

**STUDI POLIMERISASI *CORE Stirena*
DENGAN TEKNIK *SEEDING* :
PENGARUH KONSENTRASI SURFAKTAN *SLS* DAN KONSENTRASI
MONOMER *Stirena* PADA *SEEDING*
TERHADAP DISTRIBUSI UKURAN PARTIKEL**

**CITRA ANDIKA PUTRI
0304030138**



**UNIVERSITAS INDONESIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
DEPARTEMEN KIMIA
DEPOK
2008**

**STUDI POLIMERISASI *CORE Stirena*
DENGAN TEKNIK *SEEDING* :
PENGARUH KONSENTRASI SURFAKTAN *SLS* DAN KONSENTRASI
MONOMER *Stirena* PADA *SEEDING*
TERHADAP DISTRIBUSI UKURAN PARTIKEL**

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

Oleh:

**CITRA ANDIKA PUTRI
0304030138**



DEPOK

2008

SKRIPSI : STUDI POLIMERISASI *CORE Stirena* DENGAN TEKNIK
SEEDING : PENGARUH KONSENTRASI SURFAKTAN *SLS*
DAN KONSENTRASI MONOMER *Stirena* PADA *SEEDING*
TERHADAP DISTRIBUSI UKURAN PARTIKEL

NAMA : CITRA ANDIKA PUTRI

NPM : 0304030138

SKRIPSI INI TELAH DIPERIKSA DAN DISETUJUI

DEPOK, Juli 2008

Dra. HELMIYATI M.Si

PEMBIMBING I

Dr. EMIL BUDIANTO

PEMBIMBING II

Tanggal lulus Ujian Sidang Sarjana :

Penguji I : Prof. Dr. Wahyudi Priyono. S

Penguji II : Dr. Yoki Yulizar

Penguji III : Drs. Erzi Rizal Azwar

KATA PENGANTAR

Dengan segala kerendahan hati penulis panjatkan syukur kepada Allah SWT , Tuhan semesta alam yang Maha penyayang . Karena setiap detik dalam hidup ini adalah bentuk kasih sayangNya. Karena hanya dengan berkah, kasih sayang, rahmat, hidayah dan ujianNya lah skripsi ini dapat disusun sesuai dengan yang diharapkan. Alhamdulillah.

Dengan segala ketulusan hati penulis haturkan terima kasih yang tak terhingga pada kedua orangtua penulis, papa dan mama. Hanya dengan kasih sayang mereka, penulis mengerti arti kehidupan, pengorbanan dan pentingnya pendidikan. Thanks for being the best parents I've ever had. I'm so lucky to have both of you. Kepada Mas Ricky dan Mbak Cici untuk semua bentuk dukungan yang telah kalian berikan. Für mein Lieber Joker "SaL", ich bedanke mich für deine große Liebe . Damit bin ich glücklich. Alhamdulillah.

Penulis juga mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya pada Dra.Helmiyati,Msi selaku pembimbing I atas semua bantuan, waktu luang, dan segala bentuk perhatian yang telah diberikan selama penelitian dan penyusunan skripsi. Semoga penelitian Ibu juga berjalan dengan lancar. Kepada Dr. Emil Budianto selaku pembimbing II atas semua bantuan dan waktu luang untuk berdiskusi selama penelitian dan penyusunan skripsi ini. Kepada Dr.Ridla Bakrie selaku Ketua

Departemen Kimia FMIPA UI, Dra.Tresye Utari selaku koordinator bidang penelitian dan Dr.Widayanti Wibowo selaku pembimbing akademis dan seluruh dosen- dosen yang selama ini telah dengan sabar mengajarkan berbagai ilmu pada penulis. *Jasamu tidak memiliki tanda, namun ilmumu berguna untuk bangsa.*

Penulis juga ingin mengucapkan terima kasih pada pihak – pihak yang telah banyak membantu dalam penelitian ini, diantaranya Dr.Nurudin Budiman dan Bpk. Dedi dari PT.Clariant, Sentra Teknologi Polimer (STP), Bpk. Hedi, Mbak Ina, Mbak Cucu, Pak Amin, Babeh (perpus) dan seluruh staf Departemen Kimia yang telah banyak membantu selama penelitian maupun selama masa perkuliahan penulis.

Untuk teman seperjuangan di lantai IV, ke Tangerang dan Serpong, Atri dan Janti. Terima kasih atas segala bentuk kebersamaan selama ini. Semoga kebersamaan kita seperti emulsi polimer yang stabil, dan untuk tim polimer lainnya, Ari, Ami dan Kurnia. Semoga jumlah paparan polimer dan monomer dalam tubuh kita masih dalam batas aman.

Kepada teman – teman seperjuangan di lantai 4 lainnya, Eka, Irwan, Uthe, Vero, Kak Wawan, Tya, Kiki, Mba Leli, Imeh, Fitri, Lindi, Wakhid, Tina, Kak Dewi, Kak vera, Danar dan Nija. Maaf karena sudah membuat lingkungan kerja kalian beraroma polimer.Untuk teman-temanku di lantai 3 , Kak Santi, Kak Vena, Kak Dina, Kak Ela, Opik, Nur, Bernat, Hamim, Farida, Ratna, Atul, Lany, Natgun dan Bashit .Dan juga untuk

teman-teman 2004 lainnya, Ridlo, Wahyu, Ana, Indah, Nita, Ratih, Muris, Gentur, Visti, Fajriah, Habibah, Atikah, Cacha, Riska, Alex, Ali, Ika, Wuri dan Cing2. Dan juga teman-teman 2004 yang sudah mengambil jalan lain, Aso, Yulis, Amel, Utha, Safril, Anin dan Winny. Untuk teman – temanku yang sudah mengawali kelulusan angkatan 2004, Iman dan Calvin. Terima kasih telah mengisi hari-hari selama 4 tahun. Jika suatu hari nanti merindukan saat-saat ini, maka *Ingatlah Hari ini..!*

Untuk teman – teman SLTPN III Depok, Dame (sahabatku), Adlia, Reni, Rahma, Alke, Aldi dan yang lain. Dan teman – teman SMU Tarakanita I. Untuk mbok Sohin, Tulang Jenggot, Bu Lastri, Dedi, bapak – bapak sopir bikun, sopir angkutan umum dan semua pihak yang telah terlibat selama masa perkuliahan, penelitian dan penyusunan skripsi penulis.

Seperti pepatah bahwa tidak ada gading yang tidak retak, maka penulis juga meminta dibukakan pintu maaf yang sebesar – besarnya, apabila selama penelitian dan penyusunan skripsi ini, ada kesalahan yang dibuat baik sengaja maupun tidak sengaja.

Semoga skripsi ini berguna bagi siapapun yang membacanya dan dapat bermanfaat. Terima kasih.

Citra Andika Putri

2008

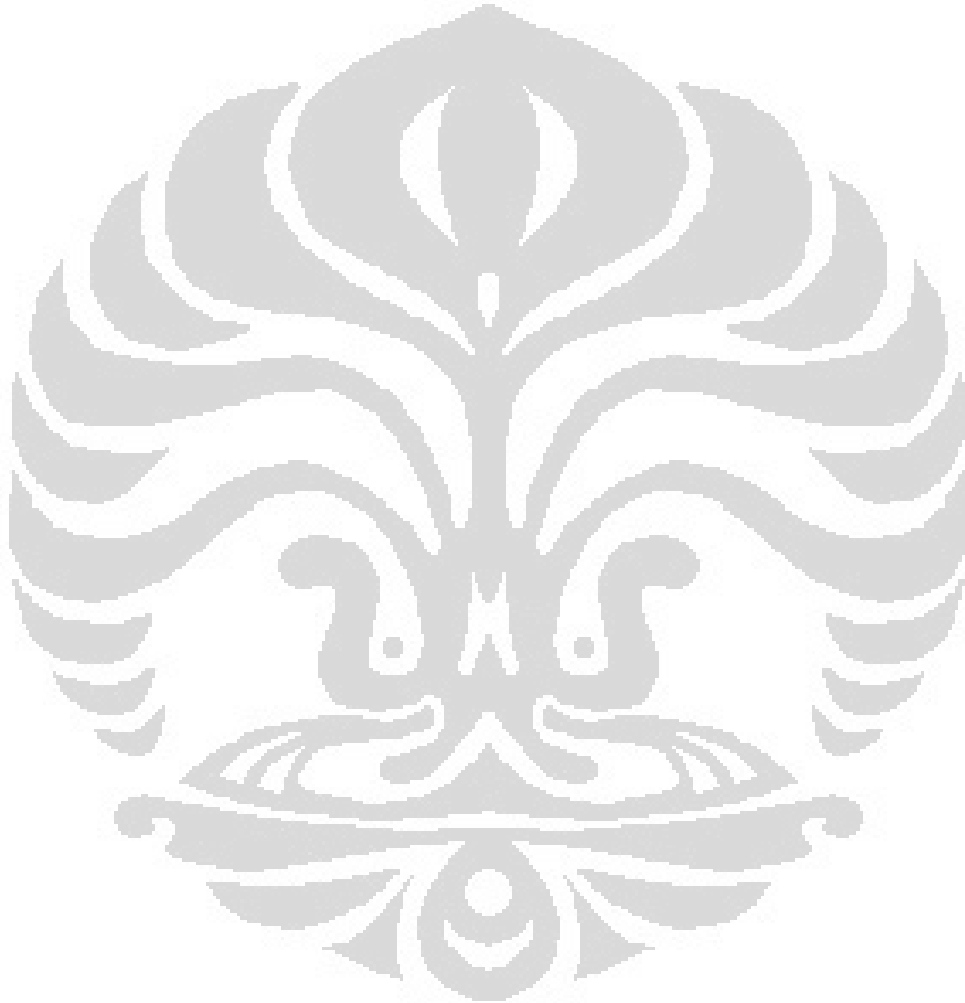
ABSTRAK

Polimer emulsi banyak digunakan sebagai *coating*, yang dapat memberikan efek warna. Efek warna opal diperoleh dengan membuat polimer *core-shell* yang berukuran 200 – 300 nm. Pada penelitian ini dilakukan polimerisasi *core* stirena menggunakan teknik *seeding*. Tujuan penelitian ini adalah mempelajari pengaruh konsentrasi monomer stirena dan konsentrasi surfaktan SLS pada *seeding*. Variasi konsentrasi monomer dan konsentrasi surfaktan di *seeding* dilakukan agar dapat dihasilkan polimer *core* stirena yang berukuran optimal atau lebih dari 100 nm. Polimer *core* stirena dianalisis menggunakan beberapa variabel, diantaranya persen konversi, ukuran partikel, distribusi ukuran partikel, berat molekul, viskositas dan pH. Karakterisasi polimer *core* stirena yang dihasilkan, dilakukan dengan menggunakan IR dan DSC. Pada konsentrasi monomer di *seeding* sebesar 6 % dan konsentrasi surfaktan di *seeding* sebesar 15% memberikan hasil optimum yaitu polimer emulsi *core* stirena dengan ukuran partikel 112,6 nm, persen konversi sebesar 82,64 %, dan PDI sebesar 0,089 serta pada konsentrasi monomer di *seeding* sebesar 12% dan konsentrasi surfaktan di *seeding* sebesar 25 % memberikan hasil optimum polimer emulsi *core* stirena dengan ukuran partikel 103,8 nm, persen konversi sebesar 82,17%, dan PDI sebesar 0,089.

Kata kunci : polimer emulsi, *seeding*, surfaktan, monomer, ukuran partikel,
persen konversi, PDI, berat molekul, viskositas, pH.

xv + 102 hlmn.;gbr.;lamp.;tab

Bibliografi : 41 (1954-2008)



DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR	i
ABSTRAK	iv
DAFTAR ISI	vi
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang Masalah	1
1.2 Kedudukan Penelitian	3
1.3 Rumusan Masalah	5
1.4 Tujuan Penelitian	6
1.5 Hipotesis	6
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Definisi dan klasifikasi polimer	7
2.1.1 Definisi polimer	7
2.1.2 Klasifikasi polimer berdasarkan jenis monomer penyusunnya	7

2.1.3	Klasifikasi polimer berdasarkan strukturnya..	8
2.1.4	Klasifikasi polimer berdasarkan sifat termal ..	9
2.2	Polimerisasi	9
2.2.1	Proses polimerisasi	9
2.2.2	Teknik polimerisasi	11
2.3	Polimer emulsi	13
2.3.1	Definisi polimer emulsi	13
2.3.2	Komponen dalam polimerisasi emulsi	13
2.4	Karakteristik polimerisasi emulsi.....	22
2.4.1	Ukuran dan bentuk molekul	22
2.4.2	Berat molekul dan distribusi berat molekul ...	24
2.4.3	Kandungan padatan (<i>solid content</i>)	25
2.4.4	Viskositas (kekentalan)	26
2.4.5	Transisi Gelas (T _g).....	26
2.5	Teknik Polimerisasi Emulsi.....	27
2.5.1	Teknik <i>Batch</i>	27
2.5.2	Teknik <i>Seeding</i>	27
2.5.3	Teknik Kontinu	27
2.5.4	Teknik Semi kontinu	28
2.6	Mekanisme polimerisasi emulsi	29

BAB III. METODOLOGI PENELITIAN.....	37
3.1 Alat dan bahan	38
3.1.1 Alat yang digunakan	38
3.1.2 Bahan yang digunakan	39
3.2 Formulasi	39
3.3 Metode kerja	40
3.3.1 Teknik <i>seeding</i>	40
3.4 Metode pengujian hasil polimerisasi.....	41
3.4.1 Kandungan padatan (ASTM D 4456)	41
3.4.2 Pengukuran pH	42
3.4.3 Kekentalan (metode Brookfield RVT)	42
3.4.4 Ukuran dan distribusi ukuran partikel	43
3.4.5 Pengukuran spektrum FTIR	43
3.4.6 Pengukuran menggunakan DSC	44
3.5 Diagram rancangan umum penelitian	46
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	48
4.1 Hasil polimerisasi	48
4.2 Proses polimerisasi	52
4.3 Pengaruh konsentrasi surfaktan dan monomer di <i>seeding</i>	55
4.3.1 Pengaruh konsentrasi surfaktan pada <i>seeding</i> .	55

4.3.1.1	Pengaruh konsentrasi surfaktan pada <i>seeding</i> terhadap persen konversi	55
4.3.1.2	Pengaruh konsentrasi surfaktan pada <i>seeding</i> terhadap ukuran partikel, distribusi ukuran partikel, berat molekul dan viskositas	57
4.3.2	Pengaruh konsentrasi monomer pada <i>seeding</i> .	61
4.3.2.1	Pengaruh konsentrasi monomer pada <i>seeding</i> terhadap persen konversi.....	62
4.3.2.2	Pengaruh konsentrasi monomer pada <i>seeding</i> terhadap ukuran partikel	64
4.3.2.3	Pengaruh konsentrasi monomer pada <i>seeding</i> terhadap berat molekul	67
4.3.2.4	Pengaruh konsentrasi monomer pada <i>seeding</i> terhadap distribusi ukuran partikel	69
4.3.2.5	Pengaruh konsentrasi monomer pada <i>seeding</i> terhadap viskositas	71
4.3.3	Variasi konsentrasi surfaktan dengan konsentrasi monomer 12 % pada <i>seeding</i>	73
4.3.3.1	Pengaruh konsentrasi surfaktan pada <i>seeding</i> terhadap persen konversi	73
4.3.3.2	Pengaruh konsentrasi surfaktan pada <i>seeding</i> terhadap ukuran partikel, distribusi ukuran partikel,	

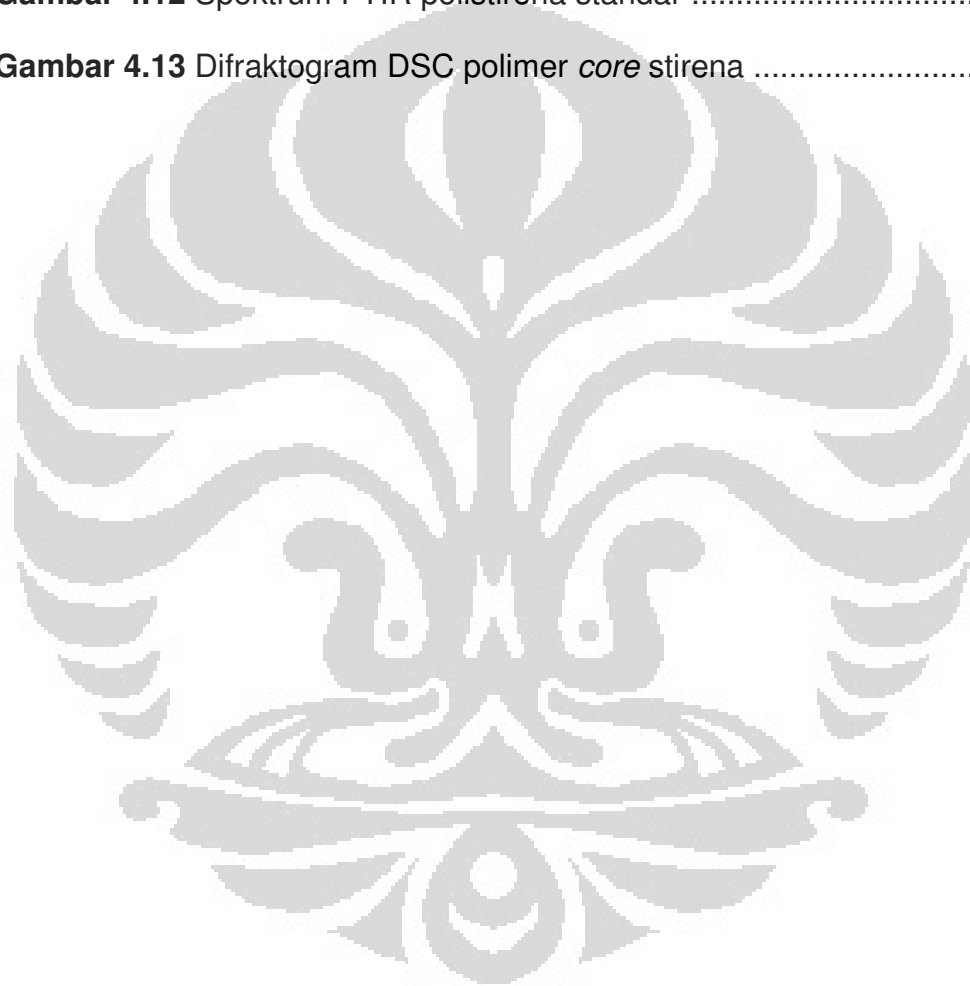
berat molekul dan viskositas	75
4.4 Hasil karakterisasi polimer	80
4.4.1 Karakterisasi struktur polimer menggunakan FTIR dan DSC	80
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN	84
5.1 Kesimpulan	84
5.2 Saran	86
DAFTAR PUSTAKA	87
LAMPIRAN	92

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1.1 Contoh efek warna opal	3
Gambar 2.1 Proses polimerisasi emulsi	14
Gambar 2.2 Struktur sodium lauril sulfat	16
Gambar 2.3 Struktur Stirena	19
Gambar 2.4 Struktur amonium persulfat	21
Gambar 2.5 Morfologi Partikel Polimer Emulsi	23
Gambar. 2.6 Distribusi partikel polimodal dan monomodal	25
Gambar. 2.7 Tahap polimerisasi emulsi	30
Gambar 2.8 Interval dalam polimerisasi emulsi	32
Gambar 2.9 Pembentukan Monomer Droplet	34
Gambar 2.10 Pembentukan misel	35
Gambar 3.1 Reaktor skala laboratorium yang digunakan	38
Gambar 3.2 Bagan alir teknik <i>seeding</i> polimerisasi <i>core</i> stirena....	41
Gambar 4.1 Hasil polimerisasi emulsi <i>core</i> stirena	48
Gambar 4.2 Grafik pengaruh konsentrasi surfaktan pada <i>seeding</i> terhadap persen konversi pada konsentrasi monomer 6 % di <i>seeding</i>	55
Gambar 4.3 Grafik pengaruh konsentrasi surfaktan pada <i>seeding</i> terhadap ukuran partikel, distribusi ukuran partikel, berat	

molekul dan viskositas polimer pada konsentrasi monomer 6 % di <i>seeding</i>	58
Gambar 4.4 Grafik pengaruh konsentrasi monomer pada <i>seeding</i> terhadap persen konversi pada konsentrasi surfaktan 25 % dan 35 % di <i>seeding</i>	62
Gambar 4.5 Grafik pengaruh konsentrasi monomer pada <i>seeding</i> terhadap ukuran partikel pada konsentrasi surfaktan 25 % dan 35 % di <i>seeding</i>	65
Gambar 4.6 Grafik pengaruh konsentrasi monomer pada <i>seeding</i> terhadap berat molekul pada konsentrasi surfaktan 25 % dan 35 % di <i>seeding</i>	67
Gambar 4.7 Grafik pengaruh konsentrasi monomer pada <i>seeding</i> terhadap distribusi ukuran partikel pada konsentrasi surfaktan 25 % dan 35 % di <i>seeding</i>	69
Gambar 4.8 Grafik pengaruh konsentrasi monomer pada <i>seeding</i> terhadap viskositas pada konsentrasi surfaktan 25 % dan 35 % di <i>seeding</i>	72
Gambar 4.9 Grafik pengaruh konsentrasi surfaktan pada <i>seeding</i> terhadap persen konversi pada konsentrasi monomer 12 % di <i>seeding</i>	74
Gambar 4.10 Grafik pengaruh konsentrasi surfaktan pada <i>seeding</i>	

terhadap ukuran partikel, distribusi ukuran partikel, berat molekul dan viskositas pada konsentrasi monomer 12 % di <i>seeding</i>	76
Gambar 4.11 Spektrum FTIR polimer <i>core</i> stirena	81
Gambar 4.12 Spektrum FTIR polistirena standar	81
Gambar 4.13 Difraktogram DSC polimer <i>core</i> stirena	83



DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Spesifikasi sodium lauril sulfat	16
Tabel 2.2 Spesifikasi stirena	19
Tabel 2.3 Spesifikasi Amonium Persulfat	20
Tabel 3.1 Contoh Formulasi dengan variasi 25 % SLS, 6 % Stirena, 0,2% APS dan 0,03 % KOH dengan teknik <i>seeding</i>	40
Tabel 4.1 Data hasil pengukuran polimer <i>core</i> stirena.....	51
Tabel 4.2 Analisis puncak serapan polimer <i>core</i> stirena	82

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 : Formula variasi SLS di <i>seeding</i> (6% monomer).....	92
Lampiran 2 : Formula variasi SLS di <i>seeding</i> (12% monomer).....	92
Lampiran 3 : Formula variasi monomer di <i>seeding</i> (35% SLS).....	93
Lampiran 4 : Formula variasi monomer di <i>seeding</i> (25 % SLS).....	93
Lampiran 5 : Spektrum FTIR polimer <i>core</i> stirena	94
Lampiran 6 : Spektrum FTIR polistirena standar	95
Lampiran 7 : Difraktogram DSC polimer <i>core</i> stiren.....	96
Lampiran 8 : Kurva pengukuran ukuran partikel, distribusi ukuran partikel dan berat molekul polimer <i>core</i> stirena	97

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pada masa sekarang ini, polimer sudah banyak digunakan dalam berbagai aspek kehidupan sehari-hari. Baik yang berupa polimer alam maupun polimer sintetis. Contoh dari polimer alam yang terdapat dalam kehidupan adalah polisakarida, protein dan polinukleotida. Polimer sintetis yang banyak terdapat dalam kehidupan, memiliki berbagai jenis yang terus berkembang, seiring dengan perkembangan ilmu pengetahuan polimer itu sendiri. Contoh-contoh tidak terhitung dari polimer sintetis yang bisa dicatat, beberapa di antaranya dikenal sehari-hari, yaitu serat – serat tekstil poliester dan nilon, serat poliamida berkekuatan tinggi untuk rompi tahan peluru yang ringan ; plastik polietilena untuk botol susu ; plastik poliuretana untuk jantung buatan ; karet untuk ban mobil ; elastomer fosfazena terfluorinasi yang masih bersifat fleksibel di lingkungan kutub utara.^[1]

Salah satu teknik pembuatan polimer sintetis adalah melalui polimerisasi emulsi. Hasil dari polimerisasi emulsi biasa disebut dengan polimer emulsi. Proses pembuatan polimer emulsi adalah dengan polimerisasi radikal bebas. Komponen-komponen yang terlibat dalam polimerisasi emulsi (*emulsion polymerization*) adalah monomer, inisiator, air, surfaktan dan aditif. Dewasa ini, produk-produk dari polimer emulsi

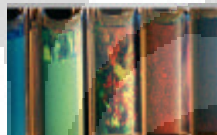
banyak digunakan sebagai lem (*adhesive*), cat (*coating*), dan untuk aplikasi tekstil. Fungsi utama dari polimer emulsi adalah sebagai *binder* (pengikat).^[2]

Polimerisasi emulsi banyak dipakai dalam industri produksi–produksi berskala besar, dan teristimewa bermanfaat untuk pembuatan cat–cat (lateks) air atau bahan perekat dimana produk yang teremulsikan digunakan langsung. Polimerisasi emulsi juga cocok untuk pembuatan polimer –polimer lengket, karena partikel–partikelnya yang sangat kecil cukup stabil dan tahan terhadap penggumpalan.^[1]

Polimer emulsi juga dapat digunakan sebagai pewarna. Fenomena ini sedang banyak diteliti pada masa sekarang ini, mengingat bahwa pewarna banyak digunakan oleh industri – industri. Industri – industri yang biasa menggunakan zat warna, di antaranya industri tekstil , makanan, cat (*coating*), otomotif, dll.

Prinsip adanya warna pada polimer emulsi, yaitu adanya refleksi selektif. Hal ini didasarkan pada fakta bahwa efek warna ternyata dapat pula dihasilkan, akibat terjadinya refleksi selektif terhadap suatu sinar tampak yang mengenai permukaan suatu benda dengan ukuran partikel tertentu yang tersusun secara teratur. Fenomena ini dapat diamati pada batuan opal alami yang tersusun atas *sphere* silika berskala submikroskopis dengan ukuran sama dan memiliki pola kisi kubus pusat muka (*face centered cubic*, fcc)^[3,4]. Kisi kristal batuan opal ini ternyata mampu merefleksikan warna dari sinar putih yang diradiasikan terhadapnya.

Adapun jenis warna yang dihasilkan bergantung pada sudut datang sinar yang diradiasikan tersebut. Jadi warna yang dihasilkan, bukan karena adanya pigmen tertentu yang mengandung gugus kromofor atau ikatan rangkap konjugasi di dalamnya. Peristiwa refleksi selektif lainnya dapat diamati, misalnya pada lapisan minyak tipis di atas permukaan air, pada sayap kupu-kupu^[5] dan pada bulu burung merak. Dengan kata lain, warna yang dihasilkan berasal dari sudut refraksi yang mengenai permukaan suatu benda dan bukan berdasarkan struktur alami suatu material.^[4] Contoh efek warna opal dapat dilihat pada Gambar 1.1.



Gambar 1.1 Contoh efek warna opal^[12]

Agar diperoleh efek warna opal, maka dibutuhkan suatu lapisan kristal fotonik. Kristal fotonik ini dapat dihasilkan dari kristalisasi suatu koloid dengan diameter partikel berkisar antara 200 – 300 nm dan distribusi ukuran yang monodispers.^[3] Oleh karena itu, agar diperoleh koloid yang memiliki spesifikasi seperti itu, diperlukan teknik polimerisasi emulsi. Karena dengan polimerisasi emulsi, polimer dapat dikontrol untuk menghasilkan partikel monodispers dengan ukuran tertentu yang diinginkan.^[13]

1.2 Kedudukan Penelitian

Beberapa penelitian mengenai efek warna opal dari polimer yang merefleksikan warna pada daerah sinar tampak telah dilakukan, di antaranya Ruhl *et.al*, melakukan penelitian untuk menghasilkan efek warna pada produk plastik injeksi *molding*. Pada penelitian tersebut dilakukan polimerisasi *core shell* secara semi kontinu atau diawali dengan *seeding*. Pada penelitian ini digunakan *core* monomer keras, seperti stiren yang dilapisi oleh *shell* monomer lunak, seperti etil akrilat atau butil akrilat, dan di antara *core* dengan *shell* digunakan antar lapisan metil metakrilat. Selain itu, digunakan juga pengikat silang dua gugus fungsi, seperti alil metakrilat atau butandiol akrilat, surfaktan *sodium dodecyl sulfate* (SDS) dan inisiator redoks *ammonium peroxodisulfate-sodium dithionite*.^[3,11]

Oktavia, dari Program Magister Ilmu Kimia Program Pascasarjana FMIPA UI melakukan polimerisasi *core-shell* stirena dengan butil akrilat menggunakan inisiator *ammonium peroxodisulfate* dan surfaktan *sodium lauryl sulfate* (SLS). Dari penelitian ini dihasilkan polimer emulsi yang berwarna namun kadar *solid content* nya masih rendah.^[17]

Margisari, juga telah melakukan penelitian mengenai pembuatan *core-shell* Stirena dan Butil Akrilat dengan adanya pengaruh penggunaan jenis inisiator yang berbeda, yaitu redoks (H_2O_2 dan asam askorbat) dan ammonium persulfat, pengaruh perbedaan konsentrasi surfaktan, dan inisiator, pengaruh penambahan pengikat silang glisidil metakrilat (GMA)

pada tahapan *shell* butil akrilat. Dari penelitian tersebut terbentuk kopolimer (stirena-butil akrilat) pada konsentrasi surfaktan 3 CMC dengan persen konversi 82% dan ukuran partikel 51,05 nm, dengan adanya pengikat silang glisidil metakrilat. Sedangkan yang tanpa pengikat silang glisidil metakrilat, diperoleh persen konversi sebesar 85% dan ukuran partikel 58 nm. ^[18]

1.3 Rumusan Masalah

Pada penelitian ini hanya dilakukan pencarian kondisi optimum dari polimer *core* sebagai dasar dari polimerisasi *core shell*. Monomer yang digunakan pada penelitian kali ini adalah stirena. Dasar pemilihan stirena sebagai *core*, karena stirena merupakan monomer keras (Tg polistirena 100°C).

Penelitian ini menggunakan teknik *seeding*, dimana pada *Initial charge* sebagian air, monomer dan surfaktan dimasukkan ke dalam reaktor, kemudian dilakukan penambahan inisiator secara langsung (*shot*). Pada *Initial charge* ini terjadi nukleasi partikel atau terbentuknya inti polimer (*seed*) yang nantinya akan berkembang lagi menjadi rantai polimer yang lebih panjang di tahap *feeding*. Inti polimer yang terbentuk sangat berpengaruh terhadap ukuran partikel yang dihasilkan.

Oleh karena itu, penelitian ini difokuskan pada pencarian kondisi optimum polimerisasi *core* stirena dengan memvariasikan konsentrasi monomer stirena dan konsentrasi surfaktan SLS pada tahap *seeding*.

Teknik polimerisasi emulsi yang akan digunakan pada penelitian ini adalah teknik *seeding*. Optimasi homopolimerisasi stirena dilakukan dengan melihat kandungan padatan, ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel yang dihasilkan dari polimer emulsi. Optimasi dilakukan, agar dihasilkan ukuran partikel polistirena yang optimum sekitar 100 – 200 nm yang monodispers dan memiliki kandungan padatan yang tinggi.

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh konsentrasi monomer stirena dan konsentrasi surfaktan SLS pada *seeding*.

1.5 Hipotesis

Dengan memvariasikan konsentrasi surfaktan dan monomer pada *seeding* diharapkan dapat diperoleh polimer *core* stirena (polistirena) yang *monodisperse* dengan ukuran partikel sekitar 100 – 200 nm, dan memiliki kandungan padatan yang cukup tinggi .

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Definisi dan Klasifikasi Polimer ^[1]

2.1.1 Definisi Polimer

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

2.1.2 Klasifikasi Polimer Berdasarkan Jenis Monomer Penyusunnya

- a. **Homopolimer**, yaitu polimer yang tersusun dari unit-unit monomer yang sejenis

-AAAAAAAAAAAAAAAA-

- b. **Kopolimer**, yaitu polimer yang terbentuk dari dua atau lebih monomer yang berbeda. Berdasarkan penyusunannya kopolimer dapat diklasifikasikan lagi dalam 4 jenis :

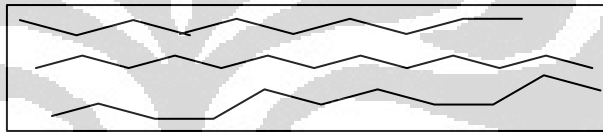
I. Kopolimer alternasi : -A-B-A-B-A-B-A-B-A-B-A-B-A-B

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

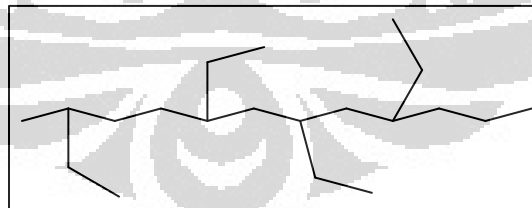
- a. Kopolimer blok : -A-A-A-A-A-A-A-B-B-B-B-B-B-B
- b. Kopolimer cangkok : -A-A-A(B-B-B)A-A-A-A(B-B-B)A

2.1.3 Klasifikasi Polimer Berdasarkan Strukturnya

- a. **Polimer rantai lurus**, jenis polimer ini memiliki monomer-monomer yang terikat rantai panjang dan lurus tanpa adanya cabang pada rantai utamanya. Umumnya sifat polimer rantai lurus elastis atau memiliki kelenturan yang tinggi.

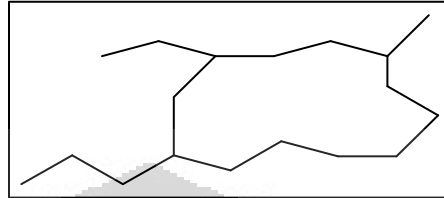


- b. **Polimer rantai cabang**, jenis polimer ini memiliki cabang pada rantai utamanya. Cabang juga merupakan pengulangan dari beberapa unit monomer. Sifatnya kurang elastis dibandingkan dengan polimer rantai lurus.



- c. **Polimer jaringan**, jenis polimer ini memiliki beberapa rantai utama yang saling berikatan satu sama lainnya. Polimer jaringan disebut

polimer ikat silang. Karena adanya ikat silang, maka polimer ini bersifat rigid dan kaku, tidak elastis seperti 2 jenis struktur di atas.



2.1.4 Klasifikasi Polimer Berdasarkan Sifat Termal^[15]

- a. **Termoset**, polimer ini dibentuk dari pencampuran antara dua komponen, yaitu *resin* dan *hardener* yang saling bereaksi dan dapat mengeras secara permanen bila dipanaskan di atas suhu tertentu. Umumnya polimer ini memiliki ikat silang (*cross-link*).
- b. **Termoplastik**, polimer ini disebut juga sebagai polimer linier atau tidak memiliki ikatan silang, sehingga pembuatannya diproses secara termal. Dengan perlakuan panas di atas T_g (*Glass Transition Temperature*) atau suhu transisi gelas, polimer akan meleleh dan dapat dialirkan (*viscous blow*), tetapi bila didinginkan akan mengeras kembali.

2.2 Polimerisasi

2.2.1 Proses Polimerisasi^[1,15]

Berdasarkan proses/mechanisme polimerisasi, polimerisasi dapat digolongkan menjadi dua kelompok, yaitu polimerisasi kondensasi dan polimerisasi adisi. Penggolongan ini pertama kali diusulkan oleh Carothers, yang didasarkan, apakah unit ulang dari suatu polimer mengandung atom-atom yang sama seperti monomer.

a. Polimerisasi Kondensasi, reaksi ini disebut juga sebagai polimerisasi reaksi bertahap, yang berlangsung antara dua molekul polifungsional, yaitu molekul yang memiliki dua atau lebih gugus fungsional, yang reaktif dan menghasilkan satu molekul besar (*condensing*), dengan diikuti oleh pelepasan molekul kecil seperti air, gas, atau garam. Hasil reaksi kondensasi masih mengandung gugus fungsi komplementer, sehingga reaksi dapat berlanjut menghasilkan polimer sampai salah satu pereaksi habis.

b. Polimerisasi Adisi, reaksi ini disebut juga sebagai polimerisasi reaksi berantai, karena dalam prosesnya terjadi serangkaian reaksi berurutan yang terus berulang sampai salah satu atau kedua pereaksi habis dipakai. Reaksi ini berlangsung dengan penambahan monomer satu persatu. Polimerisasi reaksi berantai ini, awalnya terjadi karena adanya suatu radikal yang ditambahkan dalam sistem. Polimerisasi terjadi pada ujung reaktif dari suatu rantai tumbuh.

Tahapan dari polimerisasi berantai ada tiga yaitu :

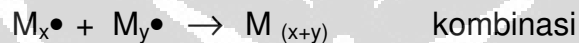
I. Inisiasi



II. Propagasi



III. Terminasi



2.2.2 Teknik Polimerisasi^[1]

Teknik polimerisasi dapat dibedakan berdasarkan lingkungan tempat terjadinya polimerisasi, yaitu polimerisasi satu fasa dan dua fasa.

- a. **Polimerisasi satu fasa**, yaitu proses polimerisasi yang sistemnya hanya terdiri dari monomer-monomer dan inisiatornya saja (polimerisasi homogen). Pada polimerisasi satu fasa ini terdapat dua teknik polimerisasi yaitu :

I. Polimerisasi Bulk

Polimerisasi bulk, hanya terdiri dari monomer dan inisiator, sehingga akan dihasilkan viskositas yang tinggi dan reaksi yang eksotermis. Sulitnya pengontrolan yang harus dilakukan, mengakibatkan polimerisasi bulk ini jarang dipakai dalam

large-scale production. Namun, pada teknik ini akan dihasilkan polimer dengan kemurnian yang tinggi.

II. Polimerisasi Larutan

Polimerisasi larutan terdiri dari monomer, inisiator dan pelarut. Beberapa keuntungan teknik ini adalah dihasilkannya polimer dengan viskositas rendah dan panas yang cepat terdispersi karena adanya pelarut. Karena adanya problem dalam penghilangan pelarut yang terbentuk, teknik ini paling tepat untuk aplikasi-aplikasi dimana larutannya bisa digunakan langsung.

b. Polimerisasi dua fasa, yaitu proses polimerisasi yang dilakukan dalam fasa yang berbeda dengan monomernya (polimerisasi heterogen). Pada polimerisasi heterogen ini, terdapat dua teknik polimerisasi :

I. Polimerisasi Suspensi

Polimerisasi suspensi terjadi dalam monomer droplet ($>1\mu\text{m}$). Dalam polimerisasi suspensi ini, digunakan inisiator, monomer dan polimer yang tidak larut dalam pelarut yang biasanya adalah air. Jika proses ini dikontrol dengan baik, maka akan diperoleh polimer dalam bentuk butiran. Pemisahan polimer ini biasanya dengan filtrasi. Kelebihan utamanya adalah transfer panasnya sangat efisien.

II. Polimerisasi Emulsi

Polimer emulsi adalah padatan dengan berat molekul tinggi, yang terdispersi dalam media cair yang bukan pelarut (umumnya air). Dalam polimerisasi emulsi, digunakan air yang bersifat polar dan monomer yang bersifat nonpolar, sehingga dibutuhkan surfaktan yang berperan sebagai penstabil.

Polimerisasi emulsi adalah *products by process*, yang artinya produk polimer yang dihasilkan dipengaruhi proses polimerisasinya. Polimerisasi emulsi terjadi di dalam misel surfaktan.

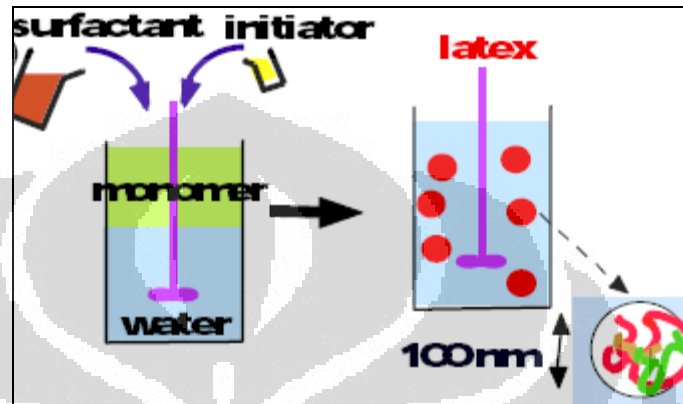
2.3 Polimer Emulsi

2.3.1 Definisi Polimer Emulsi^[1]

Polimer emulsi merupakan polimer yang proses sintesisnya terjadi di dalam misel-misel surfaktan dalam pelarut air. Proses polimerisasinya disebut juga sebagai polimerisasi heterogen, karena terdapat perbedaan kepolaran antara monomer (nonpolar) dengan air (polar). 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.

2.3.2 Komponen dalam Polimerisasi Emulsi

Proses polimerisasi emulsi melibatkan beberapa komponen, yaitu air, surfaktan, monomer, inisiator dan bahan tambahan lain jika diperlukan. Proses polimerisasi dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Proses polimerisasi emulsi^[12]

- **Air**

Dalam polimerisasi emulsi, air digunakan sebagai medium pendispersi, yaitu tempat terjadinya dekomposisi inisiator, perubahan tetesan monomer menjadi partikel polimer, pembentukan oligomer, dan medium pertukaran dinamis surfaktan dari satu fasa ke fasa lain. Walau bersifat *inert*, air menjaga agar viskositas selama reaksi tetap rendah, juga sebagai sarana tranfer panas yang baik. 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.^[19]

- **Surfaktan**

Surface active agent (surfaktan) adalah suatu zat yang ketika dilarutkan dalam pelarut, maka molekul-molekulnya akan tertarik ke permukaan dan kehadirannya dapat menurunkan tegangan permukaan. Surfaktan merupakan salah satu zat yang sangat penting dalam polimer emulsi. Surfaktan terdiri dari gugus liofilik yaitu gugus yang sangat kuat tertarik ke pelarut polar dan gugus liofobik, yaitu gugus yang menjauh dari pelarut polar. ^[20]

Berdasarkan gugus hidrofiliknya, surfaktan dikelompokkan sebagai berikut :

- Surfaktan anionik, bagian aktif permukaan mengandung muatan negatif. Contoh : *sodium lauryl sulfate* atau *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.

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. Umumnya proses polimerisasi emulsi menggunakan surfaktan anionik. ^[19] Dalam penelitian

ini, surfaktan yang digunakan adalah *sodium lauryl sulfate (SLS)* yang termasuk surfaktan anionik. Berikut ini adalah spesifikasi dan rumus struktur dari SLS:

Tabel 2.1 Spesifikasi sodium lauril sulfat^[21]

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



Gambar 2.2 Struktur sodium lauril sulfat

Dalam polimerisasi emulsi, konsentrasi surfaktan yang ditambahkan harus berada di atas nilai CMC-nya agar terbentuk misel-misel di dalam air yang berfungsi sebagai rumah reaksi. Dengan demikian dihasilkan partikel

berukuran nanometer. Hal inilah yang membedakannya dari polimerisasi suspensi dimana digunakan surfaktan di bawah CMC, sehingga partikel polimer yang dihasilkan berukuran mikrometer ($>1,5 \mu\text{m}$).

- **Monomer**

Monomer merupakan salah satu komponen utama dalam proses polimerisasi emulsi. Banyak monomer yang dapat digunakan dalam proses polimerisasi emulsi dan penggunaannya pun berupa homopolimer ataupun kopolimer. Pemilihan monomer, berdasarkan pada hasil akhir polimer yang diinginkan. Salah satu faktor yang dipertimbangkan dalam pemilihan monomer adalah suhu transisi gelas. (T_g). Suhu transisi gelas, merupakan suhu dimana suatu polimer melepaskan sifat-sifat gelasnya dan berubah menjadi lebih condong elastis seperti karet. ^[1]

Berdasarkan sifat fisik suhu transisi gelas monomer, maka monomer diklasifikasikan sebagai :

- **Monomer Keras**

Monomer keras, merupakan monomer yang memiliki T_g tinggi atau di atas suhu kamar. Homopolimer yang terbentuk bersifat keras dan mempunyai ketahanan mekanik yang tinggi. Contoh : stirena (T_g polistirena adalah 100°C) dan metil metakrilat (T_g poli(metil metakrilat) adalah 105°C). ^[22]

- **Monomer Lunak**

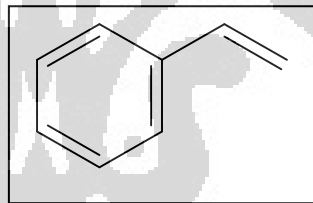
Monomer lunak adalah monomer yang memiliki T_g rendah atau di bawah suhu kamar. Homopolimer yang terbentuk, biasanya bersifat lunak atau *rubbery* dan *tacky*. Contoh : etilena (T_g polietilena adalah -20°C) dan butil akrilat (T_g poli(butil akrilat) adalah -54°C).^[22]

Untuk aplikasi *coating*, baik dengan fungsi dekoratif maupun protektif, polimer/kopolimer yang disintesis harus mempunyai suhu transisi gelas $10-40^\circ\text{C}$.^[22] Polimer dengan suhu transisi gelas rendah (di bawah 0°C) tidak berguna pada aplikasi *coating* karena lapisan film yang terbentuk bersifat lembek dan lemah pada suhu ambien normal. Sementara polimer dengan suhu transisi gelas di atas 50°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.

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.^[23] Dan monomer yang digunakan dalam penelitian ini adalah stirena. Berikut ini adalah spesifikasi dan rumus struktur dari stirena:

Tabel 2.2 Spesifikasi stirena^[24]

Parameter	Stirena
Rumus molekul	C ₈ H ₈
Berat molekul (g/mol)	104,15
Berat jenis (g/cm ³)	0,909
Titik didih (°C)	145
Titik leleh (°C)	-30
Kelarutan dalam air	< 1 %
T _g homopolimer (°C)	100
Indeks refraksi	1,5469



Gambar 2.3 Struktur Stirena

- **Inisiator**

Inisiator merupakan sumber radikal bebas dalam polimerisasi emulsi.

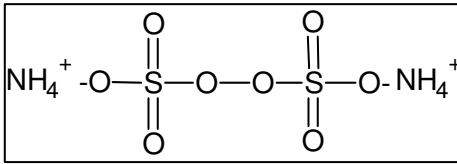
Dalam hal ini radikal bebas merupakan atom atau gugus apa saja yang memiliki satu atau lebih elektron tidak berpasangan. Dengan adanya inisiator, maka inisiasi yang merupakan tahap awal polimerisasi, akan berlangsung. Inisiator bukan katalis yang sebenarnya. Ini dikarenakan inisiator dikonsumsi dalam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

umum digunakan dalam polimerisasi emulsi, di antaranya adalah inisiator termal dan redoks. Tetapi dalam penelitian ini, inisiator yang digunakan adalah inisiator termal, yaitu amonium persulfat (APS). APS memiliki laju dekomposisi lebih cepat. Laju dekomposisi inisiator menjadi radikal bebas dispesifikasikan sebagai waktu paruh. Waktu paruh adalah waktu yang dibutuhkan larutan inisiator pada suhu tertentu, untuk mencapai setengah dari konsentrasi awal. Penurunan konsentrasi ini diperoleh melalui cara dekomposisi termal. Berikut ini spesifikasi dan rumus struktur untuk APS :

Tabel 2.3 Spesifikasi Amonium Persulfat ^[22, 25]

Rumus molekul	$(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$
Berat molekul (g/mol)	228,18
Wujud fisik	Serbuk kristal putih higroskopis yang tidak berbau
Titik leleh (°C)	120
Kerapatan (g/cm ³)	1,982
Kelarutan (g/liter H ₂ O, 20°C)	620
pH (larutan jenuh, 25°C)	± 4,4
Waktu paruh (jam) *	± 192 (50°C) ± 8,4 (70°C) ± 0,55 (90°C)

Keterangan * : Nilai pendekatan dan tergantung pada pH



Gambar 2.4 Struktur amonium persulfat

Laju polimerisasi meningkat seiring dengan kenaikan konsentrasi inisiator. Peningkatan laju polimerisasi tersebut dapat meningkatkan kandungan padatan polimer yang dihasilkan. Hal ini menandakan tingginya persen konversi polimerisasi. ^[26]

- **Bahan Tambahan Lain**

Bahan tambahan lain yang biasa digunakan dalam polimerisasi emulsi adalah sebagai berikut :

- Agen pentransfer rantai (*chain transfer agent*), berfungsi sebagai pengatur berat molekul polimer dengan mengurangi pengembangan panjang rantai polimer. Contohnya adalah merkaptan (RSH). ^[1]
- Agen pengikat silang, berfungsi untuk membentuk ikat silang antar rantai polimer, sehingga dapat meningkatkan beberapa sifat mekanik polimer. Contohnya adalah glisidil metakrilat.
- Monomer penstabil, berguna untuk menstabilkan partikel polimer berukuran cukup besar yang terdispersi dalam pelarut air. ^[3] Monomer

jenis ini biasanya memiliki gugus fungsi karboksilat seperti asam akrilat dan asam metakrilat.

- 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.

2.4 Karakteristik Polimerisasi Emulsi

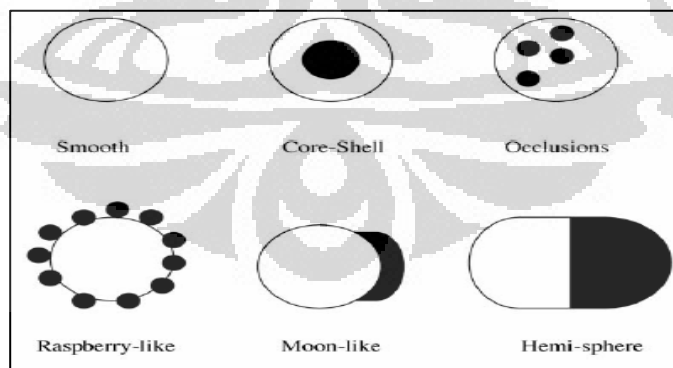
2.4.1 Ukuran dan Bentuk Molekul

Ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel adalah sangat penting dalam sistem partikulat seperti aerosol, emulsi, suspensi, dispersi, dan bubuk. Dalam polimerisasi emulsi, analisis ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel adalah sangat penting berkaitan dengan teori kinetik yang menyangkut pembentukan partikel, pertumbuhan partikel dan interaksi partikel jika dihubungkan dengan kondisi reaksi polimerisasi. Dalam industri, ukuran partikel dan distribusinya adalah sangat penting dan berhubungan dengan hal-hal seperti sifat cat dan stabilisasi polimer emulsi. Secara umum stabilisasi sistem emulsi atau dispersi akan berkurang dengan kenaikan ukuran partikel dan distribusinya.^[19] Distribusi ukuran partikel dipengaruhi oleh jumlah inisiator dan surfaktan yang digunakan dalam teknik polimerisasi. Pada teknik *seeding* dapat menghasilkan ukuran

partikel yang lebih besar, sedangkan untuk teknik semi kontinu atau teknik semi *batch* menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil tetapi indeks distribusi partikel (PDI) lebih kecil.

Polimer dispersi umumnya berbentuk partikel bulat (*spherical*).

Partikel dispersi ini dapat menghamburkan cahaya sehingga menimbulkan penampakan yang keruh (*milky*). Partikel polimer yang terlalu kecil sulit untuk menghamburkan sinar/cahaya tampak, tipe polimer dispersi seperti ini memiliki penampakan yang lebih transparan (tembus cahaya). Jika semua partikel memiliki ukuran yang sama dinamakan “dispersi *monodisperse*”, jika tidak memiliki ukuran yang sama dinamakan *polidisperse*. Partikel polimer dispersi memiliki berbagai macam morfologi yang berbeda. Gambaran morfologinya dapat dilihat pada Gambar 2.5 berikut :

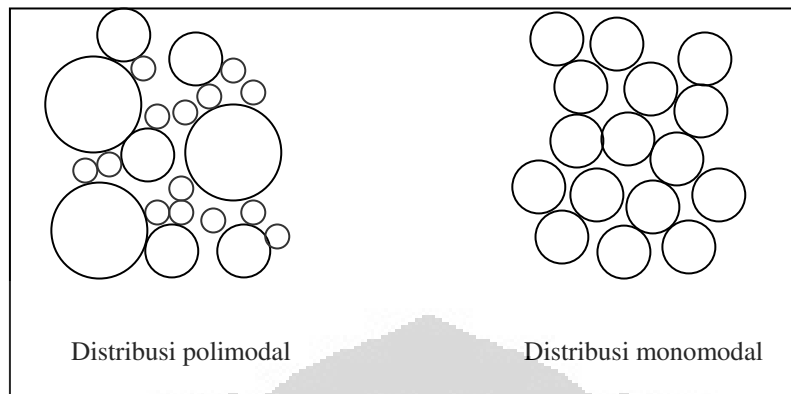


Gambar 2.5 Morfologi Partikel Polimer Emulsi^[27]

2.4.2 Berat Molekul dan Distribusi Berat Molekul ^[1,17,28]

Berat molekul dan distribusi berat molekul merupakan faktor yang berperan penting pada polimer emulsi, sebab berhubungan dengan sifat-sifat fisika polimer. Pada umumnya, polimer dengan berat molekul yang lebih tinggi bersifat lebih kuat, namun sulit dalam pembuatannya. Derajat polimerisasi dan berat molekul adalah karakter paling penting pada senyawa makromolekul. Kedua hal ini mengindikasikan berapa banyaknya unit monomer yang membentuk suatu rantai polimer. Polimer emulsi yang dihasilkan dari proses polimerisasi emulsi yang melibatkan dua fasa cair dan menghasilkan fasa solid yang terdispersi dalam media cair dapat memiliki ukuran partikel yang seragam. Distribusi ukuran partikel polimer dapat dibagi menjadi polimodal (*polydisperse*) dan monomodal (*monodisperse*).

Polimer dengan distribusi polimodal mempunyai ukuran partikel yang bervariasi dengan perbedaan cukup besar. Distribusi ukuran partikel yang dihasilkan akan melebar, atau mempunyai banyak puncak kurva distribusi. Emulsi yang mengandung koloid pelindung biasanya menghasilkan distribusi polimodal. Secara ideal, seluruh partikel polimer monomodal mempunyai ukuran yang sama, maka distribusi ukuran partikel yang dihasilkan akan sempit (*narrow*). Gambaran lebih jelas mengenai ukuran partikel dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar. 2.6 Distribusi partikel polimodal dan monomodal

2.4.3 Kandungan Padatan (*Solid Content*)

Kandungan padatan menggambarkan hasil polimer yang dihasilkan berdasarkan total formula polimerisasi kecuali air. Penentuan kandungan padatan pada aplikasi polimer emulsi umumnya adalah bagian awal karakterisasi yang harus dilakukan pada hasil polimerisasi emulsi. Biasanya, polimer emulsi dikeringkan dahulu pada massa yang konstan dan suhu di antara 100-140⁰ C, dan kandungan padatannya adalah perbandingan antara berat polimer, setelah dikeringkan dengan total berat sampel awal.

Polimer kering yang ditimbang terdiri dari polimer, surfaktan dan garam anorganik (dibentuk dari hasil dekomposisi inisiator dan dari netralisasi). Bagian yang menguap saat dikeringkan adalah air dan monomer yang tidak berubah menjadi polimer saat proses polimerisasi. Perbandingan antara kandungan padatan teoritis (yang diperkirakan bahwa semua monomer terpolimerisasi) dengan percobaan dapat digunakan untuk

melihat apakah suatu proses polimerisasi berjalan sempurna. Nilai solid content yang mendekati nilai teoritisnya dapat menjadi salah satu parameter kesempurnaan reaksi, karena hal ini menjelaskan bahwa monomer telah terpolimerisasi seluruhnya dengan sempurna.

2.4.4 Viskositas (Kekentalan)

Viskositas pada polimer emulsi menunjukkan kekentalan dan kemampuan emulsi dalam mengalir.^[29] Sifat alir ini merupakan salah satu parameter penting pada polimer emulsi, sebab polimer emulsi memiliki kandungan polimer yang lebih tinggi dibandingkan polimer larutan.^[27] Viskositas dapat menyatakan kehomogenitasan dari partikel polimer. Polimer yang polidispers biasanya mempunyai nilai viskositas yang lebih rendah daripada polimer yang monodispers. Karena polimer yang polidispers mempunyai ruang antar partikel yang lebih kecil, sehingga memperkecil gaya gesek antar partikel polimernya.

2.4.5 Transisi Gelas (T_g)

Suhu transisi gelas adalah salah satu kriteria yang dapat dipertimbangkan dalam pemilihan monomer. Suhu transisi gelas (T_g), 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.^[1]

2.5 Teknik Polimerisasi Emulsi

Dalam polimerisasi emulsi dikenal empat macam teknik yaitu :

2.5.1 Teknik *Batch*

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

2.5.2 Teknik *Seeding*

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

2.5.3 Teknik Kontinu (sinambung)

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.

2.5.4 Teknik Semi kontinu

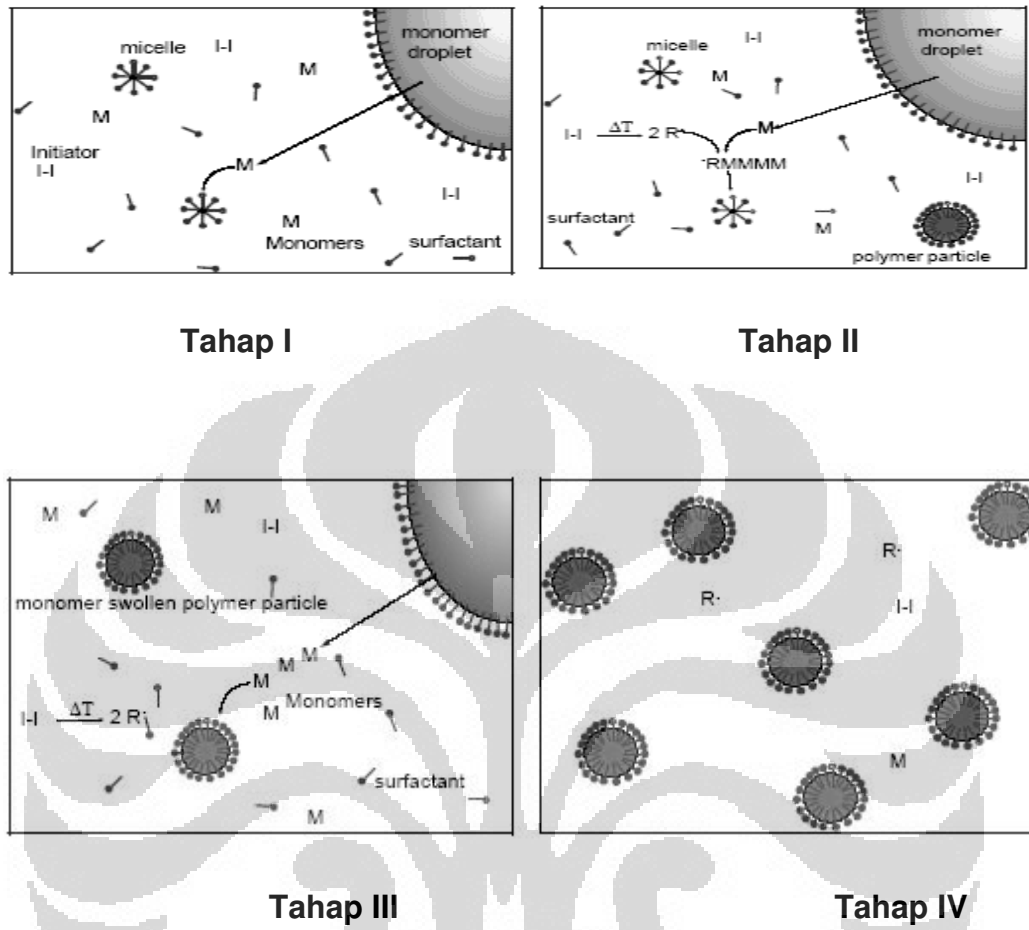
Pada teknik semi kontinu, sebagian air dan surfaktan dicampurkan dan kemudian dimasukkan ke dalam reaktor. Selanjutnya ke dalam campuran yang disebut *initial charge* ini dimasukkan pre-emulsi monomer dan larutan inisiator secara terus-menerus sampai habis. Jika dalam polimerisasinya digunakan inisiator 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 semi kontinu 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).

2.6 Mekanisme Polimerisasi Emulsi

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



Gambar. 2.7 Tahap polimerisasi emulsi [17]

Berdasarkan Gambar 2.7 di atas :

- **Tahap I** → menunjukkan molekul monomer 'terlarut' di dalam misel. Untuk polimerisasi *seeding*, tahap I berhubungan dengan pembentukan *seed* lateks.
- **Tahap II** → terjadi pertumbuhan rantai polimer membentuk oligomer di dalam misel. Oligomer ini diinisiasi oleh radikal bebas yang diperoleh dari dekomposisi inisiator termal. Molekul monomer

berdifusi keluar dari monomer droplet untuk memasuki misel.

Surfaktan kemudian terdistribusi kembali untuk menghasilkan lebih banyak *swollen* partikel polimer, dan mengurangi jumlah monomer droplet. Radikal bebas yang dihasilkan pada fasa air yaitu sekitar 10^{13} radikal/cm³ detik.

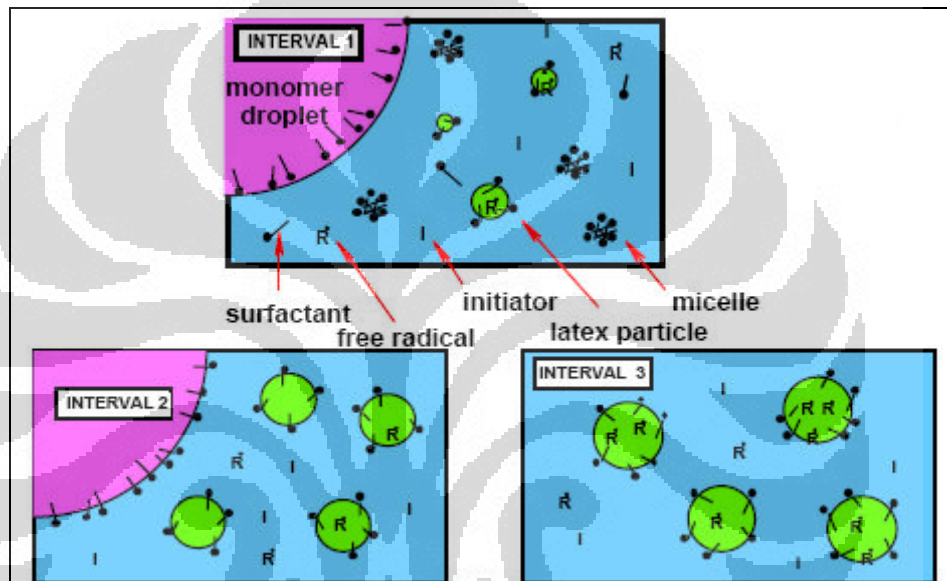
- **Tahap III** → monomer yang dikonsumsi oleh pertumbuhan rantai polimer digantikan oleh monomer baru yang terus bermigrasi keluar dari monomer droplet. Penambahan monomer droplet dilakukan secara kontinu (*feeding*) untuk mencegah kekurangan monomer.
- **Tahap IV** → setelah semua monomer habis dikonsumsi, terjadi pasca polimerisasi tanpa penambahan kembali monomer. Kemudian dihasilkan rantai polimer, hingga tidak lagi terdapat monomer bebas.

Teori Harkins pada tahun 1947 menyatakan polimerisasi berlangsung dalam tiga interval, yaitu :

- **Interval I**, 0 – 10% konversi, dimana terdapat empat macam keadaan. Keadaan tersebut, yaitu monomer di dalam misel, monomer di dalam droplet, monomer di dalam partikel polimer, dan sejumlah partikel polimer yang sedang tumbuh.
- **Interval II**, 10 – 50% konversi, dimana tidak lagi terdapat miselar surfaktan, masih terdapat monomer droplet, monomer di dalam partikel polimer dan terdapat jumlah partikel yang konstan.

- **Interval III**, 50 – 90% konversi, dimana tidak lagi terdapat monomer droplet, masih terdapat monomer di dalam partikel polimer, dan jumlah partikel yang konstan.

Mekanisme lebih jelas dapat dilihat pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8 Interval dalam polimerisasi emulsi^[12]

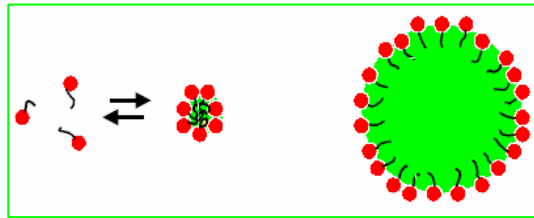
Polimerisasi terjadi di dalam misel. Ini terjadi karena terdapat konsentrasi monomer yang tinggi, rasio permukaan terhadap volume yang besar, dan terdapat antarfasa antara monomer organik dengan inisiator yang larut di dalam air. Polimerisasi akan terus terjadi dan akan berhenti, jika monomer yang tersedia telah habis ataupun adanya radikal bebas yang menghentikan rantai pengembangan polimerisasi. Selama proses

polimerisasi berlangsung, stabilitas dijaga dengan penyerapan molekul surfaktan dari permukaan.

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

1. Nukleasi Monomer Droplet

Pada awal proses polimerisasi berlangsung, sebagian besar monomer (>95%) berada dalam sistem terdispersi sebagai monomer droplet yang ukurannya bergantung pada kecepatan pengadukan. Monomer droplet distabilisasikan oleh molekul surfaktan yang terabsorpsi pada permukaan. Monomer droplet memiliki diameter sekitar 1-10 μm (10^3 - 10^4 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^{17} - 10^{18} per mililiter, ada setidaknya 10^{10} - 10^{11} monomer droplet per mililiter. Perbedaan antara misel dan monomer droplet adalah total daerah permukaan misel lebih besar daripada monomer droplet. Pembentukan monomer droplet dalam sistem emulsi dapat dilihat pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Pembentukan Monomer Droplet^[28]

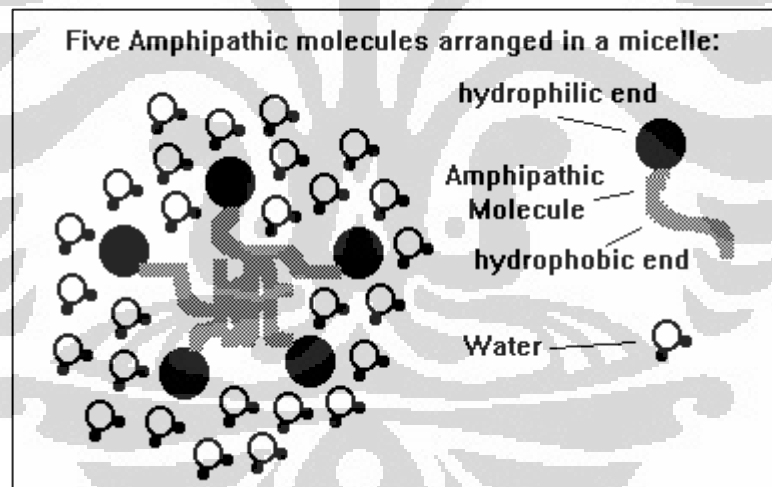
Terjadinya polimerisasi bukan pada monomer droplet. Polimerisasi umumnya selalu terjadi di dalam misel, disebabkan sifat dari monomer droplet yang cenderung tidak stabil. Monomer droplet tidak dapat berkompetisi efektif dengan misel dalam menangkap radikal yang dihasilkan dari fasa air, karena total daerah permukaan droplet yang lebih kecil. ^[28]

2. Nukleasi Miselar vs Homogen

Pada tahapan ini, sifat kelarutan monomer dalam air sangat berperan. Saat monomer ditambahkan, beberapa fraksi monomer akan terurai didalam fasa air. Kelarutan monomer di dalam air berbeda-beda. Jumlah monomer di dalam misel, sesuai dengan besar kelarutan monomer dalam media air, untuk monomer non polar jumlah monomer di dalam misel lebih besar dibandingkan untuk monomer polar yang jumlah monomer nya dalam misel hanya sedikit dibandingkan pada fasa air. ^[28]

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. ^[28] Gambaran

mengenai misel yang terbentuk dapat dilihat pada Gambar 2.10. Pada nukleasi misellar molekul monomer berdifusi ke dalam misel dengan ukuran 50-100 Å⁰ untuk membentuk misel *monomer-swollen*.^[17] Selanjutnya terjadi pertumbuhan rantai polimer membentuk oligomer di dalam misel yang diinisiasi oleh radikal bebas yang diperoleh dari dekomposisi inisiator termal. Ketersediaan molekul monomer berasal dari hasil difusi monomer dari monomer droplet menuju misel. Surfaktan yang masih ada, terus terdistribusi dalam sistem emulsi, hingga menghasilkan lebih banyak partikel *monomer-swollen micelle*, yang mengurangi jumlah monomer droplet.



Gambar 2.10 Pembentukan misel^[30]

Polimerisasi monomer di dalam fasa air tidak diragukan lagi dapat terjadi, tetapi tidak berkontribusi secara signifikan. Pembentukan partikel dalam fasa air dikenal dengan nukleasi homogen atau pembentukan inti

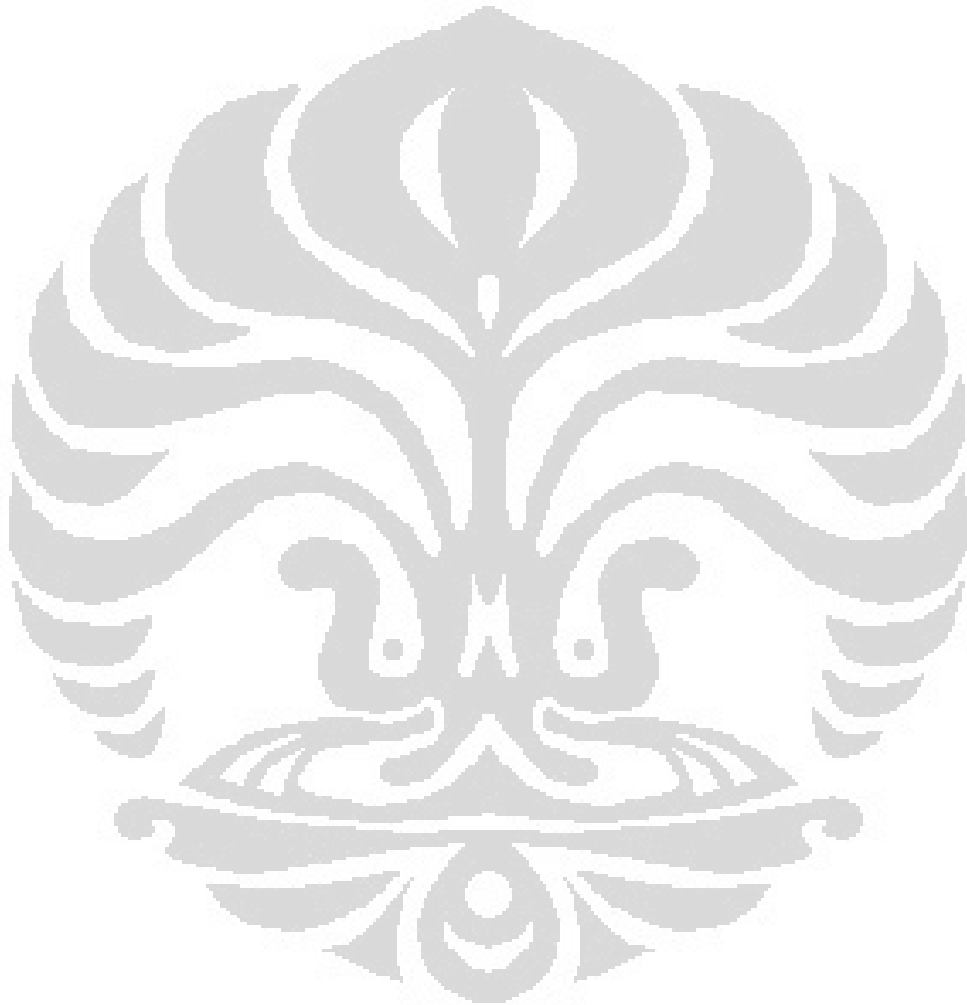
sekunder. Pada nukleasi homogen, radikal yang terbentuk pada fasa air langsung menginisiasi monomer di dalam larutan, inti homogen yang terbentuk ini menjadi tidak terlarut dan tidak stabil, dikarenakan memiliki batas panjang rantai yang disebut panjang rantai kritis.^[31] Ketidakstabilan dari inti sekunder ini dapat distabilkan oleh surfaktan yang terabsorpsi (dari larutan, monomer droplet dan misel).^[28]

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.^[28]

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.*^[32] Dari percobaan yang mereka

lakukan saat konsentrasi surfaktan di bawah CMC, ternyata nukleasi partikel polimer berakhir pada konversi yang sangat singkat, yaitu sekitar 2%.



BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Proses homopolimerisasi emulsi stirena awal dilakukan dengan teknik *seeding*. Bejana reaktor diisi dengan *initial charge*, berupa campuran air, monomer stirena, dan surfaktan dengan kandungan yang lebih kecil dari jumlah surfaktan dan monomer total. *Initial charge* ini diaduk pada kecepatan sekitar 200 - 300 rpm, dan suhu reaktor dinaikkan sampai mencapai 70^o - 75^oC. Selanjutnya ditambahkan *stream 1* selama 10 menit, kemudian *stream 2* ditambahkan secara kontinu selama waktu *feeding* selama 2 jam. Dalam hal ini, *stream 1* merupakan campuran air dan inisiator APS, sedangkan *stream 2* merupakan pre-emulsi stirena yang terdiri dari air, surfaktan sisa, stirena dan basa KOH. Setelah *feeding* selesai, dilakukan *aging* selama dua jam pada suhu 75^oC – 80^oC tanpa penambahan apa-apa.

Pada penelitian ini waktu *feeding* yang digunakan adalah 2 jam dan dilakukan variasi konsentrasi surfaktan *sodium lauryl sulfate* (SLS) pada *seeding* yaitu 15 %, 25 % , 35 % dan 45 % dari surfaktan total dengan CMC SLS adalah 2,2 g/L. Kemudian dilakukan variasi konsentrasi monomer *stirena* pada *seeding* yaitu 3 %, 6 % , 9 % dan 12 % dari monomer total.

Hasil polimer emulsi *core* stirena yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan beberapa variabel. Adapun karakterisasi tersebut meliputi

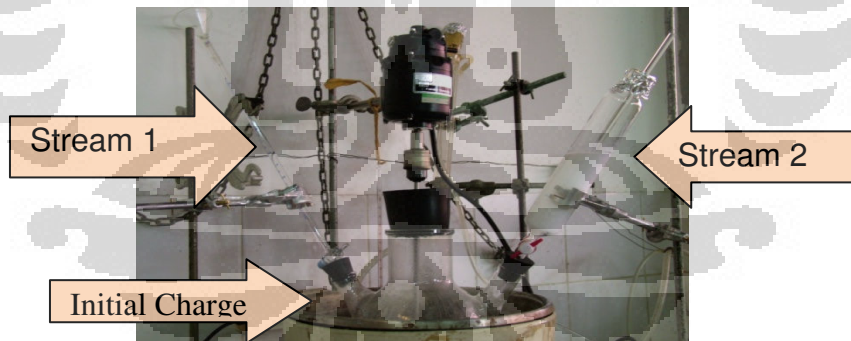
persen konversi, ukuran dan distribusi ukuran partikel, indeks viskositas, berat molekul , pH, spektrum IR, dan suhu transisi gelas.

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat yang digunakan

Peralatan yang digunakan selama penelitian di dalam laboratorium adalah alat-alat gelas , oven, penangas air , tabung reaktor polimerisasi, termometer, *stirrer*, *Stopwatch*, dan neraca analitik.

Peralatan yang digunakan selama analisis dan pengukuran adalah pH meter , viskometer tipe Brookfield, Malvern Zeta Nano *Particle Analyzer Nano Series* (Nano S), *Differential Scanning Calorimeter* (DSC) , dan FTIR.



Gambar 3.1 Reaktor skala laboratorium yang digunakan^[32]

3.1.2 Bahan yang Digunakan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah monomer Stirena, inisiator Amonium persulfat , surfaktan Sodium lauril sulfat , basa KOH dan air demineral. Monomer stirena yang digunakan berasal dari PT.Indochemicals , inisiator APS yang digunakan berasal dari Henkel Cognis ,dan basa KOH yang digunakan berasal dari PT.Clariant.

3.2 Formulasi

Formulasi polimerisasi dilakukan berdasarkan variasi konsentrasi surfaktan *sodium lauryl sulfate* (SLS) pada *seeding*, yaitu 15 %, 25 %, 35 % dan 45 % dari surfaktan total, variasi konsentrasi monomer *stirena* pada *seeding*, yaitu 3 %, 6 %, 9 % dan 12 % dari monomer total. Variasi ini dilakukan untuk melihat pengaruhnya terhadap ukuran partikel, distribusi ukuran partikel, dan kandungan padatan yang dihasilkan.

Tabel 3.1 Contoh Formulasi dengan variasi 25 % SLS, 6 % Stirena, 0,2% APS dan 0,03 % KOH dengan teknik *seeding*

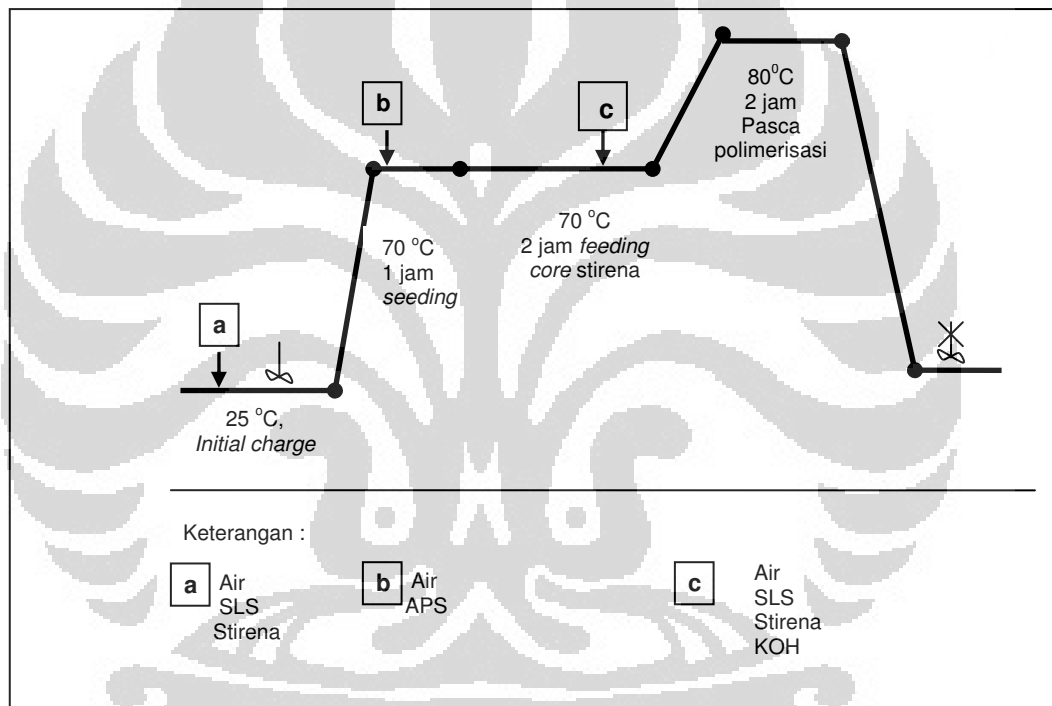
FORMULA		L1
<i>Variasi</i>		
<i>Initial Charge</i> <i>1 jam</i>	Air	432,98 gr
	SLS	0,41 gr
	Stirena	7,56 gr
<i>Stream 1</i> (Inisiator) <i>10 menit</i>	Air	10 gr
	APS	1,5 gr
<i>Stream 2</i> (Pre-emulsi) <i>2 jam</i>	Air	177,66 gr
	Stirena	118,44 gr
	SLS	1,23 gr
	KOH	0,22 gr
Pasca Polimerisasi		2 jam

3.3 Metode Kerja

3.3.1 Teknik *Seeding*

Bejana reaktor diisi dengan *initial charge* berupa campuran air, monomer stirena, dan surfaktan sebanyak beberapa persen dari surfaktan total (sesuai dengan variasi yang dilakukan). Larutan *stream 1* merupakan campuran air dan inisiator APS sedangkan *stream 2* merupakan pre-emulsi stirena yang terdiri dari air, surfaktan sisa, stirena dan basa KOH. *Initial Charge* dimasukkan ke dalam labu reaktor, kemudian diaduk dengan

kecepatan tertentu dan dipanaskan sampai suhu 70°C. Selama reaksi suhu dijaga tetap antara 70°C. Saat suhu pemanasan tercapai, ditetaskan larutan *stream 1* secara langsung (shot), dan dilakukan *seeding* selama 10 menit. Setelah 10 menit, larutan *stream 2* ditetaskan selama 2 jam. Dilakukan pasca polimerisasi selama 2 jam pada suhu 80 °C dengan keadaan larutan tetap diaduk.



Gambar 3.2 Bagan alir teknik *seeding* pada polimerisasi *core styrene*

3.4 Metode Pengujian Hasil Polimerisasi

3.4.1 Kandungan Padatan (ASTM D 4456)

Emulsi sebanyak ± 1 g ditimbang ke dalam botol timbang yang telah diketahui bobot kosongnya. Kemudian dipanaskan dalam oven pada suhu

105°C selama 2 jam. Setelah itu didinginkan dalam desikator dan ditimbang. Jumlah total padatan dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut :

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

W_1 : Berat wadah kosong

W_2 : Berat wadah kosong + berat sampel emulsi kering

W_3 : Berat sampel

3.4.2 Pengukuran pH

pH meter dikalibrasi sebelum digunakan dengan larutan buffer pH 4 dan pH 7. Kemudian elektroda dicelupkan kedalam larutan sampel yang akan diuji, biarkan beberapa saat sampai pH meter menunjukkan angka yang stabil (tulisan "*drift*" hilang). Angka pH yang ditunjukkan dicatat. Setelah pengukuran pH selesai, pH meter dimatikan dan elektroda dicuci dengan bersih.

3.4.3 Kekentalan (Metode Brookfield RVT)

Sampel ditempatkan dalam suatu wadah yang memiliki luas permukaan yang sama. Kemudian sampel diukur kekentalannya dengan mengatur spindle dan rpm yang tepat pada alat viskometer yang digunakan

pada suhu ruang. Setelah itu, skala yang diperoleh pada alat viscometer pada skala yang stabil selama beberapa detik dicatat.

Misal pengukuran dilakukan dengan menggunakan :

Spindle : 2

Rpm : 12

Skala baca : 4

Maka kekentalannya adalah = $4 \times 25 = 100$ mPas (angka 25 diperoleh dari tabel pada alat).

3.4.4 Pengukuran Distribusi Ukuran Partikel

Sampel diambil dengan menggunakan ujung pengaduk, dan dilarutkan dengan 300 mL air demineral dan diaduk sampai homogen. Larutan sampel harus sedikit transparan, dimasukkan ke dalam *disposeable plastic cuvet* dengan tinggi larutan maksimum 15 mm. Kemudian sampel diukur menggunakan ZetaNano Particle Analyzer dengan setting run 5 kali pengukuran per sampel, pada attenuator lebar *slit* yang optimum, yaitu sekitar 6 – 8. Untuk sampel yang terlalu keruh, maka attenuator akan berada di bawah 6, maka sampel perlu diencerkan, untuk sampel yang terlalu transparan, maka attenuator akan berada di atas 8, dan sampel perlu ditambah.

3.4.5 Pengukuran Spektrum FTIR

A. Pengukuran sampel film menggunakan ATR Zirconia

Sampel dibuat dengan ukuran yang sama dari lapisan film yang akan diuji, $p \times l : 2 \times 0,5$ cm. Kemudian sampel diletakkan di atas alat ATR Zirconia, ditempatkan pada ruang pengukuran. Pengukuran secara otomatis dilakukan dengan *setting range* panjang gelombang mulai 1000 cm^{-1} sampai 4000 cm^{-1} .

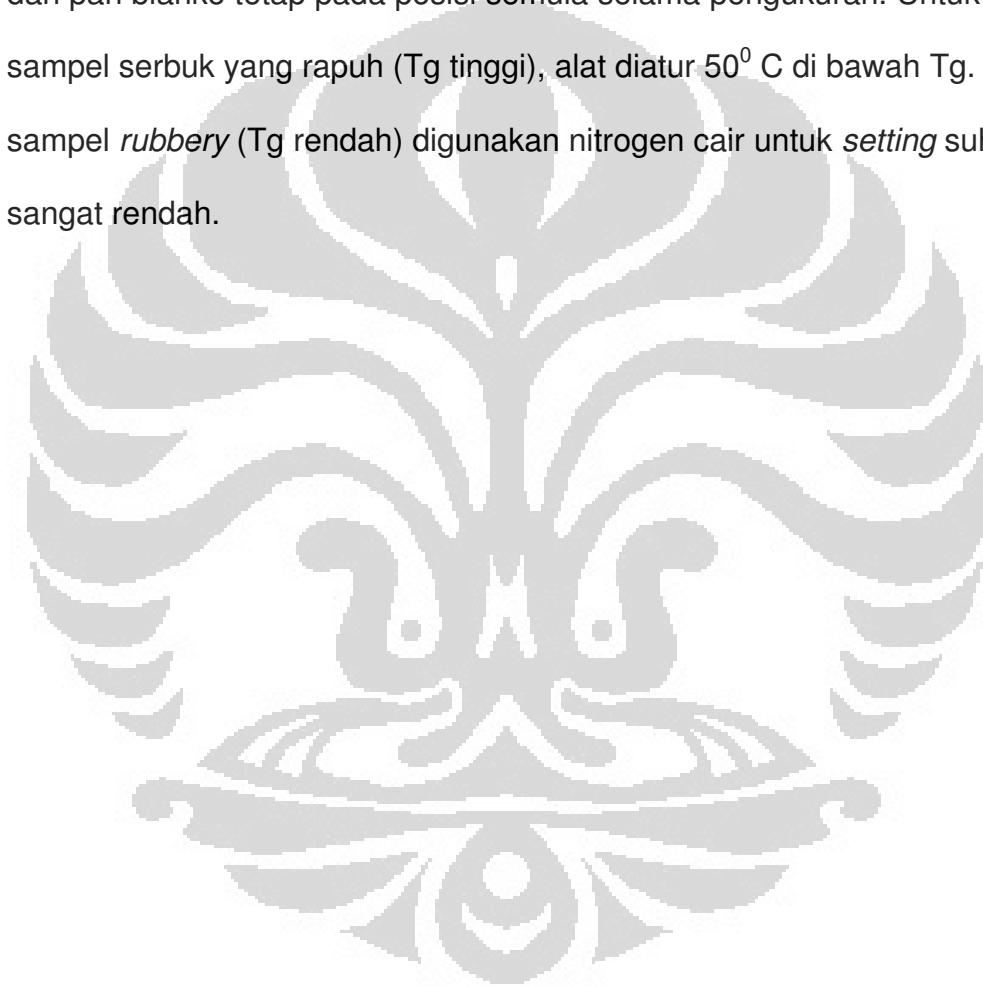
B. Pengukuran sampel padatan menggunakan serbuk KBr (Part DRS)

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

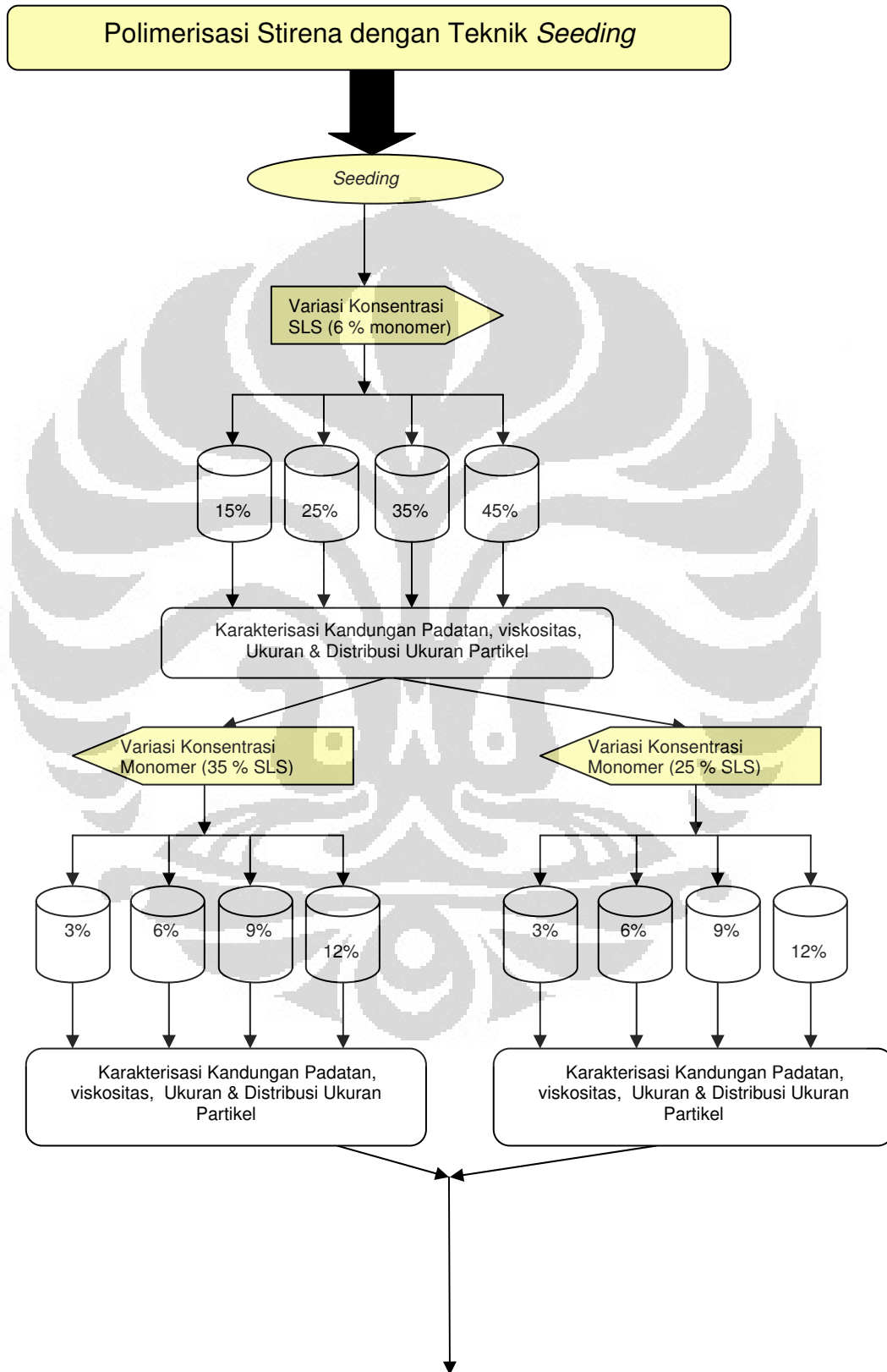
3.4.6 Pengukuran Menggunakan DSC

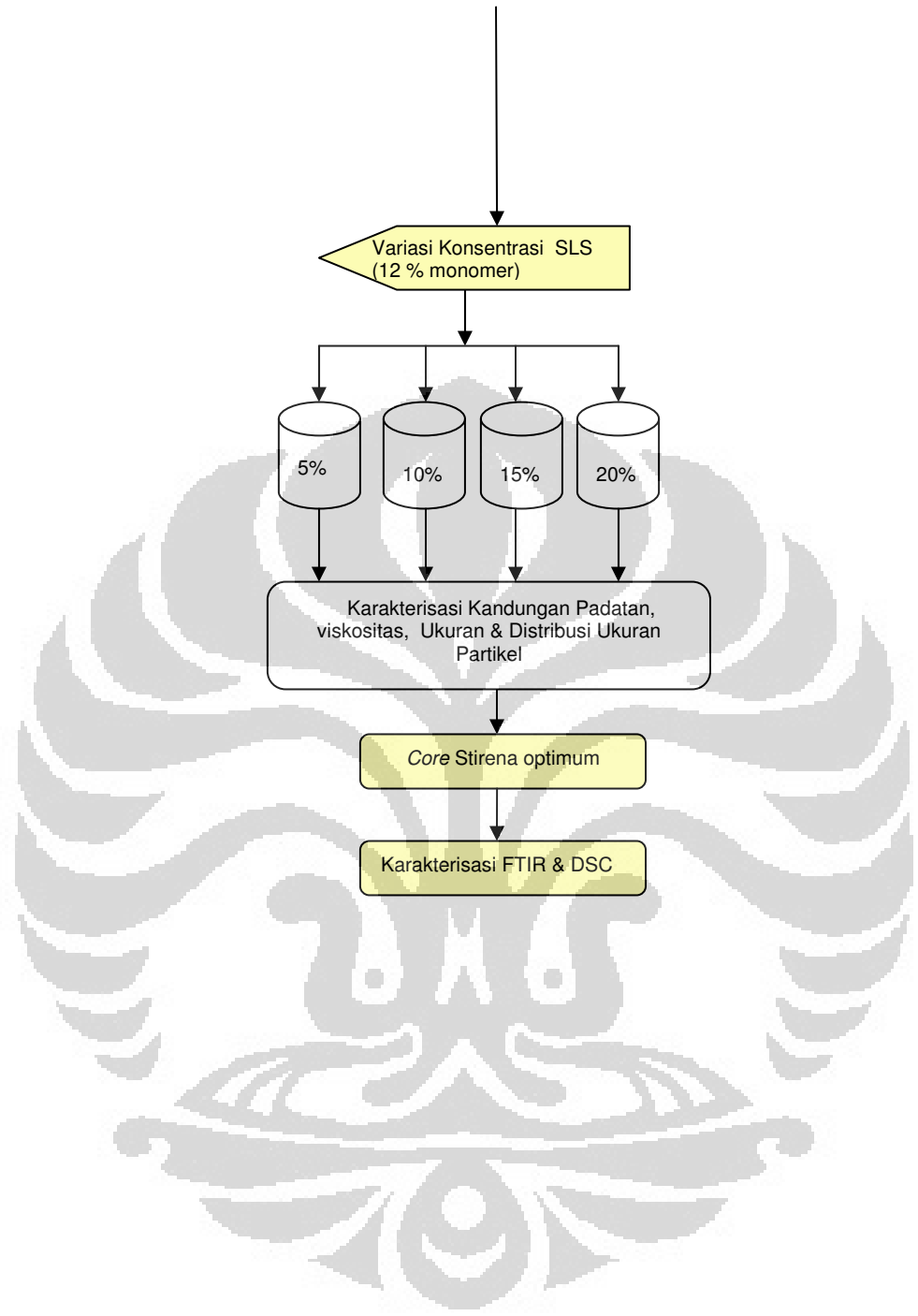
Sampel ditimbang sebanyak $5 - 20$ mg. Untuk sampel serbuk, sampel langsung digerus halus, dan diletakkan di dalam pan. Untuk sampel *rubbery*, sampel dicasting pada plat kaca dan dikeringkan, kemudian film yang dihasilkan dipotong seukuran pan (diameter film sekitar $3-4$ mm). Sampel dalam pan dicrimping dengan tutup *stainless steel* menggunakan alat *crimp*. Alat DSC dihidupkan, dengan mengalirkan gas nitrogen dan

diatur kenaikan suhu 2°C per menit. Untuk kalibrasi suhu dan panas DSC, pada alat diletakkan blanko berupa pan kosong dan sampel berisi zat pengkalibrasi yaitu Indium dan Seng. Setelah kalibrasi selesai, sampel Indium dan/atau Seng diganti dengan sampel polimer yang akan diukur, dan pan blanko tetap pada posisi semula selama pengukuran. Untuk sampel serbuk yang rapuh (T_g tinggi), alat diatur 50°C di bawah T_g . Untuk sampel *rubbery* (T_g rendah) digunakan nitrogen cair untuk *setting* suhu sangat rendah.



3.5 Diagram Rancangan Umum Penelitian





BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil polimerisasi

Pada penelitian ini dihasilkan polimer yang berwarna putih susu (*milky*), seperti yang dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Hasil polimerisasi emulsi *core* Stirena

Selanjutnya dilakukan analisis pada polimer, untuk mengetahui sifat – sifat fisik dari polimer yang terbentuk. Adapun sifat – sifat fisik tersebut adalah persen konversi, ukuran partikel, distribusi ukuran partikel, berat molekul, viskositas dan pH. Untuk menyakinkan bahwa polistiren benar – benar terbentuk, maka dilakukan karakterisasi menggunakan IR dan DSC.

Analisis awal yang dilakukan adalah dengan mengukur persen konversi. Persen konversi dapat diperoleh dengan menghitung besar kandungan padatan (*solid content*). Kandungan padatan yang dihitung terdapat 2 jenis yaitu kandungan padatan teoritis dan kandungan padatan percobaan. Kandungan padatan teoritis dihitung menggunakan rumus sebagai berikut :

Kandungan padatan teoritis =

berat monomer + berat surfaktan + berat inisiator + berat KOH

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

Kandungan padatan percobaan dapat diperoleh dengan mengurangi berat wadah dan polimer setelah dipanaskan di dalam oven dengan berat wadah kosong, dan kemudian dibagi dengan berat polimer sebelum dipanaskan. Proses pemanasan dalam oven akan lebih baik, apabila wadah yang digunakan memiliki permukaan yang rata. Hal ini bertujuan agar pemanasan berjalan merata.

Persen konversi dapat dihitung menggunakan rumus sebagai berikut :

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

Persen konversi menyatakan banyaknya polimer yang terbentuk atau banyaknya monomer yang dikonversikan menjadi polimer. Jadi semakin besar persen konversi maka berarti semakin banyak polimer yang terbentuk atau semakin banyak jumlah monomer yang dikonversikan menjadi polimer.

Pada penelitian ini besar kandungan padatan teoritis dibuat tetap, yaitu sebesar 17,248 %. Variasi dilakukan terhadap berat monomer dan surfaktan di *seeding* dan *feeding*, sesuai dengan perbandingannya masing – masing, namun berat total monomer dan surfaktan tidak berubah.

Pengukuran ukuran partikel, distribusi ukuran partikel, berat molekul dan viskositas pada penelitian ini bertujuan untuk mengetahui sifat fisik (bentuk polimer) walaupun tidak diketahui bentuk morfologinya secara pasti. Namun dengan diketahuinya sifat – sifat fisik tersebut, maka dapat

diperkirakan, apakah polimer yang dihasilkan dapat digunakan sebagai *core* dalam polimerisasi *core shell*.

Hasil analisis polimer menggunakan persen konversi, ukuran partikel, distribusi ukuran partikel, berat molekul, viskositas dan pH dapat dilihat pada Tabel 4.1 berikut :

Tabel 4.1 Data hasil pengukuran polimer *core* stirena

Variasi di seeding	% SLS	% monomer	Solid Content teoritis	Solid Content percobaan	% konversi	Ukuran partikel (nm)	PDI	BM (kDa)	Viskositas (mPas)	pH
Variasi SLS (6% monomer di seeding)	15	6	17,248	14,255	82,64	112,6	0,089	46922,7	62,5	1,93
	25	6	17,248	15,767	91,42	96,14	0,022	32225,5	62,5	2,01
	35	6	17,248	15,905	92,21	85,5	0,038	25147,4	50	2,07
	45	6	17,248	15,876	92,04	78,65	0,033	22048,9	50	2,02
Variasi SLS (12% monomer di seeding)	5	12	17,248	13,397	77,67	92,7	0,184	34639,9	100	2,04
	10	12	17,248	13,215	76,62				87,5	2,01
	15	12	17,248	12,663	73,41				87,5	2,04
	20	12	17,248	12,863	74,58	95,28	0,077	41195,6	62,5	2,02
	25	12	17,248	14,174	82,17	103,8	0,089	39449,6	50	2
	35	12	17,248	15,334	88,9	84,06	0,071	24146,9	62,5	2
Variasi monomer (35 % SLS di seeding)	35	3	17,248	14,957	86,72	77,13	0,162	18142,9	37,5	2,04
	35	6	17,248	15,905	92,21	85,5	0,038	25147,4	50	2,07
	35	9	17,248	14,671	85,05	98,72	0,021	33754,6	100	1,99
	35	12	17,248	15,334	88,9	84,06	0,071	24146,9	62,5	2
Variasi monomer (25 % SLS di seeding)	25	3	17,248	11,506	66,71	94,32	0,124	35605,1	50	2,01
	25	6	17,248	15,767	91,42	96,14	0,022	32225,5	62,5	2,01
	25	9	17,248	13,927	80,74	96,73	0,04	33770,2	75	2
	25	12	17,248	14,174	82,17	103,8	0,089	39449,6	50	2

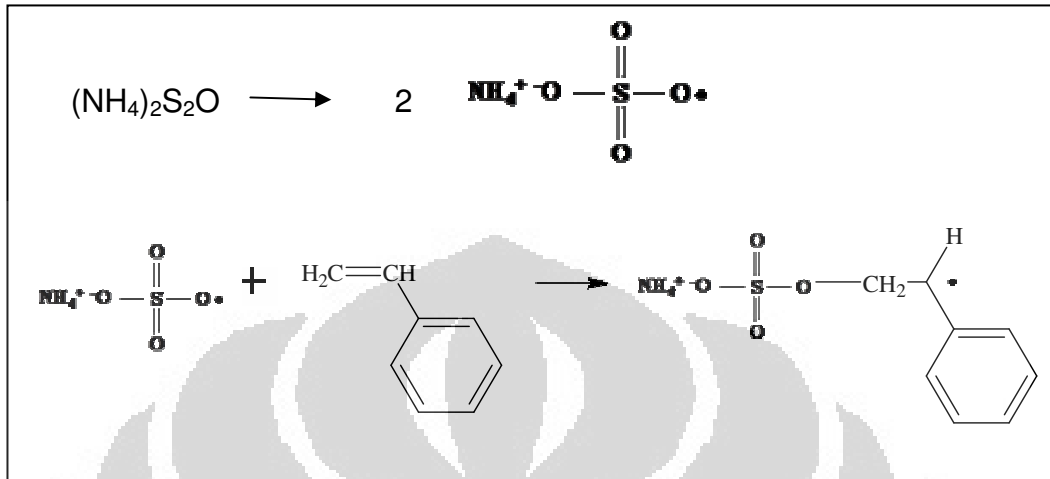
4.2 Proses polimerisasi

Proses homopolimerisasi *core* stirena pada penelitian ini dilakukan menggunakan teknik *seeding*, dimana proses polimerisasinya berlangsung dalam 3 tahap, yaitu *seeding*, *feeding* dan *aging*. Pada tahap *seeding* terdapat initial charge yang berupa campuran air, monomer, surfaktan dan inisiator yang ditambahkan secara *shot*. Tujuan penggunaan teknik *seeding* adalah agar dapat dihasilkan polimer yang berukuran besar. Karena pada tahap *seeding* terdapat proses pembentukan *seed* atau inti polimer, yang selanjutnya akan berkembang menjadi polimer. Oleh karena itu, besar ukuran *seed* yang terbentuk dapat mempengaruhi ukuran partikel polimer yang terbentuk.

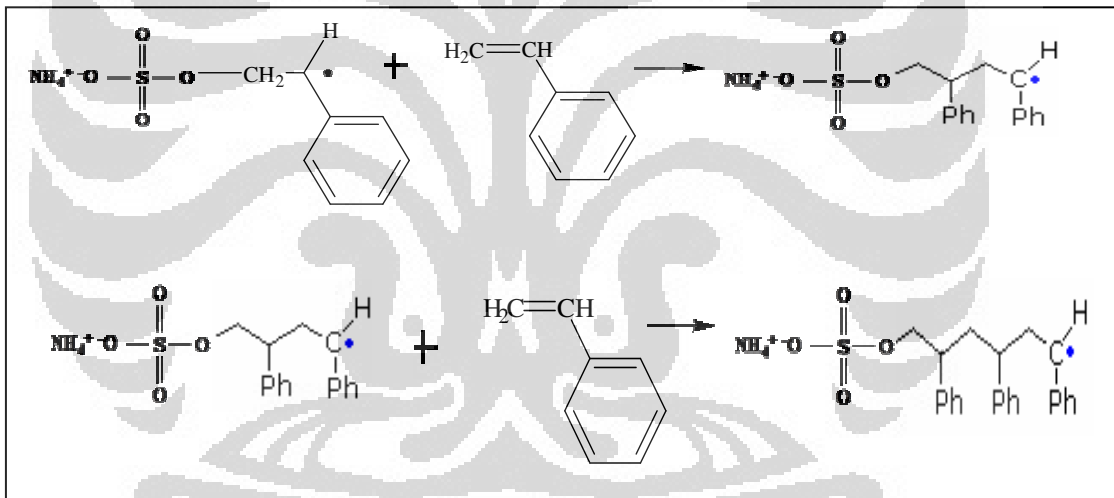
Pada tahap *seeding* terjadi proses nukleasi, yaitu proses pembentukan *seed* atau inti polimer. Adanya perbedaan proses nukleasi yang terjadi dapat mempengaruhi hasil *seed* yang terbentuk dan juga dapat mempengaruhi proses pembentukan polimer. Adapun jenis – jenis nukleasi yang dapat terjadi adalah nukleasi monomer droplet , nukleasi miselar dan nukleasi homogen.

Mekanisme polimerisasi *core* stirena terjadi melalui mekanisme polimerisasi radikal bebas atau adisi. Polimerisasi radikal bebas yang terjadi melalui 3 tahap, yaitu tahap inisiasi , propagasi dan terminasi. Perkiraan mekanisme yang terjadi dalam polimerisasi *core* stirena adalah sebagai berikut :

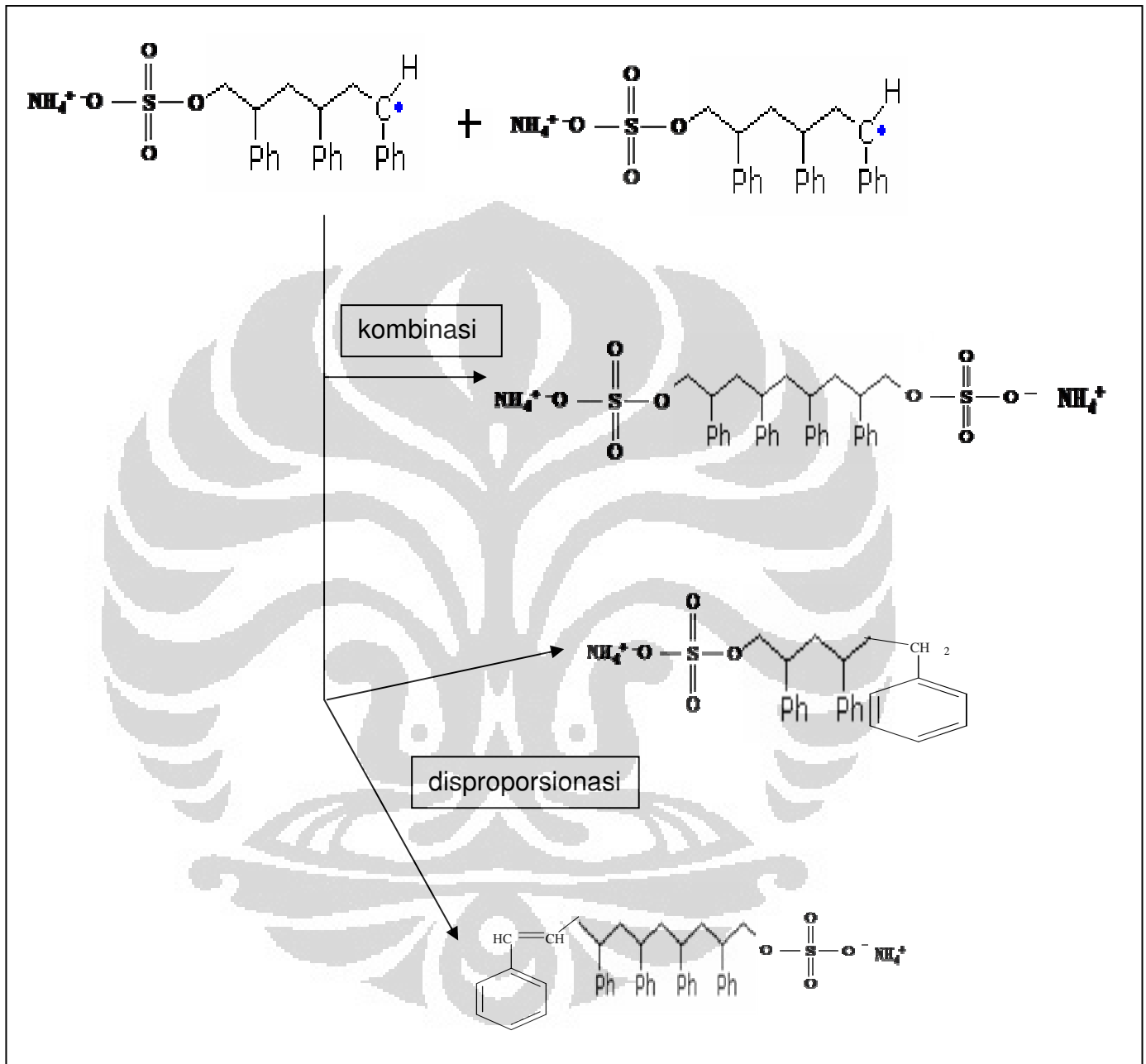
Inisiasi :



Propagasi :



Terminasi :

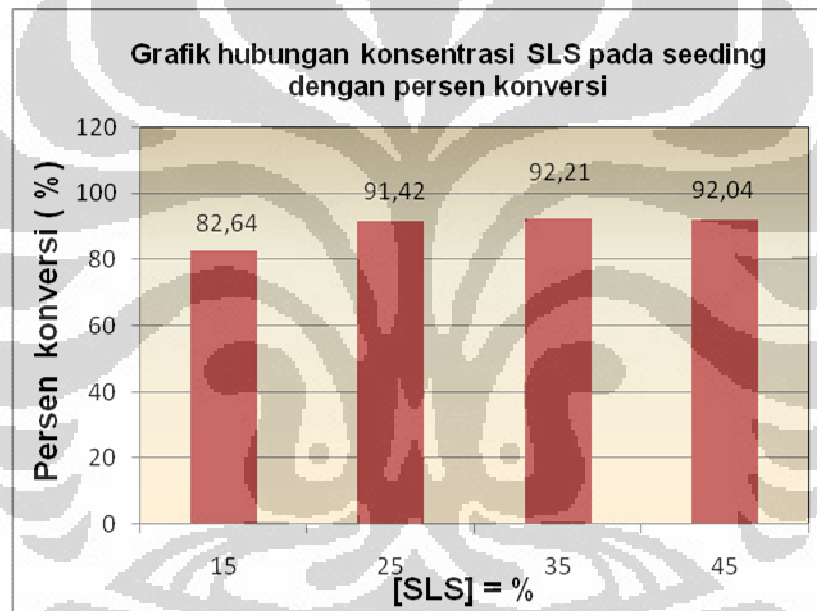


4.3 Pengaruh konsentrasi surfaktan dan monomer di *seeding*

4.3.1 Pengaruh konsentrasi surfaktan pada *seeding*

4.3.1.1 Pengaruh konsentrasi surfaktan pada *seeding* terhadap persen konversi

Pada variasi ini dipelajari pengaruh dari konsentrasi surfaktan pada *seeding* terhadap persen konversi polimer yang dihasilkan. Hasil yang diperoleh pada variasi ini dapat dilihat pada Gambar 4.2 berikut ini :



Gambar 4.2 Grafik pengaruh konsentrasi surfaktan pada *seeding* terhadap persen konversi pada konsentrasi monomer 6 % di *seeding*.

Berdasarkan pengamatan yang dapat dilihat pada Gambar 4.2, menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi surfaktan di *seeding*, maka semakin besar persen konversi yang dihasilkan . Hal ini sesuai dengan yang diungkapkan Capek^[26], menyatakan bahwa laju polimerisasi akan meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi surfaktan. Laju

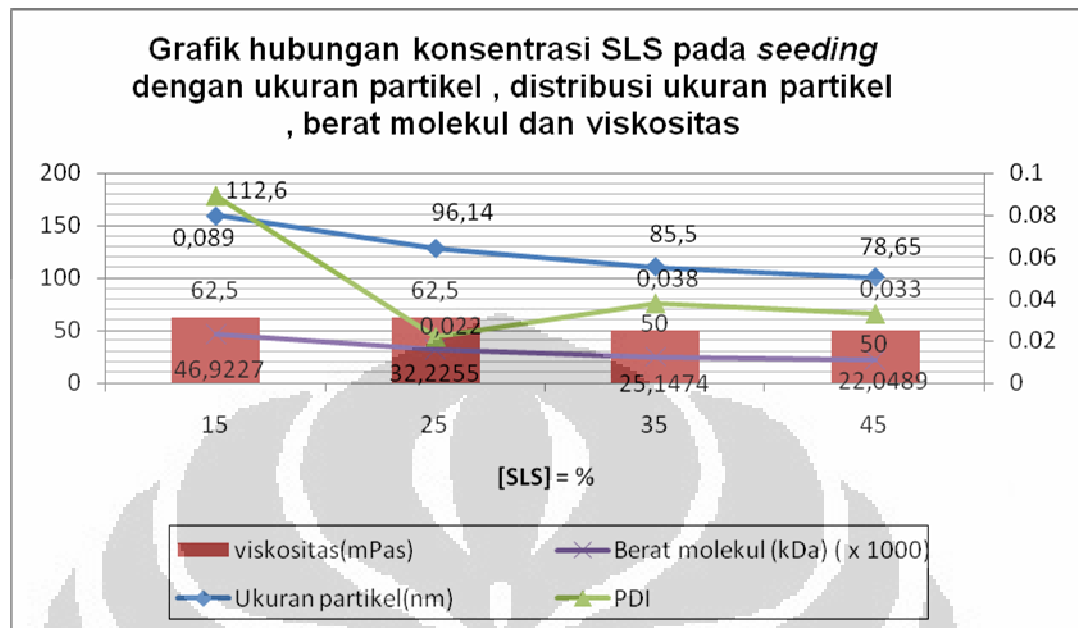
polimerisasi yang tinggi, akan meningkatkan persen konversi monomer sehingga hasil polimerisasi dapat lebih sempurna. Selain itu, hal ini dikarenakan semakin meningkat konsentrasi surfaktan di *seeding*, maka semakin banyak pula misel- misel yang dihasilkan. Adanya misel ini akan berguna sebagai tempat reaksi dalam proses nukleasi misellar dan selanjutnya akan berubah menjadi inti polimer. Apabila misel yang dihasilkan semakin banyak, maka proses nukleasi akan berjalan lebih cepat. Dengan bertambahnya misel sebagai tempat reaksi maka jumlah inisiator yang terlibat juga semakin besar. Sesuai dengan teori Smith Ewart, bahwa semakin banyak radikal bebas yang diabsorpsi, maka laju polimerisasi akan semakin meningkat, hal ini akan berpengaruh pada persen konversi yang semakin meningkat pula.^[22]

Berdasarkan hasil penelitian, diperoleh persen konversi maksimum pada konsentrasi SLS 35 % di *seeding* yaitu 92.21 %. Namun pada konsentrasi yang lebih besar dari 35 %, maka persen konversi akan menurun. Hal ini menunjukkan bahwa pada konsentrasi surfaktan 35% di *seeding* adalah konsentrasi optimum, dimana pada kondisi tersebut proses polimerisasi berjalan maksimum. Besar penurunan persen konversi selanjutnya tidak signifikan dan cenderung akan membentuk suatu keadaan stabil, dimana persen konversi yang dihasilkan hanya akan berkisar pada besar tersebut.

Berdasarkan Gambar 4.2 maka dapat dilihat bahwa adanya perubahan yang signifikan yang terjadi pada konsentrasi SLS di *seeding* sebesar 25 %. Walaupun persen konversi yang dihasilkan tidak maksimum, namun besar perubahan persen konversi dari konsentrasi SLS di *seeding* sebesar 15 % sampai 25 % cukup signifikan. Berdasarkan hal ini dapat diasumsikan, bahwa mungkin proses polimerisasi yang terjadi pada konsentrasi SLS di *seeding* sebesar 25 % berjalan maksimum, walaupun persen konversi yang dihasilkan tidak maksimum. Oleh karena itu pada penelitian ini, dilakukan variasi monomer pada dua konsentrasi SLS di *seeding* yaitu 25 % dan 35 %.

4.3.1.2 Pengaruh konsentrasi surfaktan pada *seeding* terhadap ukuran partikel, distribusi ukuran partikel , berat molekul dan viskositas

Pada variasi ini dipelajari pengaruh dari konsentrasi surfaktan pada *seeding* terhadap ukuran partikel, distribusi ukuran partikel, berat molekul dan viskositas polimer yang dihasilkan. Hasil yang diperoleh pada variasi ini dapat dilihat pada Gambar 4.3 berikut ini :



Gambar 4.3 Grafik pengaruh konsentrasi surfaktan pada *seeding* terhadap ukuran partikel, distribusi ukuran partikel, berat molekul dan viskositas polimer pada konsentrasi monomer 6 % di *seeding*.

Berdasarkan pengamatan yang dapat dilihat pada Gambar 4.3, menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi surfaktan di *seeding* maka semakin kecil ukuran partikel yang dihasilkan. Hal ini dapat terjadi karena semakin banyak surfaktan yang terdapat di *seeding* maka semakin banyak misel yang terbentuk namun mengakibatkan pengembangan misel terbatas. Terbatasnya pengembangan misel ini mengakibatkan inti polimer yang terbentuk cenderung berukuran kecil dengan begitu proses pengembangan inti polimer ini pun juga terbatas. Hal serupa juga dikemukakan Ewart^[36], bahwa konsentrasi surfaktan yang digunakan sebanding dengan jumlah partikel yang dihasilkan, sehingga semakin tinggi konsentrasi yang

digunakan, maka semakin banyak jumlah partikel yang dihasilkan. Sebagai konsekuensinya, ukuran partikel yang dihasilkan akan semakin kecil. Dengan begitu inti polimer akan terbentuk dalam jumlah besar di *seeding*, namun inti polimer tersebut berukuran kecil.

Ukuran partikel pada konsentrasi SLS sebesar 15 % yang mencapai 112,6 nm, menunjukkan bahwa pada konsentrasi ini pengembangan misel berlangsung sempurna, sehingga polimer yang dihasilkan memiliki ukuran partikel yang besar.

Berdasarkan Gambar 4.3, dapat diketahui bahwa semakin besar konsentrasi surfaktan di *seeding*, maka semakin kecil berat molekul polimer yang dihasilkan. Hal ini sesuai dengan trend yang terjadi pada ukuran partikel. Karena semakin besar ukuran partikel, maka semakin besar pula berat molekul polimer yang dihasilkan. Berat molekul suatu polimer dipengaruhi oleh panjang rantai polimer yang terbentuk. Proses perpanjangan rantai polimer berhubungan dengan proses propagasi. Karena pada tahap propagasi terjadi perpanjangan rantai polimer. Pertama-tama, radikal monomer akan menyerang monomer lain, dan membentuk ikatan kovalen, kemudian menghasilkan kembali radikal baru dan seterusnya. Maka dari itu, tahap ini akan menghasilkan berat molekul yang semakin besar.^[17] Oleh karena itu, apabila monomer radikal atau inti polimer yang dihasilkan *di seeding* berukuran besar, maka proses propagasinya akan menghasilkan polimer yang memiliki berat molekul yang besar.

Berdasarkan Gambar 4.3, dapat juga diketahui, bahwa semakin besar konsentrasi surfaktan di *seeding*, maka semakin kecil indeks polidispersitas polimer, atau dengan kata lain, polimer semakin bersifat monodispers. Dilihat dari indeks polidispersitasnya, maka polimer yang paling monodispers dihasilkan pada kondisi konsentrasi surfaktan sebesar 25 % di *seeding*, yaitu dengan indeks polidispersitas sebesar 0.022. Karena semakin kecil indeks polidispersitas, maka semakin monodisperse polimer tersebut. Besar distribusi ukuran partikel dalam suatu polimer dipengaruhi pada proses yang terjadi di tahap II dan III menurut Harkin dan Smith-Eward^[17]. Dimana pada kedua tahap tersebut molekul monomer berdifusi keluar dari monomer droplet untuk memasuki misel. Monomer baru dari monomer droplet akan terus bermigrasi dan tersebar di seluruh inti polimer yang ada. Sehingga apabila distribusinya merata, akan dihasilkan polimer yang monodispers.

Hasil pengukuran viskositas yang tertera pada Gambar 4.3, menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi surfaktan di *seeding*, maka semakin kecil viskositas polimer yang dihasilkan. Walaupun perubahan yang terjadi tidak terlalu signifikan, hasil ini sesuai dengan teori yang dikemukakan Smith Ewart^[36], bahwa semakin tinggi konsentrasi surfaktan yang digunakan, maka semakin banyak jumlah partikel yang dihasilkan dan ukuran partikel yang dihasilkan akan semakin kecil. Dengan begitu viskositas larutan pun akan semakin rendah.

Kecenderungan yang terjadi pada viskositas sesuai dengan kecenderungan yang terjadi pada berat molekul, yaitu semakin besar berat molekul polimer maka viskositas juga akan meningkat. Hal ini sesuai dengan Braun *et.al.*^[28] yang menyatakan, bahwa berat molekul polimer yang tinggi memiliki viskositas yang besar.

Selain itu, viskositas juga berhubungan dengan distribusi ukuran partikel. Semakin monodispers suatu partikel, maka viskositasnya akan semakin besar. Karena jarak antar partikel semakin dekat sehingga interaksi yang terjadi semakin kuat. Hal ini sesuai dengan yang diungkapkan Schneider^[41], bahwa viskositas akan rendah jika partikel mempunyai ukuran yang polimodal dibandingkan dengan monomodal.

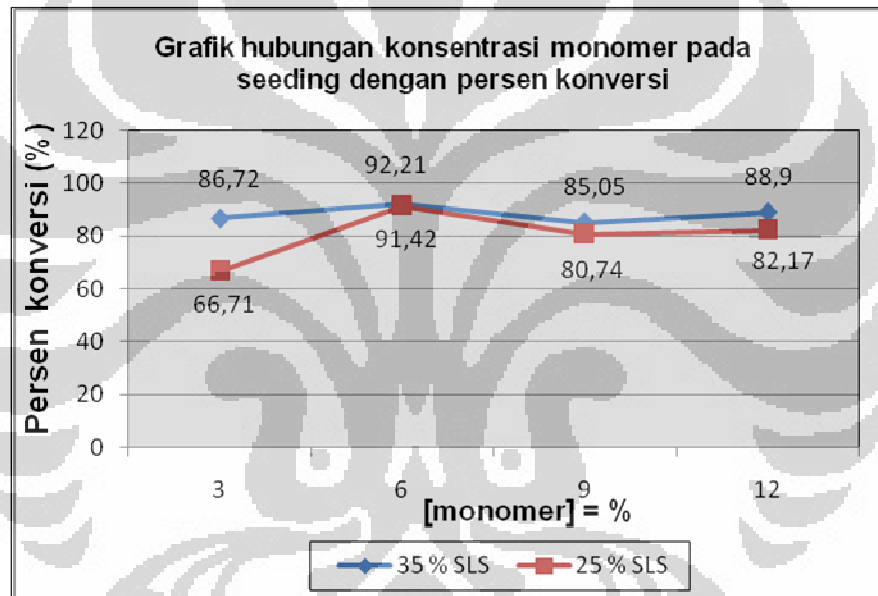
4.3.2 Pengaruh konsentrasi monomer pada *seeding*

Variasi ini dilakukan pada 2 konsentrasi surfaktan, yaitu konsentrasi di *seeding* sebesar 25 % dan 35 %. Alasan pemilihan kedua konsentrasi surfaktan ini adalah, karena pada variasi konsentrasi surfaktan yang dilakukan pertama kali, yaitu dalam konsentrasi monomer di *seeding* sebesar 6 % diperoleh 2 kondisi optimum yang diasumsikan pada kedua kondisi ini polimerisasi berjalan dengan baik. Hal ini ditandai dengan besarnya persen konversi yang dihasilkan. Karena semakin besar persen konversi yang diperoleh, maka semakin banyak monomer yang terlibat

dalam proses polimerisasi dan berarti semakin banyak juga polimer yang dihasilkan.

4.3.2.1 Pengaruh konsentrasi monomer pada *seeding* terhadap persen konversi

Pada variasi ini dipelajari pengaruh dari konsentrasi monomer pada *seeding* terhadap persen konversi polimer yang dihasilkan. Hasil yang diperoleh pada variasi ini dapat dilihat pada Gambar 4.4 berikut ini :



Gambar 4.4 Grafik pengaruh konsentrasi monomer pada *seeding* terhadap persen konversi pada konsentrasi surfaktan 25 % dan 35 % di *seeding*.

Berdasarkan pengamatan yang dapat dilihat pada Gambar 4.4, menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi monomer di *seeding*, maka semakin besar persen konversi yang diperoleh. Dari kedua variasi yang dilakukan pada konsentrasi surfaktan di *seeding* berbeda ternyata

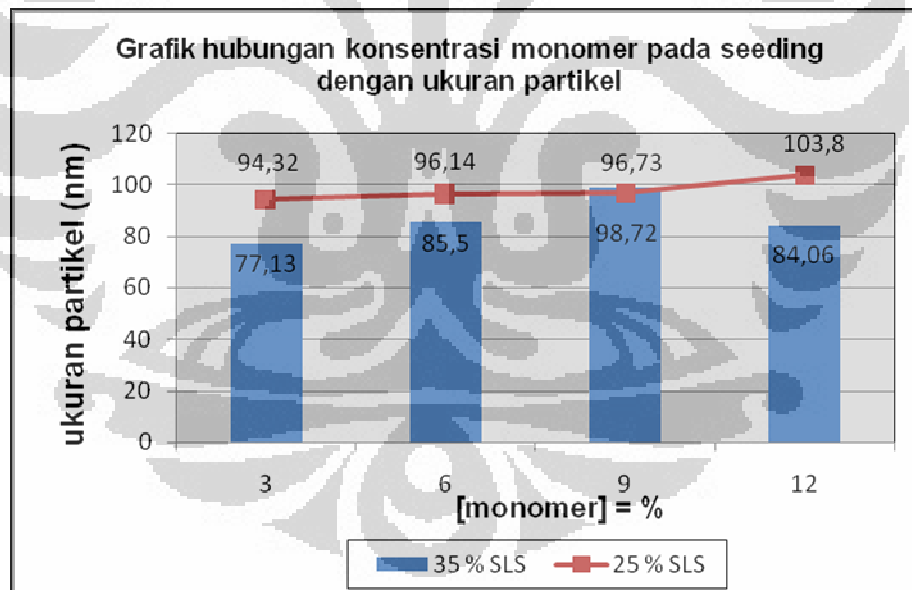
dihasilkan keadaan optimum di konsentrasi monomer di *seeding* yang sama yaitu sebesar 6 %. Hal ini dapat terjadi karena laju polimerisasi ditentukan oleh konsentrasi monomer dan konsentrasi inisiator. Semakin besar konsentrasi monomer, maka semakin cepat laju polimerisasi, berarti juga semakin banyak monomer yang membentuk inti polimer. Dengan semakin banyaknya inti polimer yang terbentuk, maka jumlah polimer yang terbentuk juga semakin banyak. Dengan begitu besar persen konversi juga akan meningkat.

Namun setelah kondisi optimum diperoleh besar persen konversi yang menurun, hal ini sesuai dengan hasil penelitian Nizardo^[34], dimana adanya penambahan *seeding* pada teknik *seeding* akan memperkecil hasil *solid content* yang dihasilkan. Hal ini terjadi karena semakin besar *seeding* yang dilakukan, jumlah inisiator yang ditambahkan semakin besar. Akibatnya polimerisasi berjalan cepat pada awal reaksi, tetapi kecepatan polimerisasi pada sisa waktu reaksi, menurun dengan makin banyaknya jumlah *seeding* yang ditambahkan. Karena jumlah inisiator sisa sedikit, maka laju pembentukan radikal menjadi berkurang akibatnya kecepatan polimerisasi jadi menurun sehingga jumlah monomer yang terkonversi menjadi rendah. Apabila konsentrasi surfaktan pada *seeding* sebesar 25 % dan konsentrasi monomer di *seeding* sebesar 3 %, akan diperoleh persen konversi yang kecil (66,71%). Hal ini dikarenakan inisiator yang digunakan sudah agak basah, sehingga kadar inisiatornya sudah tidak murni.

Sehingga jumlah inisiator yang tersedia berkurang, dan menyebabkan laju polimerisasi rendah. Dengan rendahnya laju polimerisasi, maka persen konversi yang diperoleh juga rendah.

4.3.2.2 Pengaruh konsentrasi monomer pada *seeding* terhadap ukuran partikel

Pada variasi ini dipelajari pengaruh dari konsentrasi monomer pada *seeding* terhadap ukuran partikel polimer yang dihasilkan. Hasil yang diperoleh pada variasi ini dapat dilihat pada Gambar 4.5 berikut ini :



Gambar 4.5 Grafik pengaruh konsentrasi monomer pada *seeding* terhadap ukuran partikel pada konsentrasi surfaktan 25 % dan 35 % di *seeding*.

Berdasarkan pengamatan yang dapat dilihat pada Gambar 4.5, menunjukkan bahwa kedua variasi memiliki ukuran partikel yang semakin

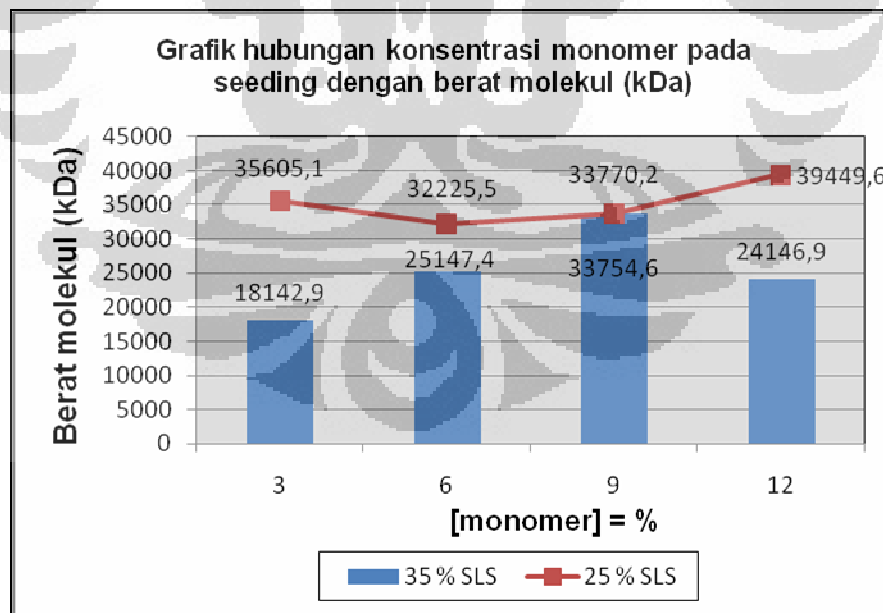
membesar seiring dengan bertambahnya konsentrasi monomer di *seeding*. Menurut *Chu et al.*^[40] hal ini terjadi karena semakin banyak persen *seeding* yang ditambahkan ke dalam larutan *initial charge* dengan jumlah surfaktan tetap, maka *seed* polimer yang terbentuk di dalam misel besarnya tergantung dari jumlah monomer yang di-*seeding*. Semakin banyak jumlah monomer yang di *seeding*, semakin besar *seed* polimer yang terbentuk di dalam misel pada awal reaksi. Jadi bila inti polimer yang terbentuk semakin besar, maka inti polimer tersebut akan berpolimerisasi menjadi polimer yang ukurannya semakin besar juga. Namun hal ini juga dipengaruhi oleh kapasitas surfaktan yang menstabilkan emulsi. Apabila inti polimer berkembang menjadi polimer yang berukuran besar dan surfaktan sanggup menstabilkan emulsi yang terbentuk, maka polimer yang berukuran besar tersebut akan stabil dalam larutan. Namun bila surfaktan tidak sanggup menstabilkan emulsi polimer yang berukuran besar tersebut, maka polimer akan pecah menjadi polimer yang berukuran lebih kecil. Hal ini terjadi pada variasi konsentrasi monomer di *seeding* dengan konsentrasi surfaktan di *seeding* sebesar 35 %. Karena pada variasi tersebut terjadi penurunan ukuran partikel pada kondisi *seeding* dengan konsentrasi monomer yang besar(12%).

Dengan terbentuknya polimer yang memiliki ukuran partikel sebesar 103,8 nm, maka menunjukkan bahwa dengan konsentrasi surfaktan di *seeding* yang lebih kecil dan dengan konsentrasi monomer di *seeding* yang

lebih besar, dapat dihasilkan ukuran partikel yang lebih besar. Hal inilah yang mendasari dilakukannya lagi variasi konsentrasi surfaktan *di seeding* ke arah jumlah yang lebih kecil, namun pada konsentrasi monomer yang besar (12%), dengan asumsi ukuran partikel yang terbentuk akan lebih besar.

4.3.2.3 Pengaruh konsentrasi monomer pada *seeding* terhadap berat molekul

Pada variasi ini dipelajari pengaruh dari konsentrasi monomer pada *seeding* terhadap berat molekul polimer yang dihasilkan. Hasil yang diperoleh pada variasi ini dapat dilihat pada Gambar 4.6 berikut ini :



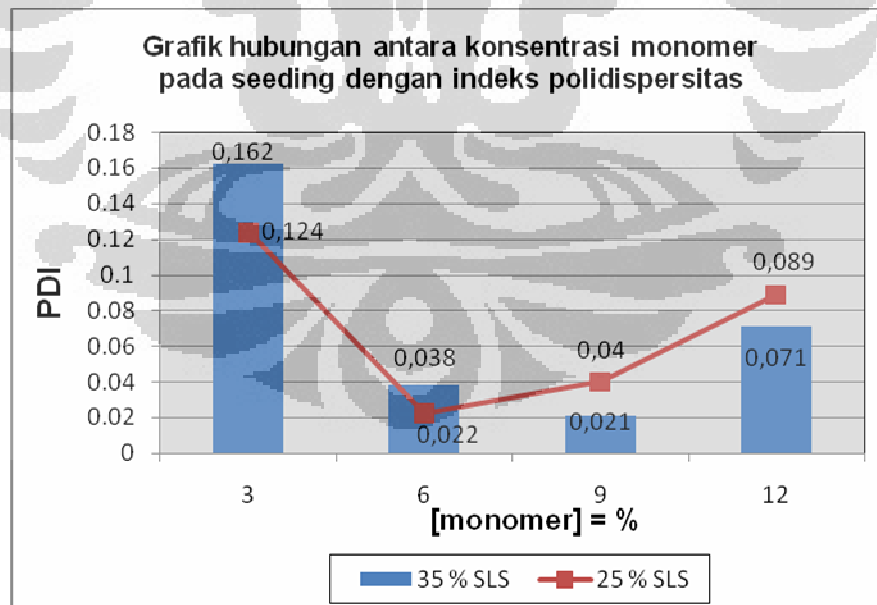
Gambar 4.6 Grafik pengaruh konsentrasi monomer pada *seeding* terhadap berat molekul pada konsentrasi surfaktan 25 % dan 35 % di *seeding*.

Berdasarkan pengamatan yang dapat dilihat pada Gambar 4.6, menunjukkan bahwa kedua variasi memiliki pola yang sama, yaitu semakin besar konsentrasi monomer *di seeding*, maka semakin meningkat berat molekul polimer yang terbentuk. Namun pada variasi dengan konsentrasi surfaktan *di seeding* sebesar 35 %, terjadi penurunan berat molekul pada konsentrasi monomer *di seeding* yang paling besar (12%). Hal ini sesuai dengan kecenderungan ukuran partikel variasi ini. Semakin banyak monomer yang ditambahkan pada tahap *seeding*, maka inti polimer yang terbentuk akan semakin besar dan inti polimer tersebut akan berkembang menjadi polimer yang berukuran lebih besar lagi. Namun karena jumlah monomer yang ditambahkan terlalu banyak, maka inti polimer yang terbentuk sangat besar, sehingga inti polimer tersebut berpolimerisasi menjadi polimer yang berukuran besar. Namun emulsi yang terbentuk tidak stabil karena melebihi kapasitas surfaktan untuk menstabilkan emulsi. Dengan begitu, polimer akan pecah menjadi polimer yang berukuran lebih kecil. Semakin kecil ukuran partikel polimer, maka semakin rendah berat molekul polimer yang terbentuk. Hal ini sesuai dengan yang diungkapkan Chu *et al.*^[40], bahwa semakin banyak jumlah monomer yang *di-seeding*, semakin besar *seed* polimer yang terbentuk di dalam misel pada awal reaksi. Hal tersebut juga sesuai dengan kecenderungan yang terjadi pada variasi dengan konsentrasi surfaktan *di seeding* sebesar 25 %. Semakin besar konsentrasi monomer *di seeding*, maka semakin besar berat molekul

polimer yang terbentuk. Namun terjadi hal sebaliknya pada konsentrasi monomer *di seeding* sebesar 3 %. Karena pada kondisi tersebut, dihasilkan berat molekul yang besar. Hal ini disebabkan terbentuk inti sekunder dalam polimer, yang dibuktikan dengan adanya 2 puncak pada kurva hasil pengukuran partikel (lihat Lampiran), atau biasa disebut dengan bimodal dan larutan bersifat polidispers.

4.3.2.4 Pengaruh konsentrasi monomer pada *seeding* terhadap distribusi ukuran partikel

Pada variasi ini dipelajari pengaruh dari konsentrasi monomer pada *seeding* terhadap distribusi ukuran partikel yang dihasilkan. Hasil yang diperoleh pada variasi ini dapat dilihat pada Gambar 4.7 berikut ini :



Gambar 4.7 Grafik pengaruh konsentrasi monomer pada *seeding* terhadap distribusi ukuran partikel pada konsentrasi surfaktan 25 % dan 35 % di *seeding*.

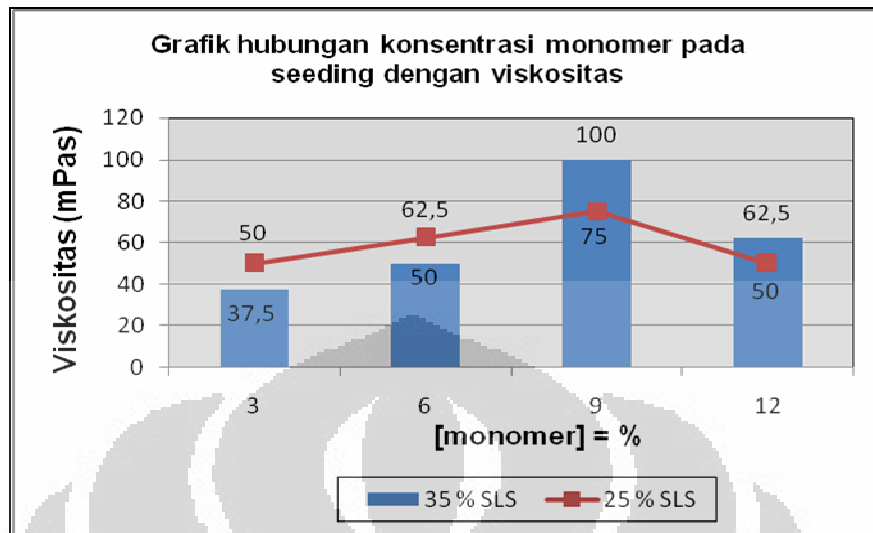
Berdasarkan pengamatan yang dapat dilihat pada Gambar 4.7, menunjukkan bahwa polimer yang dihasilkan pada variasi ini bersifat monodispers. Terkecuali pada kondisi konsentrasi monomer di *seeding* sebesar 3 %, baik pada konsentrasi surfaktan di *seeding* sebesar 25 % maupun 35%. Karena kedua kondisi tersebut menghasilkan indeks polidispersitas sebesar 0,124 dan 0,162. Hal ini dapat terjadi karena dalam larutan terbentuk inti sekunder. Hal ini dibuktikan dengan adanya dua puncak dalam kurva pengukuran ukuran partikel. Kedua kondisi ini terjadi karena semakin sedikit monomer yang terdapat di *seeding*, maka inti polimer yang terbentuk berjumlah sedikit. Dengan begitu akan banyak terdapat misel inaktif, yaitu misel yang di dalamnya tidak terjadi polimerisasi. Namun ketika tahap *feeding*, monomer dari monomer droplet akan berdifusi ke misel aktif dan juga misel inaktif. Monomer yang berdifusi ke misel inaktif akan berpolimerisasi, maka misel yang baru berpolimerisasi pada tahap *feeding* inilah yang dinamakan inti sekunder. Dengan begitu polimer yang terbentuk akan bersifat polidisperse. Berdasarkan hal ini, maka semakin kecil konsentrasi monomer di *seeding*, maka polimer yang terbentuk semakin polidisperse atau indeks polidispersitasnya semakin besar.

Pada kondisi polimerisasi dengan konsentrasi monomer di *seeding* sebesar 12 %, dan konsentrasi surfaktan di *seeding* sebesar 35 % diperoleh indeks polidispersitas yang meningkat. Hal ini disebabkan pada

kondisi tersebut terbentuk grit yang berasal dari pecahan emulsi polimer yang tidak dapat distabilkan surfaktan. Seperti yang sudah dijelaskan sebelumnya, adanya grit menyebabkan polimer yang terbentuk memiliki distribusi ukuran partikel yang tidak merata (polidispers). Dengan begitu, berarti apabila konsentrasi monomer di *seeding* terlalu besar, maka akan menyebabkan inti polimer yang dihasilkan berukuran besar. Kemudian inti polimer tersebut berpolimerisasi menjadi polimer yang berukuran lebih besar, namun tidak dapat distabilkan surfaktan. Sehingga partikel polimer pecah menjadi polimer yang berukuran lebih kecil (grit), dan hal ini menyebabkan distribusi ukuran partikel polimer tidak merata (polidisperse).

4.3.2.5 Pengaruh konsentrasi monomer pada *seeding* terhadap Viskositas

Pada variasi ini dipelajari pengaruh dari konsentrasi monomer pada *seeding* terhadap viskositas polimer yang dihasilkan. Hasil yang diperoleh pada variasi ini dapat dilihat pada Gambar 4.8 berikut ini :



Gambar 4.8 Grafik pengaruh konsentrasi monomer di *seeding* terhadap viskositas pada konsentrasi surfaktan 25 % dan 35 % di *seeding*.

Berdasarkan pengamatan yang dapat dilihat pada Gambar 4.8, menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi monomer di *seeding*, maka viskositas polimer yang dihasilkan semakin tinggi. Hal itu dikarenakan penambahan monomer yang dilakukan perlahan-lahan secara kontinu pada saat *feeding* mempunyai konsentrasi yang lebih rendah dari konsentrasi polimer, sehingga rantai polimer yang terbentuk cenderung bercabang yang berarti viskositas polimernya menjadi besar^[39]. Namun hal yang berbeda terjadi pada konsentrasi monomer di *seeding* sebesar 12 %, yaitu terjadi penurunan viskositas. Penurunan viskositas ini terjadi disebabkan karena pada kondisi tersebut polimer yang dihasilkan memiliki distribusi ukuran partikel yang tidak merata (polidisperse). Hal ini sesuai dengan yang

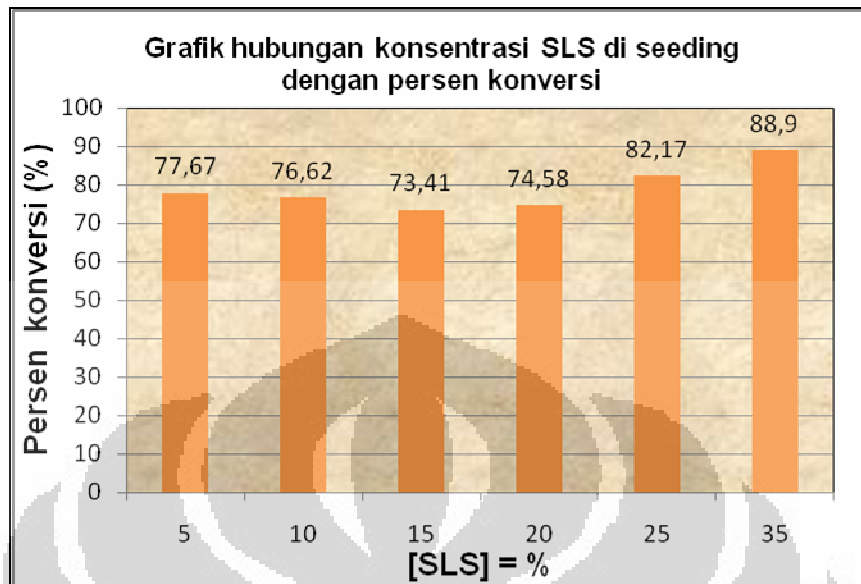
diungkapkan Schneider ^[41], bahwa viskositas akan rendah jika partikel mempunyai ukuran yang polimodal dibandingkan dengan monomodal.

4.3.3 Variasi konsentrasi surfaktan dengan konsentrasi monomer 12% pada *seeding*

Variasi konsentrasi surfaktan dengan konsentrasi monomer di *seeding* sebesar 12% dilakukan karena pada variasi konsentrasi monomer diperoleh ukuran partikel terbesar yaitu 103,8 nm pada konsentrasi monomer 12 % dan konsentrasi surfaktan rendah yaitu 25 % di *seeding*. Oleh karena itu diasumsikan, dengan konsentrasi monomer di *seeding* besar dan konsentrasi surfaktan di *seeding* kecil akan diperoleh ukuran partikel yang besar. Itulah sebabnya pada variasi ini dilakukan variasi konsentrasi surfaktan di *seeding* ke arah konsentrasi yang lebih kecil dengan konsentrasi monomer di *seeding* yang besar yaitu 12 %.

4.3.3.1 Pengaruh konsentrasi surfaktan pada *seeding* terhadap persen konversi

Pada variasi ini dipelajari pengaruh dari konsentrasi surfaktan pada *seeding* terhadap persen konversi polimer yang dihasilkan. Hasil yang diperoleh pada variasi ini dapat dilihat pada Gambar 4.9 berikut ini :



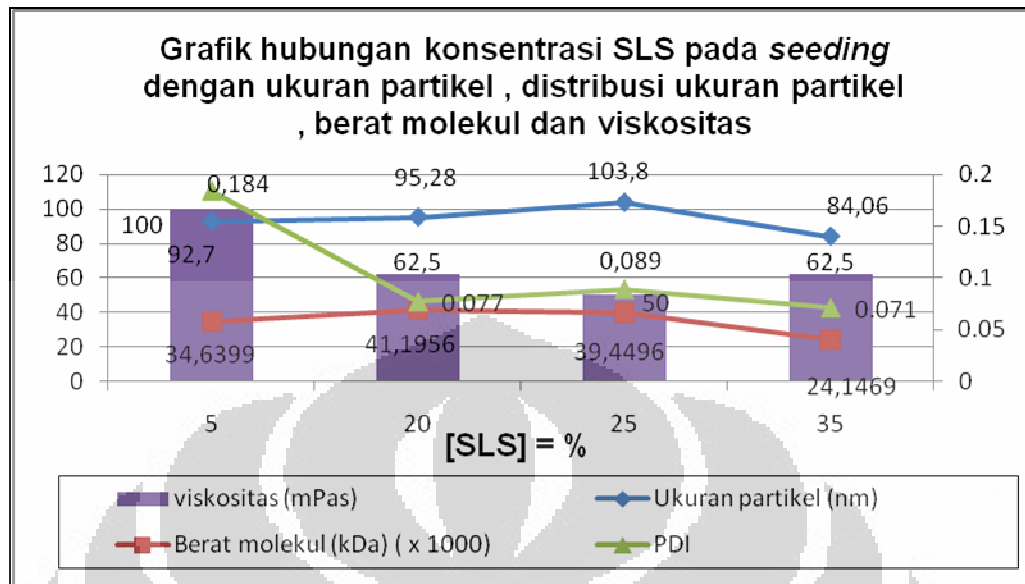
Gambar 4.9 Grafik pengaruh konsentrasi surfaktan pada *seeding* terhadap persen konversi pada konsentrasi monomer 12 % di *seeding*.

Berdasarkan pengamatan yang dapat dilihat pada Gambar 4.9, menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi surfaktan di *seeding*, maka persen konversi akan menurun dan kemudian persen konversi akan meningkat lagi. Adanya penurunan persen konversi dapat terjadi karena dipengaruhi oleh beberapa hal. Di antaranya yaitu karena terbentuknya misel inaktif. Menurut Odian^[38], 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 (partikel primer). Misel inaktif terbentuk karena radikal sulit masuk ke dalam misel. Adanya pengadukan yang tidak merata menyebabkan penyebaran radikal tidak merata, sehingga ada misel yang tidak berpolimerisasi karena proses inisiasi tidak terjadi. Dengan begitu

misel yang dapat berpolimerisasi hanya sedikit, dan mengakibatkan polimer yang terbentuk hanya sedikit. Hal ini menyebabkan persen konversi yang dihasilkan rendah. Pada variasi ini diperoleh persen konversi tertinggi sebesar 88,9 % pada konsentrasi surfaktan *di seeding* sebesar 35 %. Hal ini menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi surfaktan *di seeding*, maka semakin besar persen konversi yang dihasilkan. Karena semakin besar konsentrasi surfaktan *di seeding*, maka jumlah inti polimer yang terbentuk akan semakin besar sehingga jumlah polimer yang terbentukpun akan semakin banyak.

4.3.3.2 Pengaruh konsentrasi surfaktan pada *seeding* terhadap ukuran partikel, distribusi ukuran partikel , berat molekul dan viskositas

Pada variasi ini dipelajari pengaruh dari konsentrasi surfaktan pada *seeding* terhadap ukuran partikel, distribusi ukuran partikel, berat molekul dan viskositas polimer yang dihasilkan. Hasil yang diperoleh pada variasi ini dapat dilihat pada Gambar 4.10 berikut ini :



Gambar 4.10 Grafik pengaruh konsentrasi surfaktan pada *seeding* terhadap ukuran partikel, distribusi ukuran partikel, berat molekul dan viskositas pada konsentrasi monomer 12 % pada *seeding*.

Berdasarkan pengamatan yang dapat dilihat pada Gambar 4.10, menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi surfaktan di *seeding*, maka semakin besar ukuran partikel polimer. Hal ini bertentangan dengan Smith Ewart^[36] yang menyatakan bahwa konsentrasi surfaktan yang digunakan sebanding dengan jumlah partikel yang dihasilkan, sehingga semakin tinggi konsentrasi yang digunakan, maka semakin banyak jumlah partikel yang dihasilkan. Sebagai konsekuensinya ukuran partikel yang dihasilkan akan semakin kecil. Dengan begitu inti polimer akan terbentuk dalam jumlah besar di *seeding*, namun inti polimer tersebut berukuran kecil.

Namun dalam variasi ini terjadi yang sebaliknya. Hal ini disebabkan karena pada konsentrasi surfaktan di *seeding* sebesar 5 % dan 20 % ,inti polimer yang terbentuk cukup besar. Hal ini sesuai dengan apa yang

dikemukakan Smith Ewart sebelumnya. Namun inti polimer yang berukuran besar tersebut, kemudian akan mengalami propagasi yang menyebabkan inti polimer berkembang menjadi polimer yang berukuran lebih besar. Hal ini terjadi karena monomer yang berasal dari monomer droplet berdifusi dan melakukan propagasi pada inti polimer yang telah terbentuk. Namun polimer yang sudah berkembang berukuran sangat besar sehingga kemudian polimer tersebut pecah dan membentuk grit. Hal ini disebabkan surfaktan yang menstabilkan polimer sudah tidak kuat menstabilkan sehingga polimer pecah. Hal ini dibuktikan dengan terbentuknya grit yang terdapat didasar larutan.

Pada variasi ini diperoleh ukuran partikel terbesar sebesar 103,8 nm pada konsentrasi surfaktan di *seeding* sebesar 25 %. Hal ini menunjukkan bahwa konsentrasi monomer di *seeding* sebesar 12% dan konsentrasi surfaktan di *seeding* sebesar 25 %, merupakan kondisi optimum di *seeding* agar dapat diperoleh ukuran *core* stirena sebesar 100 nm.

Berdasarkan pengamatan yang dapat dilihat pada Gambar 4.10, menunjukkan semakin besar konsentrasi surfaktan di *seeding*, maka semakin kecil berat molekul yang dihasilkan. Hal ini sesuai dengan teori – teori yang sudah diungkapkan sebelumnya bahwa semakin banyak surfaktan yang terdapat di *seeding*, maka inti polimer yang terbentuk akan berjumlah besar namun berukuran kecil. Semakin kecil inti polimer yang

terbentuk, maka semakin kecil pula polimer yang akan dihasilkan. Oleh karena itu, apabila polimer yang dihasilkan berukuran kecil maka berat molekul polimer tersebut juga akan rendah. Namun pada konsentrasi surfaktan di *seeding* sebesar 5 % menghasilkan polimer yang memiliki berat molekul rendah. Hal ini dikarenakan surfaktan yang terlibat sangat sedikit, sehingga pengembangan surfaktan yang menstabilkan emulsi dapat berjalan maksimal dan mengakibatkan terbentuknya inti polimer yang berukuran besar. Kemudian monomer dari monomer droplet berdifusi ke inti polimer, sehingga inti polimer berpropagasi menjadi polimer yang berukuran sangat besar. Namun surfaktan tidak dapat menstabilkan polimer yang berukuran sangat besar tersebut. Sehingga emulsi polimerpun tidak stabil dan kemudian pecah menghasilkan partikel polimer yang berukuran lebih kecil – kecil atau biasa disebut dengan grit. Dengan begitu polimer yang dihasilkan akan memiliki berat molekul yang lebih rendah.

Selain ukuran partikel dan berat molekul seperti yang dilihat pada Gambar 4.10 juga menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi surfaktan, maka semakin kecil indeks polidispersitas polimer. Atau bisa dikatakan polimer tersebut bersifat monodispers. Namun satu hal yang berbeda terjadi pada konsentrasi surfaktan di *seeding* sebesar 5 %, yang memiliki indeks polidispersitas sebesar 0,184 dan bersifat polidisperse. Hal ini berhubungan dengan yang sudah dijelaskan sebelumnya. Pada kondisi tersebut, jumlah surfaktan yang sangat sedikit menyebabkan inti polimer

yang terbentuk berukuran besar dan kemudian polimer yang terbentuk berukuran sangat besar. Namun ukuran polimer yang terlalu besar menyebabkan emulsi tidak stabil sehingga polimer pecah menjadi polimer yang berukuran kecil dan mengendap yang dinamakan grit. Adanya grit menyebabkan polimer yang terbentuk bersifat polidisperse. Hal ini dibuktikan juga dengan adanya 2 puncak pada kurva pengukuran ukuran partikel (lampiran) dan berarti terbentuk polimer yang bimodal.

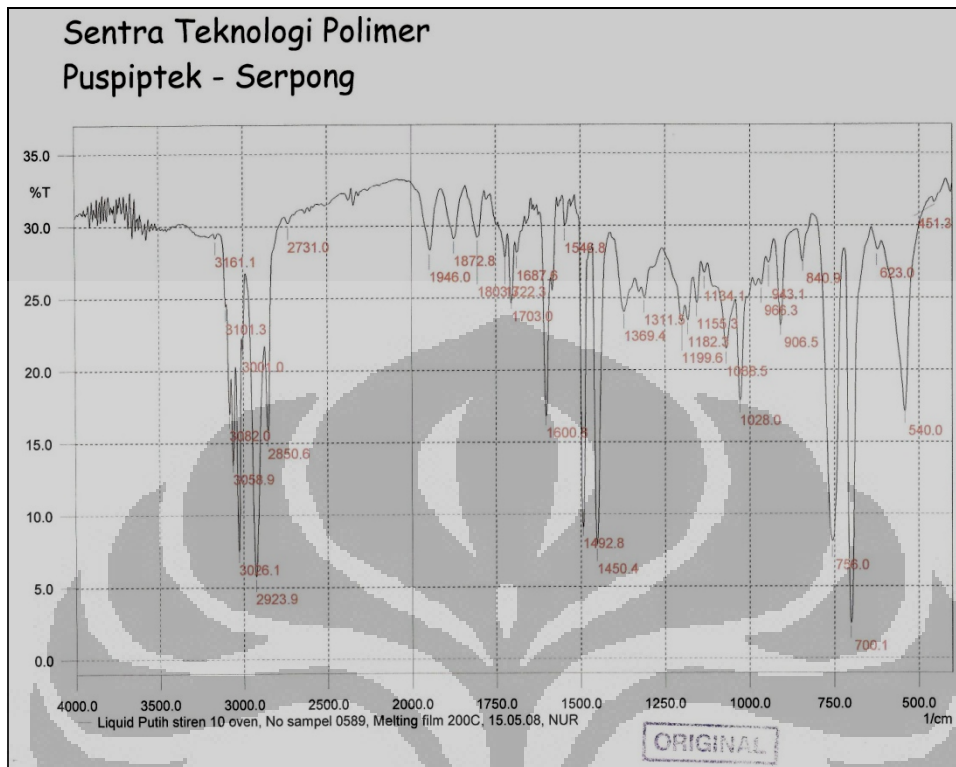
Hasil pengukuran viskositas yang tertera pada Gambar 4.10, menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi surfaktan di *seeding* maka viskositas polimer semakin kecil. Walaupun perubahan yang terjadi tidak terlalu signifikan. Hasil ini sesuai dengan teori yang dikemukakan Smith Ewart^[36], bahwa semakin tinggi konsentrasi surfaktan yang digunakan, maka semakin banyak jumlah partikel yang dihasilkan dan ukuran partikel yang dihasilkan akan semakin kecil. Dengan begitu viskositas larutan pun akan semakin rendah. Namun pada konsentrasi surfaktan di *seeding* sebesar 35 % terlihat adanya kenaikan viskositas. Hal ini terjadi karena pada kondisi tersebut persen konversinya cukup besar. Semakin besar persen konversi, maka semakin besar pula nilai kandungan padatan. Semakin besar nilai kandungan padatan, maka semakin besar viskositas karena kandungan padatan besar akan menghasilkan partikel polimer yang banyak dan partikel tersebut saling bergesekan dan bertumbukan sehingga viskositas akan meningkat^[39].

4.4 Hasil karakterisasi polimer

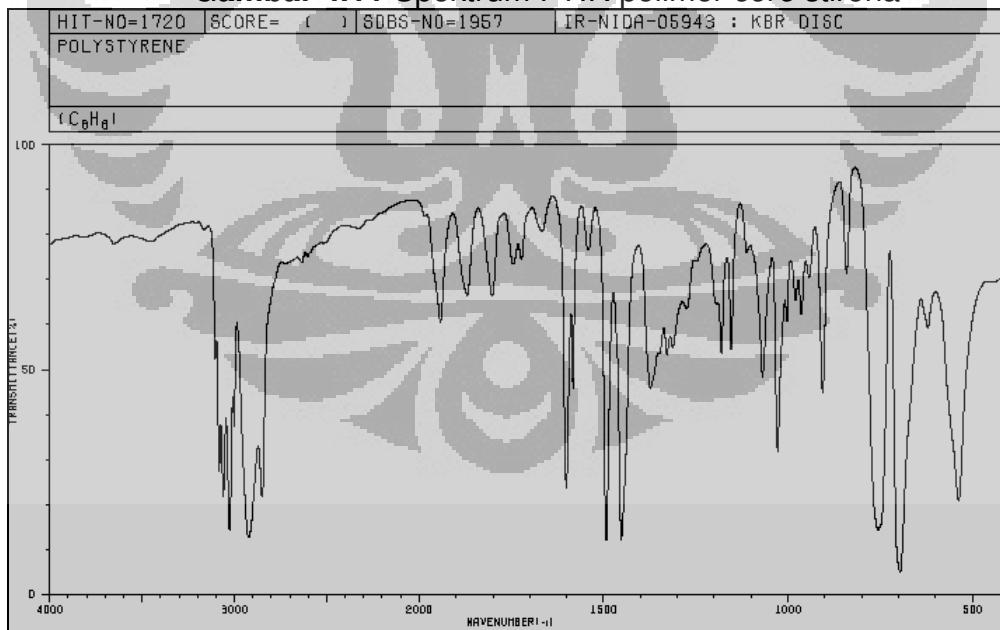
4.4.1 Karakterisasi struktur polimer menggunakan FTIR dan DSC

Karakterisasi dilakukan pada polimer yang memiliki keadaan optimum, yaitu polimer yang memiliki ukuran partikel sekitar atau lebih dari 100 nm. Oleh karena itu polimer yang digunakan untuk karakterisasi menggunakan FTIR dan DSC adalah polimer dengan ukuran partikel 103,8 nm, yang memiliki persen konversi sebesar 82,17%, dan PDI sebesar 0,089 yang dihasilkan pada kondisi konsentrasi monomer di *seeding* sebesar 12% dan konsentrasi surfaktan di *seeding* sebesar 25 %.

Spektrum FTIR polimer *core* stirena yang dihasilkan dapat dilihat pada Gambar 4.11. Dan spektrum polistirena standar dapat dilihat pada Gambar 4.12.



Gambar 4.11 Spektrum FTIR polimer core stirena



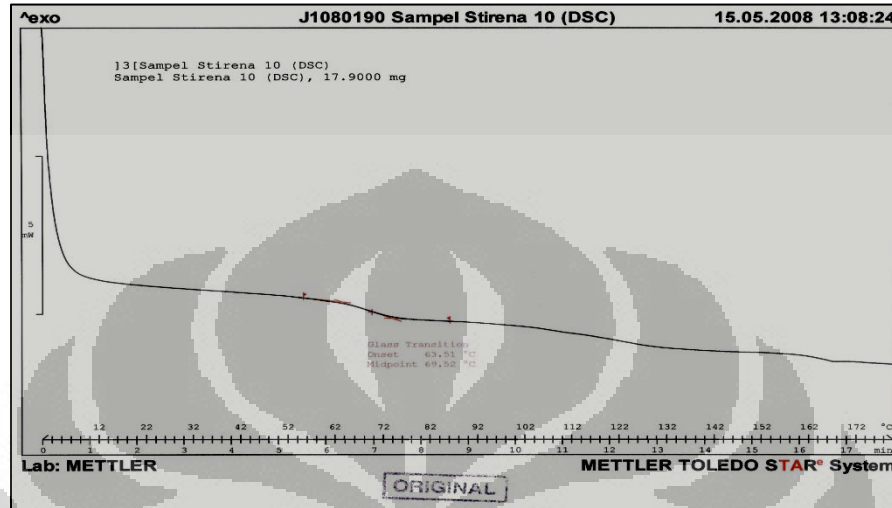
Gambar 4.12 Spektrum FTIR polistirena standar

Untuk memastikan bahwa polistirena benar – benar terbentuk, dilakukan karakterisasi menggunakan FT-IR. Hasil spektrum serapan yang dihasilkan menunjukkan, bahwa polistirena benar – benar terbentuk. Hal ini dibuktikan dengan kemiripan spektra antara spektrum polistirena standar dengan spektrum polistirena hasil penelitian. Adanya tekuk C-H pada bilangan gelombang 1300-1000 cm^{-1} membuktikan adanya ikatan tunggal yang berasal dari pemecahan ikatan rangkap yang terdapat di monomer stirena. Adanya perubahan ikatan rangkap menjadi ikatan tunggal, membuktikan bahwa polimerisasi adisi stirena benar terjadi.

Tabel 4.2 Analisis puncak serapan polimer *core* stirena ^[17]

Bilangan gelombang (cm^{-1})	Intensitas	Keterangan
3100 – 3030	Medium, Lemah	Ulur C=C-H aromatik monosubstituen
2000 – 1650	Lemah	Puncak kombinasi alkana khas bagi tiap posisi monosubstituen
1600 – 1585	Medium	Ulur C=C pada cincin aromatik
1500 – 1400	Medium	Ulur C-C atau C=C pada cincin aromatik
1300 – 1000	Lemah	Tekuk C-H pada bidang
900 – 675	Medium, Kuat	Tekuk keluar bidang C-H cincin khas bagi benzen monosubstitusi

Difraktogram DSC polimer *core* stirena yang dihasilkan dapat dilihat pada Gambar 4.13.



Gambar 4.13 Difraktogram DSC polimer *core* stirena

Karakterisasi yang selanjutnya dilakukan, yaitu menggunakan suhu transisi gelas (T_g), karena setiap polimer memiliki titik gelas yang berbeda – beda. Secara teoritis, suhu transisi gelas polistirena adalah 100°C . Namun suhu transisi gelas yang diperoleh pada pengukuran polistirena hasil penelitian ini adalah $69,52^{\circ}\text{C}$. Adanya perbedaan suhu transisi gelas dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor. Faktor – faktor yang mempengaruhi suhu transisi gelas di antaranya^[33] : adanya rantai samping atau cabang pada polimer, kekakuan struktur polimer, adanya ikat silang, adanya ikatan hidrogen, berat molekul polimer dan adanya *plasticisers*.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari penelitian ini, maka dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut :

1. Pengaruh konsentrasi surfaktan di *seeding* terhadap persen konversi adalah semakin besar konsentrasi surfaktan di *seeding*, maka semakin besar persen konversi yang dihasilkan. Dengan persen konversi optimum yang diperoleh adalah 91,42 % pada konsentrasi surfaktan di *seeding* sebesar 25 % dan 92.21 % pada konsentrasi surfaktan di *seeding* sebesar 35 %.
2. Pengaruh konsentrasi surfaktan di *seeding* terhadap ukuran partikel, distribusi ukuran partikel dan berat molekul adalah semakin besar konsentrasi surfaktan di *seeding*, maka semakin kecil ukuran partikel, berat molekul, dan distribusi ukuran partikel yang dihasilkan. Dengan konsentrasi surfaktan di *seeding* optimum yang diperoleh sebesar 15 %, dimana pada kondisi tersebut dihasilkan polimer yang memiliki ukuran partikel sebesar 112,6 nm, berat molekul sebesar 46922,7 kDa dan indeks polidispersitas sebesar 0,089.

3. Pengaruh konsentrasi monomer di *seeding* terhadap persen konversi adalah semakin besar konsentrasi monomer di *seeding*, maka semakin besar persen konversi yang dihasilkan. Dengan persen konversi optimum yang diperoleh sebesar 92,21 % dan 91,42 % pada kondisi konsentrasi monomer di *seeding* sebesar 6 %.
4. Pengaruh konsentrasi monomer di *seeding* terhadap ukuran partikel, distribusi ukuran partikel dan berat molekul adalah semakin besar konsentrasi monomer di *seeding* maka semakin besar ukuran partikel, dan berat molekul polimer, namun distribusi ukuran partikel semakin kecil. Dengan kondisi optimum yang diperoleh pada konsentrasi surfaktan di *seeding* sebesar 25 % dan konsentrasi monomer di *seeding* sebesar 12 %, karena pada kondisi tersebut dihasilkan ukuran partikel sebesar 103,8 nm, berat molekul polimer sebesar 39449,6 kDa dan indeks polidispersitas sebesar 0,089.
5. Pengaruh konsentrasi surfaktan di *seeding* pada kondisi dimana konsentrasi monomer di *seeding* sebesar 12 % terhadap persen konversi adalah semakin besar konsentrasi surfaktan di *seeding*, maka semakin besar persen konversi yang dihasilkan. Dengan persen konversi optimum yang diperoleh adalah 88,9 % pada konsentrasi surfaktan di *seeding* sebesar 35 %.
6. Pengaruh konsentrasi surfaktan di *seeding* pada kondisi dimana konsentrasi monomer di *seeding* sebesar 12 % terhadap ukuran

partikel, distribusi ukuran partikel dan berat molekul adalah semakin besar konsentrasi surfaktan di *seeding*, maka semakin kecil ukuran partikel, berat molekul dan distribusi ukuran partikel yang dihasilkan. Dengan konsentrasi surfaktan di *seeding* optimum yang diperoleh sebesar 25 %, dimana pada kondisi tersebut dihasilkan polimer yang memiliki ukuran partikel sebesar 103,8 nm, berat molekul sebesar 39449,6 kDa dan indeks polidispersitas sebesar 0,089.

5.2 **Saran**

Menyadari bahwa penelitian ini belum sempurna maka perlu diadakan penelitian lebih lanjut mengenai fenomena yang terjadi di *seeding*, yaitu diantaranya :

1. Mencari formula yang tepat di *seeding* agar ukuran partikel yang dihasilkan lebih besar dari ukuran partikel polimer yang dihasilkan pada penelitian ini (112,6 nm).
2. Melakukan polimerisasi *core shell* dengan menggunakan formula *core* stirena pada penelitian ini agar dapat dibuktikan bahwa *core* stirena yang dihasilkan dapat digunakan pada *core shell* polimer yang dapat memberikan efek warna opal.
3. Mempelajari lebih lanjut variabel – variabel pada *seeding* yang dapat mempengaruhi polimer yang dihasilkan.

DAFTAR PUSTAKA

1. Stevens, M. P. *Kimia Polimer (terjemahan)*. Pradnya Paramita. Jakarta. 2001.
2. Budiman, N. *Polimer Pencegah Tanah Longsor atau Erosi*. 2003.
<http://kompas.com/kompascetak/0305/03/ilpeng/291822.htm>.
22 Januari 2008. pkl.17.49 WIB.
3. Ruhl, T., *et al.* "Large Area Monodomain Order in Colloidal Crystals", *Macromol. Chem. Phys.*, 1385 – 1392. 2004.
4. Egen, M.; Braun, L.; Zentel, R.; Tannert, K.; Frese, P.; Reis, O.; Wulf, M. "Artificial Opals as Effect Pigments in Clear-Coatings". *Macromol. Mater. Eng.*, 289, 158-163. 2004.
5. Tayeb, G.; Gralak, B.; Enoch, S. "Structural Colors in Nature and Butterfly-Wing Modeling", *Optics and Photonics News*, 40-49. 2003.
6. Ger.198820302, BASF AG, penemu: Rupaner, R.; Leyrer, R.J.; Schumacher, P., 2002.
7. WO 0188044, Merck Patent GmbH, penemu : Albrecht, T.; Anselmann, R.; Rodriguez-Mo az, S., 2001.
8. USPTO 20040253443, penemu : Anselmann, R.; Winkler, H.; Helmann, G.P.; Ruhl, T.; Vulpus, G.; Dorr, H., "Moulded Bodies Consisting of Core-Shell Particles", 2004.
9. Yablonovitch, E., *Phys. Rev. Lett.*, 58, 2059, 1987.
10. John, S., *Phys. Rev. Lett.*, 58, 2486, 1987.

11. Ruhl, T; Hellmann, G.P.; “*Colloidal Crystals in Latex Films: Rubbery Opals*”, *Macromol. Chem. Phys.*, 202, 3502-3505, 2001.
12. Gilbert, R.G. *Kinetics and mechanism in emulsion polymerization*. Sydney University. 2000.
13. O’Callaghan, K. A.; Paine, A. J.; Rudin. “*Emulsion Polymerization of Supermicron, Monodisperse Acrylic Copolymer Particles with Core-Shell Structures*”. *J. Polymer Science*. 33,1849-1857. 1995.
14. Egen, M.; Zentel, R., “*Tuning the Properties of Photonic Films from Polymer Beads by Chemistry*”, *Chem. Mater.*, 14, 2176-2183, 2002.
15. Egen, M.; Zentel, R., “*Surfactant-Free Emulsion Polymerization of Various Methacrylates; towards Monodisperse Colloids for Polymer Opals*”, *Macromol. Chem. Phys.*, 205, 1479-1488, 2004.
16. Ruhl, T; Hellmann, G.P. “*Artificial Opals Prepared by Melt Compression*”. *Polymer*, 44, 7625 – 7633. 2003.
17. Oktavia, E. “*Studi Pendahuluan Polimerisasi Emulsi Opal (Colorant Emulsion) Polistirena-Ko-Polibutil Akrilat*”. Program Studi Magister Departemen Kimia FMIPA UI. Depok. 2006.
18. Margisari, A. “*Studi Polimerisasi Core-Shell Stirena Butil Akrilat: Perbandingan antara Inisiator Redoks dan Amonium Persulfat terhadap Distribusi Ukuran Partikel*.” Karya Utama Sarjana Departemen Kimia FMIPA UI. Depok. 2007.

19. Supri.; Siregar, A.H.; “*Sintesis dan Karakterisasi Homopolimer Emulsi Poli (MetilMetakrilat) dengan Variasi Konsentrasi Surfaktan dan Zat Pengalih Rantai*”. *e-USU Repository*. Universitas Sumatera Utara. 2004. <http://www.library.USU.ac.id>. 15 Juli 2006. pkl.17.05 WIB.
20. Yulizar, Y. dkk. “*Diktat Kuliah Kimia Permukaan*”. Departemen Kimia FMIPA UI. Depok. 2005.
21. Pramauro, E.; Pelezetti, E. “*Surfactant in Analytical Chemistry: Applications of Organized Amphiphilic Media*”. Elsevier Science. Amsterdam. 1996.
22. Urban, D , Takamura K,(Eds). *Polymer Dispersions and Their Industrial Applications*. Wiley-VCH. Jerman. 2002.
23. <http://www.web.umn.edu/~jstoffer/Synthesis/emulsion.html> .
4 September 2005. pkl 20.01 WIB.
24. Wikipedia. *Styrene*. 2008. <http://en.wikipedia.org/wiki/Styrene> . 21 Januari 2008. pkl 12.39 WIB.
25. <http://www.chemicaland21.com/industrialchem/inorganic/ammonium%20persulfate.htm> . 3 September 2005. pkl 20.17 WIB.
26. Capek. *Seeded Emulsion Polymerization of Butyl Acrylate*. Acta Polymerica. 1991.

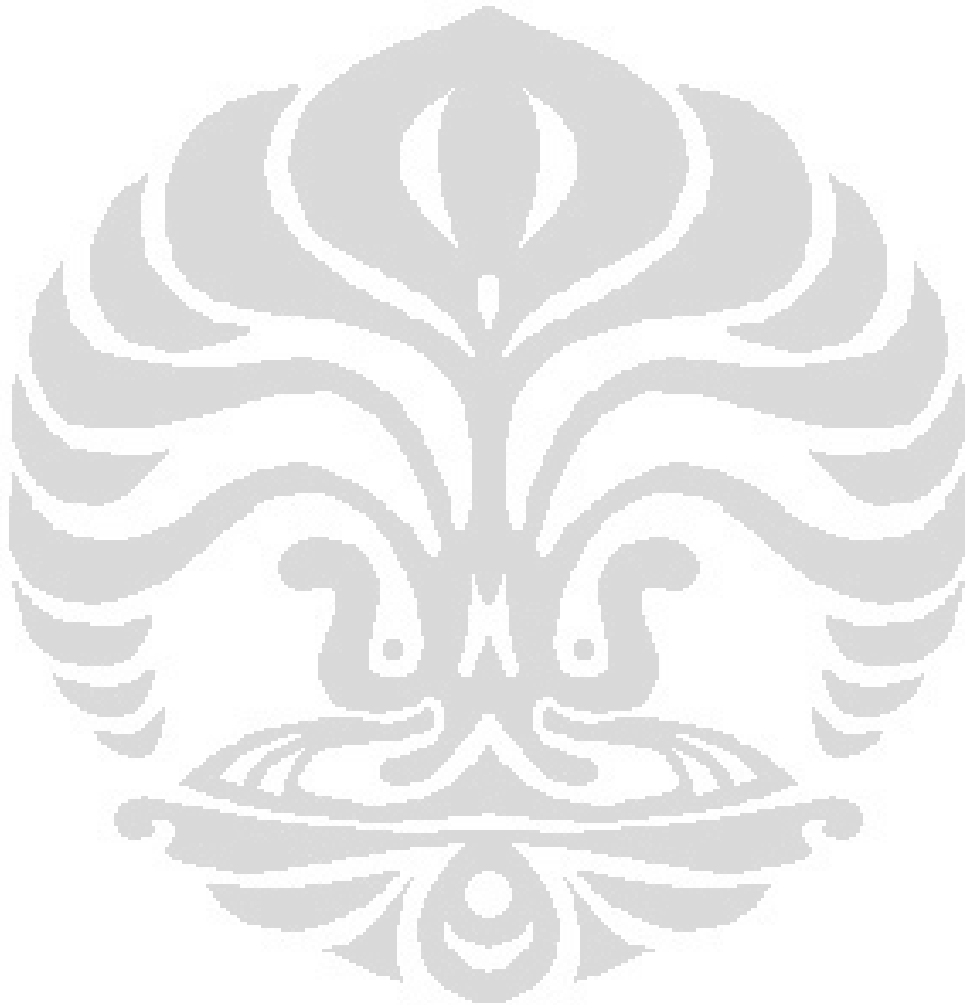
27. Schmidt-Thummes, J. E. Schwarzenbach, D.I.Lee in. *Polymer Dispersion and Their Industrial Applications*, Urban, D, Takamura K, (Eds). Wiley-VCH Verlag GmbH, Weinheim. 2002.
28. Braun, D., Cherdron, H., Rehahn, M., Ritter, H., Voit, H. *Polymer Synthesis: Theory and Practice, Fundamentals, Methods, Experiment*. Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg. 2005.
29. Ridle, E.H. *Monomeric Acrylic Esther*. Reinhold. 1954.
30. www.mansfield.ohio-state.edu/.../biol1015.htm . 11 April 2008. pkl 12.13 WIB.
31. Snuparek, Jr, J., Kleckova, Z. *Some Factors Effecting The Particle Growth in Semicontinuous Emulsion Polymerization of Acrylic Monomers*. J. Appl. Polymer Sci. 29. 1-11. 1984.
32. Irawadi, H. "*Pengaruh Inisiator Redoks H₂O₂–Asam Askorbat dan Pengikat Silang Glisidil Metakrilat terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel pada Polimerisasi Emulsi Core–shell Butil Akrilat–Stirena*". Karya Utama Sarjana Departemen Kimia FMIPA UI. Depok. 2007.
33. Nicholson, J.W. "*The chemistry of polymers*". The Royal Society of Chemistry. Cambridge. 1991.
34. Nizardo, N. M. *Pengaruh Surfaktan Natrium Dodesil Benzena Sulfonat Rantai Lurus dan Bercabang serta Teknik Polimerisasi Emulsi terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel pada*

Kopolimerisasi Stirena-Butil Akrilat-Metil Metakrilat. Karya Utama

Sarjana Departemen Kimia FMIPA UI, Depok. 2006.

35. Urretabizkaia, A., Asua, M. J. *High Solids Content Emulsion Terpolymerization of Vinyl Acetate, Methyl Methacrylate, and Butyl Acrylate. I. Kinetics*. *J. Polymer Sci. Chem, Polymer*. 32. 1761-1778. 1994.
36. Sajjadi, S., Brooks, B. W. *Butyl Acrylate Batch Emulsion Polymerization in the Presence of Sodium Lauryl Sulphate and Potassium Persulphate*. *J. Polymer Sci: Part A: Polymer Chem.*, **37**, 3957-3972. 1999.
37. Billmeyer, Jr., Fred, W. *Textbook of polymer science*. John Wiley & Sons, Inc. New York. 1984.
38. Odian, G. *Principles of Polymerization*. A Wiley Interscience publication, John-Wiley & Sons, New York. 1991.
39. Arinda, N. *“Pengaruh variasi konsentrasi surfaktan sodium lauril sulfat, inisiator ammonium persulfat, teknik polimerisasi dan waktu feeding terhadap ukuran dan distribusi ukuran partikel pada homopolimer etil akrilat.”*. Karya Utama Sarjana Departemen Kimia FMIPA UI. Depok. 2007.
40. Tang, C., Fuxiang, C. *Semicontinuous Emulsion Polymerization of Styrene-Butyl Acrylate-Methacrylic Acid with High Solid Content*. *J. App. Polymer Sci*, **82**, 2352-2356. 2001.

41. Schneider, M ; Claverie, J. *High Solid Content Emulsion. I. A Study of The Influence of The Particle Size Distribution and Polymer Concentration on Viscosity.* J.Appl.Polym.Sci. 84, 1878-1896, 2002.



LAMPIRAN

LAMPIRAN 1 :

Variasi SLS di seeding (6% monomer)

	Variasi SLS				Keterangan
	15%	25%	35%	45%	
Seeding (1 jam) :					
Air	432,98	432,98	432,98	432,98	total stiren = 126 gr total SLS = 1,64 gr/L
SLS	0,246	0,41	0,574	0,738	
Stirena	7,56	7,56	7,56	7,56	
Stream 1 (10 menit) :					air di stream 2 = 1,5 X stiren stream 2
APS	1,5	1,5	1,5	1,5	
Air	10	10	10	10	
Stream 2 (2 jam) :					
Air	177,66	177,66	177,66	177,66	
SLS	1,394	1,23	1,066	0,902	
Stirena	118,44	118,44	118,44	118,44	
KOH	0,22	0,22	0,22	0,22	
Total	750	750	750	750	

LAMPIRAN 2 :

Variasi SLS di seeding (12% monomer)

	Variasi SLS				Keterangan
	5%	10%	15%	20%	
Seeding (1 jam) :					
Air	444,32	444,32	444,32	444,32	total stiren = 126 gr total SLS = 1,64 gr/L
SLS	0,082	0,164	0,246	0,328	
Stirena	15,12	15,12	15,12	15,12	
Stream 1 (10 menit) :					air di stream 2 = 1,5 X stiren stream 2
APS	1,5	1,5	1,5	1,5	
Air	10	10	10	10	
Stream 2 (2 jam) :					
Air	166,32	166,32	166,32	166,32	
SLS	1,558	1,476	1,394	1,312	
Stirena	110,88	110,88	110,88	110,88	
KOH	0,22	0,22	0,22	0,22	
Total	750	750	750	750	

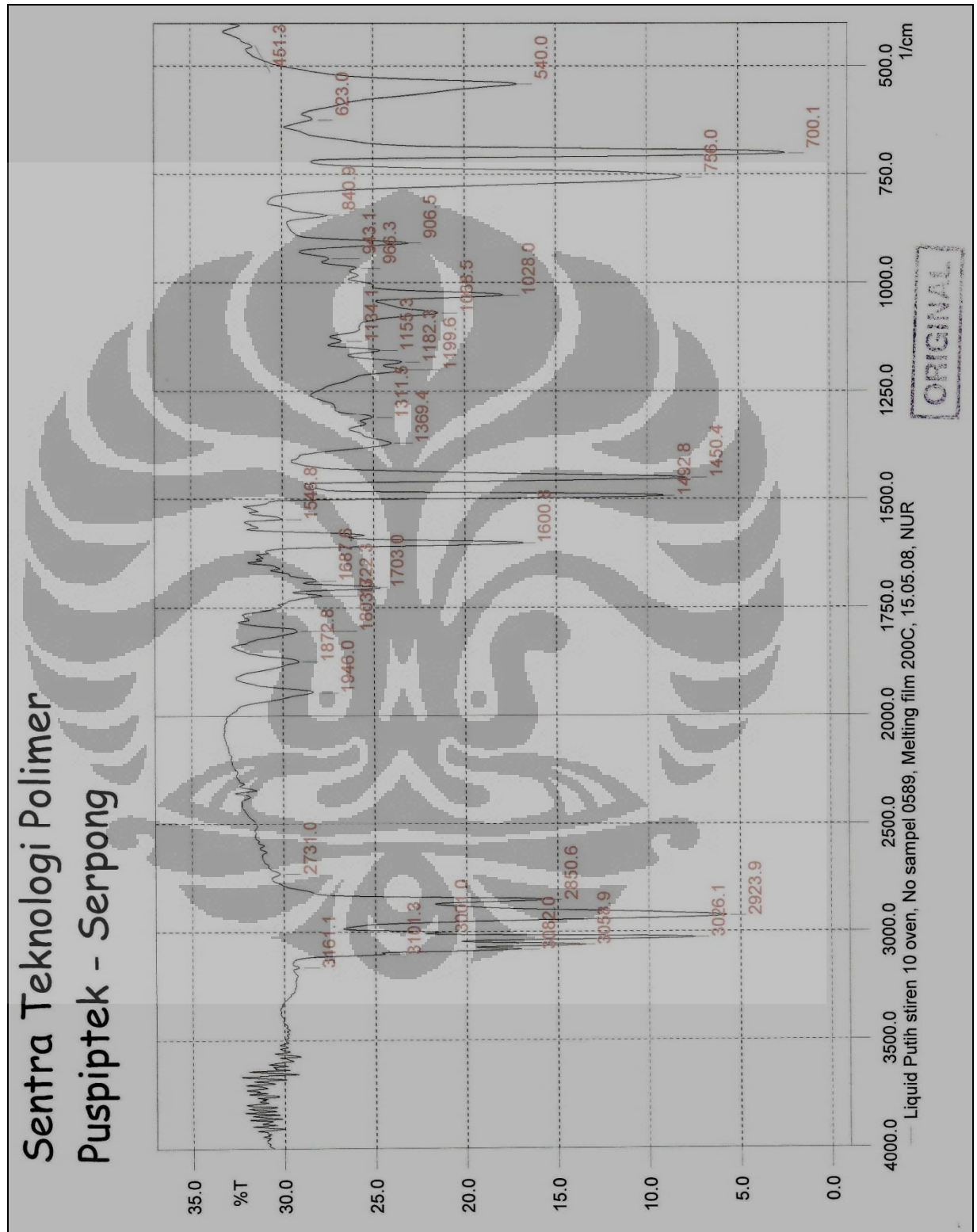
LAMPIRAN 3 :**Variasi monomer di seeding (35 % SLS)**

	Variasi monomer				Keterangan
	3%	6%	9%	12%	
Seeding (1 jam) :					
Air	427,31	432,98	438,65	444,32	total stiren = 126 gr total SLS = 1,64 gr/L
SLS	0,574	0,574	0,574	0,574	
Stirena	3,78	7,56	11,34	15,12	
Stream 1 (10 menit) :					air di stream 2 = 1,5 X stiren stream 2
APS	1,5	1,5	1,5	1,5	
Air	10	10	10	10	
Stream 2 (2 jam) :					
Air	183,33	177,66	171,99	166,32	
SLS	1,066	1,066	1,066	1,066	
Stirena	122,22	118,44	114,66	110,88	
KOH	0,22	0,22	0,22	0,22	
Total	750	750	750	750	

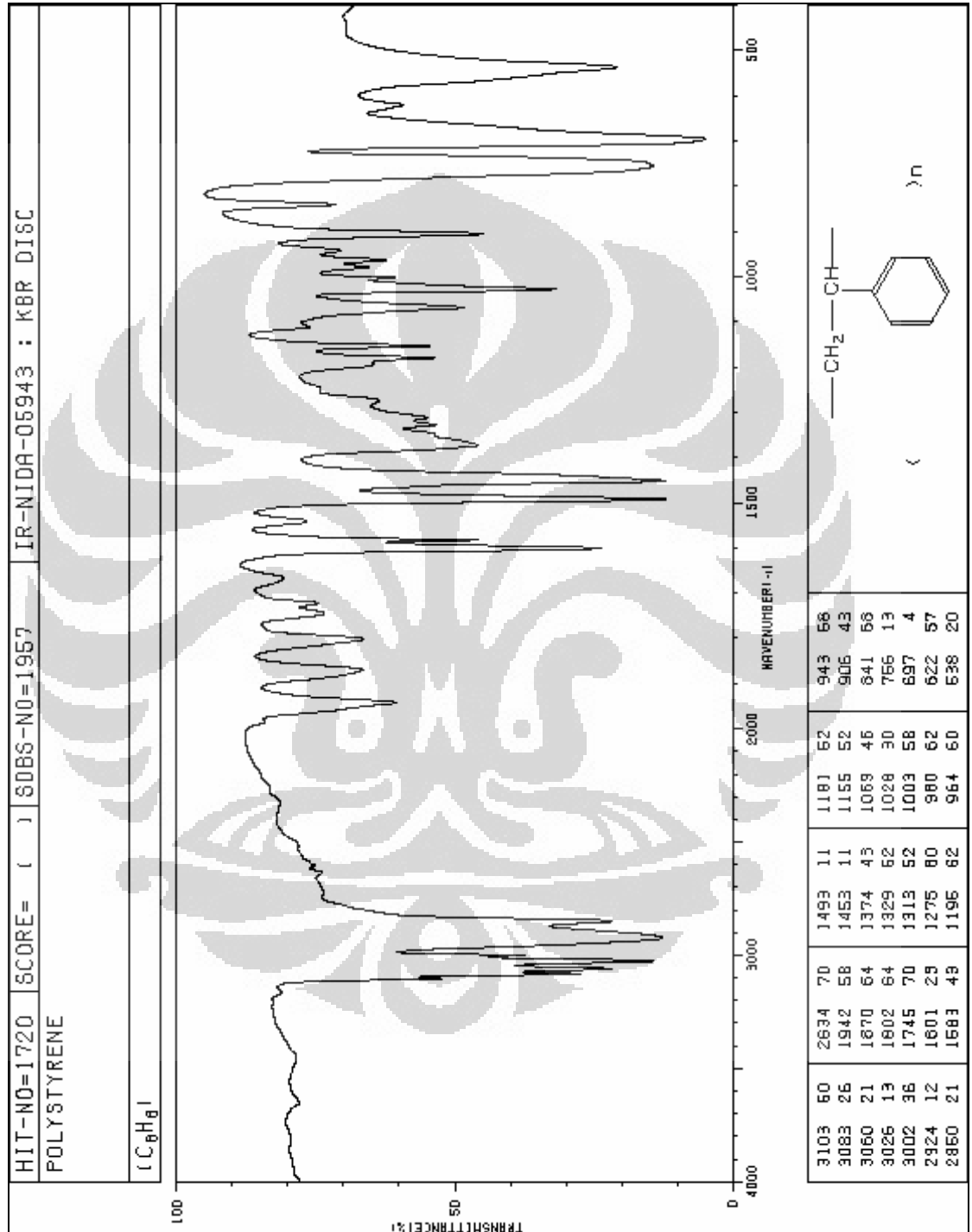
LAMPIRAN 4 :**Variasi monomer di seeding (25 % SLS)**

	Variasi monomer				Keterangan
	3%	6%	9%	12%	
Seeding (1 jam) :					
Air	427,31	432,98	438,65	444,32	total stiren = 126 gr total SLS = 1,64 gr/L
SLS	0,41	0,41	0,41	0,41	
Stirena	3,78	7,56	11,34	15,12	
Stream 1 (10 menit) :					air di stream 2 = 1,5 X stiren stream 2
APS	1,5	1,5	1,5	1,5	
Air	10	10	10	10	
Stream 2 (2 jam) :					
Air	183,33	177,66	171,99	166,32	
SLS	1,23	1,23	1,23	1,23	
Stirena	122,22	118,44	114,66	110,88	
KOH	0,22	0,22	0,22	0,22	
Total	750	750	750	750	

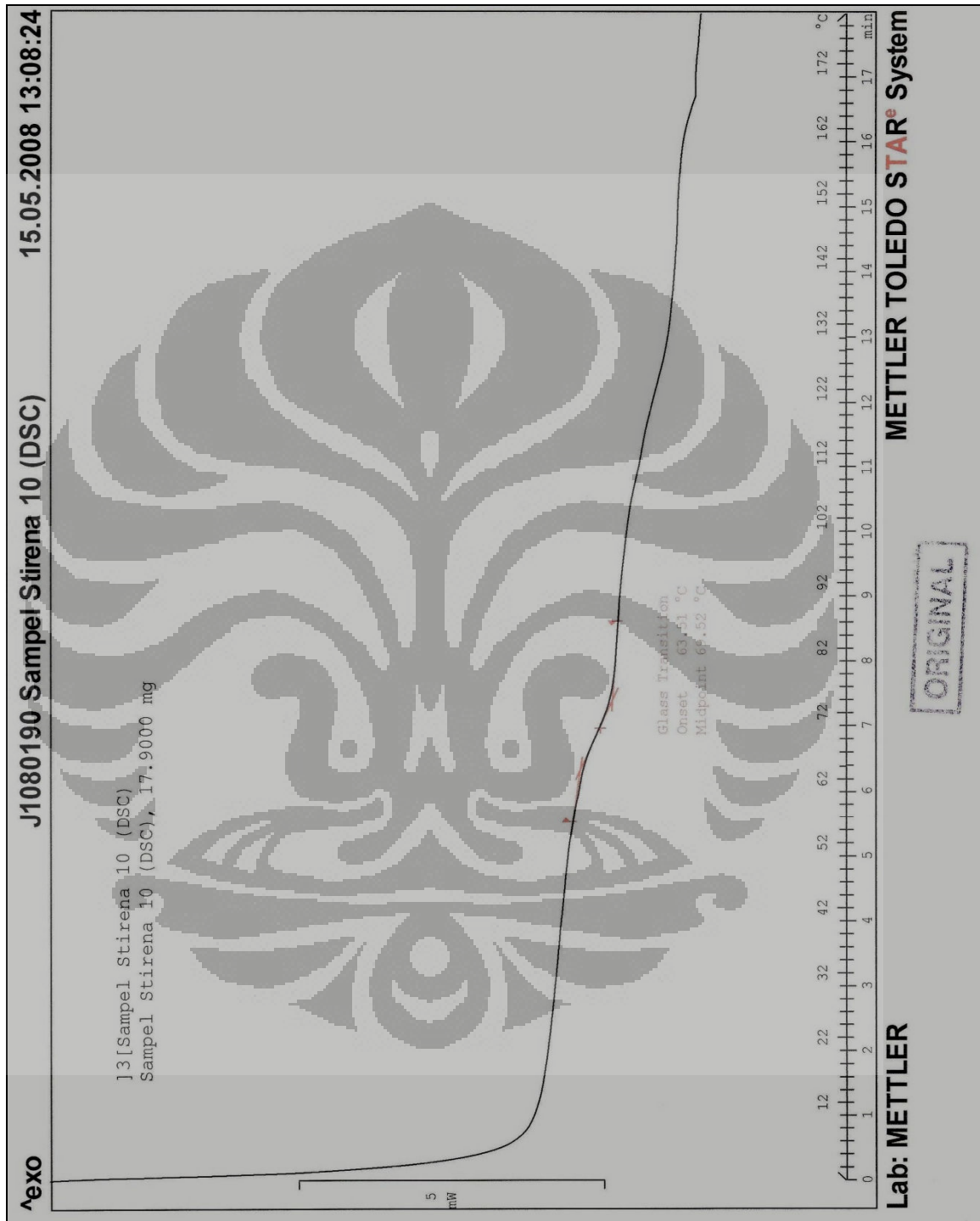
LAMPIRAN 5 :



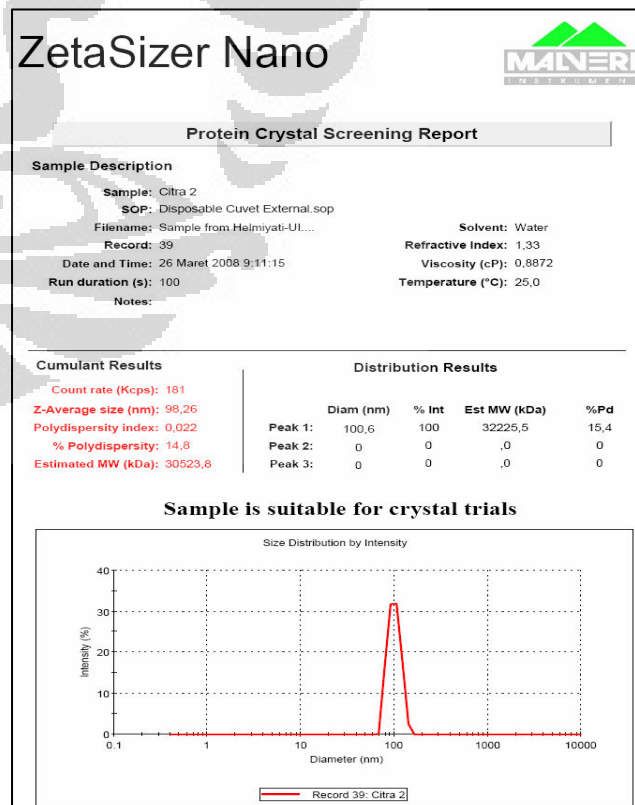
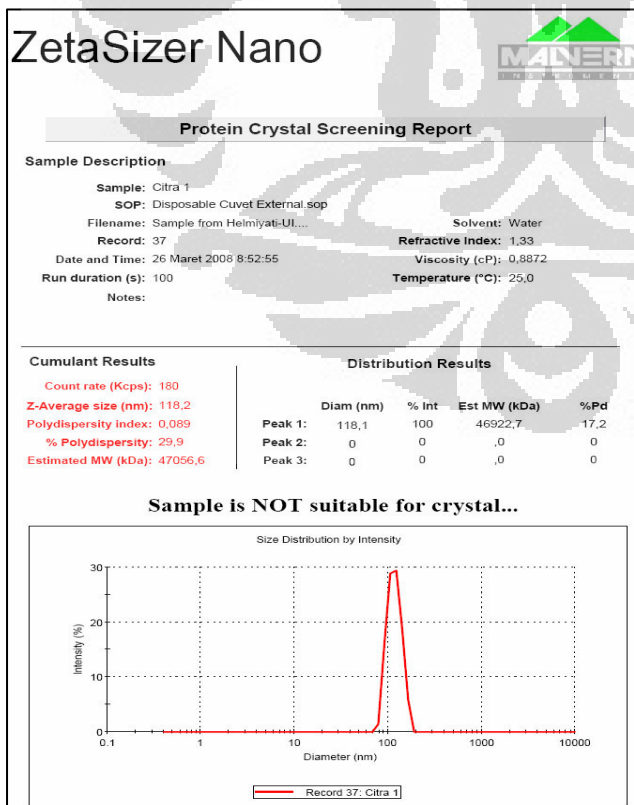
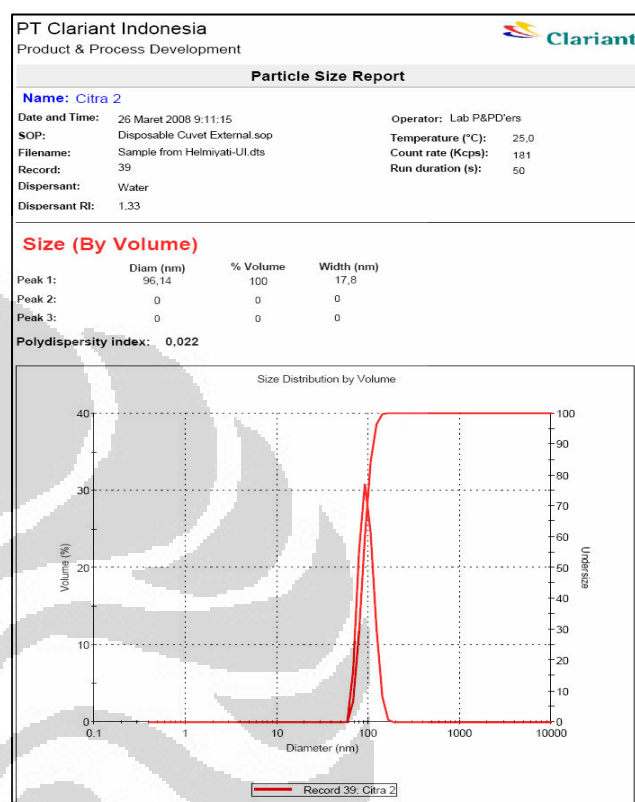
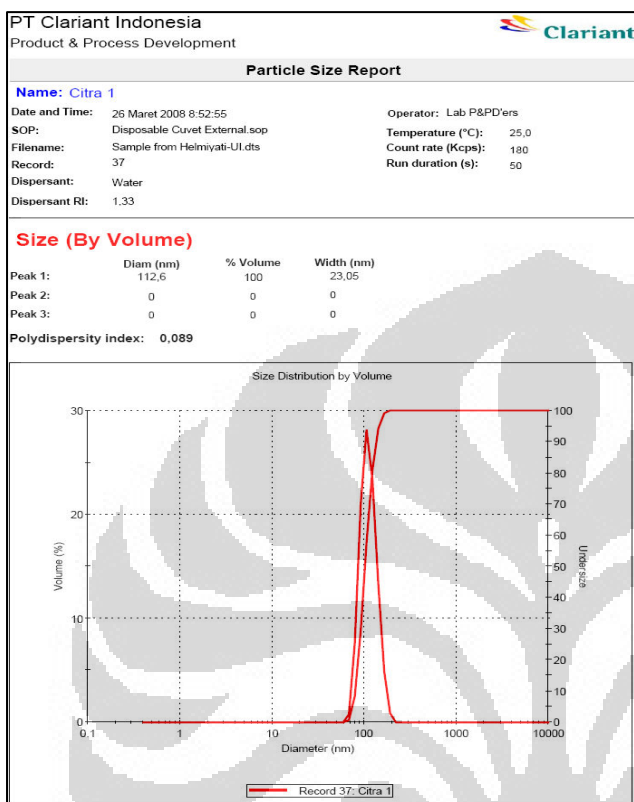
LAMPIRAN 6 :



LAMPIRAN 7 :



LAMPIRAN 8 :



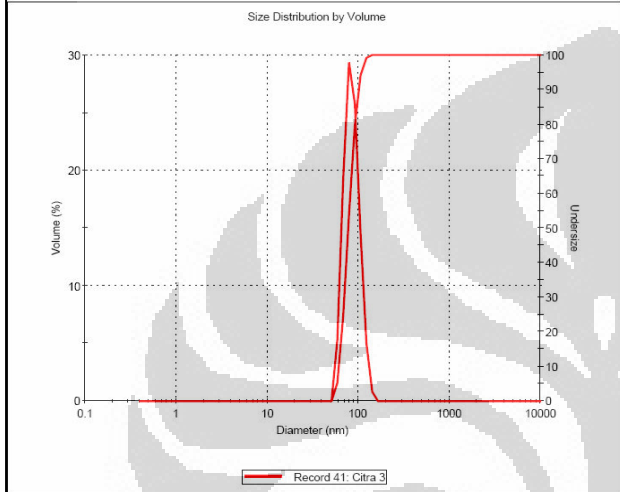
Particle Size Report

Name: Citra 3
Date and Time: 26 Maret 2008 9:23:35 **Operator:** Lab P&PD'ers
SOP: Disposable Cuvet External.sop **Temperature (°C):** 25,0
Filename: Sample from Helmiyati-UI.dts **Count rate (Kcps):** 212
Record: 41 **Run duration (s):** 50
Dispersant: Water
Dispersant RI: 1.33

Size (By Volume)

	Diam (nm)	% Volume	Width (nm)
Peak 1:	85,5	100	16,49
Peak 2:	0	0	0
Peak 3:	0	0	0

Polydispersity index: 0,038



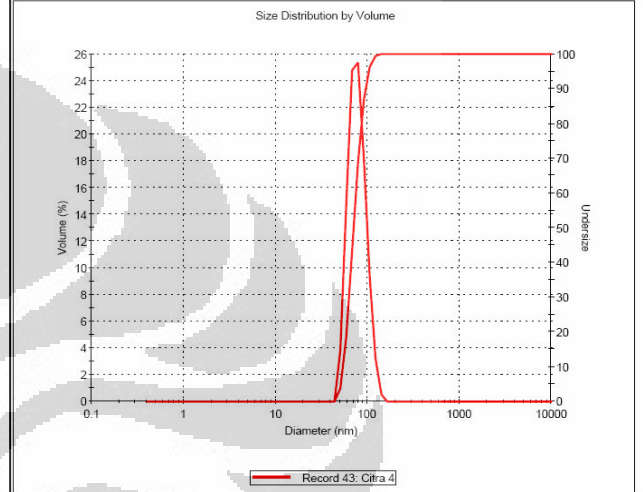
Particle Size Report

Name: Citra 4
Date and Time: 26 Maret 2008 9:37:43 **Operator:** Lab P&PD'ers
SOP: Disposable Cuvet External.sop **Temperature (°C):** 25,0
Filename: Sample from Helmiyati-UI.dts **Count rate (Kcps):** 252
Record: 43 **Run duration (s):** 50
Dispersant: Water
Dispersant RI: 1.33

Size (By Volume)

	Diam (nm)	% Volume	Width (nm)
Peak 1:	78,65	100	17,22
Peak 2:	0	0	0
Peak 3:	0	0	0

Polydispersity index: 0,033



Protein Crystal Screening Report

Sample Description

Sample: Citra 3
SOP: Disposable Cuvet External.sop
Filename: Sample from Helmiyati-UI...
Record: 41
Date and Time: 26 Maret 2008 9:23:35
Run duration (s): 100
Notes:

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

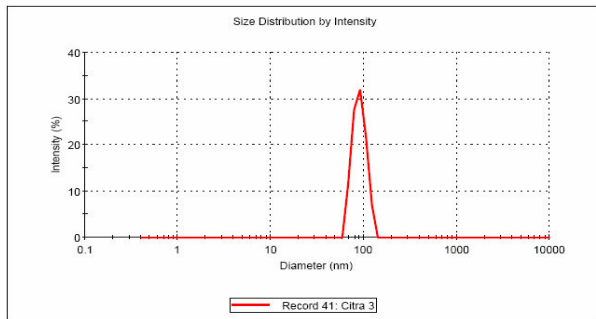
Cumulant Results

Count rate (Kcps): 212
Z-Average size (nm): 87,93
Polydispersity index: 0,038
% Polydispersity: 19,6
Estimated MW (kDa): 23537,9

Distribution Results

	Diam (nm)	% Int	Est MW (kDa)	%Pd
Peak 1:	90,46	100	25147,4	16,3
Peak 2:	0	0	,0	0
Peak 3:	0	0	,0	0

Sample is suitable for crystal trials



Protein Crystal Screening Report

Sample Description

Sample: Citra 4
SOP: Disposable Cuvet External.sop
Filename: Sample from Helmiyati-UI...
Record: 43
Date and Time: 26 Maret 2008 9:37:43
Run duration (s): 100
Notes:

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

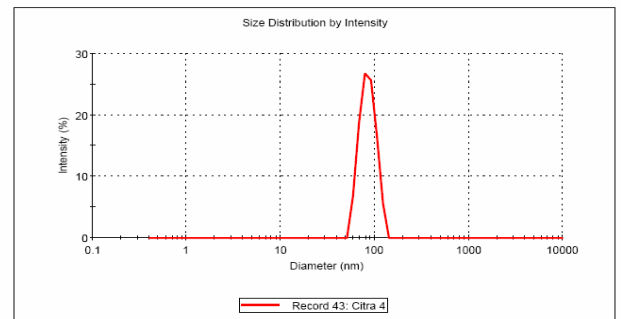
Cumulant Results

Count rate (Kcps): 252
Z-Average size (nm): 82,52
Polydispersity index: 0,033
% Polydispersity: 18,1
Estimated MW (kDa): 20284,0

Distribution Results

	Diam (nm)	% Int	Est MW (kDa)	%Pd
Peak 1:	85,51	100	22048,9	19,2
Peak 2:	0	0	,0	0
Peak 3:	0	0	,0	0

Sample is suitable for crystal trials



PT Clariant Indonesia
Product & Process Development

Particle Size Report

Name: Citra 5

Date and Time: 26 Maret 2008 9:50:47 Operator: Lab P&PD'ers

SOP: Disposable Cuvet External.sop Temperature (°C): 25,0

Filename: Sample from Helmiyati-UI.dts Count rate (Kcps): 233

Record: 45 Run duration (s): 50

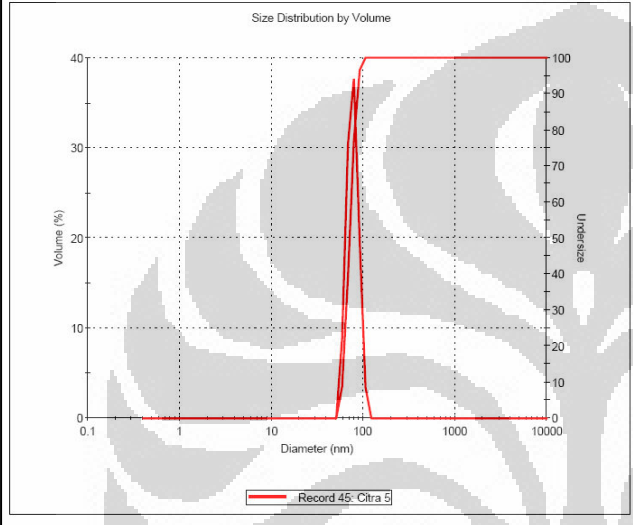
Dispersant: Water

Dispersant RI: 1,33

Size (By Volume)

Peak	Diam (nm)	% Volume	Width (nm)
Peak 1:	77,13	100	11,11
Peak 2:	0	0	0
Peak 3:	0	0	0

Polydispersity index: 0,162



PT Clariant Indonesia
Product & Process Development

Particle Size Report

Name: Citra 6

Date and Time: 26 Maret 2008 9:57:22 Operator: Lab P&PD'ers

SOP: Disposable Cuvet External.sop Temperature (°C): 25,0

Filename: Sample from Helmiyati-UI.dts Count rate (Kcps): 268

Record: 46 Run duration (s): 50

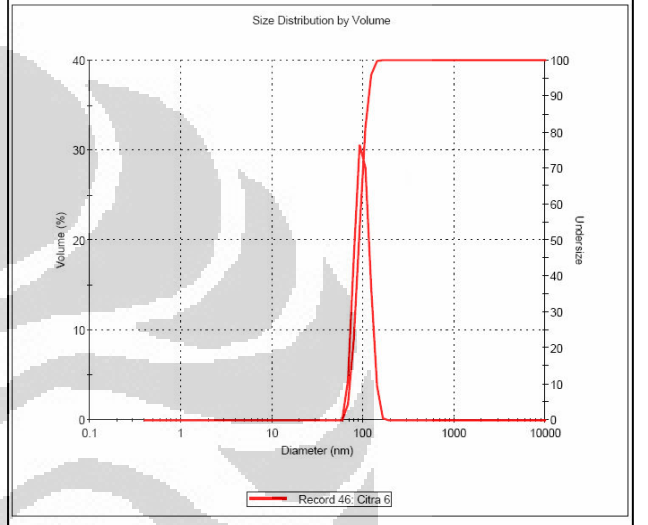
Dispersant: Water

Dispersant RI: 1,33

Size (By Volume)

Peak	Diam (nm)	% Volume	Width (nm)
Peak 1:	96,72	100	17,54
Peak 2:	0	0	0
Peak 3:	0	0	0

Polydispersity index: 0,021



ZetaSizer Nano

Protein Crystal Screening Report

Sample Description

Sample: Citra 5

SOP: Disposable Cuvet External.sop

Filename: Sample from Helmiyati-UI... Solvent: Water

Record: 45 Refractive Index: 1,33

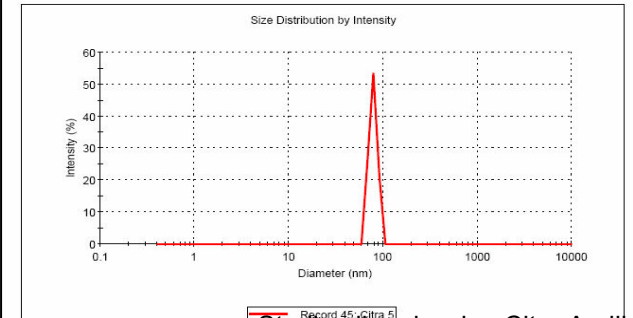
Date and Time: 26 Maret 2008 9:50:47 Viscosity (cP): 0,8872

Run duration (s): 100 Temperature (°C): 25,0

Notes:

Cumulant Results	Distribution Results																
Count rate (Kcps): 233																	
Z-Average size (nm): 85,47																	
Polydispersity index: 0,162																	
% Polydispersity: 40,3																	
Estimated MW (kDa): 22021,4																	
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Diam (nm)</th> <th>% Int</th> <th>Est MW (kDa)</th> <th>%Pd</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Peak 1: 78,67</td> <td>100</td> <td>18142,9</td> <td>10,0</td> </tr> <tr> <td>Peak 2: 0</td> <td>0</td> <td>,0</td> <td>0</td> </tr> <tr> <td>Peak 3: 0</td> <td>0</td> <td>,0</td> <td>0</td> </tr> </tbody> </table>	Diam (nm)	% Int	Est MW (kDa)	%Pd	Peak 1: 78,67	100	18142,9	10,0	Peak 2: 0	0	,0	0	Peak 3: 0	0	,0	0
Diam (nm)	% Int	Est MW (kDa)	%Pd														
Peak 1: 78,67	100	18142,9	10,0														
Peak 2: 0	0	,0	0														
Peak 3: 0	0	,0	0														

Sample is NOT suitable for crystal...



ZetaSizer Nano

Protein Crystal Screening Report

Sample Description

Sample: Citra 6

SOP: Disposable Cuvet External.sop

Filename: Sample from Helmiyati-UI... Solvent: Water

Record: 46 Refractive Index: 1,33

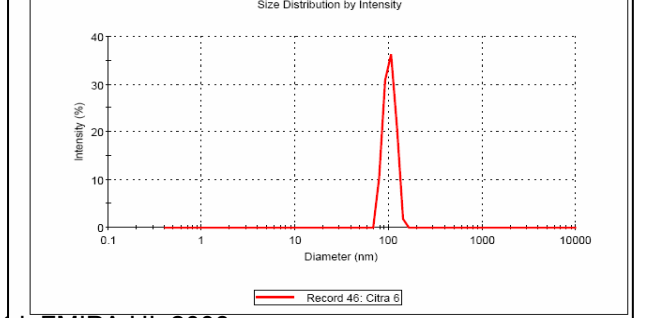
Date and Time: 26 Maret 2008 9:57:22 Viscosity (cP): 0,8872

Run duration (s): 100 Temperature (°C): 25,0

Notes:

Cumulant Results	Distribution Results																
Count rate (Kcps): 268																	
Z-Average size (nm): 100,5																	
Polydispersity index: 0,021																	
% Polydispersity: 14,4																	
Estimated MW (kDa): 32182,2																	
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Diam (nm)</th> <th>% Int</th> <th>Est MW (kDa)</th> <th>%Pd</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Peak 1: 102,6</td> <td>100</td> <td>33754,6</td> <td>14,2</td> </tr> <tr> <td>Peak 2: 0</td> <td>0</td> <td>,0</td> <td>0</td> </tr> <tr> <td>Peak 3: 0</td> <td>0</td> <td>,0</td> <td>0</td> </tr> </tbody> </table>	Diam (nm)	% Int	Est MW (kDa)	%Pd	Peak 1: 102,6	100	33754,6	14,2	Peak 2: 0	0	,0	0	Peak 3: 0	0	,0	0
Diam (nm)	% Int	Est MW (kDa)	%Pd														
Peak 1: 102,6	100	33754,6	14,2														
Peak 2: 0	0	,0	0														
Peak 3: 0	0	,0	0														

Sample is suitable for crystal trials



PT Clariant Indonesia
Product & Process Development

Particle Size Report

Name: Citra 7

Date and Time: 26 Maret 2008 9:43:51 **Operator:** Lab P&PD'ers

SOP: Disposable Cuvet External.sop **Temperature (°C):** 25,0

Filename: Sample from Helmiyati-UI.dts **Count rate (Kcps):** 260

Record: 44 **Run duration (s):** 50

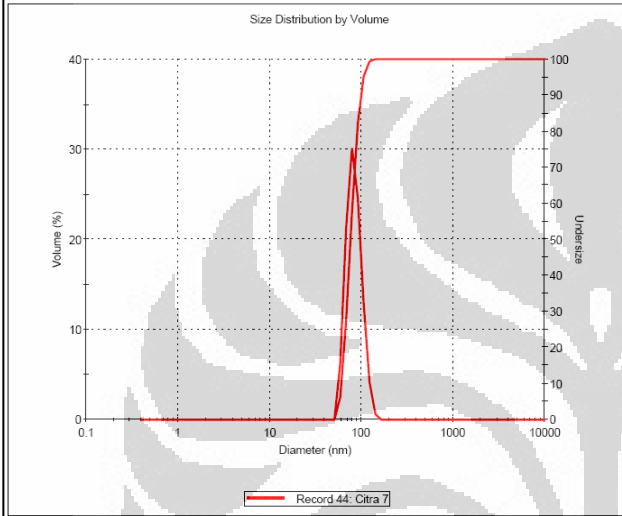
Dispersant: Water

Dispersant RI: 1,33

Size (By Volume)

Peak	Diam (nm)	% Volume	Width (nm)
Peak 1:	84,06	100	16,09
Peak 2:	0	0	0
Peak 3:	0	0	0

Polydispersity index: 0,071



PT Clariant Indonesia
Product & Process Development

Particle Size Report

Name: Citra 8

Date and Time: 26 Maret 2008 9:30:13 **Operator:** Lab P&PD'ers

SOP: Disposable Cuvet External.sop **Temperature (°C):** 25,0

Filename: Sample from Helmiyati-UI.dts **Count rate (Kcps):** 236

Record: 42 **Run duration (s):** 50

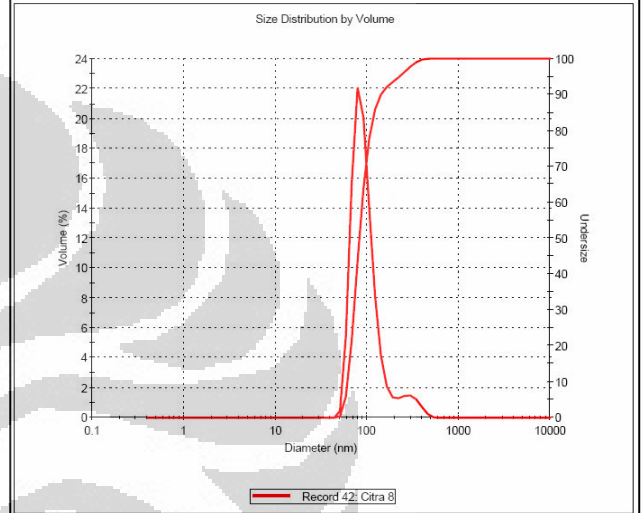
Dispersant: Water

Dispersant RI: 1,33

Size (By Volume)

Peak	Diam (nm)	% Volume	Width (nm)
Peak 1:	94,32	93	29,99
Peak 2:	299,1	6	66,24
Peak 3:	0	0	0

Polydispersity index: 0,124



ZetaSizer Nano

Protein Crystal Screening Report

Sample Description

Sample: Citra 7

SOP: Disposable Cuvet External.sop

Filename: Sample from Helmiyati-UI... **Solvent:** Water

Record: 44 **Refractive Index:** 1,33

Date and Time: 26 Maret 2008 9:43:51 **Viscosity (cP):** 0,8872

Run duration (s): 100 **Temperature (°C):** 25,0

Notes:

Cumulant Results

Count rate (Kcps): 260

Z-Average size (nm): 87,96

Polydispersity index: 0,071

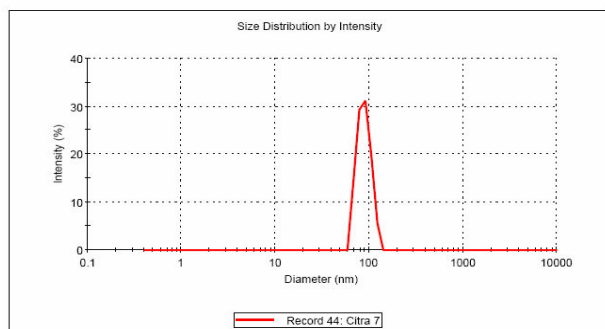
% Polydispersity: 26,7

Estimated MW (kDa): 23552,6

Distribution Results

	Diam (nm)	% Int	Est MW (kDa)	%Pd
Peak 1:	88,9	100	24146,9	16,4
Peak 2:	0	0	,0	0
Peak 3:	0	0	,0	0

Sample is NOT suitable for crystal...



ZetaSizer Nano

Protein Crystal Screening Report

Sample Description

Sample: Citra 8

SOP: Disposable Cuvet External.sop

Filename: Sample from Helmiyati-UI... **Solvent:** Water

Record: 42 **Refractive Index:** 1,33

Date and Time: 26 Maret 2008 9:30:13 **Viscosity (cP):** 0,8872

Run duration (s): 100 **Temperature (°C):** 25,0

Notes:

Cumulant Results

Count rate (Kcps): 236

Z-Average size (nm): 107,7

Polydispersity index: 0,124

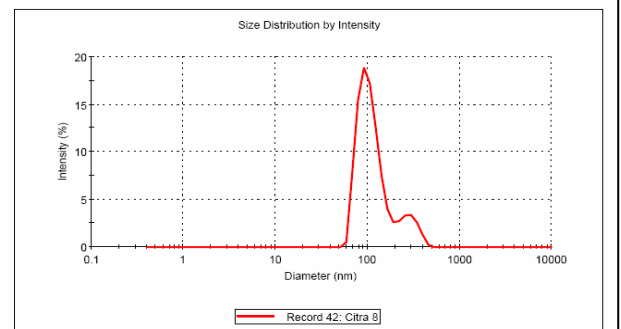
% Polydispersity: 35,2

Estimated MW (kDa): 37841,0

Distribution Results

	Diam (nm)	% Int	Est MW (kDa)	%Pd
Peak 1:	104,9	84	35605,1	27,6
Peak 2:	275,3	15	339974,2	23,6
Peak 3:	0	0	,0	0

Sample is NOT suitable for crystal...



PT Clariant Indonesia
Product & Process Development

Particle Size Report

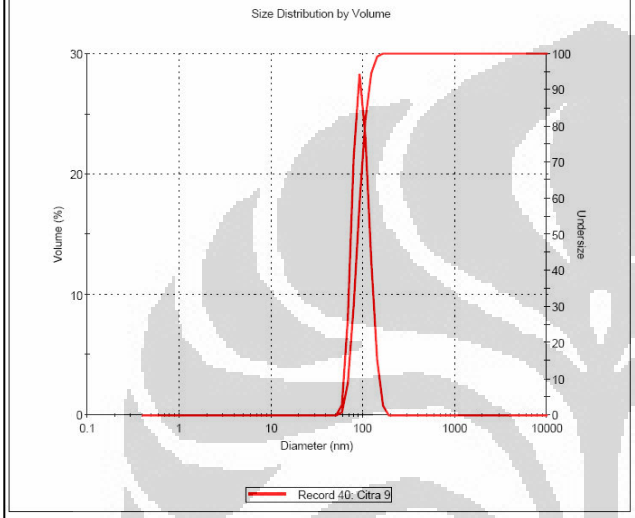
Name: Citra 9

Date and Time: 26 Maret 2008 9:17:33 Operator: Lab P&PD'ers
 SOP: Disposable Cuvet External.sop Temperature (°C): 25,0
 Filename: Sample from Helmiyati-UI.dts Count rate (Kcps): 344
 Record: 40 Run duration (s): 50
 Dispersant: Water
 Dispersant RI: 1,33

Size (By Volume)

Peak	Diam (nm)	% Volume	Width (nm)
Peak 1:	96,73	100	19,75
Peak 2:	0	0	0
Peak 3:	0	0	0

Polydispersity index: 0,040



PT Clariant Indonesia
Product & Process Development

Particle Size Report

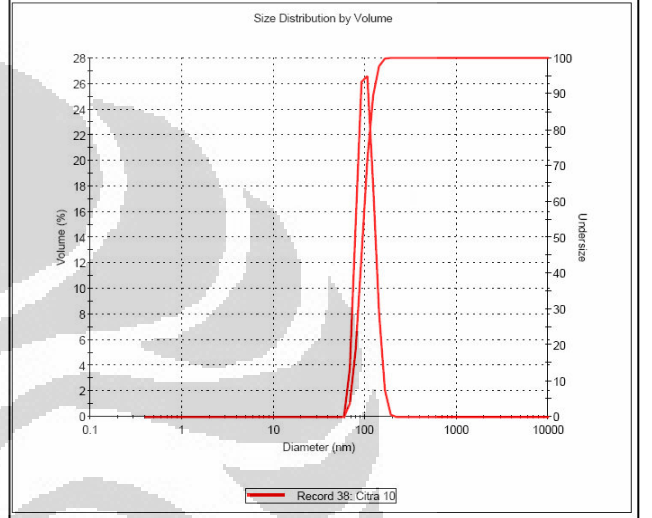
Name: Citra 10

Date and Time: 26 Maret 2008 8:58:47 Operator: Lab P&PD'ers
 SOP: Disposable Cuvet External.sop Temperature (°C): 25,0
 Filename: Sample from Helmiyati-UI.dts Count rate (Kcps): 205
 Record: 38 Run duration (s): 50
 Dispersant: Water
 Dispersant RI: 1,33

Size (By Volume)

Peak	Diam (nm)	% Volume	Width (nm)
Peak 1:	103,8	100	21,33
Peak 2:	0	0	0
Peak 3:	0	0	0

Polydispersity index: 0,089



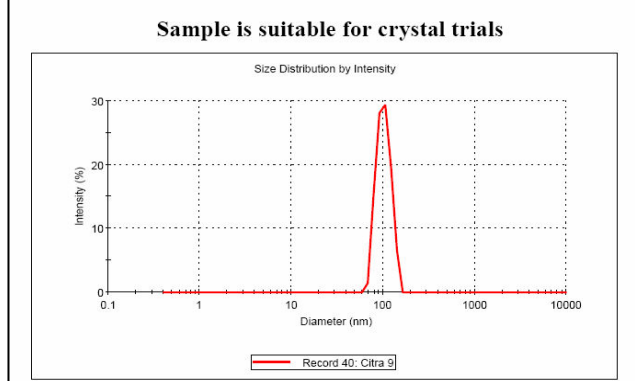
ZetaSizer Nano

Protein Crystal Screening Report

Sample Description

Sample: Citra 9
 SOP: Disposable Cuvet External.sop
 Filename: Sample from Helmiyati-UI... Solvent: Water
 Record: 40 Refractive Index: 1,33
 Date and Time: 26 Maret 2008 9:17:33 Viscosity (cP): 0,8872
 Run duration (s): 100 Temperature (°C): 25,0
 Notes:

Cumulant Results	Distribution Results
Count rate (Kcps): 344	
Z-Average size (nm): 99,68	
Polydispersity index: 0,040	
% Polydispersity: 20,0	
Estimated MW (kDa): 31561,2	
	Diam (nm) % Int Est MW (kDa) %Pd
	Peak 1: 102,6 100 33770,2 17,4
	Peak 2: 0 0 ,0 0
	Peak 3: 0 0 ,0 0



ZetaSizer Nano

Protein Crystal Screening Report

Sample Description

Sample: Citra 10
 SOP: Disposable Cuvet External.sop
 Filename: Sample from Helmiyati-UI... Solvent: Water
 Record: 38 Refractive Index: 1,33
 Date and Time: 26 Maret 2008 8:58:47 Viscosity (cP): 0,8872
 Run duration (s): 100 Temperature (°C): 25,0
 Notes:

Cumulant Results	Distribution Results
Count rate (Kcps): 205	
Z-Average size (nm): 109,9	
Polydispersity index: 0,089	
% Polydispersity: 29,8	
Estimated MW (kDa): 39635,0	
	Diam (nm) % Int Est MW (kDa) %Pd
	Peak 1: 109,7 100 39449,6 17,4
	Peak 2: 0 0 ,0 0
	Peak 3: 0 0 ,0 0

