



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**POLIMERISASI CORE-SHELL STIRENA-BUTIL AKRILAT:  
PENGARUH VARIASI KONSENTRASI INISIATOR PADA  
KOMPOSISI SHELL BUTIL AKRILAT TERHADAP UKURAN  
DAN DISTRIBUSI UKURAN PARTIKEL**

**SKRIPSI**

**DEA ADITYA RAKHMI  
0806452816**

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



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**POLIMERISASI *CORE-SHELL* STIRENA-BUTIL AKRILAT:  
PENGARUH VARIASI KONSENTRASI INISIATOR PADA  
KOMPOSISI *SHELL* BUTIL AKRILAT TERHADAP UKURAN  
DAN DISTRIBUSI UKURAN PARTIKEL**

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

**Oleh :  
DEA ADITYA RAKHMI  
0806452816**

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

## HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Dea Aditya Rakhmi

NPM : 0806452816

Tanda Tangan :



Tanggal : 09 Juli 2012

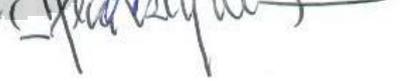
**HALAMAN PENGESAHAN**

Skripsi ini diajukan oleh :

Nama : Dea Aditya Rakhmi  
NPM : 0806452816  
Program Studi : Kimia  
Judul Skripsi : Polimerisasi *Core-Shell* Stirena-Butil Akrilat: Pengaruh Variasi Konsentrasi Inisiator Pada Komposisi *Shell* Butil Akrilat 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 : Prof. Dr. Endang Asijati (  )  
Penguji : Dr. Helmiyati (  )  
Penguji : Dr. Herry Cahyana (  )

Ditetapkan di : Depok  
Tanggal : 09 Juli 2012

## KATA PENGANTAR

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

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

Ucapan terima kasih yang secara khusus juga penulis sampaikan :

1. Kepada Dr. Emil Budianto selaku pembimbing I atas bantuannya selama penelitian dan penyusunan skripsi. Penulis merasa sangat beruntung dibimbing oleh beliau.
2. Kepada Dr. rer. nat. Widayanti Wibowo selaku pembimbing akademis atas segala bantuannya selama proses pendidikan hingga 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 keluarga besar penulis, yang akan dan selalu mendukung penulis hingga berhasil menyelesaikan skripsi ini
6. Kepada seluruh dosen-dosen kimia UI yang selama ini telah mengajarkan ilmu-ilmu yang sangat bermanfaat bagi penulis
7. Kepada Pak Hedi S., Pak Marji, Pak Hadi, Pak Sutrisno (Babeh), Mbak Ema, Mbak Tri, Mbak Ina, Mbak Cucu, Mbak Eva, Mbak Sri, Pak Min dan Pak Kiri serta seluruh staf departemen kimia yang telah banyak membantu terlaksananya penelitian ini

8. Kepada pihak-pihak yang telah membantu penulis dalam penyediaan bahan-bahan penelitian dan karakterisasi hasil penelitian; Ibu Ayu (PT.Clariant), Pak Dasep (PT. Clariant) dan Pak Yus (Teknik Metalurgi UI), Kak Daniel Nomara (Lab Afiliasi Kimia UI).
9. Kepada Amalia Hapsari yang telah sangat banyak membantu penulis tanpa pamrih. You are an angel.
10. Kepada Fany Febriany, Agustina M.M, Lulu Restiana, Disa Pramari, Sania Nurlulu, Mutiara Pangestika G., terimakasih telah sabar mendengarkan setiap curhatan penulis.
11. Kepada sahabat-sahabatku dan semua teman-teman keluarga besar Kimia 2008 yang sudah penulis anggap sebagai keluarga. Terima kasih atas masa-masa indah yang telah diberikan.
12. Kepada rekan-rekan seperjuangan: Hafiz, Prily, Esti, Adi, dan Jessica atas bantuan diskusi, tenaga, dan hiburannya. Terimakasih atas kerjasama kalian.
13. Kepada Zaki Fauzy Rahman meskipun jarak membentang tapi terimakasih untuk semangat yang kau berikan selama penelitian dan penulisan skripsi.
14. 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, Mei 2012

Penulis

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

---

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

Nama : Dea Aditya Rakhmi  
NPM : 0806452816  
Program Studi : Kimia  
Departemen : Kimia  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Jenis karya : Skripsi

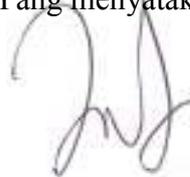
Demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :

**Polimerisasi *Core-Shell* Stirena-Butil Akrilat: Pengaruh Variasi Konsentrasi Inisiator Pada Komposisi *Shell* Butil Akrilat 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 : 09 Juli 2012  
Yang menyatakan



(Dea Aditya Rakhmi)

## Abstrak

Nama : Dea Aditya Rakhmi  
Program Studi : Kimia  
Judul : Polimerisasi *Core-Shell* Stirena-Butil Akrilat: Pengaruh Variasi Konsentrasi Inisiator Pada Komposisi *Shell* Butil Akrilat Terhadap Ukuran Dan Distribusi Ukuran Partikel

Polimer emulsi *core-shell* merupakan polimer sintetis yang saat ini sedang berkembang dalam berbagai bidang industri seperti pada industri cat dan bahan perekat. Penelitian ini melanjutkan penelitian pendahulu oleh Yogi Dwisatria dengan tujuan mengoptimalkan hasil *core-shell* stirena-butil akrilat yang diperoleh sebelumnya. Sintesis polimer emulsi *core-shell* stirena-butil akrilat dilakukan dengan dua teknik yaitu teknik *batch* untuk pembentukan *core* stirena dan teknik semikontinu untuk pembentukan *shell* butil akrilat. Variasi dilakukan pada *shell* butil akrilat dengan memvariasikan konsentrasi inisiator untuk mempelajari pengaruhnya agar diperoleh polimer *core-shell* stirena-BA yang bersifat monodispers (monomodal) dengan persen konversi tinggi. Dari hasil penelitian diperoleh polimer *core-shell* stirena-butil akrilat dengan persen hasil konversi sebesar 59,94% untuk NaPS 0,5%; persen konversi 43,53% untuk NaPS 1%; dan persen konversi 33,52% untuk NaPS 1,5%. Kemudian ukuran partikel sebesar 188,8 nm untuk NaPS 0,5%; 181,3 nm untuk NaPS 1%; dan 134,3 nm untuk NaPS 1,5% dan distribusi ukuran partikel bersifat monomodal untuk NaPS 0,5% dan yang lainnya bersifat polimodal.

Kata Kunci : Polimer emulsi, *core-shell*, stirena, butil akrilat, inisiator natrium persulfat (NaPS), glisidil metakrilat, ukuran partikel, distribusi ukuran partikel, persen konversi, monomodal, polimodal.

xiii + 61 halaman : 19 gambar; 6 tabel; 6 lampiran

Daftar Referensi : 47 (1983-2011)

## Abstract

Name : Dea Aditya Rakhmi  
Study Program : Chemistry  
Title : Polymerization of Styrene-Butyl Acrylate Polymer Core-Shell:  
The Effect of Initiator Concentration at Shell Composition Butyl  
Acrylate on The Particle Size and Particle Size Distribution

Core-shell emulsion polymer is a synthetic polymer that is currently being developed in various industries seems adhesive and coating industries. This research has been developing from previous by Yogi Dwisatria for making optimum composition of shell in core-shell particles which could provide maximum result. Synthesize was prepared using a batch technique for core and semicontinued technique for coating shell. Shell butyl acrylate was varied concentration initiator to study their effect and obtain core-shell polymer which monodisperse and high conversion. From this research has been obtained the core-shell polymer with percent conversion were 59,94% for NaPS 0,5%; percentage conversion 43,53% for NaPS 1%; and percentage conversion 33,52% for NaPS 1,5%. Then for particle size was obtained 188,8 nm for NaPS 0,5%; then 181,3 nm for NaPS 1%; and 134,3 nm for NaPS 1,5% with particle size distribution were monodisperse for NaPS 0,5% and polydisperse at left.

Key Words : Emulsion polymerization, core-shell, styrene, butyl acrylate, natrium persulfate initiator (NaPS), glycidyl metachrylate, particle size, particle size distribution, percentage conversion, monodisperse, polydisperse

xiii + 61 pages: 19 pictures; 6 tables; 6 attachments

Bibliography : 47 (1983-2011)

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
ABSTRAK.....	vii
ABSTRACT.....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
I.1 Latar belakang masalah.....	1
I.2 Perumusan masalah.....	3
I.3 Tujuan penelitian.....	3
I.4 Hipotesis.....	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
II.1 Polimer.....	5
II.1.1 Definisi polimer.....	5
II.1.2 Klasifikasi polimer berdasarkan strukturnya.....	5
II.1.3 Klasifikasi polimer berdasarkan jenis monomer penyusunnya.....	6
II.2 Polimer emulsi.....	6
II.2.1 Definisi polimer emulsi.....	6
II.2.2 Komponen dalam polimerisasi emulsi.....	6
II.2.2.1 Air.....	6
II.2.2.2 Surfaktan.....	6
II.2.2.3 Monomer.....	8
II.2.2.4 Inisiator.....	12
II.2.2.5 Bahan tambahan lain.....	14
II.2.3 Teknik polimerisasi emulsi.....	14
II.2.3.1 Teknik <i>batch</i> .....	14
II.2.3.2 Teknik <i>seeding</i> .....	14
II.2.3.3 Teknik kontinu.....	15
II.2.3.4 Teknik semikontinu.....	15
II.3 Polimer Emulsi.....	16
II.3.1 Definisi polimer emulsi <i>core-shell</i> .....	16
II.3.2 Tahapan polimerisasi <i>core-shell</i> .....	16
II.3.3 Mekanisme polimerisasi emulsi.....	16
II.4. Karakteristik polimerisasi emulsi.....	20
II.2.5.1 Ukuran partikel dan indeks polidispersitas.....	20
II.2.5.2 Morfologi partikel polimer.....	21
II.2.5.5 Temperatur transisi gelas (T <sub>g</sub> ).....	21

## BAB III METODE PENELITIAN

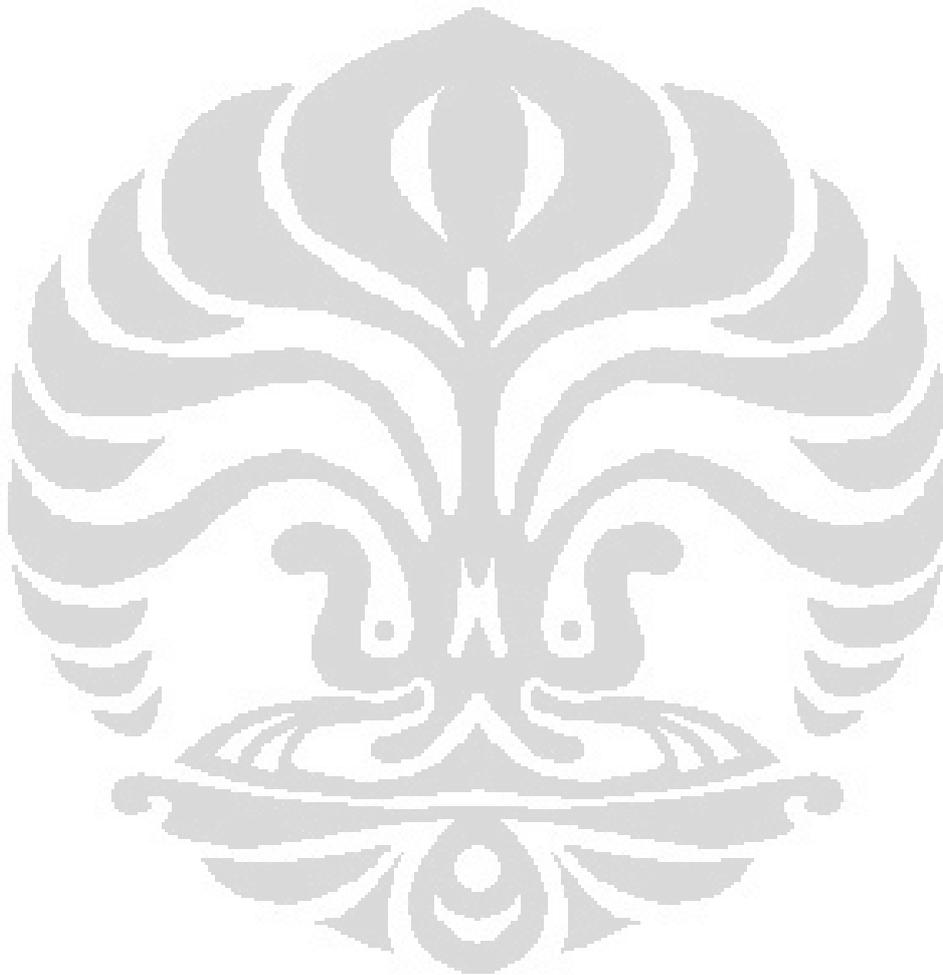
III.1 Alat dan Bahan.....	24
III.1.1 Alat.....	24
III.1.2 Bahan.....	25
III.2 Formulasi.....	25
III.3 Metode Kerja.....	25
III.3.1 Polimerisasi <i>Core</i> Stirena dengan Teknik Batch.....	26
III.3.2 Polimerisasi <i>Shell</i> Butil Akrilat dengan variasi konsentrasi Inisiator NaPS .....	26
III.4 Karakterisasi hasil polimerisasi.....	27
III.4.1 Pengukuran kandungan padatan/ persen konversi (ASTM D 4456).....	27
III.4.2 Pengukuran spektrum FT-IR.....	28
III.4.3 Pengukuran ukuran dan distribusi ukuran partikel .....	28
III.4.4 Pengukuran temperatur transisi gelas dengan DSC 60 A Shimadzu.....	28
III.4.5 Pengukuran morfologi partikel polimer dengan FE-SEM.....	28
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
IV.1 Polimerisasi <i>core</i> stirena.....	29
IV.2 Polimerisasi <i>core-shell</i> stirena-butil akrilat.....	34
IV.2.1 Pengaruh Konsentrasi Inisiator Tahap Kedua Terhadap Polimerisasi <i>Core-Shell</i> Stirena-BA.....	38
IV.2.2 Pengaruh Konsentrasi Inisiator Tahap Kedua Terhadap Persen Konversi <i>Core-Shell</i> Stirena-BA.....	39
IV.2.3 Pengaruh Konsentrasi Inisiator Tahap Kedua Terhadap Ukuran dan Distribusi Partikel <i>Core-Shell</i> Stirena-BA.....	41
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b>	
V.1 Kesimpulan.....	47
V.2 Saran.....	47
DAFTAR PUSTAKA.....	48
LAMPIRAN.....	52

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur molekul stirena dan tert butyl akrilat.....	10
Gambar 2.2 Struktur molekul glisidil metakrilat.....	11
Gambar 2.3 Struktur natrium persulfat (NaPS).....	14
Gambar 2.4 Pembentukan monomer droplet.....	18
Gambar 2.5 Tahap polimerisasi emulsi.....	18
Gambar 3.1 Diagram alir polimerisasi <i>core-shell</i> Stirena-BA.....	24
Gambar 3.2 Polimerisasi <i>core-shell</i> stirena-BA Dengan Teknik Batch-Semikontinu.....	27
Gambar 4.1 Mekanisme reaksi inisiasi <i>core</i> stirena.....	30
Gambar 4.2 Mekanisme reaksi propagasi <i>core</i> stirena.....	31
Gambar 4.3 Mekanisme reaksi terminasi <i>core</i> stirena.....	32
Gambar 4.4 Spektrum FTIR monomer stirena standar dan <i>core</i> stirena.....	33
Gambar 4.5 Mekanisme reaksi inisiasi <i>core-shell</i> stirena-BA.....	35
Gambar 4.6 Mekanisme reaksi propagasi <i>core-shell</i> stirena-BA.....	36
Gambar 4.7 Mekanisme reaksi terminasi <i>core-shell</i> stirena-BA.....	37
Gambar 4.8 Pengaruh inisiator tahap kedua terhadap persen konversi.....	40
Gambar 4.9 Pengaruh inisiator tahap kedua terhadap ukuran partikel.....	42
Gambar 4.10 Pengaruh penambahan inisiator tahap kedua terhadap distribusi ukuran partikel.....	43
Gambar 4.11 Spektra FTIR <i>core</i> stirena dan <i>core-shell</i> stirena butil akrilat berbagai variasi .....	44
Gambar 4.12 Morfologi partikel polimer <i>core-shell</i> Stirena-BA.....	45

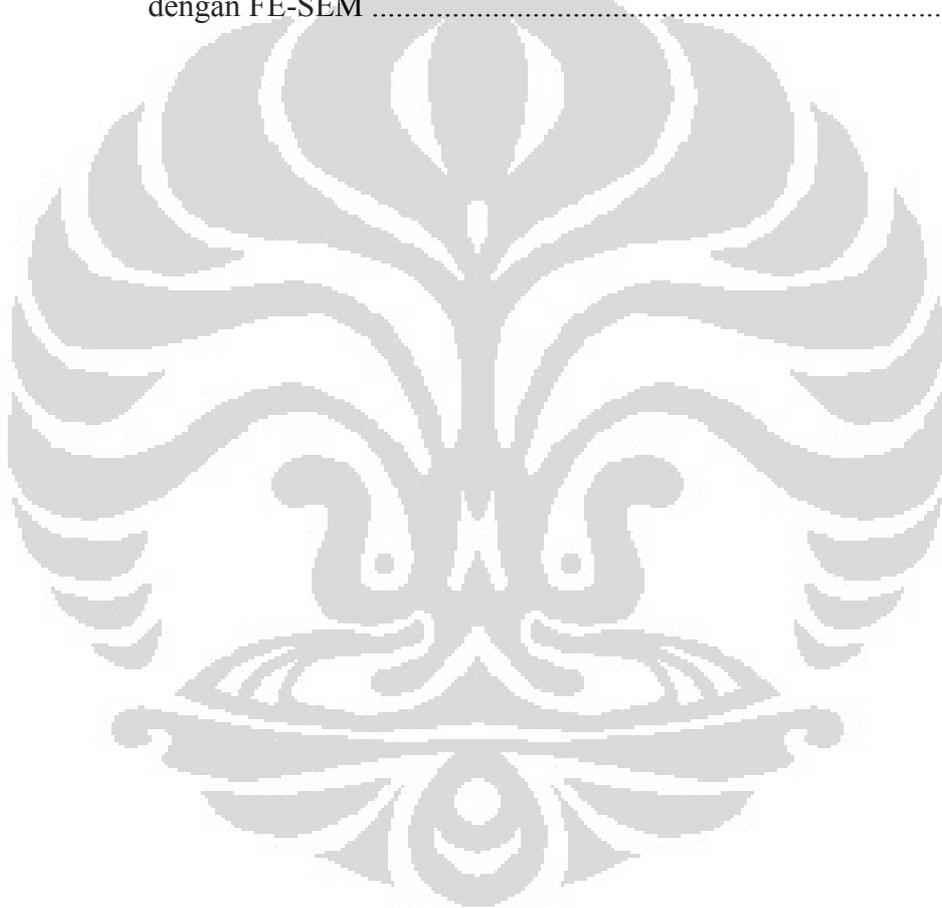
**DAFTAR TABEL**

Tabel 2.1 Spesifikasi <i>sodium lauril sulfat</i> (SLS).....	7
Tabel 2.2 Sifat kimia dan fisika monomer yang digunakan.....	12
Tabel 2.3 Spesifikasi natrium persulfat (NaPS).....	13
Tabel 4.1 Karakterisasi secara umum polimer <i>core-shell</i> stirena-butil akrilat.....	38
Tabel 4.2 Perbandingan konsentrasi inisiator NaPS.....	39
Tabel 4.3 Perbandingan konsentrasi inisiator NaPS dan SLS.....	41



**DAFTAR LAMPIRAN**

Lampiran 1: Spektra FT-IR.....	52
Lampiran 2: Tabel formulasi polimerisasi <i>core</i> stirena polimerisasi <i>core-shell</i> stirena-butil akrilat.....	55
Lampiran 3: Perhitungan kandungan padatan teoritis.....	56
Lampiran 4: Data pengukuran ukuran dan distribusi ukuran partikel dengan PSA.....	57
Lampiran 5: Kurva DSC polimer <i>core-shell</i> Stirena-BA dan <i>core</i> stirena.....	59
Lampiran 6: Pengamatan morfologi <i>core-shell</i> Stirena-Butil Akrilat dengan FE-SEM .....	61



## **BAB I PENDAHULUAN**

### **I.1 Latar Belakang Masalah**

<sup>[4]</sup>Polimerisasi emulsi pertama kali digunakan selama Perang Dunia II untuk memproduksi karet sintesis dari 1,3-butadiena dan stirena setelah angkatan laut Jepang mengancam akses bangsa Eropa menuju sumber karet mentah di Asia Tenggara karena kebutuhan karet sangat dibutuhkan untuk keperluan perang pada saat itu. Dengan teknik ini dapat dibuat polimer untuk membuat partikel dalam skala nano sampai mikrometer. 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. Sampai saat ini perkembangan industri pelapis dan bahan perekat di dunia menggunakan polimer sintesis yaitu polimer emulsi<sup>[5,6,7,8]</sup>

Akhir-akhir ini mulai dikembangkan suatu pewarna dengan sifat optik polimer emulsi yang dihasilkan dari refleksi selektif terhadap sinar tampak. Jadi warna yang dihasilkan bukan karena adanya pigmen tertentu yang mengandung gugus kromofor maupun ikatan rangkap konjugasi di dalamnya melainkan bergantung pada sudut datang sinar yang dipancarkan. Warna-warna yang dihasilkan dengan cara ini cenderung lebih cerah dan berkilau serta terlihat dari jarak yang lebih jauh dibanding warna karena pigmentasi.

Pada saat ini metode yang memungkinkan untuk menghasilkan efek warna opal tersebut adalah dengan polimerisasi emulsi. Proses polimerisasi emulsi menggunakan teknik polimerisasi radikal bebas yang menyerupai polimerisasi suspensi yaitu membutuhkan air sebagai medium pendispersi serta surfaktan yang berfungsi sebagai bahan pengemulsi dan penstabil partikel polimer. Reaksi polimerisasi emulsi termasuk unik karena memiliki sifat yg terbalik dengan proses polimerisasi lainnya. Dengan polimerisasi emulsi dapat diperoleh polimer dengan berat molekul yang tinggi tanpa menurunkan kecepatan reaksi polimerisasi melainkan cukup dengan mengubah konsentrasi inisiator atau temperatur

reaksinya. Dengan proses ini akan lebih mudah memperoleh polimer dengan BM tinggi dan kecepatan reaksi yang tinggi pula<sup>[4]</sup>.

<sup>[10]</sup>Ada tiga bentuk struktur polimer emulsi, yaitu *raspberry*, *core-shell* dan struktur *acorn*. Polimer *core-shell* banyak dikembangkan di dalam industri pelapis dan cat karena sifat fisika dan kimianya yang lebih stabil. Hal ini terbukti dari penelitian yang telah dilakukan oleh Baumstark *et al*, 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<sup>[11]</sup>.

Beberapa penelitian mengenai efek warna dari polimer telah dikembangkan. Seperti Ruhl, T dkk melakukan penelitian polimerisasi *core-shell* semikontinu menggunakan monomer keras seperti stirena dan dilapisi dengan *shell* monomer lunak seperti etil akrilat atau butil akrilat. Sedangkan untuk pengaruh konsentrasi surfaktan dan inisiator dilakukan penelitian oleh Hang tao Zhang yang menyimpulkan bahwa konsentrasi surfaktan dan inisiator mempengaruhi ukuran partikel<sup>[9]</sup>.

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

Penelitian ini mengembangkan hasil yang diperoleh dari penelitian yang dilakukan oleh Yogi Dwisatria<sup>[2]</sup> mengenai variasi jenis inisiator termal dan pengikat silang GMA (Glisidil Metakrilat) untuk pembentukan *core-shell* butil akrilat-stirena.

Dari penelitian yang dilakukan oleh Yogi<sup>[2]</sup> diperoleh persen konversi *core-shell* sebesar 27-46% dan ukuran partikel antara 49-78 nm dengan distribusi ukuran partikel yang bersifat monomodal. Polimerisasi dilakukan dalam dua tahap, tahap pertama adalah pembuatan *core* stirena dengan teknik batch kemudian tahap kedua adalah pelapisan *shell* butil akrilat dengan teknik

semikontinu. Pada tahap pertama polimerisasi *core* stirena dilakukan variasi inisiator termal NaPS dan APS. Ternyata *core* stirena dengan inisiator NaPS yang ditambahkan pengikat silang GMA memberikan hasil persen konversi yang lebih besar dibandingkan dengan inisiator APS, yaitu 73,52% untuk NaPS dan 61,90% untuk APS, dengan ukuran partikel yang tidak berbeda secara signifikan dan distribusi ukuran partikel yang monomodal (*monodisperse*).

Sedangkan pada tahap kedua yaitu pelapisan *shell* butil akrilat, pengaruh penambahan jenis inisiator termal APS dan NaPS memberikan pengaruh pada hasil persen konversi dan ukuran partikel *core-shell* stirena-butil akrilat. Penambahan inisiator tahap kedua dengan inisiator NaPS menghasilkan persen konversi yang lebih besar dibandingkan APS, yaitu 45,61% untuk inisiator NaPS dan 26,98% untuk inisiator APS. Kemudian untuk NaPS dihasilkan ukuran partikel yang lebih kecil, yaitu 48,72 nm dibanding dengan inisiator APS. Namun untuk distribusi ukuran partikel tidak menunjukkan adanya perbedaan pada kedua variasi tersebut. Keduanya bersifat monomodal (*monodisperse*) yaitu memiliki ukuran partikel yang seragam.

## **I.2 Perumusan Masalah**

Meskipun Yogi telah berhasil mensintesis *core-shell* stirena-butil akrilat yang bersifat *monodisperse*, namun persentase konversi yang diperoleh pada penelitian Yogi masih termasuk rendah (27-46%).

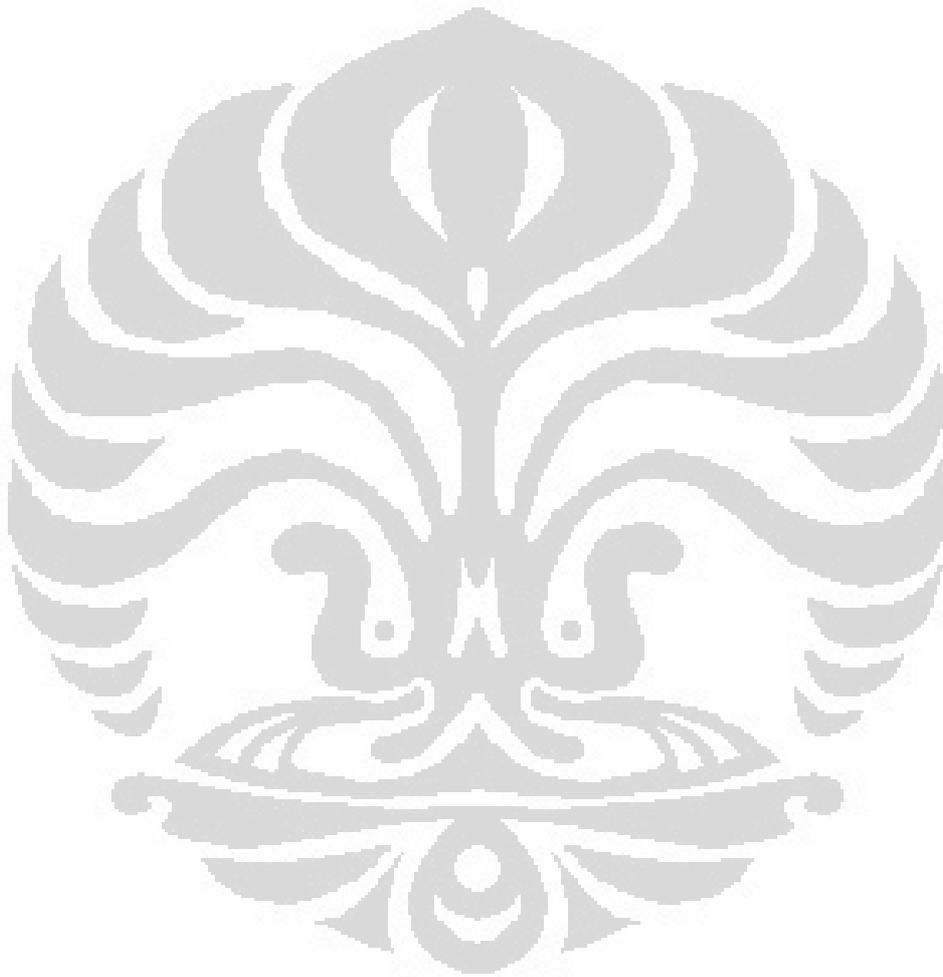
Oleh karena itu pada penelitian ini akan dilakukan polimerisasi *core* stirena dengan inisiator NaPS dan tambahan pengikat silang GMA. Sedangkan variasi dilakukan pada komposisi *shell* dengan memvariasikan konsentrasi inisiator NaPS untuk pembentukan *core-shell* stirena-butil akrilat. Variasi konsentrasi inisiator yang dilakukan yakni sebesar 0,5%, 1%, dan 1,5%.

## **I.3 Tujuan Penelitian**

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh konsentrasi inisiator termal NaPS agar diperoleh polimer *core-shell* stirena-BA berukuran lebih besar dari sebelumnya, bersifat *monodisperse* (monomodal) dengan persen konversi tinggi.

#### I.4 Hipotesis

Penambahan konsentrasi inisiator NaPS pada komposisi *shell* butil akrilat akan meningkatkan ukuran polimer *core-shell* stirena-BA yang bersifat *monodisperse* dan memiliki kandungan padatan (persen konversi) yang cukup tinggi.



## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### II.1 Polimer

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

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

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

##### A. Polimer linear

Polimer linear terdiri dari rantai panjang atom-atom skeletal yang dapat mengikat gugus substituen. Polimer ini biasanya dapat larut dalam beberapa pelarut, dan pada temperatur normal bentuknya dalam keadaan padat.

##### B. Polimer bercabang

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

##### 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”*swelling*” (mengembang) oleh pelarut tetapi tidak sampai larut. Ketaklarutan ini dapat digunakan sebagai kriteria dari struktur jaringan. Makin besar persen sambung-silang (*cross-links*) maka makin kecil jumlah mengembangnya (*swelling*). Jika derajat sambung-silang cukup tinggi, polimer dapat menjadi kaku, titik leleh tinggi, dan bentuknya padat serta tidak bisa mengembang (*swelling*), misalnya intan.

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

Berdasarkan jenis monomer penyusunnya, polimer dibagi menjadi dua jenis yaitu homopolimer dan kopolimer. Homopolimer adalah polimer yang tersusun dari unit-unit monomer yang sejenis. Sedangkan kopolimer adalah Polimer yang terbentuk dari dua atau lebih monomer yang berbeda. Berikut perbedaan homopolimer dengan kopolimer:

- Homopolimer: -AAAAAAAAAAAAAAAAA
- Kopolimer alternasi: -A-B-A-B-A-B-A-B-A-B-A-B-A-B
- 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. Kopolimer cangkok : -A-A-A(B-B-B)A-A-A-A(B-B-B)A

## II.2 Polimer Emulsi

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

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

### II.2.2 Komponen dalam Polimerisasi Emulsi<sup>[13]</sup>

#### II.2.2.1 Air<sup>[13]</sup>

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<sup>[13]</sup>

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

untuk nukleasi partikel serta berfungsi sebagai penstabil koloid dari partikel yang sedang tumbuh sebagai hasil dari adsorpsi surfaktan pada antarmuka partikel air.

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

Berdasarkan gugus hidrofiliknya, surfaktan dikelompokkan sebagai berikut :

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

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

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

❖

Saat surfaktan dilarutkan dalam pelarut, maka molekul-molekulnya akan teradsorpsi pada permukaan. Pada konsentrasi molekul surfaktan berkumpul dan membentuk suatu kelompok yang disebut misel. Konsentrasi surfaktan saat mulai

terbentuk misel disebut *critical micelles concentration (CMC)*. Misel umumnya berukuran antara 2-10 nm, dan setiap misel mengandung 50-150 molekul surfaktan. Dalam pelarut air, molekul surfaktan tersusun pada misel dengan bagian hidrofobnya menghadap ke dalam misel (di dalam inti misel) dan bagian hidrofiliknya menghadap fasa air. Jumlah misel dan ukurannya bergantung pada konsentrasi dan struktur kimia surfaktan.

Secara teoritis diketahui bahwa semakin besar konsentrasi surfaktan yang digunakan, maka ukuran partikel polimer yang dihasilkan semakin kecil. Hal ini terjadi karena jumlah misel yang terbentuk lebih banyak, sehingga monomer yang terdistribusi dan berpolimerisasi pada tiap misel lebih sedikit. Sementara itu untuk persen konversi terjadi hal sebaliknya. Dalam hal ini, terjadi kecenderungan kenaikan persen konversi untuk konsentrasi surfaktan yang semakin besar. Ini terjadi karena dengan semakin banyaknya misel yang terbentuk maka semakin banyak pula radikal bebas dari inisiator yang terabsorpsi sehingga laju polimerisasi semakin bertambah. Akibatnya, persen konversi meningkat. Oleh karena itu, perlu dicari titik temu antara keduanya agar dihasilkan partikel polimer berukuran cukup besar dengan persen konversi tinggi<sup>[30]</sup>.

### II.2.2.3 Monomer

Monomer merupakan salah satu komponen utama dalam proses polimerisasi emulsi. Salah satu faktor yang dipertimbangkan dalam pemilihan monomer adalah suhu transisi gelas. ( $T_g$ ). Suhu transisi gelas merupakan suhu dimana suatu polimer melepaskan sifat-sifat gelasnya dan berubah menjadi lebih condong elastis seperti karet<sup>[13]</sup>.

Berdasarkan sifat fisik suhu transisi gelas ( $T_g$ ) monomer, maka monomer dapat diklasifikasikan sebagai **Monomer keras**, yaitu monomer yang memiliki  $T_g$  tinggi atau di atas suhu kamar. Homopolimer yang terbentuk bersifat keras dan mempunyai ketahanan mekanik yang tinggi. Dan **monomer lunak**, yaitu monomer yang memiliki  $T_g$  rendah atau di bawah suhu kamar. Homopolimer yang terbentuk biasanya bersifat lunak atau *rubbery* dan *tacky*.

Berdasarkan fungsi monomer dalam polimerisasi emulsi, monomer diklasifikasikan sebagai :

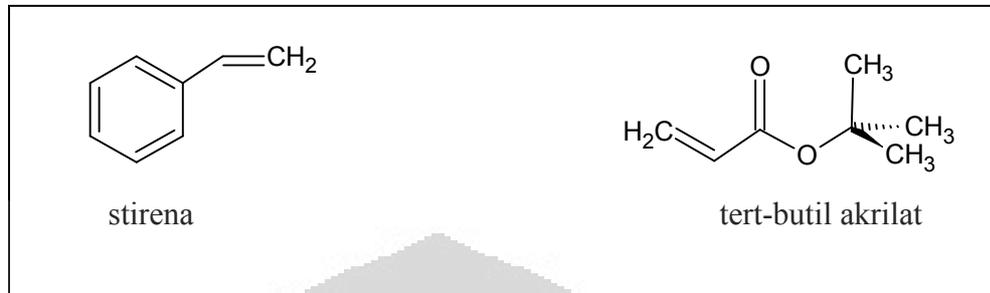
- **Monomer penstabil**, merupakan monomer yang larut dalam air atau umumnya monomer yang mempunyai gugus fungsi karboksil. Monomer ini dapat menstabilkan partikel dispersi dengan cara menggabungkan pusat hidrofilik ke polimer hidrofobik. Monomer-monomer ini memperbaiki sifat mekanik, meningkatkan stabilitas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

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

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

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

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



**Gambar 2.1** Struktur molekul stirena dan tert-butil akrilat

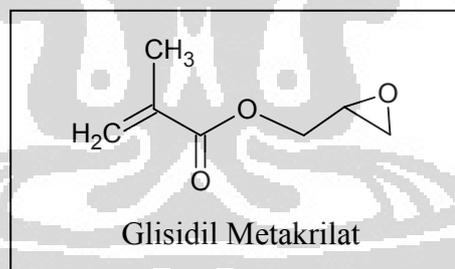
Untuk aplikasi *coating*, baik dengan fungsi dekoratif maupun protektif, polimer kopolimer yang disintesis harus mempunyai suhu transisi gelas  $10\text{-}40^{\circ}\text{C}$ . Polimer dengan suhu transisi gelas rendah (di bawah  $0^{\circ}\text{C}$ ) tidak berguna pada aplikasi *coating* karena lapisan film yang terbentuk bersifat lembek dan lemah pada suhu ambien normal<sup>[8]</sup>. Sementara polimer dengan suhu transisi gelas di atas  $50^{\circ}\text{C}$  cenderung bersifat kaku, sehingga rapuh dan tidak fleksibel pada kondisi ambien normal. Dengan demikian polimer ini juga tidak cocok untuk aplikasi *coating*. Oleh karena itu biasanya digunakan perpaduan antara monomer keras dengan lunak sehingga dihasilkan polimer dengan suhu transisi gelas yang cocok.

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

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

**Glisidil metakrilat** atau 2,3-epoksipropil metakrilat, asam metakrilat glisidil ester yang merupakan koloid pelindung mempunyai struktur yang mengandung gugus akrilat dan epoksi. Gugus-gugus fungsi ini menentukan aplikasinya dalam industri resin dan pelapis (*coating*). Keuntungan dari adanya gugus fungsi akrilat / vinil yaitu dapat terjadi kopolimerisasi dengan beberapa monomer vinil lainnya, baik yang larut dalam air ataupun dalam zat organik. Keuntungan lain yaitu tersedia secara luas jenis komonomer yang akan memudahkan kontrol sifat fisik dan kimia seperti Tg dan viskositas. Keuntungan dari gugus fungsi epoksi yaitu dapat terjadinya ikatan silang dengan amina, asam karboksilat, dan polimer yang mengandung gugus hidroksil.

Kombinasi gugus vinil dan epoksi yang menarik ini dapat meningkatkan kebebasan dalam desain polimerisasi, dan menghasilkan sifat yang diinginkan. Sifat tersebut diantaranya yaitu ketahanan terhadap cuaca (hanya reaksi metakrilat), ketahanan terhadap asam (hanya reaksi epoksida), ketahanan impact, kekuatan adhesif, dan ketahanan terhadap air dan panas. Sifat-sifat ini muncul karena gugus metil pada glisidil metakrilat lebih tahan terhadap reaktan daripada ester vinil akrilat<sup>[16]</sup>.



**Gambar 2.2** Struktur molekul glisidil metakrilat

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

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

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

#### II.2.2.4 Inisiator

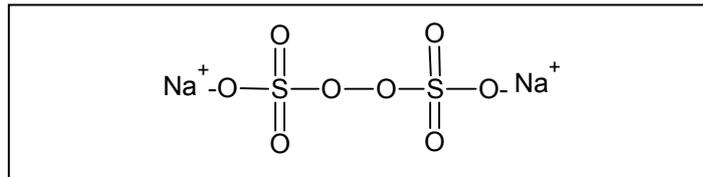
Inisiator merupakan sumber radikal bebas dalam polimerisasi emulsi. Dalam hal ini radikal bebas merupakan atom atau gugus apa saja yang memiliki satu atau lebih elektron tidak berpasangan. Dengan adanya inisiator, maka inisiasi yang merupakan tahap awal polimerisasi akan berlangsung. Inisiator bukan katalis yang sebenarnya. Ini dikarenakan inisiator dikonsumsi dalam jumlah tertentu pada reaksi kimia. Inisiator yang umum digunakan dalam polimerisasi emulsi diantaranya adalah inisiator termal dan redoks. Inisiator termal yaitu inisiator yang tidak stabil terhadap panas dan akan terdekomposisi menjadi radikal pada suhu tertentu sesuai dengan strukturnya. Contoh inisiator termal adalah : persulfat,

organik peroksida dan hidropersida. Sedangkan inisiator redoks yaitu inisiator yang menghasilkan radikal bebas melalui reaksi oksidasi reduksi pada temperatur yang relatif rendah. Dalam penelitian ini digunakan inisiator termal, yaitu natrium persulfat (NaPS). Alasan digunakannya inisiator termal karena dibanding dengan inisiator redoks, inisiator termal lebih stabil (*colloidal stability*). Hal ini dikarenakan adanya gugus sulfat yang bermuatan negatif disetiap ujung rantai polimer yang akan terbentuk<sup>[8]</sup>. Kedua inisiator termal yang digunakan merupakan suatu garam yang di dalam air memiliki kemampuan terionisasi yang berbeda-beda hal ini bergantung dari kekuatan hidrolisis dan interaksi ionik (elektrostatik) dari garam tersebut. Laju dekomposisi inisiator menjadi radikal bebas dispesifikasikan sebagai waktu paruh. Waktu paruh adalah waktu yang dibutuhkan larutan inisiator pada suhu tertentu untuk mencapai setengah dari konsentrasi awal. Penurunan konsentrasi ini diperoleh melalui cara dekomposisi termal.

Spesifikasi inisiator NaPS dapat dilihat pada Tabel 2.3 dan struktur dari NaPS dapat dilihat pada Gambar 2.5.

<b>Rumus molekul</b>	<b>Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub></b>
Berat molekul (g/mol)	238,1
Wujud fisik	Serbuk kristal putih
Titik leleh	<i>Decomposes</i>
Kerapatan (g/cm <sup>3</sup> )	
Kelarutan	549 g/l H <sub>2</sub> O, 20 <sup>0</sup> C
pH (larutan jenuh, 25°C)	4.3 (250 g/l)
Waktu paruh (jam) *	± 125 (50°C) pada pH 3

Keterangan \* : Nilai pendekatan dan tergantung pada pH



**Gambar 2.3** Struktur Natrium Persulfat

#### II.2.2.5 Bahan Tambahan Lain

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

### II.2.3 Teknik Polimerisasi Emulsi

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

#### II.2.3.1 Teknik *Batch*

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

#### II.2.3.2 Teknik *Seeding*

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

### II.2.3.3 Teknik Kontinu

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

### II.2.3.4 Teknik Semikontinu

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

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

## II.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*.

### II.3.2 Tahapan Polimerisasi *Core-Shell*

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

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

### II.3.3 Mekanisme Polimerisasi Emulsi

Polimerisasi emulsi adalah salah satu metode yang paling banyak digunakan dalam industri. 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 dan sebagai tempat polimerisasi partikel *core-shell*. 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.

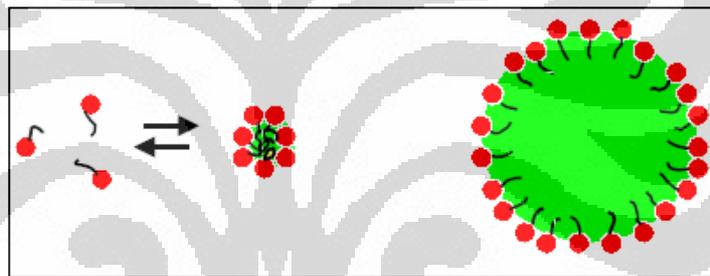
Polimerisasi monomer di dalam fasa air dapat terjadi tetapi tidak berkontribusi secara signifikan. Pembentukan partikel dalam fasa air dikenal dengan nukleasi homogen atau pembentukan inti sekunder. Pada nukleasi homogen, radikal yang terbentuk pada fasa air langsung menginisiasi monomer di dalam larutan, inti homogen yang terbentuk ini menjadi tidak terlarut dan tidak stabil, dikarenakan memiliki batas panjang rantai yang disebut panjang rantai kritis<sup>[38]</sup>. Ketidakstabilan dari inti sekunder ini dapat distabilkan oleh surfaktan yang terabsorpsi (dari larutan, monomer droplet dan misel)<sup>[30]</sup>. Misel bertindak sebagai tempat bertemunya organik monomer (*oil soluble*) dan inisiator (*water soluble*). Misel disukai sebagai tempat reaksi polimerisasi dikarenakan sifat kepolarannya sama dengan monomer dibandingkan dalam fasa air. Sebagai hasil polimerisasinya, misel berkembang dengan adanya penambahan monomer dari fasa air yang konsentrasinya dilengkapi dengan terurainya monomer dari monomer droplet<sup>[30]</sup>.

Luas relatif dari misel dan inti homogen dipengaruhi oleh adanya kelarutan monomer dalam air dan konsentrasi surfaktan. Kelarutan monomer dalam air yang tinggi dan konsentrasi surfaktan yang rendah, lebih menyenangi terbentuknya inti homogen, inti misel lebih menyukai monomer dengan sifat kelarutan dalam air yang rendah dan konsentrasi surfaktan yang tinggi (inti homogen terjadi dibuktikan dengan terjadinya polimerisasi emulsi saat konsentrasi surfaktan di bawah CMC). Ketidakstabilan nukleasi homogen ini didukung dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh De La Rosa *et al*<sup>[39]</sup> Dari percobaan yang mereka lakukan saat konsentrasi surfaktan di bawah CMC, ternyata nukleasi partikel polimer berakhir pada konversi yang sangat singkat, yaitu sekitar 2%.

Dalam sistem polimerisasi emulsi, terjadi pembentukan dan pertumbuhan partikel polimer yang berbeda selama proses polimerisasi berlangsung, yaitu :

## 1. Nukleasi Monomer Droplet

Pada awal proses polimerisasi berlangsung, sebagian besar monomer (>95%) berada dalam sistem terdispersi sebagai monomer droplet yang ukurannya bergantung pada kecepatan pengadukan. Monomer droplet distabilisasikan oleh molekul surfaktan yang terabsorpsi pada permukaan. Monomer droplet memiliki diameter sekitar 1-10  $\mu\text{m}$  (10<sup>3</sup>-10<sup>4</sup> nm) atau lebih besar lagi. Jadi pada sistem polimerisasi emulsi, monomer droplet ukurannya lebih besar dibandingkan monomer yang terkandung dalam misel. Sebenarnya, ketika konsentrasi misel 10<sup>17</sup>-10<sup>18</sup> per mililiter, ada setidaknya 10<sup>10</sup>-10<sup>11</sup> monomer droplet per mililiter. Perbedaan antara misel dan monomer droplet adalah total daerah permukaan misel lebih besar daripada monomer droplet. Pembentukan monomer droplet dalam sistem emulsi dapat dilihat pada Gambar 2.4.



**Gambar 2.4** Pembentukan monomer droplet <sup>[30]</sup>

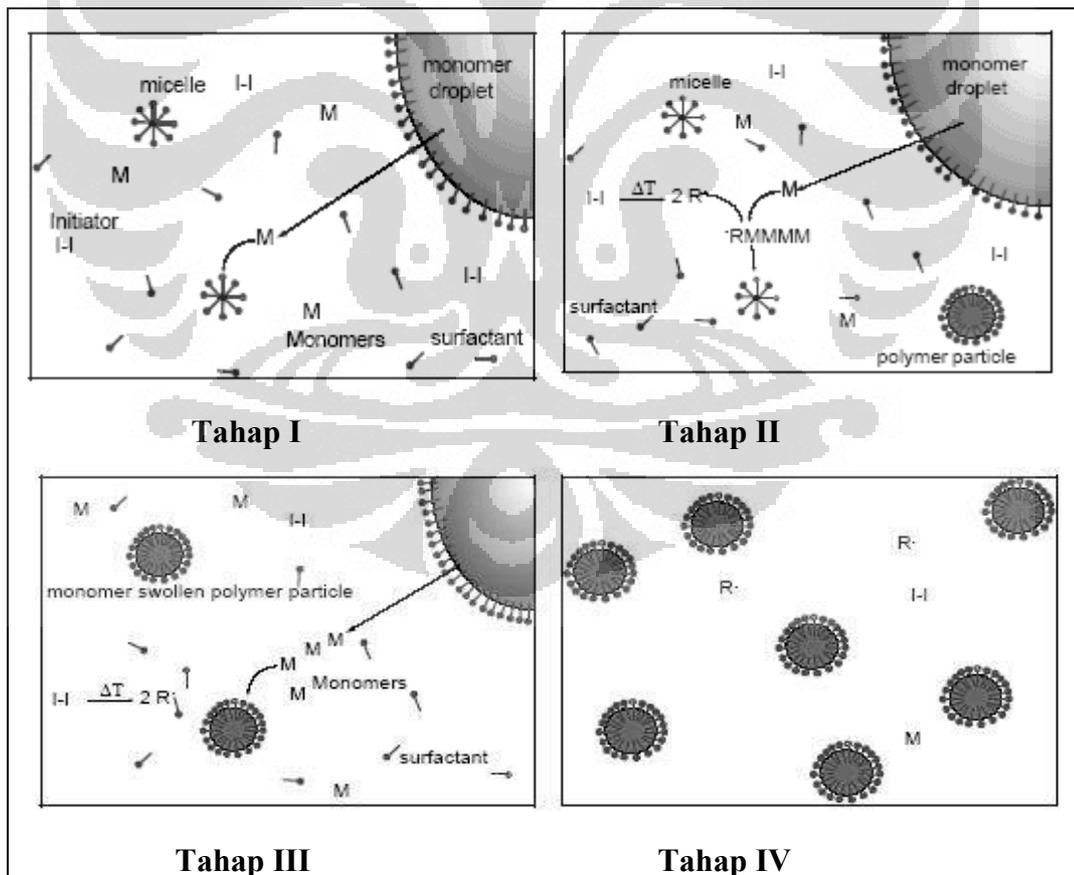
Terjadinya polimerisasi bukan pada monomer droplet. Polimerisasi umumnya selalu terjadi di dalam misel, disebabkan sifat dari monomer droplet yang cenderung tidak stabil. Monomer droplet tidak dapat berkompetisi efektif dengan misel dalam menangkap radikal yang dihasilkan dari fasa air, karena total daerah permukaan droplet yang lebih kecil <sup>[30]</sup>.

## 2. Nukleasi Miselar vs Homogen

Pada tahapan ini, sifat kelarutan monomer dalam air sangat berperan. Saat monomer ditambahkan, beberapa fraksi monomer akan terurai didalam fasa air. Kelarutan monomer di dalam air berbeda-beda. Jumlah monomer di dalam misel, sesuai dengan besar kelarutan monomer dalam media air, untuk monomer non polar jumlah monomer di dalam misel lebih besar dibandingkan untuk monomer

polar yang jumlah monomernya dalam misel hanya sedikit dibandingkan pada fasa air<sup>[30]</sup>. Menurut Harkins-Smith-Ewart, nukleasi misellar terjadi disebabkan oleh hadirnya radikal yang terbentuk pada fasa air yang masuk ke dalam misel, lalu tahapan inisiasi monomer terjadi di dalam misel<sup>[30]</sup>. Gambaran mengenai misel yang terbentuk dapat dilihat pada Gambar 2.10.

Pada nukleasi misellar molekul monomer berdifusi ke dalam misel dengan ukuran 50-100 Å untuk membentuk misel monomer-swollen<sup>[22]</sup>. Selanjutnya terjadi pertumbuhan rantai polimer membentuk oligomer di dalam misel yang diinisiasi oleh radikal bebas yang diperoleh dari dekomposisi inisiator termal. Ketersediaan molekul monomer berasal dari hasil difusi monomer dari monomer droplet menuju misel. Surfaktan yang masih ada, terus terdistribusi dalam sistem emulsi, hingga menghasilkan lebih banyak partikel monomer-swollen micelle, yang mengurangi jumlah monomer droplet.



Gambar 2.5 Tahap polimerisasi emulsi<sup>[44]</sup>

Berdasarkan Gambar 2.5, di atas:

- **Tahap I** menunjukkan molekul monomer 'terlarut' di dalam misel. Untuk polimerisasi *seeding*, tahap I berhubungan dengan pembentukan *seed* lateks.
- Pada **tahap II** terjadi pertumbuhan rantai polimer membentuk oligomer di dalam misel. Oligomer ini diinisiasi oleh radikal bebas yang diperoleh dari dekomposisi inisiator termal. Molekul monomer berdifusi keluar dari monomer droplet untuk memasuki misel. Surfaktan kemudian terdistribusi kembali untuk menghasilkan lebih banyak *swollen* partikel polimer, dan mengurangi jumlah monomer droplet. Radikal bebas yang dihasilkan pada fasa air yaitu sekitar  $10^{13}$  radikal/cm<sup>3</sup> detik.
- Kemudian pada **tahap III**, monomer yang dikonsumsi oleh pertumbuhan rantai polimer digantikan oleh monomer baru yang terus bermigrasi keluar dari monomer droplet. Penambahan monomer droplet dilakukan secara kontinu (*feeding*) untuk mencegah kekurangan monomer.
- Dan pada **tahap IV** yaitu setelah semua monomer habis dikonsumsi, terjadi pasca polimerisasi tanpa penambahan kembali monomer. Kemudian dihasilkan rantai polimer hingga tidak lagi terdapat monomer bebas.

## II.4. Karakteristik Polimerisasi Emulsi

### II.4.1 Ukuran Partikel dan Indeks Polidispersitas

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. Secara umum stabilisasi sistem emulsi atau dispersi akan berkurang dengan kenaikan ukuran partikel dan distribusinya<sup>[15]</sup>. Distribusi ukuran partikel dipengaruhi oleh jumlah inisiator dan surfaktan yang digunakan dalam teknik polimerisasi. Emulsi yang mengandung koloid pelindung biasanya menghasilkan distribusi polimodal. Pada teknik *seeding* dapat menghasilkan ukuran partikel yang lebih besar, sedangkan untuk teknik semikontinu atau teknik semi *batch* menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil tetapi indeks distribusi partikel (PDI) lebih kecil.

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

Salah satu alat yang dapat menentukan keseragaman partikel polimer emulsi adalah Malvern Zeta Nano *Particle Analyzer Nano Series* (Nano S). Selain pengukuran indeks polidispersitas, alat ini juga mampu menentukan ukuran partikel dan berat molekul polimer. Sampel polimer emulsi yang bersifat monodispers memiliki nilai indeks polidispersitas di bawah 0,1, sedangkan polimer emulsi yang bersifat polidispers memiliki nilai indeks polidispersitas di atas 0,5. Nilai indeks polidispersitas yang bernilai antara 0,1-0,5 harus dianalisis terlebih dahulu berdasarkan lebar *peak* yang diperoleh. Semakin lebar *peak* yang didapat maka polimer yang dikarakteristik memiliki keseragaman yang semakin berkurang. Sebaliknya, semakin tinggi dan semakin sempit *peak* yang diperoleh maka polimer yang dikarakteristik memiliki nilai indeks polidispersitas yang semakin kecil (semakin monodispers)<sup>[16]</sup>.

#### II.4.2 Morfologi Partikel Polimer

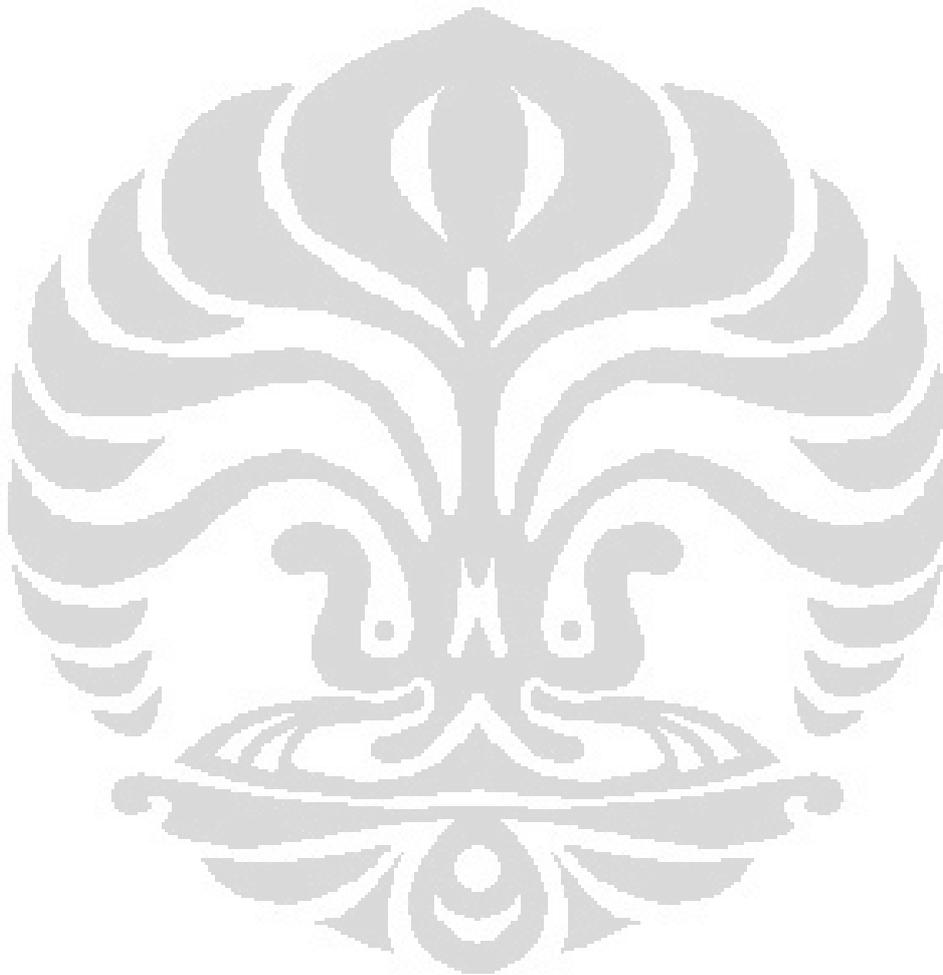
Polimer dispersi umumnya berbentuk partikel bulat (*spherical*). Partikel dispersi ini dapat menghamburkan cahaya, sehingga menimbulkan penampakan yang keruh (*milky*). Partikel polimer yang terlalu kecil, sulit untuk menghamburkan sinar/cahaya tampak, tipe polimer dispersi seperti ini memiliki penampakan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

Alat yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi morfologi partikel polimer adalah SEM (*Scanning Electron Microscopy*). Partikel polimer dispersi memiliki berbagai macam morfologi yang berbeda antara lain: *Smooth*, *Core-Shell*, *Occlusions*, *Raspberry-like*, *Moon-like*, dan *Hemi-sphere*<sup>[31]</sup>.

#### II.4.3 Temperatur Transisi Gelas (T<sub>g</sub>)

Suhu transisi gelas adalah salah satu kriteria yang dapat dipertimbangkan dalam pemilihan monomer. Suhu transisi gelas (T<sub>g</sub>) merupakan suhu dimana suatu

polimer melepaskan sifat-sifat gelasnya dan berubah menjadi lebih condong elastis seperti karet. Jika pemanasan dilanjutkan, polimer akan melepaskan sifat-sifat elastomernya dan melebur menjadi cairan yang dapat mengalir. Instrumen atau alat yang digunakan untuk mengukur temperatur transisi gelas ( $T_g$ ) ialah dengan DSC.



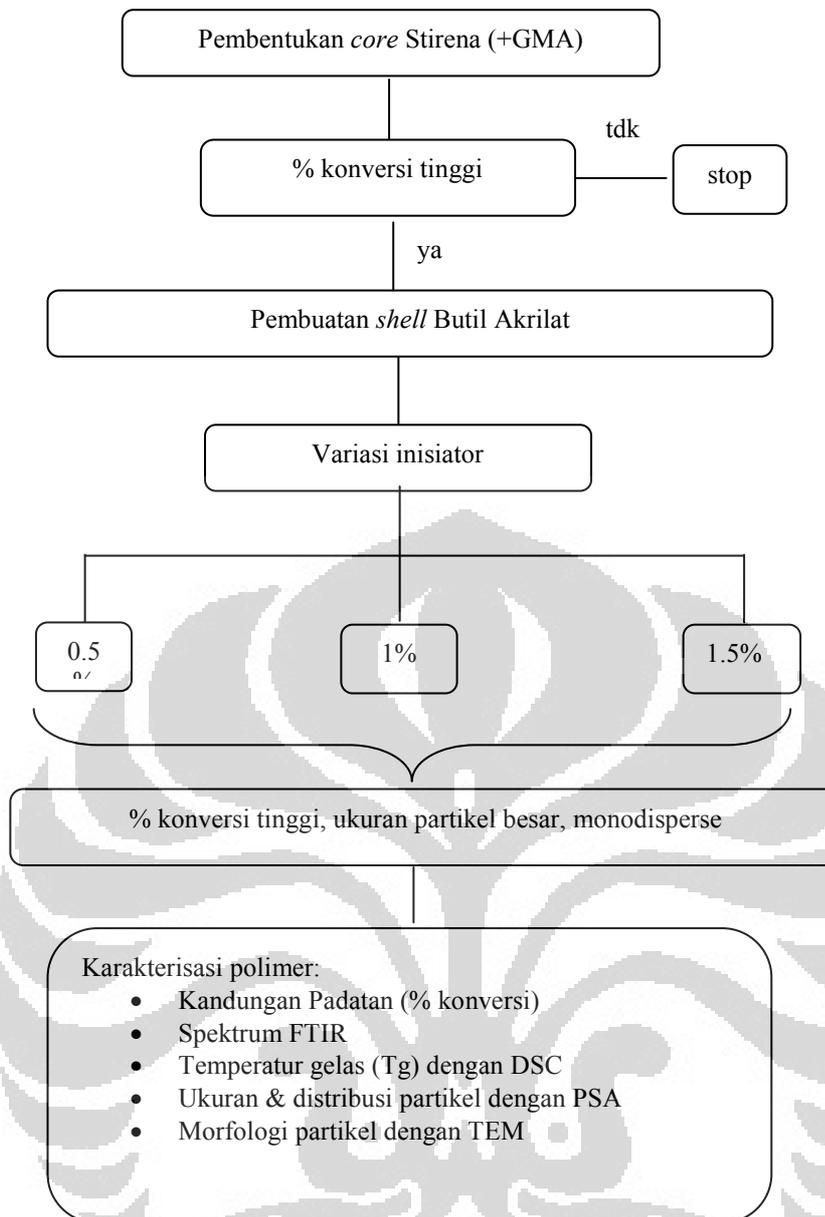
### BAB III METODE PENELITIAN

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

Pada tahap pembentukan *core* stirena tidak dilakukan variasi apapun. Namun pada tahap pembentukan polimer *core-shell* stirena-butil akrilat dilakukan variasi konsentrasi inisiator NaPS. Reaksi akan dilakukan pada temperatur 75<sup>0</sup> C dengan gas N<sub>2</sub> sebagai atmosfer udara dalam reaktor.

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

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



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

### III.1 Alat dan Bahan

#### III.1.1 Alat

Peralatan laboratorium yang digunakan adalah, alat-alat gelas yang biasa digunakan di laboratorium, satu perangkat mini reaktor polimerisasi (yang terdiri dari labu reaktor berkapasitas 1 kg, kondensor, funel berukuran 50 mL dan 100 mL, buret berukuran 10 mL).

Peralatan analisis yang digunakan adalah oven, timbangan analitik Adam PW 124, Malvern Zeta Nano *Particle Analyzer Nano Series* (Nano S), *differential*

*scanning calorimeter* (DSC), spektrofotometer FT-IR, dan *field emission scanning electron microscopy* (FE-SEM).

### III.1.2 Bahan

Monomer yang digunakan adalah monomer stirena (kandungan inisiator 10-15 ppm), butil akrilat (kandungan inisiator 10-15 ppm), monomer pengikat-silang glisidil metakrilat (GMA), *sodium persulfate* (NaPS) sebagai inisiator, surfaktan *sodium lauryl sulfate* (SLS) sebagai emulsifier, air demineral sebagai media pendispersi dan natrium hidroksida (NaOH). Semua bahan diperoleh dari PT Clariant Indonesia.

### III.2 Formulasi

Pembuatan *core* Stirena terdiri dari komposisi Stirena 84,4 g; SLS 1,17 g; NaPS 0,345 g; NaOH 0,135 g; air 402,4 g; GMA 9,6 g. Sedangkan pada tahap pembuatan *shell* Butil Akrilat dilakukan variasi konsentrasi inisiator NaPS. Dan untuk formula lengkapnya dapat dilihat pada lampiran.

### III.3 Metode Kerja

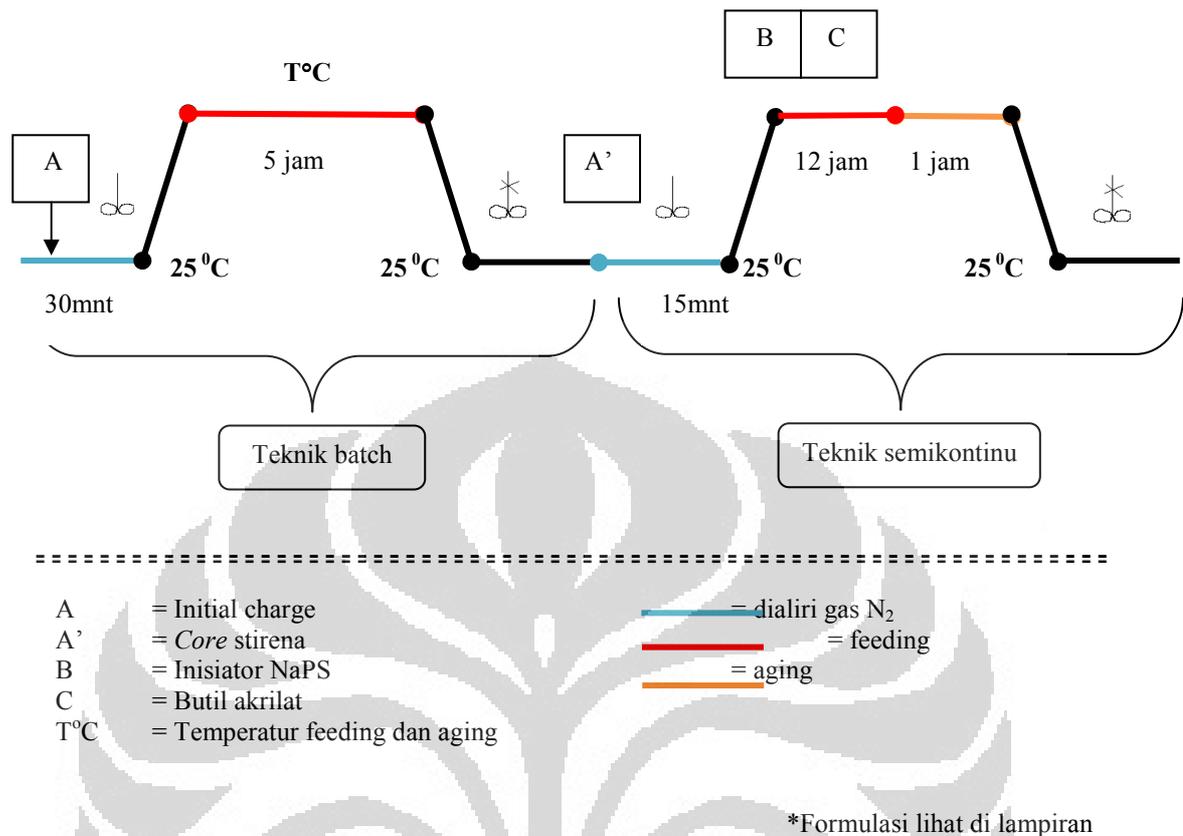
Pembuatan *core-shell* Stirena-BA akan dilakukan dalam dua tahap. Tahap pertama adalah pembuatan *core* Stirena dengan teknik Batch dan tahap kedua adalah pelapisan *shell* Butil Akrilat dengan teknik semikontinu. Pada tahap pertama formula yang digunakan adalah: Stirena 84,4 g; SLS 1,17 g; NaPS 0,345 g; NaOH 0,135 g; air 402,4 g; GMA 9,6 g. Formula ini diperoleh dari penelitian yang dilakukan oleh Yogi Dwisatria<sup>(2)</sup> dimana dengan formula ini diperoleh hasil konversi tertinggi sebesar 73,52% dengan ukuran *core* stirena sebesar 43,8 nm. Pada tahap kedua saat pelapisan *shell* komposisinya akan dilakukan variasi konsentrasi inisiator untuk memperoleh partikel *core-shell* berukuran 200nm – 300nm dengan persen konversi tertinggi.

### III.3.1 Polimerisasi *Core* Stirena dengan teknik Batch

Pembuatan *core* stirena dengan teknik Batch mula-mula dilakukan dengan mencampurkan larutan *initial charge* yang berisi air, surfaktan SLS, monomer stirena, monomer pengikat silang GMA dan inisiator NaPS ke dalam reaktor. Larutan *initial charge* kemudian dialiri gas N<sub>2</sub> selama 10 menit dengan laju alir rendah, lalu dilarutkan dengan pengadukan pada kecepatan 300 rpm sambil dipanaskan pada suhu 75°C selama 5 jam. Selanjutnya, reaktor didinginkan hingga mencapai temperatur 25°C kemudian produk yang terbentuk disaring.

### III.3.2 Polimerisasi *Shell* Butil Akrilat dengan teknik Semikontinu

Setelah hasil *core* didapatkan kemudian dilakukan tahap kedua untuk pembentukan *shell*. Sebelumnya reaktor dialiri gas N<sub>2</sub> terlebih dahulu dengan kecepatan rendah selama 10 menit dan temperatur dijaga konstan. Kemudian selama 12 jam dilakukan proses *feeding* larutan monomer butil akrilat yang ditambah dengan inisiator NaPS, NaOH, SLS dan air secara semikontinu untuk membentuk *shell* yang menyelimuti *core* polistirena. Setelah itu dilanjutkan *aging* selama 1 jam dengan pengadukan dan temperatur konstan. Kemudian didiamkan pada suhu kamar (25°C) dan pengadukan dihentikan. Produk yang terbentuk disaring dan dipisahkan. Konsentrasi inisiator NaPS pada saat *feeding* teknik semikontinu divariasikan pada konsentrasi 0,5%; 1%; dan 1,5%. Pada akhir polimerisasi ukur persen konversinya dengan metode *solid content*.



**Gambar 3.2** Polimerisasi *core-shell* stirena-BA dengan teknik batch-semikontinu

### III.4 Karakterisasi Hasil Polimerisasi

#### III.4.1 Pengukuran Kandungan Padatan/Persen Konversi (ASTM D 4456)

Menimbang  $\pm 2$  g emulsi ke dalam wadah *aluminium foil* yang telah diketahui bobot kosongnya. Sampel dipanaskan dalam oven pada temperatur  $105^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam. Sampel didinginkan dalam desikator dan ditimbang. Lalu dihitung total padatan dengan persamaan sebagai berikut

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

dimana  $W_1$  : Berat wadah kosong

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

$W_3$  : Berat sampel

### III.4.2 Pengukuran Spektum FT-IR

Sampel dan blanko akan diukur pada kisaran panjang gelombang mulai 400 nm sampai 4000 nm. Hasil spektra FT-IR dapat menunjukkan bahwa telah terjadi reaksi polimerisasi pada polimer emulsi *core-shell* stirena-butil akrilat secara adisi. Reaksi polimerisasi adisi terjadi dengan hilangnya ikatan rangkap terkonjugasi yang dapat diketahui dari adanya pergeseran bilangan gelombang C=O dari spektra polimer emulsi ke arah yang lebih besar dibandingkan bilangan gelombang C=O monomer standar

### III.4.3 Pengukuran Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel

Nilai indeks polidispersitas menggambarkan keseragaman partikel polimer dalam suatu polimer emulsi yang dihasilkan. 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. Alat yang digunakan adalah *Zeta Nano Particle Analyzer* dengan 5 kali pengukuran per sampel.

### III.4.4 Pengukuran Temperatur Transisi Gelas dengan DSC 60 A Shimadzu

Suhu transisi gelas ( $T_g$ ) merupakan suhu dimana suatu polimer melepaskan sifat-sifat gelasnya dan berubah menjadi lebih condong elastis seperti karet dan lama kelamaan akan mencair. Alat uji yang digunakan adalah DSC 60 A Shimadzu.

### III.4.5 Pengukuran Morfologi Partikel Polimer dengan FE-SEM

Partikel polimer yang terlalu kecil, sulit untuk menghamburkan sinar/cahaya tampak sehingga memiliki penampakan yang lebih transparan. Sedangkan partikel yang besar dapat menghamburkan cahaya sehingga tampak lebih keruh. Alat yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi morfologi partikel polimer adalah FE-SEM (*Field Emission Scanning Electron Microscopy*).

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

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

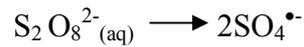
### IV.1 Polimerisasi *Core* Stirena

Pada penelitian ini pembuatan *core* stirena dilakukan dengan teknik *batch*. Teknik *batch* digunakan dalam pembuatan *core* stirena dikarenakan dengan teknik ini dapat menghasilkan persen konversi yang tinggi dengan ukuran partikel yang besar serta proses polimerisasi berlangsung lebih cepat karena pada teknik ini semua monomer, surfaktan dan inisiator dicampur pada awal reaksi sehingga monomer langsung dengan mudah bertumbukan dengan radikal inisiator<sup>[1]</sup>.

Tahapan pertama dalam penelitian ini ialah pembuatan *core* stirena yang dilakukan menggunakan inisiator natrium persulfat (NaPS). Komposisi yang digunakan pada tahap pembuatan *core* ini antara lain: inisiator NaPS, monomer stirena, pengikat silang GMA, surfaktan SLS, NaOH sebagai pengatur pH, dan air sebagai pelarutnya. Untuk formulanya digunakan formula dari hasil penelitian Yogi Dwisatria<sup>[2]</sup> dan dapat dilihat pada lampiran.

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

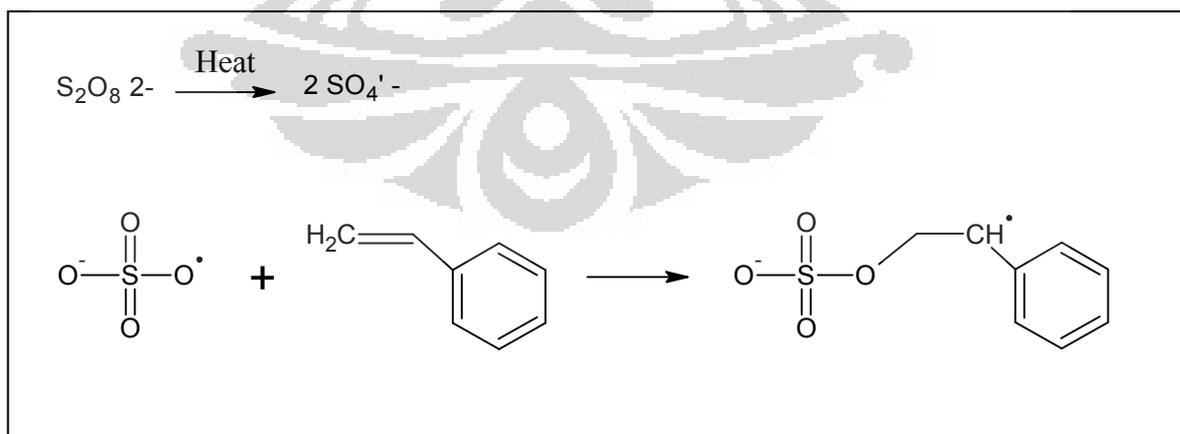
Inisiator natrium persulfat (NaPS) merupakan suatu garam yang lebih kuat sehingga akan lebih mudah terionisasi di dalam air menjadi ion Na<sup>+</sup> dan S<sub>2</sub>O<sub>8</sub><sup>2-</sup>. Anion persulfat S<sub>2</sub>O<sub>8</sub><sup>2-</sup> ini apabila berada pada suhu yang tinggi akan terdekomposisi termal menjadi sebagian besar radikal anion sulfat<sup>[8]</sup>.



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

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

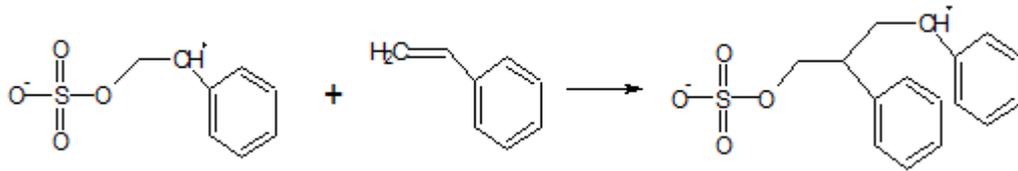
#### Dekomposisi Inisiator dan Inisiasi :



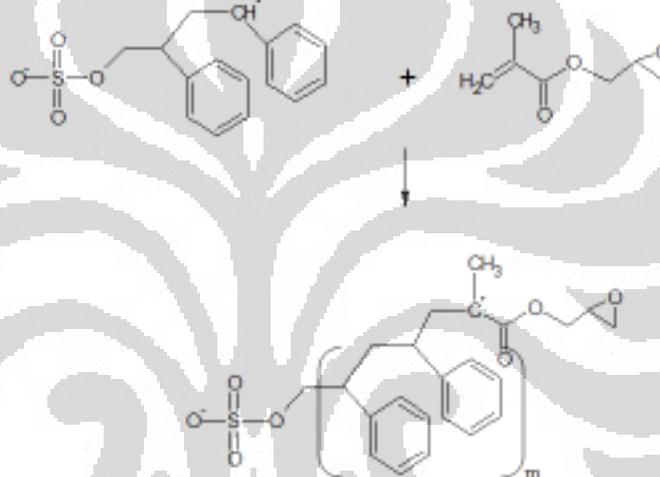
Gambar 4.1 Mekanisme reaksi inisiasi *core* stirena<sup>[2]</sup>

### Propagasi :

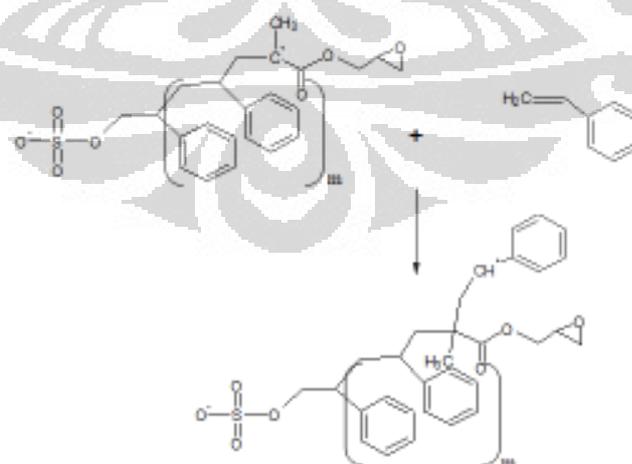
#### A. Penyerangan Monomer Stirena oleh Radikal Monomer



#### B. Penyerangan Monomer Pengikat Silang GMA oleh Radikal Polimer



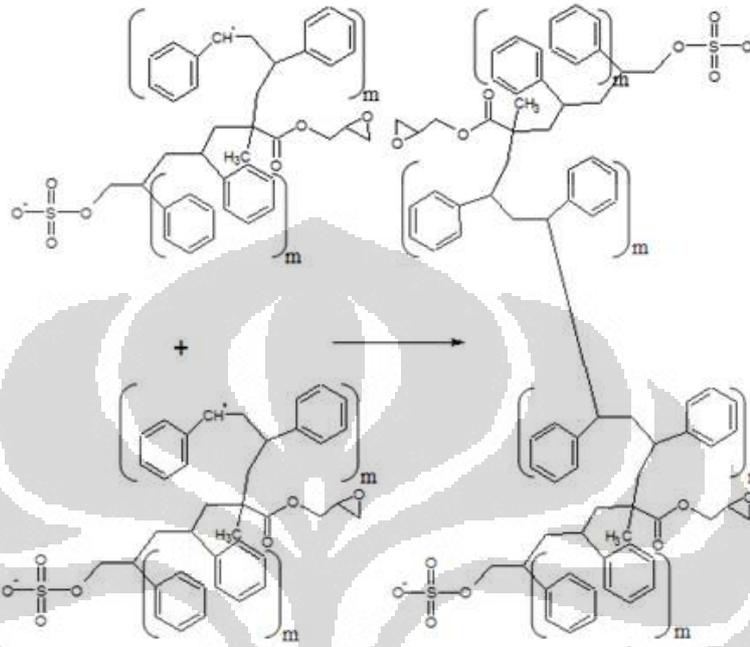
#### C. Penyerangan Monomer Stirena oleh Radikal polimer



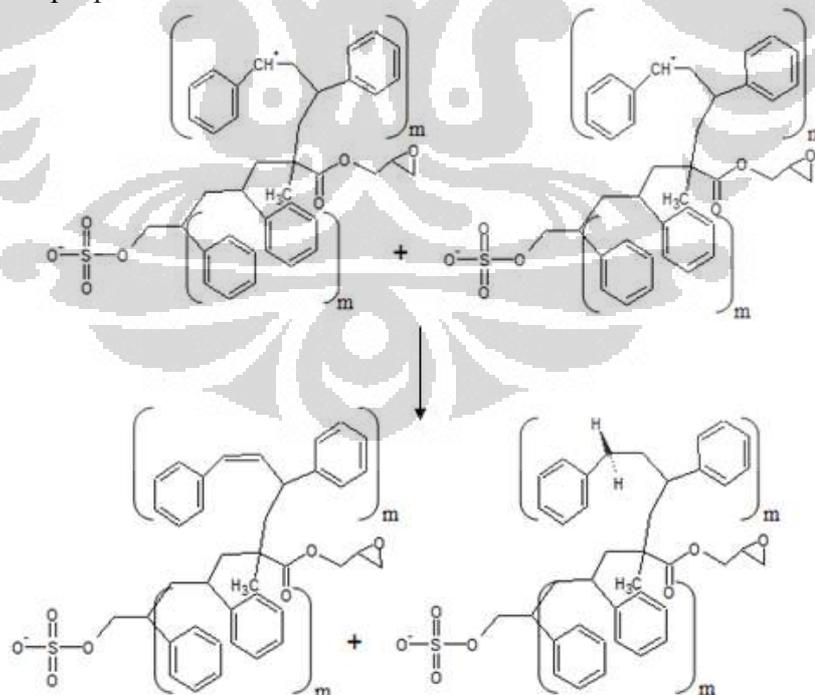
**Gambar 4.2** Mekanisme reaksi propagasi *core* stirena<sup>[2]</sup>

## Terminasi :

### A. Secara Kombinasi

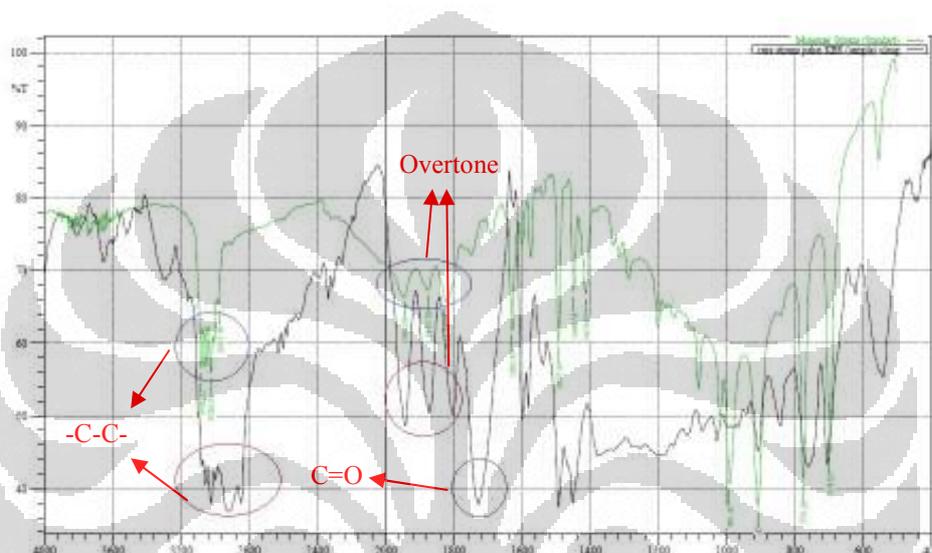


### B. Secara Disproporsionasi



**Gambar 4.3** Mekanisme reaksi terminasi *core* stirena<sup>[2]</sup>

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



**Gambar 4.4** Spektrum monomer stirena standar (hijau) dan *core* stirena (hitam)

Dari data spektra FTIR, diperoleh beberapa puncak (*peak*) yang khas. Untuk melihat telah terbentuknya polimer *core* stirena, dilakukan perbandingan antara spektra FTIR dari polimer *core* stirena hasil sintesis dengan monomer stirena standart. Pada bilangan gelombang  $3120\text{--}3000\text{ cm}^{-1}$  terdapat serapan yang dihasilkan oleh gugus karbon dan  $\text{-CH-}$  planar yang menyusun monomer stirena. Puncak yang khas untuk monomer stirena ialah pada bilangan gelombang  $2000\text{--}1800\text{ cm}^{-1}$  yang mengindikasikan adanya overtone dari ikatan konjugasi stirena, serapan pada  $1629,85\text{ cm}^{-1}$  yaitu gugus  $\text{C=CH}_2$  terminal, serapan pada  $1585\text{--}1625\text{ cm}^{-1}$  untuk  $\text{C=C}$  vinyl stretching terkonjugasi, dan serapan pada pada bilangan gelombang  $1448,54\text{ cm}^{-1}$  untuk gugus  $\text{-CH}_2\text{-}$  tekuk & ulur aromatik.

Dari polimer *core* stirena yang disintesis terlihat melebarnya spektrum gugus karbon dari  $3120\text{--}3000\text{ cm}^{-1}$  menjadi  $3120\text{--}2800\text{ cm}^{-1}$  hal ini menandakan

adanya penambahan gugus karbon alifatik dari pengikat silang GMA yang berarti bahwa *core* stirena telah terikat silang.

Selain itu pada bilangan gelombang  $1720\text{cm}^{-1}$  terdapat puncak khas dari gugus C=O. Munculnya puncak ini ialah dari penambahan pengikat silang glisidil metakrilat. Pada polimer *core* stirena yang dilakukan penambahan pengikat silang glisidil metakrilat seharusnya muncul peak pada daerah bilangan gelombang  $1250-1125\text{cm}^{-1}$  yang merupakan serapan kuat dari gugus C-O-C dan gugus epoksi glisidil metakrilat sedangkan pada polimer *core* stirena peak yang terlihat justru melebar hal ini mungkin disebabkan karena reaksi terikat silang yang terjadi pada *core* stirena.

Puncak serapan C=CH<sub>2</sub> terminal bergeser ke arah bilangan gelombang lebih kecil dengan intensitas lemah mengindikasikan monomer stirena telah terpolimerisasi sebagian. Hal ini diperkuat dengan hasil dari persen konversi yang diperoleh belum mencapai 100%.

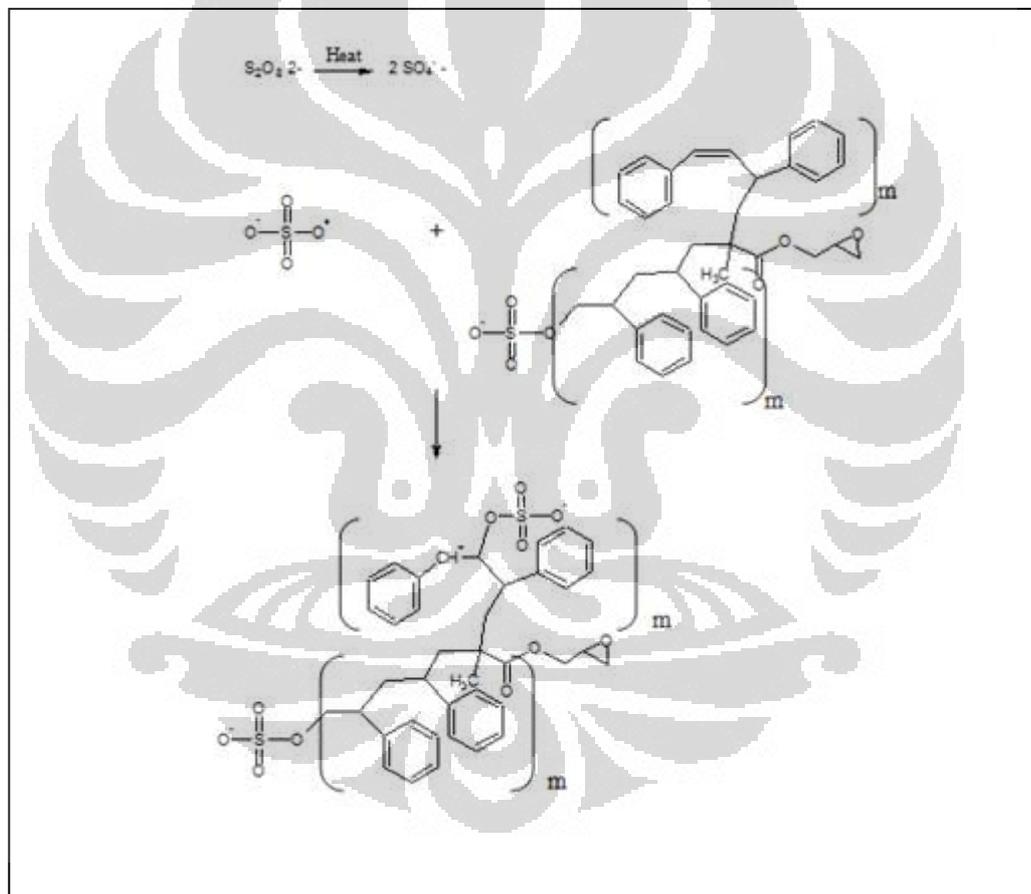
#### IV.2 Polimerisasi *Core-Shell* Stirena-Butil Akrilat

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

Reaksi pembentukan polimer *core-shell* stirena-butil didahului dengan pembentukan polimer *core* stirena. Polimer *core* stirena yang sebelumnya telah disintesis tidak diinisiasi secara langsung. Pada penelitian ini dekomposisi inisiator dilakukan lebih dahulu dengan membuat larutan *feeding* dari campuran monomer butil akrilat, SLS, inisiator NaPS, dan NaOH ke dalam air demineral

sebagai pelarutnya. Larutan *feeding* diaduk terus menerus menggunakan *magnetic stirrer* untuk mencegah terjadinya penggumpalan. Lalu dengan menggunakan infus dilakukan penetasan larutan *feeding* selama 12 jam dan selanjutnya dilakukan *aging* selama 1 jam untuk memberikan kesempatan untuk monomer dan inisiator sisa untuk berpolimerisasi. Suhu reaksi yang digunakan ialah 75°C dengan gas N<sub>2</sub> sebagai atmosphere di dalam reaktor. Berikut mekanisme reaksi polimerisasi *core-shell* stirena-butil akrilat dengan penambahan pengikat silang GMA pada pre-emulsi *core* stirena.

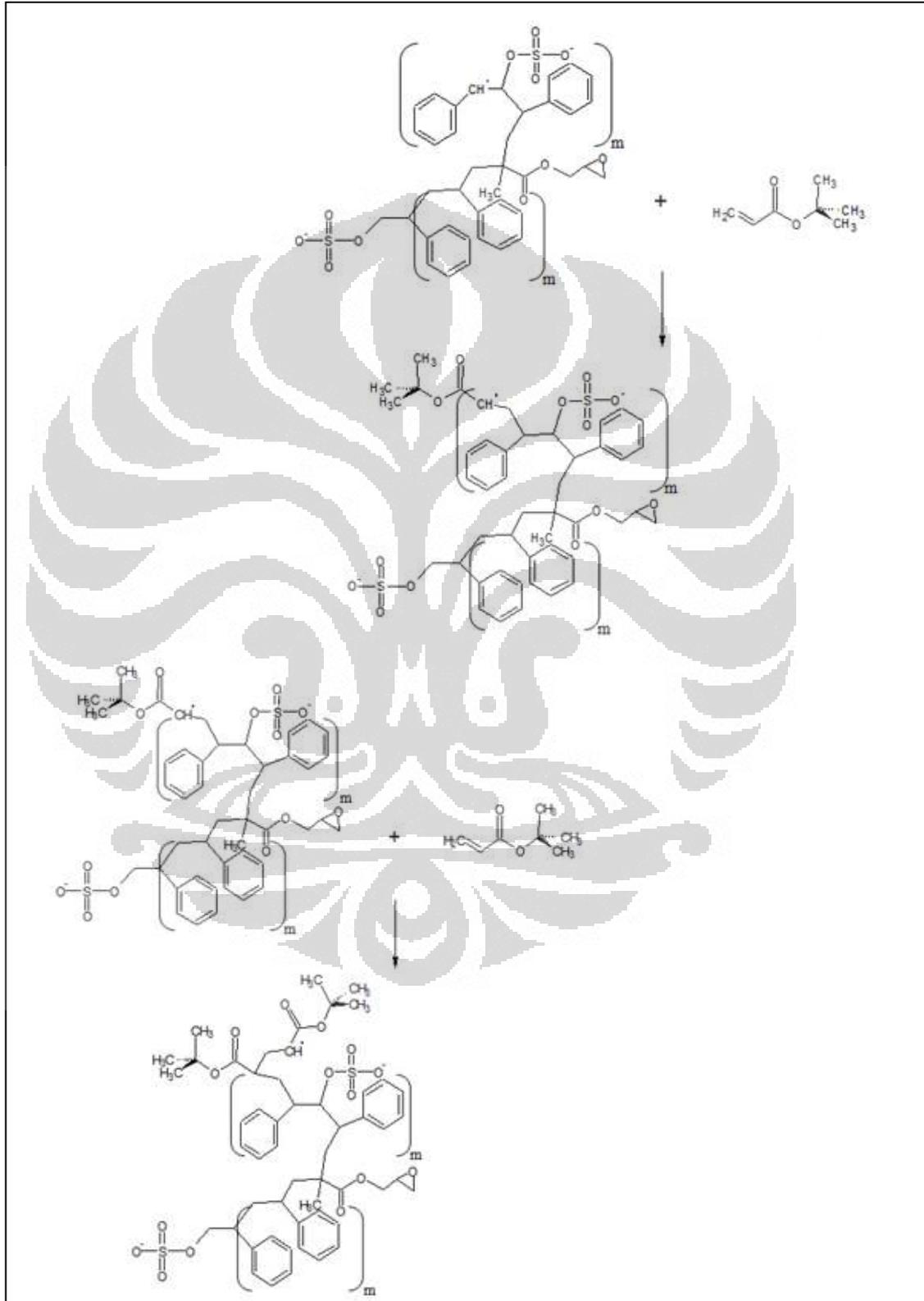
#### Dekomposisi Inisiator Tahap Kedua dan Inisiasi :



**Gambar 4.5** Mekanisme reaksi inisiasi *core-shell* stirena-butil akrilat<sup>[2]</sup>

### Propagasi :

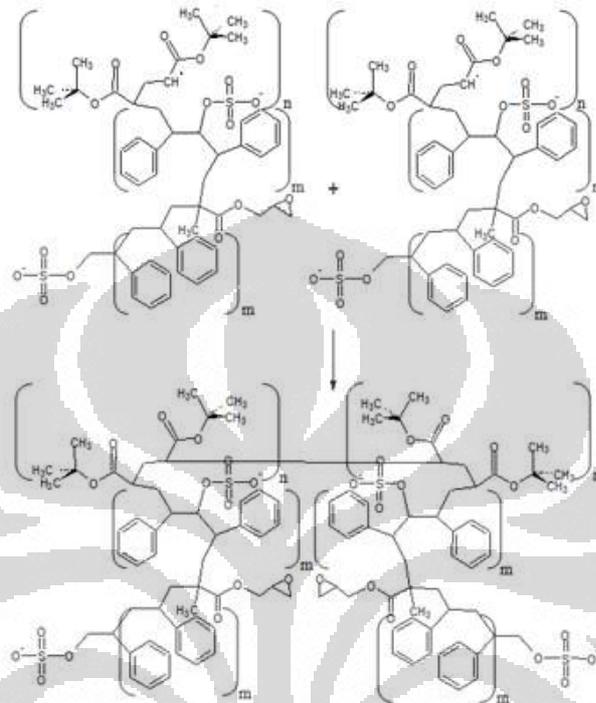
Penyerangan monomer butil akrilat sebagai *shell* oleh radikal polimer *core* stirena



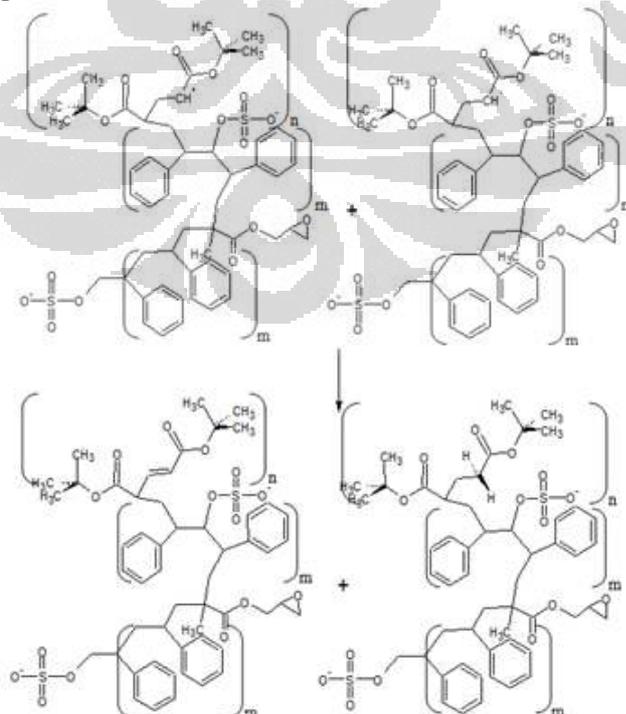
**Gambar 4.6** Mekanisme reaksi propagasi *core-shell* stirena-butil akrilat<sup>[2]</sup>

**Terminasi :**

**A. Secara Kombinasi**



**B. Secara Disproporsionasi**



**Gambar 4.7** Mekanisme reaksi terminasi *core-shell* stirena-butiril akrilat

Pada penelitian ini, polimerisasi *core-shell* stirena-butiril akrilat dilakukan variasi konsentrasi inisiator NaPS. Formulasi polimerisasi *core-shell* stirena-butiril akrilat dapat dilihat pada Lampiran 2.

Berikut hasil polimerisasi *core-shell* stirena-butiril akrilat berdasarkan persen konversi, ukuran partikel, dan distribusi ukuran partikel (indeks polidispersitas) yang terdapat pada Tabel 4.1. Sedangkan untuk kurva PSA dapat dilihat pada Lampiran 4.

**Tabel 4.1** Karakterisasi secara umum polimer *core-shell* stirena-butiril akrilat

Formulasi	Variasi		Karakterisasi			
	Konsentrasi Inisiator (%)	Kandungan Padatan (%)	Persen Konversi (%)	Ukuran Partikel Core (d.nm)	Ukuran Partikel Core-Shell (d.nm)	PDI (Poli-Dispersity Index)
CS I	0,5	16,34	59,94	65,77	188,8	0,162
CS II	1	9,96	43,53	119,1	181,3	0,250
CS III	1,5	9,25	33,52	119,1	134,3	0,167

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

Inisiator tahap kedua ini berfungsi untuk menyediakan sumber radikal bebas untuk menginisiasi monomer butiril akrilat yang ditambahkan sebagai *shell* agar dapat mengalami propagasi dengan polimer *core* stirena. Jenis inisiator termal yang digunakan masih sama seperti saat sintesis *core* stirena, yaitu inisiator NaPS.

Untuk mengetahui jumlah konsentrasi inisiator yang akan ditambahkan maka terlebih dahulu dibutuhkan *core* stirena yang memiliki persen konversi diatas 50%. Kandungan padatan atau *solid content* menggambarkan hasil polimer yang dihasilkan berdasarkan total formula polimerisasi kecuali air sebagai salah satu parameter sempurna reaksi polimerisasi. Semakin banyak *core* stirena yang terbentuk maka semakin besar pula peluang *core-shell* yang dapat dibentuk.

Solid content *core* stirena ini tak hanya mempengaruhi jumlah konsentrasi inisiator melainkan juga konsentrasi komposisi yang lainnya, seperti monomer butil akrilat, SLS, NaOH, dan air. Berikut perbandingan konsentrasi inisiator yang digunakan dapat diamati pada Tabel 4.2

<b>Formulasi</b>	<b>Inisiator (%)</b>	<b>Solid content Core stirena (%)</b>	<b>Konversi Core (%)</b>	<b>Konsentrasi inisiator (gr)</b>
CS I	0,5	20,85	94,77	0,295
CS II	1	17,91	81,41	0,660
CS III	1,5	17,91	81,41	0,990

Pada Tabel di atas, kandungan padatan dari *core* stirena yang digunakan terlihat berbeda untuk formula CS I dengan kedua formula yang lainnya yaitu CS II dan CS III. Hal ini disebabkan karena *core* stirena yang mampu dihasilkan terbatas hanya 500 mL sekali proses bahkan terkadang kurang dari 500 mL karena terjadi penguapan saat running *core* stirena. Sedangkan untuk membuat *core-shell* dibutuhkan 200 mL untuk sekali proses sehingga untuk memperoleh *core* stirena yang nilai kandungan padatannya sama menjadi sulit. Oleh karena itu *core* yang digunakan berbeda untuk formula CS I dengan CS II dan CS III.

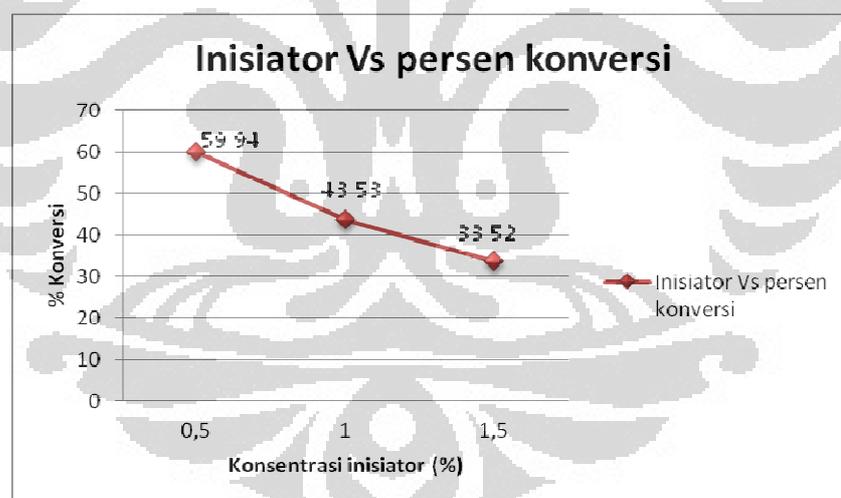
Dari Tabel di atas dapat dilihat bahwa *core* yang digunakan untuk ketiga formula *core-shell* hampir seluruhnya terpolimerisasi. Hal ini digambarkan dari persen konversi yang di atas 50%. Sehingga kemungkinan untuk terbentuknya *core-shell* akan semakin besar.

#### **IV.2.2 Pengaruh Konsentrasi Inisiator Tahap Kedua Terhadap Persen Konversi *Core-Shell* Stirena-Butil Akrilat**

Pengaruh inisiator tahap kedua ini dapat diamati pada Gambar 4.8. Dari gambar tersebut terlihat adanya pengaruh konsentrasi inisiator NaPS pada persen hasil konversi yang dihasilkan. Inisiator NaPS merupakan suatu garam kuat yang mudah terionisasi di dalam air dan dengan pemanasan yang tinggi menghasilkan

radikal bebas anion sulfat lebih cepat dan banyak. Semakin banyak radikal bebas yang tersedia maka tumbukan antara monomer dengan radikal semakin besar sehingga proses inisiasi lebih cepat terjadi dan pembentukan inti-inti sekunder lebih banyak sehingga dapat mempercepat laju polimerisasi yang menyebabkan persen konversi meningkat<sup>[29]</sup>. Namun pada Gambar 4.8 menunjukkan persen konversi yang dihasilkan oleh konsentrasi 0.5% NaPS lebih besar dibandingkan variasi konsentrasi lainnya. Penurunan persen hasil konversi ini kemungkinan disebabkan oleh semakin banyaknya konsentrasi inisiator NaPS maka semakin banyak radikal yang terbentuk dan justru berinteraksi dengan radikal inisiator lainnya. Sehingga semakin banyak inisiator justru makin mempercepat proses terminasi. Selain itu dapat dimungkinkan karena proses pengadukan yang tidak sempurna sehingga misel polimer *core-shell* yang terbentuk pecah<sup>[3]</sup>.

Pada penelitian ini telah berhasil disintesis polimer *core-shell* stirena-butil akrilat dengan persen konversi paling besar yaitu 59,94% sedangkan pada penelitian Yogi Dwisatria sebelumnya hanya 45,61%.



**Gambar 4.8** Pengaruh penambahan inisiator tahap kedua terhadap persen konversi

Teori Smith Ewart<sup>[8]</sup> menyatakan bahwa dengan meningkatnya konsentrasi inisiator yang digunakan maka radikal bebas yang dihasilkan dari dekomposisi inisiator akan lebih banyak dan akan meningkatkan laju polimerisasi sehingga persen konversi yang dihasilkan akan lebih tinggi.

Laju polimerisasi umumnya dipengaruhi oleh konsentrasi inisiator dan konsentrasi monomer. Namun selain kedua faktor itu, ada faktor lain yaitu

surfaktan yang menyediakan misel sebagai tempat terjadinya polimerisasi. Capek<sup>[24]</sup> menyatakan bahwa laju polimerisasi meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi surfaktan sehingga persen konversi juga akan meningkat. Penurunan persen konversi kemungkinan dapat terjadi karena adanya misel yang tidak aktif (misel inaktif). Berikut disajikan perbandingan konsentrasi inisiator dan SLS yang digunakan pada Tabel 4.3

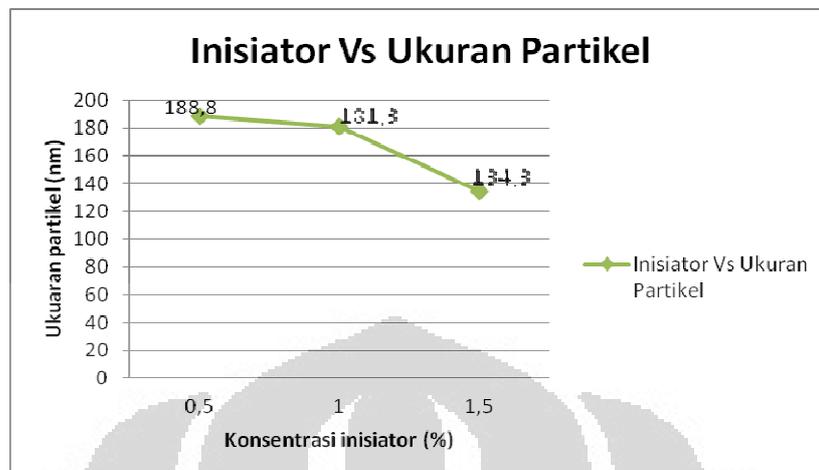
<b>Formulasi</b>	<b>Konsentrasi Inisiator (g)</b>	<b>Konsentrasi SLS (g)</b>	<b>Konversi (%)</b>
CS I	0,295	0,615	59,94
CS II	0,660	0,550	43,53
CS III	0,990	0,550	33,52

Menurut George Odian<sup>[4]</sup>, di dalam sistem polimer emulsi mengandung tiga tipe partikel yaitu, monomer droplet misel inaktif yang tidak terjadi polimerisasi di dalamnya dan misel aktif yang terjadi polimerisasi di dalamnya. Tidak aktifnya misel disebabkan oleh sulitnya monomer radikal masuk ke dalam misel sehingga polimerisasi pada beberapa misel tidak terjadi.

Adanya misel inaktif mengurangi tempat untuk berpolimerisasi sehingga menghambat laju polimerisasi. Hal ini mengakibatkan persen konversi menjadi rendah.

#### **IV.2.3 Pengaruh Konsentrasi Inisiator Tahap Kedua Terhadap Ukuran dan Distribusi Partikel *Core-Shell* Stirena-Butil Akrilat**

Pada Gambar 4.9 dapat diamati pengaruh inisiator NaPS terhadap ukuran partikel polimer *core-shell* stirena-butil akrilat yang terbentuk. Dari gambar tersebut terlihat penambahan inisiator menghasilkan ukuran partikel yang semakin kecil.



**Gambar 4.9** Pengaruh penambahan inisiator tahap kedua terhadap ukuran partikel

Pada penelitian ini telah berhasil disintesis polimer *core-shell* stirena-butil akrilat dengan ukuran yang lebih besar dari penelitian Yogi Dwisatria yaitu 188,8 nm sedangkan pada penelitian sebelumnya hanya diperoleh ukuran 48,72 nm.

Faktor keberhasilan yang mempengaruhi pembentukan *core-shell* stirena-butil akrilat pada penelitian ini adalah waktu feeding pre-emulsi yang lebih lama yaitu 12 jam dibandingkan penelitian sebelumnya yang hanya 1 jam. Selain itu faktor penetasan larutan pre-emulsi yang lebih konstan menggunakan selang infus.

Secara teoritis, dengan meningkatnya konsentrasi inisiator maka ukuran partikel yang dihasilkan akan menjadi lebih kecil karena meningkatnya radikal bebas yang terbentuk. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Krishan et. al.<sup>[23]</sup> dan Capek<sup>[24]</sup>.

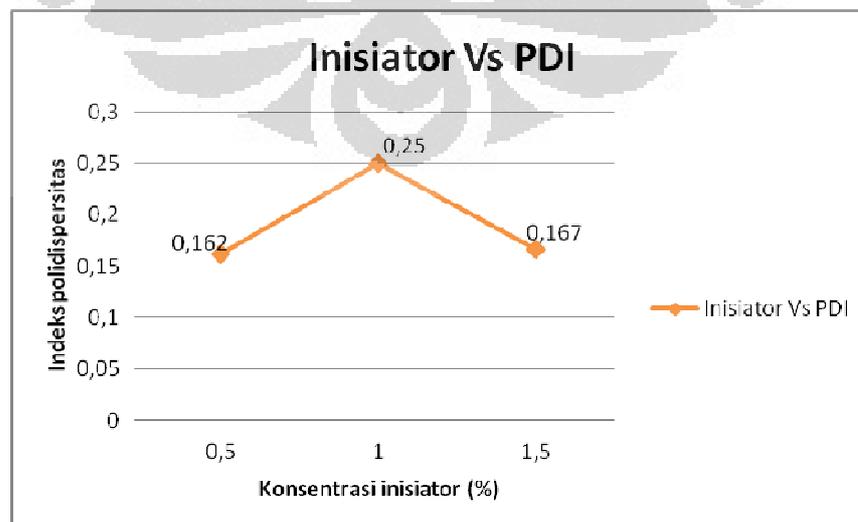
Hal ini juga berkaitan dengan kemampuan dekomposisi inisiator membentuk radikal bebas. Semakin lambat kemampuan inisiator terionisasi di dalam air maka semakin lambat dekomposisi inisiator membentuk radikal bebas sehingga semakin lambat proses terminasi terjadi. Oleh karena radikal bebas yang dihasilkan lebih lambat maka monomer butil akrilat yang ditambahkan tidak langsung membentuk homopolimer tetapi berikatan dan bereaksi dengan polimer *core* stirena membentuk polimer *core-shell* stirena-butil akrilat.

Untuk distribusi ukuran partikel polimer *core-shell* yang terbentuk dapat dilihat pada Gambar 4.10. Dari gambar tersebut terlihat nilai PDI untuk polimer

*core-shell* stirena-butyl akrilat dengan inisiator NaPS 0,5% yaitu 0,162. Kemudian nilai PDI untuk inisiator NaPS 1% sebesar 0,250. Dan nilai PDI inisiator NaPS 1,5% sebesar 0,167. Nilai PDI yang dihasilkan lebih rendah menandakan ukuran partikel yang terbentuk seragam/sama yang bersifat monomodal (*monodisperse*). Namun karena nilai indeks polidispersitas yang diperoleh bernilai antara 0,1-0,5 maka 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 *monodisperse*)<sup>[16]</sup>

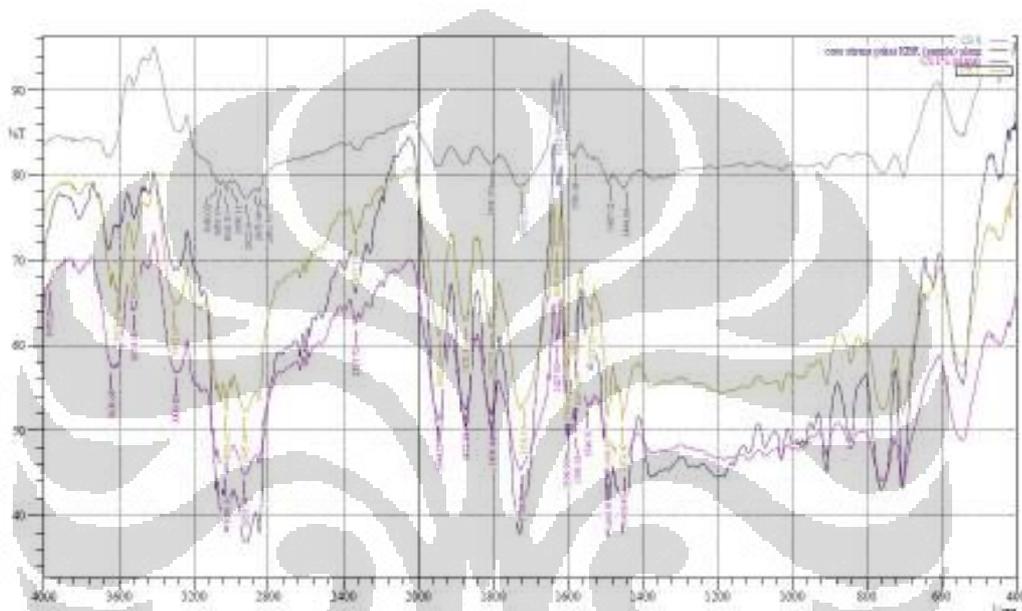
Penambahan inisiator NaPS 0,5% menghasilkan distribusi ukuran partikel yang bersifat monomodal (*monodisperse*) karena lebar *peak* kurva hasil pengukuran PSA yang cenderung sempit<sup>[16,25]</sup> namun untuk inisiator NaPS 1% distribusi ukuran partikel bersifat polimodal (*polidisperse*) karena lebar *peak* kurva cenderung lebar dan menghasilkan dua puncak yang bergabung sedangkan untuk NaPS 1,5% juga menunjukkan distribusi polimodal (*polidisperse*) karena memiliki dua *peak*.

Semakin banyak suatu inisiator terdekomposisi menjadi radikal bebas maka peluang terbentuknya inti-inti sekunder akan semakin besar<sup>[29]</sup>. Hal ini akan mempengaruhi distribusi atau keberagaman dari ukuran partikel yang terbentuk. Distribusi ukuran partikel hasil pengukuran *particle size analyser* (PSA) dapat dilihat pada Lampiran 4.



**Gambar 4.10** Pengaruh penambahan inisiator tahap kedua terhadap distribusi ukuran partikel

Polimer *core-shell* stirena-butil akrilat yang telah disintesis pada penelitian ini kemudian dikarakterisasi menggunakan FTIR<sup>(1,26,27,28)</sup>. Dengan FTIR dapat diketahui gugus-gugus yang terbentuk pada polimer *core-shell* stirena-butil akrilat. Hasil spektra yang dihasilkan lalu dibandingkan dengan spektra monomer standart stirena dan butil akrilat. Data spektrum FTIR polimer *core-shell* stirena-butil akrilat dapat dilihat pada Lampiran 1.



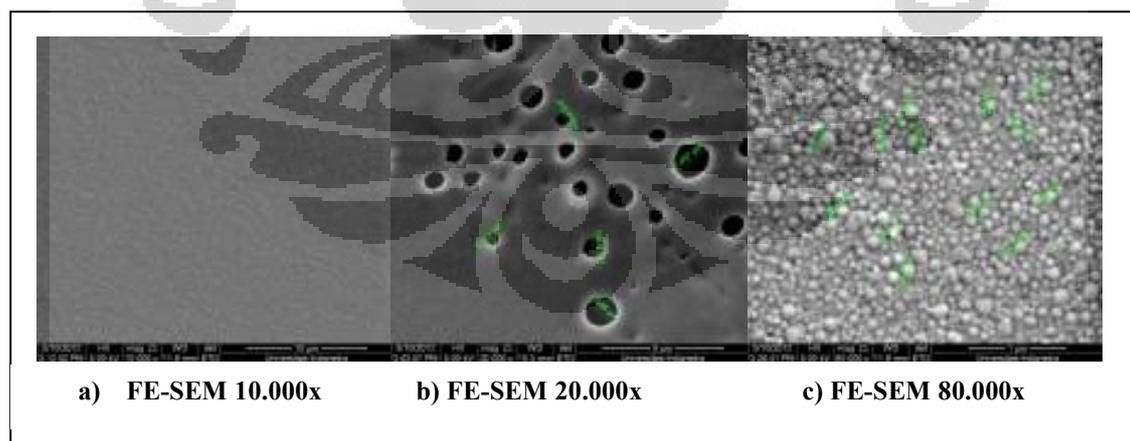
**Gambar 4.11** Spektra FTIR *core* stirena dan *core-shell* stirena butil akrilat berbagai variasi

Dari data spektra monomer standar stirena terlihat puncak serapan yang khas, yaitu berada pada daerah bilangan gelombang pada bilangan gelombang  $1629,85 \text{ cm}^{-1}$  yaitu gugus  $\text{C}=\text{CH}_2$  terminal, kemudian  $1585\text{-}1625 \text{ cm}^{-1}$  untuk  $\text{C}=\text{C}$  vinyl stretching terkonjugasi, dan gugus  $-\text{CH}_2-$  tekuk & ulur aromatik pada bilangan gelombang  $1448,54 \text{ cm}^{-1}$ . Sedangkan puncak serapan yang khas untuk monomer standar butil akrilat yaitu serapan dari gugus  $\text{C}=\text{CH}_2$  pada bilangan gelombang  $1637,56 \text{ cm}^{-1}$  dan serapan dari gugus esternya yang memiliki puncak khas pada bilangan gelombang  $1720\text{-}1735 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan serapan dari gugus karbonil dan puncak pada  $1160\text{-}1260 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan serapan stretching asimetris-simetris dari ikatan  $\text{C-O-C}$ .

Pada data spektra polimer *core-shell* diperoleh puncak serapan gugus  $\text{C}=\text{CH}_2$  nampak bergeser menjadi  $1627,92 \text{ cm}^{-1}$ , namun serapan ini masih lemah

mengindikasikan bahwa monomer stirena dan butil akrilat telah terpolimerisasi sebagian. Pergeseran ke arah bilangan gelombang yang lebih kecil menandakan bahwa ikatan yang terbentuk menjadi lebih kuat yang artinya ikatan rangkap telah terputus dan berubah menjadi ikatan tunggal. Puncak serapan gugus karbonil C=O monomer butil akrilat pada bilangan gelombang  $1728,25\text{ cm}^{-1}$  terlihat juga pada spektra *core-shell* pada  $1724,36\text{ cm}^{-1}$  ini disebabkan karena gugus karbonil tidak mengalami polimerisasi maupun reaksi yang lainnya. Intensitas serapan yang dihasilkan oleh *core-shell* pun sangat tinggi, hal ini dapat disebabkan dari jumlah karbonil yang bertambah dari monomer butil akrilat dan karbonil dari pengikat silang GMA. Sedangkan serapan dari gugus ester milik monomer butil akrilat tidak muncul pada spektra *core-shell*. Serapan yang seharusnya muncul adalah serapan milik ikatan C-O-C pada  $1160-1260\text{ cm}^{-1}$  namun pada spektra *core-shell* puncak serapan mulai dari bilangan gelombang  $1000-1200\text{ cm}^{-1}$  justru tampak bergabung sehingga puncak seolah-olah melebar.

Karakterisasi berikutnya ialah morfologi partikel menggunakan FE-SEM. Karakterisasi dengan FE-SEM ini dilakukan pada polimer *core-shell* stirena-BA CS I dengan konsentrasi inisiator 0,5%. Pengamatan dilakukan dengan pembesaran mulai dari 10.000 kali, 20.000 kali, dan 80.000 kali. Hasil pengukuran dengan FE-SEM dapat dilihat pada Gambar 4.12.



**Gambar 4.12** Morfologi Partikel Polimer *Core-Shell* Stirena-BA

Dari Gambar 4.12 terlihat bentuk polimer *core-shell* stirena-BA hasil sintesis yang berbentuk bulat (*spherical*). Pengamatan dilakukan pada titik-titik

berbeda dan memberi hasil yang berbeda pula. Faktor yang menyebabkan *core-shell* tidak terbentuk adalah adanya misel inaktif yang mengurangi tempat untuk berpolimerisasi sehingga menghambat laju polimerisasi. Gambar di tengah adalah *core-shell* stirena-butil akrilat dengan warna hitam adalah *core* stirena dan *shell* tipis diluarnya adalah butil akrilat. Perbedaan warna diakibatkan dari perbedaan indeks bias cahaya kedua monomer tersebut. Polistirena bersifat sangat amorphous dan mempunyai indeks refraksi tinggi yaitu 1,5467 sedangkan polibutil akrilat memiliki indeks refraksi yang lebih rendah yaitu 1,474<sup>[46-47]</sup>.

Kemudian dilakukan karakterisasi termal dengan DSC untuk mengetahui temperatur transisi gelas ( $T_g$ ) dari polimer *core-shell* stirena-butil akrilat hasil sintesis. Temperatur transisi gelas ( $T_g$ ) suatu polimer *core-shell* dengan dua monomer penyusun tetap memiliki karakteristik termal dari masing-masing monomernya. Sedangkan untuk kopolimer biasa yang juga terdiri dari dua monomer dihasilkan polimer baru yang memiliki karakteristik termal dan sifat fisik yang berbeda dari monomernya. Pada kopolimer biasa,  $T_g$  yang dihasilkan merupakan gabungan  $T_g$  dari kedua monomer penyusunnya.

Dari hasil pengukuran yang dilakukan pada polimer *core-shell* stirena-BA (kurva DSC dapat dilihat pada Lampiran 5) menunjukkan bahwa  $T_g$  yang muncul hanya satu nilai  $T_g$ , yaitu  $89,11^{\circ}\text{C}$  untuk NaPS 0,5%;  $91,94^{\circ}\text{C}$  untuk NaPS 1%; dan  $100,89^{\circ}\text{C}$  untuk NaPS 1,5%.

Nilai  $T_g$  yang dihasilkan tidak jauh berbeda dari nilai  $T_g$  teoritis stirena, yaitu  $100^{\circ}\text{C}$  tetapi nilai  $T_g$  untuk butil akrilat pada suhu  $-54^{\circ}\text{C}$  tidak muncul pada kurva DSC. Tidak munculnya nilai  $T_g$  untuk butil akrilat tersebut dikarenakan pengukuran DSC tidak dilakukan suhu  $-80^{\circ}\text{C}$  karena keterbatasan kemampuan alat.

## BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

### V.1 Kesimpulan

1. Pada penelitian ini telah berhasil diperoleh polimer *core* stirena dengan kandungan padatan (*solid content*) 17-20% dan polimer tahap kedua, *core-shell* stirena-butil akrilat, diperoleh dengan persen konversi sebesar 33-59%.
2. Pada penelitian ini juga berhasil diperoleh polimer *core* stirena dengan ukuran partikel berkisar antara 65-119 nm. Kemudian setelah dilapisi *shell* butil akrilat ukuran partikel menjadi sekitar 134-188 nm.
3. Pada penelitian ini telah berhasil diperoleh polimer *core* stirena dan *core-shell* stirena-butil akrilat yang bersifat monomodal (*monodisperse*) pada variasi konsentrasi inisiator 0,5% yang artinya ukuran partikel telah seragam. Namun untuk konsentrasi 1% dan 1,5% distribusi partikel *core-shell* bersifat polimodal (*polydisperse*) yang artinya ukuran partikel pada variasi itu tidak seragam.
4. Penurunan persen konversi dapat terjadi karena adanya misel yang tidak aktif (misel inaktif) akibat jumlah surfaktan yang lebih sedikit dari jumlah inisiator. Konsentrasi inisiator NaPS tahap kedua yang bertambah namun tidak diiringi dengan penambahan SLS memberikan pengaruh pada hasil persen konversi dan ukuran partikel.

### V.2 Saran

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

1. Menggunakan monomer dengan kemurnian yang lebih tinggi atau memurnikan monomer dari inisiatornya dengan cara destilasi vakum. Monomer yang telah bebas dari inisiator akan mempengaruhi proses inisiasi.
2. Meningkatkan konsentrasi surfaktan seiring dengan bertambahnya jumlah inisiator untuk mencegah terjadinya misel inaktif.
3. Menurunkan inisiator untuk mencegah terbentuknya inti-inti sekunder yang terlalu banyak yang akan mengakibatkan menurunnya ukuran partikel.

## Daftar Pustaka

1. Irawadi, H. 2007. "*Pengaruh Inisiator Redoks  $H_2O_2$ -Asam Askorbat dan Pengikat Silang Glisidil Metakrilat terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel pada Polimerisasi emulsi Core-Shell Butil Akrilat-Stirena*". Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI
2. Dwisatria, Yogi. 2012. "*Sintesis Polimer Core-shell Stirena-Butil Akrilat: Pengaruh Jenis Inisiator dan Pengikat Silang Glisidil Metakrilat Terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel*". Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI
3. Enggrit K, D. 2009. "*Polimerisasi Core-Shell Metil Metakrilat-Butil Akrilat: Pengaruh Pengikat Silang, Suhu Polimerisasi dan Konsentrasi Monomer Terhadap Distribusi Ukuran Partikel*". Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI
4. Odian, George. 2003. "*Principles of Polymerization 4<sup>th</sup> edition*". A John Wiley & Sons, Inc., Publication-New York: xxiv + 789 hlm
5. Asua, J. M., Ed. 1997. "*Polymeric Dispersions: Principles and Applications*". Kluwer Academic: Dordrecht
6. Lovell, P. A.; El-Aasser, M. S., Efs. 1997. "*Emulsion Polymerization and Emulsion Polymers*". Wiley: Chichester, England
7. Warson, H.; Finch, C. A. 2001. "*Applications of Synthetic Resin Latices*". Wiley: Chichester, England
8. Urban, D.; Takamura, K., Eds. 2002. "*Polymer Dispersions and Their Industrial Applications*". Wiley-VCH: Weinheim, Germany
9. Hang tao Zhang. "*Concentrated Emulsion Polymerization of Methyl Methacrylate/Butyl Acrylate Initiated by a Redox System*". J. Appl. Polymer sci. 97. 1695-1701.
10. Helmiyati, Budianto, Emil. Arinda, Nitri. 2009. "*Polimerisasi Emulsi Etil Akrilat: Pengaruh Konsentrasi Surfaktan, Inisiator dan Teknik Polimerisasi Terhadap Distribusi Ukuran Partikel*". Makara Sains. Vol 13, 59-64. No. 1
11. Baumstark, F. Tiarks, "*Studies For a New Generation of Acrylic Binders for Exterior Wood Coatings. Macromolecul. Symp*". p. 187
12. 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

13. Malcolm, P. S. 2007. "*Polymer Chemistry : An Introduction, diindonesiakan oleh Lis Sopyan*". PT Pradnya Paramita: Jakarta
14. Pramauro, E.; Pelezetti, E, *et al.* 1996. "*Surfactan in Analytical Chemistry: Applications of Organized Amphiphilic Media*". Elsevier Science: Amsterdam
15. 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
16. Malvern Instrument Ltd. 2003. "*Zetasizer Nano Series User Manual*". United Kingdom
17. Abdullah, I. 2007. "*Studi Polimerisasi Core-Shell Metil Metakrilat-Butil Akrilat: Pengaruh Konsentrasi Monomer, Jenis dan Komposisi Inisiator terhadap Ukuran Partikel dan Indeks Polidispersitas.*" Karya Utama Sarjan Departemen Kimia: FMIPA UI
18. <http://www.dow.com/acrylic/products/gma.html>  
(10 April 2012, pukul 19.35 WIB)
19. <http://www.physchem.ox.ac.uk/MSDS/ME/butylacrylic.html>  
(10 April 2012, pukul 20.10 WIB)
20. <http://www.physchem.ox.ac.uk/MSDS/ME/styrene.html>  
(19 April 2012, pukul 17.45 WIB)
21. <http://datasheets.scbt.com/sc-203401.pdf>  
(23 April 2012, pukul 13.00 WIB)
22. Oktavia, E. 2006. "*Studi Pendahuluan Polimerisasi Emulsi Opal (Colorant Emulsion) Polistirena-ko-Polibutil Akrilat*". Karya Utama Magister Departemen Kimia: FMIPA UI
23. Krishan, T., M. Margaritova. "*A Study of Emulsion Polymerization*". Journal of Polymer Science (52) 139-145. 1961
24. Capek. 1991. "*Seeded Emulsion Polymerization of Butyl Acrylate*". Acta Polymerica (42) nr.6
25. 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
26. Kim, S. H, *et al.* 2003. "*Synthesis of Polystyrene/Poly(butyl acrylate) Core-Shell Latex and Its Surface Morphology*". J. of Applied Polym. Sci. vol 88,595-601

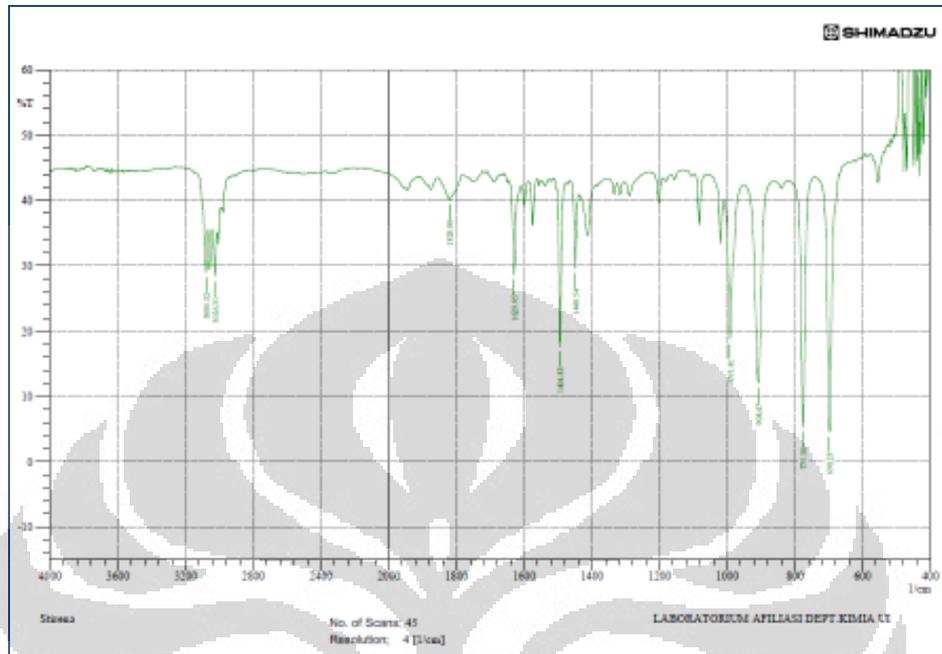
27. Sudjadi. 1983. *“Penentuan Struktur Senyawa Organik”*. Ghalia Indonesia: Jakarta
28. Williams, H. D., I. Flemming. 1980. *“Spectroscopic Methods in Organic Chemistry”*. McGraw-Hill Book Company: UK
29. Arifayu addiena kurniatri. 2003. *“Homopolimerisasi Butil Akrilat: Pengaruh Konsentrasi Inisiator APS, Monomer BA, dan Surfaktan SLS Terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel”*. Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI
30. Braun, D., H, Cherdron., M.Rehahn., H, Ritter., B, Voit. 2005. *Polymer Synthesis: Theory ad Practice, Fundamentals, Methods, Experiment*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg; xii + 385 hlm
31. Schmidt-Thummes, J. E. Schwarzenbach, D.I.Lee in. 2002. *“Polymer Dispersion and Their Industrial Applications”*, Urban, D, Takamura K, (Eds). Wiley-VCH Verlag GmbH, Weinhe
32. Utami, R. 2008. *”Pengaruh Konsentrasi Surfaktan Sodium Lauryl Sulfate (SLS), Inisiator Ammonium Peroxodisulfate (APS) dan Teknik Polimerisasi terhadap Ukuran Partikel dan Distribusi Partikel Pada Homopolimerisasi Butil Akrilat”*. Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI
33. Hendry. 2007. *“Pengaruh Jenis Inisiator dan konsentrasi monomer Terhadap Ukuran dan Distribusi ukuran partikel pada polimerisasi core-shell stirena-butil akrilat”*.Karya Utama Sarjana Departemen Kimia: FMIPA UI
34. Yulizar, Yoki dkk. 2005. *“Diktat Kuliah Kimia Permukaan”*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI
35. Anon., *“Instruction Manual Malvern Zeta Sizer”*, Biotech, Germany, 2005, p. 132.
36. Fried, J. R. 1986. *”Polymer Science and Technology”*. Prentice Hall PTR: New Jersey
37. 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
38. 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

39. 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
40. Rios, L, *et al.* 1991. "Polystyrene(1)/poly(butyl acrylate-methacrylic acid)(2) core-shell emulsion polymers. Part I. Synthesis and colloidal characterization". Colloid Polym Sci. vol 269:812-824
41. Perez-Carrillo, L. A, *et al.* 2007. "Effect of Particle size on the mechanical properties of polystyrene and poly (butyl acrylate) core/shell polymers". J. Polym. vol 48,1212-1218
42. Hidalgo, M. *et al.* 1992. "Polystyrene(1)/poly(butyl acrylate-methacrylic acid)(2) core-shell emulsion polymers. Part II: Thermomechanical properties of latex films". Colloid Polym Sci. vol 270:1208-1221
43. O'Callaghan, *et al.* 1995. "Emulsion Polymerization of Supramicron, Monodisperse Acrylic Copolymer Particles with Core-Shell Structures". J. Polym. Sci., 33,1849-1857
44. Yang, W., *et al.* 1999. "Dispersion Copolymerization of Styrene and Glycidyl Metakrylate in Polar Solvents". Colloid Polym Sci 277: 446-451
45. Zhou, Yanmei., *et al.* 2011. "Adsorption of Chromium (VI) from aqueous solutions by cellulose modified with  $\beta$ -CD and quaternary ammonium groups". Journal of Hazardous Materials. vol 187: 303-310
46. Cowd, M.A. 1991 "Kimia Polimer". Penerbit ITB: Bandung.
47. Utiya, Azizah. 2004. "Polimer". UNESA-PRESS: Surabaya

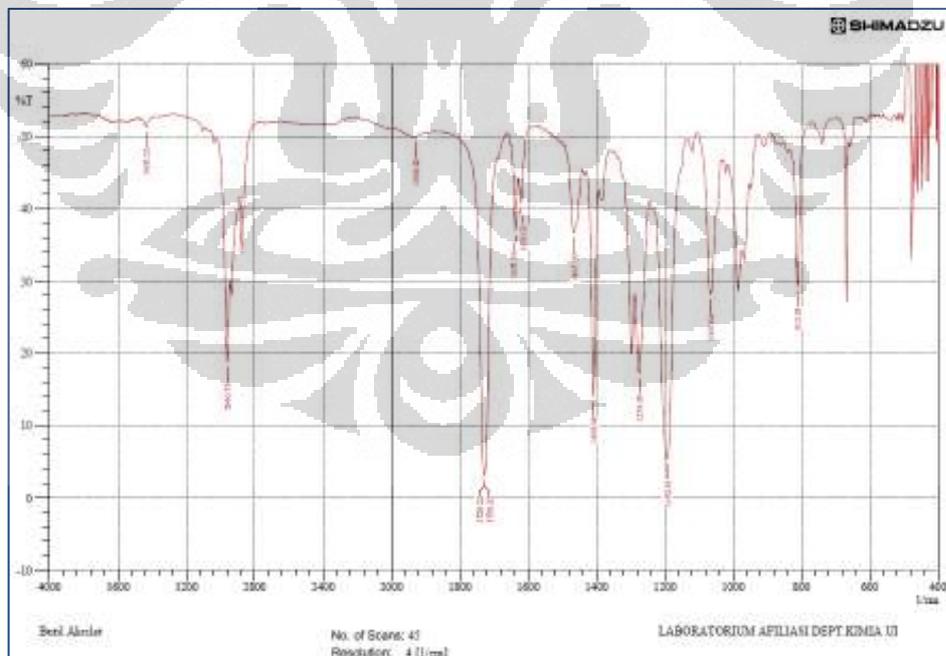
## LAMPIRAN

### LAMPIRAN 1: Spektra FT-IR

#### A. Standart Monomer



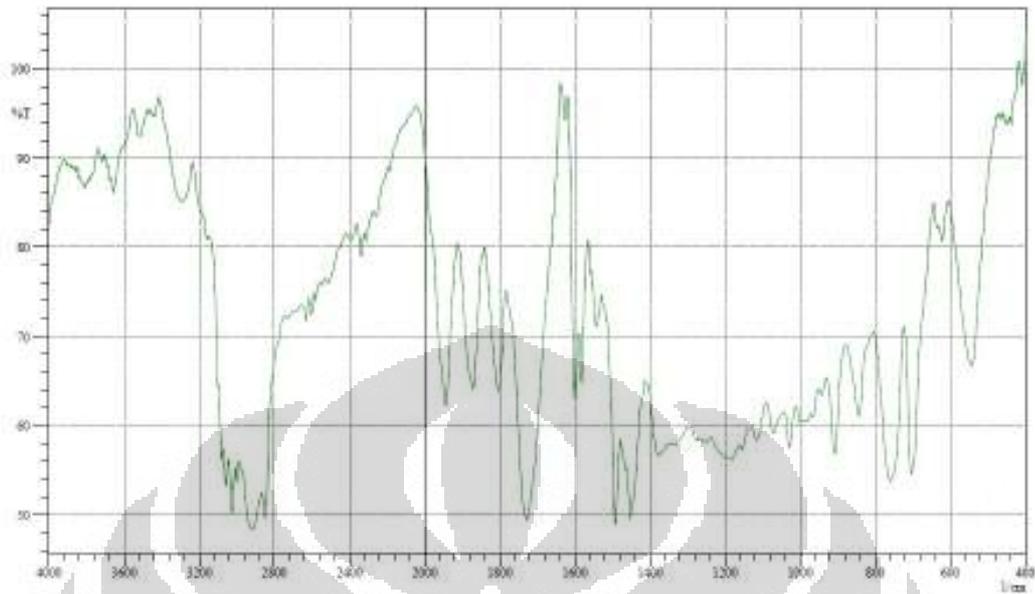
Monomer Standar Stirena



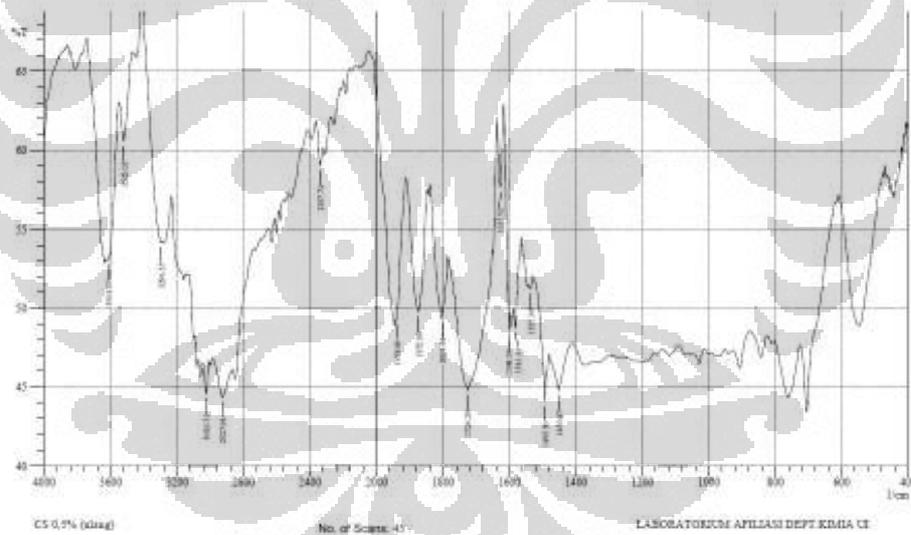
Monomer Standar Butil Akrlat

(Lanjutan)

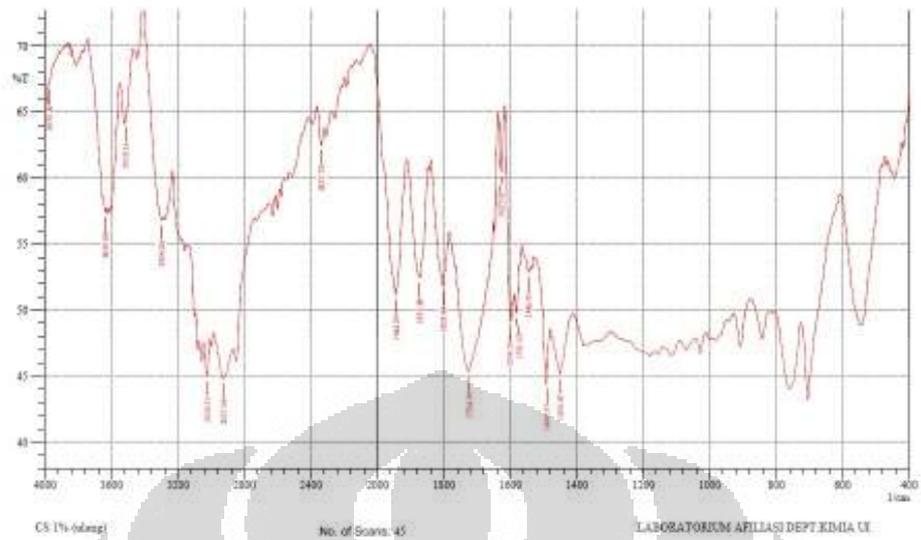
B. Polimer *Core* Stirena



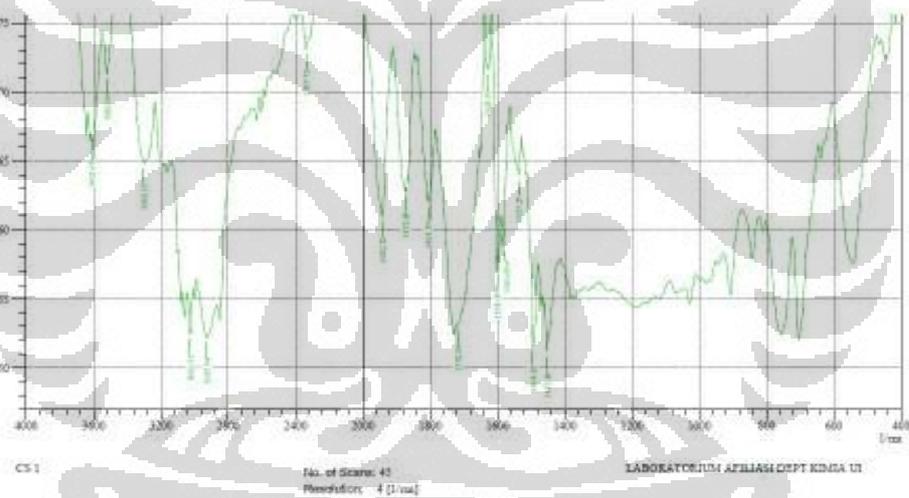
C. Polimer *Core-Shell* Stirena-Butil Akrilat



Core Shell 0.5%



Core Shell 1%



Core Shell 1.5%

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

No.	Formula	Core		Core-Shell				
				Seed	Pre-emulsi		Larutan Inisiator	
1	CS I	Stirena	84,4 g	200 g	Butil Akrilat	133,6 g	NaPS	5,67g
		GMA	9,6 g				Air	662,04 g
		SLS	1,17 g				SLS	9,45g
		NaPS	0,5064 g				NaOH	2,21g
		NaOH	0,135 g					
		Air	405,1 g					
2	CS II	Stirena	84,4 g	200 g	Butil Akrilat	108,64 g	NaPS	0,543 g
		GMA	9,6 g				Air	207,81g
		SLS	1,17 g				SLS	0,905 g
		NaPS	0,5064 g				NaOH	0,212 g
		NaOH	0,135 g					
		Air	405,1 g					
3	CS III	Stirena	84,4 g	200 g	Butil Akrilat	18,65 g	NaPS	0,093 g
		GMA	9,6 g				Air	284,17 g
		SLS	1,17 g				SLS	0,155 g
		NaPS	0,5064 g				NaOH	0,036 g
		NaOH	0,135 g					
		Air	405,1 g					

### LAMPIRAN 3: Perhitungan Kandungan Padatan Teoritis

Kandungan padatan teoritis

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

% Kandungan padatan teoritis

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

Contoh perhitungan untuk formula *core-shell* NaPS 1,5% :

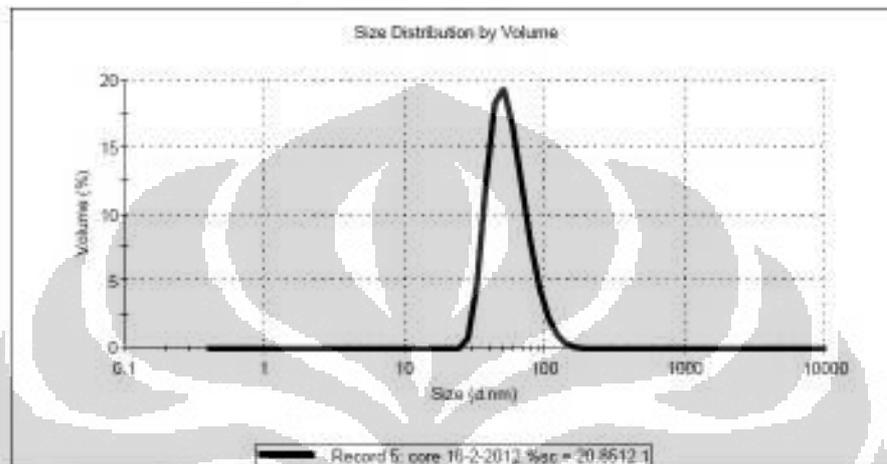
Berat seed <i>core</i> stirena	=	200 x 17,91%	=	35,82 g
Berat monomer butil akrilat	=		=	18,65 g
Berat surfaktan (SLS)	=		=	0,155 g
Berat inisiator (NaPS)	=		=	0,093 g
Berat NaOH	=		=	0,036 g
			=	<u>54,754 g</u>
Berat air demineral	=		=	<u>284,17 g</u>
Total formula polimerisasi	=		=	338,894 g

➤ % Kandungan padatan teoritis =  $(54,754 \text{ g} / 338,894 \text{ g}) \times 100\%$   
= 16.16 %

➤ Persen konversi =  $\frac{\% \text{ kandungan padatan percobaan}}{\% \text{ kandungan padatan teoritis}} \times 100 \%$   
=  $\frac{5,44 \%}{16,16 \%} \times 100 \%$   
= 33,6 %

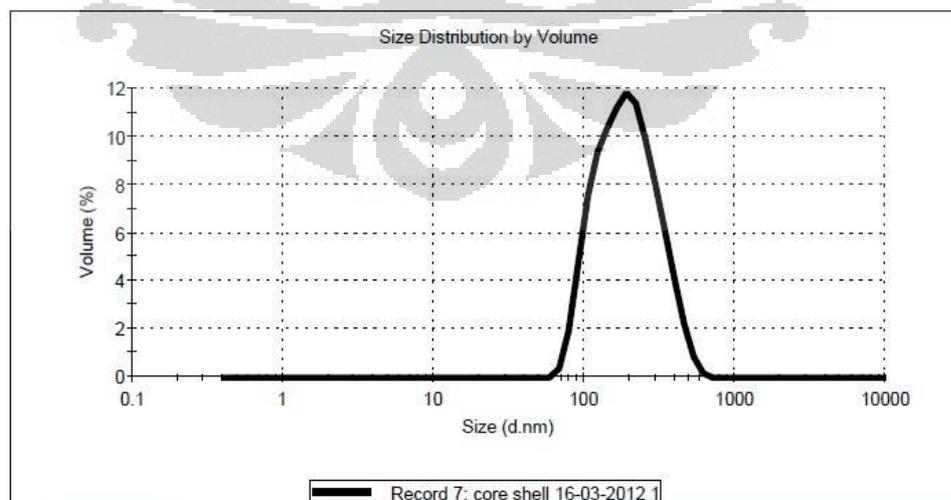
#### LAMPIRAN 4: Data Pengukuran Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel Dengan PSA

	Size (d.n...	% Volume	Width (d.n...
<b>Z-Average (d.nm):</b> 85.77	Peak 1: 56.08	100.0	18.83
<b>Pdl:</b> 0.100	Peak 2: 0.000	0.0	0.000
<b>Intercept:</b> 0.982	Peak 3: 0.000	0.0	0.000
<b>Result quality</b> Good			



Core Stirena

	Size (d.n...	% Volume	Width (d.n...
<b>Z-Average (d.nm):</b> 188.8	Peak 1: 207.9	100.0	95.98
<b>Pdl:</b> 0.162	Peak 2: 0.000	0.0	0.000
<b>Intercept:</b> 0.939	Peak 3: 0.000	0.0	0.000
<b>Result quality</b> Good			

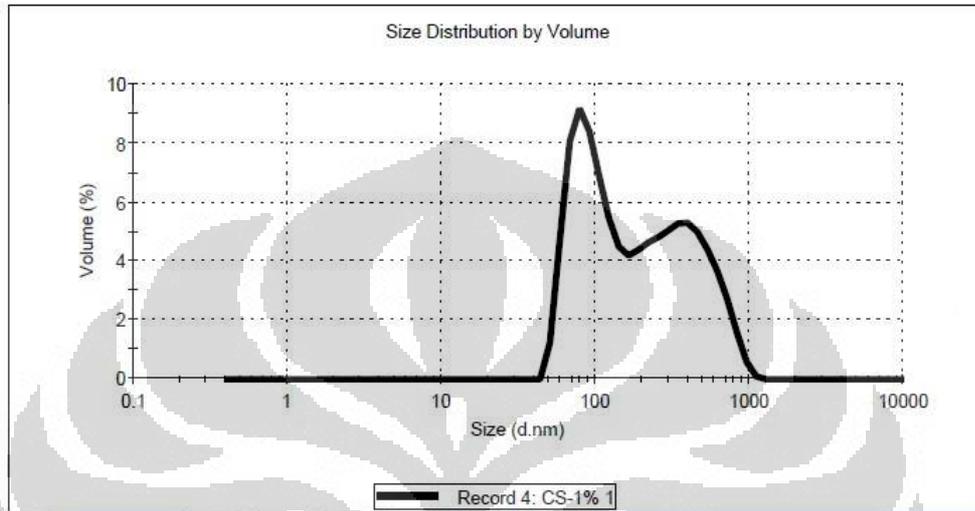


Core-Shell 0.5%

(Lanjutan)

	Size (d.n...	% Volume	Width (d.n...
<b>Z-Average (d.nm):</b> 181.3	<b>Peak 1:</b> 96.95	50.4	31.31
<b>PdI:</b> 0.250	<b>Peak 2:</b> 386.5	49.6	186.1
<b>Intercept:</b> 0.904	<b>Peak 3:</b> 0.000	0.0	0.000

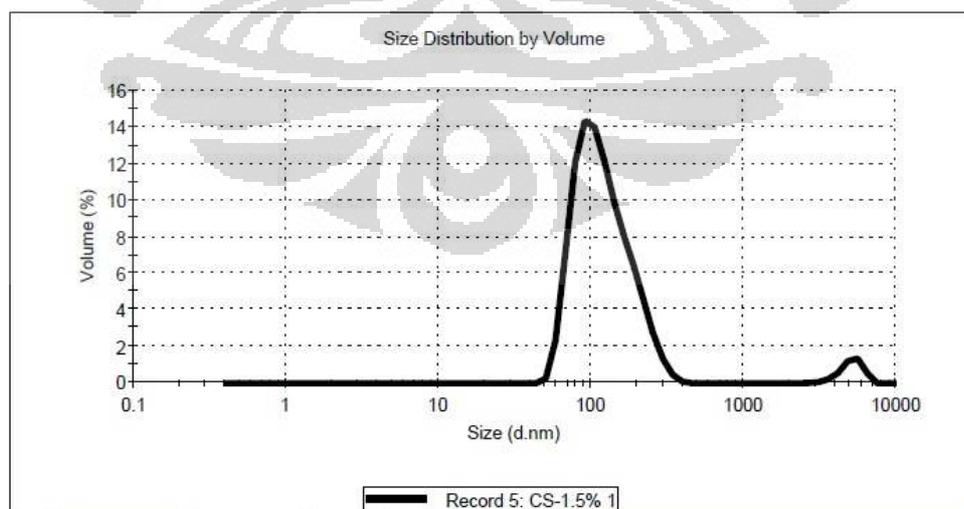
**Result quality** Good



*Core-Shell 1%*

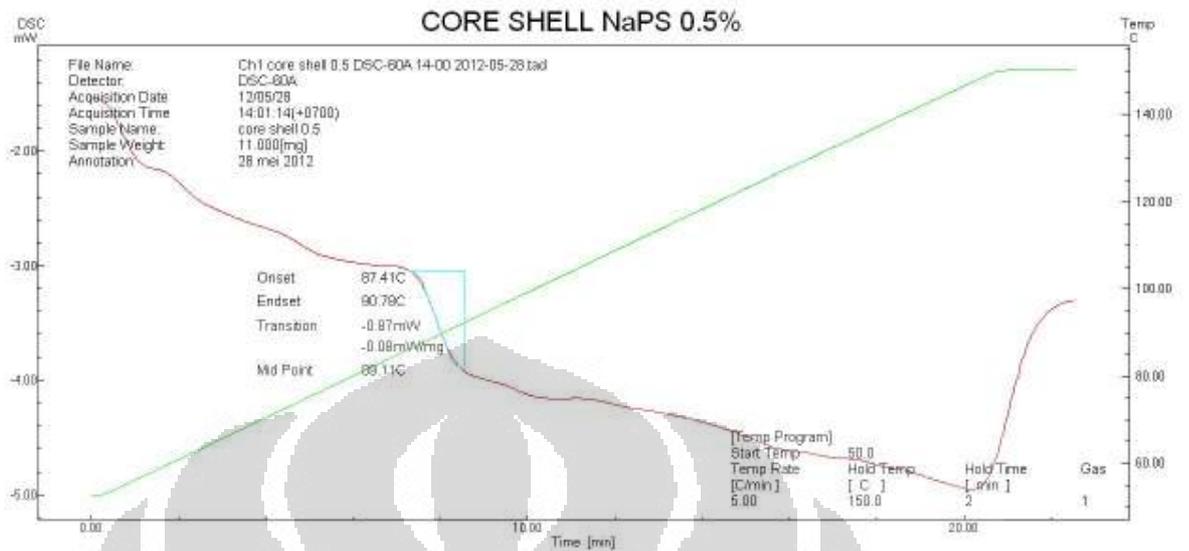
	Size (d.n...	% Volume	Width (d.n...
<b>Z-Average (d.nm):</b> 134.3	<b>Peak 1:</b> 126.3	96.1	54.01
<b>PdI:</b> 0.167	<b>Peak 2:</b> 5089	3.9	827.1
<b>Intercept:</b> 0.958	<b>Peak 3:</b> 0.000	0.0	0.000

**Result quality** Good

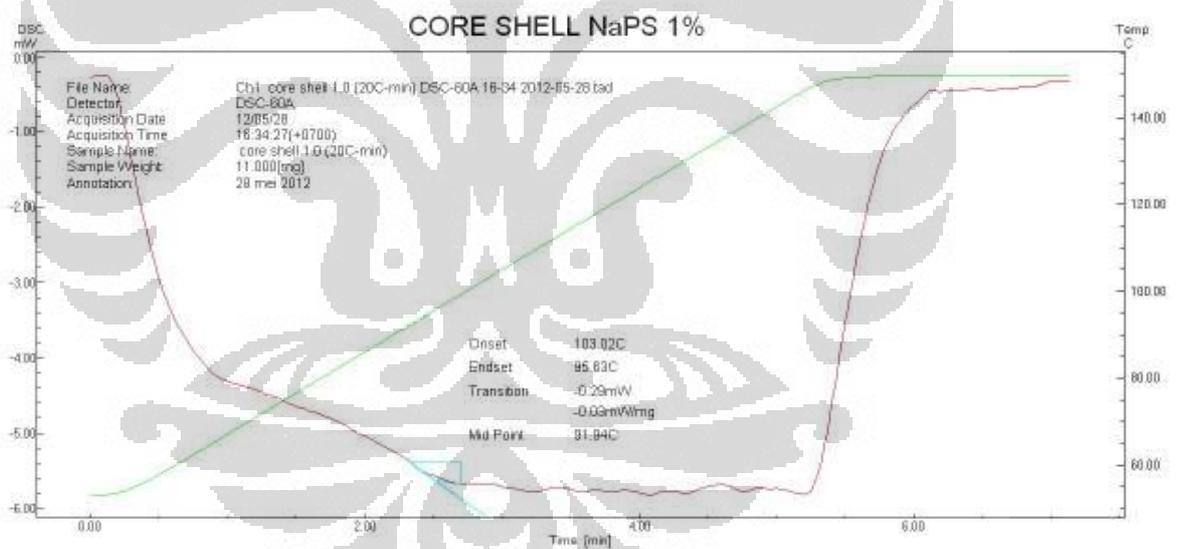


*Core-Shell 1.5%*

### LAMPIRAN 5: Kurva DSC Polimer *Core-Shell* Stirena-BA dan *Core* Stirena

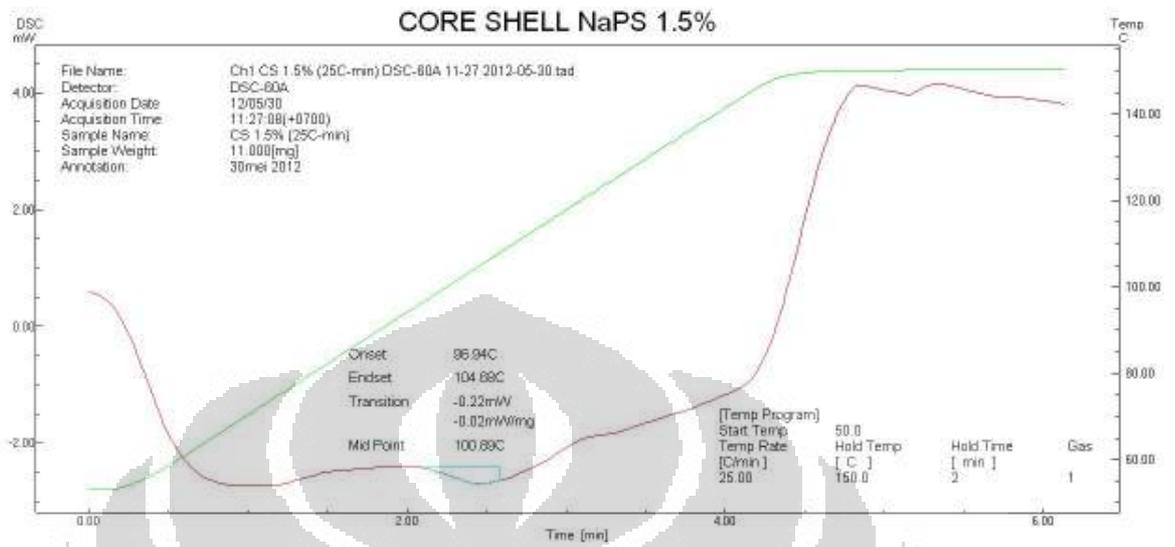


Kurva DSC *core-shell*  
0,5%



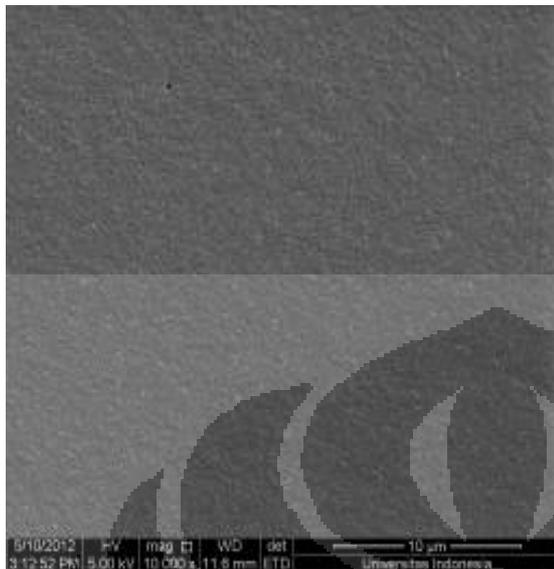
Kurva DSC *core-shell*  
1%

(Lanjutan)

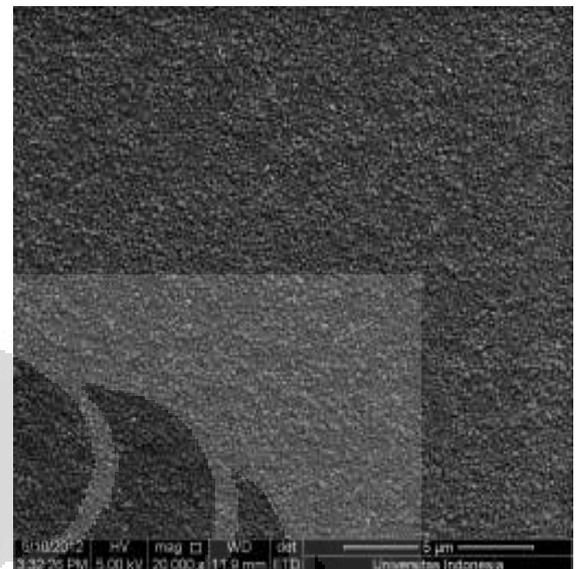


Kurva DSC *core-shell*  
1,5%

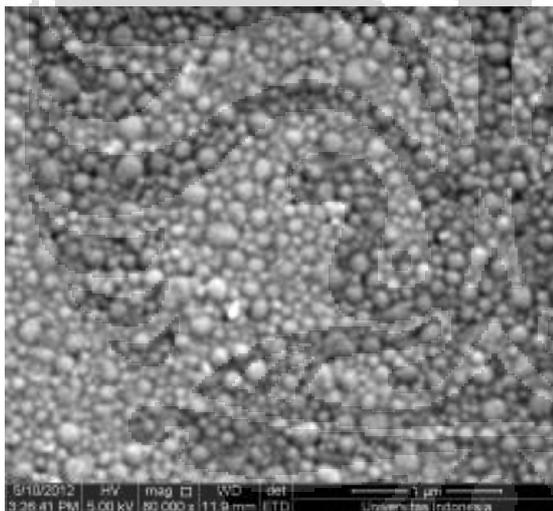
LAMPIRAN 6: Pengamatan Morfologi *Core-Shell* Stirena-Butil Akrilat dengan FE-SEM



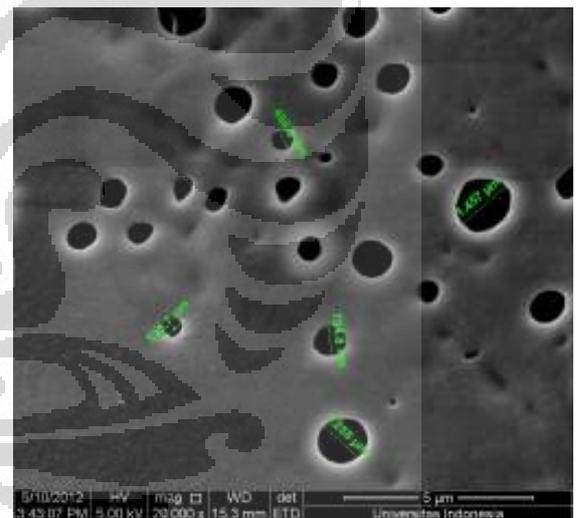
Pembesaran 10.000 kali



Pembesaran 20.000 kali



Pembesaran 80.000 kali



Pembesaran 20.000 kali