses emulsi (sebagai tahap awal dalam polimerisasi antarmuka) tersebut menentukan ukuran partikel mikrokapsul yang dihasilkan. Setelah droplet emulsi terbentuk maka proses polimerisasi akan berlangsung pada antarmuka droplet. Karena droplet emulsi merupakan cetakan awal untuk terjadinya proses polimerisasi antarmuka maka dalam hal ini ukuran partikel mikrokapsul tergantung pada ukuran droplet emulsi. Sehingga dengan adanya sebagian droplet yang bergabung dan sebagian terpecah menjadi lebih kecil maka distribusi ukuran partikel mikrokapsul yang dihasilkan menjadi lebih lebar seperti yang dapat dilihat pada Gambar 4.2 di atas.

Dari Gambar 4.2 dapat diketahui bahwa seiring dengan bertambahnya waktu pengadukan, distribusi ukuran partikelnya semakin bergeser ke kiri yang menunjukkan rentang ukuran partikelnya semakin kecil. Hal ini diduga bahwa dengan bertambahnya waktu pengadukan maka proses keseimbangan antara penggabungan dan pemecahan droplet masih berlangsung bersamaan dengan berlangsungnya polimerisasi antara gliserol dan isosianat sesaat setelah droplet emulsi terbentuk. Sehingga dapat dikatakan bahwa proses emulsifikasi dan polimerisasi tersebut terjadi secara spontan atau bersamaan. Semakin lama waktu pengadukan maka ukuran droplet yang dihasilkan semakin kecil sehingga ukuran partikel mikrokapsul yang terdistribusi juga semakin kecil. Pada penelitian ini, proses emulsifikasi yang dilakukan yaitu dengan melakukan pengadukan

menggunakan alat *homogenizer* Heidolph DIAX 600, dimana alat tersebut dilengkapi dengan pengaduk *rotor* dan *stator*. Prinsip kerja dari alat tersebut yaitu mengecikan ukuran partikel emulsi dengan menggerus dan memotong partikel emulsi yang besar dengan *rotor* (bergerak) dan *stator* (diam) menjadi partikel yang lebih kecil. Emulsi akan tertarik oleh dorongan pusaran rotor stator kemudian masuk ke dalam batang rotor stator. Emulsi kemudian didorong keluar oleh pemotong partikel (rotor) *homogenizer* setelah penggerusan (*shear force*). Frekuensi droplet masuk ke dalam rotor stator *homogenizer* sejalan dengan lamanya pengadukan. Semakin lama waktu pengadukan maka semakin banyak aliran cairan yang masuk menuju rotor stator untuk pengecilan ukuran partikel, sehingga ukuran partikel yang dihasilkan menjadi semakin kecil. Proses pengecilan ukuran partikel tersebut dapat dilihat pada Gambar 4.3 (Rita, 2011).



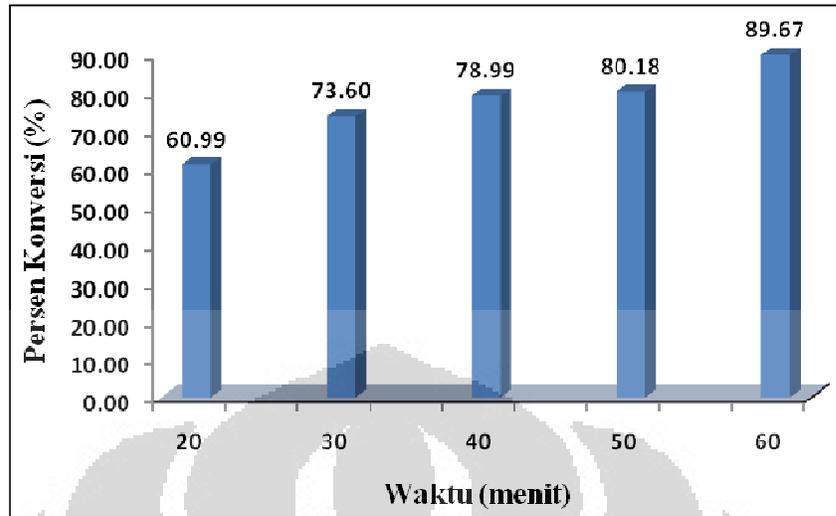
Gambar 4.3. Proses pengecilan ukuran partikel pada *homogenizer rotor Stator*

Seperti pada penjelasan sebelumnya di atas disebutkan bahwa volume atau puncak tertinggi yang diperoleh pada waktu pengadukan selama 20, 30, 40, 50, 60 menit masing-masing yaitu ditunjukkan pada ukuran partikel 23,81 μm ; 13,61 μm ; 13,61 μm ; 13,61 μm ; 16,40 μm . Pada saat pengadukan selama 20 menit memiliki puncak tertinggi pada ukuran partikel yang paling besar yaitu 23,81 μm . Hal ini diduga bahwa besarnya ukuran partikel yang terbentuk tersebut lebih ditentukan (dipengaruhi) oleh ukuran droplet emulsi awal yang terbentuk masih besar karena masih pendeknya waktu pengadukan dalam pembentukan droplet emulsi. Tetapi pada saat pengadukan selama 30 hingga 60 menit, karena pengadukan lebih lama maka ukuran droplet emulsi yang terbentuk menjadi semakin kecil. Pada saat pengadukan selama 30 hingga 50 menit memiliki puncak tertinggi pada ukuran partikel yang lebih kecil bila dibandingkan pada saat pengadukan selama 60

menit. Hal ini diduga bahwa faktor yang menentukan ukuran partikel tersebut lebih dipengaruhi oleh proses polimerisasi dalam pembentukan dinding kapsul yang berlangsung pada antarmuka droplet emulsi. Dimana pada saat pengadukan selama 60 menit karena proses polimerisasinya berlangsung lebih lama maka membran poliuretan yang membentuk dinding kapsul menjadi semakin tebal sehingga ukurannya menjadi lebih besar. Namun demikian distribusi ukuran partikel pada pengadukan selama 60 menit tersebut cenderung monomodal, hal ini dikarenakan seperti pada penjelasan sebelumnya di atas disebutkan bahwa bersamaan dengan proses polimerisasi tersebut sebagian droplet emulsi diduga masih terjadi keseimbangan menjadi lebih kecil yang kemudian dilanjutkan dengan proses polimerisasi, sehingga untuk pengadukan selama 60 menit distribusinya menjadi lebih sempit dan lebih homogen.

Pada penelitian ini selain mempelajari pengaruh waktu pengadukan terhadap distribusi ukuran partikel, pada penelitian ini juga dipelajari pengaruhnya terhadap persen konversi. Persen konversi menunjukkan perbandingan antara kandungan padatan yang dihasilkan pada percobaan dengan kandungan padatan teoritis. Kandungan padatan percobaan merupakan berat mikrokapsul yang dihasilkan dan kandungan padatan teoritis merupakan berat total dari TDI, gliserol, DBTL, dan SDS yang digunakan. Data pengaruh waktu pengadukan terhadap persen konversi ditunjukkan oleh Gambar 4.4. Berdasarkan pada data tersebut diketahui bahwa semakin lama waktu pengadukan maka persen konversi yang dihasilkan semakin bertambah. Hal ini menunjukkan bahwa semakin lama waktu pengadukan maka reaksi polikondensasi akan berlangsung terus sehingga monomer isosianat dan gliserol yang dikonversi menjadi mikrokapsul poliuretan semakin banyak.

Pada rentang variasi waktu antara 20 menit hingga 60 menit, persentase terkecil ditunjukkan sebesar 60,99% yaitu pada waktu 20 menit dan persentase terbesar yaitu 89,67% pada waktu pengadukan selama 60 menit. Pada saat pengadukan selama 20 menit telah menunjukkan persen konversinya lebih dari 50% sehingga dapat dikatakan bahwa laju reaksi pembentukan mikrokapsul poliuretan berlangsung cepat dan mulai melambat ketika waktu pengadukan selama 30 hingga 60 menit karena peningkatan persen konversinya mulai sedikit.

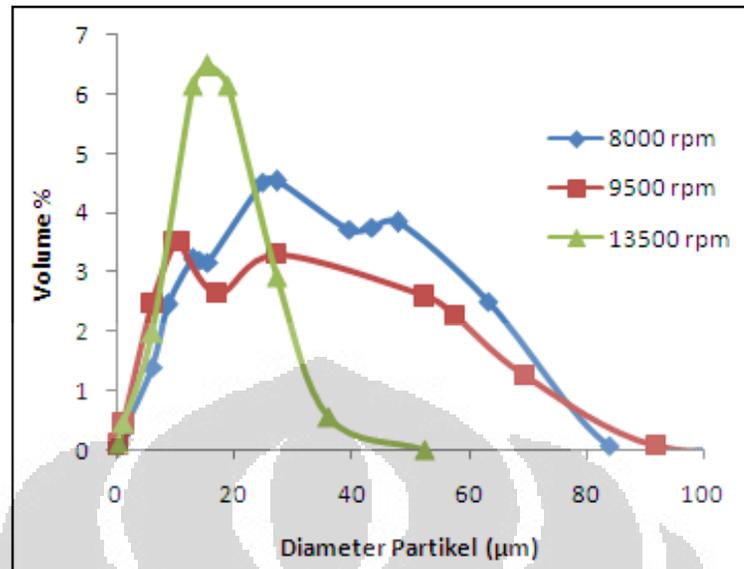


Gambar 4.4. Diagram Pengaruh Waktu Pengadukan Terhadap Persen Konversi

4.2 Pengaruh Kecepatan Pengadukan

Seperti halnya pada studi pengaruh variasi waktu pengadukan terhadap distribusi ukuran partikel, maka studi pengaruh kecepatan pengadukan juga dilakukan dengan menggunakan variabel tetap yaitu rasio NCO/OH = 1, konsentrasi surfaktan 0,11% dan waktu pengadukan selama 60 menit (mengacu pada waktu optimum yang diperoleh pada percobaan di atas). Variasi kecepatan pengadukan yang dilakukan yaitu 8000 rpm, 9500 rpm dan 13500 rpm. Skala peningkatan variasi kecepatan pengadukan yang tidak sama antara kecepatan pengadukan yang satu dengan yang lain karena mengacu pada kemampuan alat *homogenizer* Heidolph DIAX 600 yang digunakan yaitu yang menunjukkan skala 8000, 9500, dan 13500 rpm.

Kecepatan pengadukan merupakan salah satu parameter penting selama proses dispersi bahan aktif dalam fasa air sebagai fasa kontinyu, karena merupakan salah satu yang bertanggung jawab terhadap ukuran droplet dari bahan aktif dan berakibat pada ukuran diameter mikrokapsul yang dihasilkan (Jegat *et al.*, 2000). Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi dengan menggunakan alat Coulter LS 100 Particle Size Analyzer dapat dilihat pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5. Pengaruh Kecepatan Pengadukan Terhadap Distribusi Ukuran Partikel Mikro kapsul Poliuretan

Dari data tersebut dapat diketahui bahwa semakin besar kecepatan pengadukan maka distribusi ukuran partikel yang dihasilkan semakin sempit dan semakin bergeser ke kiri yang menunjukkan ukuran partikel semakin kecil. Pada kecepatan pengadukan sebesar 8000 rpm distribusi ukuran partikelnya terdapat tiga puncak, sedangkan pada kecepatan pengadukan sebesar 9500 rpm terdapat dua puncak dan pada kecepatan 13500 rpm terbentuk satu puncak. Puncak tertinggi (yang menunjukkan ukuran partikel yang sering ditemukan pada distribusi) dari kecepatan pengadukan 8000, 9500, dan 13500 rpm masing-masing ditunjukkan pada ukuran partikel 28,69 μm; 11, 29 μm dan 16,40 μm. Pada kecepatan 9500 rpm puncak tertinggi ditunjukkan oleh ukuran partikel yang lebih kecil bila dibandingkan dengan kecepatan 13500 rpm. Namun demikian pada kecepatan tersebut (9500 rpm) distribusi ukuran partikelnya terdapat dua puncak utama yang memiliki frekuensi volume yang hampir sama yaitu pada ukuran 11,29 μm dan 27,38 μm, sehingga distribusi ukuran partikelnya lebih lebar dan menunjukkan ukuran partikel yang tersebar lebih heterogen bila dibandingkan dengan kecepatan 13500 rpm seperti yang terlihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2. Pengaruh Kecepatan Pengadukan Terhadap Distribusi Ukuran Partikel
Mikrokapsul Poliuretan

Kecepatan Pengadukan	10%	25%	50%	75%	90%
8000 rpm	<4,650 μm	<10,65 μm	<21,83 μm	<37,74 μm	<54,67 μm
9500 rpm	<3,031 μm	<7,132 μm	<14,54 μm	<31,85 μm	<50,84 μm
13500 rpm	<3,251 μm	<8,351 μm	<13,59 μm	<19,61 μm	<25,44 μm

Berdasarkan tabel tersebut dapat diketahui bahwa semakin besar kecepatan pengadukan maka rentang (range) ukuran partikel yang terdistribusi semakin pendek (sempit), dimana pada persentase sekitar 90% partikel yang terdistribusi untuk kecepatan pengadukan 8000, 9500 dan 13500 rpm masing-masing yaitu ukurannya kurang dari 54,67 μm , 50,84 μm dan 25,44 μm . Dengan demikian dapat dikatakan bahwa semakin besar kecepatan pengadukan maka ukuran partikel yang dihasilkan semakin kecil. Hasil ini memiliki kesesuaian dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Yang *et al* dalam pembuatan mikrokapsul poliuretan dengan menggunakan prepolimer poliuretan. Pada penelitian tersebut kecepatan pengadukan memiliki korelasi berbanding terbalik, semakin besar kecepatan pengadukan maka ukuran partikel yang dihasilkan semakin kecil dan distribusi ukuran partikel semakin sempit. Pada variasi kecepatan dengan rentang 500 hingga 1500 rpm memberikan ukuran diameter rata-rata yaitu pada rentang 413 μm (untuk 500 rpm) hingga 39 μm (untuk 1500 rpm).

Kecepatan pengadukan mengontrol keseimbangan antara gaya turbulen (*turbulent force*) dan tegangan antarmuka dari fasa minyak yang terpisah dan gradien kecepatan lokal dari droplet. Pada kecepatan pengadukan yang rendah, tegangan antarmuka mendominasi dan droplet yang tersebar tetap besar. Droplet besar akan dipecah menjadi kecil ketika gaya turbulen yang kuat dialami pada tingkat kecepatan pengadukan yang tinggi (Yang *et al.*, 2008). Pada agitasi cair-cair, kesetimbangan antara pemecahan dan koalesensi droplet mengarah pada karakteristik distribusi ukuran droplet. Jika kecepatan pengadukan berkurang,

kesetimbangan akan kembali ditetapkan dan ukuran droplet akan menjadi lebih besar.

Pada Gambar 4.5 di atas dapat diketahui bahwa pada kecepatan pengadukan sebesar 8000 rpm dan 9500 rpm memiliki distribusi ukuran partikel yang lebih lebar bila dibandingkan pada kecepatan 13500 rpm. Hal ini diduga bahwa karena pada kecepatan pengadukan tersebut lebih rendah maka droplet emulsi yang terbentuk ukurannya belum homogen, dimana sebagian masih mengalami penggabungan dan sebagian lagi mengalami pemecahan menjadi droplet yang lebih kecil. Setelah droplet emulsi tersebut terbentuk maka selanjutnya proses polimerisasi akan berlangsung pada antarmuka droplet untuk membentuk dinding kapsul poliuretan. Karena ukuran droplet yang terbentuk belum homogen maka distribusi ukuran partikel mikrokapsul poliuretan yang dihasilkan menjadi lebih lebar. Hal ini berbeda dengan pengadukan pada kecepatan sebesar 13500 rpm yang memiliki distribusi ukuran partikel yang lebih sempit dan homogen. Hal ini dikarenakan semakin besar kecepatan pengadukan maka gaya turbulen yang diberikan semakin kuat sehingga droplet besar akan semakin banyak yang dipecah menjadi droplet dengan ukuran yang lebih kecil-kecil. Oleh karena itu pada kecepatan pengadukan sebesar 13500 rpm distribusi ukuran partikelnya lebih sempit dan homogen.

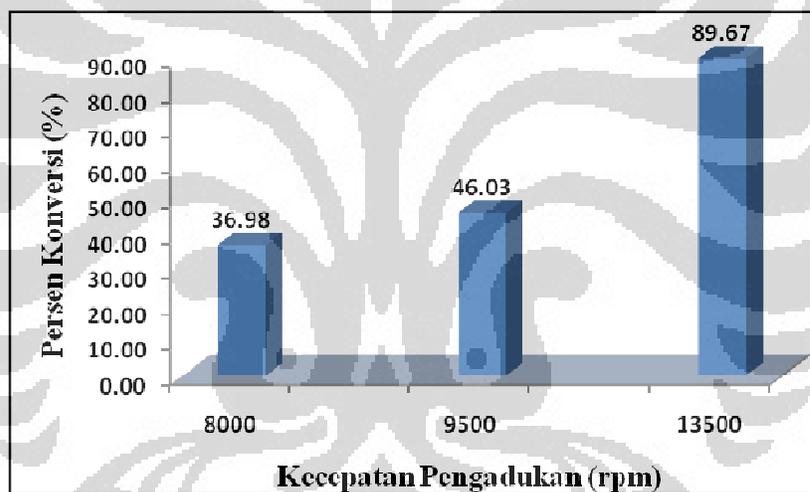
Dari Gambar 4.5 di atas juga dapat diketahui bahwa puncak tertinggi dari kecepatan pengadukan 8000, 9500, dan 13500 rpm masing-masing ditunjukkan pada ukuran partikel 28,69 μm ; 11, 29 μm dan 16,40 μm . Pada kecepatan pengadukan sebesar 8000 rpm memiliki puncak tertinggi pada ukuran partikel mikrokapsul yang paling besar. Hal ini diduga besarnya ukuran partikel yang terbentuk tersebut lebih ditentukan (dipengaruhi) oleh ukuran droplet emulsi awal yang terbentuk lebih besar karena masih kecilnya gaya turbulen yang diberikan dengan pengadukan yang lebih rendah dalam pembentukan droplet emulsi tersebut. Sedangkan untuk kecepatan pengadukan sebesar 9500 rpm memiliki puncak tertinggi pada ukuran partikel yang lebih kecil bila dibandingkan dengan kecepatan 13500 rpm. Hal ini diduga bahwa faktor yang menentukan ukuran partikel tersebut lebih dipengaruhi oleh proses polimerisasi dalam pembentukan dinding kapsul yang berlangsung pada antarmuka droplet emulsi. Dalam reaksi

kimia, pengadukan berpengaruh pada laju reaksi kimia. Oleh karena itu pada kecepatan pengadukan sebesar 9500 rpm diduga laju reaksi terjadinya polimerisasi antara isosianat dan gliserol lebih lambat sehingga dinding kapsul yang terbentuk lebih tipis dan ukuran partikel mikrokapsul pada puncak tertinggi tersebut menjadi lebih kecil. Sedangkan untuk kecepatan pengadukan pada 13500 rpm karena kecepatan pengadukannya lebih besar maka laju reaksi polimerisasi untuk pembentukan dinding mikrokapsul semakin cepat sehingga dinding kapsul yang terbentuk lebih tebal dan ukuran partikel mikrokapsul pada puncak tertinggi menjadi lebih besar.

Selain itu, berubah tidaknya ukuran dan distribusi ukuran suatu partikel karena adanya pengaruh perubahan kecepatan pengadukan juga tergantung pada kekuatan membran awal yang terbentuk disekitar masing-masing droplet. Pada saat kecepatan pengadukan yang rendah memberikan distribusi ukuran partikel yang lebih lebar, hal ini dimungkinkan membran awal yang terbentuk tidak cukup kuat untuk mencegah droplet dari terjadinya koalesensi sehingga membentuk mikrokapsul yang lebih besar. Tetapi apabila membran awal memiliki kekuatan untuk mencegah droplet dari koalesensi maka ukuran dan distribusi ukuran partikel mikrokapsul tidak akan berubah dengan adanya perubahan kecepatan pengadukan (Ni *et al.*, 1995). Oleh karena itu, diduga membran awal yang terbentuk pada penelitian ini bersifat kurang kuat untuk mencegah terjadinya koalesensi sehingga dengan adanya variasi kecepatan pengadukan yang diberikan telah memberikan ukuran dan distribusi ukuran partikel yang berubah cukup signifikan.

Data pengaruh kecepatan pengadukan terhadap persen konversi yang dihasilkan dapat dilihat pada Gambar 4.6. Data tersebut memiliki korelasi yang berlawanan dengan pengaruh kecepatan pengadukan terhadap ukuran dan distribusi ukuran partikel di atas. Dimana pada pengaruh kecepatan pengadukan terhadap persen konversi memiliki korelasi bahwa semakin besar kecepatan pengadukan maka persen konversi yang dihasilkan juga semakin besar. Data ini menunjukkan bahwa semakin cepat pengadukan maka pembentukan mikrokapsul semakin besar, hal ini dapat terjadi karena semakin cepat pengadukan maka droplet yang terbentuk semakin kecil dan banyak sehingga peluang untuk

terjadinya reaksi polikondensasi antara TDI dengan gliserol juga semakin besar. Selain itu karena pengadukan berpengaruh pada laju reaksi, maka semakin besar kecepatan pengadukan maka proses polimerisasi yang terjadi semakin cepat dan monomer yang terkonversi menjadi poliuretan semakin banyak. Adanya peningkatan persen konversi yang cukup signifikan saat kecepatan pengadukan dinaikkan yaitu dari 8000, 9500 dan 13500 rpm menandakan bahwa variasi kecepatan pengadukan memiliki pengaruh yang cukup signifikan juga terhadap proses pembentukan mikrokapsul poliuretan. Hal ini dapat dilihat bahwa pada saat pengadukan sebesar 8000 rpm dan 9500 rpm persen konversinya kurang dari 50% yaitu masing-masing sebesar 36,98% dan 46%, sedangkan ketika pengadukan dinaikkan menjadi 13500 rpm maka persen konversinya naik hingga 89,67%.



Gambar 4.6. Pengaruh Kecepatan Pengadukan Terhadap Persen Konversi

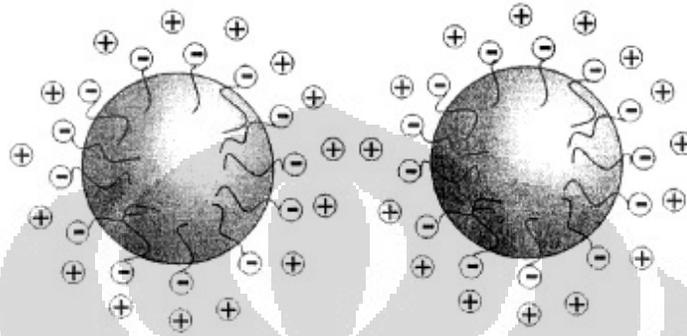
4.3 Pengaruh Konsentrasi Surfaktan

Pada proses pembuatan mikrokapsul poliuretan untuk menyalut katalis dibutiltin dilaurat (DBTL), suatu sistem emulsi O/W (minyak dalam air) harus dipersiapkan terlebih dahulu. Digunakannya sistem emulsi minyak dalam air karena DBTL sebagai bahan aktif yang disalut bersifat larut dalam minyak. Oleh karena itu agar DBTL dapat tersalut maka harus didispersikan sebagai globul-globul (fasa terdispersi) ke seluruh fasa kontinyu air (fasa pendispersi). Dimana selain DBTL, TDI sebagai monomer larut minyak juga didispersikan dalam fasa

air terlebih dahulu dan kemudian gliserol sebagai monomer larut air ditambahkan pada fasa kontinyu setelah emulsi telah dipersiapkan.

Untuk memperoleh emulsi yang stabil, suatu surfaktan biasanya ditambahkan pada fasa kontinyu dan atau fasa terdispersi. Selanjutnya, aditif ini membentuk lapisan adsorpsi pada antarmuka cair-cair, yang dapat mempengaruhi polimerisasi polikondensasi. Setelah kulit awal terbentuk, reaksi polikondensasi berikutnya adalah proses difusi yang dikontrol karena harus terjadi pada antarmuka O/W. Sebagai hasilnya, kapsul seperti partikel terstruktur dapat terbentuk dengan tergantung pada emulsi awal dan parameter proses pembentukan, seperti kondisi proses dan rasio molar dari monomer. Pada penelitian sebelumnya, beberapa surfaktan yang digunakan dalam pembuatan mikrokapsul poliuretan diantaranya yaitu setil alkohol dan polivinil alkohol. Namun, dari hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa setil alkohol dan polivinil alkohol dapat memberikan reaksi samping antara gugus hidroksilnya (OH) dengan gugus NCO dari isosianat untuk membentuk dinding poliuretan (Jun *et al.*, 2006). Pada penelitian ini sebagai surfaktan yang digunakan yaitu sodium dodesil sulfat (SDS) atau sodium lauril sulfat (SLS). Sodium dodesil sulfat telah lama digunakan sebagai surfaktan karena sifatnya yang memiliki permukaan aktif (*surface active*) dan memiliki peran penting dalam industri. SDS merupakan surfaktan anionik dan jenis surfaktan yang sangat kuat dan merupakan aditif yang umum untuk kebanyakan sistem heterogen. Karena bersifat larut dalam air yang sangat baik bila dibandingkan dalam fasa minyak (memiliki nilai HLB tinggi sekitar 40), maka salah satu aplikasinya yaitu dapat digunakan sebagai surfaktan dalam pembuatan sistem emulsi minyak dalam air (Bahadur, 1974 ; Watabe, 2008). SDS merupakan termasuk surfaktan ionik, dimana surfaktan ionik lebih efektif bila dibandingkan dengan surfaktan non-ionik untuk menurunkan tegangan antarmuka. Metode stabilisasi droplet emulsi yang digunakan merupakan stabilisasi elektrostatis. Stabilisasi elektrostatis melibatkan pengenalan lapisan bermuatan, baik anionik maupun kationik pada permukaan droplet emulsi dengan menggunakan surfaktan ionik. Stabilisasi elektronik memberikan droplet emulsi dan membentuk mikrokapsul energi potensial penghalang melalui tolakan Coulomb yang akan mencegah koalesensi droplet. Surfaktan ionik pada

permukaan droplet disertai oleh jumlah yang sama dari counter ion pada sekitar medium untuk mempertahankan muatan netral listrik. Gugus bermuatan dan counter ion menciptakan lapisan rangkap listrik yang menstabilkan droplet emulsi melalui tolakan elektrostatis (Shulkin, 2002).

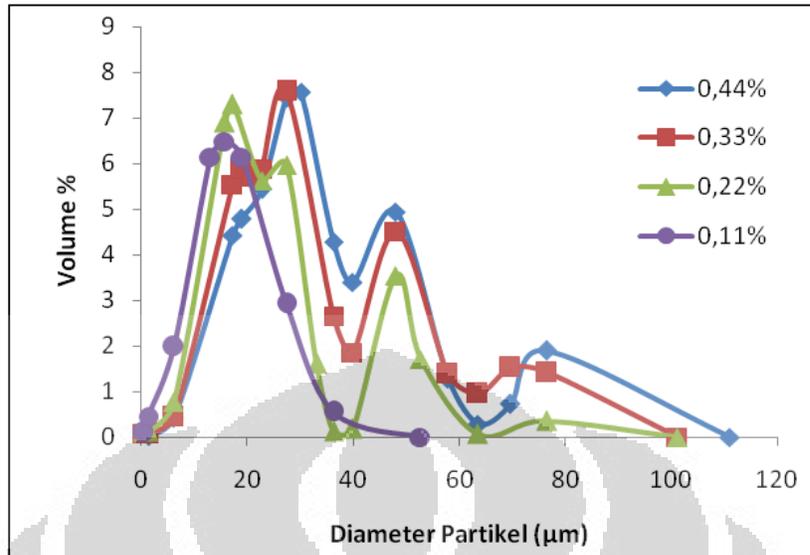


Gambar 4.7. Stabilisasi Elektrostatis Droplet Emulsi

[Sumber: Shulkin, 2002]

Jumlah dari surfaktan yang digunakan dalam pembuatan mikrokapsul merupakan faktor yang mempengaruhi stabilitas koloid karena ukuran droplet, yang secara langsung terdispersi setelah equilibrium primer, tergantung pada jumlah surfaktan dalam emulsi (Jun *et al.*, 2006). Oleh karena itu pada penelitian ini juga telah dipelajari pengaruh konsentrasi surfaktan terhadap distribusi ukuran partikel mikrokapsul poliuretan yang dihasilkan.

Studi pengaruh konsentrasi surfaktan dilakukan dengan menggunakan variabel konstan yaitu rasio NCO/OH = 1, kecepatan pengadukan 13500 rpm, waktu pengadukan selama 60 menit dan variasi konsentrasi surfaktan yang digunakan yaitu 0,11% ; 0,22% ; 0,33% dan 0,44% (terhadap berat pelarut air). Data pengaruh variasi konsentrasi surfaktan terhadap distribusi ukuran partikel dapat dilihat pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8. Pengaruh Konsentrasi Surfaktan Terhadap distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan

Berdasarkan data tersebut dapat diketahui bahwa semakin kecil konsentrasi surfaktan yang digunakan, distribusi ukuran partikelnya semakin sempit dan semakin bergeser ke kiri yang menunjukkan ukuran partikelnya semakin kecil. Pada konsentrasi surfaktan sebesar 0,22%; 0,33% dan 0,44% distribusi ukuran partikelnya cenderung polimodal karena pada distribusi tersebut terdapat puncak lebih dari dua, sedangkan pada konsentrasi surfaktan 0,11% distribusi ukuran partikelnya cenderung monomodal. Ukuran partikel pada masing-masing puncak tersebut pada distribusi yang dihasilkan oleh konsentrasi surfaktan 0,11% hingga 0,44% dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3. Ukuran Partikel Pada Masing-Masing Puncak Pada Distribusi yang Dihasilkan oleh Konsentrasi Surfaktan 0,11% hingga 0,44%

Konsentrasi Surfaktan	Puncak 1 (µm)	Puncak 2 (µm)	Puncak 3 (µm)	Puncak 4 (µm)
0,11 %	16,40	-	-	-
0,22 %	18,00	27,38	47,93	76,43
0,33%	18,86	27,38	47,93	76,43
0,44%	-	31,50	47,93	76,43

Dimana puncak tertinggi dari konsentrasi surfaktan 0,11% ; 0,22% ; 0,33% dan 0,44% masing-masing ditunjukkan pada ukuran partikel 16,40 μm ; 18,00 μm ; 28,69 μm , dan 31,50 μm . Berdasarkan data tersebut dapat diketahui bahwa semakin besar konsentrasi maka ukuran partikel yang sering ditemukan pada distribusi yaitu semakin besar. Selain itu, pada rentang ukuran partikel antara 30 μm hingga 100 μm untuk konsentrasi 0,22% hingga 0,44% memiliki kecenderungan bahwa frekuensi volumenya secara berturut-turut yaitu konsentrasi surfaktan 0,44% > konsentrasi surfaktan 0,33% > konsentrasi surfaktan 0,22% sehingga pada persentase 90% ukuran partikel yang tersebar rentangnya menjadi lebih sempit, hal ini seperti yang dapat dilihat pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4. Pengaruh Konsentrasi Surfaktan Terhadap distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan

Konsentrasi Surfaktan	10%	25%	50%	75%	90%
0,11 %	<3,251 μm	<8,351 μm	<13,59 μm	<19,61 μm	<25,44 μm
0,22 %	<5,476 μm	<11,89 μm	<17,74 μm	<25,49 μm	<33,01 μm
0,33%	<8,571 μm	<15,81 μm	<24,14 μm	<33,85 μm	<51,72 μm
0,44%	<9,406 μm	<16,96 μm	<26,77 μm	<38,00 μm	<53,18 μm

Dari tabel tersebut dapat diketahui bahwa semakin besar konsentrasi surfaktan maka rentang ukuran partikel yang terdistribusi semakin lebar, dimana pada persentase sekitar 90% tersebut partikel yang terdistribusi untuk konsentrasi surfaktan 0,11% ; 0,22% ; 0,33% dan 0,44% masing-masing yaitu ukurannya kurang dari 25,44 μm ; 33,01 μm ; 51,72 μm ; dan 53,18 μm .

Korelasi pengaruh konsentrasi surfaktan terhadap distribusi ukuran partikel yang semakin sempit dengan menurunnya konsentrasi surfaktan yang digunakan juga ditunjukkan oleh penelitian yang dilakukan oleh Gaudin *et al* dan Huang *et al*. Dari penelitian yang dilakukan Gaudin *et al* ditunjukkan bahwa dengan menggunakan surfaktan yang sama yaitu SDS pada rentang konsentrasi surfaktan 0,22% hingga 0,44% menunjukkan indek polidispersitas yang

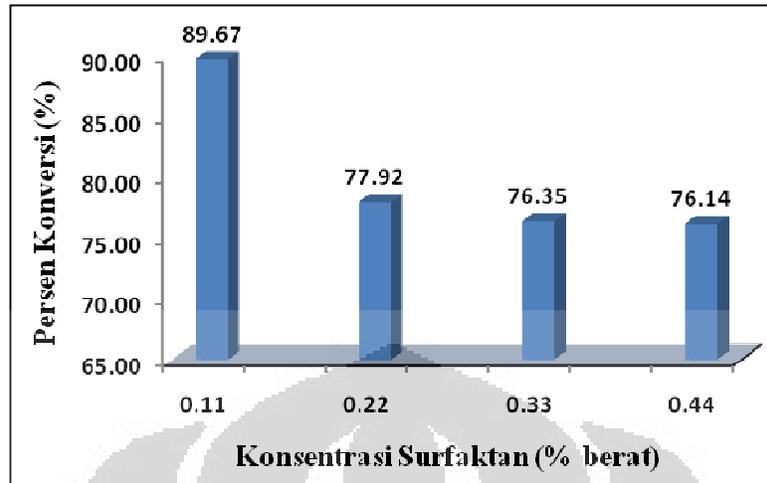
cenderung naik yaitu dari 0,15 hingga 0,25. Sedangkan pada penelitian yang dilakukan oleh Huang *et al* dengan konsentrasi surfaktan yang digunakan yaitu rasio surfaktan/minyak yaitu sebesar 1/10, 0, 1/5, 1/3 dan 1/1 menunjukkan bahwa untuk konsentrasi terendah (rasio 1/10) memiliki distribusi ukuran partikel paling sempit.

Penggunaan surfaktan dalam proses emulsifikasi memiliki kemampuan untuk menstabilkan emulsi dengan cara menurunkan tegangan antarmuka antara fasa minyak dan air. Dalam penggunaan surfaktan, orang sering ingin surfaktan yang dapat mengurangi permukaan antarmuka secara efisien yaitu dengan menambahkannya sedikit mungkin. Jumlah surfaktan yang diperlukan untuk memperoleh penurunan tegangan antarmuka tergantung pada beberapa faktor, diantaranya yaitu efisiensi pada antarmuka, partisi antara bulk (cairan) dan antarmuka dan kecenderungan untuk membentuk agregat miselar (Rekvig *et al.*, 2003). Pembahasan tentang kinerja surfaktan dalam menurunkan tegangan permukaan larutan perlu untuk mempertimbangkan dua aspek proses yaitu konsentrasi surfaktan yang dibutuhkan untuk menghasilkan pengurangan tegangan antarmuka dan pengurangan maksimum tegangan permukaan yang dapat diperoleh, terlepas dari konsentrasi surfaktan yang hadir. Dua efek dapat dibedakan dengan mendefinisikan efisiensi surfaktan sebagai konsentrasi yang diperlukan untuk mengurangi tegangan permukaan dengan jumlah yang telah ditentukan dan efektivitas sebagai pengurangan maksimum yang dapat diperoleh dengan penambahan dari setiap kuantitas surfaktan (Myers, 2006). Karena pengaruh surfaktan pada fenomena antarmuka adalah fungsi dari konsentrasi surfaktan pada antarmuka, maka dapat didefinisikan efektivitas surfaktan dalam adsorpsi antarmuka sebagai konsentrasi maksimum dimana surfaktan dapat mencapai antarmuka yaitu konsentrasi surfaktan pada permukaan jenuh. Efektifitas adsorpsi tersebut dihubungkan dengan daerah antarmuka yang ditempati molekul surfaktan (Rosen, 2004).

Pada penelitian ini, pada konsentrasi surfaktan antara 0,22% hingga 0,44% memiliki kecenderungan distribusi partikel polimodal yang melebar, sedangkan pada konsentrasi 0,11% memiliki distribusi partikel monomodal. Oleh karena itu, berdasarkan pada penjelasan di atas diduga bahwa konsentrasi surfaktan 0,11%

merupakan konsentrasi yang efektif untuk menurunkan tegangan antarmuka dan dalam menstabilkan emulsi, sehingga dapat diperoleh mikrokapsul poliuretan dengan diameter yang cenderung homogen. Pada saat konsentrasi surfaktan yang digunakan yaitu 0,22% hingga 0,44% kemungkinan antarmuka telah jenuh dengan surfaktan sehingga akan mengganggu proses terbentuknya droplet. Kelebihan surfaktan dapat tidak meningkatkan stabilitas emulsi tetapi bahkan mengganggu sistem dengan adanya reaksi-reaksi sekunder (Zydowicz, 2001).

Berbeda dengan pengaruh waktu pengadukan dan kecepatan pengadukan terhadap persen konversi yang memiliki korelasi berbanding lurus, maka pada studi pengaruh konsentrasi surfaktan terhadap persen konversi memiliki korelasi yang berbanding terbalik seperti yang dapat dilihat pada Gambar 4.9. Dari data tersebut dapat diketahui bahwa semakin besar konsentrasi surfaktan maka persen konversi yang dihasilkan justru semakin menurun. Pada saat konsentrasi surfaktan sebesar 0,11% persen konversi yang dihasilkan paling tinggi yaitu sebesar 89,67%, namun ketika konsentrasi surfaktan yang digunakan lebih besar yaitu 0,22% hingga 0,44% penurunan persen konversinya cukup signifikan dan persen konversinya cenderung mulai konstan. Seperti halnya pada penjelasannya sebelumnya di atas, bahwa pada konsentrasi 0,11% diduga merupakan konsentrasi efektif surfaktan untuk menurunkan tegangan antarmuka sehingga droplet emulsi dapat terbentuk, sehingga polioliol dan gliserol sebagai monomer penyusun mikrokapsul poliuretan dapat bereaksi dengan baik pada antarmuka emulsi. Berbeda ketika konsentrasi surfaktan yang digunakan lebih besar dari 0,11% yaitu 0,22% hingga 0,44% antarmuka telah jenuh dengan surfaktan sehingga dapat mengganggu dan menurunkan kinerja surfaktan dalam membentuk droplet. Karena droplet yang dihasilkan tidak sempurna maka proses polikondensasi antara polioliol dan gliserol pada antarmuka droplet akan terganggu. Adanya kecenderungan persen konversi yang dihasilkan konstan pada saat konsentrasi surfaktan sebesar 0,22% hingga 0,44% hal ini menunjukkan bahwa peningkatan konsentrasi surfaktan di atas 0,11% kurang berpengaruh terhadap persen konversi.



Gambar 4.9. Pengaruh Konsentrasi Surfaktan Terhadap Persen Konversi

4.4 Pengaruh Perbandingan Antara Isosianat dan Polioliol (Rasio NCO/OH)

Monomer penyusun dalam pembuatan mikrokapsul poliuretan yaitu terdiri dari isosianat dan polioliol. Pada penelitian ini sebagai monomer isosianat dan monomer polioliol yang digunakan masing-masing yaitu Toluena Diisosianat (TDI) dan gliserol. Rasio konsentrasi reaktan (monomer) dalam pembuatan mikrokapsul dapat mempengaruhi ukuran partikel yang dihasilkan, dalam hal ini konsentrasi monomer berpengaruh terhadap ketebalan dinding kapsul. Dalam produksi kapsul, dinding terus menebal hingga semua monomer yang tersedia dikonsumsi (Benita, 1996).

Pada penelitian ini studi pengaruh rasio konsentrasi monomer terhadap distribusi ukuran partikel mikrokapsul dilakukan dengan memvariasi perbandingan antara isosianat dan polioliol (rasio NCO/OH). Ketika mereaksikan isosianat dengan satu atau lebih polioliol untuk membentuk poliuretan, satu gugus NCO bereaksi dengan satu gugus OH. Ketika jumlah gugus NCO sama dengan jumlah gugus OH group maka dapat dikatakan stokiometri rasio NCO:OH yaitu 1. Dalam penentuan rasio NCO/OH perlu diketahui terlebih dahulu kandungan gugus isosianat (NCO) dalam TDI dan bilangan hidroksil (OH) dalam gliserol. Dari hasil analisa diperoleh bahwa bilangan hidroksil dari gliserol dan kandungan gugus isosianat dalam TDI yang digunakan dapat dilihat pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5. Data Bilangan Hidroksil dan Kandungan Gugus Isosianat

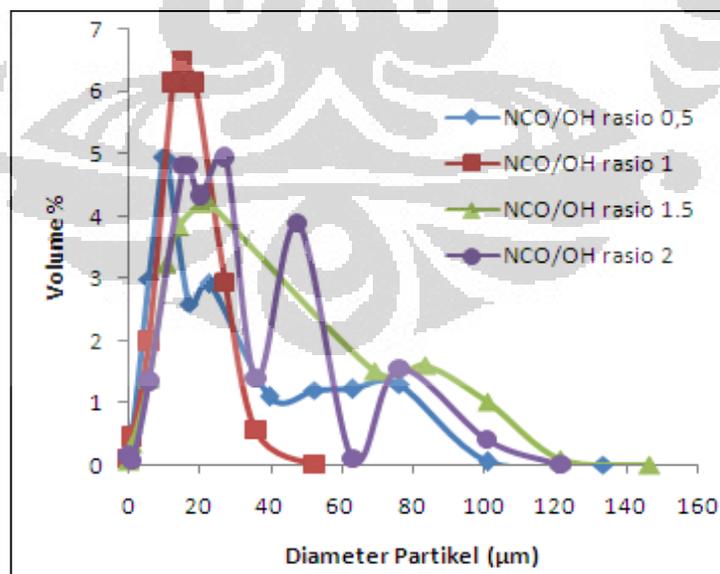
Bilangan Hidroksil gliserol	181,79 (mg/g sampel)
Kandungan gugus isosianat TDI	48,34 %

Pada penelitian ini variasi rasio NCO/OH yang digunakan yaitu sebesar 0,5 ; 1 ; 1,5 dan 2 dengan banyaknya gram TDI yang digunakan dibuat konstan dan yang divariasi adalah banyaknya gliserol seperti yang dapat dilihat pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6. Komposisi Bahan Dalam Proses Pembuatan Mikrokapsul Poliuretan Dengan Variasi Rasio NCO/OH

No	Rasio NCO/OH	TDI (g)	Gliserol (g)
1	0,5	0,783	3,97
2	1	0,783	1,985
3	1,5	0,783	1,32
4	2	0,783	0,993

Data yang diperoleh dari hasil studi pengaruh rasio NCO/OH terhadap distribusi ukuran partikel dapat dilihat pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10. Pengaruh Rasio NCO/OH Terhadap Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul

Dari Gambar 4.10 dapat diketahui bahwa pada rasio NCO/OH = 1 memiliki distribusi partikel yang cenderung monomodal, hal ini berbeda dengan perbandingan rasio NCO/OH yang lain yaitu pada rasio NCO/OH = 0,5; 1 dan 2 dimana memberikan distribusi partikel yang cenderung polimodal terlebih lagi pada rasio NCO/OH = 2. Pada rasio NCO/OH=0,5 terdapat tiga puncak, rasio NCO/OH= 1,5 terdapat dua puncak dan rasio NCO/OH= 2 terdapat tiga puncak. Perbedaan distribusi ukuran partikel pada pengaruh rasio NCO/OH ini dihasilkan (ditentukan) dari proses polimerisasi antara isosianat dengan gliserol. Sedangkan pada saat proses pembentukan emulsi (saat monomer gliserol belum ditambahkan), ukuran droplet yang dihasilkan pada semua variasi rasio NCO/OH adalah sama karena kondisi proses yang digunakan juga sama yaitu kecepatan pengadukan sebesar 13500 rpm selama setengah menit serta konsentrasi surfaktan 0,11%. Namun ketika monomer kedua yaitu gliserol mulai ditambahkan maka reaksi polimerisasi mulai berlangsung, dimana karena banyaknya gliserol yang ditambahkan pada masing-masing rasio NCO/OH tidak sama maka akan berpengaruh pada ukuran partikel mikrokapsul akhir yang dihasilkan. Pada rasio NCO/OH = 1 memberikan distribusi ukuran partikel yang monomodal hal ini diduga bahwa pada perbandingan tersebut merupakan perbandingan yang tepat untuk menghasilkan ukuran partikel mikrokapsul poliuretan yang cenderung homogen. Sedangkan ketika rasio NCO/OH = 0,5 (lebih kecil dari rasio NCO/OH = 1), hal ini menunjukkan bahwa kandungan gugus hidroksilnya berlebih, sehingga dapat mengakibatkan terbentuknya beberapa ikatan hidrogen dimana ikatan yang terbentuk pada mikrokapsul menjadi lebih kompleks dan berpengaruh pada ketebalan dinding kapsul yang dihasilkan. Akibatnya dengan adanya penebalan beberapa dinding kapsul tersebut akan berakibat ukuran kapsul yang terbentuk menjadi lebih heterogen dan distribusi ukuran partikel menjadi lebih lebar. Demikian halnya ketika rasio NCO/OH = 1,5 dan 2, dimana pada rasio tersebut gugus isosianat berlebih maka diduga pada saat proses dispersi dapat mengakibatkan terjadinya reaksi samping antara gugus isosianat dengan air untuk membentuk beberapa produk diantaranya urea linkage, allophanate dan biuret yang akan dijelaskan pada Sub-Bab 4.5. Pada reaksi pembentukan allophanate dan biuret akan mengakibatkan terjadinya

interkoneksi dan ikatan silang pada rantai poliuretan sehingga rantai yang dihasilkan menjadi lebih rumit dan mengakibatkan terbentuknya inti partikel sekunder yang baru (Jabbari dan Khakpour, 2000).

Ukuran partikel pada masing-masing puncak pada distribusi ukuran partikel yang dihasilkan oleh rasio NCO/OH dapat dilihat pada Tabel 4.7.

Tabel 4.7. Ukuran Partikel Pada Masing-masing Puncak pada Distribusi yang Dihasilkan oleh rasio NCO/OH

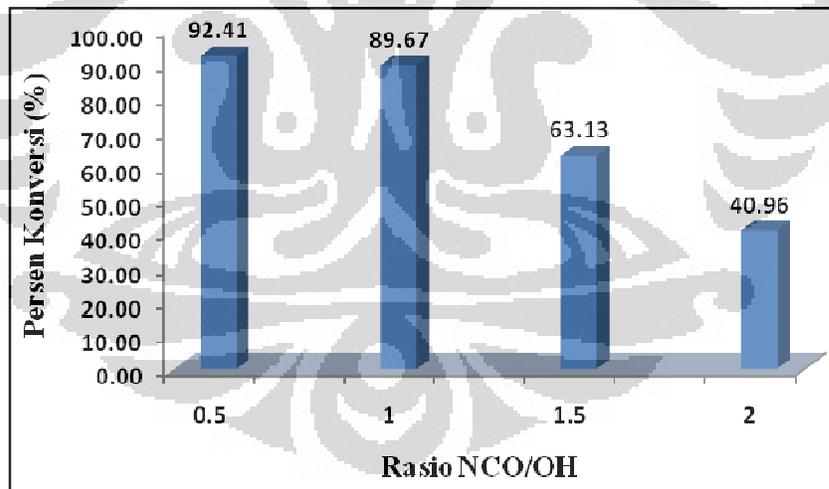
Rasio NCO/OH	Puncak 1 (μm)	Puncak 2 (μm)	Puncak 3 (μm)	Puncak 4 (μm)
0,5	10,29	22,73	76,43	-
1	16,40	-	-	-
1,5	23,81	83,9	-	-
2	15,65	28,69	47,93	76,43

Pada Tabel 4.8 merupakan tabel pengaruh rasio NCO/OH terhadap distribusi ukuran partikel, dimana pada tabel tersebut menjelaskan salah satunya yaitu bahwa pada persentase 90% partikel yang terdistribusi yaitu ukurannya kurang dari 46,14 μm ; 25,44 μm ; 61,11 μm dan 49,08 μm masing-masing secara berurutan yaitu untuk rasio NCO/OH 0,5; 1; 1,5 dan 2. Dari data tersebut diketahui bahwa pada rasio NCO/OH=1 rentang ukuran partikel yang terdistribusi yaitu paling kecil dan pada rasio NCO/OH =1,5 rentang ukuran partikel yang terdistribusi paling besar. Seperti pada penjelasan sebelumnya di atas disebutkan bahwa konsentrasi monomer dapat berpengaruh terhadap ketebalan dinding kapsul, dimana ketebalan dinding kapsul berpengaruh terhadap ukuran partikel mikrokapsul yang dihasilkan. Sehingga hal ini diduga bahwa pada rasio NCO/OH = 1 dinding kapsul yang terbentuk yaitu paling tipis dan pada rasio NCO/OH = 1,5 memiliki dinding kapsul yang paling tebal.

Tabel 4.8. Pengaruh Rasio NCO/OH Terhadap Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul

Rasio NCO/OH	10%	25%	50%	75%	90%
0,5	<2,203 μm	<6,350 μm	<11,12 μm	<22,03 μm	<46,14 μm
1	<3,251 μm	<8,351 μm	<13,59 μm	<19,61 μm	<25,44 μm
1,5	<4,812 μm	<10,68 μm	<19,96 μm	<35,85 μm	<61,11 μm
2	<3,974 μm	<10,23 μm	<17,66 μm	<29,28 μm	<49,08 μm

Pengaruh variasi rasio NCO/OH terhadap persen konversi dapat dilihat pada Gambar 4.11. Berdasarkan gambar tersebut ditunjukkan bahwa semakin besar rasio NCO/OH maka persen konversi yang dihasilkan semakin kecil. Dengan semakin besarnya rasio hal ini menunjukkan bahwa banyaknya gugus isosianat yang digunakan lebih besar bila dibandingkan gugus hidroksil. Dengan semakin banyaknya gugus isosianat dapat mengakibatkan terjadinya reaksi samping dengan air, sehingga dapat mengurangi persen konversi mikrokapsul poliuretan yang terbentuk.

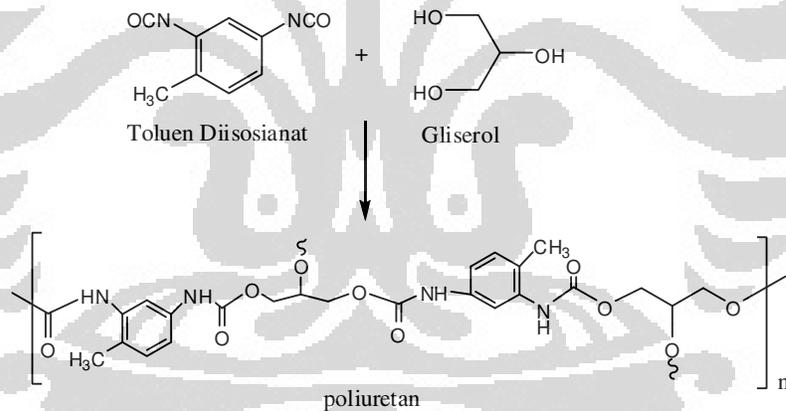


Gambar 4.11. Pengaruh Rasio NCO/OH Terhadap Persen Konversi

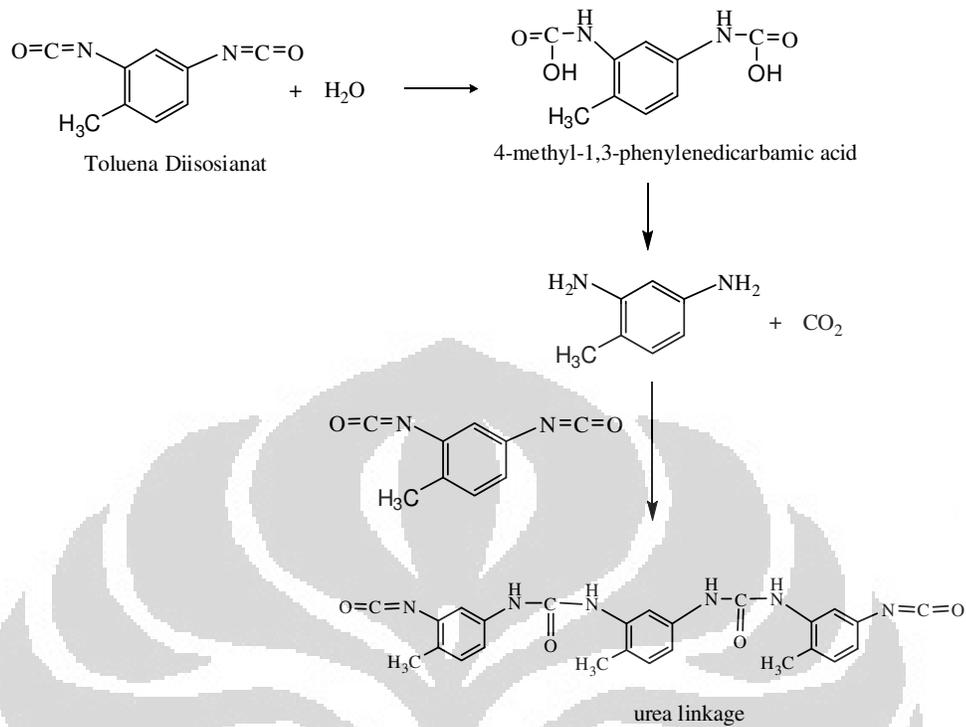
4.5 Karakterisasi Dengan Spektrometer FTIR (*Fourier Transform Infrared*)

Pada proses pembuatan mikrokapsul poliuretan melalui polimerisasi antarmuka, reaksi yang dapat terjadi diantaranya sebagai reaksi utama yaitu gugus

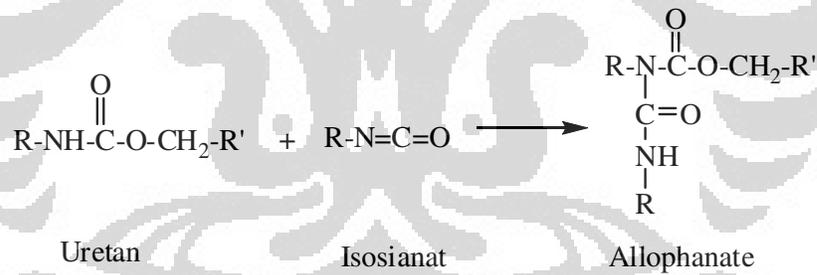
isosianat bereaksi dengan gugus hidroksil dari gliserol untuk membentuk rantai poliuretan (Gambar 4.12). Air dari fasa air dapat juga berdifusi ke dalam fasa organik dan berpartisipasi dalam reaksi polikondensasi. Oleh karena itu pada reaksi kedua, kemungkinan gugus isosianat bereaksi dengan air untuk membentuk gugus asam amino yang tidak stabil dan terdisosiasi menjadi rantai dengan gugus akhir amina dan karbondioksida. Pembentukan karbondioksida memberikan kontribusi secara signifikan pada porositas mikrosfer (Jabbari dan Khakpour, 2000). Selain itu ada beberapa reaksi sekunder lainnya yang mungkin terjadi yaitu reaksi pembentukan urea, biuret, allophonate, reaksi pembentukan dimer dan trimerisasi (Bouchemal *et al.*, 2004). Reaksi pembentukan urea terjadi pada sebuah rantai dengan ujung gugus amina dengan gugus isosianat (Gambar 4.13), sedangkan allophonate merupakan hasil reaksi antara ujung gugus isosianat bereaksi dengan gugus -NH uretan (Gambar 4.14) dan ujung gugus isosianat bereaksi dengan -NH urea untuk membentuk biuret (Gambar 4.15)



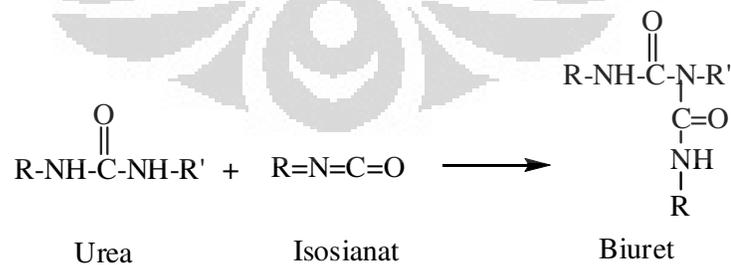
Gambar 4.12. Reaksi Pembuatan Mikrokapsul Poliuretan



Gambar 4.13. Reaksi Gugus Isosianat dengan Air



Gambar 4.14. Reaksi Pembentukan Allophanate



Gambar 4.15. Reaksi Pembentukan Biuret

Analisa dengan menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infrared*) terhadap produk mikrokapsul memungkinkan untuk menentukan struktur kimia dari polimer mikrokapsul. Hasil analisa FTIR terhadap monomer penyusun poliuretan yaitu TDI dan gliserol serta produk mikrokapsul dapat dilihat pada lampiran 18, 19 dan 20. Pada spektrum FTIR produk mikrokapsul dapat dilihat bahwa serapan yang ditunjukkan oleh produk mikrokapsul poliuretan memiliki serapan yang berbeda dengan serapan monomer penyusunnya. Pada lampiran 18 dapat dilihat bahwa pada spektrum FTIR produk mikrokapsul terdapat pita serapan yang tumpang tindih yaitu di daerah 1700 cm^{-1} dari vibrasi ulur C=O uretan dan di daerah 1645 cm^{-1} yang menunjukkan adanya serapan dari pembentukan urea. Terbentuknya ikatan uretan juga ditunjukkan oleh adanya serapan yang kuat dari vibrasi ulur gugus N-H yang mengindikasikan adanya pembentukan uretan linkage yaitu pada daerah $3300\text{-}3261\text{ cm}^{-1}$. Berdasarkan pada spektrum FTIR tersebut dapat diketahui bahwa reaksi polimerisasi antarmuka antara TDI dan gliserol telah dapat membentuk mikrokapsul poliuretan. Namun demikian, meskipun uretan telah terbentuk, pada spektrum tersebut ditunjukkan masih terdapat serapan dari gugus isosianat yang tidak bereaksi, hal ini ditunjukkan oleh masih adanya serapan di daerah 2276 cm^{-1} dari serapan N=C=O. Adanya serapan dari gugus isosianat tersebut diduga berasal dari oligomer poliuretan dengan gugus ujung isosianat.

Secara lebih rinci beberapa pita serapan dari spektrum FTIR yang diperoleh pada bilangan gelombang tertentu dapat dilihat pada Tabel 4.9.

Tabel 4.9. Beberapa pita serapan spektrum FTIR mikrokapsul poliuretan

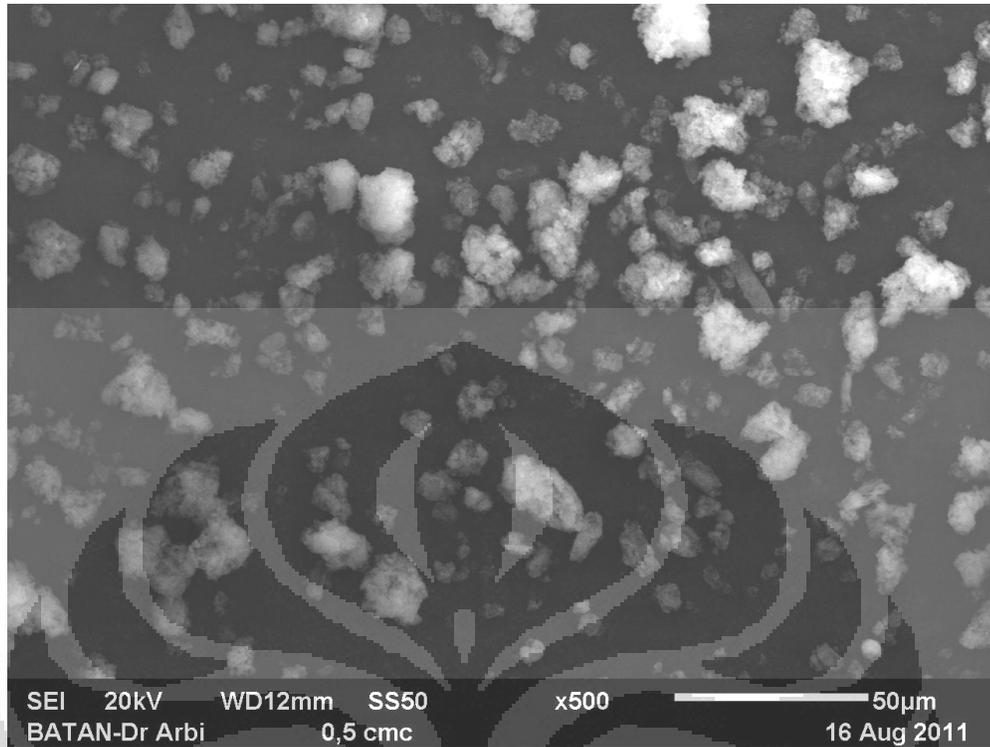
Bilangan Gelombang (cm^{-1})	Keterangan
3300-3261	Vibrasi ulur N-H
2922	Vibrasi ulur CH_2
2276	Vibrasi ulur N=C=O
1700-1645	Vibrasi ulur C=O (gugus uretan dan urea)
1598	Vibrasi ulur C=C gugus aromatik
1537	Vibrasi tekuk N-H
1413	Vibrasi ulur C-C gugus aromatik
1228	Vibrasi ulur =C-O-C

4.6 Karakterisasi Dengan Menggunakan *Scanning Electron Microscope*

(SEM)

Pada analisa dengan menggunakan SEM dapat diketahui ukuran partikel secara visual dan morfologi dari mikrokapsul poliuretan yang dihasilkan. Pada penelitian ini sampel yang dianalisa SEM yaitu sampel mikrokapsul kering yang sudah disaring, dicuci dengan aseton dan didiamkan selama 24 jam. Sampel tersebut merupakan hasil proses pembuatan mikrokapsul dengan kondisi proses yaitu rasio NCO/OH=1, kecepatan pengadukan sebesar 13500 rpm, waktu pengadukan selama 60 menit dan konsentrasi surfaktan sebesar 0,11%. Pada kondisi proses tersebut telah memberikan hasil yaitu distribusi ukuran partikel paling sempit dan persen konversi paling besar.

Pengukuran dengan SEM dilakukan dengan perbesaran 500 kali. Data SEM yang diperoleh dapat dilihat pada Gambar 4.16. Berdasarkan gambar tersebut dapat diketahui bahwa ukuran partikel mikrokapsul secara visual yang diperoleh yaitu pada rentang ukuran antara 5 μm hingga 25 μm . Suatu mikrokapsul dapat berbentuk bola (bulat), persegi panjang ataupun tidak beraturan (Ghosh, 2009). Pada Gambar 4.16 dapat dilihat bahwa struktur morfologi mikrokapsul yang dihasilkan memiliki kecenderungan berbentuk tidak terlalu bulat hingga tidak beraturan. Pada penelitian ini bentuk tidak beraturan dari mikrokapsul yang dihasilkan diduga berasal dari aglomerasi antar kapsul yang terjadi pada saat proses pengeringan mikrokapsul.



Gambar 4.16. Morfologi Mikrokapsul Poliuretan Pada kondisi proses rasio NCO/OH=1, kecepatan pengadukan sebesar 13500 rpm, waktu pengadukan selama 60 menit dan konsentrasi surfaktan sebesar 0,11%.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

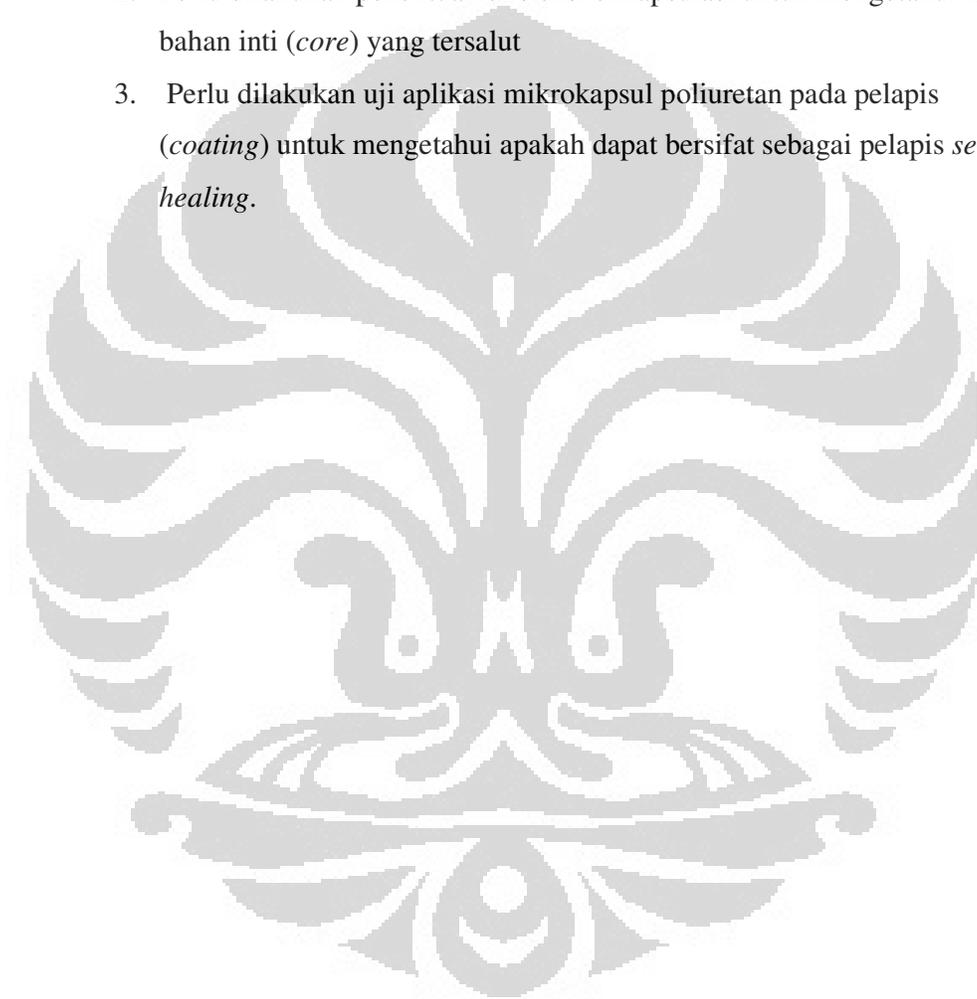
Studi beberapa parameter polimerisasi antarmuka terhadap distribusi ukuran partikel dalam pembuatan mikrokapsul poliuretan berbasis gliserol telah dilakukan dalam penelitian ini. Berdasarkan data yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa :

1. Pengaruh variasi waktu dan kecepatan pengadukan terhadap distribusi ukuran partikel memberikan korelasi berbanding terbalik yaitu semakin lama waktu pengadukan dan semakin besar kecepatan pengadukan maka distribusi ukuran partikel yang dihasilkan semakin sempit.
2. Pengaruh variasi konsentrasi surfaktan terhadap distribusi ukuran partikel mikrokapsul poliuretan memberikan korelasi berbanding lurus yaitu semakin besar konsentrasi surfaktan maka distribusi ukuran partikel yang dihasilkan semakin lebar.
3. Pengaruh variasi rasio NCO/OH terhadap distribusi ukuran partikel tidak menunjukkan korelasi berbanding lurus maupun terbalik. Rentang ukuran partikel terkecil pada distribusi dihasilkan pada rasio NCO/OH = 1 dan rentang ukuran partikel terbesar dihasilkan oleh rasio NCO/OH = 1,5.
4. Kondisi proses polimerisasi antarmuka yang memberikan distribusi ukuran partikel paling sempit yaitu ditunjukkan pada kecepatan pengadukan selama 60 menit, kecepatan pengadukan 13500 rpm, konsentrasi surfaktan 0,11% dan rasio NCO/OH = 1.
5. Gliserol sebagai senyawa organik yang memiliki tiga gugus hidroksil dapat digunakan sebagai poliol dalam pembuatan mikrokapsul poliuretan melalui polimerisasi antarmuka, hal ini didukung oleh data spektrum FTIR yang menunjukkan telah terbentuknya ikatan uretan.

5.2 Saran

Penelitian ini masih memiliki banyak kekurangan, sehingga perlu dilakukan penelitian lebih lanjut antara lain :

1. Perlu dilakukan penentuan kondisi optimum lebih lanjut dalam proses pembuatan mikrokapsul poliuretan untuk mendapatkan morfologi mikrokapsul yang bulat.
2. Perlu dilakukan penentuan efisiensi enkapsulasi untuk mengetahui kadar bahan inti (*core*) yang tersalut
3. Perlu dilakukan uji aplikasi mikrokapsul poliuretan pada pelapis (*coating*) untuk mengetahui apakah dapat bersifat sebagai pelapis *self healing*.



DAFTAR PUSTAKA

- Allen, Terence. (2003). Powder Sampling and Particle Size Determination. Netherland: Elsevier.
- Allport, D.C., Gilbert, D.S., dan Outterside, S.M. (2003). MDI and TDI: Safety, Health and the Environment. England: John Wiley&Sons.
- Arshady, Reza. (1989). Review: Preparation of Microsphere and Microcapsules by Interfacial Polycondensation Techniques. *J.Microencapsulation*, Vol. 6, No.1, 13-28.
- Bahadur, P., dan Srivastava, S.N.(1975). Effect of some cationic detergent on an water emulsion stabilized by sodium lauryl sulphate. *Coloid & Polymer Sci*, 253,315-321.
- Bansode, S.S., Banarjee, S.K., Gaikwad, D.D., Jadhav.S.L., Thorat, R.M. (2010). MICROENCAPSULATION : A REVIEW. *International Journal of Pharmaceutical Sciences Review and Research*, Volume 1, Issue 2, March – April 2010; Article 008
- Benita, Simon. (1996). Methods and Industrial Applications. Marcel Dekker. New York
- Bouchemal, K., Briancon, S., Perrier, E., Fessi, H., Bonnet, I., Zydowicz, N. (2004). Synthesis and characterization of polyurethane and poly(ether urethane) nanocapsules using a new technique of interfacial polycondensation combined to spontaneous emulsification. *International Journal of Pharmaceutics* 269 : 89-100
- Chattopadhyay DK, Raju KVS.N. (2007). Structural Engineering of Polyurethane coating for High Performance Application. *Prog. Polym. Sci.* 32 : 352-418
- Cho, S.H., Anderson, H.M., White, S.R., Sottos, N.R., Braun, P.V.(2006). Polydimethylsiloxane-Based Self healing Materials. *Adv. Mater.*18.997-1000
- Chorng-Shyan Chern. (2008). Principles and Applications of Emulsion Polymerization. New Jersey: A John Wiley & Sons.

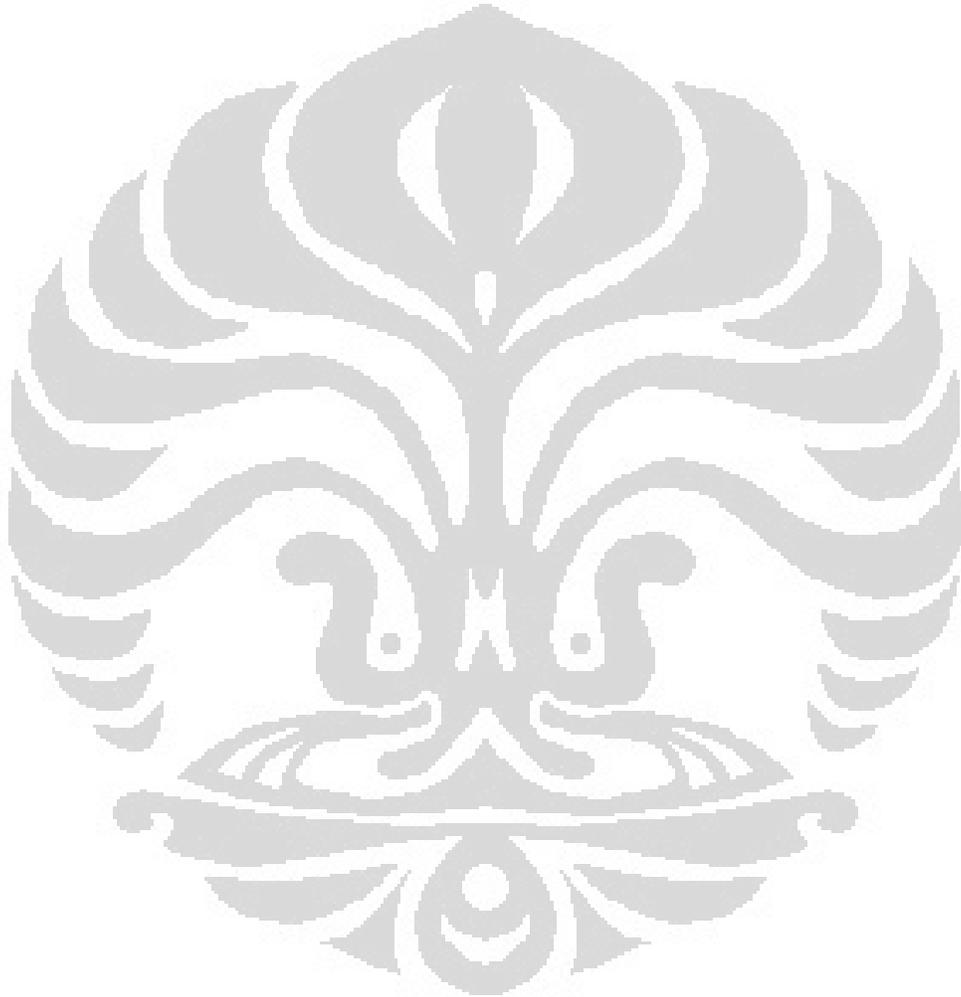
- Dubey, R., Shami, T.C., dan Rao, K.U. Bhasker. (2009). Microencapsulation Technology and Applications, *Defence Science Journal*, Vol. 59, No. 1, 82-95
- Gaudin, Franck dan Sintes-Zydowicz, Nathalie. (2011). Poly(urethane-urea) nanocapsules prepared by interfacial step polymerisation in miniemulsion The droplet size: A key-factor for the molecular and thermal characteristics of the polymeric membrane of the nanocapsules. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng.Aspects*, 384, 698-712.
- Ghosh, Swapan Kumar. (2006). *Functional Coating and Microencapsulation : A General Perspective*, Weinheim: WILEY-VCH
- Ghosh, SK. (2009). *Self-healing Materials*. Weinheim: Wiley-VCH
- Hatakeyama, T., dan Quii, F.X. (1999). *Thermal Analysis Fundamental and Applications to Polymer Science*. (Ed. Ke-2). England: John Wiley& Sons.
- Helmiyati, Budianto, Emil., Arinda, N. (2009). Polimerisasi Emulsi Etil Akrilat : Pengaruh Konsentrasi Surfaktan, Inisiator dan Teknik Polimerisasi Terhadap Distribusi Ukuran Patikel. *MAKARA, SAINS, VOL. 13, NO. 1, APRIL: 59-64*
- Hong, K., dan Park, S. (1999). Preparation of Polyurethane microcapsule with different soft segment and their characteristics. *Reactive&Functional Polymer*.42.193-200
- <http://en.wikipedia.org/wiki/Polyurethane>
- Jabbari, E., Khakpour, M. (2000). Morphology of and release behaviour from porous polyurethane microsphere. *Biomaterial* .21 : 2073-2079
- Jabbari, E. (2001). Characterization of Microcapsules Prepared by Interfacial Polycondensation of Methylene Bis(phenyl isocyanate) with Hexamethylene Diamine. *Iranian Polymer Journal*.Vol.10.No.1
- Jêgat, C., dan Taverdet, L.L. (2000). Stirring speed influence study on the microencapsulation process and on the drug release from microcapsules. *Polymer Bulletin*, 44, 345-351.

- Yang J., Keller, M.W., Moore.J.S., White, S.R., dan Sottos, N.R. (2008). Microencapsulation of Isocyanates for Self-Healing Polymers. *Macromolecules*, 41 (24), 9650-9655
- Jun-Feng Su, Li-Xin Wang , Li Ren, Zhen Huang, Xian-Wen Meng. (2006). Preparation and Characterization of Polyurethane Microcapsule Containing n-Octadecane with Styrene-Maleic Anhydride as a Surfactant by Interfacial Polycondensation. *Journal of Applied Polymer Science*, 102, 4996–5006.
- Jun-Feng Su, Li-Xin Wang , Li Ren. (2007). Synthesis of polyurethane microPCMs containing *n*-octadecane by interfacial polycondensation: Influence of styrene-maleic anhydride as a surfactant. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 299, 268–275
- Khan, A.D. (2002). Research into Biodiesel Kinetics&Catalyst Development. Thesis. University of Queensland. Brisbane. Australi
- Kijeong Hong, Soomin Park.(2000). Material Characterisation Characterization of ovalbumin-containing polyurethane microcapsules with different structures. *Polymer Testing*, 19,975–984
- Kil-Yeong Choi, *et al*, 1990, Microencapsulation of pesticides by interfacial polymerization 1 Polyurethane Microcapsule Containing Oil-Soluble Drug, *Polymer (Korea)* Published by the polymer Society of Korea Vol. 14, No. 4
- Myers, Drew. (2006). SURFACTANT SCIENCE AND TECHNOLOGY. (Ed. Ke-3). New Jersey: John Wiley & Sons
- Nianxi Yang, Mingzu Zhang dan Peihong Ni.(1992). Size distribution and zeta-potential of polyamide Microcapsules. *Journal of Membrane Science*, 72 163-169 163, Elsevier Science Publishers B.V., Amsterdam
- Naoki Watabe, Yosikazu Tokuoka dan Narimichi Kawashima.(2008). Influence of synthetic perfumes on stability of O/W emulsion in sodium dodecyl sulfate-n-dodecane-water ternary systems. *Colloid Polym Sci*, 286:769-776

- Obeidat, Wasfy M. (2009). Recent Patents Review in Microencapsulation of Pharmaceuticals Using the Emulsion Solvent Removal Methods. *Recent Patent on Drug Delivery & Formulation*, 3, 178-192.
- Odian, George. (2004). Principle of Polymerization. (Ed. Ke-2). New York: A John Wiley & Sons.
- Pagliaro, Mario., dan Rossi, Michele. (2010). The Future of Glycerol. (Ed. Ke-2). Cambridge: The Royal Society of Chemistry.
- Paul V. Braun, Abigail Griffith, Soo Hyoun Cho, and Scott R. White. (2009). *Polymeric Materials: Science & Engineering*, 100, 353.
- Peihong Ni, Mingzu Zhang dan Nianxi Yan. (1995). Effect of operating variables and monomers on the formation of polyurea microcapsules. *Journal of Membrane Science*, 103, 51-55
- Pensé, A. M., Vauthier, C., Benoit, J. (1994). Study of the interfacial polycondensation of isocyanate in the preparation of benzalkonium chloride loaded microcapsule. *Colloid Polym Sci.* 272:211-219.
- Persico, Paola. (2005). Additivition of Polyamide Fibers by Means of Micro and Nanoparticles Containing Jojoba Oil. Tesis, Universitas di Napoli “Federico II”.
- Prisacariu, Cristina. (2011). Polyurethane Elastomers from Morphology to Mechanical Aspect. New York: Springer.
- Rekvis, Live, *et al.* (2003). Investigation of Surfactant Efficiency Using Dissipative Particle Dynamics. *Langmuir*, 19, 8195-8205
- Rita, Irma. (2011). Proses Emulsifikasi dan Analisa Biaya Produksi Minuman Emulsi Minyak Sawit Merah. Tesis, Institut Pertanian Bogor.
- Rule, Joseph D., Sottos, Nancy R., White, Scott R. (2007). Effect of microcapsule size on the performance of self healing polymers. *Polymer*, 48, 3520-3529.
- Qingrong Huang., Given, Peter ., Qian, Michael. (2009). . Micro/Nanoencapsulation of Active Food Ingredients. Washington: American Chemical Society

- Saihi, D., *et al.* (2006). Microencapsulation of ammonium phosphate with a polyurethane shell. Part II. Interfacial polymerization technique. *Reactive & Functional Polymers* 66, 1118–1125
- Shulkin, Anna. (2002). Styrene-Maleic Anhydride and Styrene- Maleimide Based Copolymers as Building Blocks in Microencapsulation Procedures. Tesis. McMaster University.
- Soo Hyoun Cho, H. Magnus Andersson, Scott R. White, Nancy R. Sottos, and Paul V. Braun. (2006). Polydimethylsiloxane-Based Self-Healing Materials. *Adv. Mater.* 2006, 18, 997–1000
- Stuart, Barbara. (2004). infrared spectroscopy : fundamentals and applications. John Wiley & Sons
- Suyanarayana, C., Rao, K.C., Kumar, D. (2008). Preparation and Characterization of Microcapsule Containing Linseed Oil and its use in self healing coating. *Progress in Organic coating* 63.72-78
- Voutou, Bettina. (2008). Electron Microscopy: The Basics. Physics of Advanced Materials Winter School
- [www. Ciscochem.com/msds/files/Toluene Diisocyanate_80-20.pdf](http://www.Ciscochem.com/msds/files/Toluene%20Diisocyanate_80-20.pdf)
- Wu, D.Y., Meure, S., dan Solomon, D. (2008). Self-healing polymeric materials : A review of recent developments. *Pro.Polym.Sci.*33 : 479-522.
- Ya-I Huang, *et al.* (2007). Microencapsulation of extract containing shikonin using gelatin–acacia coacervation method: A formaldehyde-free approach. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*,58, 290–297.
- Yang, J., Keller, M.W., Moore,J.S., White, S.R., dan Sottos, N.R. (2008). Microencapsulation of Isocyanate for Self healing Polymers. *Macromolecules.* 41.9650-9655
- Y. C. Yuan, T. Yin, M. Z. Rong, M. Q. Zhang². (2008). *eXPRESS Polymer Letters* Vol.2, No.4 : 238–250
- Yulizar, Y., 2005. Teknik Pengukuran Spesies Permukaan/Antarmuka (KSKF I). Diktat kuliah, Depok: Universitas Indonesia
- Zydowicz, N., Chaumont,P., dan Soto-Portas, M.L. (2001). Formation of aqueous core polyamide microcapsules obtained via interfacial polycondensation

Optimization of the membrane formation through pH control. *Journal of Membrane Science*, 189, 41–58.



Lampiran 1. Perhitungan Hasil Analisa Bilangan Hidroksil (OH) Pada Gliserol

- Standarisasi NaOH 0,5 N
 Normalitas NaOH = $\frac{\text{mg asam oksalat}}{V_{\text{NaOH}} \times \text{BE}}$
 Berat Ekuivalen (BE) asam oksalat = 63

Tabel Hasil standarisasi NaOH 0,5 N

Berat asam oksalat (mg)	Volume NaOH (mL)	Normalitas NaOH (N)	Normalitas rata-rata NaOH (N)
101,3	3,3	0,4873	0,51135
101,2	3	0,5354	

- Hasil Analisa Bilangan Hidroksil Gliserol
 Bilangan Hidroksil = $\frac{[(B - A) \times N \times 40]}{W}$
 Koreksi Kebasaan = $\frac{[(B - A) \times N \times 40]}{W}$

Bilangan Hidroksil Total = nilai hidroksil – koreksi kebasaaan
 dimana A = ml NaOH 0.5 N sampel
 B = ml NaOH 0.5 N blanko
 N = normalitas NaOH 0.5 N
 W = berat sampel (gram)

Tabel Hasil Analisa Bilangan Hidroksil

Berat sampel (g)	Volume NaOH (mL)	Bilangan Hidroksil (mg/g sampel)	Bilangan Hidroksil Total	Bilangan Hidroksil Rata-rata
Blanko	23,4			181,7916
1,0359	13,9	187,5789	185,5734	
1,0567	14,1	180,0153	178,0098	

Tabel Hasil Koreksi Kebasaan

Berat sampel (g)	Volume NaOH (mL)	Koreksi Kebasaan
Blanko	0,2	
1,0199	0,1	2,0055

Lampiran 2. Perhitungan Hasil Analisa Kandungan Gugus Isosianat (NCO) Pada TDI

- Standarisasi HCl 0,1 N
 Normalitas HCl = $\frac{\text{mg borax}}{V_{\text{HCl}} \times \text{BE borax}}$
 Berat Ekuivalen borax = 190,7

Tabel Hasil Standarisasi HCl 0,1 N

Berat borax (mg)	Volume HCl (mL)	Normalitas HCl (N)	Normalitas rata-rata HCl (N)
0,7014	42,9	0,0857	0,0858
0,7001	42,7	0,0859	

- Hasil Analisa Kandungan Gugus Isosianat (NCO)
 Kandungan isosianat (%) = $\frac{[(B - V) \times N \times 0,0420]}{W} \times 100$

Dimana B = volume HCl untuk titrasi blanko (mL)
 V = volume HCl untuk titrasi sampel (mL)
 N = Normalitas HCl
 W = Berat sampel (g)

Tabel Hasil Penentuan Kandungan Gugus Isosianat Pada TDI

Berat sampel (g)	Volume HCl (mL)	Kandungan Isosianat (%)	Kandungan Isosianat rata-rata (%)
0,0254	4	48,24	48,34
0,0253	4	48,43	

Lampiran 3. Contoh Perhitungan Perbandingan antara Isosianat dan Gliserol (rasio NCO/OH)

$$\text{Rasio } [NCO]/[OH] = \frac{M_{TDI} \times W_{TDI}}{M_{gliserol} \times W_{gliserol}}$$

Dimana M_{TDI} = Kandungan gugus isosianat dalam TDI (mmol/g)
 $= 48,34 \% = \frac{48,34}{4,2} = 11,51 \text{ mmol/g}$

$M_{gliserol}$ = Kandungan gugus hidroksil dalam gliserol (mmol/g)
 $= 254,9628 \text{ mg/g sampel} = \frac{181,7916}{40} = 4,54 \text{ mmol/g}$

W_{TDI} = Berat TDI (g)

$W_{gliserol}$ = Berat gliserol (g)

- Contoh perhitungan rasio NCO/OH = 0,5
 Berat TDI dibuat tetap yaitu = 0,783 g
 Oleh karena itu penentuan gliserol yang diperlukan untuk mendapatkan rasio NCO/OH = 0,5 yaitu dengan menggunakan perhitungan sebagai berikut :

$$\text{Rasio } [NCO]/[OH] = \frac{M_{TDI} \times W_{TDI}}{M_{gliserol} \times W_{gliserol}}$$

$$0,5 = \frac{11,51 \times 0,783}{4,54 \times W_{gliserol}}$$

$$W_{gliserol} = \frac{9,0123}{2,27} = 3,97 \text{ g}$$

- Dengan menggunakan perhitungan yang sama, maka berat gliserol yang diperlukan untuk rasio NCO/OH= 1 ; 1,5 dan 2 dan berat DBTL (yang diperoleh dari 10% dari berat total antara TDI dan gliserol) yaitu sebagai berikut :

Tabel Komposisi TDI, gliserol dan DBTL Dalam Proses Pembuatan Mikrokapsul Poliuretan Dengan Variasi Rasio NCO/OH

No	Rasio NCO/OH	TDI (g)	Gliserol (g)	DBTL (g)
1	0,5	0,783	3,97	0,4753
2	1	0,783	1,985	0,277
3	1,5	0,783	1,32	0,2103
4	2	0,783	0,993	0,1776

Lampiran 4. Perhitungan Persen Konversi

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

Dimana, kandungan padatan teoritis = berat (TDI +gliserol+DBTL+SDS).

Contoh perhitungan persen kandungan padatan teoritis untuk polimerisasi antarmuka dalam pembuatan mikrokapsul poliuretan :

TDI	= 0,783 gram	} Total Berat Formula = 78,889 gram
DBTL	= 0,277 gram	
GLiserol	= 1,985 gram	
SDS	= 0,044 gram	
Air	= 60 gram	
Aseton	= 15,8 gram	

$$\begin{aligned} &\text{Persen kandungan padatan teoritis} \\ &= \frac{0,783 + 0,277 + 1,985 + 0,044}{78,889} \times 100\% \\ &= \frac{3,089}{78,889} \times 100\% \\ &= 3,916 \% \end{aligned}$$

- Persen konversi (kedekatan persen kandungan padatan)

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

Lampiran 5. Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikro kapsul Poliuretan
Pada Waktu Pengadukan Selama 20 menit.

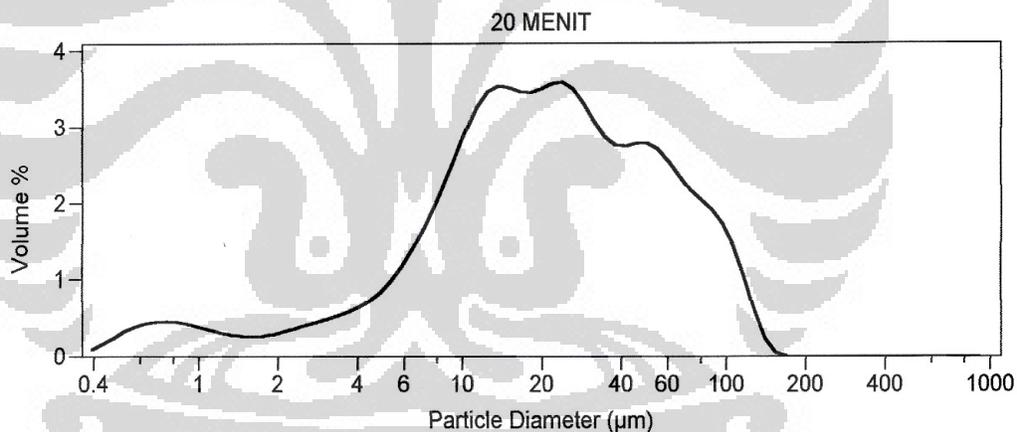


LS Particle Size Analyzer

21 Jul 2011

PUSAT PENELITIAN KIMIA

File name:	evi.\$24	Group ID:	EVI
Sample ID:	20 MENIT	Run number:	9
Operator:	GHOZALI	Run length:	60 Seconds
Comments:			
Optical model:	Fraunhofer		
LS 100Q	Small Volume Module		
Start time:	15:21 21 Jul 2011		
Obscuration:	18%		
Fluid:	Water		
Software:	2.07	Firmware:	2.02 2.02



Volume Statistics (Arithmetic)

evi.\$24

Calculations from 0.375 µm to 948 µm

Volume	100.0%		
Mean:	30.53 µm	95% Conf. Limits:	0-85.9 µm
Median:	20.59 µm	S.D.:	28.2 µm
D(3,2):	7.409 µm	Variance:	797 µm ²
Mean/Median Ratio:	1.482	C.V.:	92.5%
Mode:	23.81 µm	Skewness:	1.43 Right skewed
Specific Surf. Area	8098 cm ² /ml	Kurtosis:	1.61 Leptokurtic

% <	10	25	50	75	90
Size µm	4.539	10.45	20.59	42.78	73.44

Lampiran 6. Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikro kapsul Poliuretan
Pada Waktu Pengadukan Selama 30 menit.

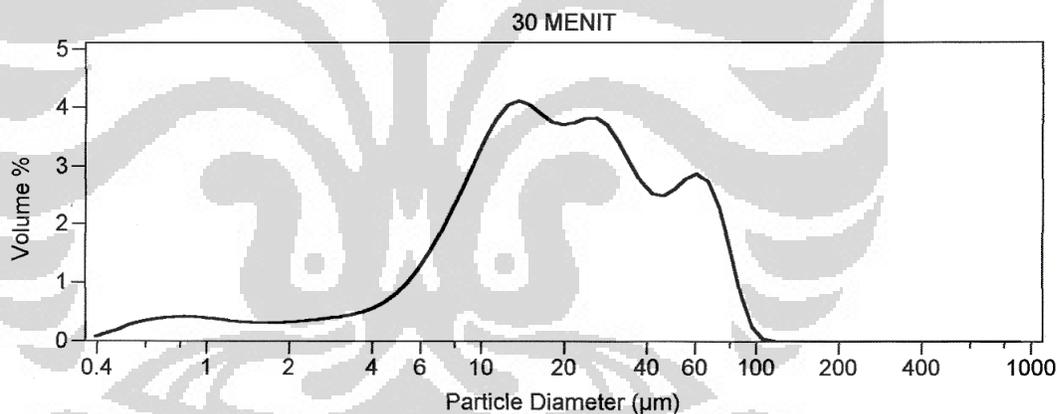


LS Particle Size Analyzer

21 Jul 2011

PUSAT PENELITIAN KIMIA

File name:	evi.\$25	Group ID:	EVI
Sample ID:	30 MENIT	Run number:	10
Operator:	GHOZALI	Run length:	60 Seconds
Comments:		Firmware:	2.02 2.02
Optical model:	Fraunhofer		
LS 100Q:	Small Volume Module		
Start time:	15:26 21 Jul 2011		
Obscuration:	12%		
Fluid:	Water		
Software:	2.07		



Volume Statistics (Arithmetic) evi.\$25

Calculations from 0.375 µm to 948 µm

Volume	100.0%		
Mean:	25.17 µm	95% Conf. Limits:	0-65.8 µm
Median:	18.36 µm	S.D.:	20.7 µm
D(3,2):	7.430 µm	Variance:	431 µm ²
Mean/Median Ratio:	1.371	C.V.:	82.4%
Mode:	13.61 µm	Skewness:	1.16 Right skewed
Specific Surf. Area	8076 cm ² /ml	Kurtosis:	0.652 Leptokurtic

% <	10	25	50	75	90
Size µm	4.789	10.09	18.36	34.79	58.77

Lampiran 7. Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikro kapsul Poliuretan
Pada Waktu Pengadukan Selama 40 menit.

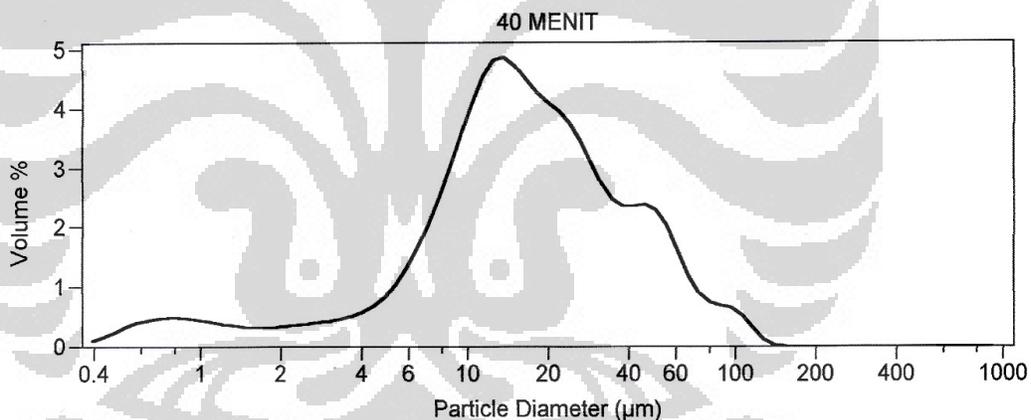


LS Particle Size Analyzer

21 Jul 2011

PUSAT PENELITIAN KIMIA

File name:	evi.\$26	Group ID:	EVI
Sample ID:	40 MENIT	Run number:	11
Operator:	GHOZALI	Run length:	60 Seconds
Comments:		Firmware:	2.02 2.02
Optical model:	Fraunhofer		
LS 100Q	Small Volume Module		
Start time:	15:30 21 Jul 2011		
Obscuration:	14%		
Fluid:	Water		
Software:	2.07		



Volume Statistics (Arithmetic) evi.\$26

Calculations from 0.375 µm to 948 µm

Volume	100.0%	95% Conf. Limits:	0-62.5 µm
Mean:	22.43 µm	S.D.:	20.4 µm
Median:	15.82 µm	Variance:	417 µm ²
D(3,2):	6.724 µm	C.V.:	91.1%
Mean/Median Ratio:	1.418	Skewness:	1.92 Right skewed
Mode:	13.61 µm	Kurtosis:	4.39 Leptokurtic
Specific Surf. Area	8924 cm ² /ml		

% <	10	25	50	75	90
Size µm	4.289	9.448	15.82	28.60	50.06

Lampiran 8. Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikro kapsul Poliuretan
Pada Waktu Pengadukan Selama 50 menit.

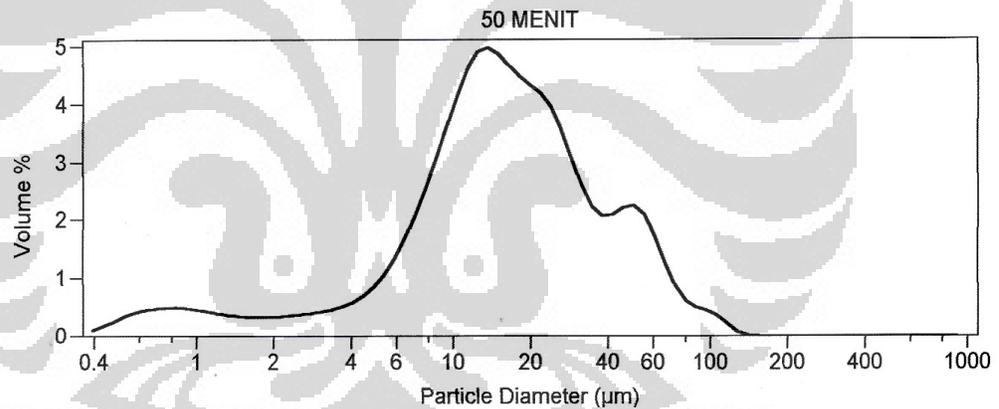


LS Particle Size Analyzer

21 Jul 2011

PUSAT PENELITIAN KIMIA

File name:	evi.\$27	Group ID:	EVI
Sample ID:	50 MENIT	Run number:	12
Operator:	GHOZALI	Run length:	60 Seconds
Comments:		Firmware:	2.02 2.02
Optical model:	Fraunhofer		
LS 100Q	Small Volume Module		
Start time:	15:34 21 Jul 2011		
Obscuration:	15%		
Fluid:	Water		
Software:	2.07		



Volume Statistics (Arithmetic) evi.\$27

Calculations from 0.375 μm to 948 μm

Volume	100.0%		
Mean:	21.58 μm	95% Conf. Limits:	0-59.1 μm
Median:	15.60 μm	S.D.:	19.2 μm
D(3,2):	6.661 μm	Variance:	367 μm^2
Mean/Median Ratio:	1.383	C.V.:	88.7%
Mode:	13.61 μm	Skewness:	1.89 Right skewed
Specific Surf. Area	9008 cm^2/ml	Kurtosis:	4.41 Leptokurtic

% <	10	25	50	75	90
Size μm	4.319	9.407	15.60	27.12	48.67

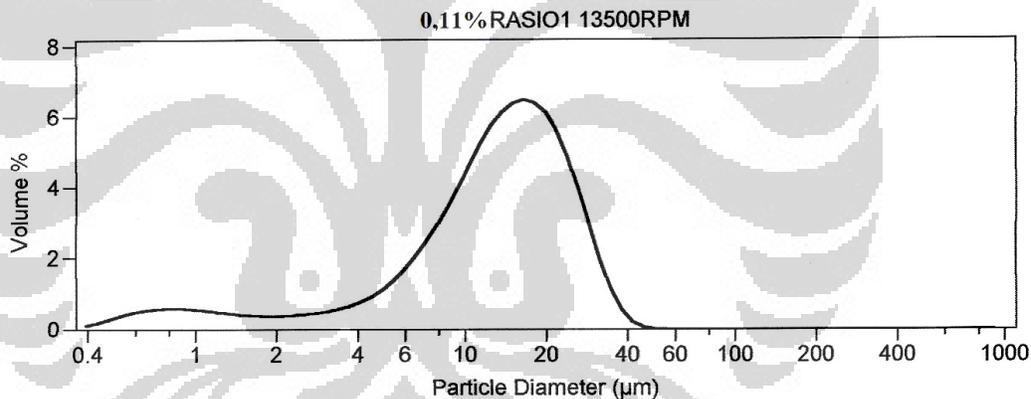
Lampiran 9. Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikro kapsul Poliuretan
 Pada Waktu Pengadukan Selama 60 menit, konsentrasi surfaktan
 0,11% , rasio NCO/OH =1 dan kecepatan 13500 rpm



LS Particle Size Analyzer

21 Jul 2011

File name: r.\$04 Group ID: R
 Sample ID: 0,11% RASIO1 13500RPM Run number: 17
 Operator: GHOZALI
 Comments:
 Optical model: Fraunhofer
 LS 100Q Small Volume Module Run length: 60 Seconds
 Start time: 17:37 5 Aug 2011
 Obscuration: 15%
 Fluid: Water
 Software: 2.07 Firmware: 2.02 2.02



Volume Statistics (Arithmetic) r.\$04

Calculations from 0.375 µm to 948 µm

Volume	100.0%			
Mean:	14.25 µm	95% Conf. Limits:	0-30.4 µm	
Median:	13.59 µm	S.D.:	8.26 µm	
D(3,2):	5.700 µm	Variance:	68.1 µm ²	
Mean/Median Ratio:	1.049	C.V.:	57.9%	
Mode:	16.40 µm	Skewness:	0.45 Right skewed	
Specific Surf. Area	10526 cm ² /ml	Kurtosis:	-0.0547 Platykurtic	

% <	10	25	50	75	90
Size µm	3.251	8.351	13.59	19.61	25.44

Lampiran 10. Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan
Pada Kecepatan Pengadukan 8000 rpm

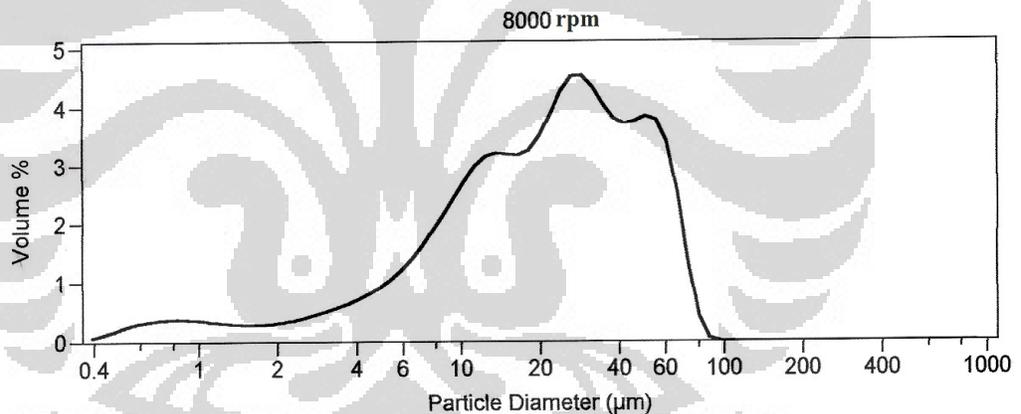


LS Particle Size Analyzer

17 Jul 2011

PUSAT PENELITIAN KIMIA

File name:	etw.\$06	Group ID:	ETW
Sample ID:	8000 rpm	Run number:	1
Operator:	GHOZALI	Run length:	60 Seconds
Comments:		Firmware:	2.02 2.02
Optical model:	Fraunhofer		
LS 100Q	Small Volume Module		
Start time:	13:08 17 Jul 2011		
Obscuration:	6%		
Fluid:	Water		
Software:	2.07		



Volume Statistics (Arithmetic) etw.\$06

Calculations from 0.375 μm to 948 μm

Volume	100.0%	95% Conf. Limits:	0-62.5 μm
Mean:	25.78 μm	S.D.:	18.7 μm
Median:	21.83 μm	Variance:	350 μm^2
D(3,2):	7.911 μm	C.V.:	72.6%
Mean/Median Ratio:	1.181	Skewness:	0.741 Right skewed
Mode:	28.69 μm	Kurtosis:	-0.279 Platykurtic
Specific Surf. Area	7585 cm^2/ml		

% <	10	25	50	75	90
Size μm	4.650	10.65	21.83	37.74	54.67

Lampiran 11. Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan
Pada Kecepatan Pengadukan 9500 rpm

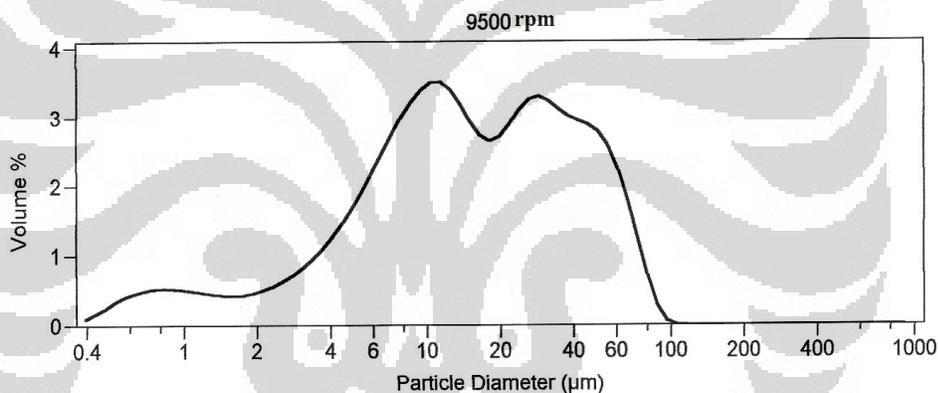


LS Particle Size Analyzer

17 Jul 2011

PUSAT PENELITIAN KIMIA

File name: etw.\$07 Group ID: ETW
 Sample ID: 9500 rpm
 Operator: GHOZALI Run number: 2
 Comments:
 Optical model: Fraunhofer
 LS 100Q Small Volume Module
 Start time: 13:14 17 Jul 2011 Run length: 60 Seconds
 Obscuration: 10%
 Fluid: Water
 Software: 2.07 Firmware: 2.02 2.02



Volume Statistics (Arithmetic) etw.\$07

Calculations from 0.375 µm to 948 µm

Volume	100.0%	95% Conf. Limits:	0-58.6 µm
Mean:	21.50 µm	S.D.:	18.9 µm
Median:	14.54 µm	Variance:	359 µm ²
D(3,2):	5.960 µm	C.V.:	88.1%
Mean/Median Ratio:	1.479	Skewness:	1.16 Right skewed
Mode:	11.29 µm	Kurtosis:	0.693 Leptokurtic
Specific Surf. Area	10067 cm ² /ml		

% <	10	25	50	75	90
Size µm	3.031	7.132	14.54	31.85	50.84

Lampiran 12. Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan
Pada Rasio NCO/OH = 0,5

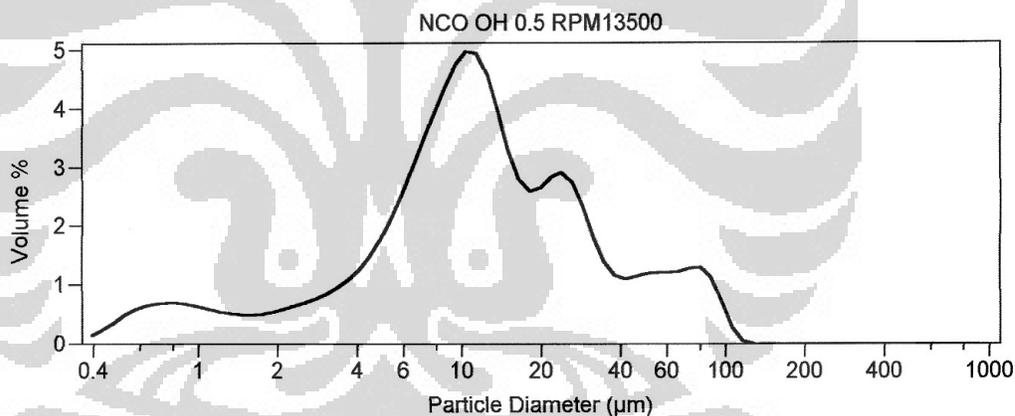


LS Particle Size Analyzer

21 Jul 2011

PUSAT PENELITIAN KIMIA

File name:	evi.\$19	Group ID:	EVI
Sample ID:	NCO OH 0.5 RPM13500	Run number:	4
Operator:	GHOZALI	Run length:	60 Seconds
Comments:		Firmware:	2.02 2.02
Optical model:	Fraunhofer		
LS 100Q	Small Volume Module		
Start time:	14:58 21 Jul 2011		
Obscuration:	14%		
Fluid:	Water		
Software:	2.07		



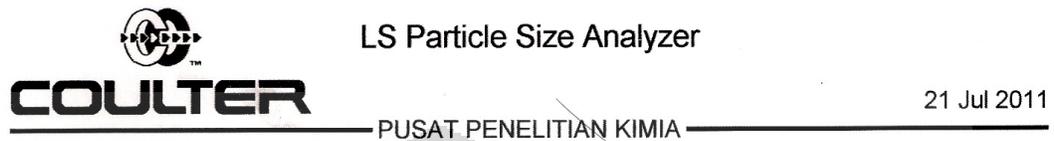
Volume Statistics (Arithmetic) evi.\$19

Calculations from 0.375 µm to 948 µm

Volume	100.0%	95% Conf. Limits:	0-57.9 µm
Mean:	18.30 µm	S.D.:	20.2 µm
Median:	11.12 µm	Variance:	407 µm ²
D(3,2):	4.882 µm	C.V.:	110%
Mean/Median Ratio:	1.645	Skewness:	2.11 Right skewed
Mode:	10.29 µm	Kurtosis:	4.33 Leptokurtic
Specific Surf. Area	12291 cm ² /ml		

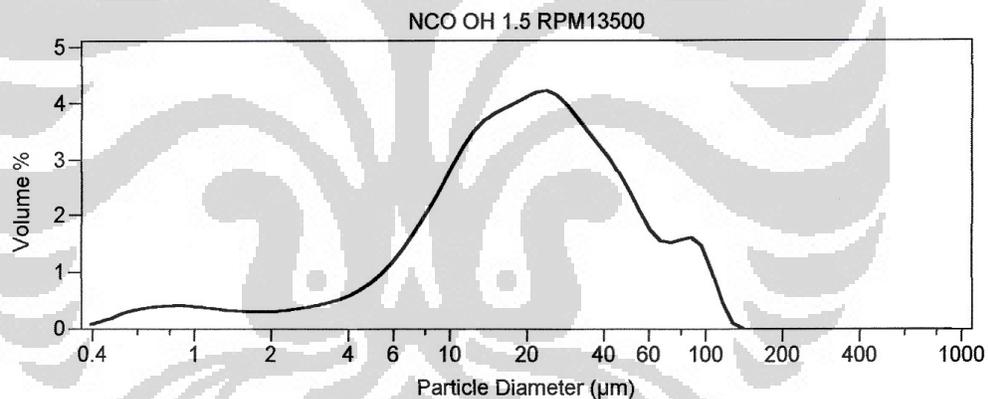
% <	10	25	50	75	90
Size µm	2.203	6.350	11.12	22.03	46.14

Lampiran 13. Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan
Pada Rasio NCO/OH = 1,5



21 Jul 2011

File name: evi.\$21 Group ID: EVI
 Sample ID: NCO OH 1.5 RPM13500 Run number: 6
 Operator: GHOZALI
 Comments:
 Optical model: Fraunhofer
 LS 100Q Small Volume Module
 Start time: 15:08 21 Jul 2011 Run length: 60 Seconds
 Obscuration: 9%
 Fluid: Water
 Software: 2.07 Firmware: 2.02 2.02



Volume Statistics (Arithmetic) evi.\$21

Calculations from 0.375 µm to 948 µm

Volume	100.0%		
Mean:	27.16 µm	95% Conf. Limits:	0-74 µm
Median:	19.96 µm	S.D.:	23.9 µm
D(3,2):	7.665 µm	Variance:	571 µm ²
Mean/Median Ratio:	1.361	C.V.:	88%
Mode:	23.81 µm	Skewness:	1.55 Right skewed
Specific Surf. Area	7828 cm ² /ml	Kurtosis:	2.21 Leptokurtic

% <	10	25	50	75	90
Size µm	4.812	10.68	19.96	35.85	61.11

Lampiran 14. Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan
Pada Rasio NCO/OH = 2

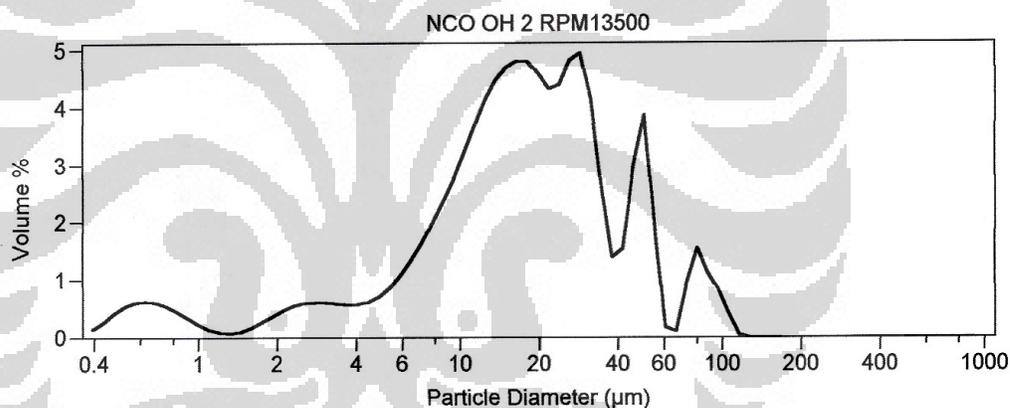


LS Particle Size Analyzer

21 Jul 2011

PUSAT PENELITIAN KIMIA

File name: evi.\$22 Group ID: EVI
 Sample ID: NCO OH 2 RPM13500
 Operator: GHOZALI Run number: 7
 Comments:
 Optical model: Fraunhofer
 LS 100Q Small Volume Module
 Start time: 15:13 21 Jul 2011 Run length: 60 Seconds
 Obscuration: 11%
 Fluid: Water
 Software: 2.07 Firmware: 2.02 2.02



Volume Statistics (Arithmetic)

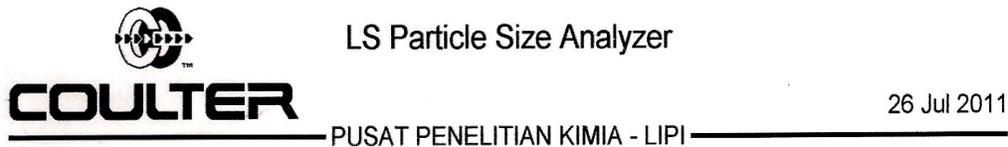
evi.\$22

Calculations from 0.375 µm to 948 µm

Volume	100.0%			
Mean:	23.03 µm	95% Conf. Limits:	0-61.6 µm	
Median:	17.66 µm	S.D.:	19.7 µm	
D(3,2):	6.467 µm	Variance:	388 µm ²	
Mean/Median Ratio:	1.304	C.V.:	85.5%	
Mode:	28.69 µm	Skewness:	1.76 Right skewed	
Specific Surf. Area	9278 cm ² /ml	Kurtosis:	3.49 Leptokurtic	

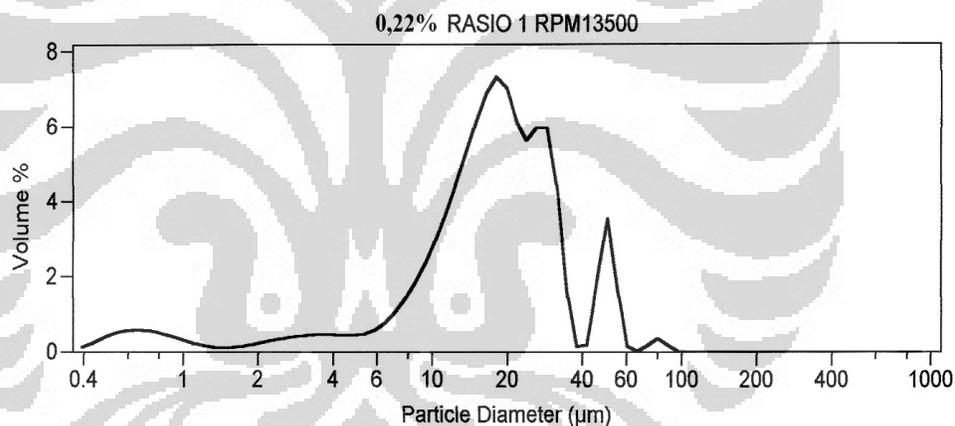
% <	10	25	50	75	90
Size µm	3.974	10.23	17.66	29.28	49.08

Lampiran 15. Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan
Pada Konsentrasi Surfaktan 0,22%



26 Jul 2011

File name: evi.\$29 Group ID: EVI
 Sample ID: 0,22% RASIO 1 RPM13500
 Operator: GHOZALI Run number: 2
 Comments:
 Optical model: Fraunhofer
 LS 100Q Small Volume
 Start time: 0:23 26 Jul 2011 Run length: 60 Seconds
 Obscuration: 12%
 Fluid: Water
 Software: 2.07 Firmware: 2.02 2.02



Volume Statistics (Arithmetic) evi.\$29

Calculations from 0.375 μm to 948 μm

Volume	100.0%	95% Conf. Limits:	0-45.6 μm
Mean:	19.91 μm	S.D.:	13.1 μm
Median:	17.74 μm	Variance:	172 μm^2
D(3,2):	6.862 μm	C.V.:	65.9%
Mean/Median Ratio:	1.123	Skewness:	1.45 Right skewed
Mode:	18.00 μm	Kurtosis:	3.47 Leptokurtic
Specific Surf. Area	8744 cm^2/ml		

% <	10	25	50	75	90
Size μm	5.476	11.89	17.74	25.49	33.01

Lampiran 16. Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan
Pada Konsentrasi Surfaktan 0,33%

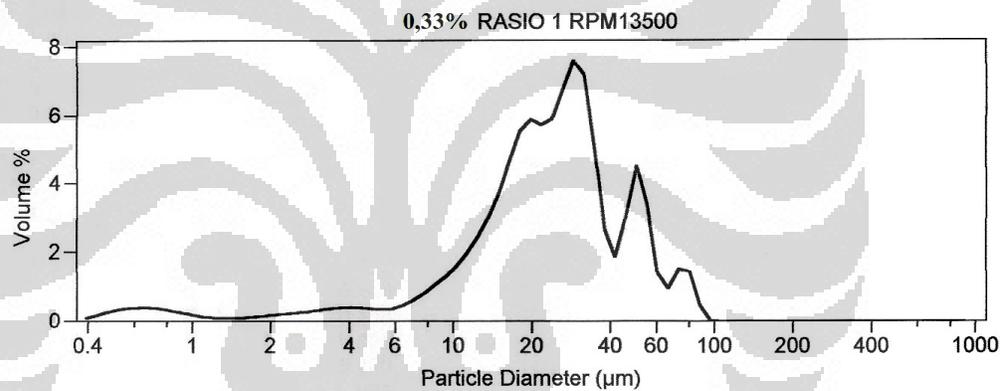


LS Particle Size Analyzer

26 Jul 2011

PUSAT PENELITIAN KIMIA - LIPI

File name: evi.\$30 Group ID: EVI
 Sample ID: 0,33% RASIO 1 RPM13500
 Operator: GHOZALI Run number: 3
 Comments:
 Optical model: Fraunhofer
 LS 100Q Small Volume Module
 Start time: 0:29 26 Jul 2011 Run length: 60 Seconds
 Obscuration: 12%
 Fluid: Water
 Software: 2.07 Firmware: 2.02 2.02



Volume Statistics (Arithmetic) evi.\$30

Calculations from 0.375 μm to 948 μm

Volume	100.0%	95% Conf. Limits:	0-60.9 μm
Mean:	27.16 μm	S.D.:	17.2 μm
Median:	24.14 μm	Variance:	296 μm^2
D(3,2):	9.384 μm	C.V.:	63.3%
Mean/Median Ratio:	1.125	Skewness:	1.06 Right skewed
Mode:	28.69 μm	Kurtosis:	1.19 Leptokurtic
Specific Surf. Area	6394 cm^2/ml		

% <	10	25	50	75	90
Size μm	8.571	15.81	24.14	33.85	51.72

Lampiran 17. Hasil Analisa Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan
Pada Konsentrasi Surfaktan 0,44%

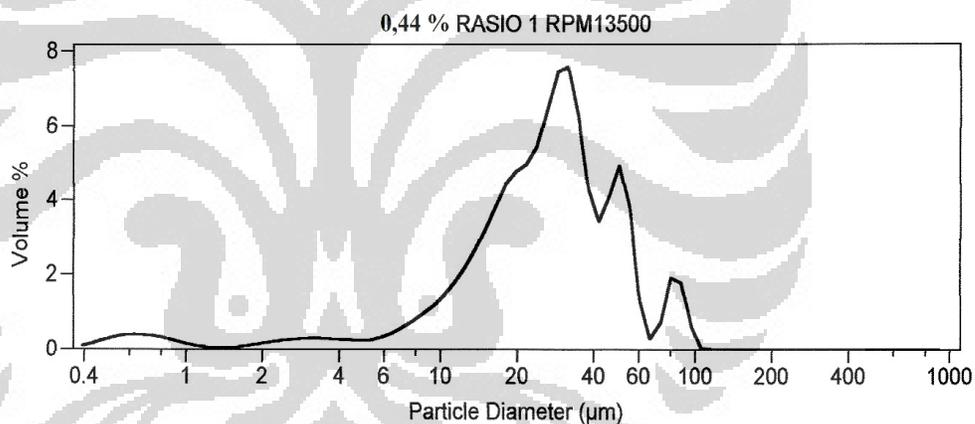


LS Particle Size Analyzer

26 Jul 2011

PUSAT PENELITIAN KIMIA - LIPI

File name: evi.\$31 Group ID: EVI
 Sample ID: 0,44 % RASIO 1 RPM13500
 Operator: GHOZALI Run number: 4
 Comments:
 Optical model: Fraunhofer
 LS 100Q Small Volume Module
 Start time: 0:34 26 Jul 2011 Run length: 60 Seconds
 Obscuration: 13%
 Fluid: Water
 Software: 2.07 Firmware: 2.02 2.02



Volume Statistics (Arithmetic)

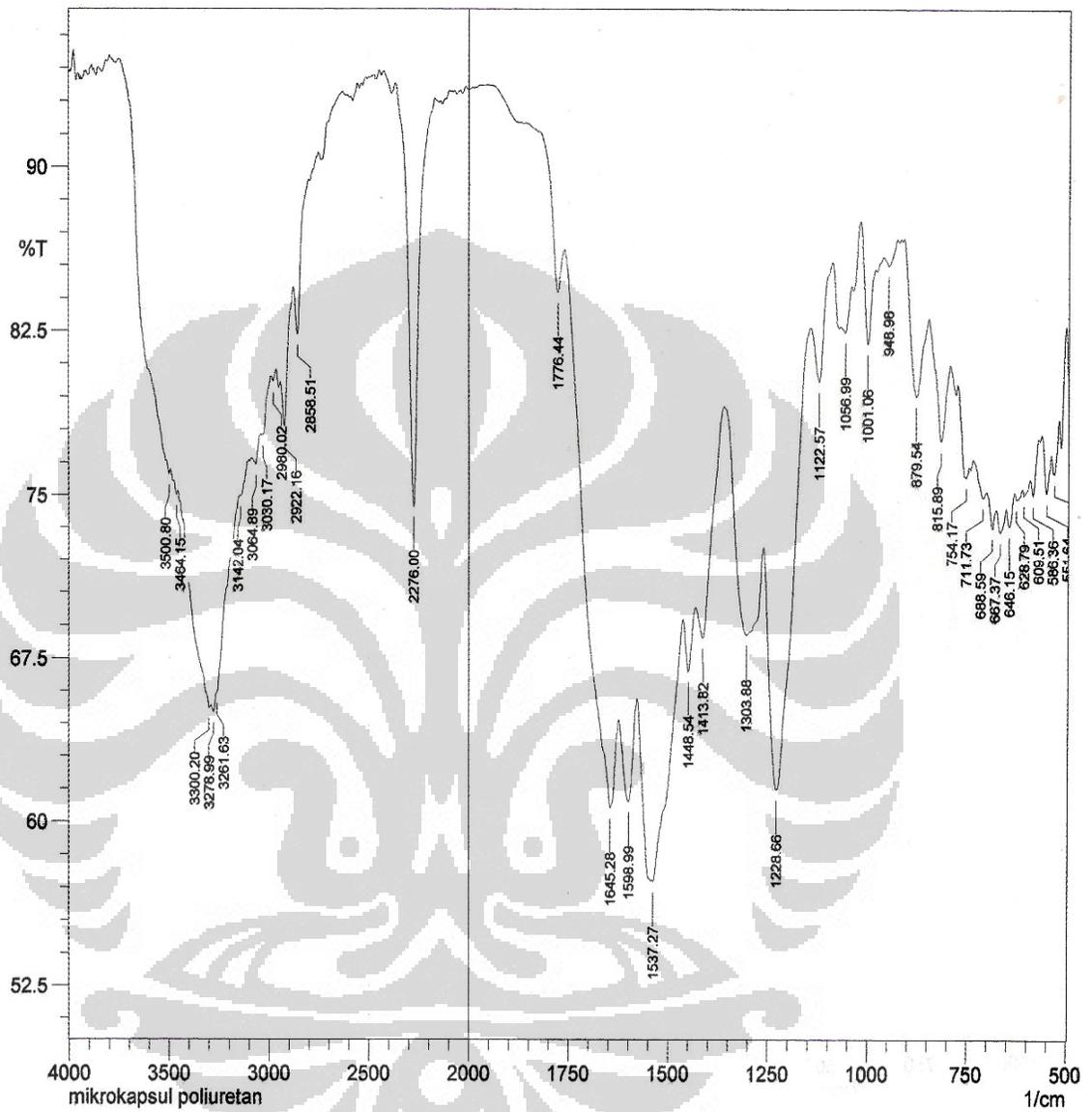
evi.\$31

Calculations from 0.375 µm to 948 µm

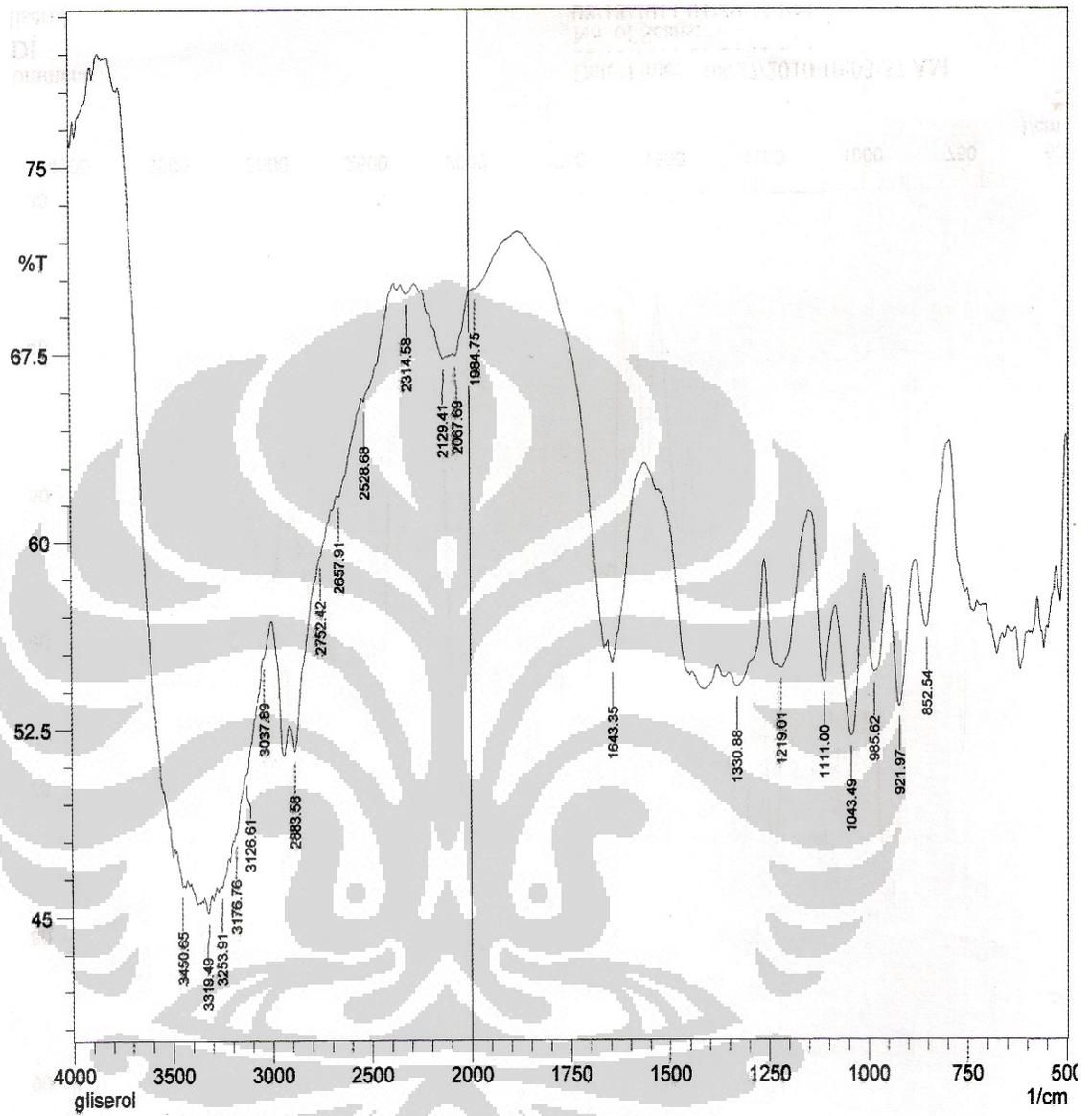
Volume	100.0%		
Mean:	29.72 µm	95% Conf. Limits:	0-66.7 µm
Median:	26.77 µm	S.D.:	18.9 µm
D(3,2):	9.905 µm	Variance:	357 µm ²
Mean/Median Ratio:	1.110	C.V.:	63.6%
Mode:	31.50 µm	Skewness:	1.15 Right skewed
Specific Surf. Area	6058 cm ² /ml	Kurtosis:	1.64 Leptokurtic

% <	10	25	50	75	90
Size µm	9.406	16.96	26.77	38.00	53.18

Lampiran 18. Hasil Analisa FTIR terhadap produk Mikrokapsul Poliuretan



Lampiran 19. Hasil Analisa FTIR terhadap gliserol



Lampiran 20. Hasil Analisa FTIR terhadap Toluena Diisocyanat (TDI)

