



UNIVERSITAS INDONESIA

**SINTESIS POLIMER *CORE-SHELL*
STIRENA-ETIL AKRILAT :
PENGARUH VARIASI KONSENTRASI INISIATOR
NATRIUM PERSULFAT TERHADAP UKURAN DAN
DISTRIBUSI UKURAN PARTIKEL**

SKRIPSI

**AHMADIAN HAFIZ
0806399331**

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

Universitas Indonesia



UNIVERSITAS INDONESIA

**SINTESIS POLIMER *CORE-SHELL*
STIRENA-ETIL AKRILAT :
PENGARUH VARIASI KONSENTRASI INISIATOR NATRIUM
PERSULFAT TERHADAP UKURAN DAN DISTRIBUSI UKURAN
PARTIKEL**

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

**Oleh :
AHMADIAN HAFIZ
0806399331**

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

Universitas Indonesia

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Ahmadian Hafiz

NPM : 0806399331

Tanda Tangan :



Tanggal : Juli 2012

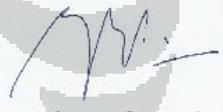
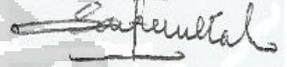
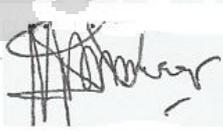
HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :

Nama : Ahmadian Hafiz
NPM : 0806399331
Program Studi : Kimia
Judul Skripsi : Sintesis Polimer *Core-Shell* Stirena-Etil Akrilat:
Pengaruh Variasi Konsentrasi Inisiator Natrium Persulfat
Terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel

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

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Emil Budianto ()
Penguji : Drs. Riswiyanto, M.Si ()
Penguji : Dr. Asep Saefumillah ()
Penguji : Dra. Tresye Utari, M.Si ()

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : Juni 2012

KATA PENGANTAR

Puji Syukur penulis panjatkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa karena atas rahmat, karunia dan tiada kata yang pantas diucapkan selain *alhamdulillahirabbil'alamin* kepada Allah *Subhana wa Ta'ala*, yang atas izin-Nya, penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penyusunan skripsi ini. Salawat serta salam semoga senantiasa terlimpahkan kepada Rasulullah Muhammad SAW yang merupakan suri tauladan bagi kita semua.

Dalam penulisan skripsi ini penulis tidak lepas dari bantuan berbagai pihak yang telah membantu dan mendukung penulis dalam melaksanakan penelitian dan menyelesaikan skripsi ini. Terima kasih penulis sampaikan kepada papa(H.Mohammad Machdi) dan mama(Hj.Suhayani), serta kakak(Siti Mardiana) yang selama ini selalu mendukung dan memberi semangat kepada penulis hingga penelitian dan penulisan skripsi ini dapat berjalan dengan baik dan lancar.

Ucapan terima kasih yang secara khusus juga penulis sampaikan :

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

7. Kepada pihak-pihak yang telah membantu penulis dalam penyediaan bahan-bahan penelitian dan karakterisasi hasil penelitian; Ibu Ayu (PT.Clariant), Ka Daniel(Lab.Afiliasi), Pak Yus(Lab.Teknik Metalurgi).
8. Teman terdekat, Devi Sofawati, S.Farm, Apt yang telah setia menemani, memberikan dukungan dan perhatian tiada henti.
9. Kepada sahabat-sahabatku: Dimas, Haris, Opan, Boi, Rahmat, Yogi, Dinda, Sesin, Vivi, Lintang, Dea, Resty, Andi, Maris, Septri, Micu, James, Pairus, Intan, Lidya, Ayas, Asa, Indl, Puti, Waktu dan semua teman-teman keluarga besar 2008 yang sudah penulis anggap sebagai keluarga. Terima kasih atas masa-masa indah yang telah diberikan.
10. Kepada teman satu tim : Adi Fadhli, Esti, Dea, Jenifer dan Prili.
11. Kepada rekan-rekan seperjuangan penelitian : Andi, Asa, Rakhmat, Boi, Maris, Micu, Dila, Resty, Pairus, Mita, Lidya dan Intan.
12. Kepada teman-teman Jurusan Kimia FMIPA UI khususnya angkatan 2008 baik paralel maupun reguler serta berbagai pihak yang telah membantu namun belum tercantumkan dalam skripsi ini.

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

Jakarta, Juni 2012



Penulis

Universitas Indonesia

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

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

Nama : Ahmadian Hafiz
NPM : 0806399331
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Skripsi

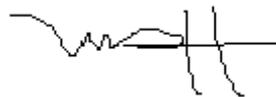
Demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :

Sintesis Polimer *Core-Shell* Stirena-Etil Akrilat: Pengaruh Variasi Konsentrasi Inisiator Natrium Persulfat Terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel

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

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok
Pada tanggal : Juni 2012
Yang menyatakan



(Ahmadian Hafiz)

Universitas Indonesia

Abstrak

Nama : Ahmadian Hafiz
Program Studi : Kimia
Judul : Sintesis Polimer *Core-Shell* Stirena-Etil Akrilat: Pengaruh Variasi Konsentrasi Inisiator Natrium Persulfat Terhadap Ukuran Partikel dan Distribusi Ukuran Partikel

Optimasi polimerisasi emulsi *core-shell* stirena-etil akrilat telah dilakukan pada penelitian ini, dengan penambahan konsentrasi inisiator NaPS tahap kedua, yakni 0,5%, 1,0% dan 1,5%. Teknik polimerisasi yang digunakan pada polimerisasi *core* stirena adalah *batch* dengan waktu 5 jam (4 jam reaksi dan 1 jam *aging*) dengan suhu polimerisasi 75⁰C, dihasilkan *core* stirena dengan hasil konversi 86,65% dan ukuran partikel berkisar antara 68,78nm dengan nilai PDI sebesar 0,029, sedangkan teknik pada polimerisasi *core-shell* stirena-etil akrilat adalah semikontinu dengan dengan waktu 5 jam (4 jam *feeding* dan 1 jam *aging*) dengan suhu polimerisasi 75⁰C. Variasi konsentrasi inisiator NaPS pada polimerisasi *core-shell* stirena-etil akrilat menghasilkan kondisi optimum pada konsentrasi inisiator NaPS 1,0%, yakni persen hasil konversi sebesar 75,07% dengan ukuran partikel berkisar 166.8nm dan nilai PDI sebesar 0,07. Data hasil karakterisasi FTIR, DSC, FE-SEM dan PSA memperkuat bukti telah terjadi polimerisasi.

Kata Kunci : Polimer emulsi, *core-shell*, inisiator natrium persulfat, ukuran partikel, distribusi ukuran partikel
xv + 82 halaman : 25 gambar; 6 tabel; 8 lampiran
Daftar Referensi : 36 (1983-2012)

Abstract

Name : Ahmadian Hafiz
Study Program : Chemistry
Title : Synthesis of Styrene-Ethyl Acrylate Core-Shell Polymer:
The Influence of Variance Sodium Persulfate Initiator
Concentration to The Particle Size and Particle Size
Distribution

Optimization of styrene-ethyl acrylate core-shell have done at this study, with added initiator NaPS concentration in core-shell polymerization, 0.5%, 1.0% and 1.5%. The polymerization techniques used in styrene core polymerization was batch during 5 hours (4 hours reaction and 1 hour aging) at polymerization temperature 75⁰C, resulted % conversion styrene core 86.65% and particle size gave particle size i.e. 68.78nm with PDI value i.e. 0.029, whereas the technique of styrene-ethyl acrylate core-shell polimerization was semicontinue during 5 hours (4 hours feeding and 1 hour aging) at polymerization temperature 75⁰C. Variance NaPS initiator concentration in styrene-ethyl acrylate core-shell polimerization resulted optimum condition at NaPS initiator concentration 1.0%, % conversion i.e. 75.07% and particle size gave i.e. 166.8nm with PDI value i.e. 0.07. The result of characterization IR, DSC, SEM and PSA supported the evidence that occurred the polimerization.

Key Words : Emulsion polymerization, core-shell, initiator, sodium persulfate
initiator, particle size, particle size distribution
xv + 82 pages : 25 pictures; 6 tables; 8 attachments
Bibliography : 36 (1983-2012)

DAFTAR ISI

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS.....	vi
ABSTRAK.....	vii
ABSTRACT.....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
 BAB I PENDAHULUAN	
I.1 Latar belakang masalah.....	1
I.2 Perumusan masalah.....	3
I.3 Tujuan penelitian.....	4
I.4 Hipotesis.....	4
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
II.1 Polimer.....	5
II.1.1 Definisi polimer.....	5
II.1.2 Klasifikasi polimer berdasarkan strukturnya.....	5
II.1.3 Klasifikasi polimer berdasarkan jenis monomer penyusunnya.....	6
II.2 Polimer emulsi.....	7
II.2.1 Definisi polimer emulsi.....	7
II.2.2 Komponen dalam polimerisasi emulsi.....	7
II.2.2.1 Air.....	7
II.2.2.2 Surfaktan.....	7
II.2.2.3 Monomer.....	10
II.2.2.4 Inisiator.....	13

II.2.2.5 Bahan tambahan lain.....	16
II.2.3 Teknik polimerisasi emulsi.....	16
II.2.3.1 Teknik <i>batch</i>	16
II.2.3.2 Teknik <i>seeding</i>	16
II.2.3.3 Teknik kontinu.....	16
II.2.3.4 Teknik semikontinu.....	17
II.2.4 Mekanisme polimerisasi emulsi.....	18
II.2.5 Karakteristik polimerisasi emulsi.....	24
II.2.5.1 Ukuran partikel dan indeks polidispersitas.....	24
II.2.5.2 Morfologi partikel polimer.....	25
II.3 Polimer Emulsi.....	27
II.3.1 Definisi polimer emulsi <i>core-shell</i>	27
II.3.2 Tahapan polimerisasi <i>core-shell</i>	27
BAB III METODE PENELITIAN	
III.1 Alat dan Bahan.....	30
III.1.1 Alat.....	30
III.1.2 Bahan.....	31
III.2 Metode Kerja.....	31
III.2.1 Pembuatan <i>core</i> stirena dengan teknik <i>batch</i>	31
III.2.2 Pembuatan <i>core-shell</i> Stirena-EA dengan teknik semikontinu..	32
III.3 Karakterisasi hasil polimerisasi.....	33
III.3.1 Pengukuran kandungan padatan/ persen konversi.....	33
III.3.2 Pengukuran spektrum FT-IR.....	33
III.3.3 Pengukuran ukuran dan distribusi ukuran partikel.....	33
III.3.4 Pengukuran temperatur transisi gelas dengan DSC.....	34
III.3.5 Pengukuran morfologi partikel polimer dengan SEM.....	34
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
IV.1 Polimerisasi <i>core</i> stirena.....	35
IV.2 Polimerisasi <i>core-shell</i> stirena-etil akrilat.....	44
IV.2.1 Pengaruh variasi konsentrasi inisiator tahap kedua polimerisasi <i>core-shell</i> stirena-etil akrilat terhadap persen konversi.....	49

IV.2.2 Pengaruh variasi konsentrasi inisiator tahap kedua polimerisasi <i>core-shell</i> stirena-etil akrilat terhadap indeks polidispersitas..	52
IV.2.3 Pengaruh variasi konsentrasi inisiator tahap kedua polimerisasi <i>core-shell</i> stirena-etil akrilat terhadap ukuran partikel.....	55

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

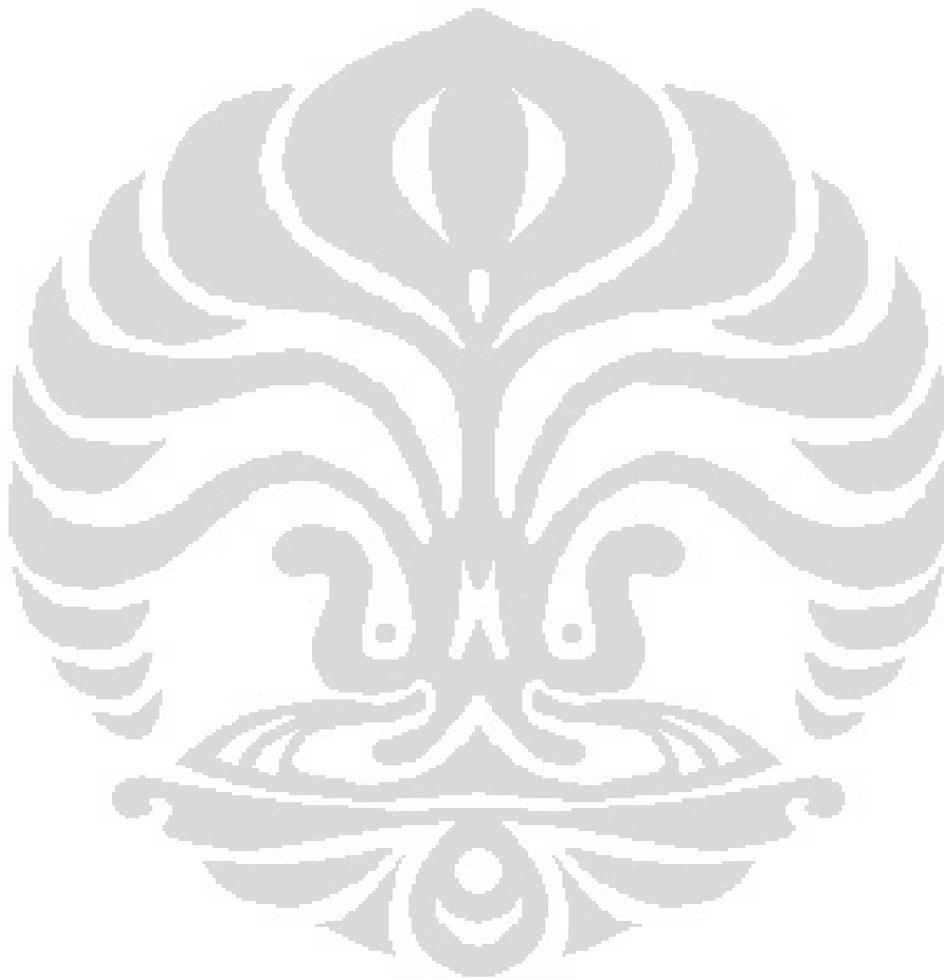
V.1 Kesimpulan.....	62
V.2 Saran.....	63
DAFTAR PUSTAKA.....	64
LAMPIRAN.....	68



DAFTAR GAMBAR

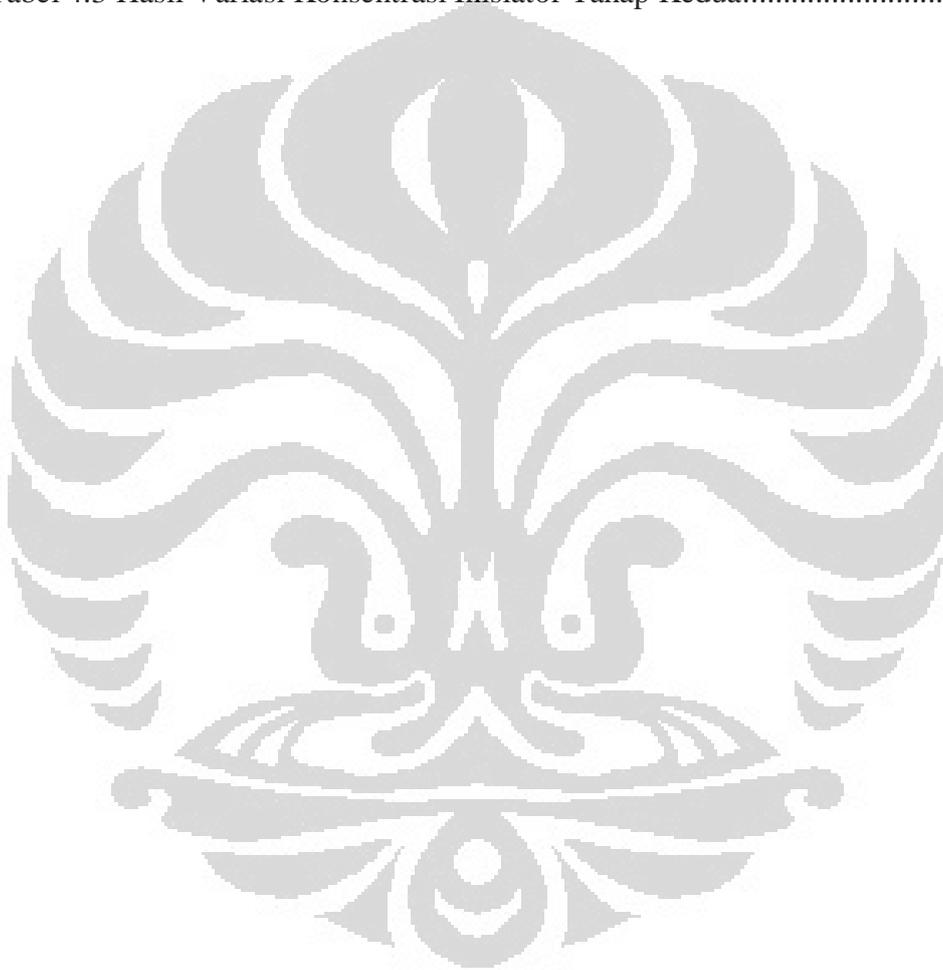
Gambar 2.1 Struktur molekul surfaktan SLS.....	9
Gambar 2.2 Pembentukan misel saat konsentrasi SLS di atas CMC.....	9
Gambar 2.3 Tahap polimerisasi emulsi.....	18
Gambar 2.4 Interval dalam polimerisasi emulsi menurut harkins.....	20
Gambar 2.5 Pembentukan monomer droplet.....	21
Gambar 2.6 Pembentukan misel.....	22
Gambar 2.7 Proses terbentuknya <i>grid</i> atau <i>gel</i>	23
Gambar 2.8 Misel yang pecah.....	24
Gambar 2.9 Morfologi partikel polimer emulsi.....	26
Gambar 2.10 Distribusi partikel polimodal dan monomodal.....	27
Gambar 2.11 Struktur partikel polimer <i>core-shell</i>	27
Gambar 3.1 Diagram alir polimerisasi <i>core-shell</i> Stirena-EA.....	29
Gambar 3.2 Reaktor polimerisasi skala laboratorium.....	30
Gambar 3.3 Diagram alir polimerisasi <i>core</i> stirena dengan Inisiator NaPS.....	31
Gambar 3.4 Diagram alir polimerisasi polimerisasi <i>core-shell</i> stirena-EA dengan teknik semikontinu.....	32
Gambar 4.1 Hasil polimerisasi <i>core</i> stirena dan <i>core-shell</i> stirena- EA.....	35
Gambar 4.2 Proses hilangnya ikatan rangkap pada polimerisasi adisi.....	41
Gambar 4.3 Pengaruh variasi konsentrasi inisiator tahap kedua terhadap persen konversi.....	50
Gambar 4.4 Pengaruh variasi konsentrasi inisiator tahap kedua terhadap indeks polidispersitas.....	52
Gambar 4.5 Tiga jenis partikel dalam polimer emulsi.....	54
Gambar 4.6 Pengaruh variasi konsentrasi inisiator tahap kedua terhadap ukuran partikel.....	55
Gambar 4.7 Perbandingan spektra FTIR antara <i>core</i> stirena,etil akrilat dan <i>Core-shell</i> 0,5%.....	57
Gambar 4.8 Perbandingan spektra FTIR antara <i>core</i> stirena,etil akrilat dan <i>Core-shell</i> 1,0%.....	58
Gambar 4.9 Perbandingan spektra FTIR antara <i>core</i> stirena,etil akrilat dan	

<i>Core-shell</i> 1,5%.....	59
Gambar 4.10 Morfologi partikel polimer <i>core-shell</i> Stirena-BA.....	61



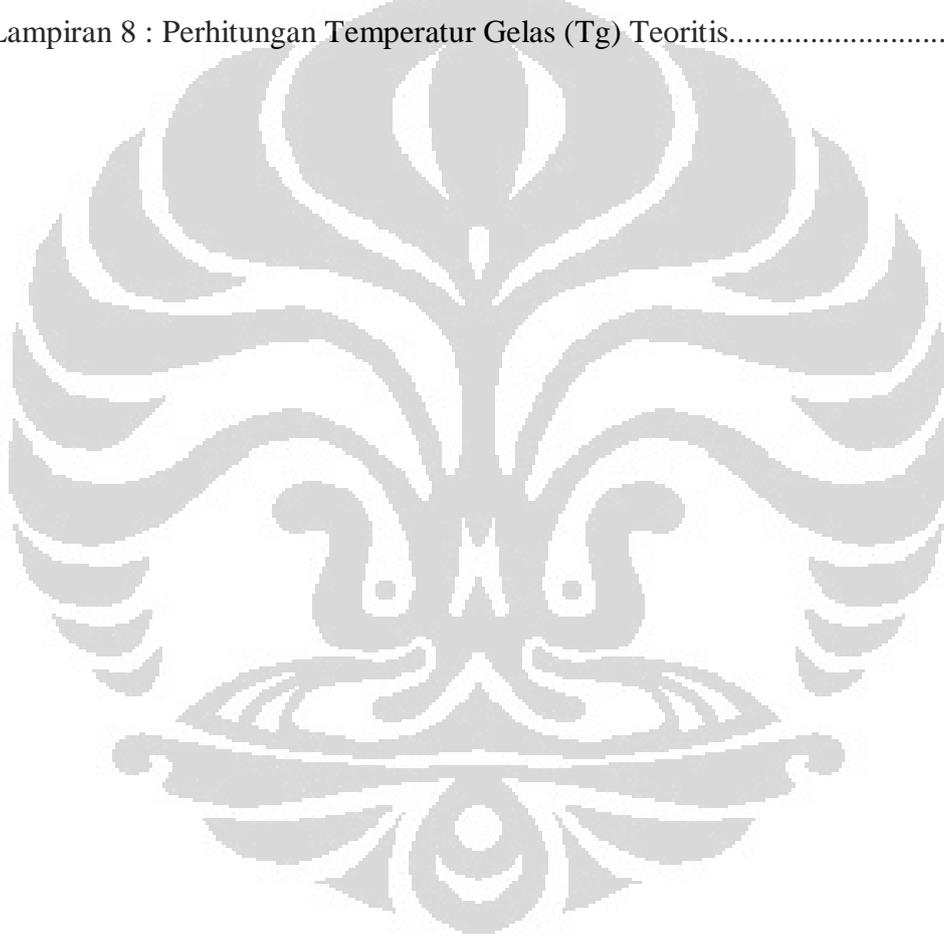
DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Spesifikasi <i>sodium lauril sulfat</i> (SLS).....	8
Tabel 2.2 Sifat kimia dan fisika monomer yang digunakan.....	13
Tabel 2.3 Spesifikasi natrium persulfat.....	15
Tabel 4.1 Tabel waktu paruh inisiator APS dan NaPS.....	37
Tabel 4.2 Hasil polimerisasi <i>core</i> stirena.....	40
Tabel 4.3 Hasil Variasi Konsentrasi Inisiator Tahap Kedua.....	49



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 : Spektra FT-IR.....	68
Lampiran 2 : Tabel formulasi polimerisasi <i>core</i> stirena polimerisasi <i>core-shell</i> stirena-etil akrilat.....	71
Lampiran 3 : Perhitungan kandungan padatan teoritis.....	71
Lampiran 4 : Data pengukuran ukuran dan distribusi ukuran partikel dengan PSA.....	75
Lampiran 5 : Gambar grid hasil polimerisasi.....	79
Lampiran 6 : Gambar Hasil Karakterisasi Kandungan Padatan.....	79
Lampiran 7 : Kurva DSC Polimer <i>Core-Shell</i> Stirena-EA dan <i>Core</i> Stirena.....	80
Lampiran 8 : Perhitungan Temperatur Gelas (T _g) Teoritis.....	82



BAB I PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang Masalah

Saat ini perkembangan teknologi sangat pesat sehingga manusia berharap hidup lebih mudah, praktis dan nyaman. Salah satu yang berkembang ialah polimer, yang merupakan makromolekul yang disusun oleh molekul sederhana secara berulang-ulang. Polimer berperan penting dalam berbagai jenis sektor industri, baik polimer alam maupun sintetik. Jenis polimer sintetik yang banyak dikembangkan ialah polimer emulsi. Salah satu contoh ialah PV Ac (polivinil asetat)^[1] atau dapat disebut juga lem putih yang digunakan sebagai lem kayu dan kertas. selain itu polimerisasi emulsi juga cocok untuk pembuatan polimer-polimer lengket karena partikel-partikelnya yang sangat kecil, cukup stabil dan tahan terhadap penggumpalan.

Dalam industri cat tembok berbagai macam polimer emulsi digunakan sebagai pengikat dan pengental. Polimer emulsi digunakan sebagai perekat dalam industri kayu lapis dan pengerjaan furniture selain itu sifat khusus dari beberapa kopolimer emulsi yang lengket terhadap aksi tekanan merupakan suatu sarana bagi penggunaan material tersebut sebagai lem striker.

Salah satu faktor yang menentukan sifat/karakter polimer emulsi^[2] adalah ukuran partikel. Polimer emulsi mengandung partikel dengan diameter berkisar antara 10 sampai dengan 1.500 nm. Pada umumnya ukuran partikel polimer emulsi berkisar antara 100 sampai dengan 250 nm. Ukuran partikel sangat menentukan sifat polimer emulsi seperti sifat aliran dan kestabilan polimer. Sebagai contoh suatu bahan pelapis dengan ukuran partikel yang kecil akan memberikan hasil pelapis yang halus, kekuatan adhesi yang baik, ketahanan terhadap air yang cukup baik serta kestabilan lateks yang cukup lama. Disamping itu ukuran diameter partikel polimer yang kecil dapat menyebabkan bahan pelapis akan lebih transparan karena partikel-partikel polimer dari pelapis akan lebih rapat, jadi tidak ada ruang untuk ditempati partikel lain.

Teknik polimerisasi secara emulsi banyak dipilih karena distribusi ukuran partikel yang dihasilkan umumnya bersifat monodispers atau seragam. Selain itu, pada teknik ini sangat dimungkinkan untuk mengontrol bentuk dari partikel polimer yang ingin dihasilkan dengan memvariasikan jenis monomer, surfaktan, inisiator serta berbagai teknik polimerisasi emulsi.

Ada tiga bentuk struktur polimer emulsi^[3], yaitu *raspberry*, *core-shell* dan struktur *acorn*. Polimer *core-shell* banyak dikembangkan didalam industri pelapis dan cat karena sifat fisika dan kimianya yang lebih stabil. Jenis polimer yang biasanya digunakan ialah polimer akrilik karena daya tahan, dan kestabilan UV yang kuat. Hal ini terbukti dari penelitian yang telah dilakukan oleh Baumstark *et al*^[4], menyatakan bahwa sifat polimer akrilat berupa *core-shell* dapat memberikan daya tahan, kestabilan, kekuatan adhesi, ketahanan terhadap air dan elastisitas yang baik untuk pelapis kayu eksterior.

Polimer emulsi *core-shell* juga dapat digunakan sebagai zat pewarna. hal ini dikarenakan polimer ini dapat menghasilkan efek warna. Efek warna tersebut sama halnya seperti pada warna sayap kupu-kupu, bulu burung merak dan batuan opal alami. Prinsip adanya warna pada polimer emulsi *core-shell*, yaitu adanya refleksi selektif^[5]. Hal ini didasarkan pada fakta bahwa efek warna ternyata dapat pula dihasilkan, akibat terjadinya refleksi selektif terhadap suatu sinar tampak yang mengenai permukaan suatu benda dengan ukuran partikel tertentu yang tersusun secara teratur. Jenis warna yang dihasilkan, bukan karena adanya pigmen tertentu yang mengandung gugus kromofor atau ikatan rangkap konjugasi di dalamnya melainkan bergantung pada sudut datang sinar yang diradiasikan tersebut. Untuk menghasilkan suatu material berwarna maka struktur Polimer *core-shell* harus memiliki ukuran partikel yang monodispers dan harus memiliki ukuran diameter partikel 200-300 nm karena sesuai dengan panjang gelombang sinar tampak.

Salah satu syarat monomer untuk dapat dijadikan polimer *core-shell* adalah mempunyai perbedaan nilai Tg (*temperature glass*) dan indeks refraksi yang besar^[6]. Untuk aplikasi pelapis, *core* yang digunakan mempunyai nilai Tg yang besar dan untuk *shell* digunakan polimer dengan Tg rendah. Pada penelitian ini digunakan monomer stirena yang dikategorikan monomer keras sebagai *core*

(T_g , 100°C), dan monomer etil akrilat yang dikategorikan monomer lunak sebagai *shell* (T_g , -22°C).

Beberapa teknik polimerisasi telah banyak dilakukan tetapi pada teknik polimerisasi secara emulsi dipilih karena distribusi ukuran partikel yang dihasilkan umumnya bersifat monodispers atau seragam. Selain itu, pada teknik ini sangat dimungkinkan untuk mengontrol bentuk dari partikel polimer yang ingin dihasilkan dengan memvariasikan jenis monomer, surfaktan, inisiator serta berbagai teknik polimerisasi emulsi^[7].

I.2 Perumusan Masalah

Penelitian ini merupakan pengembangan penelitian lanjutan yang sebelumnya telah dilakukan oleh Yogi Dwi Satria^[6]. Yogi melakukan penelitian mengenai pembuatan *core-shell* stirena-butil akrilat dengan variasi pengikat silang glisidil metakrilat menggunakan inisiator APS (ammonium persulfat) dan inisiator NaPS (sodium persulfat) dan teknik *seeding* semikontinu. Dari penelitian yang dilakukan oleh Yogi dihasilkan *core* dengan persen konversi tinggi dan ukuran partikel yang relatif besar namun pada *core-shell* dihasilkan ukuran dan persen konversi relatif kecil, hal ini dikarenakan sedikitnya butil akrilat yang ditambahkan pada *core*. Namun dalam penelitian ini etil akrilat bertindak sebagai *shell* dan hasil optimum polimerisasi *core* yang diperoleh Yogi dipakai sebagai acuan pada penelitian ini. kemudian dilakukan polimerisasi *core-shell* Stirena-EA dengan inisiator NaPS tanpa pengikat silang glisidil metakrilat pada polimerisasi *core* dengan teknik batch serta variasi konsentrasi inisiator setelah terbentuk *core* stirena dengan teknik polimerisasi *seeding* semikontinu sehingga diperoleh kondisi optimum serta dapat dilihat pengaruh penggunaan variasi konsentrasi pada pembentukan polimer *core-shell* stirena-EA.

Meskipun Yogi telah menghasilkan persen konversi yang besar pada polimerisasi *core* tetapi pada *core-shell* yang bersifat monodispers dengan persen konversi dan ukuran partikel yang dihasilkan masih relatif kecil. sehingga pada penelitian ini akan dilakukan sintesis polimer *core-shell* stirena-etil akrilat menggunakan inisiator NaPS pada polimerisasi *core* stirena dengan teknik *batch* serta variasi konsentrasi inisiator NaPS tahap kedua dengan teknik semikontinu agar

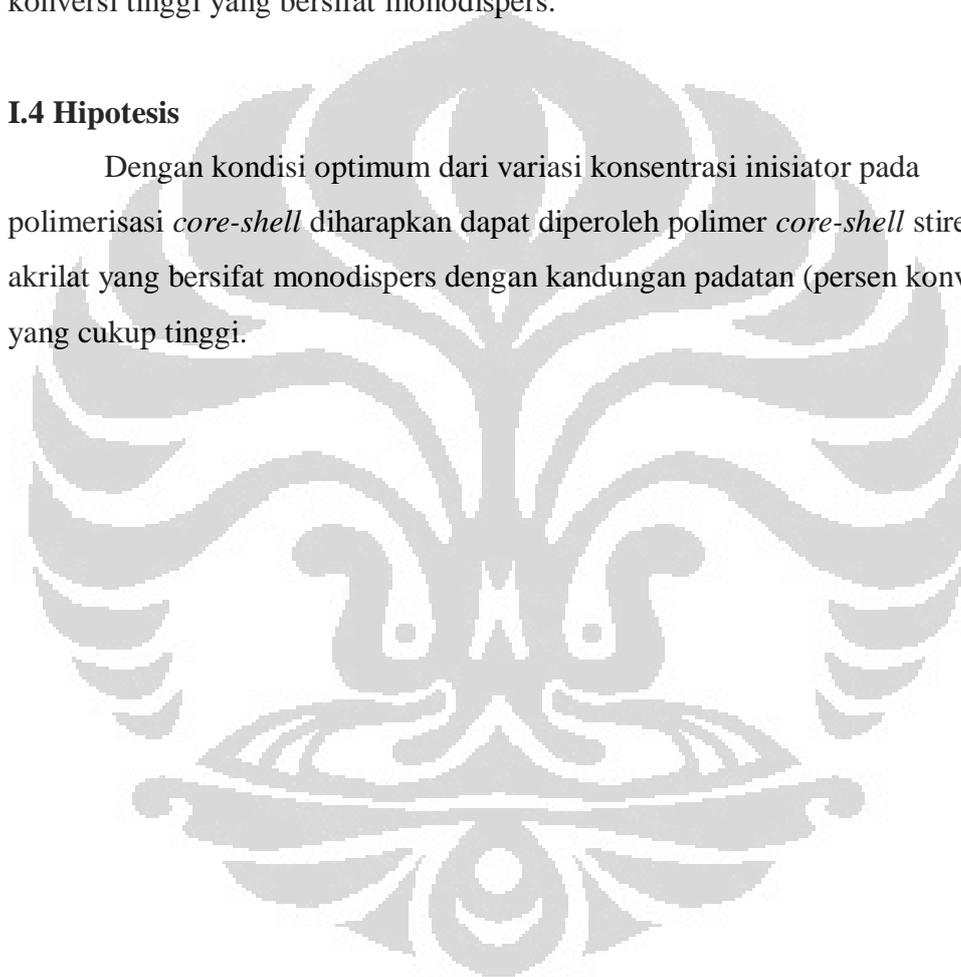
menghasilkan *core* dan *core-shell* yang bersifat monodispers serta mempunyai persen konversi dan ukuran partikel yang besar.

I.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan kondisi optimum serta mempelajari pengaruh penggunaan variasi konsentrasi pada polimerisasi *core-shell* Stirena-EA sehingga diperoleh polimer *core-shell* Stirena-EA dengan persen konversi tinggi yang bersifat monodispers.

I.4 Hipotesis

Dengan kondisi optimum dari variasi konsentrasi inisiator pada polimerisasi *core-shell* diharapkan dapat diperoleh polimer *core-shell* stirena-etil akrilat yang bersifat monodispers dengan kandungan padatan (persen konversi) yang cukup tinggi.



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

II.1 Polimer

II.1.1 Definisi Polimer^[8]

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

II.1.2 Klasifikasi Polimer Berdasarkan Strukturnya^[8]

A. Polimer linear

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

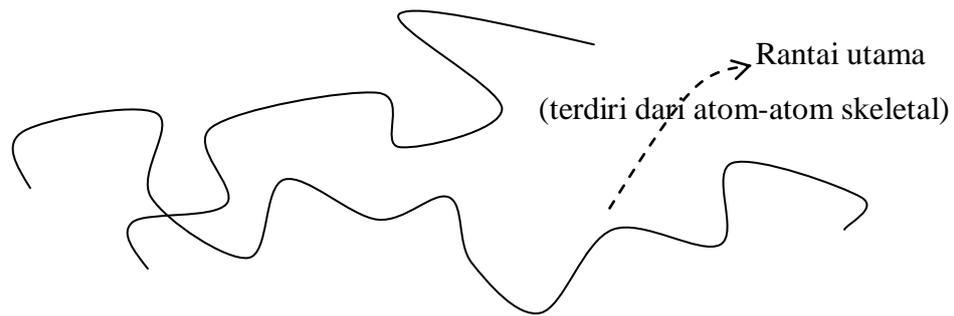


Contoh :

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

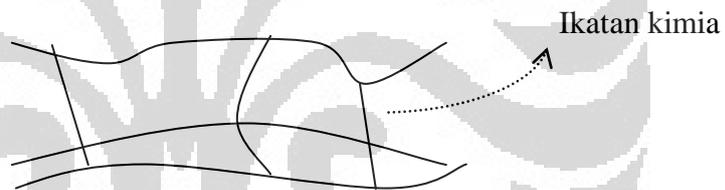
B. Polimer bercabang

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



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

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



II.1.3 Klasifikasi Polimer Berdasarkan Jenis Monomer Penyusunnya

A. Homopolimer

Polimer yang tersusun dari unit-unit monomer yang sejenis.



B. Kopolimer

Polimer yang terbentuk dari dua atau lebih monomer yang berbeda.

Berdasarkan penyusunannya kopolimer dapat diklasifikasikan dalam 4 jenis :

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

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

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

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

II.2 Polimer Emulsi

II.2.1 Definisi Polimer Emulsi^[8]

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

Polimer emulsi merupakan polimer yang proses sintesisnya terjadi didalam misel-misel surfaktan dalam pelarut air. Polimerisasi emulsi menjadi salah satu teknik yang dapat digunakan untuk membuat partikel dalam skala nano sampai mikrometer. Berbagai variasi kondisi percobaan, dapat dilakukan untuk membuat partikel sesuai dengan sifat-sifat yang diinginkan. Polimer jenis ini banyak digunakan dalam industri-industri berskala besar, seperti pada industri cat dan bahan perekat dimana produk yang teremulsikan digunakan langsung tanpa dipisahkan dari pelarut airnya. Polimerisasi emulsi juga cocok untuk pembuatan polimer-polimer lengket, karena partikel-partikelnya yang sangat kecil cukup stabil dan tahan terhadap penggumpalan.

II.2.2 Komponen dalam Polimerisasi Emulsi

Di dalam proses polimerisasi emulsi terdapat lima komponen yang diperlukan yaitu air, surfaktan, monomer, inisiator dan bahan tambahan lain :

II.2.2.1 Air

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

II.2.2.2 Surfaktan

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

emulsi berfungsi sebagai pengemulsi yang berperan dalam penyediaan tempat untuk nukleasi partikel serta berfungsi sebagai penstabil koloid dari partikel yang sedang tumbuh sebagai hasil dari adsorpsi surfaktan pada antarmuka partikel air.

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

Berdasarkan gugus hidrofiliknya, surfaktan dikelompokkan sebagai berikut^[7] :

- Surfaktan anionik, bagian aktif permukaan mengandung muatan negatif. Contoh : gugus karboksilat ($\text{RCOO}^- \text{M}^+$), sulfat ($\text{ROSO}_3^- \text{M}^+$), dan sulfonat ($\text{RSO}_3^- \text{M}^+$).
- Surfaktan kationik, bagian aktif permukaan mengandung muatan positif. Contoh : garam dari amina rantai panjang ($\text{RNH}_3^+ \text{X}^-$), dan garam amina kuarterner ($\text{R}_4\text{N}^+ \text{X}^-$).
- Surfaktan non-ionik, bagian aktif permukaan tidak bermuatan. Contoh : asam lemak rantai panjang dan alkohol rantai panjang, gula atau alkil fenol.
- Surfaktan *zwitter ion*, bagian aktif permukaan mengandung muatan positif dan muatan negatif. Contoh : asam amino rantai panjang ($\text{R}_2\text{NH}_2^+ \text{CH}_2\text{COO}^-$), dan sulfobetain ($\text{R}_2\text{N}^+ \text{SO}_3^-$).

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

Tabel 2.1 Spesifikasi sodium lauril sulfat (SLS)^[6]

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

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

II.2.2.3 Monomer

Monomer merupakan salah satu komponen utama dalam proses polimerisasi emulsi. Banyak monomer yang dapat digunakan dalam proses polimerisasi emulsi dan penggunaannya pun berupa homopolimer ataupun kopolimer. Pemilihan monomer berdasarkan hasil akhir polimer yang diinginkan. Salah satu faktor yang dipertimbangkan dalam pemilihan monomer adalah suhu transisi gelas. (T_g). Suhu transisi gelas merupakan suhu dimana suatu polimer melepaskan sifat-sifat gelasnya dan berubah menjadi lebih condong elastis seperti karet^[8].

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

- **Monomer keras**, yaitu monomer yang memiliki T_g tinggi atau di atas suhu kamar. Homopolimer yang terbentuk bersifat keras dan mempunyai ketahanan mekanik yang tinggi. Contoh : stirena (100°C), metil metakrilat (105°C), vinil klorida (81°C), dan vinil asetat (32°C)^[11].
- **Monomer lunak**, yaitu monomer yang memiliki T_g rendah atau di bawah suhu kamar. Homopolimer yang terbentuk biasanya bersifat lunak atau *rubbery* dan *tacky*. Contoh : ester akrilat, butadiena (-138°C), butil akrilat (-54°C), etil akrilat (-22°C) dan etilena (-125°C)^[11].

Berdasarkan fungsi monomer dalam polimerisasi emulsi, monomer diklasifikasikan sebagai :

- **Monomer penstabil**, merupakan monomer yang larut dalam air atau umumnya monomer yang mempunyai gugus fungsi karboksil. Monomer ini dapat menstabilkan partikel dispersi dengan cara menggabungkan pusat hidrofilik ke polimer hidrofobik. Monomer-monomer ini memperbaiki sifat mekanik, meningkatkan stabilitas dispersi lateks, meningkatkan toleransi terhadap elektrolit, meningkatkan kekerasan film, dan meningkatkan adhesi film lateks terhadap substrat. Contoh : asam akrilat, asam metakrilat, asam maleat, dan asam fumarat.
- **Monomer pengikat silang**, merupakan monomer yang dapat mengalami polimerisasi juga. Umumnya monomer ini adalah senyawa yang memiliki dua ikatan rangkap atau dua gugus fungsi. Saat polimerisasi berlangsung, monomer ini ikut dalam polimerisasi, dan ikatan rangkap yang kedua atau gugus fungsi yang kedua akan berikatan silang dengan polimer. Contoh : senyawa polivinil dan polialil atau diena, divinil benzena, senyawa N-metilol dan derivat ester diakrilat atau triakrilat.

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

Stirena^[6], atau dikenal sebagai vinil benzena merupakan turunan dari benzena. Stirena berwujud cairan bening yang mudah menguap dan berbau. Stirena banyak diproduksi dengan reaksi katalik dehidrogenasi dari etilbenzena. Selain itu, stirena dapat dibuat dari etilbenzena dengan reaksi alkilasi dari benzena dengan etilen. Stirena memiliki temperatur gelas (T_g) yang cukup tinggi ($100\text{ }^\circ\text{C}$) sehingga dalam penelitian ini digunakan sebagai *core*.

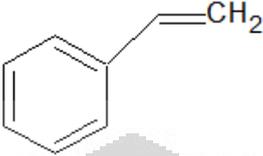
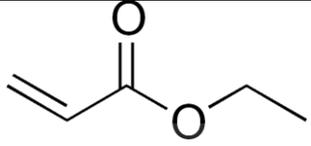
Etil akrilat^[12], atau merupakan turunan monomer akrilat. Etil akrilat berwujud cair dengan bau yang tajam. Etil akrilat dapat digunakan sebagai homopolimer, kopolimer, dan terlibat di dalam reaksi adisi pada sintesa organik dan

anorganik. Etil Akrilat mempunyai Tg yang rendah (-22°C). Nilai Tg dipengaruhi oleh panjang rantai alkil pada monomer tersebut. Makin panjang rantai alkil, maka rantai polimer akan semakin sulit mengalami agregasi dan mikrokristalisasi.

Untuk aplikasi pelapis, baik dengan fungsi dekoratif maupun protektif, polimer/kopolimer yang disintesis harus mempunyai suhu transisi gelas $10-40^{\circ}\text{C}$ ^[11]. Polimer dengan suhu transisi gelas rendah (di bawah 0°C) tidak berguna pada aplikasi pelapis karena lapisan film yang terbentuk bersifat lunak dan lemah pada suhu normal. Sementara polimer dengan suhu transisi gelas di atas 50°C cenderung bersifat kaku, sehingga rapuh dan tidak fleksibel pada kondisi ambien normal. Dengan demikian polimer ini juga tidak cocok untuk aplikasi pelapis. Oleh karena itu biasanya digunakan perpaduan antara monomer keras dengan lunak sehingga dihasilkan polimer dengan suhu transisi gelas yang cocok.

Dasar pemilihan dua monomer ini, yaitu bahwa stirena memiliki Tg tinggi (100°C) dan etil akrilat mempunyai Tg yang rendah (-22°C). Gabungan kedua homopolimer ini di dalam polimerisasi *core-shell* akan menghasilkan sifat-sifat mekanik yang lebih baik. Ini terjadi karena polimer *core shell* mempunyai dua Tg khas yang berasal dari masing-masing monomernya. Selain itu, *core-shell* juga tetap mempunyai sifat kimia masing-masing yang karakteristik atau tidak seperti kopolimer biasa. Monomer-monomer yang mempunyai Tg rendah dan Tg tinggi banyak tersedia, maka dari itu pertimbangan lain dipilihnya stirena – etil akrilat yaitu perbedaan indeks refraksi yang tinggi diantara kedua monomer ini.

Tabel 2.2 Sifat Kimia dan Fisika Monomer yang Digunakan ^[6,12,13]

Besaran	Monomer	
	Stirena	Etil Akrilat (EA)
Struktur		
Berat Molekul (g/mol)	104,15	100,12
Rumus Molekul	C ₈ H ₈	C ₅ H ₈ O ₂
Berat Jenis (g/cm ³)	0,909	0,922
Kelarutan dalam air (g/mL)	< 1 %	1,5g/100g air
Titik leleh (°C)	-30	-72
Titik didih (°C)	145	98-100
Temperatur glass (°C)	100	-22
Indeks refraksi	1,546	1,404

II.2.2.4 Inisiator

Inisiator merupakan sumber radikal bebas dalam polimerisasi emulsi. Dalam hal ini radikal bebas merupakan atom atau gugus apa saja yang memiliki satu atau lebih elektron tidak berpasangan. Dengan adanya inisiator, maka inisiasi yang merupakan tahap awal polimerisasi akan berlangsung. Inisiator bukan katalis yang sebenarnya. Ini dikarenakan inisiator dikonsumsi dalam jumlah tertentu pada reaksi kimia. Semua inisiator yang digunakan bergantung kereaktifannya menghasilkan radikal bebas.

Radikal yang diperoleh melalui :

1. Proses termal

Senyawa yang banyak digunakan adalah senyawa yang mengandung ikatan peroksida -O-O-. Inisiator termal yaitu inisiator yang tidak stabil terhadap panas dan akan terdekomposisi menjadi radikal pada suhu tertentu sesuai dengan strukturnya. Contoh inisiator termal adalah : persulfat, organik peroksida dan hidroperoksida. Pada polimerisasi emulsi, inisiator yang banyak dipakai adalah dari golongan persulfat dalam bentuk garam natrium, kalsium dan amonium. Persulfat biasa digunakan pada temperatur 50 -100°C dan radikal bebas dihasilkan di dalam media air. Pada suhu yang lebih tinggi akan menghasilkan rekombinasi radikal karena dekomposisi yang terlalu cepat. Pada suhu yang rendah, persulfat digunakan dengan zat pereduksi seperti sodium metabisulfit. Persulfat lebih sering digunakan dibanding organik peroksida karena persulfat mempunyai kestabilan koloid yang dihasilkan dari gugus fungsi sulfat pada ujung rantai polimer, selain itu harganya pun relatif lebih murah. Kelemahannya yaitu sensitif terhadap air pada film yang kering.

2. Reaksi Redoks

Inisiator redoks yaitu inisiator yang menghasilkan radikal bebas melalui reaksi oksidasi reduksi pada temperatur yang relatif rendah. Inisiator ini bekerja tanpa harus menunggu waktu paruhnya.

Contoh reaksi: $\text{ROOH} + \text{Fe}^{2+} \rightarrow \text{RO} \cdot + \text{HO}^- + \text{Fe}^{3+}$

Reduktor yang digunakan biasanya Fe, S₂O₅, S₂O₃, glukosa, Cu, dan lain-lain. Pada umumnya setiap monomer memiliki kecocokan dengan inisiator yang digunakan dalam sistem. Misalnya sistem Fe-H₂O₂ baik untuk monomer metakrilat, sedangkan persulfat untuk monomer stirena. Keuntungan utama dari inisiator redoks adalah produksi radikal dapat terjadi pada daerah temperatur yang lebih luas dan menghasilkan berat molekul polimer yang lebih tinggi. Selain itu, inisiator redoks hanya membutuhkan energi aktivasi yang lebih rendah untuk dekomposisi, yaitu sekitar 10 kkal/mol dibandingkan 30-35 kkal/mol yang dibutuhkan untuk dekomposisi secara termal. Contoh inisiator redoks kalium persulfat-sodium bisulfit, hidrogen peroksida-ferro sulfat dan hidrogen peroksida-asam askorbat.

3. Radiasi

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

Dalam penelitian ini digunakan jenis inisiator termal, yaitu natrium persulfat (NaPS). Laju dekomposisi inisiator menjadi radikal bebas dispesifikasikan sebagai waktu paruh. Waktu paruh adalah waktu yang dibutuhkan larutan inisiator pada suhu tertentu untuk mencapai setengah dari konsentrasi awal. Penurunan konsentrasi ini diperoleh melalui cara dekomposisi termal.

Tabel 2.3 Spesifikasi Natrium Persulfat^[6]

Rumus molekul	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$
Struktur	$\begin{array}{c} \text{O} \quad \quad \quad \text{O} \\ \parallel \quad \quad \parallel \\ \text{Na}^+ - \text{O} - \text{S} - \text{O} - \text{O} - \text{S} - \text{O}^- - \text{Na}^+ \\ \parallel \quad \quad \quad \parallel \\ \text{O} \quad \quad \quad \text{O} \end{array}$
Berat molekul (g/mol)	238,1
Wujud fisik	Serbuk kristal putih
Titik leleh	<i>Decomposes</i>
Kelarutan	549 g/l H_2O , 20 ⁰ C
pH (larutan jenuh, 25 ⁰ C)	4,3 (250 g/l)
Waktu paruh (jam) *	± 125 (50 ⁰ C) pada pH 3

Keterangan * : Nilai pendekatan dan tergantung pada pH

II.2.2.5 Bahan Tambahan Lain

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

II.2.3 Teknik Polimerisasi Emulsi

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

II.2.3.1 Teknik *Batch*

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

II.2.3.2 Teknik *Seeding*

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

II.2.3.3 Teknik Kontinu

Pada polimerisasi kontinu, reaktor diaduk secara kontinu, dengan *feeding* komponen secara kontinu, produk yang terbentuk langsung dapat diisolasi. Kelebihan dari proses ini yaitu teknis yang sederhana, diperoleh jumlah produk

yang tinggi per satuan ruang dan waktu, komposisi kopolimer yang seragam. Kekurangan proses ini yaitu hanya cocok untuk dispersi yang stabil terhadap tegangan, viskositas dispersi rendah, dan berat molekul yang rendah.

II.2.3.4 Teknik Semikontinu

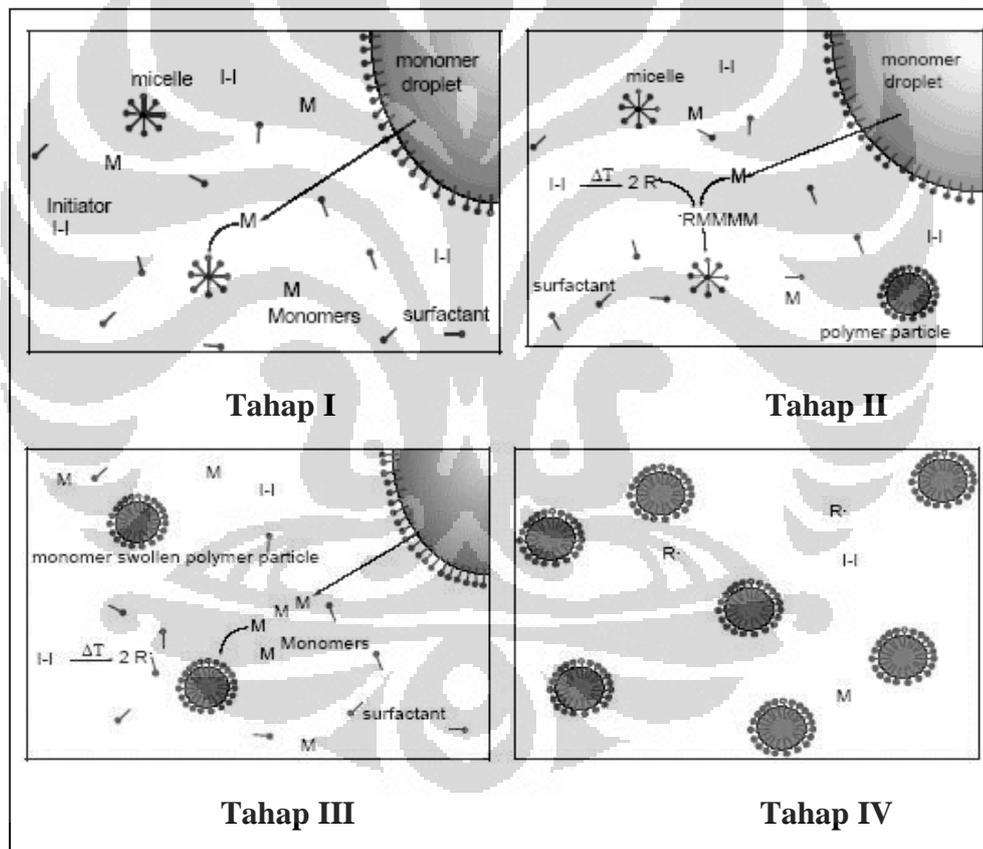
Pada teknik semikontinu, sebagian air dan surfaktan dicampurkan dan kemudian dimasukkan ke dalam reaktor. Selanjutnya ke dalam campuran yang disebut *initial charge* ini dimasukkan pre-emulsi monomer dan larutan inisiator secara terus-menerus sampai habis. Jika dalam polimerisasinya digunakan inisiator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

Teknik semikontinu merupakan teknik polimerisasi yang paling banyak digunakan di industri polimer khususnya yang menghasilkan partikel polimer bergugus fungsi. Hal ini disebabkan oleh beberapa kelebihan yang dimilikinya. Pertama, teknik ini dapat secara efektif mengurangi monomer atau komonomer yang terbuang atau tercecer pada reaktor. Teknik ini memfasilitasi transfer panas yang baik dan memiliki tingkat keselamatan kerja yang tinggi. Kedua, melalui teknik ini, komposisi kopolimer yang dihasilkan dapat dikontrol dengan mengubah *feed* komonomer atau kecepatan *feed* komonomer tersebut. Kelebihan lainnya dari teknik ini adalah dihasilkan ukuran partikel yang seragam (monomodal)^[14].

Selain itu, dari penelitian yang dilakukan oleh Hidayah, A^[15]. Diperoleh kesimpulan bahwa teknik semikontinu menghasilkan produk polimer *shell* etil akrilat yang lebih optimal dibanding teknik lainnya. Sementara itu dari penelitian Tianhua Ding, et. Al^[16]. pada kopolimerisasi butil metakrilat-butil akrilat dengan teknik semikontinu berhasil diperoleh ukuran perikel polimer sekitar 150 nm dengan distribusi ukuran partikel bersifat monodispers. Oleh karena itu dalam penelitian ini akan dilakukan polimerisasi emulsi *core-shell* stirena-etil akrilat dengan teknik semikontinu.

II.2.4 Mekanisme Polimerisasi Emulsi^[8]

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



Gambar 2.3 Tahap polimerisasi emulsi^[17]

Berdasarkan Gambar 2.3, tahap I menunjukkan molekul monomer 'terlarut' di dalam misel. Pada tahap II terjadi pertumbuhan rantai polimer membentuk oligomer di dalam misel. Oligomer ini diinisiasi oleh radikal bebas

yang diperoleh dari dekomposisi inisiator termal. Molekul monomer berdifusi keluar dari monomer droplet untuk memasuki misel. Surfaktan kemudian terdistribusi kembali untuk menghasilkan lebih banyak *swollen* partikel polimer, dan mengurangi jumlah monomer droplet. Radikal bebas yang dihasilkan pada fasa air yaitu sekitar 10^{13} radikal/cm³ detik. Kemudian pada tahap III, monomer yang dikonsumsi oleh pertumbuhan rantai polimer digantikan oleh monomer baru yang terus bermigrasi keluar dari monomer *droplet*. Penambahan monomer *droplet* dilakukan secara kontinu (*feeding*) untuk mencegah kekurangan monomer. Dan pada tahap IV yaitu setelah semua monomer habis dikonsumsi, terjadi pasca polimerisasi tanpa penambahan kembali monomer. Kemudian dihasilkan rantai polimer hingga tidak lagi terdapat monomer bebas.

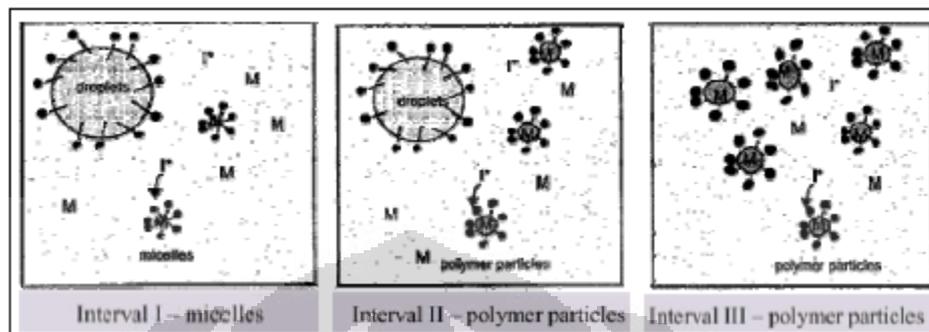
Kemudian, Fitch dan Tsai mengungkapkan teori nukleasi homogen. Berdasarkan teori ini inisiator radikal primer tidak suka bergerak menuju misel ataupun partikel lain yang berada dalam sistem, disebabkan oleh sifatnya yang hidrofilik (berhubungan dengan fasa pelarut polar dan penolakan misel oleh adanya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

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

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

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

- Interval III, dimana tidak lagi terdapat monomer *droplet*, masih terdapat monomer di dalam partikel polimer, dan jumlah partikel yang konstan.



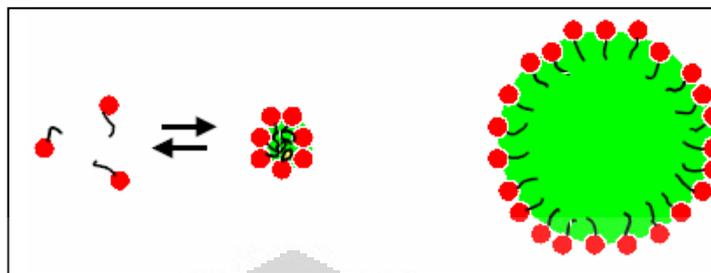
Gambar 2.4 Interval dalam Polimerisasi Emulsi Menurut Harkins^[6]

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

1. Nukleasi Monomer Droplet

Pada awal proses polimerisasi berlangsung, sebagian besar monomer (>95%) berada dalam sistem terdispersi sebagai monomer *droplet* yang ukurannya bergantung pada kecepatan pengadukan. Monomer *droplet* distabilisasikan oleh molekul surfaktan yang terabsorpsi pada permukaan. Monomer *droplet* memiliki diameter sekitar 1-10 μm (103-104 nm) atau lebih besar lagi. Jadi pada sistem polimerisasi emulsi, monomer *droplet* ukurannya lebih besar dibandingkan monomer yang terkandung dalam misel. Sebenarnya, ketika konsentrasi misel 10¹⁷-10¹⁸ per mililiter, ada setidaknya 10¹⁰-10¹¹ monomer *droplet* per mililiter. Perbedaan antara misel dan monomer *droplet* adalah total daerah permukaan

misel lebih besar daripada monomer droplet. Pembentukan monomer *droplet* dalam sistem emulsi dapat dilihat pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Pembentukan Monomer *Droplet* ^[1]

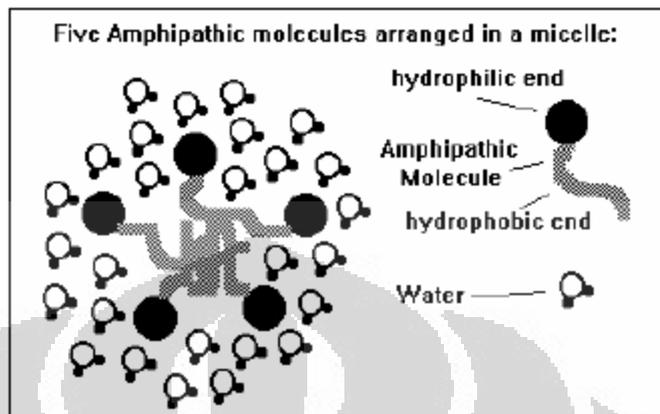
Terjadinya polimerisasi bukan pada monomer *droplet*. Polimerisasi umumnya selalu terjadi di dalam misel, disebabkan sifat dari monomer *droplet* yang cenderung tidak stabil. Monomer *droplet* tidak dapat berkompetisi efektif dengan misel dalam menangkap radikal yang dihasilkan dari fasa air, karena total daerah permukaan droplet yang lebih kecil^[1].

2. Nukleasi Miselar vs Homogen

Pada tahapan ini, sifat kelarutan monomer dalam air sangat berperan. Saat monomer ditambahkan, beberapa fraksi monomer akan terurai didalam fasa air. Kelarutan monomer di dalam air berbeda-beda. Jumlah monomer di dalam misel, sesuai dengan besar kelarutan monomer dalam media air, untuk monomer non polar jumlah monomer di dalam misel lebih besar dibandingkan untuk monomer polar yang jumlah monomernya dalam misel hanya sedikit dibandingkan pada fasa air^[1]. Menurut Harkins-Smith-Ewart, nukleasi misellar terjadi disebabkan oleh hadirnya radikal yang terbentuk pada fasa air yang masuk ke dalam misel, lalu tahapan inisiasi monomer terjadi di dalam misel^[1]. Gambaran mengenai misel yang terbentuk dapat dilihat pada Gambar 2.6.

Pada nukleasi misellar molekul monomer berdifusi ke dalam misel dengan ukuran 50-100 Å⁰ untuk membentuk misel monomer-*swollen*.^[8] Selanjutnya terjadi pertumbuhan rantai polimer membentuk oligomer di dalam misel yang diinisiasi oleh radikal bebas yang diperoleh dari dekomposisi inisiator termal. Ketersediaan molekul monomer berasal dari hasil difusi monomer dari monomer

droplet menuju misel. Surfaktan yang masih ada, terus terdistribusi dalam sistem emulsi, hingga menghasilkan lebih banyak partikel monomer- *swollen micelle*, yang mengurangi jumlah monomer *droplet*.



Gambar 2.6 Pembentukan misel ^[18]

Polimerisasi monomer di dalam fasa air tidak diragukan lagi dapat terjadi, tetapi tidak berkontribusi secara signifikan. Pembentukan partikel dalam fasa air dikenal dengan nukleasi homogen atau pembentukan inti sekunder. Pada nukleasi homogen, radikal yang terbentuk pada fasa air langsung menginisiasi monomer di dalam larutan, inti homogen yang terbentuk ini menjadi tidak terlarut dan tidak stabil, dikarenakan memiliki batas panjang rantai yang disebut panjang rantai kritis.^[19] Ketidakstabilan dari inti sekunder ini dapat distabilkan oleh surfaktan yang terabsorpsi (dari larutan, monomer droplet dan misel).^[1] Misel bertindak sebagai tempat bertemunya organik monomer (*oil soluble*) dan inisiator (*water soluble*). Misel disukai sebagai tempat reaksi polimerisasi dikarenakan sifat kepolarannya sama dengan monomer dibandingkan dalam fasa air. Sebagai hasil polimerisasinya, misel berkembang dengan adanya penambahan monomer dari fasa air yang konsentrasinya dilengkapi dengan terurainya monomer dari monomer *droplet*.^[1]

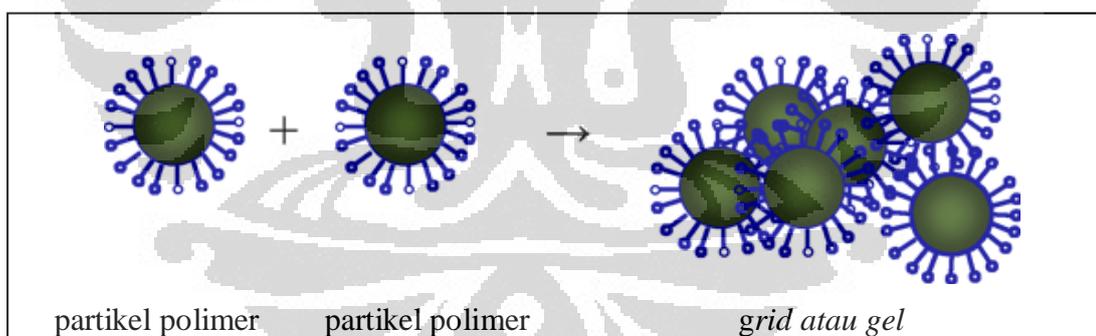
Luas relatif dari misel dan inti homogen dipengaruhi oleh adanya kelarutan monomer dalam air dan konsentrasi surfaktan. Kelarutan monomer dalam air yang tinggi dan konsentrasi surfaktan yang rendah, lebih menyenangi terbentuknya inti homogen, inti misel lebih menyukai monomer dengan sifat kelarutan dalam air yang rendah dan konsentrasi surfaktan yang tinggi (inti

homogen terjadi dibuktikan dengan terjadinya polimerisasi emulsi saat konsentrasi surfaktan di bawah CMC). Ketidakstabilan nukleasi homogen ini didukung dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh De La Rosa *et al.*^[20] Dari percobaan yang mereka lakukan saat konsentrasi surfaktan di bawah CMC, ternyata nukleasi partikel polimer berakhir pada konversi yang sangat singkat, yaitu sekitar 2%.

3. Grid

3.1 Definisi Grid

Selain polimer emulsi sebagai produk utama dalam polimerisasi emulsi, ada pula produk samping (*by product*) yang biasa dihasilkan. Produk tersebut sering dinamakan dengan *grid*. *Grid* atau *gel* merupakan gabungan dari partikel-partikel polimer yang menghasilkan koloid yang tidak stabil dan akhirnya mengendap. Perbedaan *grid* dan *gel* dapat terlihat dengan kasat mata. *Grid* berupa padatan berbentuk bulat dalam keadaan kering. Sedangkan *gel* berupa padatan yang basah dengan kondisi seperti bubur. Proses terbentuknya *grid* atau *gel* dapat dilihat pada Gambar 2.7.

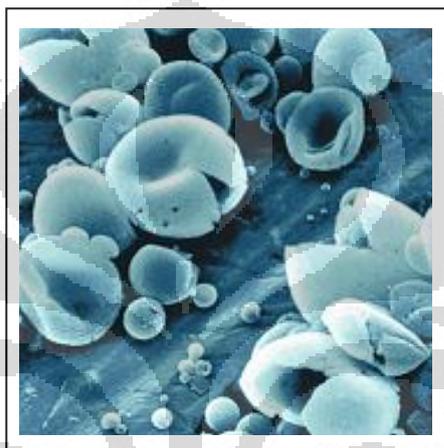


Gambar 2.7 Proses terbentuknya *grid* atau *gel*^[21]

3.2 Penyebab Terbentuknya Grid

Menurut Thompson dan Mc. Ewen, ada dua faktor yang mempengaruhi terjadinya flokulasi. Dalam polimerisasi emulsi, peristiwa flokulasi dapat menyebabkan terbentuknya *grid*. Faktor yang mempengaruhi terbentuknya *grid* adalah kadar penggunaan surfaktan dan temperatur reaksi polimerisasi. Kadar penggunaan surfaktan yang rendah menghasilkan misel yang yang tidak kokoh. Hal ini menyebabkan ketidakmampuan misel dalam menampung oligomer,

sehingga oligomer tersebut mengalami terminasi di luar misel. Keberadaan oligomer di luar misel dapat memicu terbentuknya *grid*, akibat kondisi yang tidak stabil (tidak terselubung oleh misel). Misel yang tidak mampu menampung monomer di dalamnya akan menyebabkan Partikel polimer Partikel polimer *grid* atau *gel* pecahnya misel. Peristiwa pecahnya misel ini menyebabkan bentuk partikel polimer yang tidak bulat. Gambaran misel yang pecah dapat terlihat pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8 Misel yang pecah^[22]

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

II.2.5 Karakteristik Polimerisasi Emulsi

II.2.5.1 Ukuran Partikel dan Indeks Polidispersitas

Ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel adalah sangat penting dalam sistem partikulat seperti aerosol, emulsi, suspensi, dispersi, dan bubuk. Dalam polimerisasi emulsi, analisis ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel adalah sangat penting berkaitan dengan teori kinetik yang menyangkut pembentukan partikel, pertumbuhan partikel dan interaksi partikel jika dihubungkan dengan kondisi reaksi polimerisasi. Dalam industri, ukuran partikel dan distribusinya

adalah sangat penting dan berhubungan dengan hal-hal seperti sifat cat dan stabilisasi polimer emulsi. Secara umum stabilisasi sistem emulsi atau dispersi akan berkurang dengan kenaikan ukuran partikel dan distribusinya ^[23]. Distribusi ukuran partikel dipengaruhi oleh jumlah inisiator dan surfaktan yang digunakan dalam teknik polimerisasi. Pada teknik *seeding* dapat menghasilkan ukuran partikel yang lebih besar, sedangkan untuk teknik semikontinu atau teknik semi *batch* menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil tetapi indeks distribusi partikel (PDI) lebih kecil.

Nilai indeks polidispersitas dapat menggambarkan keseragaman partikel polimer dalam suatu polimer emulsi yang dihasilkan. Polimer emulsi yang memiliki ukuran partikel yang sama dinamakan dispersi *monodispers*, sedangkan polimer yang tidak memiliki ukuran partikel yang sama dinamakan dispersi polidispers.

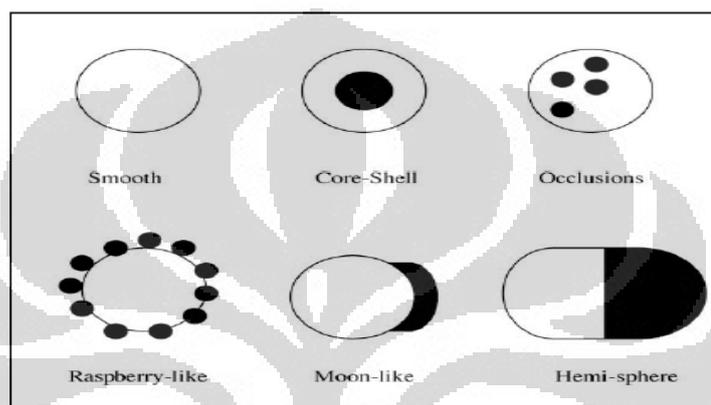
Salah satu alat yang dapat menentukan keseragaman partikel polimer emulsi adalah Malvern Zeta Nano *Particle Analyzer Nano Series* (Nano S). Selain pengukuran indeks polidispersitas, alat ini juga mampu menentukan ukuran partikel dan berat molekul polimer. Sampel polimer emulsi yang bersifat monodispers memiliki nilai indeks polidispersitas di bawah 0,1, sedangkan polimer emulsi yang bersifat polidispers memiliki nilai indeks polidispersitas di atas 0,5. Nilai indeks polidispersitas yang bernilai antara 0,1-0,5 harus dianalisis terlebih dahulu berdasarkan lebar *peak* yang diperoleh. Semakin lebar *peak* yang didapat maka polimer yang dikarakteristik memiliki keseragaman yang semakin berkurang. Sebaliknya, semakin tinggi dan semakin sempit *peak* yang diperoleh maka polimer yang dikarakteristik memiliki nilai indeks polidispersitas yang semakin kecil (semakin *monodispers*) ^[24].

II.2.5.2 Morfologi Partikel Polimer

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

yang lebih transparan (tembus cahaya). Jika semua partikel memiliki ukuran yang sama dinamakan dispersi *monodispers*, jika tidak dinamakan *polidispers*.

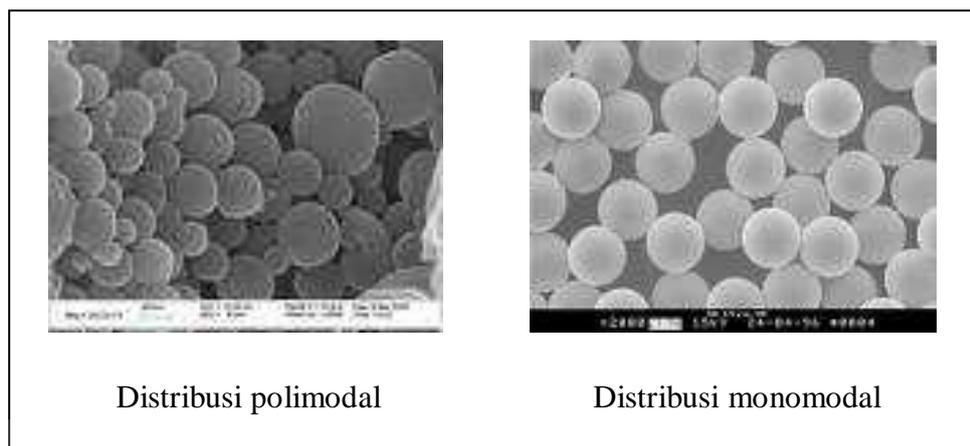
Alat yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi morfologi partikel polimer adalah SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dan TEM (*Transmission Electron Microscopy*). Partikel polimer dispersi memiliki berbagai macam morfologi yang berbeda ^[25]. Partikel polimer dispersi memiliki berbagai macam morfologi yang berbeda. Gambar 2.9 berikut adalah gambaran morfologinya.



Gambar 2.9 Morfologi partikel polimer emulsi ^[25]

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

Distribusi partikel polimodal dan monomodal dapat terlihat pada Gambar 2.10 berikut.

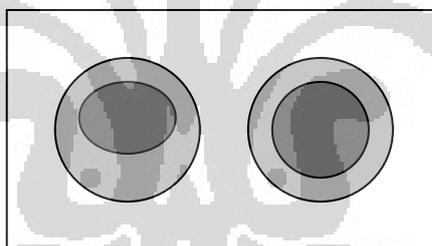


Gambar 2.10 Distribusi partikel polimodal dan monomodal ^[10]

II.3 Polimer Emulsi *Core-Shell*

II.3.1 Definisi Polimer Emulsi *Core-Shell*

Polimer emulsi *core-shell* merupakan suatu polimer emulsi dengan struktur partikel heterogen yang tersusun dari dua jenis monomer dimana satu monomer dipolimerisasi pada bagian *core*, satunya lagi pada bagian *shell*. Gambar 2.11 menunjukkan struktur yang mungkin dari suatu partikel polimer *core-shell*.



Gambar 2.11 Struktur partikel polimer *core-shell* ^[10]

II.3.2 Tahapan Polimerisasi *Core-Shell*

Dalam pembentukan polimer *core-shell* diperlukan dua tahap utama. Tahap pertama adalah pembentukan *core* dari suatu monomer keras dengan teknik *batch*, sedangkan tahap kedua berupa pelapisan *shell* oleh monomer lunak dengan teknik semikontinu. Dalam tahap pelapisan *shell* tersebut digunakan variasi konsentrasi inisiator NaPS 0,5%, 1,0% dan 1,5%.

Dalam penelitian ini digunakan stirena sebagai penyusun *core* dan etil akrilat sebagai *shell*. Alasannya karena selain faktor suhu transisi gelas, akrilat resisten terhadap oksidasi udara dan degradasi oleh cahaya sehingga etil akrilat cocok digunakan sebagai *shell* partikel polimer.

BAB III

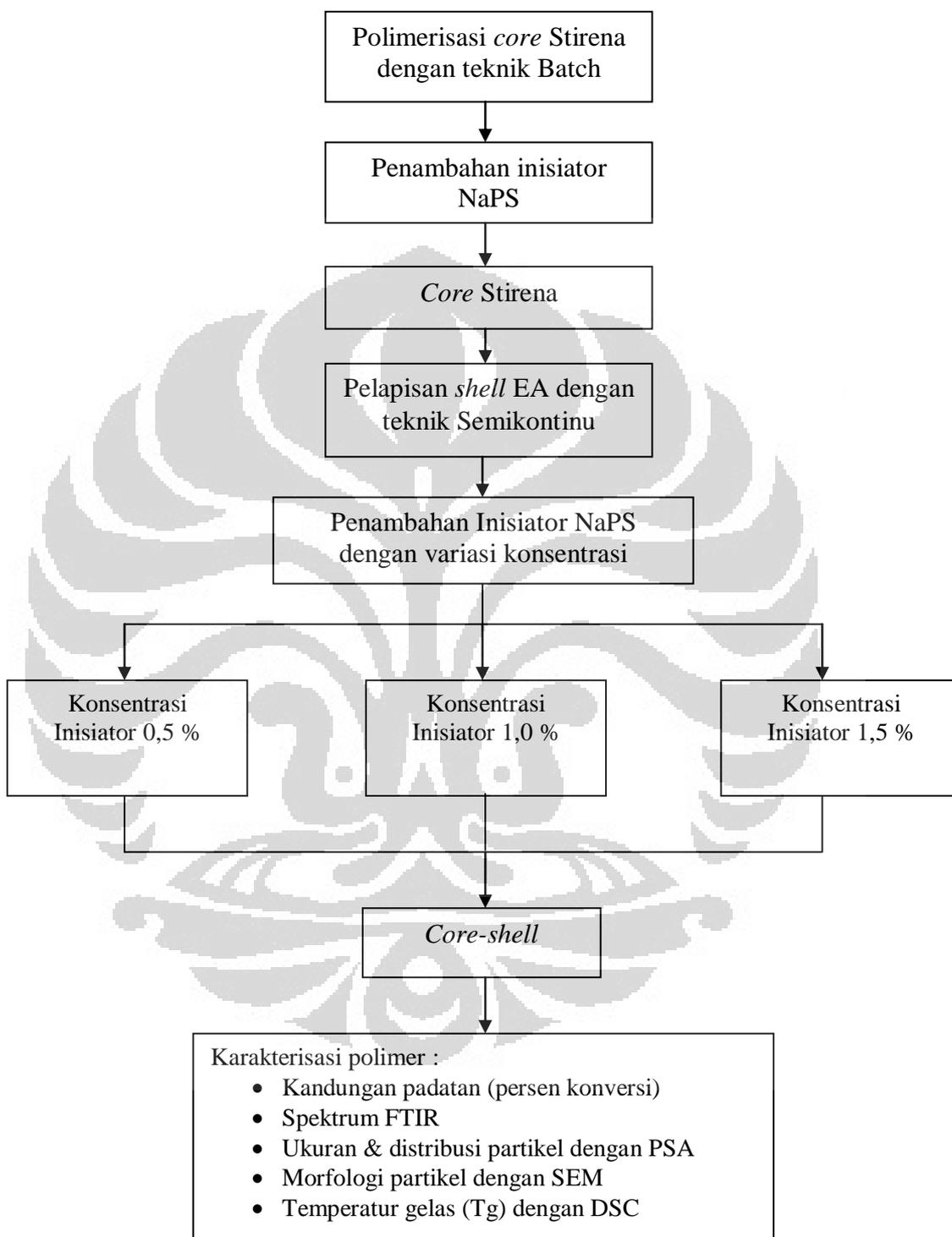
METODE PENELITIAN

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

Pada tahap pembentukan *core* stirena dilakukan penambahan jenis inisiator, yaitu inisiator sodium persulfate (NaPS). Kemudian pada tahap pembentukan polimer *core-shell* stirena-etil akrilat dilakukan penambahan inisiator NaPS tahap kedua dengan variasi konsentrasi inisiator. Suhu reaksi yang digunakan ialah 75⁰ C dengan gas N₂ sebagai atmosfer udara dalam reaktor.

Selanjutnya, dilakukan karakterisasi terhadap *core* stirena dan polimer *core-shell* Stirena-EA yang terbentuk dengan variasi konsentrasi inisiator NaPS 0,5%, 1,0% dan 1,5%.. Karakterisasi yang dilakukan meliputi kandungan padatan (*solid content*) dengan oven, ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel dengan PSA (*particle size analyzer*), analisis gugus polimer *core* Stirena dan *core-shell* Stirena-EA dengan FT-IR, temperatur transisi gelas (T_g) dengan DSC dan morfologi partikel dengan SEM untuk mengetahui terbentuknya polimer *core-shell* Stirena-EA.

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



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

III.1 Alat dan Bahan

III.1.1 Alat

Peralatan laboratorium yang digunakan adalah, alat-alat gelas yang biasa digunakan di laboratorium, satu perangkat mini reaktor polimerisasi (yang terdiri dari labu reaktor berkapasitas 1 kg, kondensor, *waterbath*, dan infus untuk pelapisan *shell*), penangas air, saluran gas N₂, termometer dan pengaduk mekanik. Perangkat kecil reaktor polimerisasi yang digunakan dalam penelitian dapat dilihat pada Gambar 3.2.

Peralatan analisis yang digunakan adalah oven, timbangan analitik, malvern Zeta Nano Particle Analyzer Nano Series (Nano S), shimadzu *differential scanning calorimeter* (DSC) 60A, spektrofotometer FT-IR, dan *scanning electron microscopy* (SEM).



Gambar 3.2 Reaktor polimerisasi skala laboratorium^[6]

III.1.2 Bahan

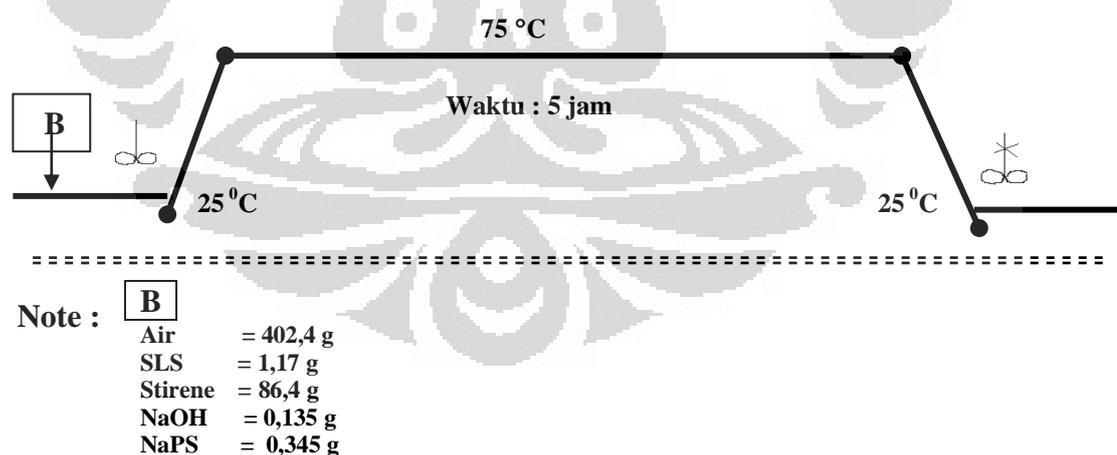
Monomer yang digunakan adalah monomer stirena, etil akrilat (EA), dan *sodium persulfate* (NaPS) sebagai inisiator, surfaktan *sodium lauryl sulfate* (SLS) sebagai *emulsifier*, air demineral sebagai media pendispersi dan natrium hidroksida (NaOH).

III.2 Metode Kerja

III.2.1 Polimerisasi *Core* Stirena dengan Inisiator NaPS dengan teknik Batch

Pada pembuatan *core* stirena dengan inisiator NaPS, tahap pertama, yaitu mencampurkan larutan *initial charge* yang berisi air, surfaktan SLS, monomer stirena, dan inisiator NaPS dimasukkan ke dalam reaktor, larutan *initial charge* kemudian dilarutkan dengan pengadukan pada kecepatan 300 rpm dengan dialiri gas N₂ selama ± 15 menit dengan laju alir tinggi dan dipanaskan pada suhu 75°C selama 5 jam. Selanjutnya, reaktor didinginkan hingga mencapai temperatur 25°C kemudian produk yang terbentuk disaring.

Diagram alir pembentukan *core* stirena teknik *batch* dengan inisiator NaPS dapat dilihat pada Gambar 3.3.



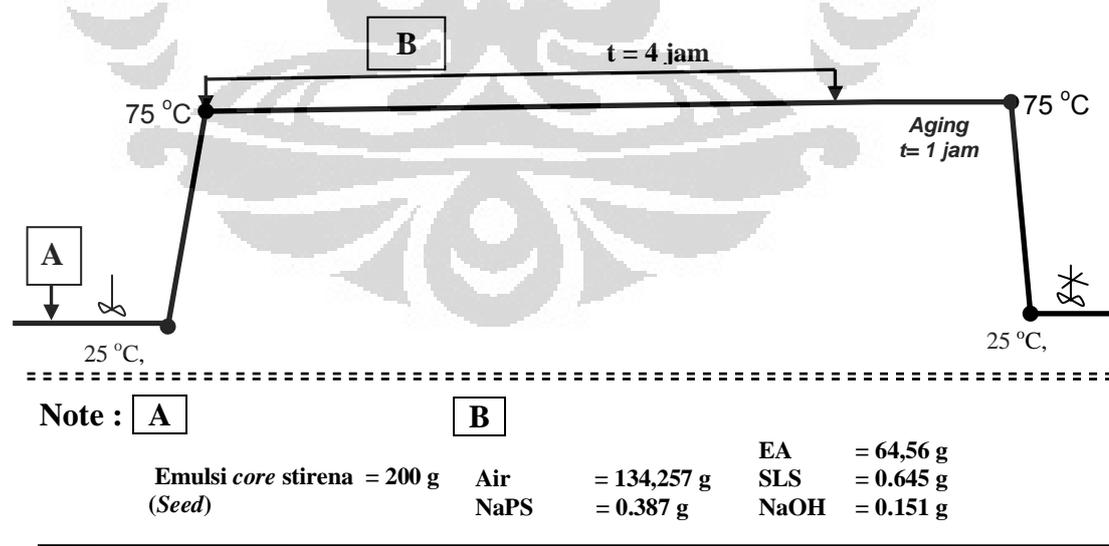
Gambar 3.3 Diagram Alir Polimerisasi *Core* Stirena dengan Inisiator NaPS

III.2.2 Pembuatan *Core-shell* Stirena-EA dengan teknik Semikontinu

Pada pembuatan *Core-shell* Stirena-EA dilakukan penambahan inisiator NaPS tahap kedua dengan variasi konsentrasi inisiator, yaitu polimerisasi *core-shell* Stirena-EA dengan konsentrasi inisiator NaPS 0,5%, 1,0% dan 1,5%.

III.2.3 Pembuatan *Core-shell* Stirena-EA dengan inisiator NaPS 0.5%, 1.0% dan 1.5%

Pada pembuatan *core-shell* stirena-EA. Pertama, dilakukan tahap pembentukan *core* stirena yang sebelumnya telah dibuat dengan inisiator NaPS. Selanjutnya dilakukan *feeding* monomer etil akrilat (EA) secara semikontinu untuk membentuk *shell* yang menyelimuti *core* polistirena dan emulsi (air, surfaktan, monomer EA, inisiator NaPS dengan konsentrasi yang bervariasi dan NaOH) yang dibuat terlebih dahulu sebelum polimerisasi *core-shell* selama 4 jam sebelumnya reaktor dialiri gas N₂ terlebih dahulu dengan kecepatan rendah selama ± 15 menit dan temperatur dijaga konstan (75⁰C). Kemudian setelah 4 jam reaksi, dilakukan *aging* selama 1 jam dengan pengadukan dan temperatur konstan. Kemudian didiamkan pada suhu kamar (25⁰C) dan pengadukan dihentikan. Produk yang terbentuk disaring dan dipisahkan. Diagram alir polimerisasi *core-shell* stirena-EA dengan teknik semikontinu dapat dilihat pada Gambar 3.4.



Gambar 3.4 Diagram Alir Polimerisasi polimerisasi *core-shell* stirena-EA dengan variasi konsentrasi inisiator NaPS

III.3 Karakterisasi Hasil Polimerisasi^[5,12,24]

III.3.1 Pengukuran Kandungan Padatan/Persen Konversi

1. Ditimbang ± 2 g emulsi ke dalam botol timbang yang telah diketahui bobot kosongnya.
2. Kemudian dipanaskan dalam oven pada suhu 105°C selama 2 jam.
3. Selanjutnya didinginkan dalam desikator dan ditimbang.
4. Total padatan dihitung dengan persamaan sebagai berikut :

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

dimana W_1 : Berat wadah kosong

W_2 : Berat wadah kosong + berat sampel emulsi kering

W_3 : Berat sampel

III.3.2 Pengukuran Spektum FT-IR

Pengukuran sampel padatan menggunakan serbuk KBr (Part DRS) :

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

III.3.3 Pengukuran Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel

1. Sampel diambil dengan menggunakan ujung pengaduk dilarutkan dengan 300 ml air demineral dan diaduk sampai homogen.
2. Larutan sampel harus sedikit transparan, dimasukan ke dalam *disposeable plastic cuvet* dengan tinggi larutan maksimum 15 mm.
3. Sampel diukur menggunakan Zeta Nano Particle Analyzer dengan *setting run* 5 kali pengukuran per sampel pada *attenuator* lebar *slit* yang optimum yaitu

sekitar 6 – 8.

4. Untuk sampel yang terlalu keruh maka *attenuator* akan berada di bawah 6, maka sampel perlu diencerkan, untuk sampel yang terlalu transparan maka *attenuator* akan berada di atas 8 maka sampel perlu ditambah.

III.3.4 Pengukuran Temperatur Transisi Gelas dengan

1. Sampel ditimbang sebanyak 5 – 20 mg.
2. Untuk sampel serbuk, sampel langsung digerus halus, dan ditelakkan di dalam pan. Untuk sampel *rubbery*, sampel dicasting pada plat kaca dan dikeringkan, kemudian film yang dihasilkan dipotong seukuran pan (diameter film sekitar 3-4 mm).
3. Sampel dalam pan dicrimping dengan tutup *stainless steel* menggunakan alat *crimp*.
4. Alat DSC dihidupkan, dengan mengalirkan gas nitrogen dan setting kenaikan suhu 2°C per menit.
5. Untuk kalibrasi suhu dan panas DSC, pada alat diletakkan blanko berupa pan kosong dan sampel berisi zat pengkalibrasi yaitu Indium dan Seng.
6. Setelah kalibrasi selesai, sampel Indium dan/atau Seng diganti dengan sampel polimer yang akan diukur, dan pan blanko tetap pada posisi semula selama pengukuran.
7. Untuk sampel serbuk yang rapuh (T_g tinggi), alat disetting 500C di bawah T_g . Untuk sampel *rubbery* (T_g rendah) digunakan nitrogen cair untuk setting suhu sangat rendah.

III.3.6 Pengukuran Morfologi Polimer *Core-shell* dengan SEM

1. Sampel emulsi dikeringkan terlebih dahulu.
2. Sampel yang telah kering dijepit dengan penjepit dan diletakkan diatas *carbon tape* (*dicoating* terlebih dahulu agar permukaan sampel lebih konduktif).
3. Sampel siap diukur dengan mengatur pembesaran foto sesuai kebutuhan.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis polimer *core-shell* stirena-etil akrilat secara bertahap terhadap dua monomer dengan perbedaan indeks refraksi yang cukup tinggi antara monomer keras stirena dan monomer lunak etil akrilat (EA), tahapan pertama yaitu polimerisasi *core* stirena dengan teknik *batch* kemudian dilanjutkan dengan polimerisasi *core-shell* stirena-etil akrilat dengan teknik semikontinu yang menghasilkan polimer emulsi berwarna putih susu, seperti terlihat pada Gambar 4.1



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

IV.1 Polimerisasi *core* stirena

Pada penelitian ini, merupakan pengembangan dari penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Yogi Dwi Satria^[6]. Namun pada penelitian ini tidak dilakukan variasi jenis inisiator dan penambahan pengikat silang, melainkan dilakukan variasi konsentrasi inisiator NaPS. Komposisi *core* stirena yang digunakan oleh Yogi Dwi Satria dijadikan sebagai pendukung penelitian, digunakan komposisi

keadaan optimum yaitu *core* stirena dengan inisiator NaPS tanpa penambahan pengikat silang GMA sebagai *core* yang akan selanjutnya digunakan untuk polimerisasi *core-shell* stirena-etil akrilat. Dasar pemilihan *core* stirena dengan inisiator NaPS tanpa penambahan pengikat silang GMA karena pada *core* tersebut menghasilkan persen konversi dan diameter ukuran partikel yang besar, dan PDI yang relatif kecil sehingga kemungkinan menghasilkan *core-shell* stirena-etil akrilat dengan konversi tinggi dan *monodisperse* lebih besar.

Pada polimerisasi *core* stirena digunakan teknik *batch*, didukung dengan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Noverra Mardhatillah Nizardo^[2], menyatakan bahwa ukuran dan persen konversi yang dihasilkan dengan teknik *batch* lebih besar dibandingkan dengan teknik semikontinu dan *seeding*. Penggunaan teknik *batch*, menghasilkan *solid content* yang mendekati teoritis. Hasil ini dapat dijelaskan karena pada teknik *batch* semua bahan dicampur langsung pada satu wadah sehingga dapat diperkirakan bahwa polimerisasi berjalan cepat. Adanya banyak monomer yang terdapat dalam misel di larutan *initial charge* membuat polimerisasi lebih mudah untuk dilakukan saat ditambah inisiator. Hal ini karena hampir semua monomer akan bertumbukan dengan radikal bebas yang ditambahkan ke dalam *initial charge* sehingga polimerisasi akan berjalan dengan cepat dan polimer yang terbentuk banyak^[26].

Tahap pertama yang dilakukan pada polimerisasi *core* stirena ialah mencampurkan air, surfaktan, monomer, inisiator dan NaOH diawal reaksi. Kemudian diaduk dan dialirkan gas $N_2 \pm 10$ menit ke dalam reaktor yang bertujuan agar N_2 lebih dominan di dalam reaktor, jika O_2 tetap berada di dalam reaktor kemungkinan bereaksi dengan ikatan rangkap pada monomer stirena sebelum polimerisasi lebih besar dibandingkan dengan N_2 , sebab N_2 bersifat *inert* sedangkan O_2 merupakan oksidator dan dipanaskan pada suhu $75^{\circ}C$ yang merupakan suhu optimum NaPS terdekomposisi selama 5 jam. Tujuan pengadukan adalah agar monomer-monomer di larutan dapat masuk ke dalam misel. Waktu reaksi yang digunakan mengacu pada penelitian yang dilakukan Yogi Dwi Satria dan Yunita Indriani, bahwa pada suhu $75^{\circ}C$ menghasilkan jumlah radikal anion sulfat yang optimal. Hal ini sesuai dengan waktu paruh NaPS, semakin tinggi suhu yang digunakan maka waktu paruh inisiator semakin pendek sehingga laju

dekomposisinya meningkat. Dengan jumlah radikal anion sulfat yang optimal tersebut dapat mencegah terbentuknya inti sekunder selama reaksi polimerisasi berlangsung sehingga diharapkan partikel-partikel polimer yang dihasilkan berukuran seragam atau bersifat *monodispers*.

Dapat diamati dari Tabel 4.1 perbandingan waktu paruh inisiator APS dan NaPS, bahwa semakin cepat suatu inisiator terdekomposisi menjadi radikal bebas maka peluang terbentuknya inti-inti sekunder akan semakin besar. Hal ini akan mempengaruhi distribusi atau keberagaman dari ukuran partikel yang terbentuk. Distribusi ukuran partikel yang terbentuk dari hasil polimerisasi dapat dilihat dari nilai indeks polidispersitas (PDI), jumlah dan lebar *peak* yang dihasilkan pada karakterisasi menggunakan PSA, apabila polimer emulsi yang dihasilkan memiliki nilai PDI yang rendah maka bersifat monomodal (*monodisperse*) sedangkan jika nilai PDI yang dihasilkan tinggi maka bersifat polimodal (*polydisperse*)^[3].

Tabel 4.1 Tabel perbandingan waktu paruh inisiator APS dan NaPS^[6]

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

Pada penelitian sebelumnya^[6] dilakukan perbandingan antara inisiator APS dan NaPS menyatakan bahwa persen konversi dan ukuran partikel dengan inisiator NaPS lebih besar, serta pengaruh penambahan pengikat silang (GMA). Pada penelitian ini tidak ditambahkan pengikat silang (GMA) seperti penelitian sebelumnya. Didukung dari data di atas menyatakan bahwa persen konversi dan ukuran partikel yang dihasilkan tanpa penambahan GMA didapatkan hasil yang lebih besar. Karena hal ini dapat berkaitan dengan terbentuknya ikatan silang antar polimer *core* stirena dengan GMA yang mengakibatkan jarak antara polimer

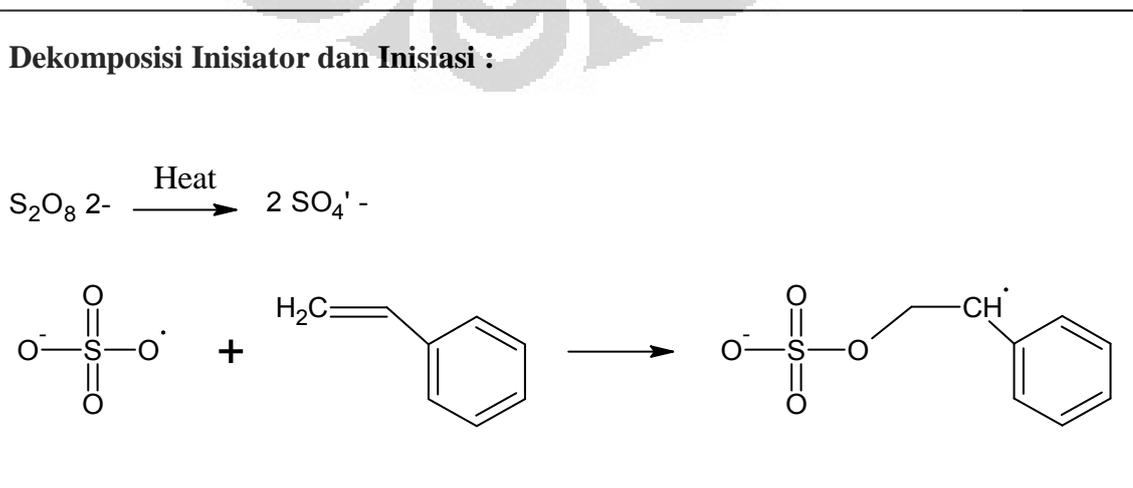
core stirena yang terbentuk akan semakin rapat maka ukuran partikel polimer *core* yang dihasilkan akan lebih kecil.

Dan juga didukung oleh penelitian terhadap inisiator termal dan redoks yang dilakukan Iman Abdullah^[27] menyatakan bahwa ukuran partikel yang dihasilkan dengan inisiator termal lebih besar dibandingkan dengan inisiator redoks. Sehingga pada penelitian ini digunakan NaPS sebagai inisiator karena NaPS ialah suatu garam yang lebih kuat dibandingkan dengan garam ammonium persulfat hal ini berkaitan dengan kemampuan ionisasinya dalam air, garam kuat akan lebih mudah terionisasi dibanding garam lemah. Inisiator natrium persulfat di dalam air akan terionisasi menjadi ion Na^+ dan $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$. Anion persulfat $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ ini apabila berada pada suhu yang tinggi akan terdekomposisi termal menjadi sebagian besar radikal anion sulfat^[28].



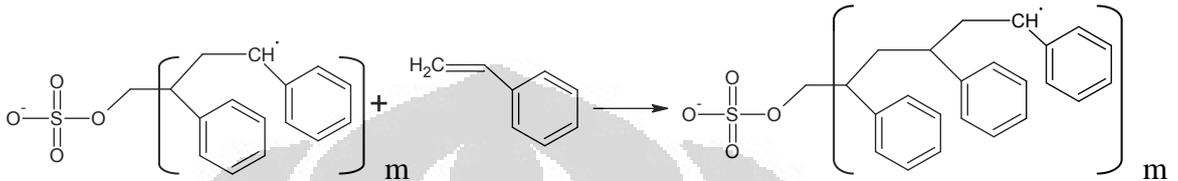
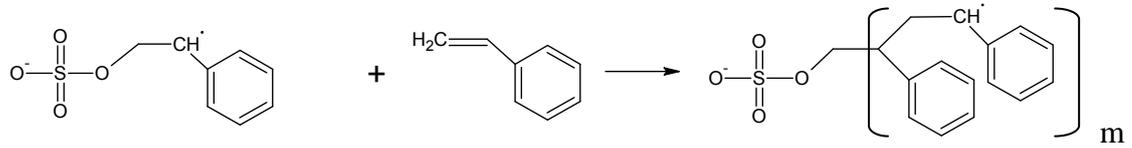
Semakin cepat radikal anion sulfat yang terbentuk maka akan semakin banyak radikal yang dihasilkan dan tumbukan antara radikal dengan monomer akan semakin cepat sehingga oligomer-oligomer yang terbentuk akan lebih cepat masuk ke dalam misel, dan ini akan mempercepat reaksi polimerisasi *core* stirena sehingga kandungan padatan polimer *core* dan persen konversi yang diperoleh akan semakin besar^[6].

Mekanisme yang terjadi pada polimerisasi *core* stirena sebagai berikut :

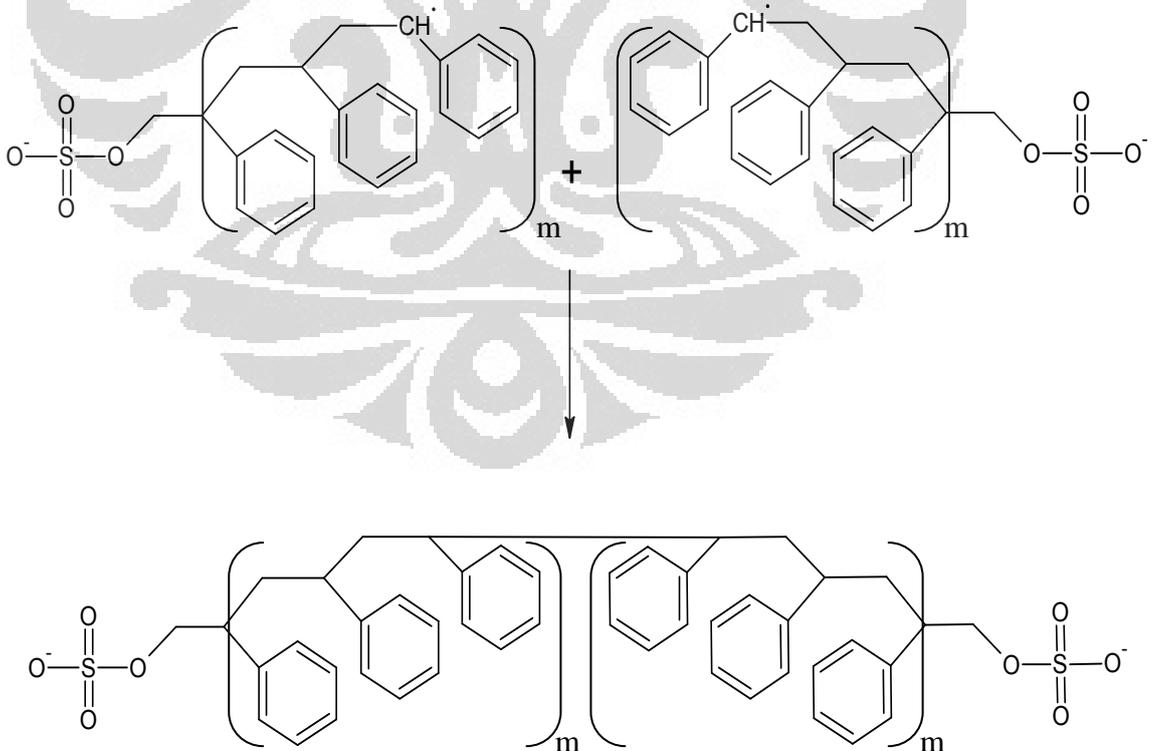


Propagasi :

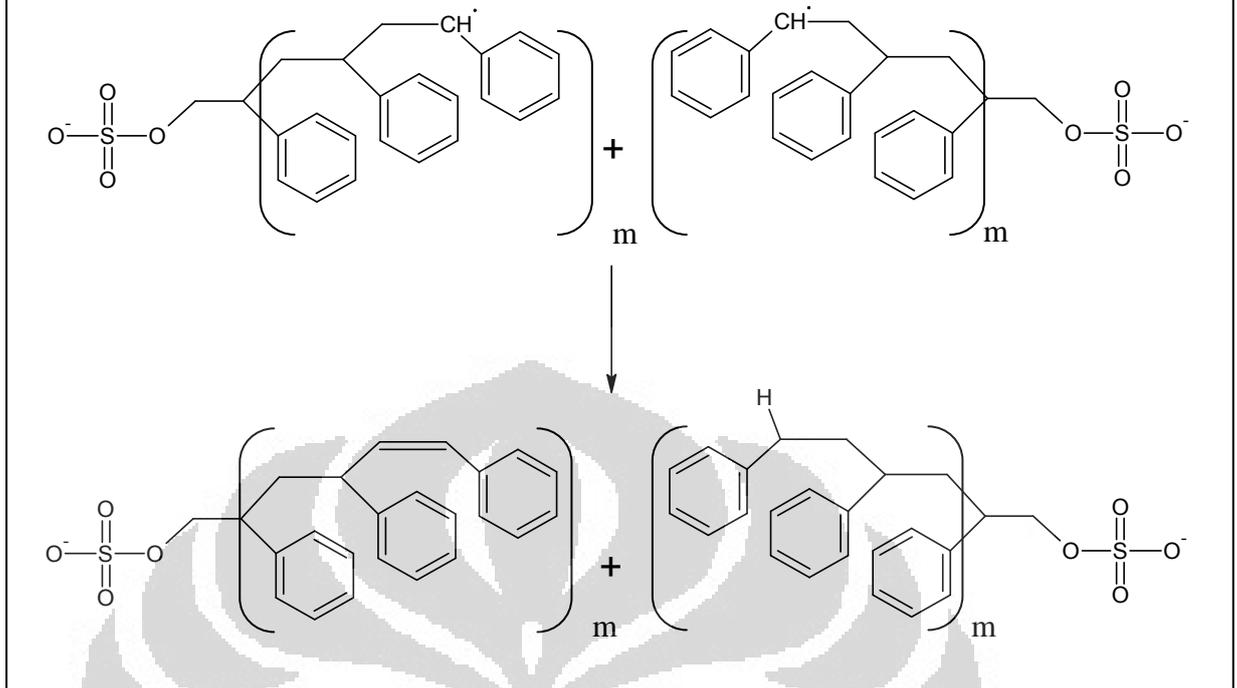
Penyerangan Monomer Stirena oleh Radikal Monomer

**Terminasi :**

A. Secara Kombinasi



B. Secara Disproporsionasi



Berikut hasil polimerisasi *core* stirena berdasarkan persen konversi, ukuran partikel dan indeks polidispersitas (Lampiran 4) yang terdapat pada Tabel 4.2

Tabel 4.2 Hasil polimerisasi *core* stirena

Formulasi	Hasil			
	Kandungan Padatan(%)	Persen Konversi(%)	Diameter Partikel(nm)	PDI
<i>Core</i>	15,88	86,65	68,78	0,029

Pada penelitian ini, jumlah kandungan padatan dinyatakan dalam bentuk persen konversi. Persen konversi menunjukkan kedekatan antara nilai kandungan padatan percobaan dengan nilai kandungan padatan teoritis. Dengan kata lain, persen konversi menunjukkan seberapa jauh polimerisasi telah berhasil dilakukan. Pada tabel diatas nilai persen konversi cukup tinggi yaitu sebesar 86,65%, sehingga dapat dikatakan bahwa telah terjadi polimerisasi pada pembuatan *core* stirena.

Didukung dengan karakterisasi yang dilakukan adalah analisis gugus fungsi dengan melihat spektrum FTIR yaitu dengan mengidentifikasi gugus-gugus fungsi yang terdapat pada polimer *core* stirena dibandingkan dengan monomer stirena standar. Spektrum FTIR untuk polimer *core* stirena hasil sintesis dan monomer stirena standar dapat dilihat pada Lampiran 1.

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

$$E = hc\nu$$

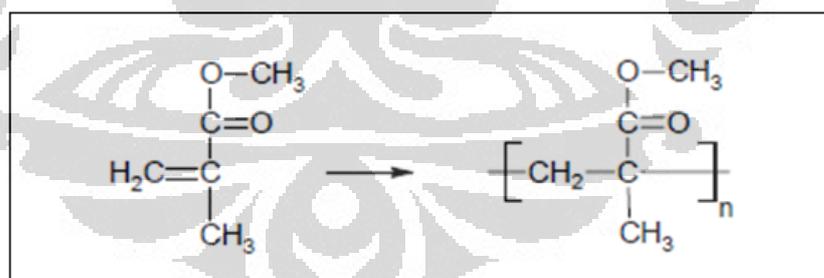
dimana, E = energi vibrasi

c = kecepatan rambat foton di udara

ν = bilangan gelombang

h = konstanta Planck

Proses hilangnya ikatan rangkap pada polimerisasi adisi dapat terlihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Proses hilangnya ikatan rangkap pada polimerisasi adisi ^[27]

Dengan demikian, peristiwa polimerisasi adisi pada polimer emulsi dapat diketahui dari hilangnya peak pada bilangan gelombang C=C monomer standar dan adanya pergeseran bilangan gelombang C=C dari spektra polimer emulsi hasil polimerisasi ke arah yang lebih besar dibandingkan bilangan gelombang C=C monomer standar (monomer yang digunakan)^[29]. Pada penelitian ini karakterisasi

FTIR menggunakan metode pelet KBr, sehingga hasil polimerisasi emulsi *core* stirena maupun *core-shell* stirena-etil akrilat dibuat padatan terlebih dahulu yang kemudian dilarutkan dalam KBr, Dari data spektra FTIR dapat dilihat pada Lampiran 1, diperoleh beberapa puncak (*peak*) yang khas. Untuk melihat telah terbentuknya polimer *core* stirena, dilakukan perbandingan antara spektra FTIR dari polimer *core* stirena hasil sintesis dengan monomer stirena standar. Puncak yang khas untuk monomer stirena ialah pada bilangan gelombang $1625,99\text{ cm}^{-1}$, yaitu gugus C=C vinil *stretching* dan gugus -CH₂- tekuk & ulur aromatik pada bilangan gelombang $1448,54\text{ cm}^{-1}$. Dari polimer *core* stirena yang disintesis terlihat adanya pergeseran bilangan gelombang gugus -CH₂- tekuk & ulur aromatik dari $1427,32$ dan $1479,40\text{ cm}^{-1}$ menjadi $1467,83$ dan $1589,34\text{ cm}^{-1}$ dan didukung dengan hilangnya puncak untuk gugus C=C vinil *stretching* pada polimer *core* stirena. Hal ini menunjukkan bahwa terjadi kenaikan energi yang dibutuhkan oleh cincin aromatik stirena untuk melakukan ulur dan tekuk karena ikatan rangkap pada gugus vinylnya telah terpolimerisasi.

Terlihat adanya peak yang kuat dan tajam pada panjang gelombang $3045,60$ dan $2914,44\text{ cm}^{-1}$. Panjang gelombang ini menunjukkan bilangan gelombang maksimum yang dimiliki uluran CH₃ yang dipengaruhi adanya uluran CH₂. Adanya gugus ini menunjukkan kalau gugus -CH₂=C-H aromatik mono-substituen, ikatan rangkap pada gugus CH₂=C-H telah putus menjadi gugus CH₂-CH-. Pada spektra juga terlihat adanya peak pada panjang gelombang $746,45\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan ikatan C-H aromatik dan Dengan kehadiran *peak* tersebut menunjukkan bahwa telah terjadi polimerisasi dari monomer stirena menjadi polimer polistirena.

Selain itu terdapat persamaan antara spektrum FTIR polimer stirena hasil percobaan dengan spektrum pada literatur. Pada spektrum FTIR polimer stirena, terdapat serapan yang hilang pada bilangan gelombang sekitar $995,27\text{ cm}^{-1}$ jika dibandingkan dengan spektrum FTIR monomer stirena. Hal ini disebabkan adanya ikatan rangkap dua antara dua atom C yang putus pada monomer stirena sehingga menyebabkan hilangnya serapan pada daerah tersebut.

Karakterisasi selanjutnya menggunakan *Differential Scanning Calorimeter* (DSC) untuk mengetahui suhu transisi gelas, Suhu transisi gelas (T_g) adalah salah

satu kriteria yang dapat dipertimbangkan dalam pemilihan monomer. Suhu transisi gelas merupakan suhu dimana suatu polimer melepaskan sifat-sifat gelasnya dan berubah menjadi lebih condong elastis seperti karet. Jika pemanasan dilanjutkan, polimer akan melepaskan sifat-sifat elastomernya dan melebur menjadi cairan yang dapat mengalir. Instrumen atau alat yang digunakan untuk mengukur temperatur transisi gelas (T_g) ialah dengan DSC.

Sifat-sifat polimer yang berpengaruh pada temperatur transisi gelas adalah ^[30] :

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

Selain itu T_g dari suatu polimer juga bergantung pada berat molekul, semakin tinggi berat molekul, ujung-ujung rantainya semakin sedikit, yang menyebabkan volume bebannya menjadi lebih kecil, sehingga meningkatkan nilai T_g polimer.^[8] Sehingga adanya perbedaan antara nilai T_g teoritis dengan T_g hasil penelitian mungkin disebabkan karena adanya pengaruh dari jumlah berat molekul, *stiffness*, tekanan dari partikel polimer sendiri atau saat preparasi sampelnya. Untuk perbandingan hasil T_g , diperlukan data T_g polimer secara teoritis. T_g teoritis untuk polimer *core* stirena yang merupakan homopolimer pada penelitian ini adalah 100°C sementara hasil T_g *core* stirena yang diperoleh $94,45^{\circ}\text{C}$ yang dapat dilihat pada Lampiran 7, hasil yang diperoleh mendekati nilai teoritis pada suhu $94,45^{\circ}\text{C}$ dan dapat disimpulkan bahwa telah terjadi polimerisasi dari monomer stirena menjadi polistirena.

IV.2 Polimerisasi *core-shell* stirena-etil akrilat

Penelitian sebelumnya^[6] butil akrilat digunakan sebagai *shell* tetapi pada penelitian ini etil akrilat yang digunakan sebagai *shell*. Pada tahap sebelumnya telah dilakukan sintesis *core* stirena dengan teknik *batch*, selanjutnya dilakukan pelapisan *shell* terhadap *core* stirena dengan teknik semikontinu yaitu larutan *initial charge* yang merupakan *core* stirena diteteskan pre-emulsi (air, surfaktan, monomer EA, inisiator dan NaOH) secara perlahan-lahan agar tidak terbentuk inti sekunder dan terbentuk *core-shell*. Didukung oleh teori *starving emulsion* menyatakan bahwa polimer radikal akan menangkap monomer *droplet* sehingga jika terlalu lama penambahan pre-emulsi akan memungkinkan terbentuknya homopolimer serta didukung oleh penelitian sebelumnya^[13] dengan teknik semikontinu dan waktu *feeding* 5 jam, yang diperoleh ukuran partikel 120,5nm, persen konversi 93,30% dan *monodispers* (PDI=0,053) agar dapat digunakan dalam aplikasi pelapis.

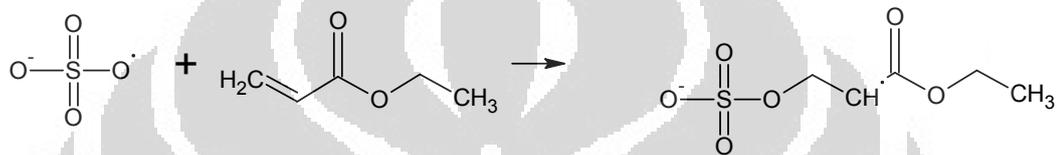
Komposisi untuk masing-masing pre-emulsi *shell* etil akrilat yang akan ditambahkan dengan variasi konsentrasi inisiator NaPS yang dapat dilihat pada Lampiran 2.

Pada polimerisasi *core-shell* ini dilakukan selama 5 jam dengan waktu *feeding* 4 jam dan 1 jam *aging*. Setelah *feeding* monomer selesai, dilakukan proses *aging* dengan suhu yang sama besarnya dengan suhu *feeding*. Proses *aging* ini berlangsung selama satu jam dan bertujuan untuk memberi kesempatan kepada monomer yang terakhir diteteskan untuk berpolimerisasi. Dengan kata lain, *aging* bertujuan untuk menyempurnakan reaksi polimerisasi. Penggunaan suhu *aging* yang sama dengan suhu *feeding* dimaksudkan agar tidak dihasilkan terlalu banyak *grid*, tetapi masih dapat mengkonversi monomer menjadi polimer secara maksimum dengan adanya radikal dari dekomposisi inisiator.

Dilakukan pengadukan dan pemanasan yang konstan serta dialiri gas N₂ sebagai atmosfer udara. Reaksi pertama yang terjadi ialah dekomposisi inisiator tahap kedua sehingga terjadi propagasi rantai polimer sebagai pelapisan *core* stirena oleh *shell* etil akrilat yang berakhir dengan terminasi secara kombinasi dan disproporsionasi.

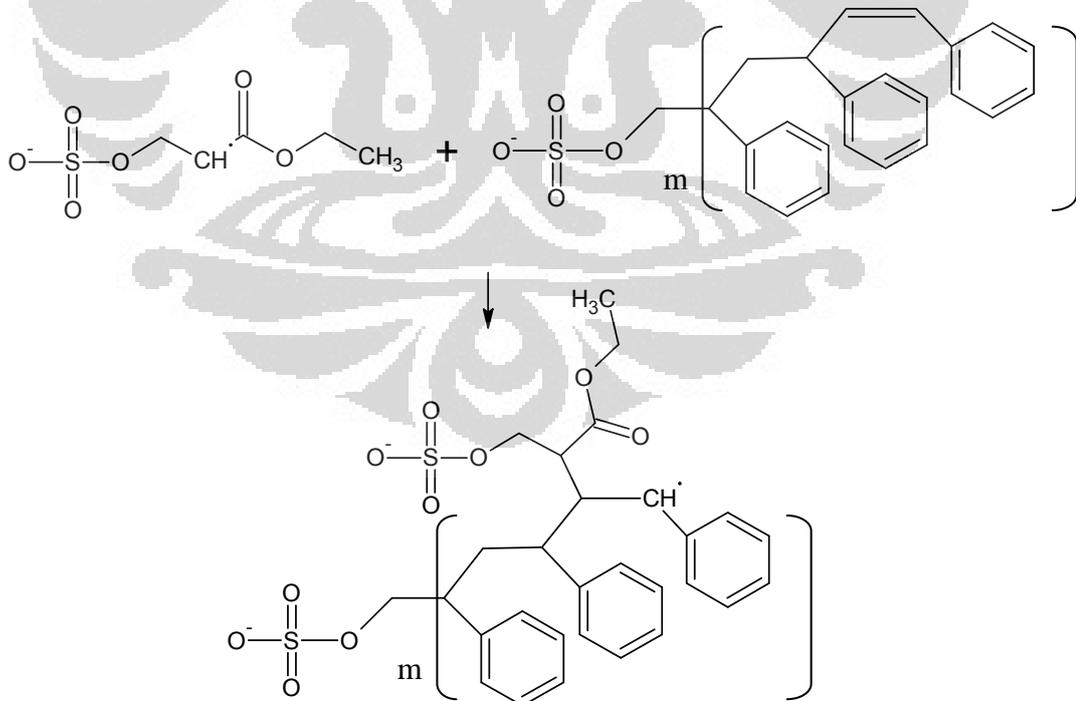
Untuk mengamati pengaruh dari variasi konsentrasi pada penelitian ini dilakukan tiga variasi konsentrasi inisiator, yaitu polimerisasi *core-shell* dengan konsentrasi inisiator NaPS 0,5%, 1,0% dan 1,5% dari berat monomer. Hubungan antara variasi konsentrasi inisiator NaPS tahap kedua dengan persen konversi, ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel akan dibahas pada subbab. Berikut mekanisme reaksi yang terjadi :

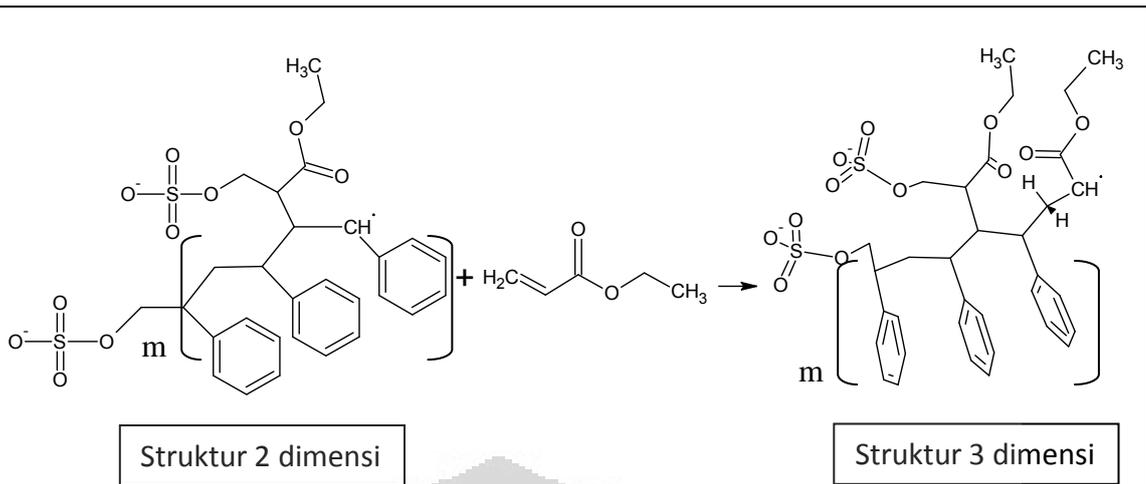
Dekomposisi Inisiator Tahap Kedua dan Inisiasi :



Propagasi :

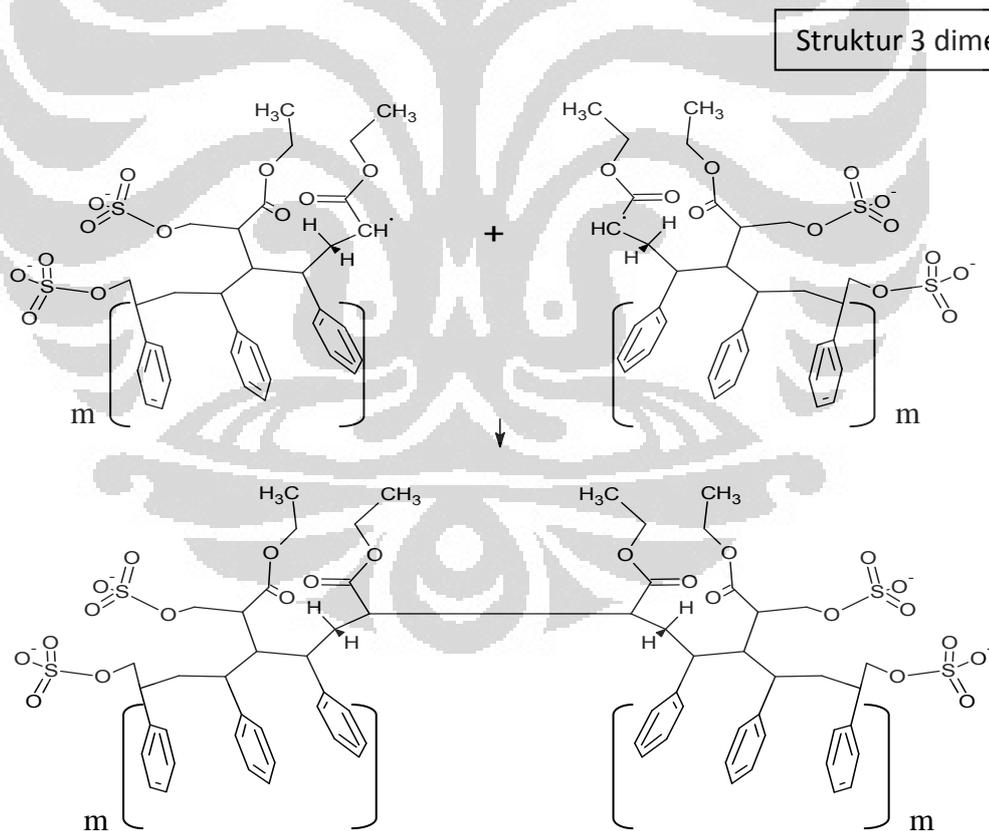
Penyerangan radikal monomer etil akrilat sebagai *shell* terhadap polimer *core* Stirena



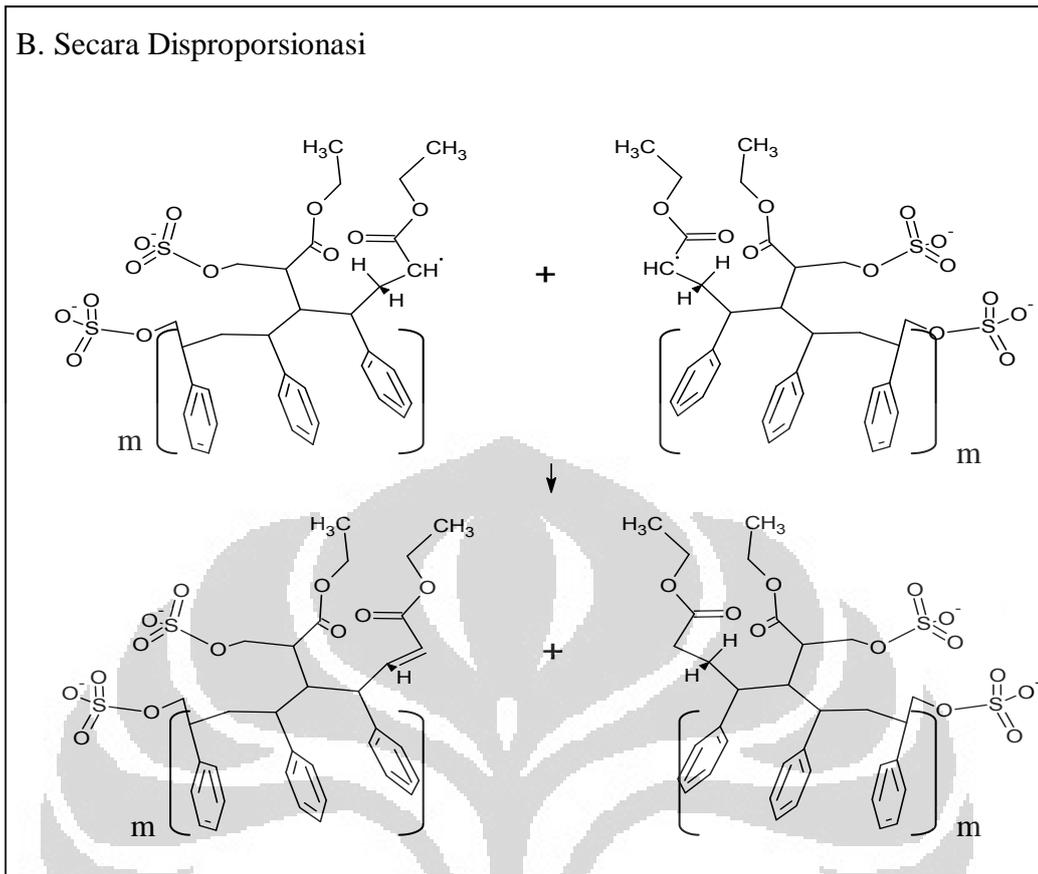


Terminasi :

A. Secara Kombinasi



B. Secara Disproporsionasi



Proses masuknya monomer *shell* etil akrilat ke dalam misel diawali dengan terjadinya dekomposisi pada inisiator sodium persulfat. Sodium persulfat merupakan suatu garam yang larut dalam air, sehingga dekomposisinya terjadi di dalam fasa air. Hasil dekomposisi termalnya sebagian besar berupa radikal anion sulfat.

Radikal anion sulfat yang terbentuk selanjutnya bereaksi dengan monomer *shell* etil akrilat yang dimasukkan ke dalam sistem polimerisasi. Dekomposisi inisiator dan adisi radikal ke monomer dikenal dengan tahap inisiasi. Pada tahap ini radikal yang bersifat anionik menyerang monomer yang berada dalam fasa air. Etil akrilat merupakan monomer yang sedikit larut dalam air karena memiliki gugus ester yang cukup polar dan rantai karbon yang tidak terlalu panjang sehingga memungkinkan terjadinya inisiasi dalam fasa air. Karena hasil inisiasi dalam fasa air ini masih bersifat cukup polar, maka belum terjadi perpindahan ke dalam misel. Penggabungan monomer-monomer berikutnya menghasilkan rantai yang lebih panjang sehingga dihasilkan suatu oligomer. Tahap perpanjangan ini biasa disebut propagasi. Oligomer yang jauh bersifat nonpolar dibanding

monomer menyebabkan oligomer ini masuk ke dalam misel. Untuk selanjutnya, tahap propagasi berlangsung di dalam misel. Dalam hal ini monomer yang ditetaskan sedikit demi sedikit akan masuk ke dalam misel dengan adanya pengadukan.

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

Kedua jenis terminasi tersebut mungkin terjadi pada polimerisasi *core-shell* stirena-etil akrilat ini. Tetapi yang lebih memungkinkan adalah secara disproporsionasi. Hal ini berkaitan dengan tolakan sterik yang timbul pada kombinasi, mengingat dua atom karbon radikal yang akan bergabung mengikat gugus-gugus yang relatif besar. Tolakan elektrostatis dari gugus ester yang polar juga menaikkan energi pengaktifan untuk kombinasi sehingga turut memperkecil kemungkinan terminasi dengan cara ini. Selain itu tersedianya hidrogen alfa untuk transfer hidrogen mendukung terjadinya terminasi secara disproporsionasi.

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

Setelah reaksi polimerisasi *core-shell* selesai diperoleh hasil yang dapat dilihat pada Tabel 4.3

Tabel 4.3 Hasil Variasi Konsentrasi Inisiator Tahap Kedua

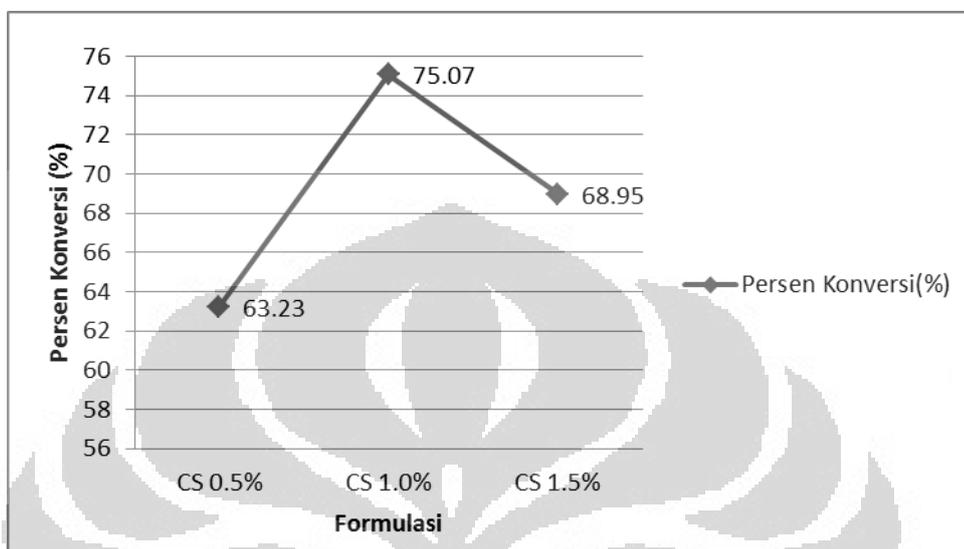
No	Formulasi	Hasil				
		Kandungan Padatan(%)	Persen Konversi(%)	Diameter Partikel(nm)	PDI	Grid(g)
1	CS 0.5%	15,50	63,23	84,41	0,205	4,527
2	CS 1.0%	18,40	75,07	166,80	0,070	1,512
3	CS 1.5%	16,90	68,95	96,45	0,185	9,243

IV.2.1 Pengaruh Variasi Konsentrasi Inisiator Tahap Kedua Polimerisasi *Core-Shell* Stirena-Etil Akrilat Terhadap Persen Konversi

Kandungan padatan(persen konversi) menggambarkan hasil polimer yang dihasilkan berdasarkan total formula polimerisasi kecuali air. Penentuan kandungan padatan pada aplikasi polimer emulsi umumnya adalah bagian awal karakterisasi yang harus dilakukan pada hasil polimerisasi emulsi. Biasanya, polimer emulsi dikeringkan dahulu pada massa yang konstan dan temperatur diantara 100-140⁰ C, dan kandungan padatannya adalah perbandingan antara berat polimer setelah dikeringkan dengan total berat sampel awal. Polimer kering yang ditimbang terdiri dari polimer, surfaktan dan garam anorganik (dibentuk dari hasil dekomposisi inisiator dan dari netralisasi). Bagian yang menguap saat dikeringkan adalah air dan monomer yang tidak berubah menjadi polimer saat polimerisasi. Perbandingan antara kandungan padatan teoritis (dengan asumsi bahwa semua monomer terpolimerisasi) dengan percobaan dapat digunakan untuk melihat apakah suatu proses polimerisasi berjalan sempurna. Nilai yang mendekati nilai teoritisnya dapat menjadi salah satu parameter sempurnanya reaksi karena hal ini menjelaskan bahwa monomer telah terpolimerisasi seluruhnya dengan sempurna.

Besarnya nilai persen konversi dipengaruhi salah satunya oleh besarnya konsentrasi inisiator terlihat pada grafik di bawah ini. Berdasarkan penelitian diperoleh bahwa dengan meningkatnya konsentrasi inisiator NaPS mampu

meningkatkan nilai persen konversi. Hasil persen konversi optimum adalah 75,07% pada konsentrasi inisiator NaPS 1%. Berikut grafik variasi konsentrasi inisiator terhadap persen konversi :



Gambar 4.3 Pengaruh variasi konsentrasi inisiator tahap kedua terhadap persen Konversi

Hasil data yang diperoleh meningkat dari konsentrasi inisiator NaPS 0,5% dan 1,0% sesuai dengan pernyataan yang dikemukakan oleh Capek^[31] yang menyatakan bahwa laju polimerisasi meningkat seiring dengan kenaikan konsentrasi inisiator. Dengan meningkatnya konsentrasi inisiator yang digunakan maka radikal bebas yang dihasilkan dari dekomposisi inisiator akan lebih banyak dan akan meningkatkan laju polimerisasi. Hal ini juga didukung oleh penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Nitri Arinda^[3], menyatakan bahwa konsentrasi inisiator meningkat, radikal yang terbentuk semakin banyak, maka frekuensi tumbukan radikal inisiator dengan monomer besar, sehingga oligomer-oligomer yang terjadi akan lebih cepat masuk ke dalam misel, dan terjadi polimerisasi dengan sempurna yang menyebabkan persen konversi meningkat. Selain itu Janti Oktavia^[7], menyatakan bahwa dengan meningkatnya jumlah inisiator maka jumlah radikal bebas yang terbentuk akan semakin banyak sehingga jumlah radikal bebas yang tersedia untuk tahap inisiasi akan lebih banyak akibatnya kecepatan inisiasi saat konsentrasi inisiator 1% akan jadi lebih cepat karena

kecepatan inisiasi yang lebih cepat maka laju polimerisasinya pun akan lebih cepat. Laju polimerisasi yang cepat berarti jumlah monomer yang terpolimerisasi atau terkonversi menjadi polimer meningkat dengan demikian akan meningkatkan persen konversi yang dihasilkan.

Peningkatan laju polimerisasi tersebut dapat meningkatkan kandungan padatan polimer yang dihasilkan sesuai persamaan^[32] :

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

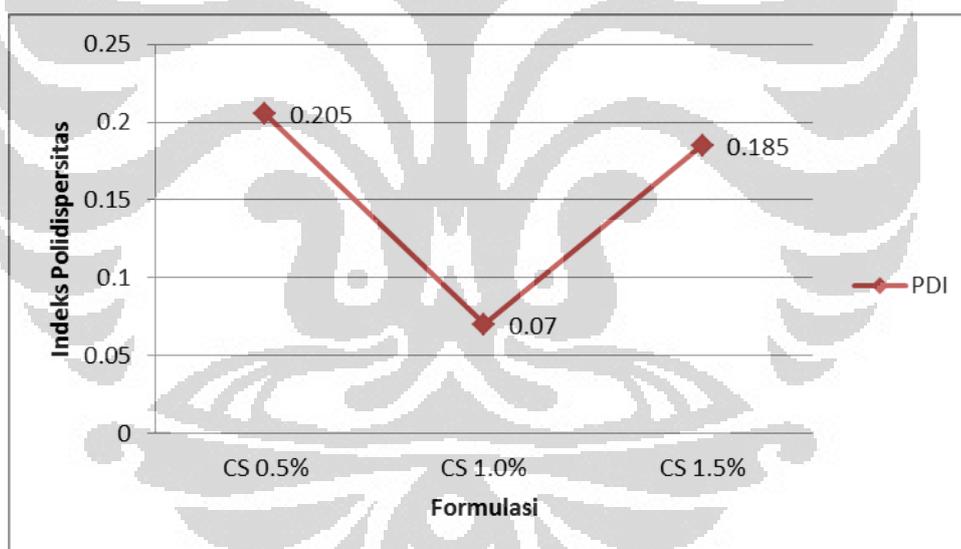
dengan v adalah laju reaksi ($M.s^{-1}$), k konstanta laju reaksi, serta x dan y masing-masing merupakan orde reaksi untuk monomer dan inisiator.

Tetapi pada saat konsentrasi inisiator NaPS 1,5% terjadi penurunan persen konversi, dikarenakan konsentrasi inisiator lebih besar sehingga laju polimerisasi lebih cepat dibandingkan dengan konsentrasi inisiator NaPS 1,0% dan 1,5%, maka inisiator akan lebih cepat terdekomposisi menghasilkan radikal bebas dan terbentuknya inti sekunder semakin besar karena banyaknya radikal dari inisiator yang berikatan dengan monomer. Selain itu, hal ini dapat dimungkinkan karena proses pengadukan yang tidak sempurna sehingga misel polimer *core-shell* yang terbentuk pecah akibat telah mencapai panjang kritis dan menyebabkan perpanjangan rantai polimer(propagasi) terjadi diluar misel^[6]. Hal ini terlihat dari timbulnya *grid* pada akhir reaksi (Lampiran 6). *Grid* merupakan hasil produk samping pada polimerisasi emulsi yang merupakan gabungan dari partikel-partikel polimer yang menghasilkan koloid yang tidak stabil dan akhirnya mengendap. *Grid* pada polimer *core-shell* stirena-etil akrilat dengan konsentrasi inisiator NaPS 1,5% lebih banyak dibandingkan dengan *grid* 1,0% dan 0,5%, sehingga dalam perhitungan *solid content* percobaan sudah ada sebagian besar reaktan tidak terhitung karena berada dalam bentuk *grid* dan didukung oleh tabel berat *grid* yang dihasilkan menyatakan bahwa *grid* yang dihasilkan pada 1,5% lebih besar dibandingkan dengan 0,5% dan 1,0%. maka semakin banyak *grid* yang dihasilkan maka persen konversi akan menurun. Didukung oleh penelitian Iman Abdullah^[27], menyatakan bahwa turunnya nilai persen konversi ini terjadi

karena banyaknya *grid* (endapan polimer) yang terbentuk sementara perhitungan persen konversi dilakukan terhadap emulsi yang stabil sehingga nilai persen konversi yang terukur lebih kecil.

IV.2.2 Pengaruh Variasi Konsentrasi Inisiator Tahap Kedua Polimerisasi *Core-Shell* Stirena-Etil Akrilat Terhadap Indeks Polidispersitas

Indeks polidispersitas merupakan gambaran keseragaman suatu partikel, indeks polidispersitas yang dihasilkan semakin menurun seiring peningkatan konsentrasi inisiator sesuai dengan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Janti Octaviani^[7]. Penurunan indeks polidispersitas pada polimerisasi *core-shell* stirena-etil akrilat dengan konsentrasi inisiator NaPS 0,5% dan 1,0% menunjukkan jika ukuran partikel yang terbentuk semakin seragam. Berikut grafik perbandingan variasi konsentrasi inisiator terhadap indeks polidispersitas :



Gambar 4.4 Pengaruh variasi konsentrasi inisiator tahap kedua terhadap indeks polidispersitas

Tetapi pada grafik konsentrasi inisiator NaPS 1,5% mengalami kenaikan, kenaikan tersebut kemungkinan disebabkan karena terbentuknya inti sekunder dan membentuk *grid* pada saat reaksi, begitu juga *core-shell* dengan konsentrasi

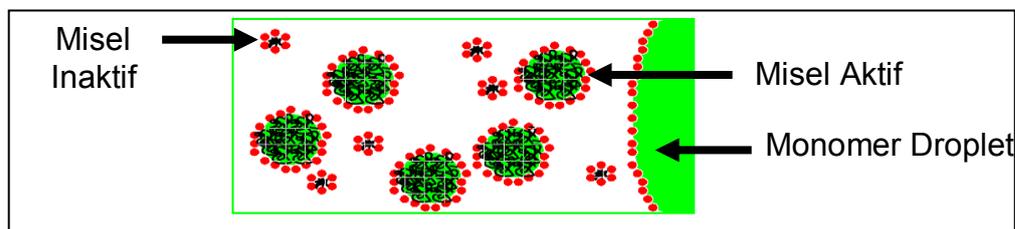
inisiator 0,5% yang hasil pengukuran menggunakan PSA dalam Lampiran terdapat 2 *peak*(Lampiran 4).

Oligomer radikal memiliki panjang rantai kritis, setelah melewati panjang rantai kritisnya, oligomer ini menjadi tidak stabil dan akan menstabilkan diri dengan cara berdifusi ke dalam misel. Pada saat konsentrasi inisiator NaPS 1,5% Semakin banyak radikal pada fasa air, maka kemungkinan akan semakin banyak inti sekunder yang terbentuk. Oligomer radikal akan semakin banyak, dan kesempatan setiap oligomer radikal untuk mencapai panjang rantai kritisnya semakin sedikit, sebab adanya kompetisi penangkapan monomer *droplet* dari tiap oligomer radikal. Namun, pada akhirnya seluruh monomer akan tetap berpolimerisasi, tidak hanya terjadi di dalam misel, tetapi juga di dalam inti sekunder. Inti sekunder yang terbentuk ini tidak stabil disebabkan sifatnya yang lebih cenderung semakin hidrofobik seiring dengan peningkatan jumlah monomer di dalamnya. Ketidakstabilan partikel ini tidak akan bertahan lama dalam sistem emulsi, melainkan akan tersuspensi, hal ini terbukti dengan terbentuknya *grid* dan banyak *gel* seperti karet pada dinding reaktor polimerisasi pada saat penggunaan konsentrasi inisiator yang tinggi^[10].

Semakin rendah nilai PDI maka distribusi ukuran suatu partikel semakin homogen/seragam^[3] sehingga pada daerah nilai PDI tersebut distribusi ukuran partikel yang terbentuk lebih homogen sehingga bersifat monomodal (*monodisperse*). Hal ini juga diperkuat dari lebar *peak* kurva pengukuran PSA yang dihasilkan sempit/tajam dan terlihat hanya 1 *peak* dari polimer *core-shell* dengan konsentrasi inisiator NaPS 1,0%. sedangkan semakin tinggi distribusi ukuran suatu partikel maka akan semakin heterogen, hal ini dapat dilihat hasil PSA(Lampiran 4) dari polimer *core-shell* dengan konsentrasi inisiator NaPS 0,5% dan 1,5% yang menghasilkan 2 *peak*. Dikarenakan terbentuknya inti sekunder pada saat polimerisasi, maka pada hasil menggunakan PSA menunjukkan 2 *peak*.

Selain itu hal yang menyebabkan besarnya nilai dari indeks polidispersitas^[7] polimer *core-shell* dengan konsentrasi inisiator NaPS 0,5% dan 1,5% yaitu timbulnya misel inaktif di dalam system emulsi. Menurut George Odian^[33] di dalam sistem emulsi terdapat 3 jenis partikel yaitu monomer droplet,

misel inaktif yang tidak terjadi polimerisasi di dalamnya dan misel aktif yang terjadi polimerisasi di dalamnya.



Gambar 4.5 Tiga jenis partikel dalam polimer emulsi^[32]

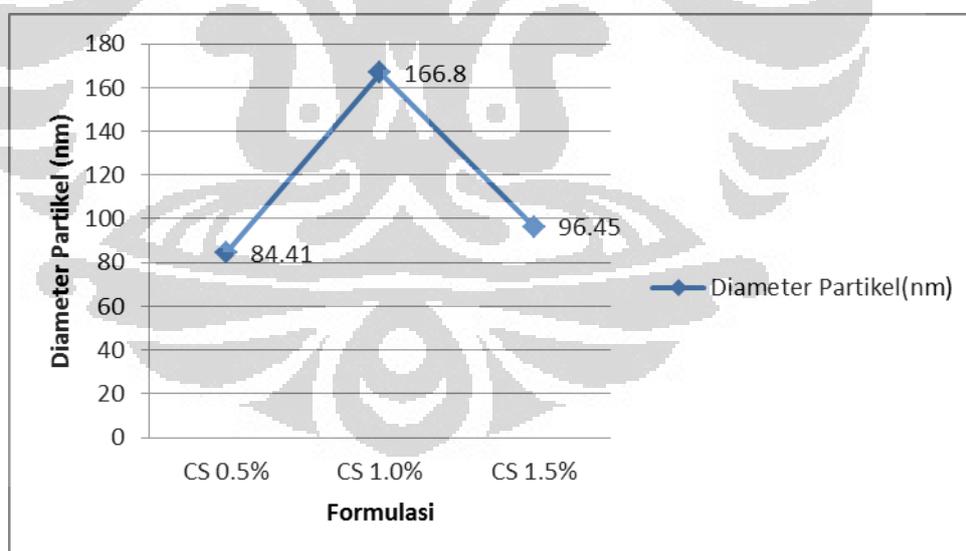
Misel aktif merupakan misel yang didalamnya mengandung radikal monomer atau radikal oligomer sehingga dapat terjadi proses polimerisasi di dalam misel tersebut sedangkan misel inaktif merupakan misel yang di dalamnya tidak mengandung radikal monomer atau radikal oligomer. Pada *peak* yang pertama diperoleh ukuran partikel sebesar 66,07nm untuk *core-shell* dengan konsentrasi inisiator NaPS 0,5% dan 79,01nm *core-shell* dengan konsentrasi inisiator NaPS 1,5%, ini merupakan *peak* dari inti primer. Hal yang menyebabkan ukuran partikel pada *peak* pertama dikarenakan keberadaan dari misel inaktif. Misel inaktif tidak mengandung monomer maupun radikal didalam intinya, oleh karena itu dengan sendirinya ukuran misel inaktif akan jauh lebih kecil dibandingkan misel aktif. Hal itu akan memberi ruang bagi misel aktif untuk dapat lebih mengembangkan dirinya hingga batas maksimum dari kapasitasnya sehingga jumlah monomer yang dapat masuk ke dalam misel akan jauh lebih banyak dengan demikian tahap propagasi di dalam misel akan lebih optimal.

Munculnya *peak* yang ke dua yang berukuran 4544nm untuk *core-shell* dengan konsentrasi inisiator NaPS 0,5% dan 5103nm *core-shell* dengan konsentrasi inisiator NaPS 1,5% dikarenakan jumlah oligomer yang masuk kedalam misel terlampaui banyak hingga melebihi kapasitas dari misel akibatnya misel tersebut pecah dan terjadi tahap propagasi di luar misel yang disertai terminasi di luar misel. Selain faktor kapasitas misel, dapat pula dikarenakan radikal yang ada menyerang monomer yang ada di fasa air kemudian membentuk oligomer yang bersifat cukup hidrofobik untuk masuk kedalam kedalam misel. Apabila oligomer yang telah mencapai panjang rantai maksimum untuk memasuki misel ini kemudian bereaksi kembali sehingga bertambah lagi satu unit

monomer pada rantai oligomer maka oligomer tersebut akan menjadi terlalu hidrofob untuk dapat masuk ke dalam misel sehingga propagasi terjadi di luar misel. Panjang rantai maksimum dimana oligomer dapat masuk ke dalam misel disebut rantai kritis. Oligomer yang terlalu hidrofobik untuk dapat masuk ke dalam misel ini kemudian akan mengalami propagasi diluar misel dan akhirnya terjadi terminasi diluar misel. Rantai oligomer inilah yang terukur dan menyebabkan partikel polimer yang dihasilkan berukuran besar namun *polidisperse*.

IV.2.3 Pengaruh Variasi Konsentrasi Inisiator Tahap Kedua Polimerisasi Core-Shell Stirena-Etil Akrilat Terhadap Ukuran Partikel

Ukuran partikel merupakan salah satu faktor yang menentukan sifat polimer emulsi. Untuk aplikasi pelapis, dibutuhkan polimer emulsi dengan ukuran partikel yang kecil agar diperoleh hasil pelapis yang halus, kekuatan adhesi dan ketahanan terhadap air yang baik, serta kestabilan yang cukup lama. Berikut grafik yang dihasilkan untuk membandingkan variasi konsentrasi inisiator NaPS terhadap ukuran partikel :



Gambar 4.6 Pengaruh variasi konsentrasi inisiator tahap kedua terhadap ukuran partikel

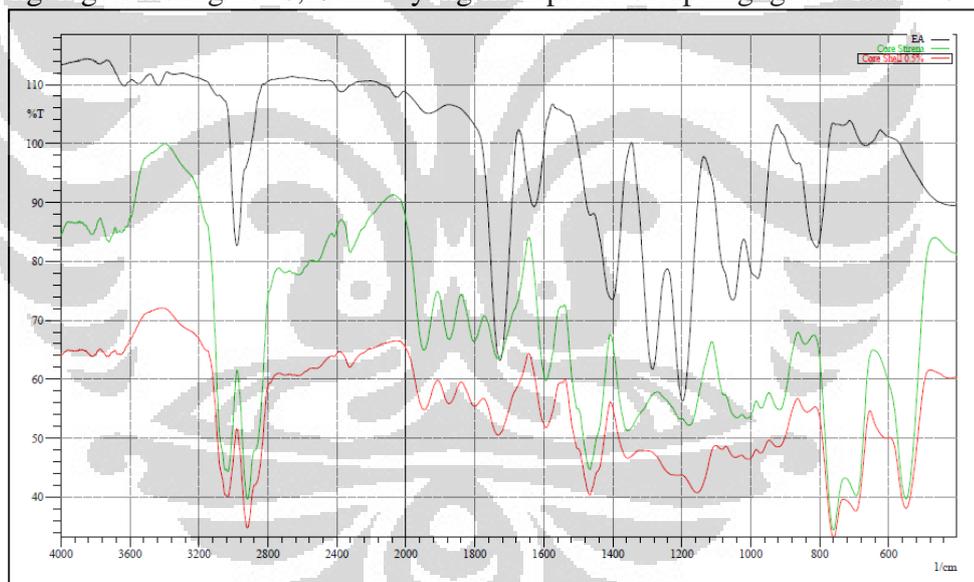
Pada grafik sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Krishan^[34], yang menerangkan bahwa konsentrasi inisiator mempengaruhi ukuran partikel. Jika dilihat pengaruh konsentrasi inisiator terhadap ukuran diameter partikel, konsentrasi inisiator meningkatkan ukuran partikel seperti yang dapat dilihat pada grafik *core-shell* stirena-etil akrilat 0,5%, 1,0% dan 1,5%. Hal ini disebabkan, teknik yang digunakan pada pembuatan polimer emulsi etil akrilat pada penelitian ini adalah semikontinu dengan *feeding* 5 jam, inisiator dan monomer selalu tersedia, maka radikal akan selalu bertumbukan dengan monomer dan akan memperpanjang tahap propagasi, sehingga ukuran diameter partikel yang diperoleh semakin besar^[31], tetapi pada *core-shell* 1,5% terjadinya penurunan hal ini disebabkan karena terbentuknya *grid* yang dihasilkan lebih banyak dari *core-shell* dengan konsentrasi inisiator NaPS 0,5% dan 1,0% dan jumlah radikal yang dihasilkan lebih banyak, maka inti-inti sekunder yang terbentuk pada tahap inisiasi akan lebih banyak. Dengan banyaknya inti sekunder yang terbentuk dan jumlah monomer yang sama maka tahap perpanjangan rantai atau laju propagasinya akan jauh lebih cepat sehingga lebih banyak monomer yang terpolimerisasi^[35]. Walaupun laju terminasi dari radikal NaPS cepat namun melihat dari data ukuran partikel yang dihasilkan maka dapat disimpulkan laju propagasi yang terjadi jauh lebih cepat dibandingkan dengan laju terminasi. Hal ini didukung pula oleh data persen konversi dimana didapatkan nilai persen konversi yang relatif kecil sehingga kemungkinan ada sebagian *core* stirena yang belum terpolimerisasi menjadi *core shell* stirena-etil akrilat.

Sedangkan kecilnya ukuran partikel pada *core-shell* dengan konsentrasi inisiator NaPS 0,5% dikarenakan jumlah inisiator yang dipergunakan sedikit dibandingkan dengan yang lainnya akibatnya jumlah radikal yang dihasilkan sedikit. Dengan jumlah radikal yang sedikit maka jumlah inti-inti yang terbentuk pada tahap inisiasi pun akan sedikit. Jumlah inti-inti yang terbentuk sedikit sedangkan jumlah monomer yang dipergunakan banyak akibatnya tahap perpanjangan rantai atau laju propagasinya akan jadi lebih lambat sedangkan waktu terminasi dari radikal NaPS cepat^[36]. Karena ketidak seimbangan antara laju propagasi dengan laju terminasi dimana laju terminasi jauh lebih cepat, maka

jumlah monomer yang terpolimerisasi akan jadi lebih sedikit akibatnya ukuran partikel yang dihasilkan kecil.

Polimer *core-shell* stirena-etil akrilat yang telah disintesis pada penelitian ini kemudian dikarakterisasi menggunakan FTIR. Dengan FTIR dapat diketahui gugus-gugus yang terbentuk pada polimer *core-shell* stirena-etil akrilat. Hasil spektra yang dihasilkan lalu dibandingkan dengan spektra monomer standar stirena dan etil akrilat. Data spektrum FTIR polimer *core-shell* stirena-etil akrilat dapat dilihat pada Lampiran 1.

Dari data spektra monomer standar stirena terlihat puncak serapan yang khas, yaitu berada pada daerah bilangan gelombang pada bilangan gelombang $1625,99\text{ cm}^{-1}$, yaitu gugus C=C vinyl *stretching* dan gugus -CH₂- tekuk & ulur aromatik pada bilangan gelombang $1427,32$ dan $1479,40\text{ cm}^{-1}$. Sedangkan puncak yang serapan yang khas untuk monomer standar etil akrilat ialah pada daerah bilangan gelombang $1726,29\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan serapan gugus karbonil C=O.

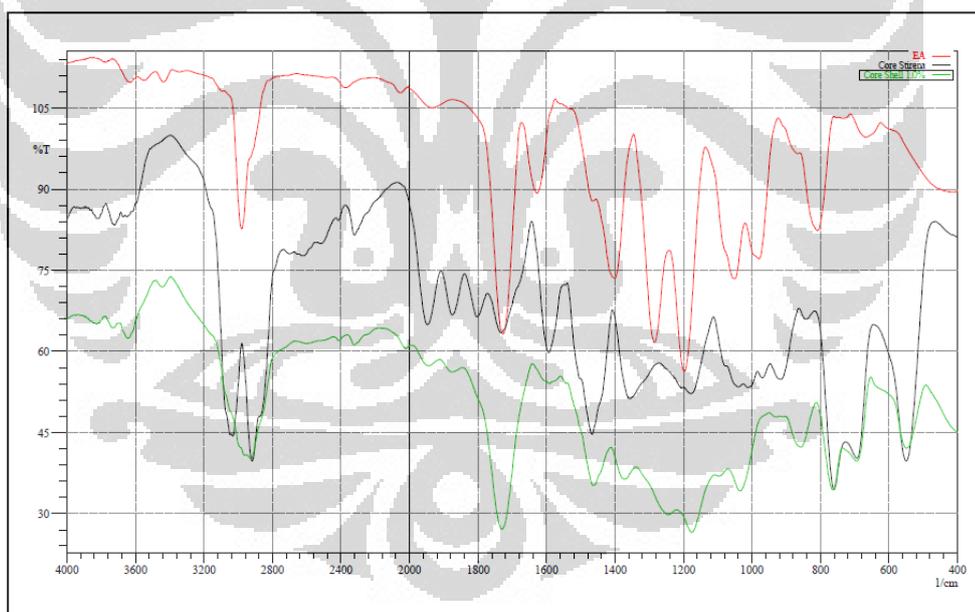


Gambar 4.7 Perbandingan spektra FTIR antara *core* stirena,etil akrilat dan *Core-shell* 0,5%

Pada polimer *core-shell* stirena-etil akrilat dengan konsentrasi NaPS 0,5% yang disintesis terlihat hilangnya puncak pada bilangan gelombang $1625,99\text{ cm}^{-1}$, yaitu gugus C=C vinyl *stretching*, adanya puncak serapan gugus karbonil C=O dari gugus ester pada bilangan gelombang $1732,08\text{ cm}^{-1}$ yang mengalami pergeseran bilangan gelombang ke arah yang lebih besar dibandingkan C=O

monomer etil akrilat. Ini menunjukkan telah terjadinya polimerisasi yang mengakibatkan hilangnya ikatan rangkap konjugasi tetapi puncak pada daerah gelombang tersebut memberikan intensitas serapan yang medium. Hal ini dapat didukung dari hasil persen konversi yang relatif kecil yang menandakan belum semua *shell* etil akrilat terpolimerisasi sempurna.

Puncak serapan lain yang muncul ialah puncak pada daerah panjang gelombang $1465,90\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan puncak serapan C=C aromatik, serapan ini lebih kuat dibandingkan pada spektra monomer stirena standar. Hal ini menandakan telah terjadi interaksi antara polimer *core* stirena dengan *shell* etil akrilat dan puncak serapan khas ester juga muncul pada bilangan gelombang $1215,15\text{ cm}^{-1}$ yang menandakan C-O ulur. Serta munculnya bilangan gelombang pada $2920,23\text{ cm}^{-1}$ yang berasal dari uluran C-H sp^2 . Uluran ini kemungkinan berasal dari asam akrilat yang tidak terpolimerisasi, tetapi hanya menempel dipermukaan partikel seperti surfaktan.

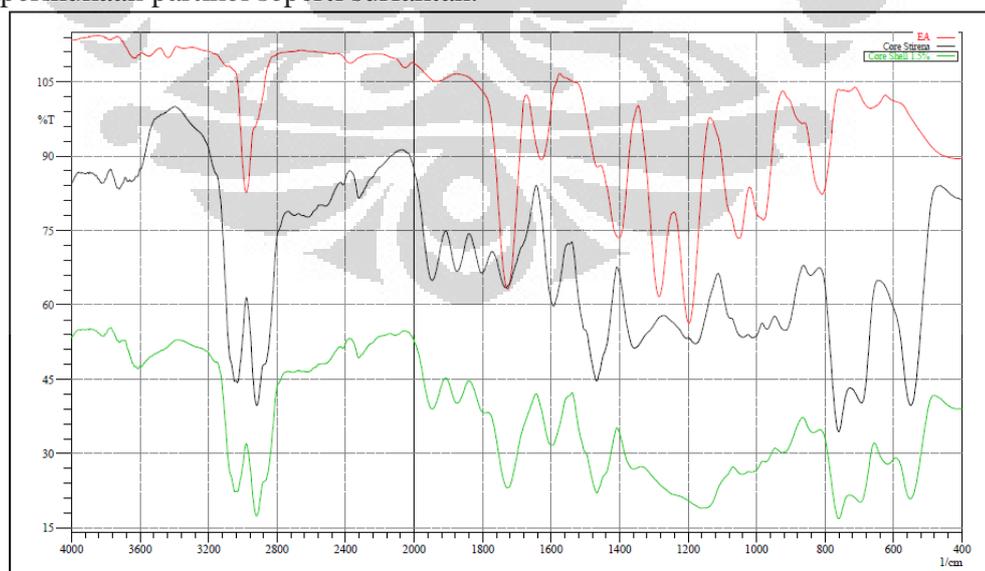


Gambar 4.8 Perbandingan spektra FTIR antara *core* stirena, *shell* etil akrilat dan *Core-shell* 1,0%

Pada polimer *core-shell* stirena-etil akrilat dengan konsentrasi NaPS 1,0% yang disintesis terlihat hilangnya puncak pada bilangan gelombang $1625,99\text{ cm}^{-1}$, yaitu gugus C=C vinyl *stretching*, adanya puncak serapan gugus karbonil C=O

pada bilangan gelombang $1730,15\text{ cm}^{-1}$ yang mengalami pergeseran bilangan gelombang ke arah yang lebih besar dibandingkan C=O monomer etil akrilat. Ini menunjukkan telah terjadinya polimerisasi yang mengakibatkan hilangnya ikatan rangkap konjugasi, puncak pada daerah gelombang tersebut memberikan intensitas serapan yang kuat dan tajam yang menandakan sebagian besar *shell* etil akrilat telah terpolimerisasi. Hal ini dapat didukung dari hasil persen konversi yang lebih besar dari konsentrasi inisiator NaPS 0,5% dan 1,5%. Selain itu puncak serapan lain yang muncul ialah puncak pada daerah panjang gelombang $1454,33\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan puncak serapan C=C aromatik, serapan ini lebih kuat dibandingkan pada spektra monomer stirena standar. Hal ini menandakan telah terjadi interaksi antara polimer *core* stirena dengan monomer etil akrilat.

Puncak serapan lain yang muncul ialah puncak pada daerah panjang gelombang $1492,90\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan puncak serapan C=C aromatik, serapan ini lebih kuat dibandingkan pada spektra monomer stirena standar. Hal ini menandakan telah terjadi interaksi antara polimer *core* stirena dengan *shell* etil akrilat dan puncak serapan khas ester juga muncul pada bilangan gelombang $1257,59\text{ cm}^{-1}$ yang menandakan C-O ulur. Serta munculnya bilangan gelombang pada $2927,94\text{ cm}^{-1}$ yang berasal dari uluran C-H sp^2 . Uluran ini kemungkinan berasal dari asam akrilat yang tidak terpolimerisasi, tetapi hanya menempel dipermukaan partikel seperti surfaktan.



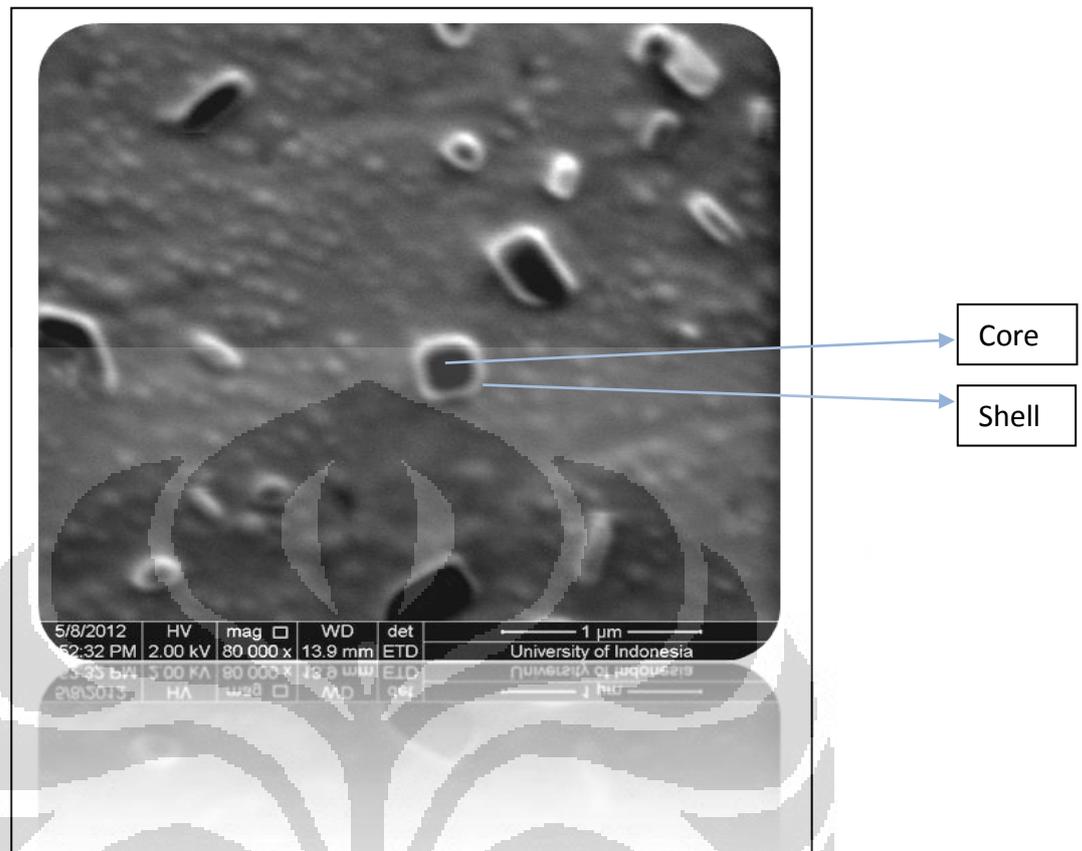
Gambar 4.9 Perbandingan spektra FTIR antara *core* stirena,etil akrilat dan *Core-shell* 1,5%

Sedangkan pada polimer *core-shell* stirena-etil akrilat dengan konsentrasi NaPS 1,5% yang disintesis terlihat hilangnya puncak pada bilangan gelombang 1625,99 cm^{-1} , yaitu gugus C=C vinyl *stretching*, adanya puncak serapan gugus karbonil C=O dari gugus ester pada bilangan gelombang 1728,22 cm^{-1} yang mengalami pergeseran bilangan gelombang ke arah yang lebih besar dibandingkan C=O monomer etil akrilat. Ini menunjukkan telah terjadinya polimerisasi yang mengakibatkan hilangnya ikatan rangkap konjugasi tetapi puncak pada daerah gelombang tersebut memberikan intensitas serapan yang medium dan sedikit melebar. Hal ini dapat didukung dari hasil persen konversi yang relatif kecil yang menandakan belum semua *shell* etil akrilat terpolimerisasi sempurna.

Puncak serapan lain yang muncul ialah puncak pada daerah panjang gelombang 1465,90 cm^{-1} yang merupakan puncak serapan C=C aromatik, serapan ini lebih kuat dibandingkan pada spektra monomer stirena standar. Hal ini menandakan telah terjadi interaksi antara polimer *core* stirena dengan *shell* etil akrilat serta munculnya bilangan gelombang pada 3047,53 cm^{-1} yang berasal dari uluran C-H sp^2 . Uluran ini kemungkinan berasal dari asam akrilat yang tidak terpolimerisasi, tetapi hanya menempel dipermukaan partikel seperti surfaktan.

Karakterisasi lainnya ialah mengukur suhu transisi gelas (T_g), adapun data T_g untuk *shell* EA tidak terlihat dalam kurva DSC karena *scanning* terhadap sampel sewaktu pengukuran tidak pada suhu -30°C tetapi hanya dari suhu 50°C sampai 150°C . Sementara T_g teoritis dari EA sekitar -22°C . Akibatnya T_g untuk EA tidak terdeteksi dan nilai T_g teoritis untuk kopolimer etil akrilat (Lampiran 8) untuk *core-shell* sebesar 9°C , sedangkan nilai T_g *core-shell* dengan konsentrasi inisiator NaPS 0,5%, 1,0% dan 1,5% berturut 104,70 $^\circ\text{C}$, 104,91 $^\circ\text{C}$ dan 108,9 $^\circ\text{C}$. Hal ini menandakan bahwa telah terbentuk polimerisasi *core-shell* stirena-etil akrilat bukan terbentuk kopolimer stirena-etil akrilat. Dapat dilihat perhitungan T_g teoritis untuk kopolimer stirena-etil akrilat pada Lampiran 7.

Karakterisasi berikutnya ialah morfologi partikel menggunakan SEM. Karakterisasi dengan SEM ini dilakukan pada kondisi optimum yaitu polimer *core-shell* stirena-EA dengan konsentrasi inisiator NaPS 1% dengan pembesaran 80.000 kali. Hasil pengukuran dengan SEM dapat dilihat pada Gambar 4.10



Gambar 4.10 Morfologi Partikel Polimer *Core-Shell* Stirena-EA

Dari Gambar 4.10, terlihat bentuk polimer *core-shell* stirena-EA hasil sintesis yang berbentuk bulat (*spherical*). Dan dari gambar juga menunjukkan distribusi partikel polimer *core-shell* yang homogen/ seragam sehingga bersifat monomodal (*monodisperse*). Hal ini mendukung dari nilai PDI dan lebar *peak* yang diperoleh dari pengukuran dengan PSA yang menunjukkan distribusi ukuran partikel yang terbentuk masih bersifat *monodisperse*. Terlihat adanya partikel *core-shell* yang tidak bulat dikarenakan bentuk dari misel yang tidak selalu bulat dan adanya aglomerasi partikel pada saat *feeding shell* etil akrilat.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

V.1 Kesimpulan

1. Pada penelitian ini telah disintesis polimer *core* stirena dengan persen konversi 86,65% dan ukuran partikel berkisar pada 68,78nm dengan nilai PDI sebesar 0,029 yang cenderung rendah sehingga bersifat *monodisperse*
2. Polimer *core-shell* stirena-etil akrilat diperoleh dengan persen konversi sebesar 63,23-75,07% dan ukuran partikel antara 84,41-166,8 nm dengan distribusi ukuran partikel yang bersifat monomodal untuk *core-shell* dengan konsentrasi inisiator NaPS 1,0% serta bersifat polimodal untuk *core-shell* dengan konsentrasi inisiator NaPS 0,5% dan 1,5%
3. Polimerisasi *core-shell* stirena-etil akrilat dengan konsentrasi inisiator NaPS 1,0% menghasilkan ukuran dan persen konversi yang paling besar dibandingkan dengan *core-shell* stirena-etil akrilat dengan konsentrasi inisiator NaPS 0,5% dan 1,5%
4. Polimerisasi *core-shell* stirena-etil akrilat dengan konsentrasi inisiator NaPS 1,0% menghasilkan distribusi ukuran partikel dengan indeks polidispersitas yang paling kecil (monomodal) dibandingkan dengan *core-shell* stirena-etil akrilat dengan konsentrasi inisiator NaPS 0,5% dan 1,5%
5. Pada polimerisasi *core-shell* stirena-etil akrilat *grid* yang dihasilkan pada polimer *core-shell* stirena-etil akrilat dengan konsentrasi inisiator NaPS 1,5% lebih banyak dibandingkan dengan *core-shell* stirena-etil akrilat dengan konsentrasi inisiator NaPS 0,5% dan 1,0%

V.2 Saran

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

1. Waktu *feeding shell* etil akrilat pada polimerisasi *core-shell* stirena-etil akrilat perlu diperpanjang agar semua monomer etil akrilat bereaksi sempurna dengan *core* stirena membentuk polimer *core-shell* stirena-etil akrilat
2. Memperkecil atau memvariasikan konsentrasi surfaktan pada pre-emulsi shell etil akrilat yang digunakan agar diperoleh persen hasil konversi yang tinggi dengan ukuran partikel yang lebih besar
3. Melakukan pengukuran morfologi partikel dengan TEM (*Transmitted Electron Microscopy*) agar diperoleh morfologi dengan resolusi yang tinggi.

Daftar Pustaka

1. Braun, D., H, Cherdrone., M.Rehahn., H, Ritter., B, Voit. 2005. *Polymer Synthesis: Theory ad Practice, Fundamentals, Methods, Experiment*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg; xii + 385 hlm
2. Budianto, Emil. Mardhatillah Nizardo, Noverra, Utari, Tresye. 2008. “Pengaruh Teknik Polimerisasi Emulsi Terhadap Ukuran Partikel Kopolimer (Stirena/Butil Akrilat/Metil Metakrilat)”. *Makara Sains*, Vol 12, 15-22, No. 1.
3. Budianto, Emil. Helmiyati. Arinda, Nitri. 2009 . “Polimerisasi Emulsi Etil Akrilat: Pengaruh Konsentrasi Surfaktan, Inisiator dan Teknik Polimerisasi Terhadap Distribusi Ukuran Partikel”. *Makara Sains*. Vol 13, 59-64. No. 1
4. Baumstark, F. Tiarks, “*Studies For a New Generation of Acrylic Binders for Exterior Wood Coatings. Macromolecul. Symp*”. p. 187
5. Hendri. 2007. “Pengaruh Jenis Inisiator, Konsentrasi Monomer dan Agen Pengikat Silang Glisidil Metakrilat Terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel Pada Polimerisasi Core-Shell Stirena-Butil Akrilat”. FMIPA UI.
6. Dwi Satria, Yogi. 2012. “*Sintesis Polimer Core-Shell Stirena-Butil Akrilat: Pengaruh Jenis Inisiator dan Pengikat Silang Glisidil Metakrilat Terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel*”. FMIPA UI.
7. Octavia, Janti. 2008. “Pengaruh Konsentrasi Surfaktan, Inisiator, Konsentrasi Monomer Terhadap Ukuran Pada Polimerisasi Stirena”. FMIPA UI.
8. Malcolm, P. S. 2007. “*Polymer Chemistry : An Introduction, diindonesiakan oleh Lis Sopyan*”. PT Pradnya Paramita: Jakarta
9. <http://www.physchem.ox.ac.uk/MSDS/ME/sodiumlaurylsulphate.html>. (18 April, pukul 08:00)
10. Suswanti, Indah. 2008. “*Polimerisasi Core-Shell Metil Metakrilat-Butil Akrilat: Pengaruh Pengikat Silang Glisidil Metakrilat dan Teknik*

Polimerisasi Terhadap Ukuran Partikel dan Indeks Polidispersitas”.

Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI

11. Urban, D.; Takamura, K. 2002. “*Polymer Dispersions and Their Industrial Applications*”. Germany: Wiley-VCH
12. Indrianti, Yuanita. 2008. “*Polimerisasi core-shell Metil Metakrilat-Etil Akrilat: Pengaruh Variasi Pengikat Silang Glisidil Metakrilat dan Teknik Polimerisasi Terhadap Ukuran Partikel dan Indeks Polidispersitas*”. FMIPA UI.
13. Etil Akrilat <http://www.basf.com/acrylicmonomers/pdfs/butacry>. (17 April, pukul 19:00)
14. Anselmann, R.; Winkler, H.; Helmann, G.P.; Ruhl, T.; Vulpus, G.; Dorr, H. 2004. “*Moulded Bodies Consisting of Core-Shell Particles*”.
15. Goodwin, J.W.; Hearn, J.; Ottewill, R.H., 1974.. *Colloid Polym. Sci.*, 252, 464.
16. Hidayah, A. 2008. “*Pengaruh Variasi Teknik Polimerisasi dan Variasi Konsentrasi Surfaktan Sodium Lauryl Sulfate terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel pada Homopolimer Etil Akrilat*”. Karya Utama Sarjana Kimia FMIPA UI
17. Ding, T; Daniels, E. S.; El-Aasser; Klein, A. 2004. “*Synthesis and Characterization of Functionalized Polymer Latex Particles Through a Designed Semicontinuous Emulsion Polymerization Process*”. Wiley Interscience.
18. www.mansfield.ohio-state.edu/.../bio11015.htm. (17 April, pukul 20:00)
19. Snuparek, Jr, J., Kleckova, Z. 1984. “*Some Factors Effecting The Particle Growth in Semicontinuous Emulsion Polymerization of Acrylic Monomers*”. *J. Appl. Polymer Sci.* 29. 1-11
20. De La Rosa *et al.* 1999. “*Emulsion Polymerization of Styrene Using Reaction Calorimeter. III. Effect of Initial Monomer/Water Ratio.*”. *Polym Sci. Chem, Polymer* 37: 4073-4089
21. <http://www.chem.cmu.edu/groups/maty/images/research/Research%2520Areas/09-Nano/09-05.gif&imgrefurl>. (17 April, pukul 21:00)
22. <http://www.chm.bris.ac.uk/pt/colloid1.gif> (17 April, pukul 22:00)

23. Supri, Siregar, A.H. 2004. "*Sintesis dan Karakterisasi Homopolimer Emulsi Poli (MetilMetakrilat) dengan Variasi Konsentrasi Surfaktan dan Zat Pengalih Rantai*". e-USU Repository: Universitas Sumatera Utara
24. Malvern Instrument Ltd. 2003. "*Zetasizer Nano Series User Manual*". United Kingdom.
25. Thummes, Schmidt, J. E. Schwarzenbach, D.I.Lee in. 2002. "*Polymer Dispersion and Their Industrial Applications*", Urban, D, Takamura K, (Eds). Wiley-VCH Verlag GmbH, Weinhe
26. Irawadi, H. 2007. "*Pengaruh Inisiator Redoks H₂O₂-Asam Askorbat dan Pengikat Silang Glisidil Metakrilat terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel pada Polimerisasi emulsi Core-Shell Butil Akrilat-Stirena*". Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI
27. Abdullah, Iman. 2007. "*Studi Polimerisasi Core-Shell Metil Metakrilat-Butil Akrilat: Pengaruh Konsentrasi Monomer, Jenis dan Komposisi Inisiator terhadap Ukuran Partikel dan Indeks Polidispersitas*". FMIPA UI.
28. Margisari, Anjar. 2007. "*Studi Polimerisasi core-shell Stirena-Butil Akrilat: Perbandingan antara inisiator redoks dan ammonium persulfat terhadap distribusi ukuran partikel*". Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI
29. Enggrit Kusumo, Destya. 2009. "*Polimerisasi core-shell metil metakrilat: Pengaruh Pengikat Silang, Suhu Polimerisasi dan Konsentrasi Monomer Terhadap Distribusi Ukuran Partikel*". FMIPA UI.
30. Andika, C. 2008. "*Studi Polimerisasi Core Stirena dengan teknik seeding : Pengaruh Konsentrasi Surfaktan SLS dan Konsentrasi Monomer Stirena pada Seeding Terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran partikel*". Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI.
31. Capek, Seeded. 1991. *emulsion polymerization of butyl acrylate*, Acta Polymerica 42(6) 273-277.
32. Oktavia, E. 2006. "*Studi Pendahuluan Polimerisasi Emulsi Opal (Colorant Emulsion) Polistirena-Ko-Polibutil Akrilat*". Depok : Program Magister Departemen Kimia FMIPA UI.

33. Odian, G. 1991. *Principles of Polymerization*. A Wiley- Interscience publication, John-Wiley & Sons, New York: iv + 812 hlm.
34. Krishan, T., M. Margaritova. 1961. *J. Polymer Sci.* 52 139-145.
35. Tri U, Rahayu. 2008. *Pengaruh Konsentrasi Surfaktan SLS, Inisiator APS, Teknik Polimerisasi Terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran partikel pada homopolimer butil akrilat*. Depok. Karya Utama Sarjana Kimia FMIPA UI.
36. Kurniatri Addiena, Arifayu. 2008. *Homopolimerisasi Butil Akrilat: Pengaruh Konsentrasi Inisiator APS, Monomer BA dan Surfaktan SLS Terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel*. Depok. Karya Utama Sarjana Kimia FMIPA UI.

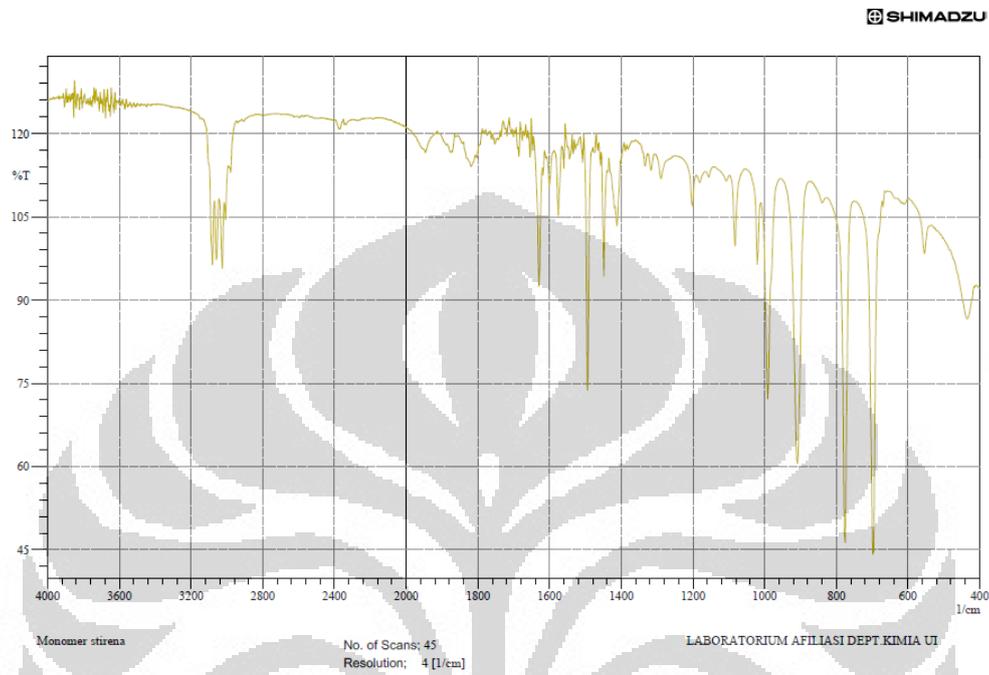


LAMPIRAN

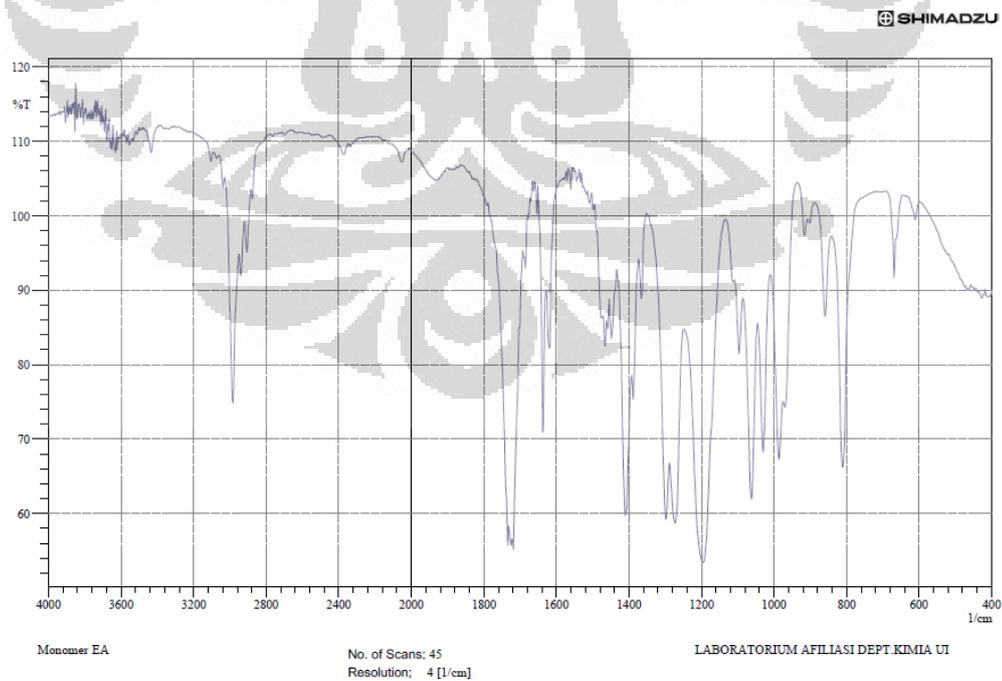
LAMPIRAN 1: Spektra FT-IR

A. Standar Monomer

Stirena



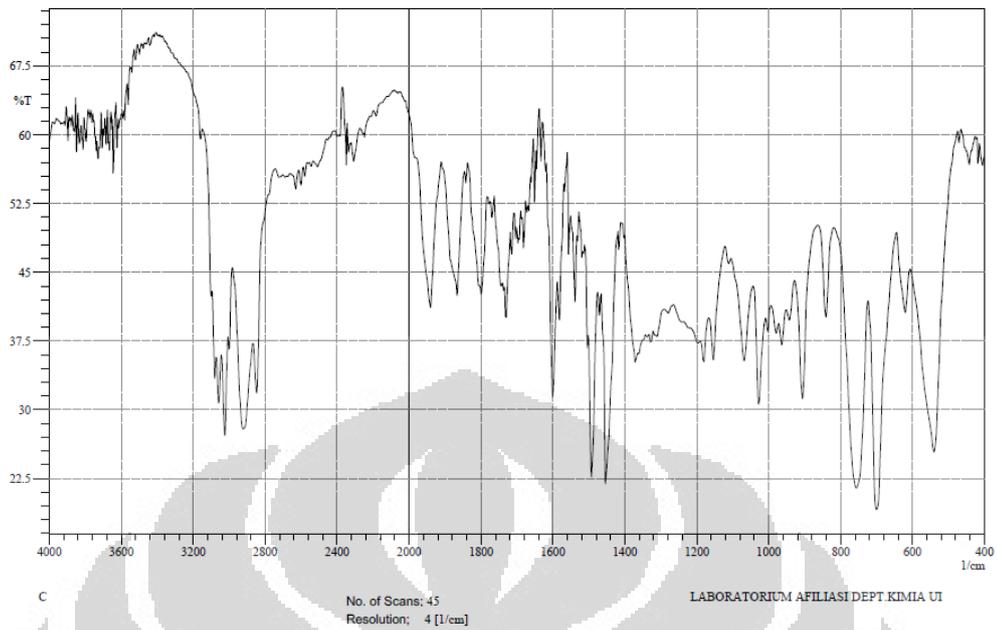
Etil Akrilat



(Lanjutan)

B. Polimer Core Stirena

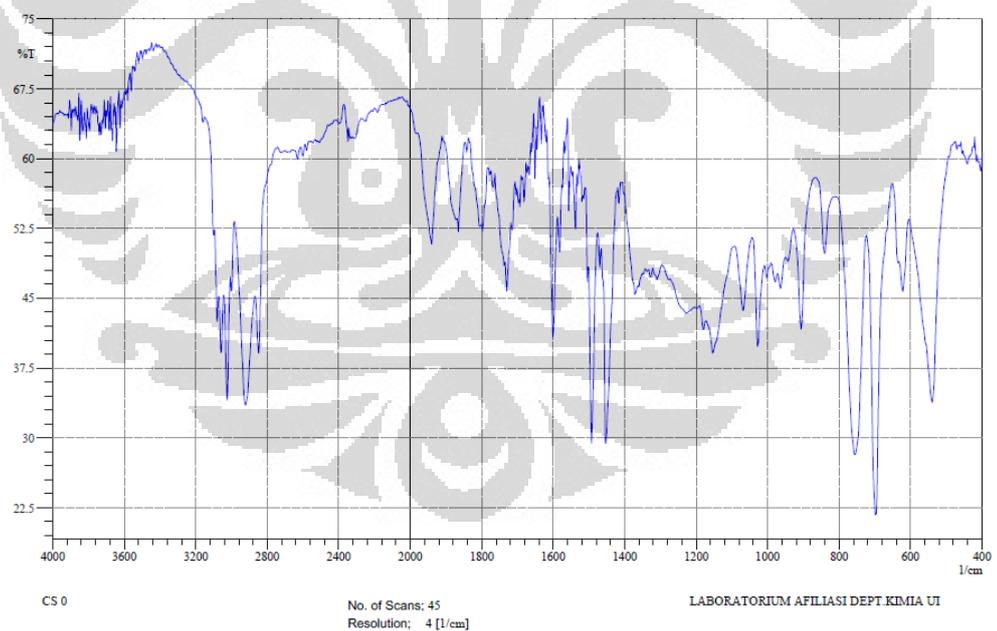
SHIMADZU



C. Polimer *Core-Shell* Stirena-Etil Akrilat

Konsentrasi NaPS 0.5%

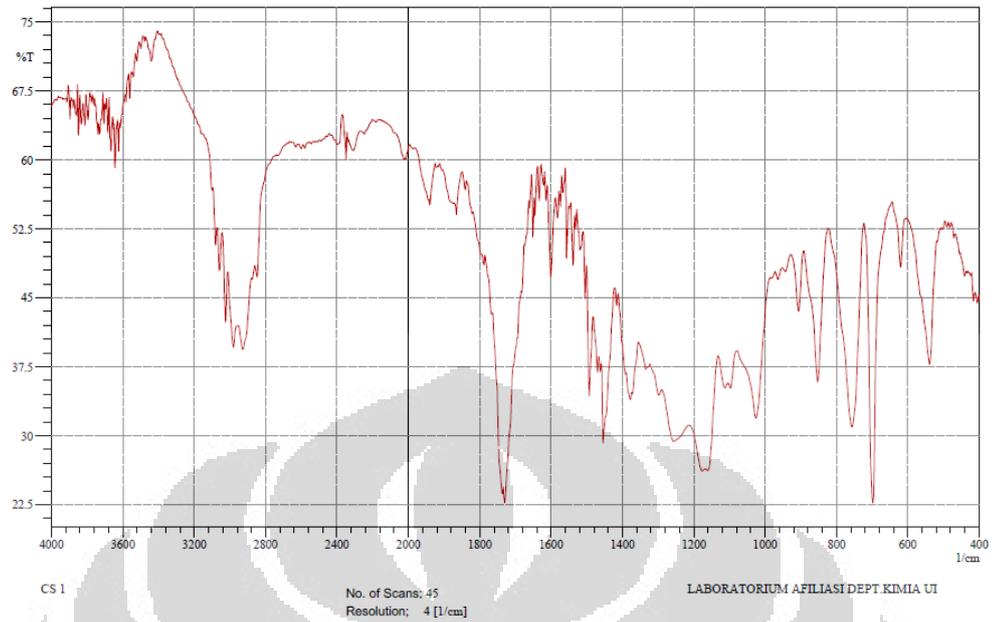
SHIMADZU



(Lanjutan)

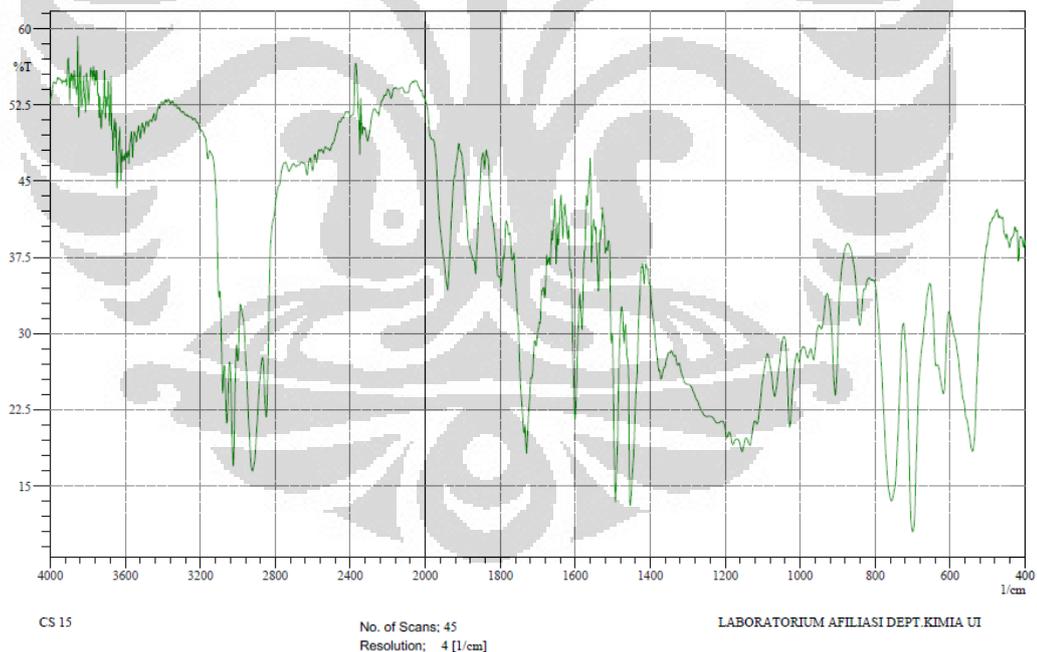
Konsentrasi NaPS 1.0%

SHIMADZU



Konsentrasi NaPS 1.5%

SHIMADZU



LAMPIRAN 2: Tabel Formulasi Polimerisasi *Core* Stirena dan *Core-Shell* Stirena-Etil Akrilat

<i>Core</i>	<i>Core Shell</i>
-------------	-------------------

Universitas Indonesia

		<i>Seed</i> (<i>Core</i> Stirena)	<i>Pre-emulsi</i>			
				[NaPS] 0.5%	[NaPS] 1.0%	[NaPS] 1.5%
Air	402.4g	200g	Air	134,257g	133,719g	133,18g
SLS	1.17g		SLS	0.645g	0.645g	0.645g
Stirena	86.4g		EA	64,56g	64,56g	64,56g
NaPS	0.5175g		NaPS	0.387g	0.774g	1.162g
NaOH	0.135g		NaOH	0.151g	0.302g	0.453g

LAMPIRAN 3: Perhitungan Kandungan Padatan Teoritis

Kandungan padatan teoritis

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

% Kandungan padatan teoritis

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

Perhitungan untuk formula *core* :

Berat monomer stirena	=	86,4 g	
Berat surfaktan (SLS)	=	1,17 g	
Berat inisiator (NaPS)	=	0,5175 g	
Berat NaOH	=	0,135 g	+
		88.2225 g	
Berat air demineral	=	402,4 g	+
Total formula polimerisasi	=	490.6225 g	
➤ % Kandungan padatan teoritis	=	(88.2225 g / 490.6225 g) x 100%	
		= 17.98 %	
➤ Persen konversi	=	% kandungan padatan percobaan	
x 100 %		$\frac{\text{17.98 \%}}{\text{15.88 \%}} \times 100\%$	
		= 86.65 %	

Perhitungan untuk formula *core-shell*

1. Dengan konsentrasi NaPS 0,5% :

Berat monomer stirena x <i>solid content</i>	=	200 g x 15,88%	= 31,76 g
Kandungan padatan teoritis	=	Berat[(Stirena	x <i>solid</i>
<i>content</i>)+EA+SLS +NaPS+NaOH]	=	98,041 g	
Berat monomer stirena	=	200 g	
Berat monomer EA	=	64,56 g	
Berat surfaktan (SLS)	=	0,645 g	

Berat inisiator (NaPS)	=	0,387 g	
Berat NaOH	=	0,151 g	+
		<u>265,743 g</u>	
Berat air demineral	=	134,257 g	+
Total formula polimerisasi	=	400 g	

➤ % Kandungan padatan teoritis = $(98,041 \text{ g} / 400 \text{ g}) \times 100\%$

$$= 24,51 \%$$

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

$$= \frac{15,50 \%}{24,51 \%} \times 100 \%$$

$$= 63,23 \%$$

2. Dengan konsentrasi NaPS 1,0% :

Berat monomer stirena x <i>solid content</i>	=	200 g x 15,88%	= 31,76 g
Kandungan padatan teoritis	=	Berat[(Stirena	x <i>solid</i>
<i>content</i>)+EA+SLS +NaPS+NaOH]	=	98,041 g	
Berat monomer stirena	=	200 g	
Berat monomer EA	=	64,56 g	
Berat surfaktan (SLS)	=	0,645 g	
Berat inisiator (NaPS)	=	0,774 g	
Berat NaOH	=	0,302 g	+
		<u>266,281 g</u>	
Berat air demineral	=	133,719 g	+
Total formula polimerisasi	=	400 g	

➤ % Kandungan padatan teoritis = $(98,041 \text{ g} / 400 \text{ g}) \times 100\%$

$$= 24,51 \%$$

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

$$= \frac{18,40 \%}{24,51 \%} \times 100 \%$$

$$= 75,07 \%$$

3. Dengan konsentrasi NaPS 1,5% :

Berat monomer stirena x <i>solid content</i>	=	200 g x 15,88%	= 31,76 g
Kandungan padatan teoritis	=	Berat[(Stirena	x <i>solid</i>
<i>content</i>)+EA+SLS +NaPS+NaOH]	=	98,041 g	
Berat monomer stirena	=	200 g	
Berat monomer EA	=	64,56 g	
Berat surfaktan (SLS)	=	0,645 g	
Berat inisiator (NaPS)	=	1,162 g	
Berat NaOH	=	0,453 g	+
		<u>266,82 g</u>	
Berat air demineral	=	133,18 g	+

$$\text{Total formula polimerisasi} = \frac{\quad}{400 \text{ g}}$$

$$\text{➤ \% Kandungan padatan teoritis} = (98,041 \text{ g} / 400 \text{ g}) \times 100\%$$

$$= 24,51 \%$$

$$\begin{aligned} \text{➤ Persen konversi} &= \frac{\% \text{ kandungan padatan percobaan}}{\% \text{ kandungan padatan teoritis}} \times 100 \% \\ &= \frac{16,90 \%}{24,51 \%} \times 100 \% \\ &= 68,95 \% \end{aligned}$$

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

Polimer *Core* Stirena

Size Distribution Report by Volume

v2.1



Sample Details

Sample Name: Core 0.5% 1

SOP Name: mansettings.nano

General Notes:

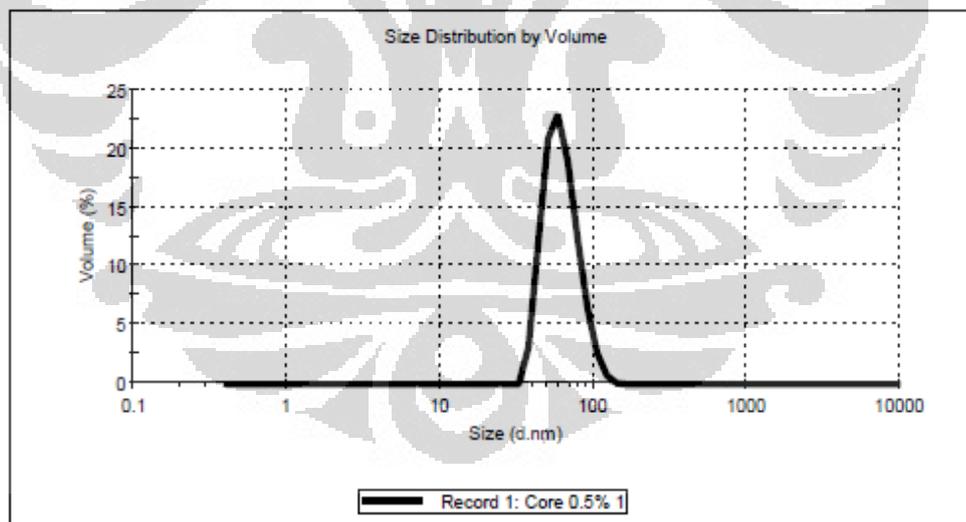
File Name: kimia.dts	Dispersant Name: Water
Record Number: 1	Dispersant RI: 1.330
Material RI: 1.59	Viscosity (cP): 0.8872
Material Absorbtion: 0.01	Measurement Date and Time: Tuesday, April 24, 2012 1...

System

Temperature (°C): 25.1	Duration Used (s): 60
Count Rate (kcps): 372.8	Measurement Position (mm): 4.65
Cell Description: Disposable sizing cuvette	Attenuator: 7

Results

	Size (d.n...	% Volume	Width (d.n...
Z-Average (d.nm): 68.78	Peak 1: 62.81	100.0	16.36
Pdl: 0.029	Peak 2: 0.000	0.0	0.000
Intercept: 0.956	Peak 3: 0.000	0.0	0.000
Result quality: Good			



(Lanjutan)

Polimer *Core-Shell* Stirena-Etil Akrilat

Konsentrasi NaPS 0,5%

Size Distribution Report by Volume

v2.1



Sample Details

Sample Name: Core shell 0.5% 1

SOP Name: mansettings.nano

General Notes:

File Name: kimia.dts	Dispersant Name: Water
Record Number: 2	Dispersant RI: 1.330
Material RI: 1.59	Viscosity (cP): 0.8872
Material Absorbtion: 0.01	Measurement Date and Time: Tuesday, April 24, 2012 1...

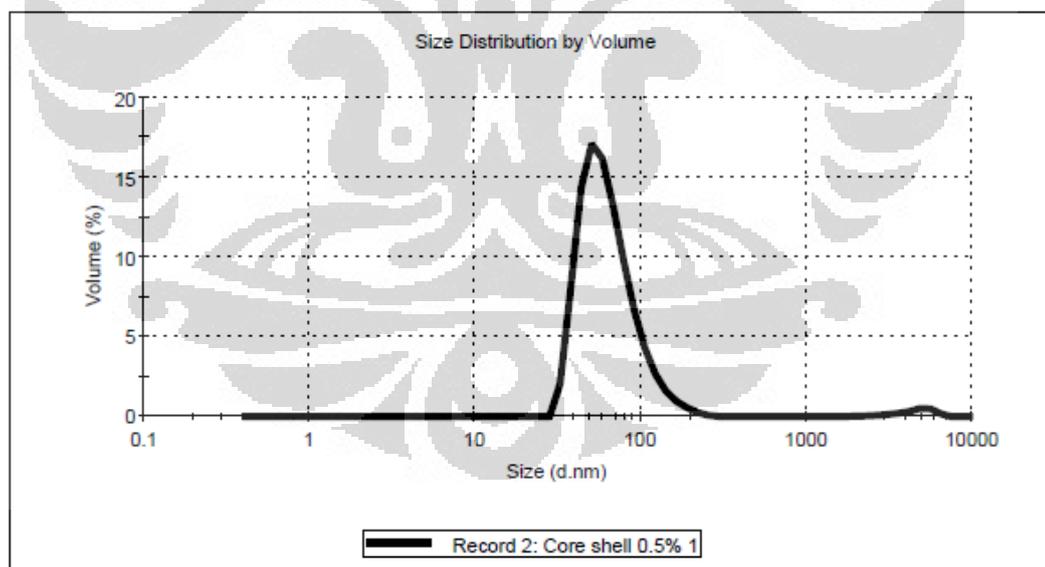
System

Temperature (°C): 25.1	Duration Used (s): 60
Count Rate (kcps): 257.5	Measurement Position (mm): 1.05
Cell Description: Disposable sizing cuvette	Attenuator: 6

Results

	Size (d.n...	% Volume	Width (d.n...
Z-Average (d.nm): 84.41	Peak 1: 66.07	97.9	28.58
PdI: 0.205	Peak 2: 4544	2.1	1150
Intercept: 0.960	Peak 3: 0.000	0.0	0.000

Result quality **Good**



(Lanjutan)

Konsentrasi NaPS 1,0%

Size Distribution Report by Volume

v2.1



Sample Details

Sample Name: Core shell 1.0% 1

SOP Name: mansettings.nano

General Notes:

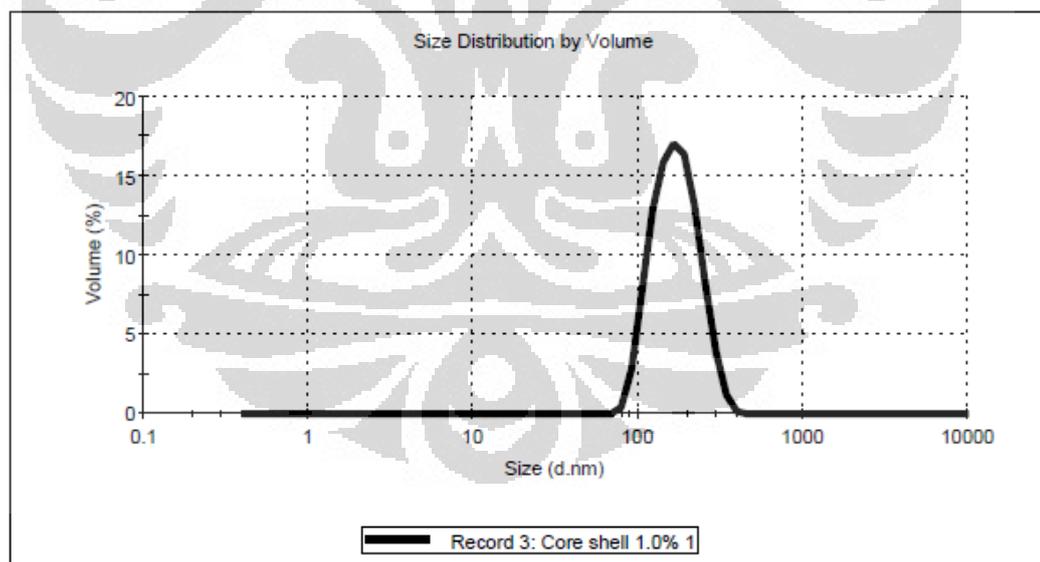
File Name: kimia.dts	Dispersant Name: Water
Record Number: 3	Dispersant RI: 1.330
Material RI: 1.59	Viscosity (cP): 0.8872
Material Absorbion: 0.01	Measurement Date and Time: Tuesday, April 24, 2012 1...

System

Temperature (°C): 25.1	Duration Used (s): 60
Count Rate (kcps): 395.6	Measurement Position (mm): 1.05
Cell Description: Disposable sizing cuvette	Attenuator: 6

Results

	Size (d.n...	% Volume	Width (d.n...
Z-Average (d.nm): 166.8	Peak 1: 175.1	100.0	54.71
PdI: 0.070	Peak 2: 0.000	0.0	0.000
Intercept: 0.951	Peak 3: 0.000	0.0	0.000



Lanjutan)

Konsentrasi NaPS 1,5%

Size Distribution Report by Volume

v2.1



Sample Details

Sample Name: Core shell 1.5% 1

SOP Name: mansettings.nano

General Notes:

File Name: kimia.dts	Dispersant Name: Water
Record Number: 4	Dispersant RI: 1.330
Material RI: 1.59	Viscosity (cP): 0.8872
Material Absorbtion: 0.01	Measurement Date and Time: Tuesday, April 24, 2012 1...

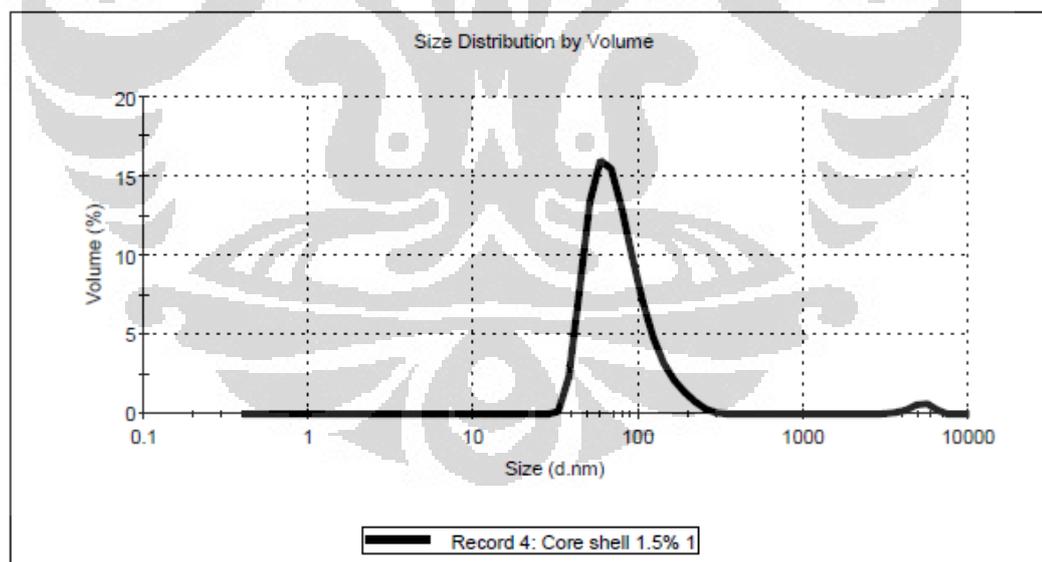
System

Temperature (°C): 25.0	Duration Used (s): 60
Count Rate (kcps): 322.6	Measurement Position (mm): 4.65
Cell Description: Disposable sizing cuvette	Attenuator: 7

Results

	Size (d.n...	% Volume	Width (d.n...
Z-Average (d.nm): 96.45	Peak 1: 79.01	98.1	35.74
Pdl: 0.185	Peak 2: 5103	1.9	820.0
Intercept: 0.962	Peak 3: 0.000	0.0	0.000

Result quality **Good**



LAMPIRAN 5: Gambar *Grid* Hasil Polimerisasi



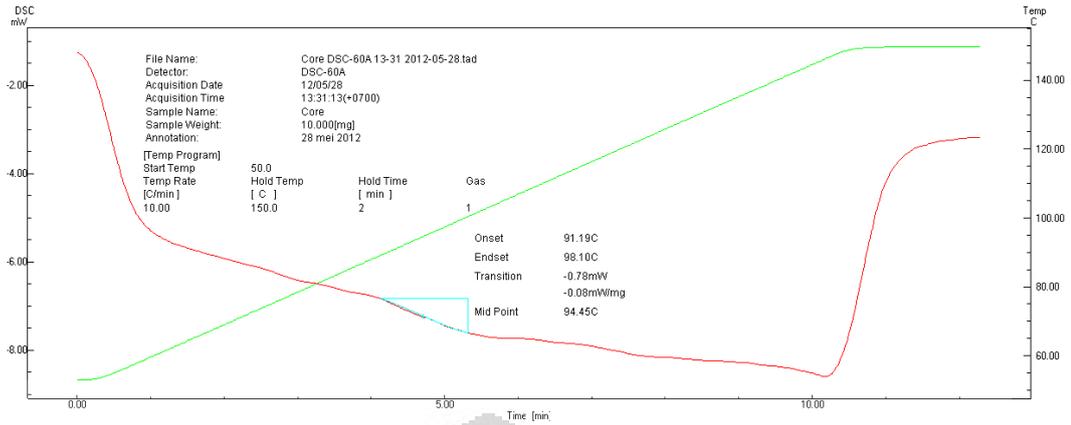
Core-Shell NaPS 0,5 Core-Shell NaPS 1,0% Core-Shell NaPS 1,5%

LAMPIRAN 6: Gambar Hasil Karakterisasi Kandungan Padatan

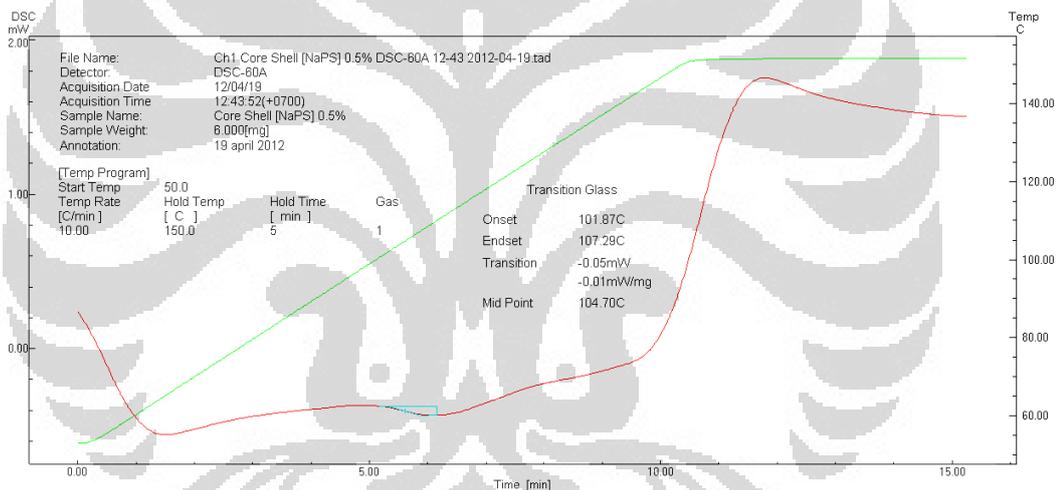


LAMPIRAN 7: Kurva DSC Polimer *Core-Shell* Stirena-EA dan *Core* Stirena

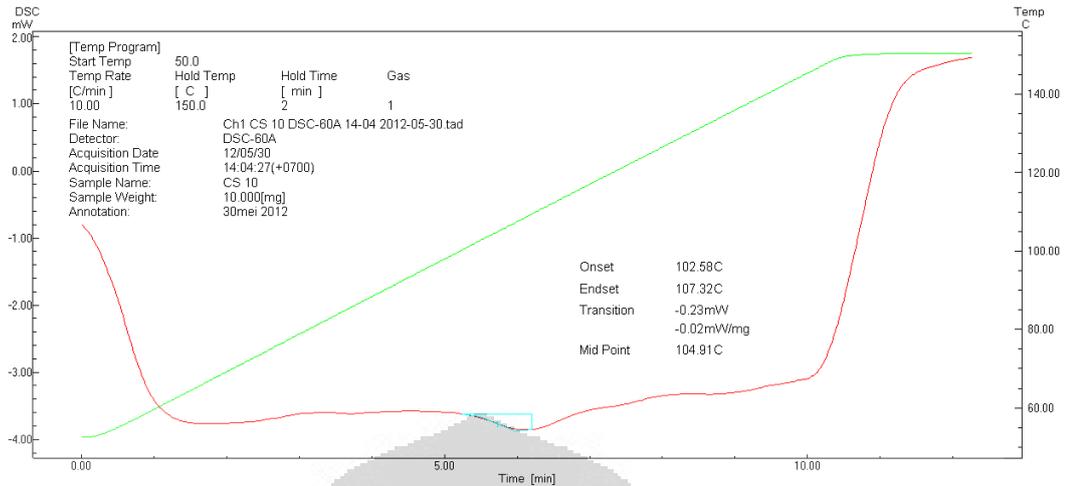
Polimer *Core* Stirena



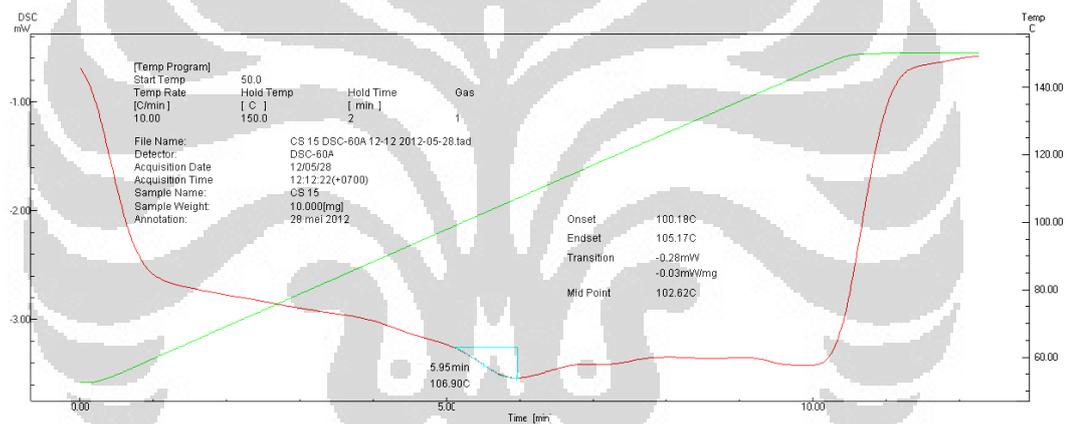
Polimer *Core-Shell* Stirena-Etil Akrilat
 Konsentrasi NaPS 0,5%



Konsentrasi NaPS 1,0%



Konsentrasi NaPS 1,5%



LAMPIRAN 8: Perhitungan Temperatur Gelas (T_g) Teoritis

Nilai T_g teoritis dihitung mengikuti persamaan Fox :

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

Dimana, T_g = Transisi gelas kopolimer

T_{g1} = Transisi gelas komonomer 1

W = Fraksi berat monomer terhadap monomer total

Tg teoritis dalam penelitian ini :
formula *Core-Shell* NaPS

$$W_1 = W \text{ stirena} = \frac{31.76}{96.32} = 0,3290 \quad ,T_{g1} = 373 \text{ K}$$

$$W_2 = W \text{ etil akrilat} = \frac{64.56}{96.32} = 0,6702 \quad ,T_{g2} = 251 \text{ K}$$

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

$$1/T_g = 0,00088 + 0,00267$$

$$T_g = 281,69 \text{ K}$$

$$T_g \text{ teoritis} = 9^\circ\text{C}$$

