

**PENGARUH KONSENTRASI SURFAKTAN *Sodium Lauryl Sulfate* (SLS),
INISIATOR *Ammonium Peroxodisulfate* (APS) DAN TEKNIK POLIMERISASI
TERHADAP UKURAN DAN DISTRIBUSI UKURAN PARTIKEL
PADA HOMOPOLIMERISASI BUTIL AKRILAT**

**RAHAYU TRI UTAMI
0304037078**



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

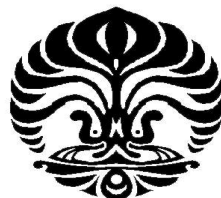
**PENGARUH KONSENTRASI SURFAKTAN *Sodium Lauryl Sulfate* (SLS),
INISIATOR *Ammonium Peroxodisulfate* (APS) DAN TEKNIK POLIMERISASI
TERHADAP UKURAN DAN DISTRIBUSI UKURAN PARTIKEL
PADA HOMOPOLIMERISASI BUTIL AKRILAT**

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

Oleh:

RAHAYU TRI UTAMI

0304037078



DEPOK

2008

SKRIPSI : PENGARUH KONSENTRASI SURFAKTAN *Sodium Lauryl Sulfate*
(SLS), INISIATOR *Ammonium Peroxodisulfate* (APS) DAN TEKNIK
POLIMERISASI TERHADAP UKURAN DAN DISTRIBUSI UKURAN
PARTIKEL PADA HOMOPOLIMERISASI BUTIL AKRILAT

NAMA : RAHAYU TRI UTAMI

NPM : 0304037078

SKRIPSI INI TELAH DIPERIKSA DAN DISETUJUI

DEPOK, Juli 2008



Dr. EMIL BUDIANTO

PEMBIMBING

Tanggal lulus Ujian Sidang Sarjana : 9 Juli 2008

Penguji I : Prof. Dr. Soleh Kosela

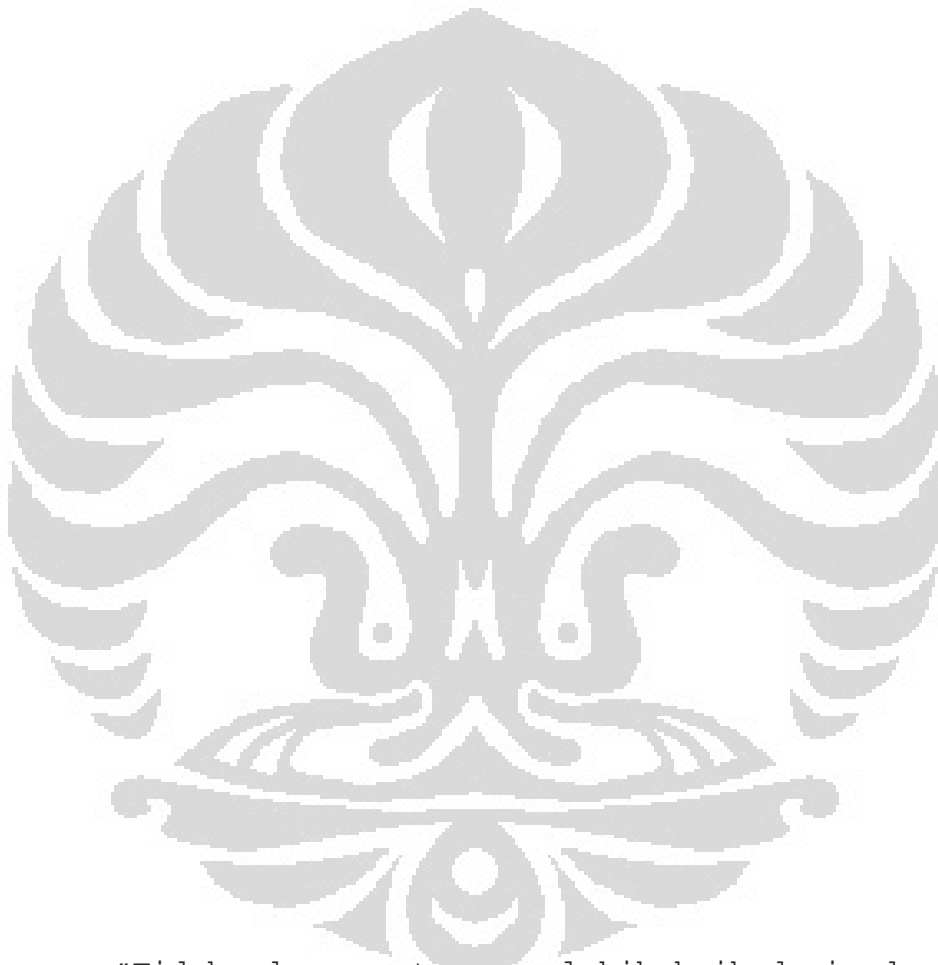
Penguji II : Dr. Yoki Yulizar

Penguji III : Dr. Jarnuzi Gunlazuardi

Skripsi ini spesial aku persembahkan untuk :

Ibu & Bapak tercinta,
kedua kakakku; mas Hudi & mbak Nur

serta
adik kembarku; Faisal & Husein



"Tidak ada sesuatu yang lebih baik daripada
akal sehat yang diperindah dengan ilmu,
ilmu yang diperindah dengan kebenaran,
kebenaran yang diperindah dengan kebaikan,
dan kebaikan yang diperindah dengan taqwa"

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbil'aalamiin segala puji bagi Allah SWT, Sang Maharaja segala raja, Sang Cahaya atas segala cahaya dan Rabbnya semua alam semesta sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini tepat pada waktunya dan salam kemuliaan kepada Rasulullah Muhammad SAW, pembimbing bagi siapa yang mencari-Nya, pemegang kunci gerbang menuju surga-Nya.

Penulis mengucapkan terima kasih, *so much more than just thanks*, untuk orang-orang yang saya hormati dan cintai; Ibu dan Bapak tersayang yang telah berkorban begitu besar bagi penulis dalam hal apapun, yang menuntun penulis dalam membentuk fondasi yang benar untuk berjalan mengabdikan pada-Nya, yang mengajarkan kesabaran dan kerja keras serta semangat hidup yang sangat berarti bagi penulis. Kepada kedua kakakku; Nurhidayati dan Hudi Haryono serta adik kembarku Ahmad Faisal dan Ahmad Husein terima kasih atas *support* dan doanya selama ini bagi penulis. Tak lupa buat keponakanku satu-satunya; Ihsan Nurkholis dan kakak iparku; mas Udin. *Wa maa nasiitu musyakirin aidhon a'la akhi mahbub alladzi qod nasoronii fi mujahadatan i'lmi.*

Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada Dr. Emil Budianto selaku pembimbing I atas bantuannya selama penelitian dan penyusunan skripsi yang sangat berarti bagi penulis dan Dra. Helmiyati M. Si yang telah banyak membantu penulis selama penelitian. Tak lupa pula penulis ucapkan

terima kasih kepada Dr. Ridla Bakri selaku ketua Departemen Kimia FMIPA UI dan Dra. Tresye Utari, M.Si. selaku koordinator penelitian yang telah memberikan kesempatan dan bantuan dalam penelitian serta Dr. Jamuzi Gunluardi selaku pembimbing akademis, dan seluruh dosen-dosen yang selama ini telah mengajarkan ilmu-ilmu yang sangat bermanfaat bagi penulis. Kepada Pak Hedi S., Mbak Ina, Mbak Cucu, Pak Amin, Pak Kiri dan Pak Parno (Fisika UI) serta seluruh staf departemen Kimia yang telah banyak membantu terlaksananya penelitian.

Pada pihak-pihak yang telah membantu penulis dalam karakterisasi hasil penelitian; Dr. Nurudin Budiman dan Bapak Dedi Juniardi (PT. Clariant) serta Bapak Heru, Ibu Ica dan Mbak Yepi (STP).

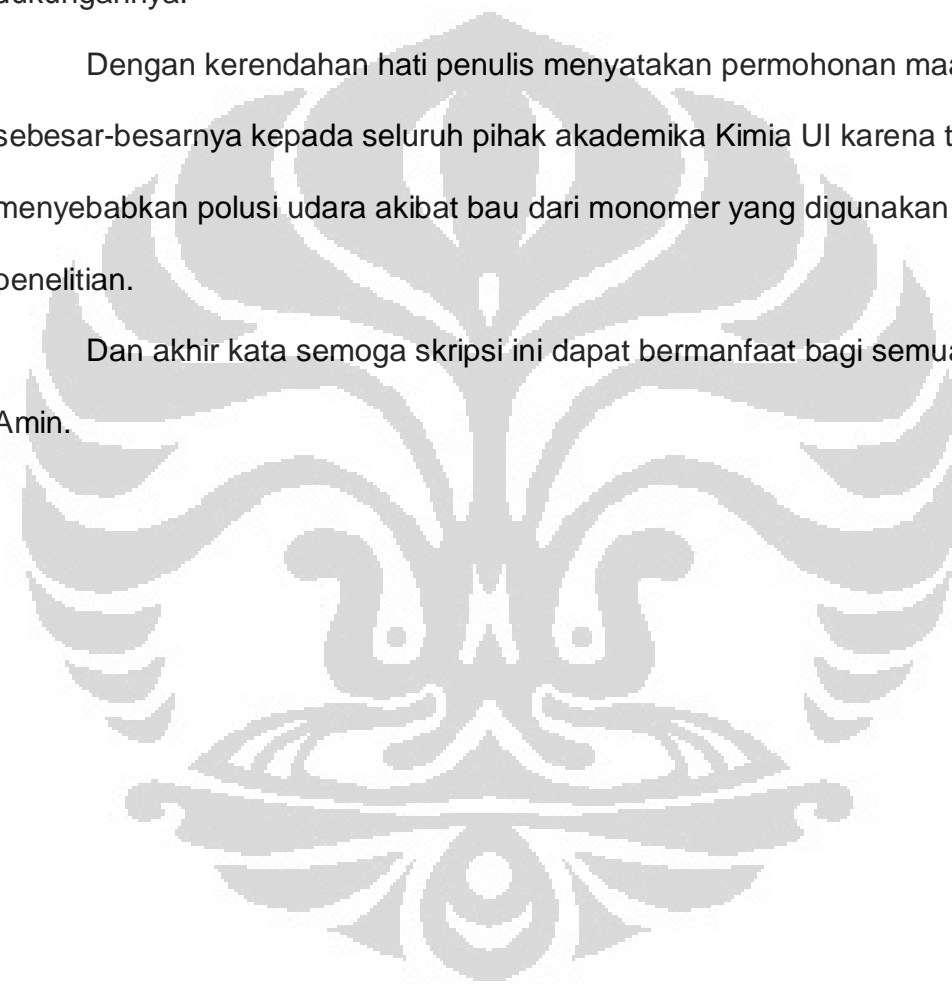
Ucapan terima kasih untuk keluarga besar di Jakarta; Bulik Diah, Om Tijan, Bulik Nur, Om Ful, Om Yeni sekeluarga dan sepupu Vidy FE'04 atas dukungan baik materil maupun non-materil.

Spesial penulis ucapkan untuk Bapak dan Ibu guru SMA terutama Bpk. Eka dan Ibu Ema yang membantu penulis hingga bisa masuk UI, sahabatku Ari, Ratna dan A3, makasih atas persahabatannya selama ini (maaf kalau banyak menyusahkan kalian), sahabat di rumah (Lia, Leni, Ela, Enggi, Anto, Herni, Aan), Ade dan Meti FH'04 terima kasih. Tak lupa penulis ucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya untuk Iman atas bantuan dan diskusinya selama penelitian, rekan seperjuangan 70xx (cing2, fitri, iman, ca2 dan wakhid), tim polimer (Ari, Kurnia, A3, Citra, dan Janti), tim asam vanilat, tim biodisel, tim enzim, tim biokimia, tim katalis, tim analisis, tim *surface*, tim

Zan-or dan temen-temen kosan (Ana, Niezha, dan Indah) terima kasih atas kebersamaanya selama ini serta seluruh anak-anak kimia 2004 yang telah memberikan warna-warni selama 4 tahun kuliah. Untuk kak Hydrine dan kak Lela serta adik-adik Kimia angkatan 2005, 2006 dan 2007 terima kasih atas dukungannya.

Dengan kerendahan hati penulis menyatakan permohonan maaf yang sebesar-besarnya kepada seluruh pihak akademika Kimia UI karena telah menyebabkan polusi udara akibat bau dari monomer yang digunakan selama penelitian.

Dan akhir kata semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua pihak. Amin.



Penulis
2008

ABSTRAK

Pada penelitian ini telah dilakukan optimasi homopolimer butil akrilat dengan proses polimerisasi emulsi yang bertujuan untuk mempelajari pengaruh variasi konsentrasi surfaktan *sodium lauryl sulfate* (SLS) dan inisiator *ammonium peroxodisulfate* (APS) serta variasi teknik polimerisasi yang terdiri dari teknik semikontinu, teknik *batch*, dan teknik *seeding* 10% dengan waktu feeding 5 jam. Homopolimer yang dihasilkan kemudian ditentukan *solid content*, indeks viskositas, ukuran dan distribusi ukuran partikel, *temperature glass*, dan spektrum IR. Homopolimer ini selanjutnya dapat digunakan sebagai *shell* dalam polimer *core-shell* yang menimbulkan efek warna. Peningkatan konsentrasi surfaktan dan konsentrasi inisiator menghasilkan *solid content* yang semakin meningkat dan ukuran partikel yang cenderung menurun. Kondisi optimum yang diperoleh pada penggunaan konsentrasi surfaktan 0,5 CMC, konsentrasi inisiator 1%, melalui teknik semikontinu dengan persen konversi sebesar 97,21%, ukuran partikel 104,4 nm dan bersifat monodispers.

Kata kunci : *butyl acrylate*, homopolimerisasi, *monodisperse*, *solid content*,
ukuran partikel

xiii + 97 hlm.; gbr.; lamp.; tab.

Bibliografi: 38 (1954 - 2007)

DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR	i
ABSTRAK	iv
DAFTAR ISI	v
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang Masalah	1
1.2 <i>State of The Art</i>	4
1.3 Perumusan Masalah	6
1.4 Tujuan Penelitian	7
1.5 Hipotesis	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	8
2.1 Definisi Polimer Emulsi	8
2.2 Komponen dalam Polimerisasi Emulsi	8
2.2.1 Air	8
2.2.2 Surfaktan	9
2.2.3 Monomer	11

2.2.4 Inisiator	14
2.2.5 Bahan Tambahan Lain	15
2.3 Karakteristik Polimerisasi Emulsi	16
2.3.1 Ukuran dan Bentuk Molekul	16
2.3.2 Berat Molekul dan Distribusi Berat Molekul	18
2.3.3 Kandungan Padatan (<i>Solid Content</i>)	19
2.3.4 Viskositas (Kekentalan)	20
2.3.5 Transisi Gelas (<i>Tg</i>)	20
2.4 Teknik Polimerisasi Emulsi	21
2.4.1 Teknik <i>Batch</i>	21
2.4.2 Teknik <i>Seeding</i>	21
2.4.3 Teknik Kontinu	21
2.4.4 Teknik Semikontinu	22
2.5 Mekanisme Polimerisasi Emulsi	23
BAB III METODE PENELITIAN	26
3.1 Alat dan Bahan	27
3.2 Formulasi	28
3.3 Bagan Alir Polimerisasi	29
3.3.1 Teknik Semikontinu	30
3.3.2 Teknik <i>Seeding</i> 10%	31
3.3.3 Teknik <i>Batch</i>	32

3.4 Metode Pengujian Hasil Polimerisasi	33
3.4.1 Kandungan Padatan	33
3.4.2 Viskositas (Metode Brookfield RVT)	33
3.4.3 Pengukuran pH	34
3.4.4 Pengukuran Distribusi Ukuran Partikel	34
3.4.5 Pengukuran Spektrum FTIR	35
3.4.6 Pengukuran Menggunakan DSC	35
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	37
4.1 Pembentukan Homopolimer Butil Akrilat	37
4.2 Pengaruh Konsentrasi Surfaktan SLS Pada	
Polimer Butil Akrilat Dengan Teknik	
Semikontinu	49
4.2.1 Pengaruh Konsentrasi Surfaktan SLS Terhadap	
Persen Konversi.....	49
4.2.2 Pengaruh Konsentrasi Surfaktan SLS Terhadap	
Ukuran Partikel dan Distribusi Ukuran Partikel	
Polimer.....	53
4.2.3 Pengaruh Konsentrasi Surfaktan SLS Terhadap	
Viskositas Polimer	57
4.3 Pengaruh Konsentrasi Inisiator APS Pada Polimer	
Butil Akrilat Dengan Teknik Semikontinu	58
4.3.1 Pengaruh Konsentrasi Inisiator APS Terhadap	

Persen Konversi	59
4.3.2 Pengaruh Konsentrasi Inisiator APS Terhadap Ukuran Partikel dan Distribusi Ukuran Partikel Polimer.....	61
4.3.3 Pengaruh Konsentrasi Inisiator APS Terhadap Viskositas Polimer	62
4.4 Pengaruh Teknik Polimerisasi	63
4.4.1 Pengaruh Teknik Polimerisasi Terhadap Persen Konversi, Ukuran partikel dan Distribusi Ukuran Partikel	64
4.4.2 Pengaruh Teknik Polimerisasi Terhadap Viskositas Polimer	70
BAB V KESIMPULAN	74
DAFTAR PUSTAKA	76
LAMPIRAN	81

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1	Struktur molekul surfaktan SLS..... 10
Gambar 2.2	Pembentukan misel saat Konsentrasi SLS di atas CMC 11
Gambar 2.3	Struktur butil akrilat 14
Gambar 2.4	Struktur amonium persulfat 15
Gambar 2.5	Morfologi partikel polimer emulsi 17
Gambar 2.6	Distribusi partikel polimodal dan monomodal 19
Gambar 2.7	Proses polimerisasi emulsi 24
Gambar 2.8	Tiga interval dalam polimerisasi emulsi 25
Gambar 3.1	Reaktor skala laboratorium yang digunakan 28
Gambar 3.2	Bagan alir homopolimerisasi butil akrilat 29
Gambar 3.3	Tahapan polimerisasi butil akrilat dengan teknik semikontinu 30
Gambar 3.4	Tahapan polimerisasi butil akrilat dengan teknik <i>seeding</i> 10 % 31
Gambar 3.5	Tahapan polimerisasi butil akrilat dengan teknik <i>batch</i> 32
Gambar 4.1	Hasil polimerisasi emulsi butil akrilat 37
Gambar 4.2	Komponen-komponen polimer emulsi 39
Gambar 4.3	Mekanisme sederhana pembentukan partikel

	polimer	41
Gambar 4.4	Tahap inisiasi dan propagasi dalam polimerisasi butil akrilat dengan inisiator termal amonium persulfat	42
Gambar 4.5	Terminasi secara (a) kombinasi dan (b) disproporsionasi	44
Gambar 4.6	Reaksi polimerisasi adisi mengakibatkan tidak adanya ikatan rangkap konjugasi pada PBA.....	47
Gambar 4.7	Grafik pengaruh konsentrasi SLS terhadap persen konversi untuk konsentrasi inisiator 1% APS.....	50
Gambar 4.8	Jenis-jenis partikel dalam sistem emulsi.....	51
Gambar 4.9	Grafik pengaruh konsentrasi SLS terhadap persen konversi untuk konsentrasi inisiator 0,5%.....	53
Gambar 4.10	Grafik pengaruh konsentrasi SLS terhadap persen konversi untuk konsentrasi inisiator 0,1%.....	53
Gambar 4.11	Grafik pengaruh konsentrasi SLS terhadap indeks polidispersitas (PDI) untuk konsentrasi inisiator 1% APS.....	56
Gambar 4.12	Grafik pengaruh konsentrasi inisiator terhadap persen konversi untuk konsentrasi SLS 1 CMC....	60
Gambar 4.13	Grafik pengaruh konsentrasi inisiator terhadap persen konversi untuk konsentrasi SLS 0,5 CMC..	61

Gambar 4.14	Grafik pengaruh konsentrasi inisiator APS dengan indeks polidispersitas (PDI) untuk konsentrasi SLS 1 CMC.....	62
Gambar 4.15	Grafik pengaruh teknik polimerisasi terhadap % konversi, ukuran partikel, dan PDI untuk konsentrasi SLS 0,5 CMC dan konsentrasi APS 1%.....	64
Gambar 4.16	Grafik pengaruh teknik polimerisasi terhadap % konversi, ukuran partikel, dan PDI untuk konsentrasi SLS 1 CMC dan konsentrasi APS 0,1%.....	66
Gambar 4.17	Proses polimerisasi emulsi dengan teknik <i>batch</i> ..	68
Gambar 4.18	Grafik Pengaruh Teknik Polimerisasi Terhadap Viskositas Polimer Untuk Konsentrasi SLS 0,5 CMC dengan Konsentrasi Inisiator 1%.....	72
Gambar 4.19	Grafik pengaruh teknik polimerisasi terhadap viskositas polimer untuk konsentrasi SLS 1 CMC dengan konsentrasi inisiator 0,1%.....	73

DAFTAR TABEL

		Halaman
Tabel 2.1	Spesifikasi sodium lauril sulfat	10
Tabel 2.2	Spesifikasi butil akrilat	13
Tabel 2.3	Spesifikasi amonium persulfat	15
Tabel 4.1	Karakterisasi secara umum emulsi poli(butil akrilat)	38
Tabel 4.2	Keterangan hasil polimerisasi butil akrilat.....	38
Tabel 4.3	Data waktu paruh amonium persulfat pada beberapa suhu	40
Tabel 4.4	Data persen konversi polimer butil akrilat.....	46
Tabel 4.5	Data ukuran partikel, BM rata-rata, dan PDI pada konsentrasi SLS 1 CMC	56

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1	Formula polimerisasi butil akrilat menggunakan teknik semikontinu 81
Lampiran 2	Formula polimerisasi butil akrilat menggunakan teknik <i>seeding</i> 10% 83
Lampiran 3	Formula polimerisasi butil akrilat menggunakan teknik <i>batch</i> 84
Lampiran 4	Perhitungan persen kandungan padatan (<i>solid content</i>) teoritis dan persen konversi 85
Lampiran 5	Ukuran dan distribusi ukuran partikel R 01..... 86
Lampiran 6	Ukuran dan distribusi ukuran partikel R 02..... 87
Lampiran 7	Ukuran dan distribusi ukuran partikel R 06..... 88
Lampiran 8	Ukuran dan distribusi ukuran partikel R 08..... 89
Lampiran 9	Ukuran dan distribusi ukuran partikel R 09..... 90
Lampiran 10	Ukuran dan distribusi ukuran partikel R 10..... 91
Lampiran 11	Ukuran dan distribusi ukuran partikel R 11..... 92
Lampiran 12	Ukuran dan distribusi ukuran partikel R 12..... 93
Lampiran 13	Spektrum FTIR monomer butil akrilat 94
Lampiran 14	Spektrum FTIR standar poli(butil akrilat) 95
Lampiran 15	Spektrum FTIR polimer butil akrilat 96
Lampiran 16	Kurva DSC polimer butil akrilat 97

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang Masalah

Dahulu polimer dianggap sebagai partikel-partikel koloid yang secara fisik saling beragregasi. Hingga pada tahun 1920, seorang kimiawan Jerman, Herman Staudinger, mengeluarkan postulat yang menyatakan, bahwa partikel koloid yang dimaksud adalah molekul yang saling mengulangi dirinya membentuk satu molekul yang sangat panjang. Staudinger menyebutnya sebagai makromolekul. Konsep yang revolusioner ini belum diterima sepenuhnya, sampai pada tahun 1929, seorang ahli kimia perusahaan Du Pont di Amerika Serikat, Wallace Carothers, mulai mensintesis polimer dan berhasil menemukan hubungan antara struktur dan sifat dari beberapa polimer. Karet Neoprena dan Nylon yang ia ciptakan menjadi produk komersial yang sangat penting saat itu.^[1]

Proses pembuatan polimer emulsi pertama kali dilakukan pada saat Perang Dunia II. Terancamnya pasokan karet alam dari negara-negara ketiga mengakibatkan beberapa negara seperti Amerika dan sekutunya serta Jepang berlomba-lomba untuk membuat karet alam sintetis. Polimer emulsi yang pertama kali disintesis adalah poli (1,3-butadiena co stirena). Bentuk dari polimer tersebut mirip dengan getah karet (lateks), sehingga produk-produk polimer emulsi sering juga dikenal dengan sebutan lateks. Proses

pembuatan polimer emulsi adalah dengan polimerisasi radikal bebas.

Dewasa ini produk-produk dari polimer emulsi sering banyak digunakan sebagai lem (*adhesive*), cat (*coating*), dan untuk aplikasi tekstil.^[2]

Polimer pada dasarnya terdiri dari dua jenis yaitu polimer alam (seperti pati, selulosa, dan sutra) dan polimer buatan (sintetik). Polimer sintetik merupakan polimer buatan untuk mendapatkan sifat fisika dan kimia yang diinginkan. Penemuan dan pengembangan polimer sintetik didasari oleh adanya beberapa keterbatasan yang ditemukan manusia pada pemanfaatan polimer alam. Sebagai contoh polimer alam seperti karet alam memiliki keterbatasan seperti berbau, lunak, dan lengket jika suhu udara terlalu panas, keras dan rapuh jika suhu udara terlalu dingin, dan sering melengket pada saat pengolahannya. Selain itu ketersediaan yang terbatas di alam menjadi factor pembatas pemanfaatannya. Indonesia sendiri bersama Malaysia menjadi negara pemasok kebutuhan karet terbesar di dunia. Karena beberapa keterbatasan tersebut, manusia mengganti penggunaan karet alam dengan polimer sintetik, seperti poliisoprena (polimer dari isoprena) suatu zat yang memiliki sifat seperti karet alam namun bahan ini tidak dipanen dari kebun karet.^[3]

Dari tahun ke tahun polimer sintetik semakin menjadi material yang tak terpisahkan dalam kehidupan manusia. Polimer sintetik telah menjadi bagian yang erat dan menjadi kebutuhan primer bagi kita. Perlengkapan rumah tangga, perlengkapan sekolah, perangkat komputer, telepon, kabel, mainan

anak-anak, pembungkus makanan sampai klep jantung buatan semuanya tidak lepas dari campur tangan polimer sintetik. Polimer sintetik telah banyak berjasa dan memberi kemudahan bagi kita dalam menghadapi kehidupan sehari-hari. Satu peran baru dari polimer yang saat ini sedang giat diteliti adalah zat pewarna (*colouring agent*).

Pembuatan zat kimia sebagai pewarna telah menjadi bagian penting di dalam industri kimia sejak 100 tahun yang lalu. Pewarna banyak digunakan diantaranya dalam industri tekstil, kosmetik, makanan, cat, pelapis (*coating*), kertas, otomotif dan plastik. Zat warna yang digunakan umumnya adalah bahan kimia yang mengandung gugus kromofor yaitu ikatan rangkap terkonjugasi yang mengabsorpsi radiasi pada daerah sinar tampak. Zat warna juga dapat dihasilkan melalui pendekatan fisika dengan cara refleksi selektif. Efek ini dapat diamati pada lapis tipis minyak di atas air, pada sayap kupu-kupu, dan pada batuan opal alami yang merupakan model paling sesuai untuk refleksi cahaya yang sangat kuat.^[4,5] Dengan efek refleksi selektif ini, zat warna dapat dihasilkan jika ketebalan film tipis dapat dibandingkan dengan panjang gelombang cahaya atau berdasarkan sudut refraksi bukan berdasarkan struktur alami suatu material.

Sejak sekitar 16 tahun yang lalu, banyak usaha yang dilakukan untuk mengimitasi refleksi cahaya batuan opal untuk aplikasi pewarna. Berawal dari penelitian yang dilakukan oleh fisikawan Yablonovitch^[6] dan John^[7]. Mereka memprediksikan kristal tiga dimensi dengan lebar kisi sebesar panjang gelombang cahaya dan modulasi refraktivitas yang periodik menunjukkan

photonic band gap. Cahaya dengan gap ini tidak dapat mengalami penyebaran di dalam kristal fotonik, sehingga cahaya dari luar direfleksikan dan cahaya internal diemisikan dengan cara fluoresensi pada cacat kisi kristal. Sifat optik ini bergantung pada perbedaan indeks refraksi (Δn) yang besar antara sphere partikel dengan matriks.^[8]

Polimer merupakan material yang menjanjikan untuk kreasi efek warna opal dengan tujuan aplikasi *coating*. Kondisi yang diperlukan untuk mensintesa polimer opaline sangat ketat. Misalnya pada polimerisasi *core shell*, ukuran partikel harus berkisar antara 200-300 nm dan *monodisperse* sebab saat panjang gelombang dari sinar UV, tampak dan IR dekat (sekitar 200-2000 nm) melewati sperikal polimer yang *monodisperse* (100-1000 nm) yang tersusun secara periodik dengan jarak interplanar puluhan sampai ribuan nanometer, maka sistem ini akan mendifraksikan cahaya.^[9]

Pada saat ini metode yang menarik digunakan untuk menghasilkan partikel polimer yang *monodisperse* adalah menggunakan metode polimerisasi emulsi. Pada metode ini dimungkinkan untuk mengontrol bentuk dari partikel polimer yang akan dihasilkan.^[10] Kondisi pada teknik polimerisasi emulsi dapat divariasikan, karena tersedia bermacam monomer.

1.2 State of The Art

Beberapa penelitian mengenai efek warna dari polimer telah dikembangkan. Diantaranya Egen, M dkk,^[4] melakukan polimerisasi dengan menggunakan sistem *batch* tanpa menggunakan surfaktan terhadap metil

metakrilat terflorinasi yang terikat silang untuk mencegah *swelling* partikel di dalam media air dan meningkatkan selisih indeks refraksi dengan media. Penelitian ini menghasilkan polimer opal dengan efek pigmen untuk *coating* material transparan.

Ryan W.S, dkk,^[11] melakukan polimerisasi radikal butil metakrilat pada miniemulsi dengan sistem redoks menghasilkan ukuran partikel <110 nm. Tang dan Chu^[12] melakukan penelitian menggunakan teknik semikontinu untuk mempelajari ukuran dan distribusi ukuran partikel pada polimerisasi butil akrilat, stirena, dan asam metakrilat.

Yozo. M, dkk,^[13] juga melakukan polimerisasi radikal butil akrilat yang dijumpatani dengan radikal *monospiro-* dan *dispiropiperidinyl-N-oxyl* menghasilkan polidispersitas yang sempit.

Hydrine Irawadi^[14] melakukan penelitian di Departemen Kimia FMIPA UI mengenai pembuatan *core-shell* butil akrilat-stirena dengan variasi pengikat silang glisidil metakrilat menggunakan inisiator redoks (H₂O₂ – asam askorbat). Pada optimasi *core* butil akrilat dihasilkan hasil optimum adalah menggunakan konsentrasi surfaktan 30 CMC, konsentrasi inisiator 1,5% melalui teknik *seeding* yang menghasilkan persen konversi 87,45%, ukuran partikel 104,6 nm, dan bersifat polidispers. Penelitian serupa juga dilakukan oleh Iman Abdullah^[15] yang menghasilkan optimasi poli(butil akrilat) pada konsentrasi monomer butil akrilat 17,33% dan inisiator APS 1% dengan ukuran partikel yang masih <100 nm yaitu 74,03 nm bersifat monodispers.

1.3 Perumusan Masalah

Penelitian ini merupakan penelitian homopolimerisasi dari monomer butil akrilat. Poli(butil akrilat) ini selanjutnya dapat digunakan sebagai *shell*. Dasar pemilihan butil akrilat sebagai *shell* karena butil akrilat mempunyai *temperature glass* yang sangat rendah yaitu -54°C sehingga dikategorikan sebagai monomer lunak. Pada penelitian yang dilakukan oleh Hydrine Irawadi^[14] mengenai pembuatan *core-shell* butil akrilat-stirena, diperoleh *core-shell* dengan ukuran mencapai 250-500 nm namun masih bersifat polidispers. Sedangkan hasil optimum pada polimer *core* butil akrilat adalah menggunakan konsentrasi surfaktan 30 CMC, konsentrasi inisiator 1,5% melalui teknik *seeding* yang menghasilkan persen konversi 87,45%, ukuran partikel 104,6 nm, dan indeks polidispersitas 0,204. Hal ini kemungkinan disebabkan karena menggunakan teknik *seeding* sehingga dihasilkan ukuran yang lebih besar tetapi bersifat polidispers.

Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dilakukan optimasi homopolimerisasi butil akrilat dengan melihat kandungan padatan, ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel yang dihasilkan dari polimer emulsi dengan cara mengganti inisiator redoks (H_2O_2 dan asam askorbat) dengan *ammonium peroxodisulfate* (APS) dan variasi konsentrasi surfaktan *sodium lauryl sulfat* (SLS) ke arah nilai yang lebih rendah agar dihasilkan ukuran partikel polimer sekitar 100 – 200 nm yang monodispers. Adapun teknik polimerisasi yang akan digunakan adalah teknik semikontinu, teknik *seeding*

dan teknik *batch*. Diharapkan dengan menggunakan teknik semikontinu akan dihasilkan ukuran partikel yang seragam (monodispers).

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh variasi konsentrasi surfaktan *sodium lauryl sulfate* (SLS) dan Inisiator *Ammonium Peroxodisulfate* (APS) dan teknik polimerisasi yang terdiri dari teknik semikontinu, teknik *seeding* dan teknik *batch* pada homopolimerisasi butil akrilat agar diperoleh polimer butil akrilat dengan ukuran 100-200 nm yang bersifat monodispers dengan persen konversi tinggi (>90%).

1.5 Hipotesis

Homopolimerisasi butil akrilat yang monodispers dengan kandungan padatan yang cukup tinggi dan ukuran partikel sekitar 100-200 nm dapat disintesis menggunakan inisiator termal (amonium persulfat) dan konsentrasi surfaktan SLS masing-masing dengan konsentrasi rendah.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Definisi Polimer Emulsi ^[10,16,17]

Polimer emulsi adalah polimer organik sintetik berbentuk koloid dengan air sebagai medium pendispersi. Proses polimerisasinya disebut juga sebagai polimerisasi heterogen karena terdapat perbedaan kepolaran antara monomer (non-polar) dengan air (polar), sehingga dibutuhkan surfaktan sebagai penstabil. Polimerisasi emulsi menjadi salah satu teknik yang dapat digunakan untuk membuat partikel dalam skala nano sampai mikrometer. Berbagai variasi kondisi percobaan, dapat dilakukan untuk membuat partikel sesuai dengan sifat-sifat yang diinginkan. Polimer jenis ini banyak digunakan dalam industri-industri berskala besar seperti pada industri cat dan bahan perekat dimana produk yang teremulsikan digunakan langsung tanpa dipisahkan dari pelarut airnya. Polimerisasi emulsi juga cocok untuk pembuatan polimer-polimer lengket karena partikel-partikelnya yang sangat kecil cukup stabil dan tahan terhadap penggumpalan.

2.2 Komponen dalam Polimerisasi Emulsi

2.2.1 Air

Dalam polimerisasi emulsi, air digunakan sebagai medium pendispersi yaitu tempat terjadinya dekomposisi inisiator, perubahan tetesan monomer menjadi partikel polimer, dan 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.^[18]

2.2.2 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.^[19]

Berdasarkan gugus hidrofiliknya, surfaktan dikelompokkan sebagai berikut :

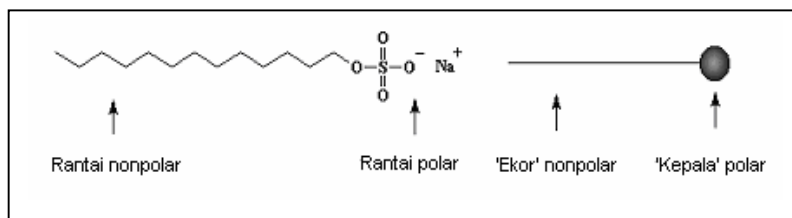
- Surfaktan anionik, bagian aktif permukaan mengandung muatan negatif.
Contoh : *sodium lauryl sulfate*.
- Surfaktan kationik, bagian aktif permukaan mengandung muatan positif.
Contoh : garam dari amina rantai panjang.

- 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.^[18] Dalam penelitian ini, surfaktan yang digunakan adalah *sodium lauryl sulfate (SLS)* yang termasuk surfaktan anionik. Berikut ini adalah spesifikasi dan rumus struktur dari SLS.

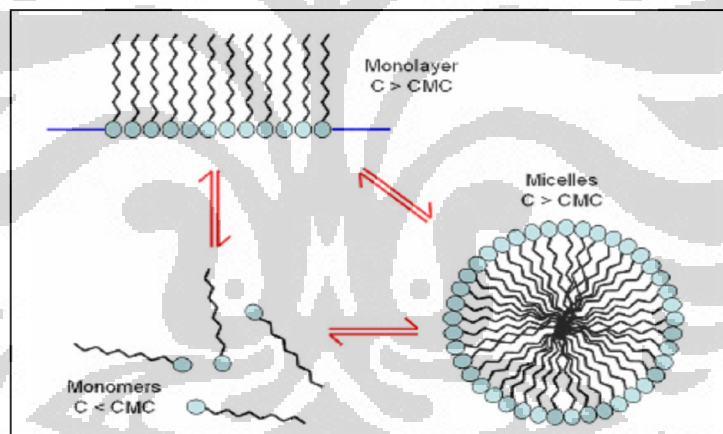
Tabel 2.1 Spesifikasi natrium lauril sulfat^[20]

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 2.1 Struktur molekul surfaktan SLS

Saat surfaktan dilarutkan dalam pelarut, maka molekul-molekulnya akan teradsorpsi pada permukaan. Pada konsentrasi molekul surfaktan berkumpul dan membentuk suatu kelompok yang disebut misel. Konsentrasi surfaktan saat mulai terbentuk misel disebut *critical micelles concentration* (CMC), dan jumlah molekul surfaktan yang membentuk misel disebut bilangan agregasi.^[19] Dalam pelarut air molekul surfaktan tersusun pada misel dengan bagian hidrofobnya menghadap ke dalam misel (di dalam inti misel) dan bagian hidrofiliknya menghadap fasa air. Jumlah misel bergantung pada konsentrasi surfaktan yang digunakan.



Gambar 2.2 Pembentukan misel saat konsentrasi SLS di atas CMC

2.2.3 Monomer

Monomer merupakan salah satu komponen utama dalam proses polimerisasi emulsi. Banyak monomer yang dapat digunakan dalam proses polimerisasi emulsi dan penggunaannya pun berupa homopolimer ataupun

kopolimer. Pemilihan monomer berdasarkan hasil akhir polimer yang diinginkan. Salah satu faktor yang dipertimbangkan dalam pemilihan monomer adalah suhu transisi gelas. (T_g). Suhu transisi gelas merupakan suhu dimana suatu polimer melepaskan sifat-sifat gelasnyanya dan berubah menjadi lebih condong elastis seperti karet. ^[17]

Berdasarkan sifat fisik suhu transisi gelas monomer, maka monomer diklasifikasikan menjadi 2, yaitu :

- Monomer Keras

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). ^[21]

- Monomer Lunak

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). ^[21]

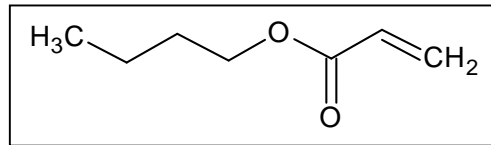
Untuk aplikasi *coating*, baik dengan fungsi dekoratif maupun protektif, polimer/kopolimer yang disintesis harus mempunyai suhu transisi gelas $10-40^\circ\text{C}$. ^[21] Polimer dengan suhu transisi gelas rendah (di bawah 0°C) tidak berguna pada aplikasi *coating* karena lapisan film yang terbentuk 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.

Pada penelitian ini monomer yang digunakan adalah monomer butil akrilat. Butil akrilat atau dikenal sebagai butakrilat merupakan turunan monomer akrilat. Butil akrilat berwujud cair, larut dalam pelarut organik, dan bersifat iritasi. Butil akrilat dapat digunakan sebagai homopolimer, kopolimer, dan terlibat di dalam reaksi adisi pada sintesa organik dan anorganik.^[22] Butil Akrilat mempunyai T_g yang rendah (-54°C). Nilai T_g dipengaruhi oleh panjang rantai alkil pada monomer tersebut. Makin panjang rantai alkil, maka rantai polimer akan semakin sulit mengalami agregasi dan mikrokristalisasi. Berikut ini adalah spesifikasi dan gambar struktur dari butil akrilat :

Tabel 2.2 Spesifikasi butil akrilat^[14]

Parameter	Butil akrilat
Rumus molekul	C ₇ H ₁₂ O ₂
Berat molekul (g/mol)	128,20
Berat jenis (g/cm ₃)	0,898
Titik didih (°C)	147,8
Titik leleh (°C)	-65
Kelarutan dalam air (g/L)	0,16 – 0,20
T _g homopolimer (°C)	-54
Indeks refraksi	1,418



Gambar 2.3 Struktur butil akrilat

2.2.4 Inisiator

Inisiator merupakan sumber radikal bebas dalam polimerisasi emulsi. Dalam hal ini radikal bebas merupakan atom atau gugus apa saja yang memiliki satu atau lebih elektron tidak berpasangan. Dengan adanya inisiator maka inisiasi, yang merupakan tahap awal polimerisasi akan berlangsung. Inisiator bukan katalis yang sebenarnya. Ini dikarenakan inisiator dikonsumsi dalam jumlah tertentu pada reaksi kimia. Tapi dalam penelitian ini, inisiator yang digunakan adalah inisiator termal yaitu amonium persulfat (APS). APS memiliki laju dekomposisi yang cepat dan waktu paruh yang lama. 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.

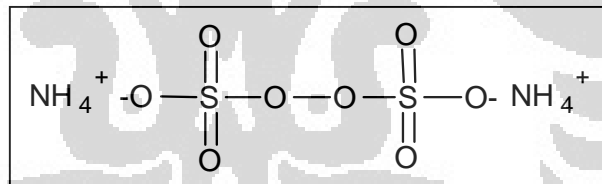
Laju polimerisasi meningkat seiring dengan kenaikan konsentrasi inisiator. Peningkatan laju polimerisasi tersebut dapat meningkatkan kandungan padatan polimer yang dihasilkan. Hal ini menandakan tingginya persen konversi polimerisasi. ^[23]

Berikut ini spesifikasi dan rumus struktur untuk APS :

Tabel 2.3 Spesifikasi amonium persulfat ^[21, 24]

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 ($^{\circ}\text{C}$)	120
Kerapatan (g/cm^3)	1,982
Kelarutan (g/liter H_2O , 20°C)	620
pH (larutan jenuh, 25°C)	$\pm 4,4$
Waktu paruh (jam) *	± 192 (50°C) $\pm 8,4$ (70°C) $\pm 0,55$ (90°C)

Keterangan * : Nilai pendekatan dan tergantung pada pH



Gambar 2.4 Struktur amonium persulfat

2.2.5 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).^[17]

- Agen pengikat silang, berfungsi untuk membentuk ikat silang antarrantai 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.^[11] Monomer jenis ini biasanya memiliki gugus fungsi karboksilat seperti asam akrilat dan asam metakrilat.
- Basa (NaOH atau KOH), berguna untuk meningkatkan pH polimer emulsi agar dapat digunakan untuk aplikasi *coating*, karena pada pH asam akan mudah terdegradasi. Selain itu, basa (NaOH atau KOH) juga berfungsi untuk menjaga agar polimer tidak rusak.

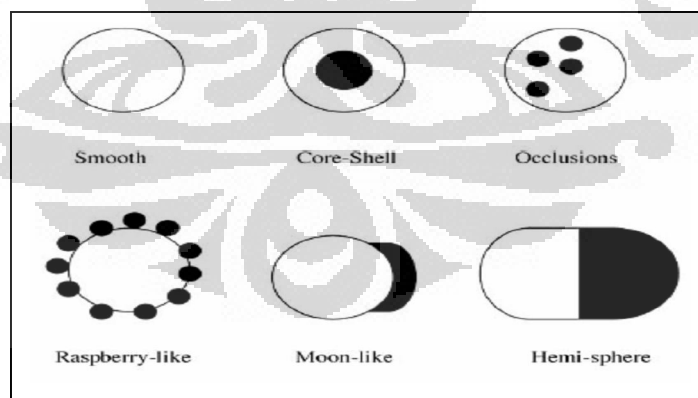
2.3 Karakteristik Polimerisasi Emulsi

2.3.1 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 berkaitan dengan pembentukan partikel, pertumbuhan partikel, dan interaksi partikel jika dihubungkan dengan kondisi reaksi polimerisasi. Secara umum stabilisasi sistem emulsi atau dispersi akan berkurang dengan kenaikan ukuran partikel dan distribusinya.^[18] Distribusi ukuran partikel dipengaruhi oleh jumlah inisiator dan surfaktan yang

digunakan dalam teknik polimerisasi. Pada teknik *seeding* dapat menghasilkan ukuran partikel yang lebih besar, sedangkan untuk teknik semikontinu 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 dinamakan *polydisperse*. Partikel polimer dispersi memiliki berbagai macam morfologi yang berbeda. Gambar 2.4 berikut gambaran morfologinya.^[25]

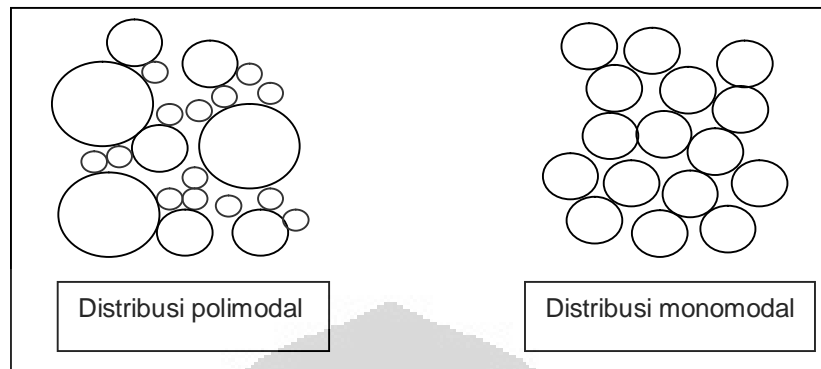


Gambar 2.5 Morfologi partikel polimer emulsi

2.3.2 Berat Molekul dan Distribusi Berat Molekul ^[9,17,26]

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*).



Gambar 2.6 Distribusi partikel polimodal dan monomodal

2.3.3 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 temperatur diantara 100 -140⁰ C, dan kandungan padatannya adalah perbandingan antara berat polimer setelah dikeringkan dengan total berat sampel awal.

Polimer kering yang ditimbang terdiri dari polimer, surfaktan dan garam anorganik (dibentuk dari hasil dekomposisi inisiator dan dari netralisasi). Bagian yang menguap saat dikeringkan adalah air dan monomer yang tidak berubah menjadi polimer saat polimerisasi. Perbandingan antara kandungan padatan teoritis (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 sempurnanya reaksi karena hal ini menjelaskan bahwa monomer telah terpolimerisasi seluruhnya dengan sempurna.

2.3.4 Viskositas (Kekentalan)

Viskositas pada polimer emulsi menunjukkan kekentalan dan kemampuan emulsi dalam mengalir.^[27] 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 besar sehingga memperkecil gaya gesek antar partikel polimernya.

2.3.5 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.^[17]

2.4 Teknik Polimerisasi Emulsi

Dalam polimerisasi emulsi dikenal empat macam teknik yaitu :

2.4.1 Teknik *Batch*

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

2.4.2 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.

2.4.3 Teknik Kontinu

Pada polimerisasi kontinu, reaktor diaduk secara kontinu, dengan *feeding* komponen secara kontinu, produk yang terbentuk langsung dapat diisolasi. Kelebihan dari proses ini yaitu teknis yang sederhana, diperoleh jumlah produk yang tinggi per satuan ruang dan waktu, komposisi kopolimer

yang seragam. Kekurangan proses ini yaitu hanya cocok untuk dispersi yang stabil terhadap tegangan, viskositas dispersi rendah, dan berat molekul yang rendah.

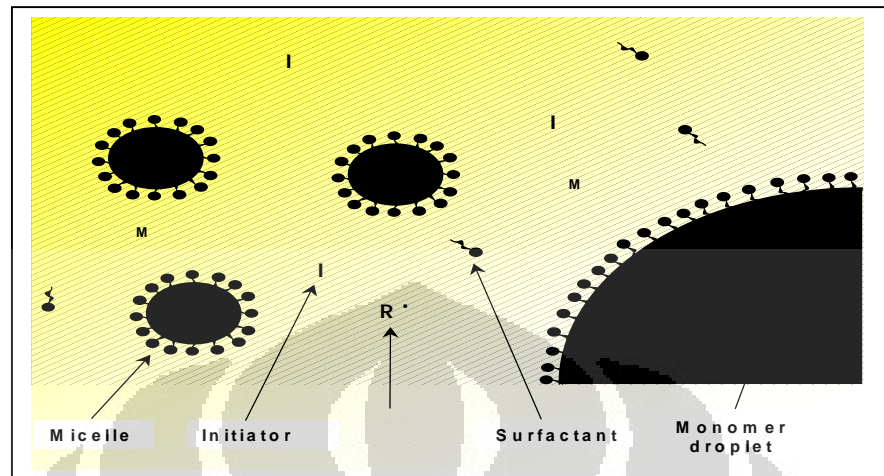
2.4.4 Teknik Semikontinu

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

Teknik semikontinu merupakan teknik polimerisasi yang paling banyak digunakan di industri polimer khususnya yang menghasilkan partikel polimer bergugus fungsi. Hal ini disebabkan oleh beberapa kelebihan yang dimilikinya. Pertama, teknik ini dapat secara efektif mengurangi monomer atau komonomer yang terbuang atau tercecce 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).

2.5 Mekanisme Polimerisasi Emulsi

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



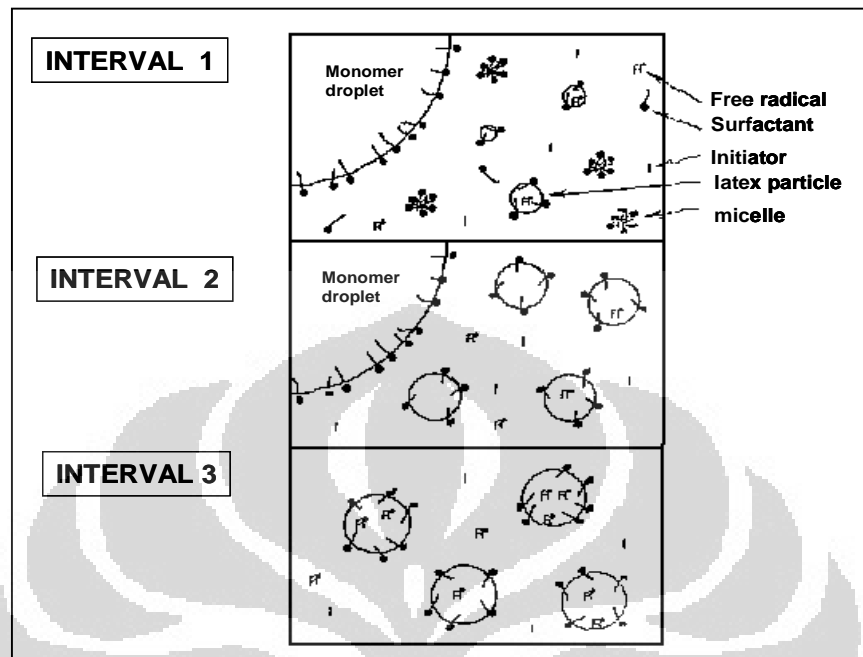
Gambar. 2.7 Proses polimerisasi emulsi [28]

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.



Gambar 2.8 Tiga interval dalam polimerisasi emulsi^[29]

Proses polimerisasi terjadi di dalam misel. 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.

BAB III

METODE PENELITIAN

Proses homopolimerisasi emulsi butil akrilat awal dilakukan dengan teknik semikontinu. Bejana reaktor diisi dengan *initial charge* yang terdiri dari air demineral dan surfaktan. Jumlah surfaktan yang terdapat pada *initial charge* ini sebesar 60% dari surfaktan total. *Initial charge* diaduk pada kecepatan 200 rpm dan suhu dinaikkan menjadi 70°C yang merupakan suhu terjadinya dekomposisi inisiator menghasilkan radikal bebas. Selanjutnya ditambahkan *stream 1* dan *stream 2* dengan jumlah volume yang sama secara bersamaan dan kontinu selama waktu *feeding*. Dalam hal ini, *stream 1* merupakan campuran air demineral dan inisiator sedangkan *stream 2* merupakan pre-emulsi butil akrilat yang terdiri dari air demineral, surfaktan sisa, BA dan basa KOH. Setelah *feeding* selesai, dilakukan *aging* selama satu jam pada suhu 100°C tanpa penambahan apapun.

Pada teknik semikontinu dengan waktu *feeding* 5 jam dilakukan variasi konsentrasi surfaktan *sodium lauryl sulfate* (SLS) yaitu 0,5 CMC, 1 CMC, 3 CMC, dan 5 CMC, dengan CMC SLS adalah 2,2 g/L. Setelah mendapat nilai optimum dengan konsentrasi tertentu kemudian dilakukan variasi konsentrasi inisiator yaitu 0,1%, 0,5% dan 1% dari berat monomer. Kemudian dilakukan variasi teknik polimerisasi yang lain yaitu dengan teknik *seeding* dan teknik *batch*.

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Bahan yang Digunakan

- Butil akrilat
- Amonium persulfat
- Natrium lauril sulfat
- KOH
- Air demineral

3.1.2 Alat yang Digunakan

- Alat-alat gelas yang biasa digunakan di laboratorium
- Oven
- Penangas air
- Tabung reaktor polimerisasi
- Termometer
- *Stirrer*
- pH meter
- Viskometer tipe *Brookfield*
- Neraca analitik
- Malvern Zeta Nano *Particle Analyzer Nano Series* (Nano S)
- *Differential Scanning Calorimeter* (DSC)
- *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

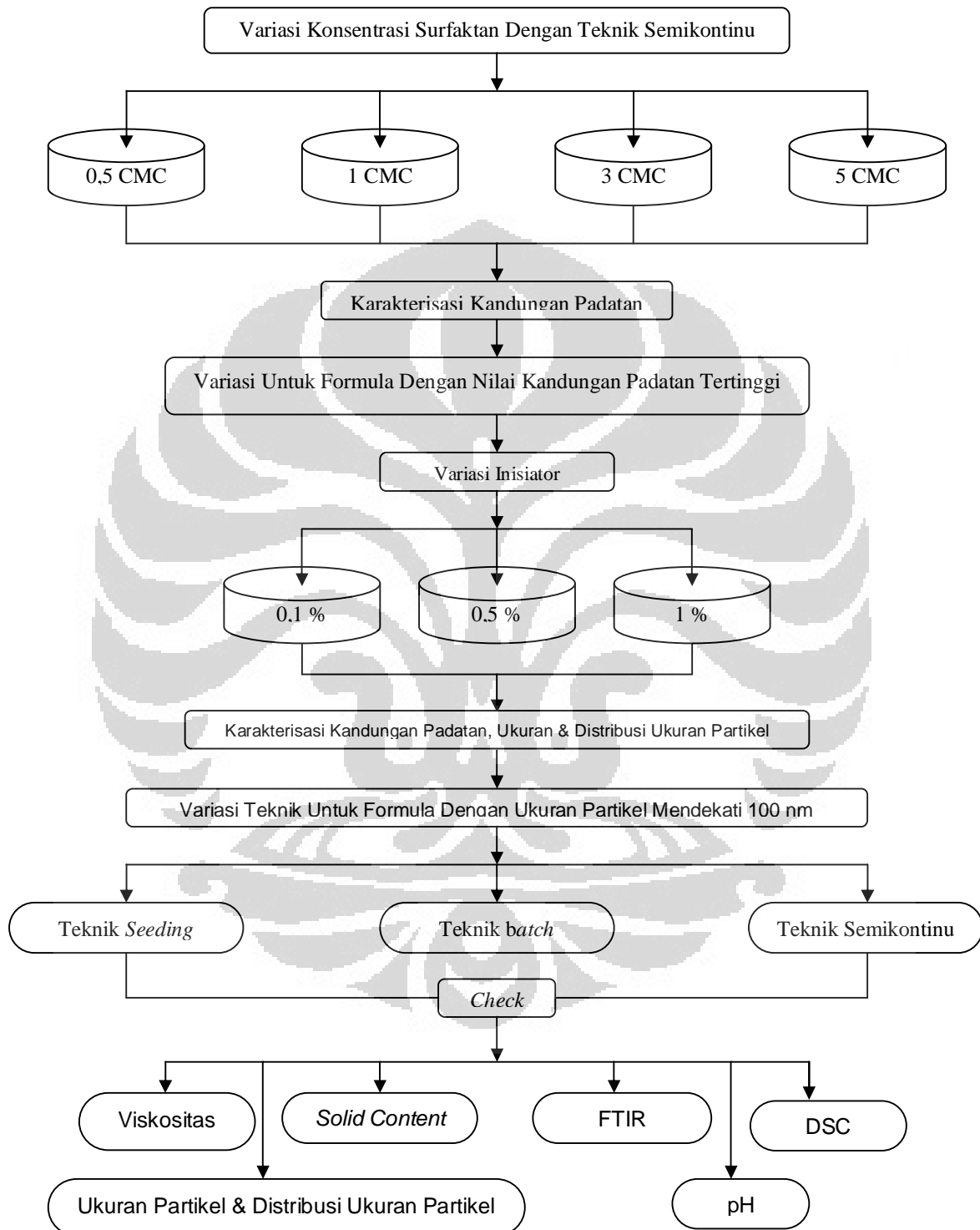


Gambar 3.1 Reaktor skala laboratorium yang digunakan

3.2 Formulasi

Formulasi polimerisasi dilakukan berdasarkan variasi konsentrasi surfaktan SLS (0,5 CMC, 1 CMC, 3 CMC, dan 5 CMC, dengan CMC SLS adalah 2,2 g/L), variasi konsentrasi inisiator APS (0,1%, 0,5% dan 1% dari berat monomer), dan variasi teknik polimerisasi yaitu teknik semikontinu, teknik *seeding* 10% dan teknik *batch*. Variasi ini dilakukan untuk melihat pengaruhnya terhadap ukuran partikel, distribusi ukuran partikel, dan kandungan padatan yang dihasilkan. Formulasi polimerisasi dapat dilihat pada Lampiran 1, 2, dan 3.

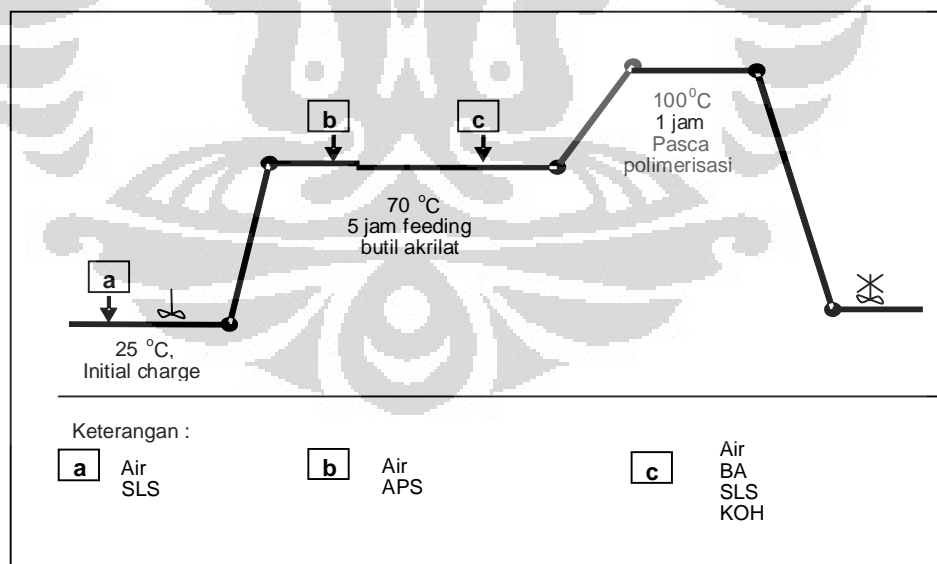
3.3 Bagan Alir Polimerisasi



Gambar 3.2 Bagan alir homopolimerisasi butil akrilat

3.3.1 Teknik Semikontinu

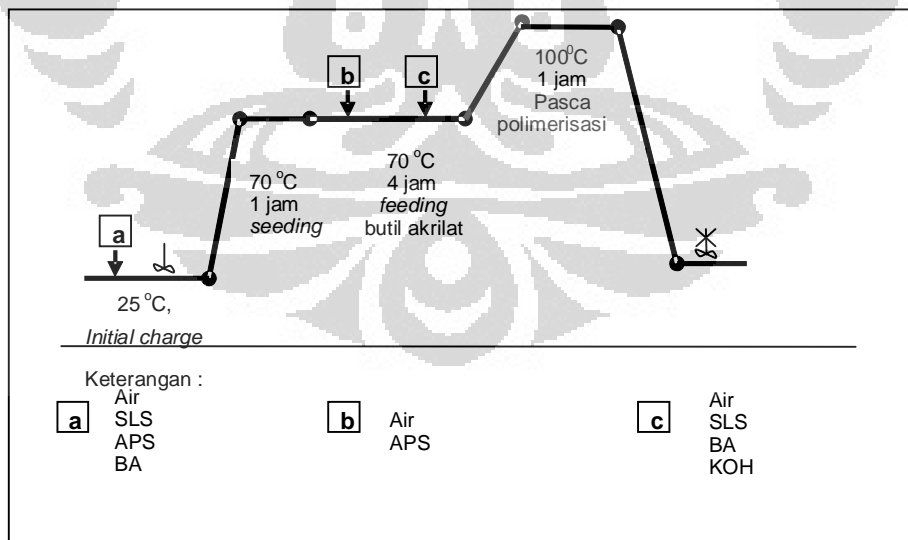
Bejana reaktor diisi dengan *initial charge* yang terdiri dari air demineral dan surfaktan. Jumlah surfaktan yang terdapat pada *initial charge* ini sebesar 60% dari surfaktan total. *Initial charge* diaduk pada kecepatan 200 rpm dan suhu dinaikkan menjadi 70°C yang merupakan suhu terjadinya dekomposisi inisiator menghasilkan radikal bebas. Selanjutnya ditambahkan *stream 1* dan *stream 2* dengan jumlah volume yang sama secara bersamaan dan kontinu selama 5 jam. *stream 1* merupakan campuran air demineral dan inisiator sedangkan *stream 2* merupakan pre-emulsi butil akrilat yang terdiri dari air demineral, surfaktan sisa, BA dan basa KOH. Setelah *feeding* selesai, dilakukan pasca polimerisasi selama 1 jam dengan suhu 100°C dan tetap diaduk.



Gambar 3.3 Tahapan polimerisasi butil akrilat dengan teknik semikontinu

3.3.2 Teknik Seeding 10%

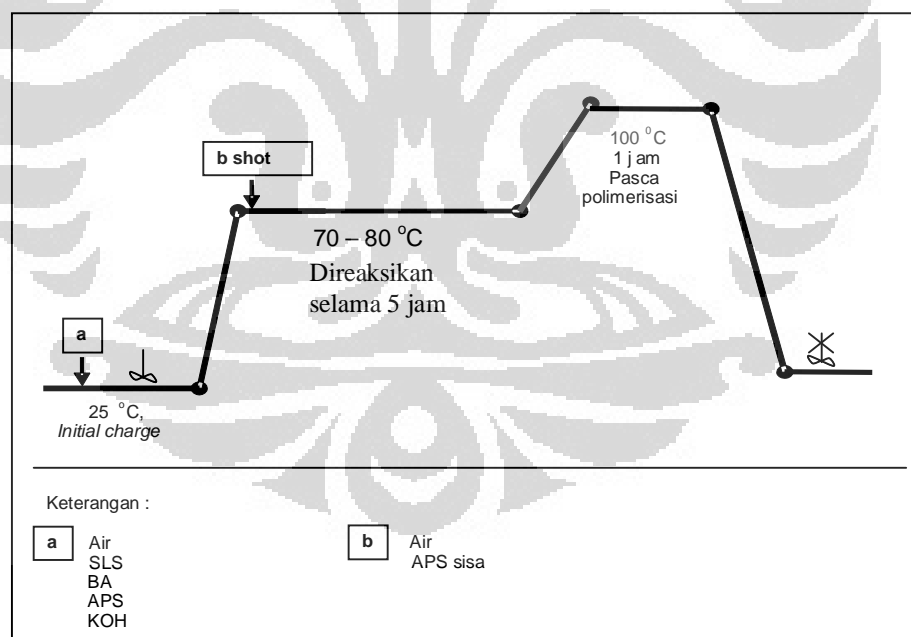
Larutan *Initial Charge* berisi surfaktan, air demineral, monomer sebanyak 10% dari total monomer yang digunakan dan inisiator APS sebanyak 10% dari total yang digunakan. Larutan *stream 2* merupakan larutan pre-emulsi berisi surfaktan, air demineral, dan monomer sisa. Larutan *stream 1* merupakan larutan inisiator berupa air dan APS sisa. *Initial Charge* dimasukkan ke dalam labu reaktor, kemudian diaduk dengan kecepatan tertentu dan dipanaskan sampai temperatur 70°C. Selama reaksi temperatur dijaga tetap antara 70°C. Saat temperatur pemanasan tercapai, dilakukan *seeding* selama 1 jam. Setelah itu, diteteskan larutan *stream 1* dan *stream 2* bersamaan dengan kecepatan konstan selama 4 jam. Dilakukan pasca polimerisasi selama 1 jam pada suhu 100 °C dengan keadaan larutan tetap diaduk.



Gambar 3.4 Tahapan polimerisasi butil akrilat dengan teknik *seeding* 10 %

3.3.3 Teknik *Batch*

Larutan *initial charge* berisi surfaktan, air demineral, monomer, APS dan KOH. Larutan *stream 1* berisi larutan APS sisa dan air demineral. *Initial charge* dimasukkan ke dalam satu wadah, kemudian diaduk dengan kecepatan 200 rpm dan dipanaskan sampai temperatur 70°C. Saat temperatur pemanasan tercapai, ditambahkan semua larutan *stream 1* secara langsung (*shot*), sambil terus diaduk sampai reaksi selesai (5 jam). Larutan dalam labu reaktor direaksikan selama 5 jam dengan temperatur dijaga tetap. Setelah itu dilakukan pasca polimerisasi selama 1 jam dengan temperatur 100°C dan larutan tetap diaduk.



Gambar 3.5 Tahapan polimerisasi butil akrilat dengan teknik *batch*

3.4 Metode Pengujian Hasil Polimerisasi

3.4.1 Kandungan Padatan

1. Ditimbang ± 1 g emulsi ke dalam botol timbang yang telah diketahui bobot kosongnya.
2. Dipanaskan dalam oven pada temperatur 105°C selama 2 jam.
3. Didinginkan dalam desikator dan ditimbang.
4. Dihitung total padatan dengan persamaan sebagai berikut :

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

dimana W_1 : Berat wadah kosong

W_2 : Berat wadah kosong + berat sampel emulsi kering

W_3 : Berat sampel

3.4.2 Viskositas (Metode Brookfield RVT)

1. Sampel ditempatkan dalam suatu wadah yang memiliki luas permukaan yang sama.
2. Diukur kekentalannya dengan mengatur spindle dan rpm yang tepat pada alat viscometer yang digunakan pada temperatur ruang.
3. Dicatat skala yang diperoleh pada alat viscometer pada skala yang stabil selama beberapa detik.

Misal pengukuran dilakukan dengan menggunakan :

Spindle : 5

Rpm : 20

Skala baca : 30

Maka kekentalannya adalah = $30 \times 500 = 15000$ cPs (angka 500 diperoleh dari tabel pada alat).

3.4.3 Pengukuran pH

1. pH meter dikalibrasi sebelum digunakan dengan larutan buffer pH 4 dan pH 7.
2. Elektroda dicelupkan kedalam larutan sampel yang akan diuji, biarkan beberapa saat sampai pH meter menunjukkan angka yang stabil. Angka pH yang ditunjukkan dicatat.
3. pH meter dimatikan dan elektroda dicuci dengan bersih.

3.4.4 Pengukuran Ukuran Partikel dan Distribusi Ukuran Partikel

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

transparan maka attenuator akan berada di atas 8 maka sampel perlu ditambah.

3.4.5 Pengukuran Spektrum FTIR

A. Pengukuran sampel film menggunakan ATR Zirconia

1. Dibuat ukuran yang sama dari lapisan film yang akan diuji, $p \times l : 2 \times 0,5 \text{ cm}$.
2. Diletakkan di atas alat ATR Zirconia, ditempatkan pada ruang pengukuran.
3. Dilakukan pengukuran secara otomatis, *setting range* panjang gelombang mulai 1000 cm^{-1} sampai 4000 cm^{-1} .

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

1. 0,5 – 1 gram sampel digerus sampai halus.
2. Sebanyak 5% sampel diaduk dengan serbuk KBr, kemudian diletakkan dalam tempat sampel.
3. Serbuk KBr sebagai blanko diletakkan dalam tempat sampel, ditempatkan pada ruang pengukuran
4. Dilakukan pengukuran blanko KBr secara otomatis, *setting range* panjang gelombang mulai 650 cm^{-1} sampai 4000 cm^{-1} .

Untuk pengukuran sampel dilakukan prosedur seperti no. 4 di atas.

3.4.6 Pengukuran Menggunakan DSC

1. Sampel ditimbang sebanyak 5 – 20 mg.

2. Untuk sampel serbuk, sampel langsung digerus halus, dan ditelakkan di dalam pan. Untuk sampel *rubbery*, sampel dicasting pada plat kaca dan dikeringkan, kemudian film yang dihasilkan dipotong seukuran pan (diameter film sekitar 3-4 mm).
3. Sampel dalam pan dicrimping dengan tutup *stainless steel* menggunakan alat crimp.
4. Alat DSC dihidupkan, dengan mengalirkan gas nitrogen dan *setting* kenaikan suhu 2°C per menit.
5. Untuk kalibrasi temperatur dan panas DSC, pada alat diletakkan blanko berupa pan kosong dan sampel berisi zat pengkalibrasi yaitu Indium dan Seng.
6. Setelah kalibrasi selesai, sampel Indium dan/atau Seng diganti dengan sampel polimer yang akan diukur, dan pan blanko tetap pada posisi semula selama pengukuran.
7. Untuk sampel serbuk yang rapuh (T_g tinggi), alat disetting 50 derajat celcius di bawah T_g . Untuk sampel *rubbery* (T_g rendah) digunakan nitrogen cair untuk setting temperatur sangat rendah.
8. Nilai T_g teoritis dihitung mengikuti persamaan Fox :

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

Dimana T_g = Transisi gelas kopolimer

T_{g1} = Transisi gelas komonomer 1

W_1 = berat monomer

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pembentukan Homopolimer Butil Akrilat

Sintesis homopolimer emulsi poli(butil akrilat) yang telah dilakukan pada penelitian ini menghasilkan emulsi berwarna putih susu (*milky white*) seperti terlihat pada Gambar 4.1. Hasil polimerisasi ini dapat dibuktikan dengan beberapa analisis, yaitu melalui *solid content* yang akan dibahas sebagai persen konversi, spektrum IR, dan *temperature glass* dengan menggunakan DSC. Data umum hasil polimerisasi dapat dilihat pada Tabel 4.1 dan 4.2.



Gambar 4.1 Hasil polimerisasi emulsi butil akrilat

Tabel 4.1 Karakterisasi secara umum emulsi poli(butil akrilat)

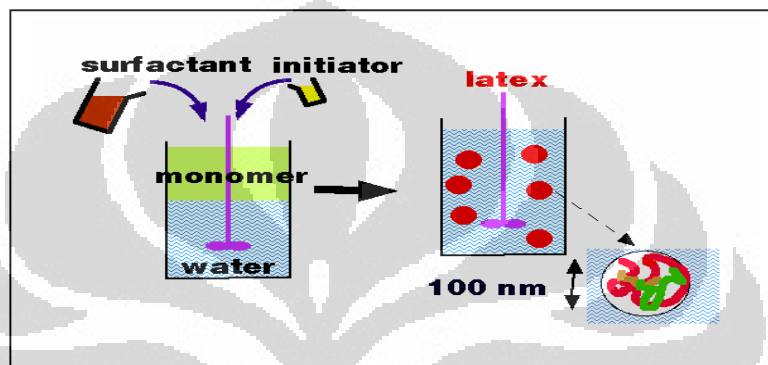
No	Kode	Teknik	Konsentrasi		Karakteristik					
			SLS	APS	Persen Konversi (%)	Viskositas (mPa.s)	Ukuran Partikel (nm)	BM Rata-rata	PDI	pH
1	R 01	Semikontinu	0,5 CMC	1,0 %	97, 21	125	104,4	35186,3	0,006	2,36
2	R 02	Semikontinu	1 CMC	1,0 %	97, 92	135	89,73	24677,5	0,046	2,26
3	R 03	Semikontinu	3 CMC	1,0 %	97, 78	150	-	-	-	2,27
4	R 04	Semikontinu	5 CMC	1,0 %	96, 52	175	-	-	-	2,56
5	R 05	Semikontinu	0,5 CMC	0,5 %	95, 06	135	-	-	-	4,09
6	R 06	Semikontinu	1 CMC	0,5 %	96, 60	125	87,27	23126,9	0,031	4,06
7	R 07	Semikontinu	0,5 CMC	0,1 %	83, 53	125	-	-	-	4,55
8	R 08	Semikontinu	1 CMC	0,1 %	90, 24	125	100,9	32483,5	0,020	5,07
9	R 09	Seeding 10%	0,5 CMC	1,0 %	71,53	50	139,5	69299,1	0,019	2,28
10	R 10	Batch	0,5CMC	1,0 %	96,39	37,5	90,79	25365,7	0,066	3,17
11	R 11	Batch	1 CMC	0,1 %	81,29	75	90,26	25020,7	0,036	4,73
12	R 12	Seeding 10%	1 CMC	0,1 %	78,55	75	142	72220,5	0,024	4,90

- Tidak dilakukan karakterisasi

Tabel 4.2 Keterangan hasil polimerisasi butil akrilat

Kode	Keterangan
R 01	Emulsi stabil, monodispers, hasil optimum butil akrilat
R 02	Emulsi stabil, monodispers
R 03	Emulsi stabil, monodispers, terdapat sedikit sekali grit
R 04	Emulsi stabil, monodispers, terdapat sedikit sekali grit
R 05	Emulsi stabil, monodispers
R 06	Emulsi stabil, monodispers
R 07	Emulsi stabil, monodispers, sedikit BA terhomopolimerisasi diluar misel
R 08	Emulsi stabil, monodispers, sedikit BA terhomopolimerisasi diluar misel
R 09	Emulsi stabil, monodispers, terdapat sedikit grit
R 10	Emulsi stabil, monodispers
R 11	Emulsi stabil, monodispers
R 12	Emulsi stabil, monodispers, terdapat sedikit grit

Pada penelitian ini proses pembuatan polimer emulsi adalah dengan polimerisasi radikal bebas. Komponen-komponen yang terlibat dalam polimer emulsi ini adalah monomer butil akrilat, surfaktan *sodium lauryl sulfat* (SLS), inisiator *ammonium peroxodisulfate* (APS), dan air demineralisasi seperti terlihat pada Gambar 4.2.



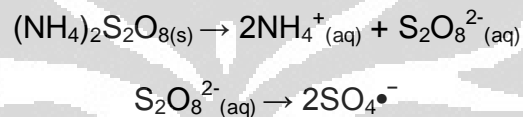
Gambar 4.2 Komponen-komponen polimer emulsi^[30]

Proses polimerisasi akrilat yang biasa digunakan di industri adalah mengalirkan pre-emulsi dan inisiator ke *initial charge* dan mengaduknya dengan kecepatan tertentu. Pada penelitian ini kecepatan pengadukan dijaga konstan (200 rpm). Tujuan pengadukan adalah agar monomer-monomer di larutan dapat masuk ke dalam misel. Kemudian dilakukan penambahan pre-emulsi (*feeding*). *Feeding* dilakukan secara perlahan selama 5 jam agar monomer *droplet* tetap terjaga dan mencegah penggumpalan selama polimerisasi. *Feeding* dilakukan pada suhu 70°C karena pada suhu ini merupakan suhu optimum untuk dekomposisi APS.

Tabel 4.3 Data waktu paruh amonium persulfat pada beberapa suhu^[21]

Suhu (°C)	Waktu Paruh (jam)
50	192
70	8,4
90	0,55

Amonium persulfat merupakan suatu garam yang larut dalam air. Oleh karena itu proses dekomposisinya terjadi dalam fasa air. Hasil dekomposisi termalnya sebagian besar berupa radikal anion sulfat.

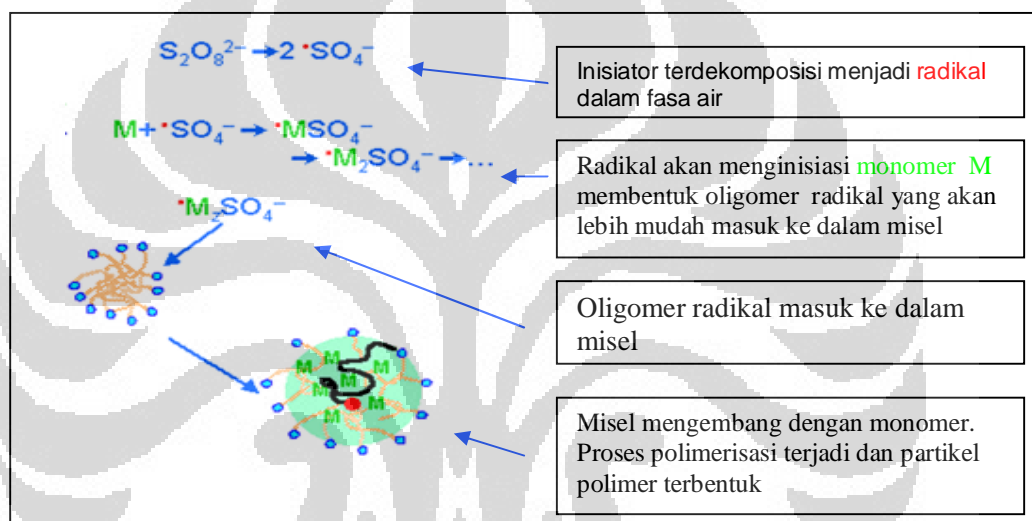


Sebagian kecil radikal sulfat yang terbentuk juga dapat bereaksi dengan air menghasilkan radikal hidroksil.



Radikal anion sulfat yang terbentuk selanjutnya bereaksi dengan monomer butil akrilat. Tahap pertama adalah inisiasi. Pada tahap ini terjadi dekomposisi inisiator dan adisi radikal ke monomer. Radikal yang bersifat anionik akan menyerang monomer butil akrilat yang berada dalam fasa air. Butil akrilat sendiri merupakan monomer yang lebih bersifat non polar karena dilihat dari strukturnya, butil akrilat memiliki rantai karbon yang cukup panjang sehingga proses inisiasi dalam fasa air cukup kecil. Oleh karena itu, sebagian besar monomer akan langsung masuk ke dalam misel. Sedangkan sebagian kecil monomer lainnya akan diinisiasi dalam fasa air. Penggabungan monomer-monomer berikutnya menghasilkan rantai yang lebih panjang

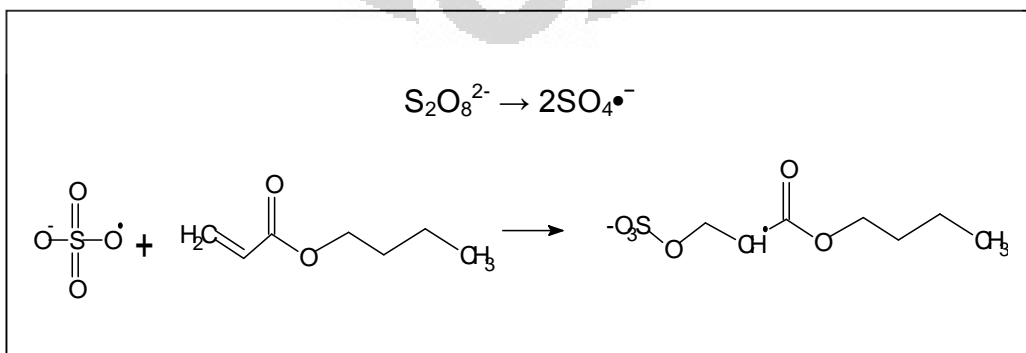
sehingga dihasilkan suatu oligomer. Oligomer radikal ini lebih bersifat hidrofobik sehingga mudah masuk ke dalam misel. Tahap selanjutnya adalah tahap propagasi yang berlangsung di dalam misel. Oligomer radikal akan berpropagasi dengan monomer yang ada di dalam misel membentuk rantai polimer yang lebih panjang. Monomer butil akrilat yang ditetaskan sedikit demi sedikit akan masuk ke dalam misel dengan adanya pengadukan.



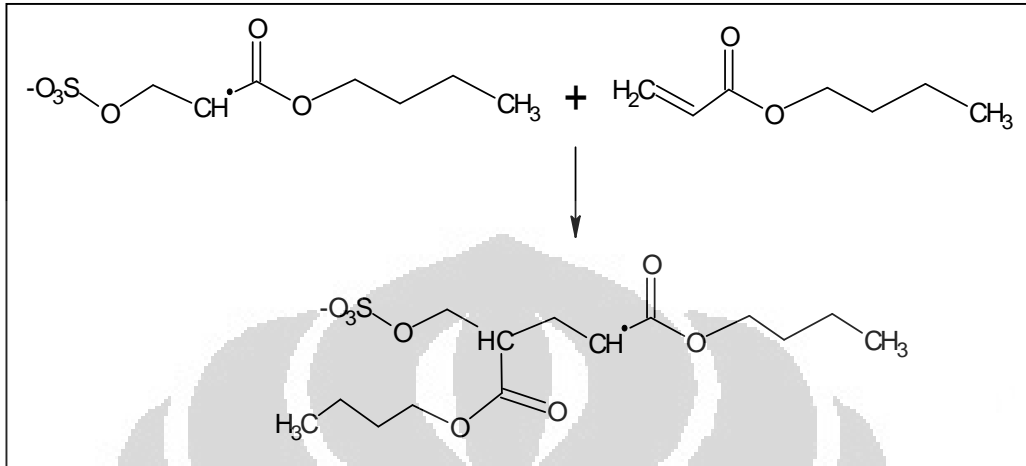
Gambar 4. 3 Mekanisme sederhana pembentukan partikel polimer ^[31]

Berikut adalah mekanisme reaksi homopolimerisasi butil akrilat :

Inisiasi :



Propagasi :



Gambar 4.4 Tahap inisiasi dan propagasi dalam polimerisasi butil akrilat dengan inisiator termal amonium persulfat ^[15]

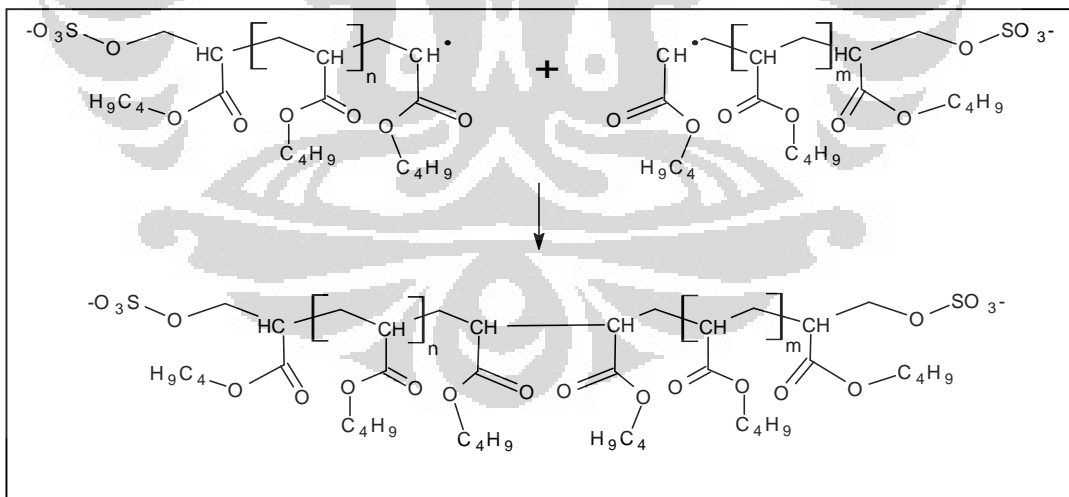
Setelah *feeding* pre-emulsi habis maka dilakukan *aging* selama 1 jam. Aging merupakan pasca polimerisasi tanpa penambahan monomer atau bahan lainnya tetapi tetap dilakukan pengadukan dan suhu reaksi dinaikkan menjadi 100°C. Tujuannya adalah untuk menghentikan kerja inisiator dengan menonaktifkan radikal bebas sehingga tidak akan terjadi proses polimerisasi lebih lanjut jika ditambahkan monomer lain, dengan kata lain akan diperoleh polimer emulsi yang stabil.

Propagasi berhenti ketika monomer telah habis terpakai dan tahap terminasi mulai berlangsung. Pada tahap terminasi ini pertumbuhan rantai polimer dapat dihentikan. Tahap terminasi dapat terjadi melalui dua proses yaitu kombinasi dan atau disproporsionasi. Proses kombinasi terjadi akibat adanya penggabungan dua radikal polimer atau oligomer menghasilkan

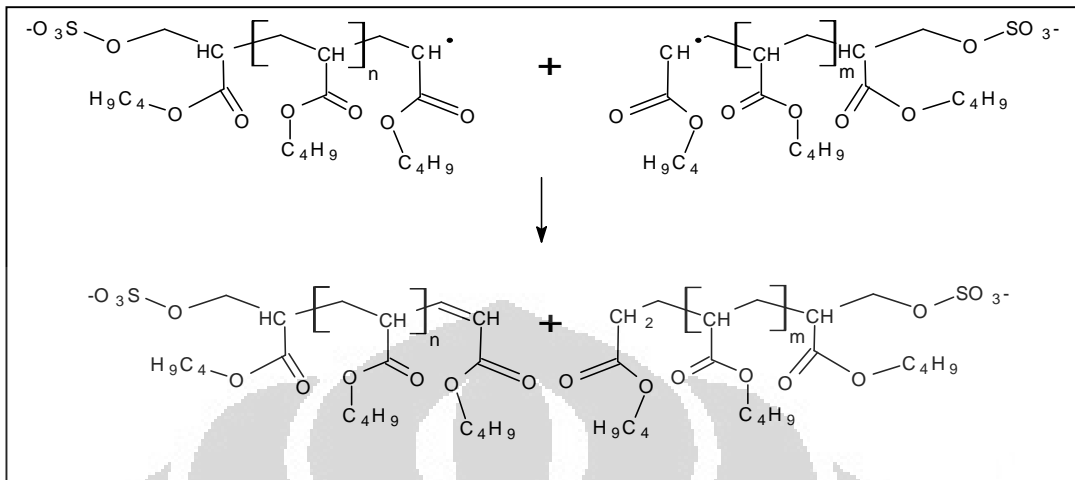
suatu rantai polimer yang lebih panjang dengan fragmen-fragmen inisiator berada pada kedua ujung rantai polimer. Sedangkan pada disproporsionasi, terjadi transfer suatu atom, biasanya hidrogen, dari satu ujung rantai ke ujung rantai lainnya ^[15]. Pada terminasi jenis ini dihasilkan fragmen inisiator hanya pada satu ujung rantai polimer. Gambar 4.4 menunjukkan proses terminasi secara kombinasi dan disproporsionasi.

Terminasi :

(a) Kombinasi



(b) *Disproporsionasi*



Gambar 4.5 Terminasi secara (a) kombinasi dan (b) disproporsionasi^[15]

Penentuan kandungan padatan (*solid content*) merupakan analisis pertama kali untuk mengetahui keberhasilan dari proses polimerisasi yang dilakukan. *Solid content* merupakan kandungan padatan dalam suatu larutan yang terdiri dari polimer, surfaktan, serta garam anorganik hasil dekomposisi inisiator, yang dibandingkan dengan berat total formula yang digunakan. *Solid content* teoritis dihitung berdasarkan total formula polimerisasi tanpa air dibandingkan dengan total formula keseluruhan. Sedangkan penentuan *solid content* percobaan diketahui dari hasil polimer emulsi yang dikeringkan menjadi bentuk padatan. Persen *solid content* teoritis yang dibuat dalam percobaan ini adalah berkisar dari 17,487% sampai dengan 18,633% dari total formula yang digunakan (perhitungan dapat dilihat pada Lampiran 4). Apabila kandungan padatan yang dihasilkan mendekati kandungan padatan teoritisnya menunjukkan bahwa reaksi polimerisasi telah berlangsung

sempurna. Berdasarkan penelitian ini diperoleh bahwa kandungan padatan yang dihasilkan dari percobaan hampir mendekati nilai teoritisnya. Hasil ini membuktikan bahwa polimerisasi telah terjadi dan bahkan hampir sempurna. Dari kandungan padatan yang dihasilkan selanjutnya digunakan untuk menentukan besarnya persen konversi yang dapat dilihat pada Tabel 4.4. Semakin besar nilai persen konversi yang dihasilkan menunjukkan polimerisasi yang terjadi semakin banyak. Pada hasil homopolimerisasi ini semakin meningkatnya konsentrasi surfaktan dan konsentrasi inisiator yang digunakan, persen konversi yang dihasilkan cenderung semakin meningkat.

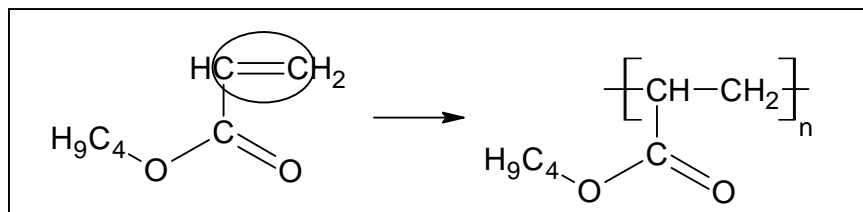
Tabel 4.4 Data persen konversi polimer butil akrilat

Formula	Sc teoritis (%)	Sc perc. (%)	% Konversi
R 01 (0,5 CMC – 1%, SK)	17,643	17,150	97, 21
R 02 (1 CMC – 1%, SK)	17,753	17,384	97, 92
R 03 (3 CMC – 1%, SK)	18,193	17,789	97, 78
R 04 (5 CMC – 1%, SK)	18,633	17,985	96, 52
R 05 (0,5 CMC – 0,5%, SK)	17,557	16,690	95, 06
R 06 (1 CMC – 0,5%, SK)	17,667	17,068	96, 60
R 07 (0,5 CMC – 0,1%, SK)	17,487	14,605	83, 53
R 08 (1 CMC – 0,1%, SK)	17,597	15,878	90, 24
R 09 (0,5 CMC – 1%, <i>Seeding</i> 10%)	17,643	12,797	72,53
R 10 (0,5 CMC – 1%, <i>Batch</i>)	17,643	17,005	96,39
R 11 (1 CMC – 0,1%, <i>Batch</i>)	17,597	14,303	81,29
R 12 (1 CMC – 0,1% <i>Seeding</i> 10%)	17,597	13,823	78,55

Selain penentuan besarnya kandungan padatan (*solid content*), analisis lain yang digunakan untuk membuktikan terjadinya polimerisasi adalah melalui pengukuran spektrum IR. Identifikasi ini dapat diamati dari pergeseran bilangan gelombang dari gugus karbonil (C=O) ke arah bilangan gelombang yang lebih besar. Bilangan gelombang C=O dari monomer butil akrilat adalah 1725 cm^{-1} (Lampiran 13), sedangkan pada poli(butil akrilat) yang terbentuk adalah $1737,7\text{ cm}^{-1}$ (Lampiran 15). Adanya pergeseran bilangan gelombang tersebut diakibatkan oleh terjadinya reaksi polimerisasi secara adisi pada ikatan C=C yang terdapat pada butil akrilat sehingga ikatan rangkap terkonjugasi menjadi hilang dan menyebabkan terjadinya kenaikan energi untuk melakukan *stretching* C=O. Kenaikan energi ini akan mengakibatkan terjadinya kenaikan bilangan gelombang (ν) sesuai persamaan :

$$E = hc\nu$$

dimana : E = Energi vibrasi molekul (Joule)
 h = Tetapan Planck ($6,626 \times 10^{-34}$ J.s/molekul)
 c = Kecepatan cahaya ($2,99 \times 10^8$ m/s)
 ν = Bilangan gelombang (cm^{-1})



Gambar 4.6 Reaksi polimerisasi adisi mengakibatkan tidak

adanya ikatan rangkap konjugasi pada PBA

Akan tetapi pada Lampiran 15 masih terlihat adanya ikatan rangkap C=C yaitu pada bilangan gelombang $1647,1 \text{ cm}^{-1}$. Kemungkinan hal ini disebabkan karena adanya monomer yang terperangkap di dalam plat film pada saat pengukuran. Bilangan gelombang lainnya yaitu $2964,4 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan bilangan gelombang maksimum yang dimiliki uluran CH_3 yang dipengaruhi adanya uluran CH_2 dan bilangan gelombang $1107,1 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya uluran gugus ester C - O - C. Kemudian pada bilangan gelombang $3172,7 \text{ cm}^{-1}$ terdapat *peak* khas hidroksil dengan serapan yang besar dan *peak* lebar, hal ini menunjukkan adanya ikatan hidrogen. *Peak* ini dapat muncul kemungkinan karena adanya molekul-molekul air yang terperangkap di dalam partikel polimer atau kemungkinan juga berasal dari adanya $\text{HO}\cdot$ yang terbentuk dari radikal sulfat yang bereaksi dengan air. Radikal hidroksil ini kemudian akan menyerang monomer.

Pengukuran suhu transisi gelas dengan menggunakan DSC juga dilakukan untuk membuktikan terjadinya polimerisasi. Formula yang digunakan pada karakterisasi ini adalah formula dengan konsentrasi SLS 0,5 CMC dan konsentrasi inisiator APS 1%. Dari hasil pengamatan kurva DSC (dapat dilihat pada Lampiran 8), bahwa nilai T_g yang diperoleh sebesar -41°C atau 232 K. Sedangkan nilai T_g teoritis untuk homopolimer butil akrilat adalah -54°C . Nilai T_g hasil pengukuran hampir mendekati nilai T_g teoritis sehingga dapat memperkuat bukti telah terjadinya polimerisasi butil akrilat. Terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi nilai T_g , salah satu yang

paling penting adalah struktur kimia. Tg dari suatu polimer juga bergantung pada berat molekul, semakin tinggi berat molekul, ujung-ujung rantainya semakin sedikit, yang menyebabkan volume bebasnya menjadi lebih kecil, sehingga meningkatkan nilai Tg polimer.^[17] Sehingga adanya perbedaan antara nilai Tg teoritis dengan Tg hasil penelitian mungkin disebabkan karena adanya pengaruh dari jumlah berat molekul, *stiffness*, tekanan dari partikel polimer sendiri atau saat preparasi sampelnya.

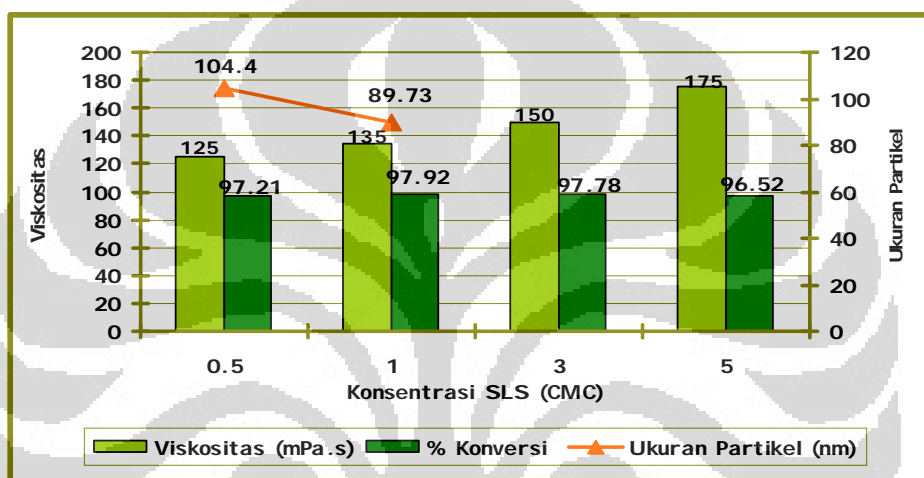
4.2 Pengaruh Konsentrasi Surfaktan SLS Pada Polimer Butil Akrilat Dengan Teknik Semikontinu

Surfaktan merupakan salah satu komponen yang mempunyai peranan penting dalam proses polimerisasi emulsi sehingga pemilihan surfaktan yang tepat sangat diperlukan untuk membantu berjalannya proses polimerisasi emulsi. Surfaktan harus memungkinkan cepatnya laju polimerisasi, meminimalkan koagulum, mencegah terjadinya viskositas yang tinggi selama polimerisasi dan memelihara atau bahkan memperbaiki sifat pada produk akhir serta membantu kestabilan emulsi.

Oleh karena itu pada subbab ini akan dibahas mengenai pengaruh variasi konsentrasi surfaktan terhadap besarnya persen konversi, ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel, BM rata-rata, serta viskositas polimer.

4.2.1 Pengaruh Konsentrasi Surfaktan SLS Terhadap Persen Konversi

Persen konversi merupakan analisis awal untuk mengetahui berhasilnya proses polimerisasi. Besarnya nilai persen konversi dipengaruhi salah satunya oleh besarnya konsentrasi surfaktan. Pada penelitian ini, variasi konsentrasi SLS yang digunakan adalah 0,5 CMC, 1 CMC, 3 CMC, dan 5 CMC. Pengaruh variasi konsentrasi SLS dengan inisiator 1% APS terhadap persen konversi, dapat dilihat pada Gambar 4.7 dan Tabel 4.4.



Gambar 4.7 Grafik pengaruh konsentrasi SLS terhadap persen konversi untuk konsentrasi inisiator 1% APS

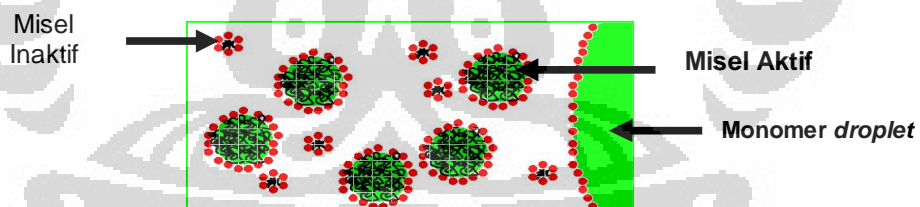
Berdasarkan hasil penelitian diperoleh nilai persen konversi tidak berbeda secara signifikan untuk semua konsentrasi SLS, terlihat bahwa keempat formula di atas menunjukkan nilai persen konversi yang tinggi. Bahkan cenderung meningkat seiring dengan peningkatan konsentrasi SLS, namun terdapat penurunan besarnya nilai persen konversi pada konsentrasi SLS 3 CMC dan 5 CMC. Hasil konversi tertinggi adalah 97,92% pada konsentrasi 1 CMC. Meningkatnya konsentrasi surfaktan maka jumlah misel yang terbentuk akan semakin banyak. Konsentrasi surfaktan yang tinggi mampu

menstabilkan partikel polimer dan nukleasi homogen dalam fasa air.

Monomer butil akrilat sendiri merupakan monomer yang lebih bersifat non polar sehingga kelarutannya rendah dalam fasa air. Oleh karena itu monomer butil akrilat lebih menyukai inti misellar artinya butil akrilat yang ditetaskan akan langsung masuk ke misel dan akan berpropagasi terus di dalam misel.

Jadi, polimerisasi monomer ini sangat bergantung oleh keberadaan misel untuk proses nukleasi misellar. Dalam sistem emulsi akan berisi : ^[32]

- Fasa air sebagai medium sistem emulsi berisi monomer dan emulsifier bebas yang konsentrasinya cukup rendah.
- Tetesan halus monomer (*monomer droplet*) yang terdispersi dalam fasa air.
- Misel yang berisi monomer terlarut (misel aktif) dan misel kosong (misel inaktif).



Gambar 4.8 Jenis-jenis partikel dalam sistem emulsi^[14]

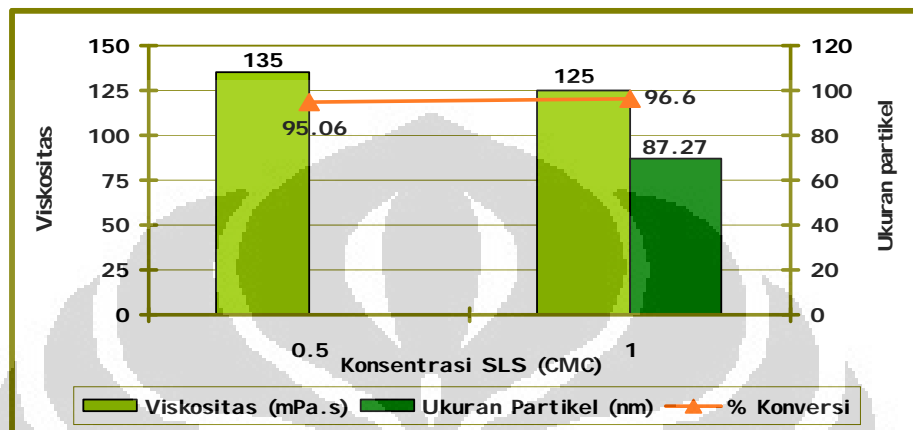
Misel aktif yang mengandung *monomer-swollen* terus mengalami pertumbuhan hingga monomer *droplet* atau radikal bebas habis dikonsumsi untuk proses polimerisasi. Sedangkan Misel inaktif tidak mengandung monomer yang dapat terpolimerisasi, tidak aktifnya misel dikarenakan radikal

sulit masuk ke dalam misel sehingga proses polimerisasi pada beberapa misel tidak terjadi.

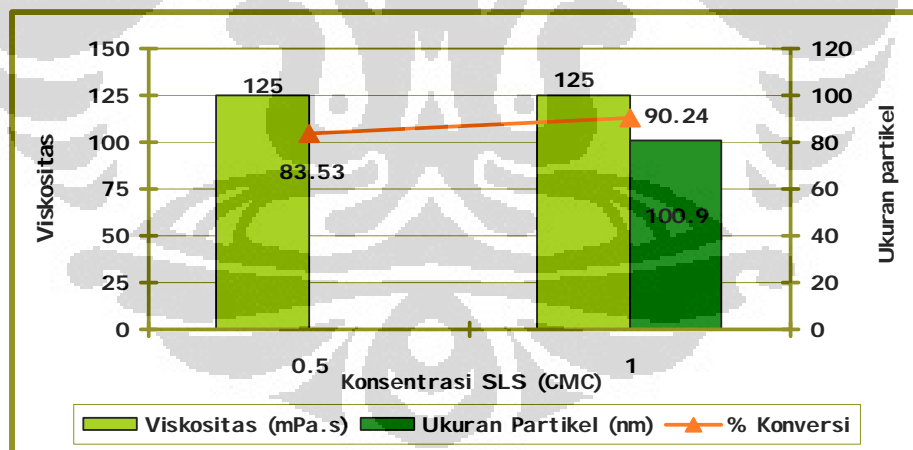
Teori di atas dapat menjelaskan hal yang terjadi pada kasus konsentrasi inisiator 1% untuk konsentrasi SLS 3 CMC dan 5 CMC. APS merupakan inisiator yang mudah larut dalam air sehingga radikalnya bersifat hidrofil. Agar radikal bebas tersebut dapat masuk ke dalam misel maka dibutuhkan pengadukan yang sesuai yaitu sekitar 150-200 rpm. Pengadukan yang terlalu lambat atau cepat dapat menyulitkan proses masuknya radikal ke dalam misel. Hal ini menyebabkan terbentuknya misel inaktif dalam sistem emulsi. Misel aktif yang mengandung radikal terus mengalami pertumbuhan karena masih cukup banyak tersedia monomer *droplet* yang belum terpolimerisasi. Meningkatnya pertumbuhan partikel polimer menyebabkan misel *monomer-swollen* ini semakin tidak stabil, karena kapasitas misel terbatas. Misel yang tidak stabil ini akan pecah, dan dihasilkan *grit* (endapan). Sehingga hasil persen konversi seolah-olah menurun karena *grit* tidak terhitung. Hal ini terbukti dengan adanya sedikit sekali *grit* pada polimer emulsi dengan formula SLS 3 CMC dan 5 CMC pada konsentrasi inisiator 1%.

Variasi konsentrasi SLS pada inisiator 1% APS mampu meningkatkan besarnya nilai persen konversi. Sama halnya dengan konsentrasi inisiator 0,5% dan 0,1% APS. Hal ini sesuai dengan teori Smith Ewart yang menyatakan bahwa semakin banyak radikal bebas yang diabsorpsi maka laju polimerisasi akan semakin meningkat, hal ini akan berpengaruh pada persen

konversi yang semakin meningkat pula.^[21] Pengaruh variasi konsentrasi SLS dengan inisiator 0,5% dan 0,1% APS terhadap persen konversi, dapat dilihat pada Gambar 4.9 dan Gambar 4.10.



Gambar 4.9 Grafik pengaruh konsentrasi SLS terhadap persen konversi untuk konsentrasi inisiator 0,5%



Gambar 4.10 Grafik pengaruh konsentrasi SLS terhadap persen konversi untuk konsentrasi inisiator 0,1%

4.2.2 Pengaruh Konsentrasi Surfaktan SLS Terhadap Ukuran Partikel dan Distribusi Ukuran Partikel Polimer

Besarnya ukuran partikel polimer merupakan tujuan utama yang ingin diperoleh pada penelitian ini yaitu sebesar 100-200 nm dan bersifat monodispers. Salah satu faktor yang mempengaruhi besar kecilnya ukuran partikel suatu polimer adalah konsentrasi surfaktan SLS. Semakin meningkatnya konsentrasi SLS maka ukuran partikel yang dihasilkan akan semakin menurun. Hal ini sesuai dengan teori yang menyatakan bahwa semakin besar konsentrasi surfaktan maka menyebabkan jumlah misel semakin banyak sehingga ukuran partikel semakin menurun.^[33]

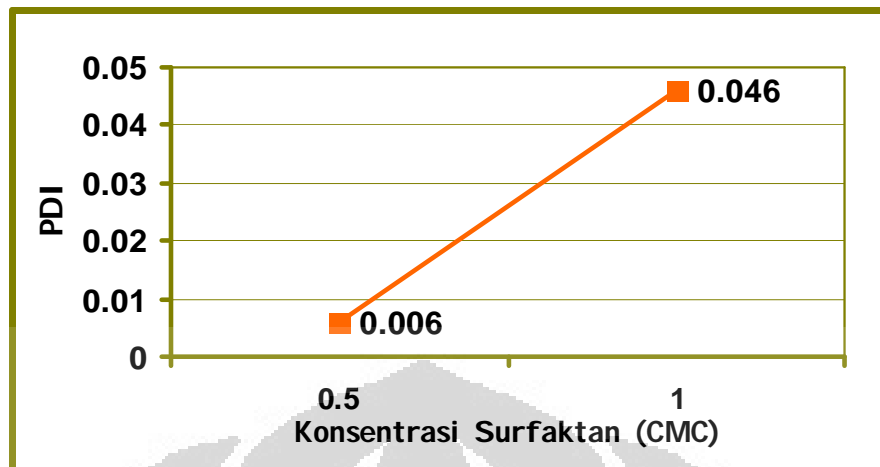
Seperti penjelasan pada subbab sebelumnya bahwa peningkatan konsentrasi surfaktan dapat meningkatkan jumlah misel yang terbentuk sehingga semakin banyak tempat untuk terjadinya nukleasi partikel polimer. Pada konsentrasi SLS yang besar maka jumlah misel yang terbentuk juga akan semakin banyak sehingga ketika monomer *droplet* diteteskan ke dalam fasa air maka monomer *droplet* akan tersebar masuk ke dalam setiap misel lebih sedikit. Sehingga ukuran partikel yang dihasilkan akan lebih kecil.

Sebaliknya, pada konsentrasi SLS yang kecil maka jumlah misel yang dihasilkan juga lebih sedikit. Maka monomer *droplet* akan tersebar masuk ke dalam setiap misel lebih banyak. Dan semakin panjang rantai surfaktan maka semakin besar ukuran misel akibatnya semakin besar pula ukuran partikel polimer yang dihasilkan.

Pada konsentrasi inisiator tetap sebesar 1% seperti terlihat pada Gambar 4.7 peningkatan konsentrasi surfaktan SLS dapat menurunkan ukuran partikel polimer sedangkan distribusi ukuran partikel semakin lebar

(seperti terlihat pada Gambar 4.11). Pada konsentrasi 0,5 CMC diperoleh ukuran partikel sebesar 104,4 nm. Proses polimerisasi pada konsentrasi 0,5 CMC sedikit berbeda dari konsentrasi SLS yang lainnya. Hal ini karena konsentrasi 0,5 CMC merupakan konsentrasi di bawah CMC di mana misel-misel sebagai rumah reaksi tidak terbentuk sehingga ketika monomer *droplet* diteteskan ke dalam reaktor maka surfaktan yang ada dipermukaan akan turun menuju monomer *droplet*, di mana bagian hidrofob dari surfaktan akan tertarik dan menghadap ke monomer dan akan langsung diinisiasi oleh radikal bebas. Meskipun konsentrasinya dibawah CMC, proses polimerisasi tetap dapat berlangsung. Hal ini disebabkan karena surfaktan-surfaktan akan menstabilkan proses polimerisasi emulsi, di mana surfaktan akan mencegah penggumpalan partikel polimer.^[33] Sedangkan ukuran partikel pada konsentrasi 1 CMC diperoleh sebesar 89,73 nm. Dan ke dua formula ini menghasilkan polimer yang bersifat monodispers seperti terlihat pada Gambar 4.11 dan Tabel 4.1.

Besar kecilnya ukuran partikel sebanding dengan BM rata-rata yang akan dihasilkan. Seperti terlihat pada Tabel 4.1 bahwa semakin besar konsentrasi SLS diperoleh ukuran partikel yang semakin menurun dan BM rata-rata yang dihasilkan juga semakin menurun.



Gambar 4.11 Grafik pengaruh konsentrasi SLS terhadap indeks polidispersitas (PDI) untuk konsentrasi inisiator 1% APS

Selain konsentrasi inisiator 1%, telah dilakukan karakterisasi juga untuk mengetahui besarnya ukuran partikel yaitu pada konsentrasi inisiator 0,5% dan 0,1% dengan konsentrasi SLS yang sama yaitu 1 CMC. Data hasil penelitian ini akan dijelaskan lebih jauh pada subbab pengaruh variasi konsentrasi inisiator.

Tabel 4.5 Data ukuran partikel, BM rata-rata, dan PDI pada konsentrasi SLS 1 CMC

Konsentrasi Inisiator	Ukuran Partikel (nm)	BM Rata-rata	PDI
0,5%	87,27	23126,9	0,031
0,1%	100,9	32483,5	0,020

4.2.3 Pengaruh Konsentrasi Surfaktan SLS Terhadap Viskositas Polimer

Viskositas merupakan parameter yang sering dilakukan dalam pengujian suatu polimer emulsi. Polimer yang aplikasinya untuk bahan pelapis/*coating*, maka biasanya viskositas yang diharapkan tidak terlalu tinggi tetapi juga tidak terlalu encer. Seperti contoh pada cat, polimer emulsinya harus mudah diaplikasikan dan pada saat digunakan alirannya tidak terputus dan *smooth* serta tidak menimbulkan percikan pada saat menggunakan kuas.

Nilai viskositas polimer bergantung pada persen konversi, ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel.^[14] Nilai persen konversi yang tinggi menandakan tingginya kandungan padatan di dalam larutan sehingga nilai viskositas pun akan meningkat. Sedangkan ukuran partikel polimer menggambarkan besarnya polimer yang terbentuk. Semakin kecil ukuran partikel maka gaya gesek yang terjadi antar partikel semakin besar dan ruang/rongga antar partikel juga kecil sehingga nilai viskositas akan meningkat. Tetapi ada aspek lain yang harus diperhatikan dari faktor ukuran partikel yaitu adanya belitan antar rantai yang kuat juga akan meningkatkan viskositas polimer.^[34]

Berdasarkan pada Gambar 4.7 terlihat bahwa semakin besar konsentrasi SLS maka nilai viskositas yang dihasilkan juga semakin besar. Sehingga nilai viskositas sebanding dengan besarnya persen konversi. Meskipun % konversi seolah-olah sedikit menurun pada konsentrasi SLS 3 CMC dan 5 CMC karena grit yang tidak terhitung. Dan apabila dilihat dari

ukuran partikel seperti pada Gambar 4.7 terlihat bahwa semakin besar konsentrasi SLS maka ukuran partikel semakin menurun. Sehingga dengan semakin menurunnya ukuran partikel, maka gaya gesek yang terjadi antar partikel semakin besar sehingga terjadi kenaikan viskositas.

Sedangkan pada Gambar 4.9 pada konsentrasi inisiator 0,5% APS, untuk konsentrasi SLS 0,5 CMC menghasilkan nilai viskositas polimer yang lebih besar daripada konsentrasi SLS 1 CMC. Seperti pada penjelasan sebelumnya, bahwa nilai viskositas polimer tidak hanya ditentukan oleh persen konversi, akan tetapi ukuran partikel juga mempengaruhi nilai viskositas. Untuk konsentrasi SLS 1 CMC dihasilkan ukuran partikel yang cukup besar yaitu 87,27 nm. Sedangkan untuk konsentrasi SLS 0,5 CMC sendiri tidak dihitung ukuran partikelnya, sehingga tidak dapat dilihat pengaruhnya terhadap viskositas polimer dari faktor ukuran partikel. Akan tetapi secara keseluruhan, nilai viskositas polimer yang dihasilkan pada penelitian ini masih dapat digunakan untuk tujuan aplikasi *coating*.

4.3 Pengaruh Konsentrasi Inisiator APS Pada Polimer Butil Akrlat dengan Teknik Semikontinu

Inisiator *ammonium peroxodisulfate* (APS) merupakan inisiator yang menghasilkan radikal anionik yang larut dalam air. Oleh karena itu dekomposisinya terjadi di dalam fasa air. APS memiliki muatan negatif pada gugus sulfatnya yang dapat memberikan kestabilan polimer emulsi.

Penambahan APS yang semakin banyak akan memperbesar muatan negatif sehingga kestabilan ionik partikel polimer akan bertambah.

Selain konsentrasi monomer, konsentrasi inisiator juga merupakan faktor yang menentukan besar kecilnya laju polimerisasi sesuai persamaan :

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

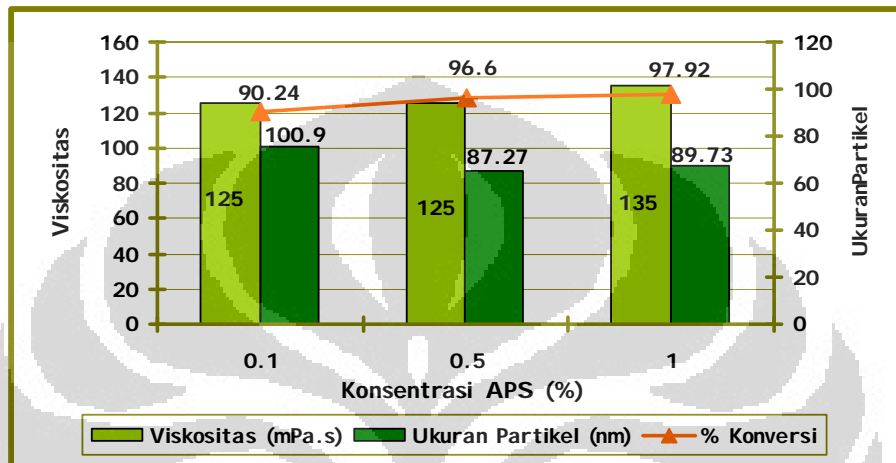
Oleh karena itu pada subbab ini akan dibahas mengenai pengaruh variasi konsentrasi inisiator terhadap besarnya persen konversi, ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel, BM rata-rata, serta viskositas polimer.

4.3.1 Pengaruh Konsentrasi Inisiator APS Terhadap Persen Konversi

Selain konsentrasi surfaktan, besarnya nilai persen konversi juga dipengaruhi oleh konsentrasi inisiator yang digunakan. Terlihat pada Gambar 4.12 di bawah ini, konsentrasi SLS dibuat tetap 1 CMC sedangkan konsentrasi inisiator APS divariasikan 0,1%, 0,5%, dan 1% dari total monomer yang digunakan. Berdasarkan penelitian diperoleh bahwa dengan meningkatnya konsentrasi inisiator APS mampu meningkatkan nilai persen konversi. Hasil konversi tertinggi adalah 97,92% pada konsentrasi inisiator APS 1%.

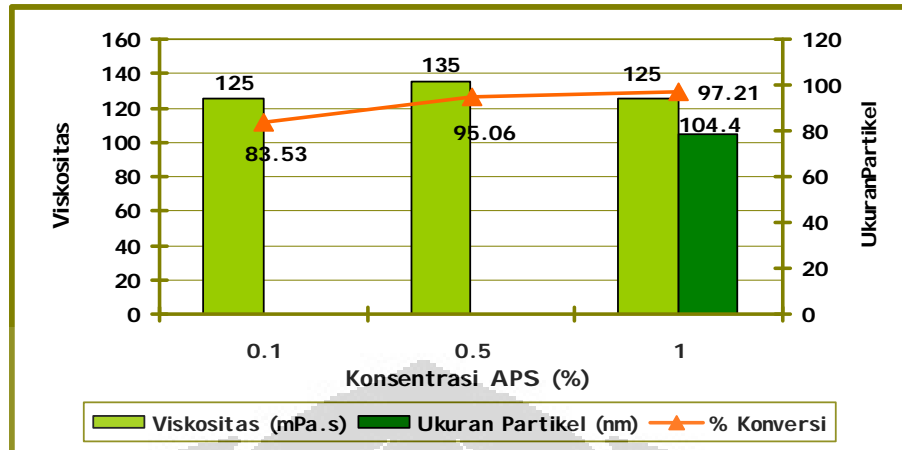
Hasil data yang diperoleh sesuai dengan pernyataan yang dikemukakan oleh Capek^[23] yang menyatakan bahwa laju polimerisasi meningkat seiring dengan kenaikan konsentrasi inisiator. Dengan meningkatnya konsentrasi inisiator yang digunakan maka radikal bebas yang

dihasilkan dari dekomposisi inisiator akan lebih banyak dan akan meningkatkan laju polimerisasi. Peningkatan laju polimerisasi tersebut dapat meningkatkan kandungan padatan polimer yang dihasilkan, hal ini menandakan tingginya persen konversi polimerisasi.



Gambar 4.12 Grafik pengaruh konsentrasi inisiator terhadap persen konversi untuk konsentrasi SLS 1 CMC

Variasi konsentrasi inisiator APS untuk konsentrasi SLS 1 CMC mampu meningkatkan besarnya nilai persen konversi. Sama halnya dengan konsentrasi SLS 0,5 CMC. Semakin besar konsentrasi inisiator APS maka semakin besar pula persen konversi yang dihasilkan seperti terlihat pada Gambar 4.13. Untuk konsentrasi SLS 0,5 CMC pada masing-masing konsentrasi inisiator 0,5% dan 0,1% APS tidak dilakukan karakterisasi lebih lanjut.

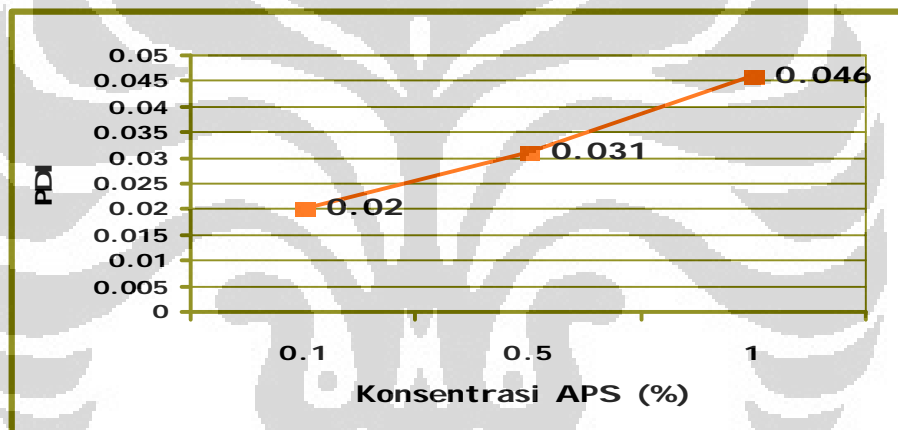


Gambar 4.13 Grafik pengaruh konsentrasi inisiator terhadap persen konversi untuk konsentrasi SLS 0,5 CMC

4.3.2 Pengaruh Konsentrasi Inisiator APS Terhadap Ukuran Partikel dan Distribusi Ukuran Partikel Polimer

Berdasarkan data pada Gambar 4.12 diketahui bahwa semakin besar konsentrasi inisiator maka ukuran partikel yang dihasilkan semakin menurun. Hal ini disebabkan karena semakin besar konsentrasi inisiator yang digunakan maka jumlah radikal bebas yang dihasilkan juga semakin banyak sehingga akan meningkatkan laju polimerisasi polimer yang berpengaruh pada peningkatan jumlah partikel. Akibatnya, dengan bertambahnya jumlah partikel maka ukuran partikel yang dihasilkan akan semakin kecil sedangkan distribusi ukuran partikel semakin lebar (terlihat seperti pada Gambar 4.14). Hal ini disebabkan karena makin banyak jumlah inisiator, akan memicu pembentukan *secondary nucleation* yang nantinya mengakibatkan distribusi ukuran partikel yang lebar.

Seperti penjelasan pada subbab sebelumnya, bahwa ukuran partikel berbanding lurus dengan BM rata-rata. Seperti pada Tabel 4.1 , terlihat bahwa semakin besar ukuran partikel maka BM rata-rata juga semakin meningkat. Hasil ini sesuai dengan teori bahwa semakin besarnya konsentrasi inisiator maka laju polimerisasi akan meningkat sehingga besarnya konversi meningkat tetapi berat molekul semakin menurun.^[37] Namun, pada konsentrasi inisiator 1% sedikit terjadi kenaikan ukuran partikel tetapi tidak signifikan.



Gambar 4.14 Grafik pengaruh konsentrasi inisiator APS dengan indeks polidispersitas (PDI) untuk konsentrasi SLS 1 CMC

4.3.3 Pengaruh Konsentrasi Inisiator Terhadap Viskositas Polimer

Selain konsentrasi surfaktan, konsentrasi inisiator juga mempengaruhi viskositas polimer. Seperti penjelasan sebelumnya bahwa semakin besar nilai persen konversi maka viskositas polimer yang dihasilkan pun akan semakin besar. Seperti terlihat pada Gambar 4.13 bahwa semakin besar konsentrasi

inisiator cenderung menaikkan viskositas polimer. Pada konsentrasi inisiator 1% terjadi sedikit penurunan nilai viskositas. Dalam hal ini penulis tidak dapat melihat pengaruh besarnya ukuran partikel terhadap viskositas karena untuk konsentrasi inisiator 0,1% dan 0,5% dengan konsentrasi SLS tetap 0,5 CMC tidak dilakukan karakterisasi ukuran partikel. Sehingga hanya dapat melihat pengaruh dari besarnya persen konversi.

Sedangkan pada Gambar 4.12 bahwa viskositas polimer cenderung naik dengan semakin meningkatnya konsentrasi inisiator APS karena dengan semakin meningkatnya % konversi maka viskositas akan semakin meningkat pula. Dan apabila dilihat dari data ukuran partikel yang dihasilkan pada penelitian ini, maka semakin besar konsentrasi APS maka cenderung menurunkan ukuran partikel. Sehingga semakin kecil ukuran partikel maka gaya gesek yang terjadi antar partikel semakin besar yang akan menyebabkan meningkatnya viskositas polimer.

4.4 Pengaruh Teknik Polimerisasi

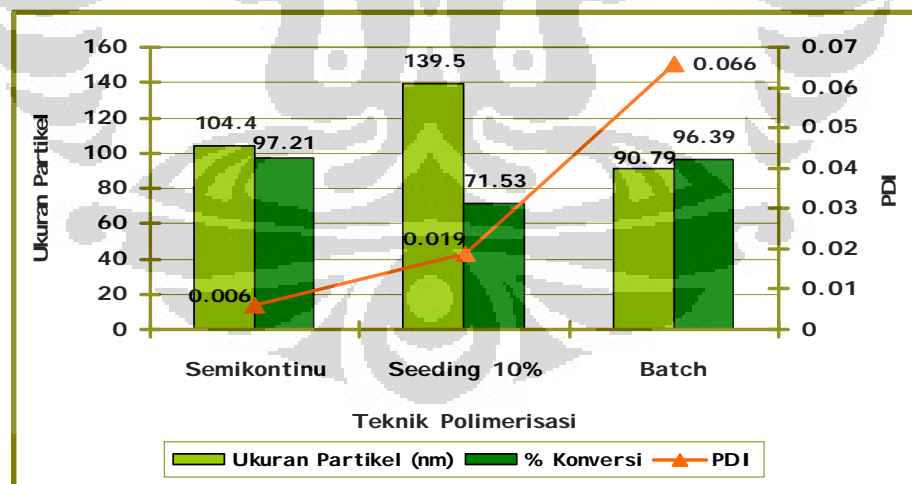
Selain konsentrasi surfaktan dan inisiator, teknik polimerisasi juga sangat berpengaruh pada hasil akhir polimer emulsi. Teknik yang pertama kali dilakukan pada penelitian kali ini adalah semikontinu. Dan setelah mendapatkan hasil optimum kemudian dilakukan variasi teknik polimerisasi yaitu teknik *seeding* 10% dan *batch*.

Pada subbab ini akan dijelaskan mengenai pengaruh teknik semikontinu, *seeding* 10% dan *batch* terhadap persen konversi, ukuran dan

distribusi ukuran partikel, serta viskositas polimer emulsi. Formula yang digunakan pada variasi teknik polimerisasi ini adalah pada konsentrasi SLS 0,5 CMC dengan konsentrasi inisiator 1% dan konsentrasi SLS 1 CMC dengan konsentrasi inisiator 0,1%.

4.4.1 Pengaruh Teknik Polimerisasi Terhadap Persen Konversi, Ukuran Partikel dan Distribusi Ukuran Partikel

Berdasarkan grafik yang terlihat pada Gambar 4.15 dan 4.16 dapat diketahui bahwa penggunaan teknik polimerisasi yang berbeda akan menghasilkan persen konversi yang berbeda pula. Pada formula konsentrasi SLS 0,5 CMC dengan konsentrasi inisiator 1% (seperti pada Gambar 4.15) bahwa persen konversi tertinggi diperoleh melalui teknik semikontinu sebesar 97,21%.



Gambar 4.15 Grafik pengaruh teknik polimerisasi terhadap % konversi, ukuran partikel, dan PDI untuk konsentrasi SLS 0,5 CMC dan konsentrasi APS 1%

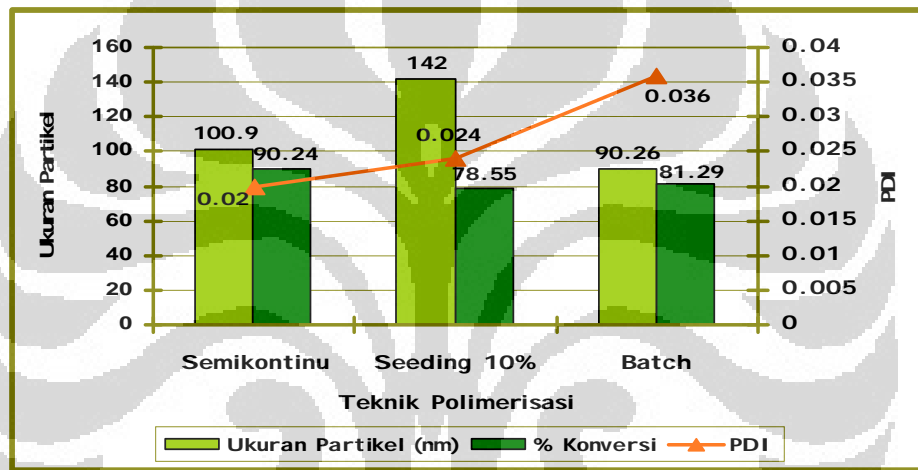
Pada teknik semikontinu, selain dilakukan *feeding* pre-emulsi yang berisi monomer *droplet* selama 5 jam, sekaligus juga dilakukan *feeding* inisiator kontinu selama 5 jam. Sehingga dengan penambahan inisiator dengan cara perlahan-lahan mengakibatkan radikal bebas selalu tersedia didalam sistem emulsi hingga akhir proses penambahan monomer *droplet*, sehingga monomer *droplet* dapat lebih mudah terpolimerisasi dan kandungan padatan polimer emulsi yang dihasilkan akan meningkat.

Sedangkan pada teknik *batch* seluruh komponen yang digunakan dalam proses polimerisasi dimasukkan langsung ke dalam reaktor, kemudian setelah mencapai suhu 70°C, inisiator dialirkan ke dalam sistem emulsi dengan cara langsung (*shot*). Hal ini mengakibatkan proses polimerisasi berjalan cepat karena terdapat banyak monomer di dalam *initial charge* sehingga ketika inisiator ditambahkan ke dalam *initial charge* peluang tumbukan antara monomer dan radikal bebas lebih besar. Proses polimerisasi yang berjalan cepat akan menghasilkan pembentukan polimer yang banyak sehingga nilai persen konversi tinggi.

Pada teknik *seeding* sebagian monomer dan inisiator dicampurkan diawal reaksi untuk membentuk *seed* polimer. Sisa inisiator dan monomer ditambahkan secara konstan setelah 1 jam reaksi. Karena jumlah inisiator sisa sedikit maka laju pembentukan radikal menjadi berkurang akibatnya kecepatan polimerisasi jadi menurun sehingga jumlah monomer yang terkonversi menjadi rendah. Selain itu, konsentrasi SLS yang digunakan juga sangat kecil yaitu 0,5 CMC. Sehingga dengan konsentrasi SLS yang kecil

tidak dapat menampung monomer *droplet* yang ada dan mengakibatkan misel pecah. Terbukti untuk teknik seeding formula konsentrasi SLS 0,5 CMC dan konsentrasi inisiator 1% terbentuk adanya grit sehingga akan mengurangi hasil konversi polimer karena grit yang tidak terhitung.

Seperti penjelasan pada Gambar 4.15, pada Gambar 4.16 juga terlihat bahwa % konversi tertinggi diperoleh melalui teknik semikontinu sebesar 90,24%.

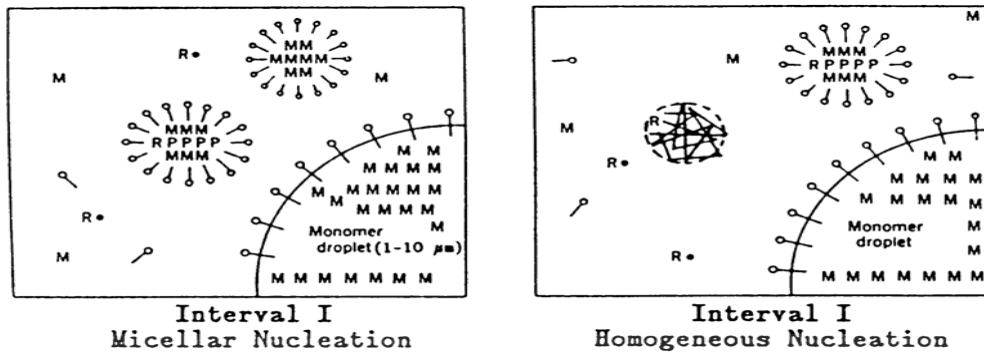


Gambar 4.16 Grafik pengaruh teknik polimerisasi terhadap % konversi, ukuran partikel, dan PDI untuk konsentrasi SLS 1 CMC dan konsentrasi APS 0,1%

Selain % konversi, teknik polimerisasi juga berpengaruh terhadap besar kecilnya ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel. Berdasarkan Gambar 4.15 terlihat bahwa pada konsentrasi SLS 0,5 CMC dengan konsentrasi inisiator 1%, ukuran partikel polimer yang paling besar diperoleh melalui teknik *seeding 10%* yaitu 139,5 nm sedangkan ukuran partikel yang paling kecil diperoleh melalui teknik *batch* yaitu sebesar 90,79 nm.

Ukuran partikel yang paling besar dihasilkan melalui teknik *seeding*, hasil ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Tang dan Chu^[12] bahwa penggunaan teknik *seeding* dilakukan untuk memperbesar ukuran partikel. Pada teknik *seeding*, sebagian monomer dan inisiator dicampurkan diawal reaksi untuk membentuk *seed* polimer, dan dibiarkan selama 1 jam. Dan selama 1 jam ini akan mengalami nukleasi partikel atau terbentuknya inti-inti partikel polimer sehingga ketika sisa monomer *droplet* diteteskan maka akan masuk ke inti-inti partikel polimer yang sudah ada dan terus mengalami propagasi, sehingga dihasilkan ukuran partikel polimer yang besar. Meskipun ukuran partikel yang dihasilkan lebih besar namun indeks polidispersitas yang didapat juga lebih besar. Ketika sisa monomer *droplet* diteteskan tidak hanya mempropagasi inti primer yang sudah terbentuk tetapi membentuk inti sekunder dalam fasa air. Akan tetapi inti primer yang terbentuk sebelumnya terus membesar. Sehingga pada teknik *seeding* dihasilkan distribusi ukuran partikel yang lebih besar dibandingkan pada teknik semikontinu.

Sedangkan ukuran partikel yang paling kecil diperoleh melalui teknik *batch* karena pada teknik ini seluruh komponen dimasukkan langsung ke dalam reaktor sehingga jumlah radikal yang terbentuk banyak yang menyebabkan banyak terbentuknya inti-inti partikel. Selain itu, pada teknik *batch* juga dapat terjadi nukleasi misellar terjadi dalam misel maupun nukleasi homogen yang terjadi dalam fasa air. Oleh karena itu pada teknik *batch* akan diperoleh ukuran partikel yang kecil.



Gambar 4.17 Proses Polimerisasi Emulsi dengan Teknik *Batch*^[35]

Sebaliknya, pada teknik *batch* ini dihasilkan distribusi ukuran partikel yang besar karena pada teknik *batch* seluruh komponen yang digunakan dalam proses polimerisasi dimasukkan langsung ke dalam reaktor, sehingga menimbulkan terjadinya autoakselerasi yang memungkinkan sulit untuk mengendalikan panas dan reaksi yang terjadi tidak merata disemua titik reaksi. Oleh karena itu distribusi ukuran partikel polimer yang dihasilkan akan besar. Sedangkan pada teknik semikontinu menghasilkan distribusi ukuran partikel yang kecil yaitu 0,006 karena pada teknik semikontinu dilakukan *feeding* pre-emulsi yang berisi monomer *droplet* selama 5 jam, sekaligus juga dilakukan *feeding* inisiator kontinu selama 5 jam. Sehingga dengan penambahan inisiator dengan cara perlahan-lahan mengakibatkan radikal bebas selalu tersedia didalam sistem emulsi hingga akhir proses penambahan monomer *droplet*, sehingga monomer *droplet* dapat lebih mudah terpolimerisasi sehingga ukuran partikel yang dihasilkan akan lebih seragam (monodispers). Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan dengan Aryanti^[34] yang menyatakan bahwa teknik polimerisasi semikontinu

menghasilkan indeks polidispersitas yang lebih kecil dibandingkan teknik *batch*.

Hasil yang sama juga diperoleh pada formula konsentrasi SLS 1 CMC dengan konsentrasi Inisiator 0,1% bahwa ukuran partikel paling besar diperoleh melalui teknik *seeding* 10% yaitu 142 nm. Sedangkan ukuran partikel yang paling kecil dihasilkan melalui teknik *batch* yaitu 90,26 nm (seperti terlihat pada Gambar 4.16).

Pada subbab ini selain menjelaskan pengaruh teknik polimerisasi terhadap masing-masing parameter yaitu % konversi, ukuran partikel, dan distribusi ukuran partikel juga akan dijelaskan pengaruh teknik polimerisasi terhadap ketiga hubungan parameter tersebut.

Berdasarkan grafik yang terlihat pada Gambar 4.15 dan 4.16 dapat diketahui bahwa penggunaan teknik polimerisasi mempengaruhi besarnya % konversi, ukuran partikel, dan distribusi ukuran partikel. Pada variasi teknik polimerisasi ini, besarnya persen konversi tidak sebanding dengan besarnya ukuran partikel. Artinya meskipun persen konversi semakin besar akan tetapi ukuran partikel yang dihasilkan belum tentu sebanding karena pada polimerisasi emulsi juga perlu diperhatikan besarnya distribusi ukuran partikel. Pada formula konsentrasi SLS 0,5 CMC dengan konsentrasi inisiator 1% (seperti pada Gambar 4.15) bahwa pada teknik *seeding* diperoleh ukuran partikel terbesar sedangkan % konversi terkecil dibandingkan dengan teknik semikontinu dan *batch*. Hal ini disebabkan karena pada teknik *seeding* dihasilkan indeks polidispersitas yang cukup besar karena ketika sisa

monomer *droplet* ditetaskan tidak hanya mempropagasi inti primer yang sudah terbentuk tetapi kemungkinan membentuk inti sekunder dalam fasa air. Akan tetapi inti primer yang terbentuk sebelumnya terus membesar. Sehingga pada teknik *seeding* dihasilkan ukuran partikel yang lebih besar dibandingkan pada teknik semikontinu dan % konversi yang kecil.

Sedangkan untuk teknik semikontinu, % konversi yang dihasilkan besar dan ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan dengan teknik *seeding*. Hal ini disebabkan pada teknik semikontinu ini distribusi ukuran partikel yang dihasilkan lebih merata terbukti dengan indeks polidispersitasnya sangat kecil yaitu 0,006. Dengan indeks polidispersitas yang kecil maka monomer *droplet* akan masuk ke dalam misel-misel secara merata dan dengan penambahan monomer *droplet* secara kontinu menyebabkan monomer *droplet* lebih mudah terpolimerisasi sehingga kandungan padatan polimer emulsi yang dihasilkan akan meningkat dan ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan teknik *seeding*.

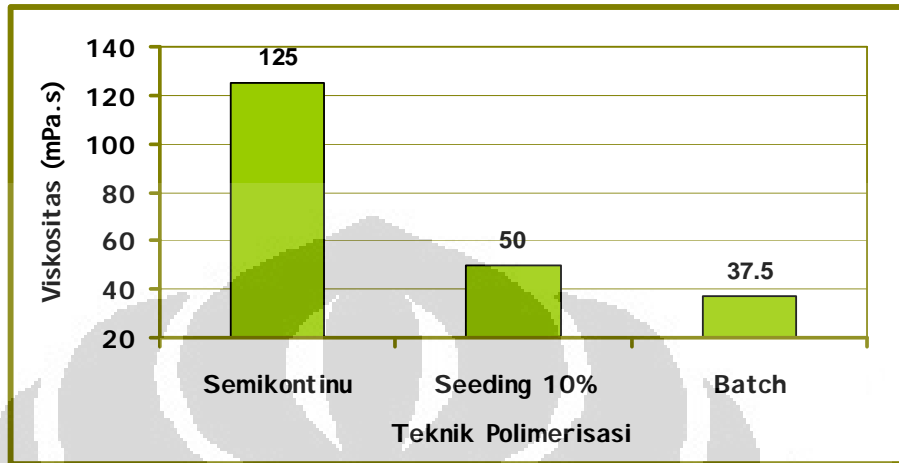
4.4.2 Pengaruh Teknik Polimerisasi Terhadap Viskositas Polimer

Berdasarkan Gambar 4.18 terlihat bahwa viskositas polimer paling tinggi dihasilkan melalui teknik semikontinu. Hal itu sesuai teori bahwa teknik semikontinu memiliki viskositas yang paling tinggi dibandingkan teknik *seeding* dan *batch* ^[36]. Hal ini disebabkan karena pada teknik semikontinu penambahan monomer dan inisiator dilakukan perlahan-lahan secara kontinu mengakibatkan radikal bebas selalu tersedia didalam sistem emulsi hingga

akhir proses penambahan monomer *droplet*, sehingga monomer *droplet* dapat lebih mudah terpolimerisasi sehingga ukuran partikel yang dihasilkan akan lebih seragam (monodispers) dimana jarak antara partikelnya semakin rapat dan gaya gesek yang ditimbulkan juga akan semakin besar sehingga terjadi kenaikan viskositas. Hal ini sesuai dengan percobaan yang dilakukan Sceneider^[37] bahwa viskositas akan rendah jika partikel mempunyai ukuran yang polimodal dibandingkan dengan monomodal dan Masa et al^[38] menyatakan bahwa distribusi ukuran partikel yang semakin lebar maka viskositas polimer semakin menurun. Kemudian pada teknik semikontinu, konsentrasi monomer pada saat polimerisasi lebih sedikit dibandingkan dengan konsentrasi polimernya sehingga mengarah pada pembentukan polimer rantai cabang^[21]. Belitan rantai polimer yang bercabang lebih besar daripada rantai lurus sehingga viskositas rantai polimer bercabang lebih besar.

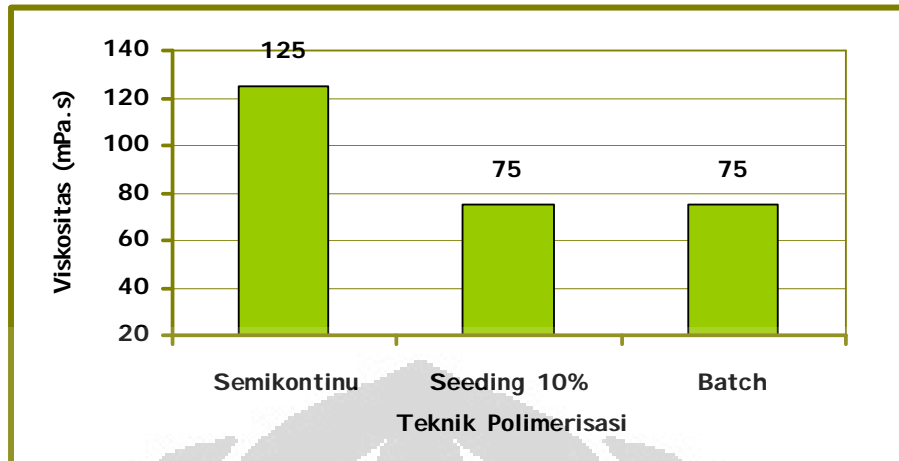
Berdasarkan data pada Gambar 4.15 bahwa indeks polidispersitas teknik semikontinu paling kecil dibanding teknik *seeding* 10% dan *batch*. Dan teknik *seeding* 10% menghasilkan indeks polidispersitas lebih kecil dibandingkan teknik *batch*. Sehingga hal ini sesuai dengan data yang diperoleh pada penelitian ini bahwa viskositas polimer yang dihasilkan melalui teknik semikontinu paling besar kemudian teknik *seeding* 10% dan paling kecil adalah teknik *batch*. Pada teknik *batch* menghasilkan viskositas polimer paling rendah karena adanya konsentrasi monomer yang tinggi pada

saat polimerisasi sehingga akan mengarah pada pembentukan polimer rantai lurus/linier.



Gambar 4.18 Grafik Pengaruh Teknik Polimerisasi Terhadap Viskositas Polimer Untuk Konsentrasi SLS 0,5 CMC dengan Konsentrasi Inisiator 1%

Seperti penjelasan pada Gambar 4.18 bahwa viskositas polimer terbesar diperoleh melalui teknik semikontinu. Sama halnya untuk formula konsentrasi SLS 1 CMC dengan konsentrasi Inisiator 0,1% (seperti terlihat pada Gambar 4.19).



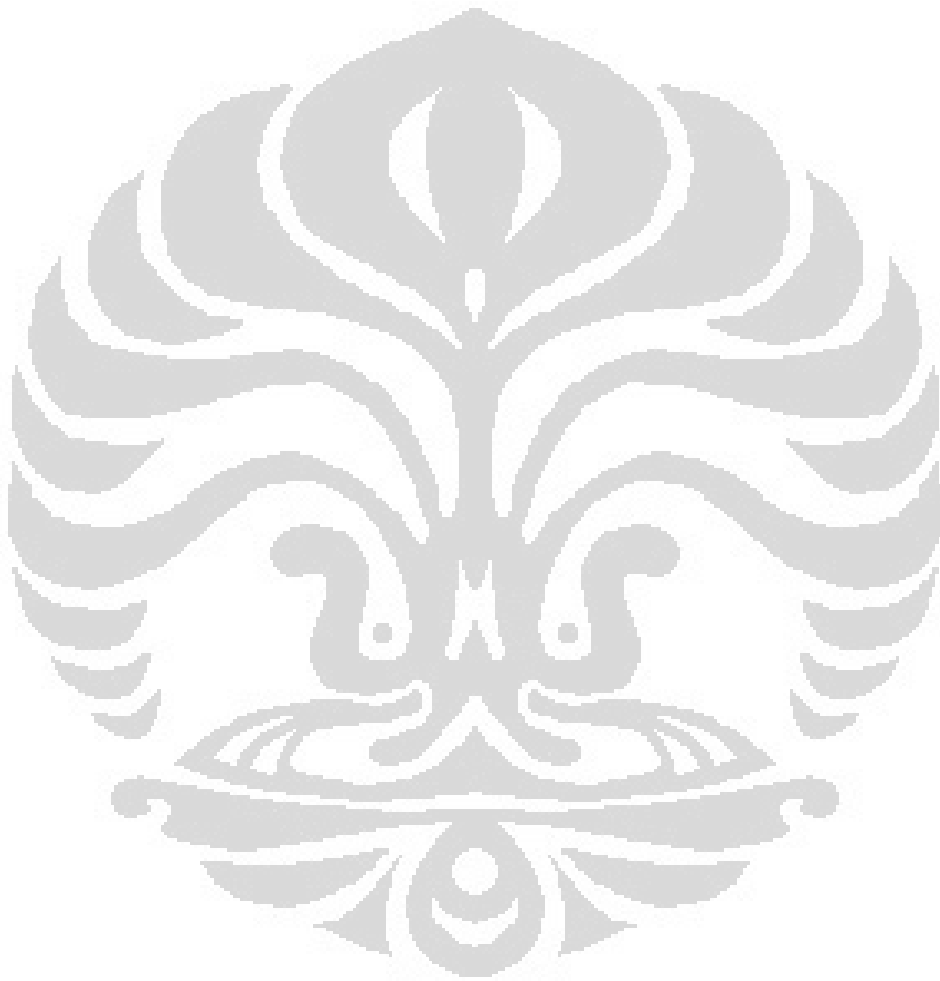
Gambar 4.19 Grafik pengaruh teknik polimerisasi terhadap viskositas polimer untuk konsentrasi SLS 1 CMC dengan konsentrasi inisiator 0,1%

BAB V

KESIMPULAN

- Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan, dapat disimpulkan bahwa :
1. Homopolimer butil akrilat terbentuk dengan kandungan padatan berkisar antara 12 -17% (% konversi 71 - 99%) dan nilai Tg -41°C .
 2. Konsentrasi surfaktan SLS dan inisiator APS serta teknik polimerisasi mempengaruhi ukuran partikel yang diperoleh. Semakin banyak jumlah inisiator dan surfaktan yang digunakan maka akan menghasilkan % konversi yang semakin besar sedangkan ukuran partikel akan semakin kecil.
 3. Pada formula dengan konsentrasi SLS 0,5 CMC dan inisiator APS 1%, teknik *seeding* menghasilkan ukuran partikel polimer yang lebih besar (139,5 nm) dibandingkan teknik semikontinu (104,4 nm) dan teknik *batch* (90,79 nm), namun dengan hasil konversi yang jauh lebih rendah (% konversi teknik *seeding* 71,53%, teknik semikontinu 97,21% dan teknik *batch* 96,39%).
 4. Teknik semikontinu lebih baik daripada teknik *batch* dan *seeding* karena menghasilkan indeks polidispersitas yang lebih rendah.
 5. Hasil optimum pada polimerisasi butil akrilat adalah formula dengan konsentrasi surfaktan 0,5 CMC, konsentrasi inisiator 1%, dan teknik

semikontinu, dengan persen konversi 97,21%, indeks viskositas 125 mPa.s, ukuran partikel 104,4 nm, dan *monodisperse*.



DAFTAR PUSTAKA

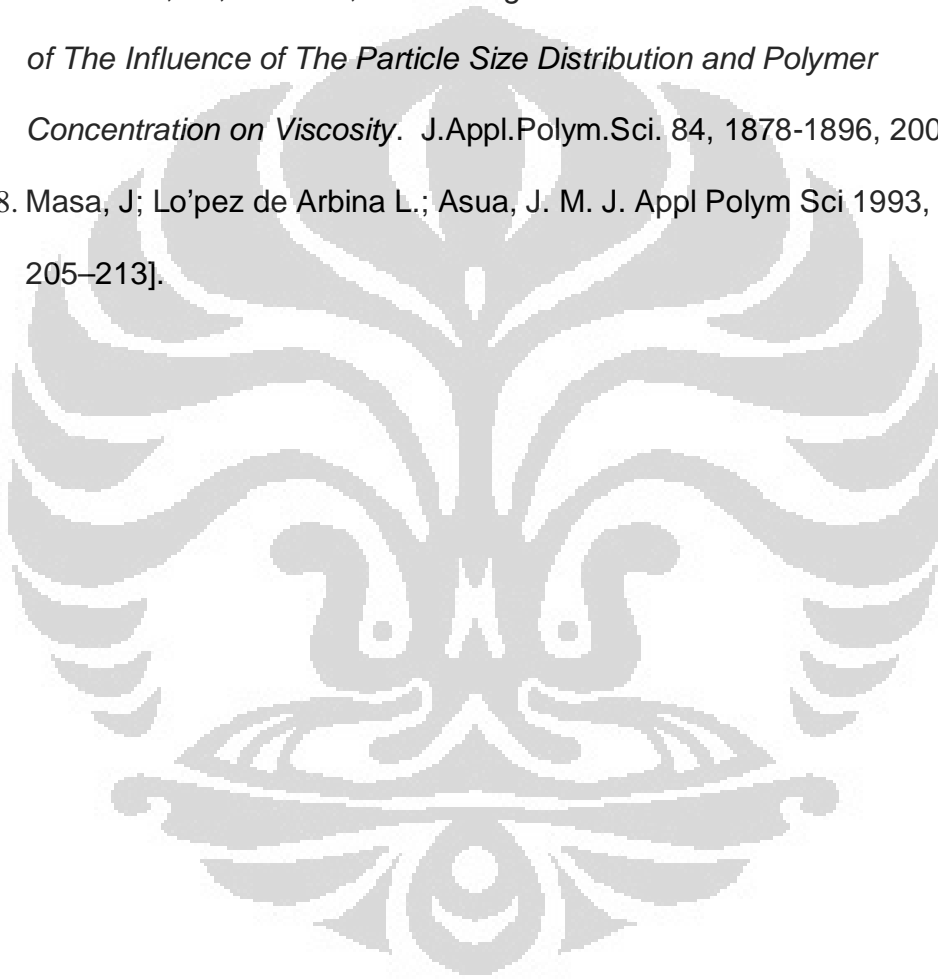
1. Nicholson, J.W. *The Chemistry of Polymers*. Royal Society of Chemistry . Cambridge. 1991.
2. Budiman, Nurudin. *Polimer Pencegah Tanah Longsor atau Erosi*. 2003.<http://kompas.com/kompascetak/0305/03/ilpeng/291822.htm>.
3. Hadi, Sapto Nugroho. *Ancaman Polimer Sintetik Bagi Kesehatan Manusia*.<http://www.angelfire.com/indie/shefoughtbravely/pengetahuan.htm>.
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, Februari 2003.
6. Yablonovitch,E., *Phys.Rev.Lett.*,58,2059,1987.
7. John, S., *Phys. Rev. Lett.*, 58, 2486, 1987.
8. Ruhl, T; Hellmann, G.P.; "Colloidal Crystals in Latex Films: Rubbery Opals", *Macromol. Chem. Phys.*, 202, 3502-3505, 2001.
9. Oktavia,E.; "Studi Pendahuluan Polimerisasi Emulsi Opal (Colorant Emulsion) Polistirena-KO-Polibutil Akrilat", Program Magister Departemen Kimia FMIPA UI, Depok, 2006

10. K.J.O'Callaghan,;A.J.Paine,;Rudin., "*Emulsion Polymerization of Supramicron, Monodisperse Acrylic Copolymer Particles with Core-Shell Structures*", Journal of Polymer Science. Vol.33,1849-1857,1995.
11. Ryan W. S, dkk. 2006. *High Molecular Weight Poly(butyl methacrylate) by Reverse AtomTransfer Radical Polymerization in Miniemulsion Initiated by a Redox System*. Department of Chemical Engineering, Queen's University, Kingston, Ontario, Canada.
12. Tang, C., Fuxiang Chu. 2001. *Semicontinuous Emulsion Polymerization of Styrene-Butyl Acrylate-Methacrylic Acid with High Solid Content*. Journal of Applied Polymer Science, Vol. 82, 2352-2356.
13. Yozo.M, dkk. 2003. *Radical polymerization of butyl acrylate and random copolymerization of styrene and butyl acrylate and styrene and methyl methacrylate mediated by monospiro- and dispiropiperidinyl-N-oxyl radicals*. Department of Applied Chemistry, Graduate School of Engineering, Osaka City University, Sumiyoshi-ku, Osaka 558-8585, Japan.
14. Irawadi, Hydrine. "*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*". Depok: Departemen Kimia FMIPA UI. 2007.
15. Abdullah, Iman. 2007. *Studi Polimerisasi Core-Shell Metil Metakrilat-Butil Akrilat : Pengaruh Konsentrasi Monomer, Jenis dan Komposisi Inisiator*

- Terhadap Ukuran Partikel dan Indeks Polidispersitas*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.
16. Fried, J.R., "*Polymer Science and Technology*", Prentice Hall PTR, New Jersey, 1986.
 17. Stevens, Malcolm P. *Kimia Polimer (terjemahan)*. Jakarta: Pradnya Paramita. 2001.
 18. 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>.
 19. Yulizar, Yoki dkk. "*Diktat Kuliah Kimia Permukaan*". Depok: Departemen Kimia FMIPA UI. 2005.
 20. Pramauro, E.; Pelezetti, E. "*Surfactant in Analytical Chemistry: Applications of Organized Amphiphilic Media*". Amsterdam: Elsevier Science. 1996.
 21. Urban, Dieter & Koichi Takamura (editor). *Polymer Dispersions and Their Industrial Applications*. Jerman: Wiley-VCH. 2002.
 22. "Butyl Acrylic". <http://www.basf.com/acrylicmonomers/pdfs/butacry.pdf>
 23. Capek. 1991. *Seeded Emulsion Polymerization of Butyl Acrylate*. *Acta Polymerica*. 42 nr. 6.
 24. <http://www.chemicaland21.com/industrialchem/inorganic/ammonium%20persulfate.htm>

25. Schmidt-Thummes, J. E. Schwarzenbach, D.I.Lee in. 2002. *Polymer Dispersion and Their Industrial Applications*, edited by Urban, Dieter and Koichi Takamura, Wiley-VCH Verlag GmbH, Weinheim: xviii + 408 hlm.
26. Braun, D., H, Cherdron., M, Rehahn., H, Ritter., B, Voit. 2005. *Polymer Synthesis: Theory and Practice, Fundamentals, Methods, Experiment*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg: xii + 385 hlm.
27. Ridle, E.H. 1954. *Monomeric Acrylic Esther*. Reinhold.
28. Bon, S.A.F, M. Klumperman, B. German. 1997. *Macromolecule*. 30, 324.
29. Kim, Jung-Hyun. Nanosphere Process & Technology Lab. Department of Chemical Engineering, Yonsei University.
30. Gillbert, Robert G. 1995.. *Emulsion Polymerization : Mechanistic Approach*, Academic Press.
31. www.colloids.htm
32. Kanoni, Sri. 1987. *Stabilitas Emulsi dan Sifat Sensoris Sosis Kelinci*. Fakultas Pasca Sarjana UGM Yogyakarta.
33. Emulsion Polymerization Academic Press A Subsidiary of Harcourt Jovanovich. 1982. New York.
34. Sarwono, A. 2006. *Pengaruh Variasi Inisiator dan Teknik Polimerisasi Terhadap Ukuran Partikel pada Kopolimerisasi Emulsi Stirena-Butil Akrilat-Metil Metakrilat*. Karya Utama Sarjana Departemen Kimia FMIPA UI, Depok.
35. D. Lee, Makromol. 1990. *Chem Makromol Symp*. 33,117.

36. Arinda, Nitri. 2007. *Pengaruh Variasi Konsentrasi Surfaktan Sodium Lauril Sulfat, Inisiator Amonium Persulfat, Teknik Polimerisasi dan Waktu Feeding Terhadap Ukuran dan Distribusi Ukuran Partikel pada Homopolimer Etil Akrilat*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.
37. Schneider, M ; Claverie, J. dkk. *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.
38. Masa, J; Lo'pez de Arbina L.; Asua, J. M. J. Appl Polym Sci 1993, 48, 205–213].





LAMPIRAN 1 : Formula polimerisasi butil akrilat menggunakan teknik semikontinu

(Inisiator 1% terhadap berat monomer, feeding 5 jam)

	0,5 CMC	1 CMC	3 CMC	5 CMC
Keterangan	R 01	R 02	R 03	R 04
Initial Charge				
Air demineral	585,01	583,91	579,51	575,11
SLS	0,66	1,32	3,96	6,6
Inisiator				
Air demineral	13,27	13,27	13,27	13,27
APS	1,73	1,73	1,73	1,73
Pre-Emulsi BA				
Air demineral	225,29	225,29	225,29	225,29
Butil Akrilat	173,3	173,3	173,3	173,3
SLS	0,44	0,88	2,64	4,4
KOH	0,3	0,3	0,3	0,3
TOTAL	1000	1000	1000	1000

(Inisiator 0,5% terhadap berat monomer , feeding 5 jam)

	0,5 CMC	1 CMC
Keterangan	R 05	R 06
Initial Charge		
Air demineral	585,01	583,91
SLS	0,66	1,32
Inisiator		
Air demineral	14,13	14,13
APS	0,87	0,87
Pre-Emulsi BA		
Air demineral	225,29	225,29
Butil Akrilat	173,3	173,3
SLS	0,44	0,88
KOH	0,3	0,3
TOTAL	1000	1000

LAMPIRAN 1 : Lanjutan

(Inisiator 0,1% terhadap berat monomer , feeding 5 jam)

	0,5 CMC	1 CMC
Keterangan	R 07	R 08
Initial Charge		
Air demineral	585,01	583,91
SLS	0,66	1,32
Inisiator		
Air demineral	14,83	14,83
APS	0,173	0,173
Pre-Emulsi BA		
Air demineral	225,29	225,29
Butil Akrilat	173,3	173,3
SLS	0,44	0,88
KOH	0,3	0,3
TOTAL (gram)	1000	1000

LAMPIRAN 2 : Formula polimerisasi butil akrilat menggunakan teknik

seeding 10%

(Inisiator 1% terhadap berat monomer , feeding 5 jam)

	0,5 CMC
Keterangan	R 09
Initial Charge	
Air demineral	607,366
SLS	0,66
Butil Akrilat	17,33
APS	0,173
Inisiator	
Air demineral	13,443
APS	1,560
Pre-Emulsi BA	
Air demineral	202,761
Butil Akrilat	155,97
SLS	0,44
KOH	0,3
TOTAL (gram)	1000

(Inisiator 0,1% terhadap berat monomer , feeding 5 jam)

	1 CMC
Keterangan	R 12
Initial Charge	
Air demineral	606,266
SLS	1,32
Butil Akrilat	17,33
APS	0,0173
Inisiator	
Air demineral	14,8440
APS	0,1560
Pre-Emulsi BA	
Air demineral	202,761
Butil Akrilat	155,97
SLS	0,88
KOH	0,3
TOTAL (gram)	1000

LAMPIRAN 3 : Formula polimerisasi butil akrilat menggunakan teknik *batch*

(Inisiator 1% terhadap berat monomer , feeding 5 jam)

	0,5 CMC
Keterangan	R 10
Initial Charge	
Air demineral	585,01
SLS	0,66
Inisiator	
Air demineral	13,27
APS	1,73
Pre-Emulsi BA	
Air demineral	225,29
Butil Akrilat	173,3
SLS	0,44
KOH	0,3
TOTAL (gram)	1000

(Inisiator 0,1% terhadap berat monomer , feeding 5 jam)

	1 CMC
Keterangan	R 11
Initial Charge	
Air demineral	583,91
SLS	1,32
Inisiator	
Air demineral	14,83
APS	0,173
Pre-Emulsi BA	
Air demineral	225,29
Butil Akrilat	173,3
SLS	0,88
KOH	0,3
TOTAL (gram)	1000

LAMPIRAN 4 : Perhitungan persen kandungan padatan (solid content) teoritis dan persen konversi

❖ Kandungan padatan teoritis = berat (monomer + surfaktan + inisiator + basa)

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

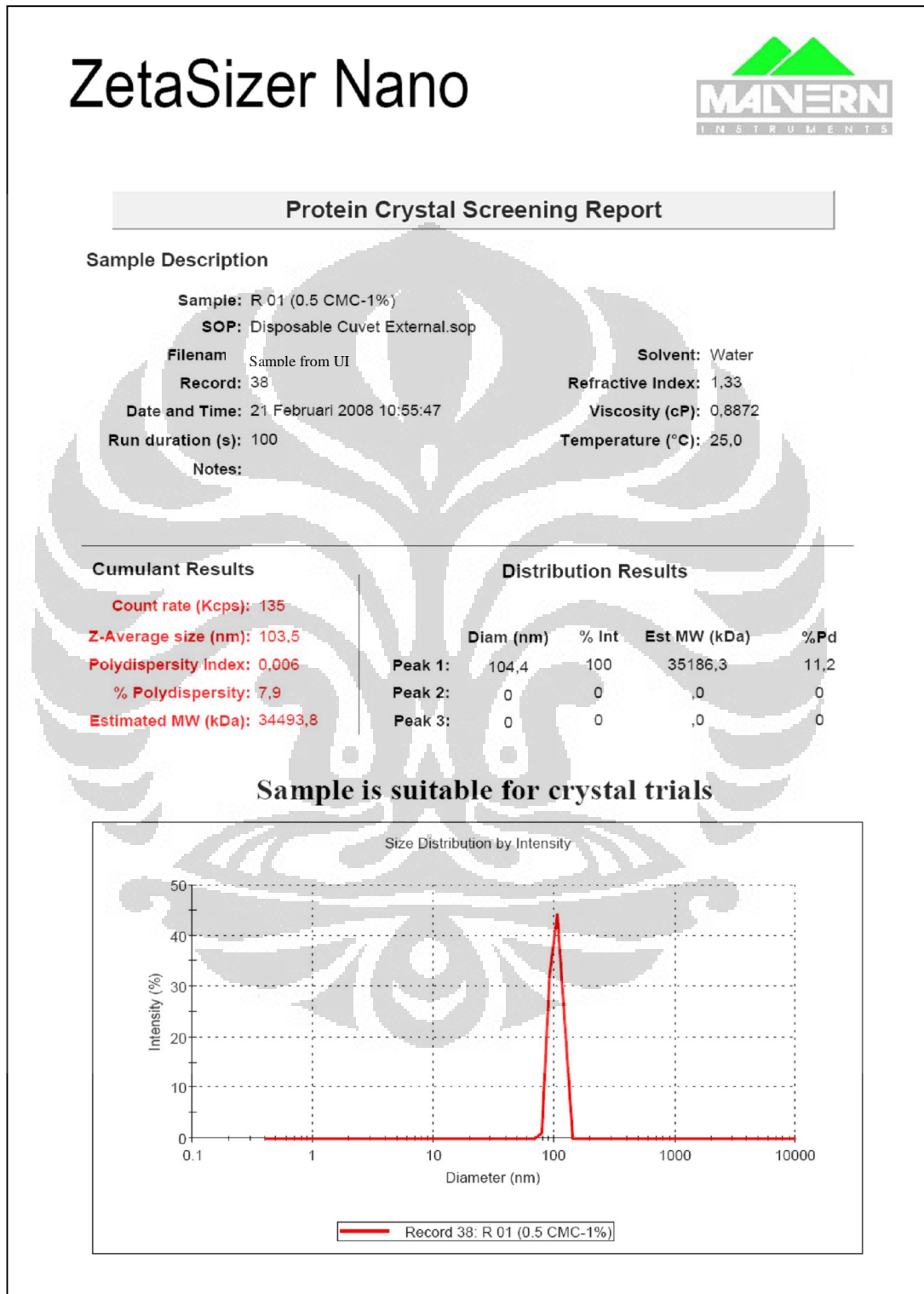
Contoh perhitungan persen konversi kandungan padatan teoritis untuk formula 0,5 CMC-1% APS

Total formula polimerisasi	=	1000 g	
monomer butil akrilat	=	173,3 g	
Berat surfaktan(SLS)	=	1,1 g	
Berat inisiator (APS)	=	1,73 g	
Berat KOH	=	0,3 g	
% kandungan padatan teoritis	=	$\frac{173,3 + 1,1 + 1,73 + 0,3}{1000} \times 100\%$	
	=	17,643 %	

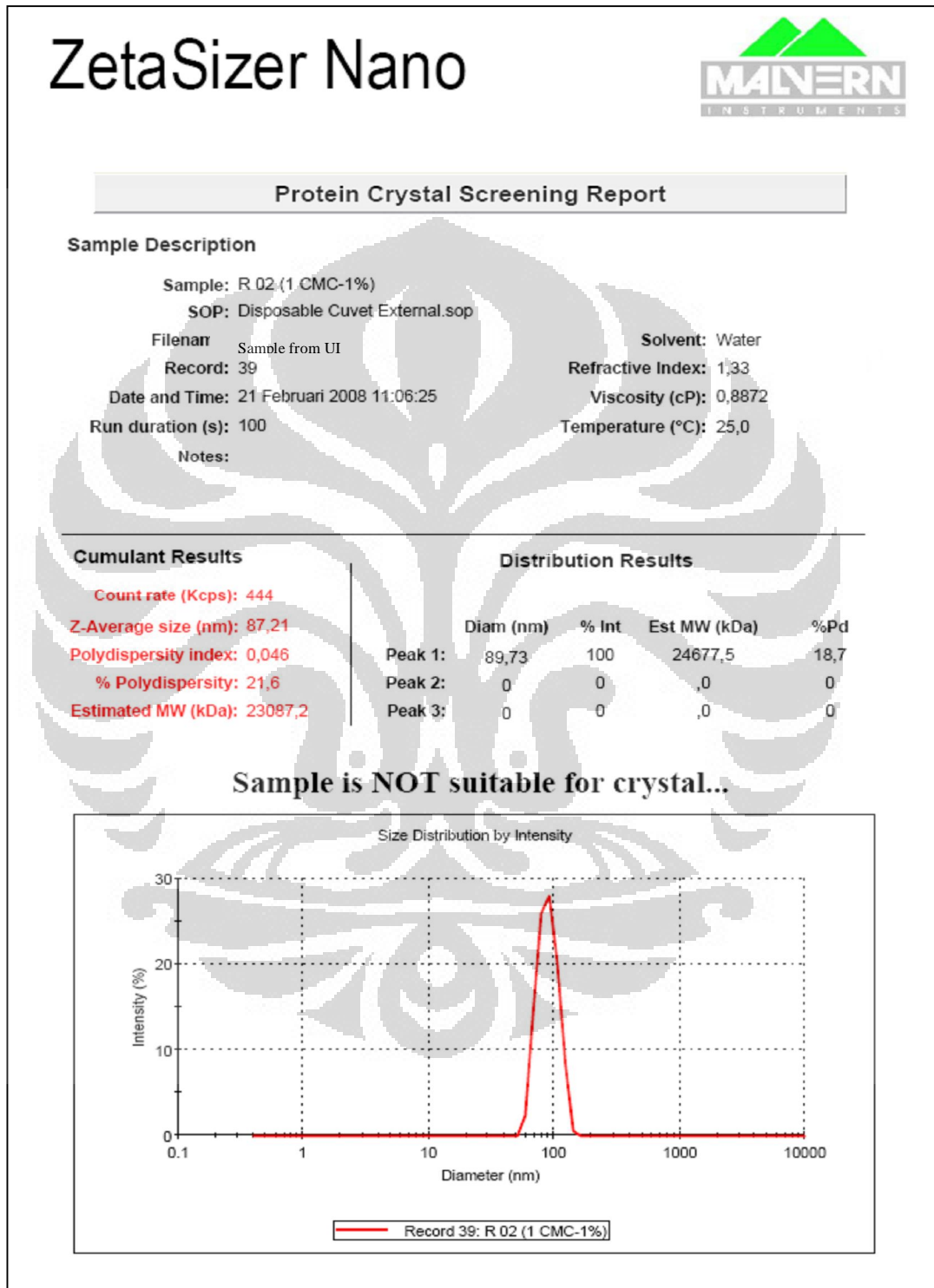
❖ Persen konversi (kedekatan persen kandungan padatan)

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

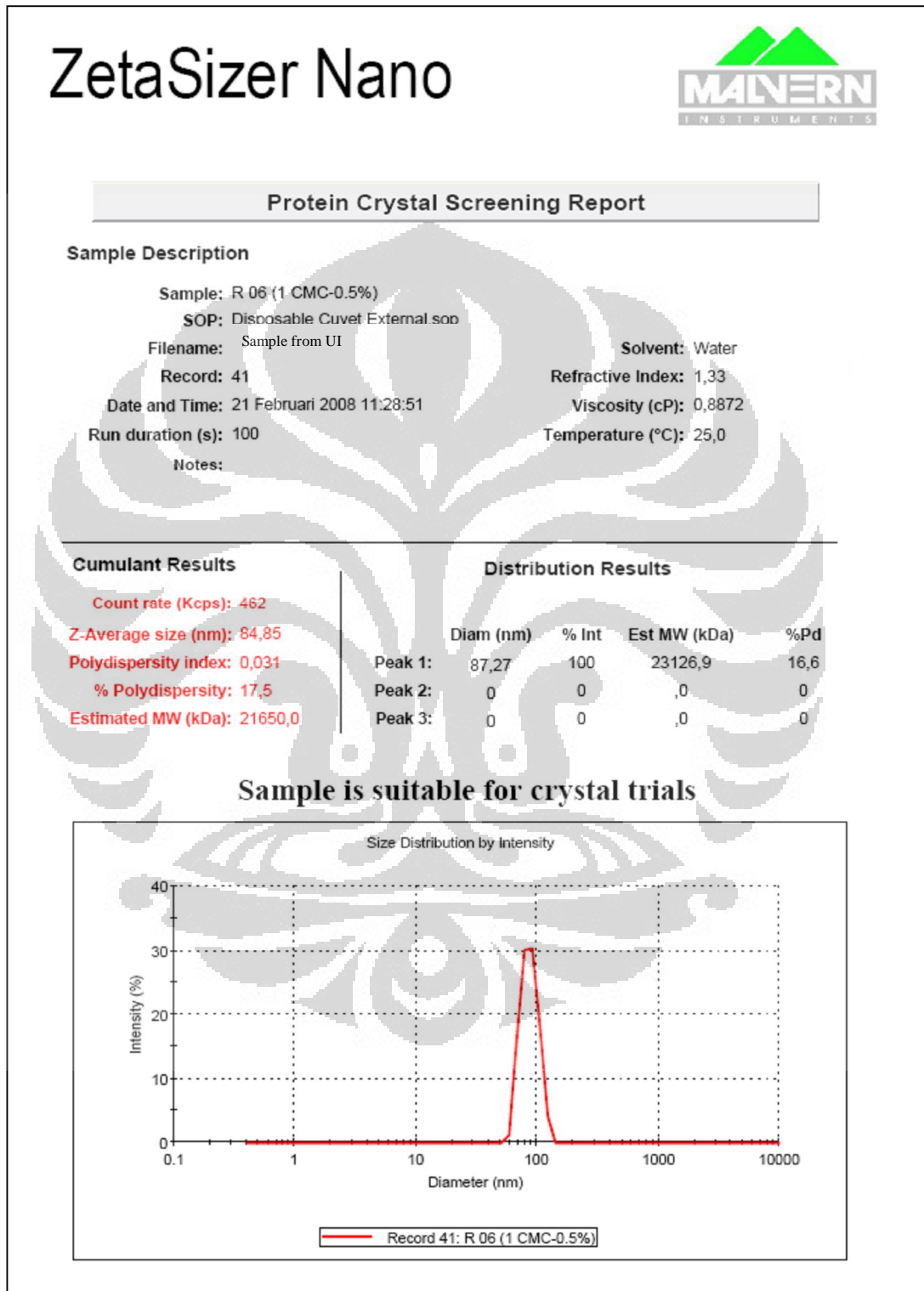
LAMPIRAN 5 : Ukuran dan distribusi ukuran partikel R 01



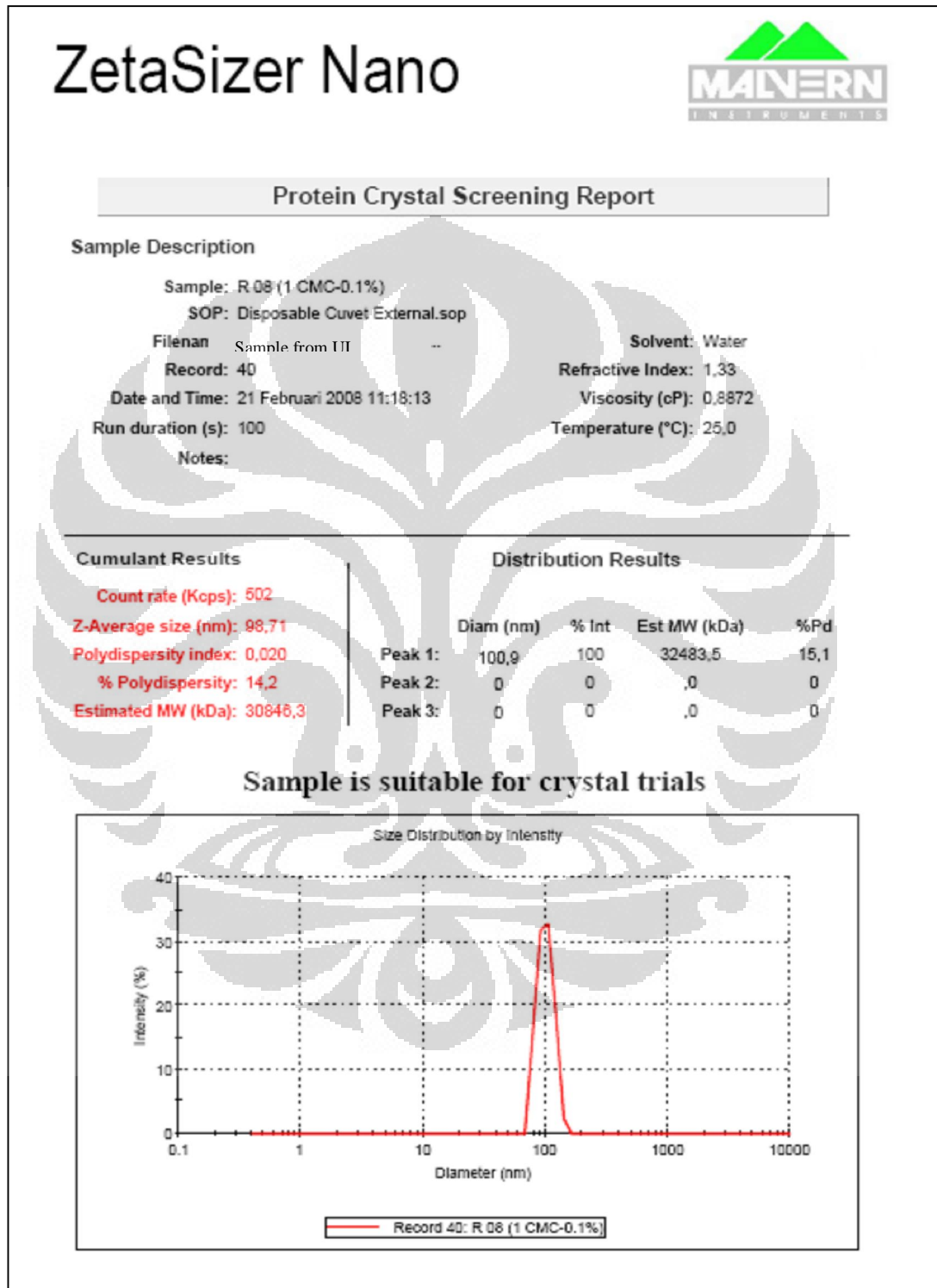
LAMPIRAN 6 : Ukuran dan distribusi ukuran partikel R 02



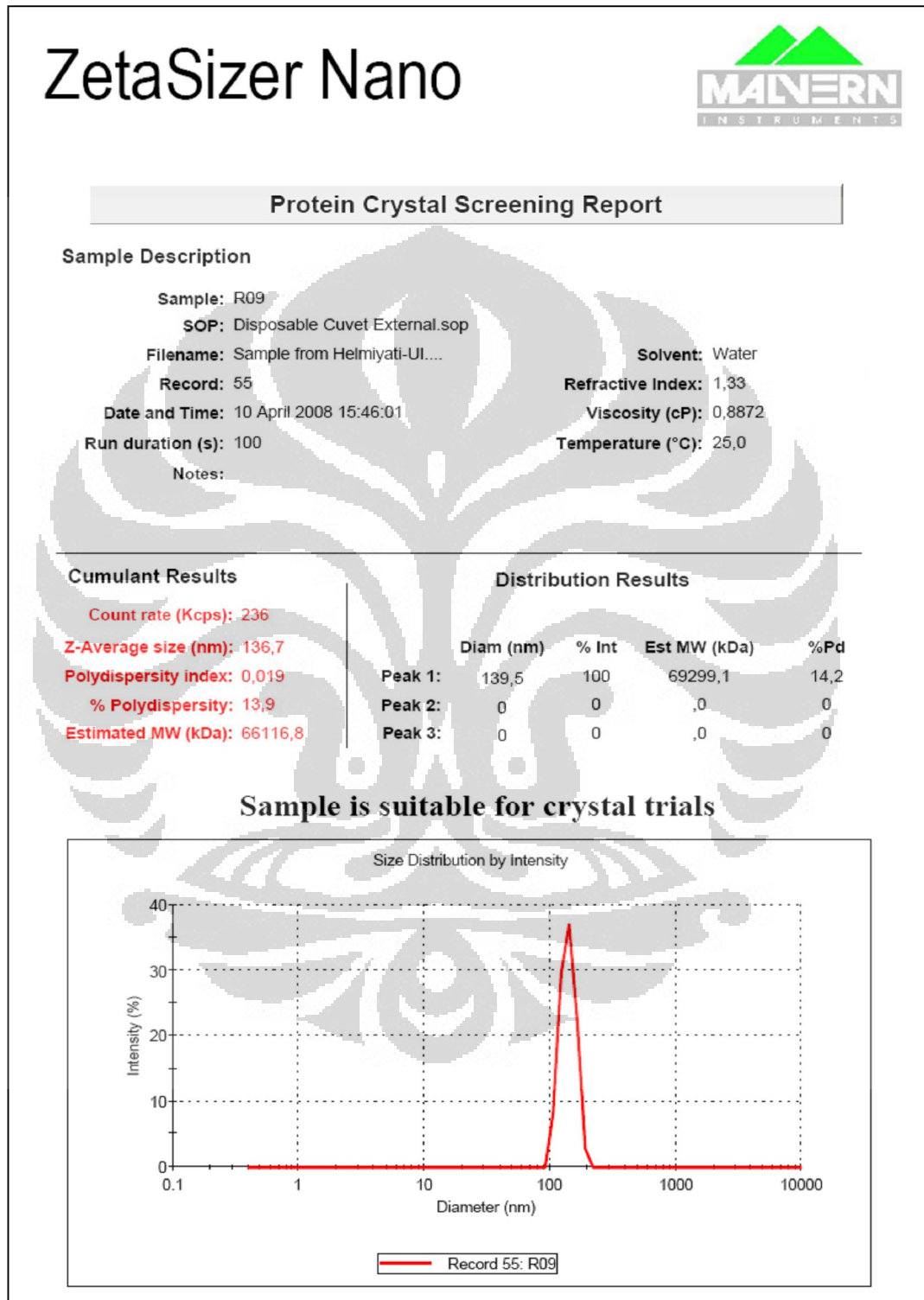
LAMPIRAN 7 : Ukuran dan distribusi ukuran partikel R 06



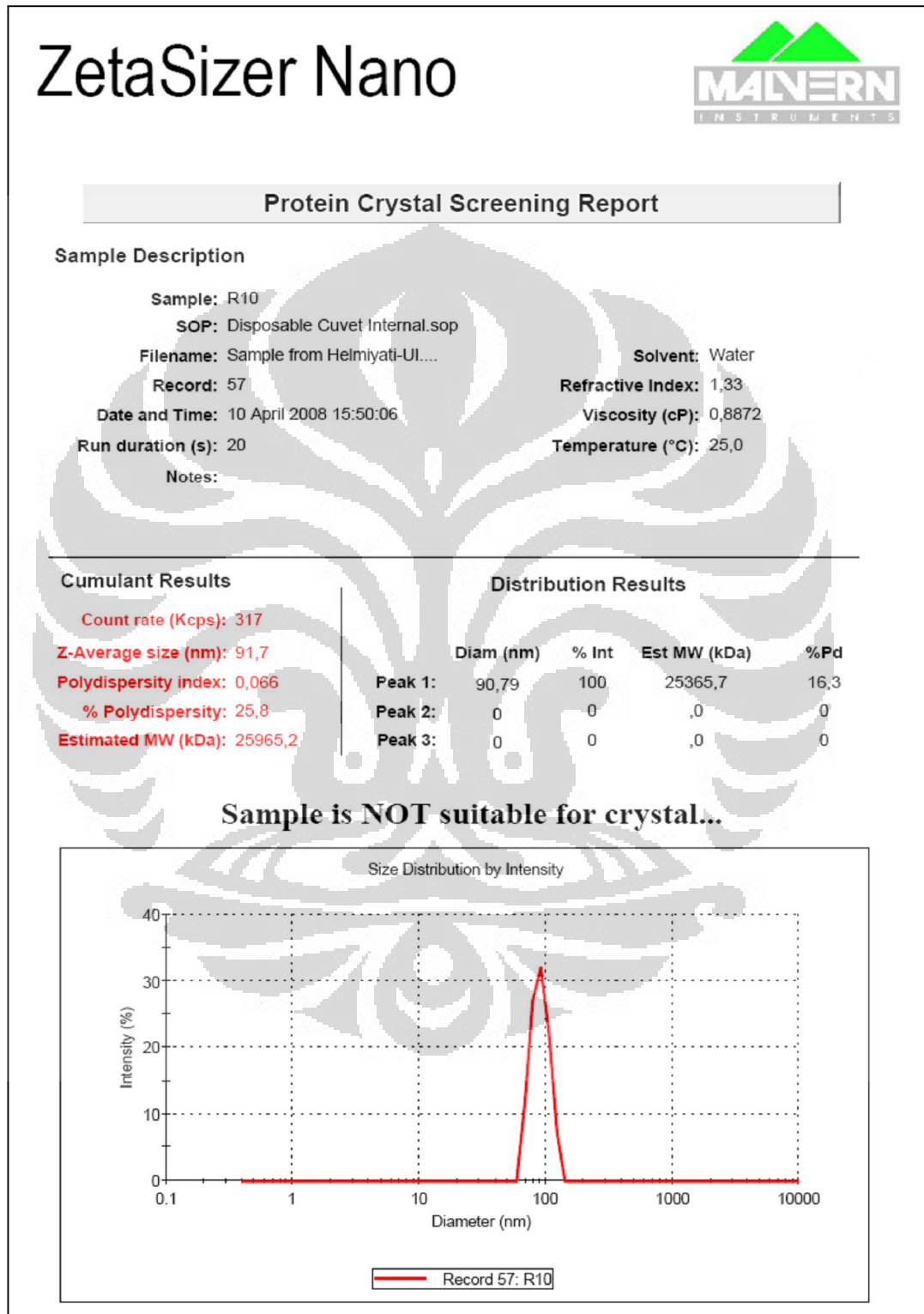
LAMPIRAN 8 : Ukuran dan distribusi ukuran partikel R 08



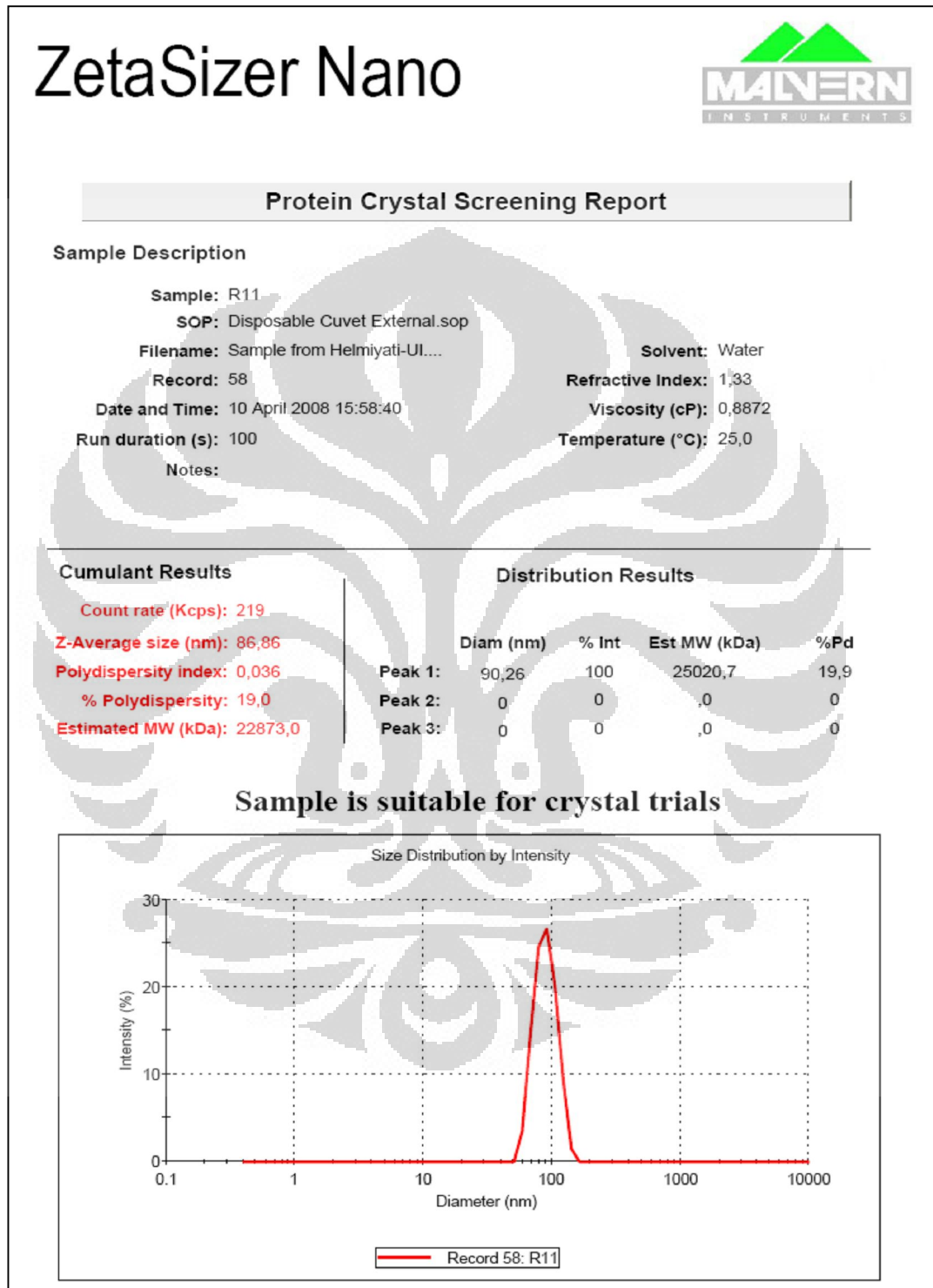
LAMPIRAN 9 : Ukuran dan distribusi ukuran partikel R 09



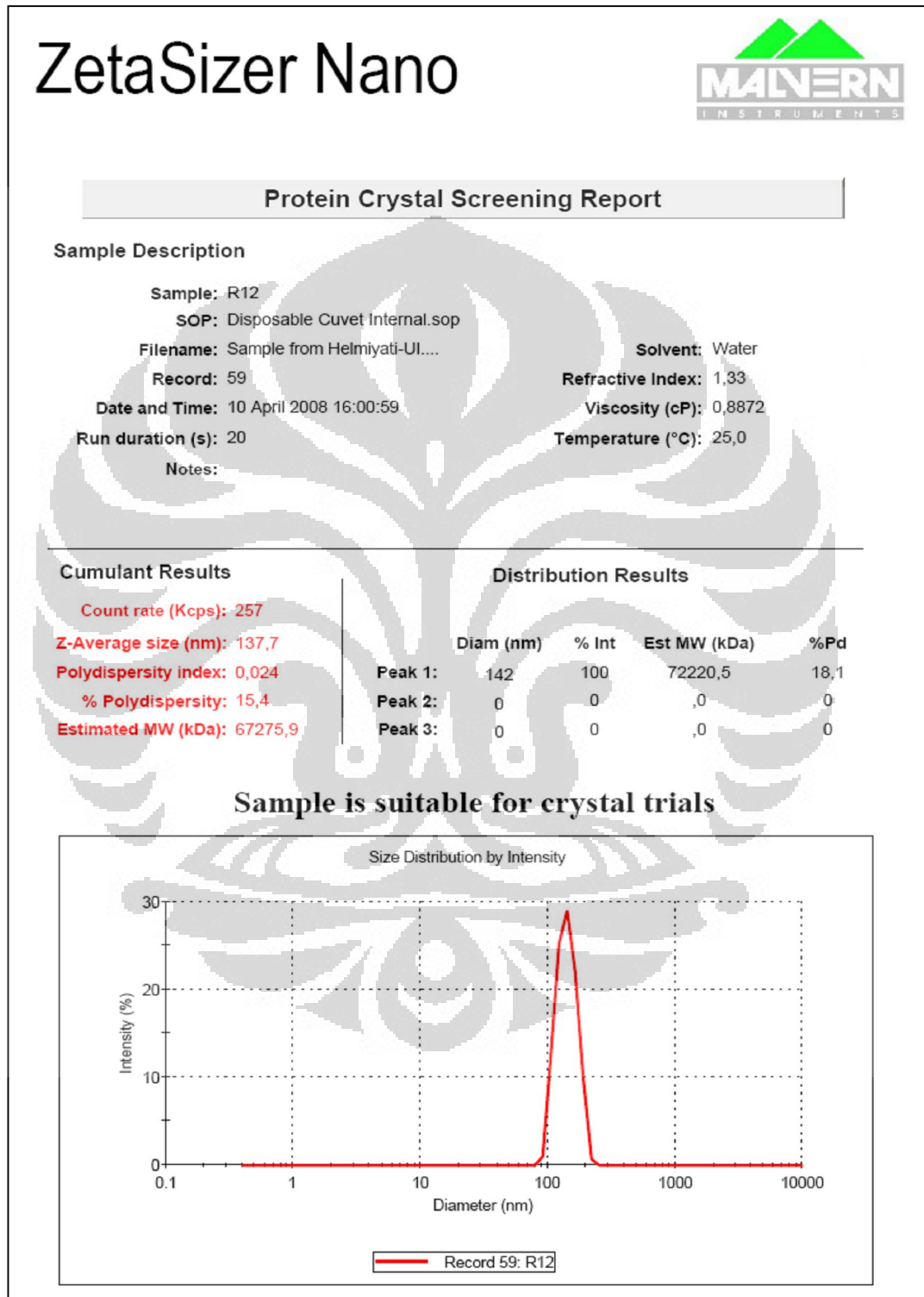
LAMPIRAN 10 : Ukuran dan distribusi ukuran partikel R 10



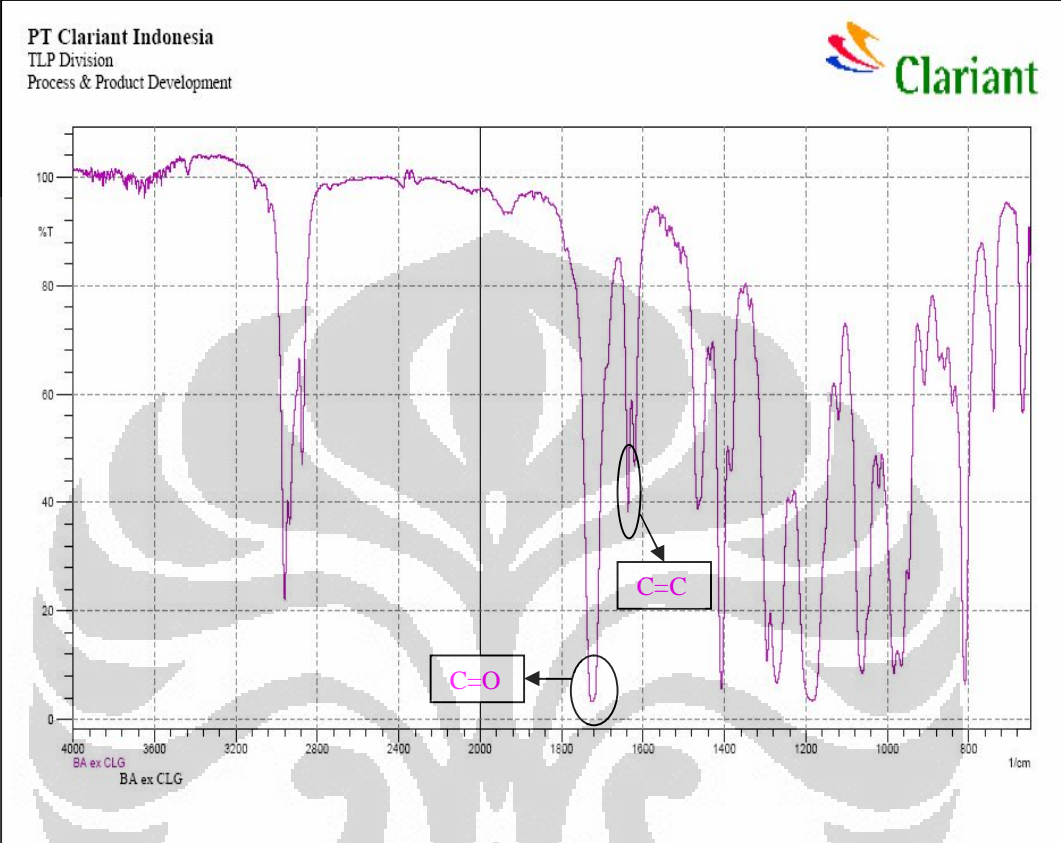
LAMPIRAN 11 : Ukuran dan distribusi ukuran partikel R 11



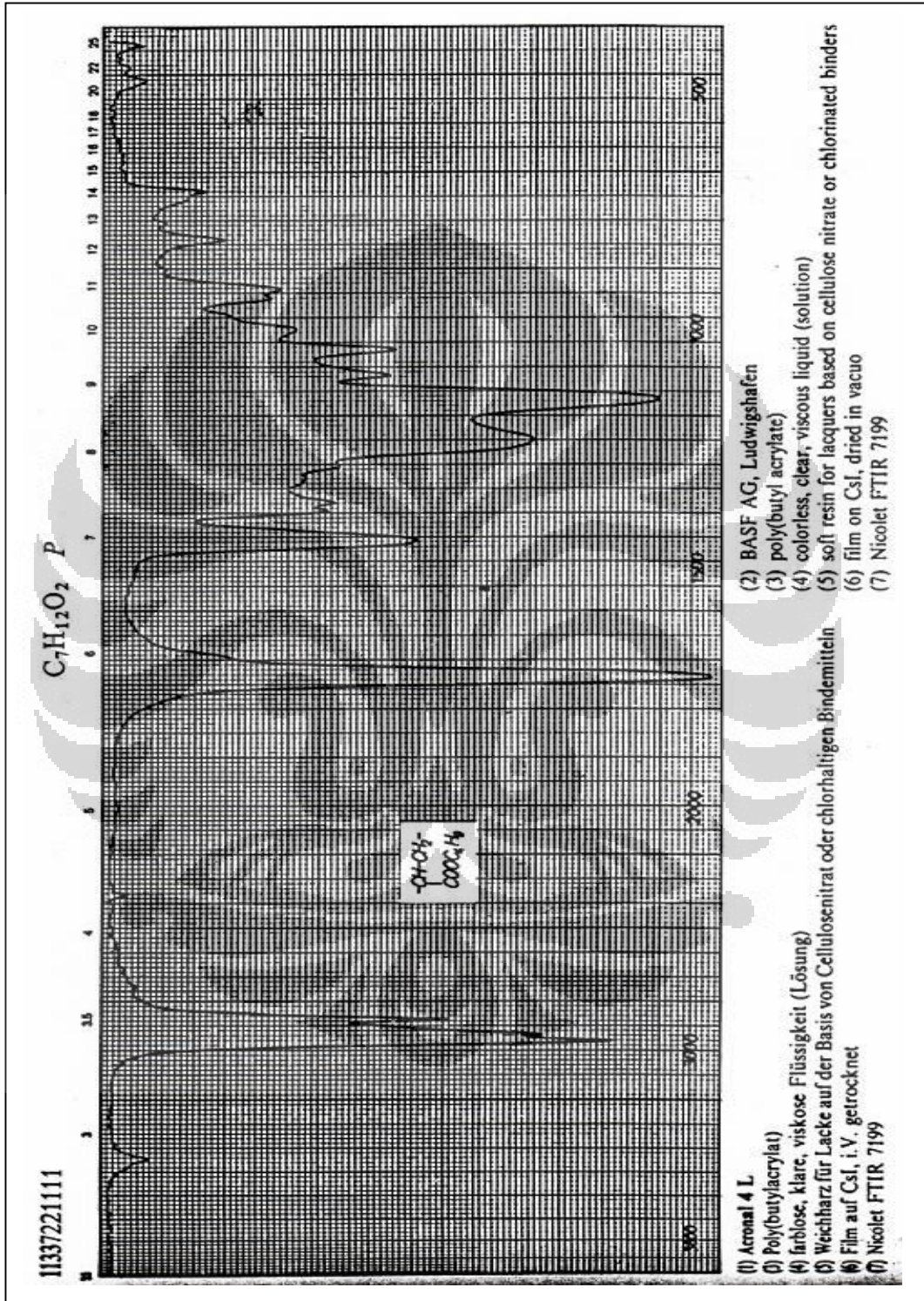
LAMPIRAN 12 : Ukuran dan distribusi ukuran partikel R 12



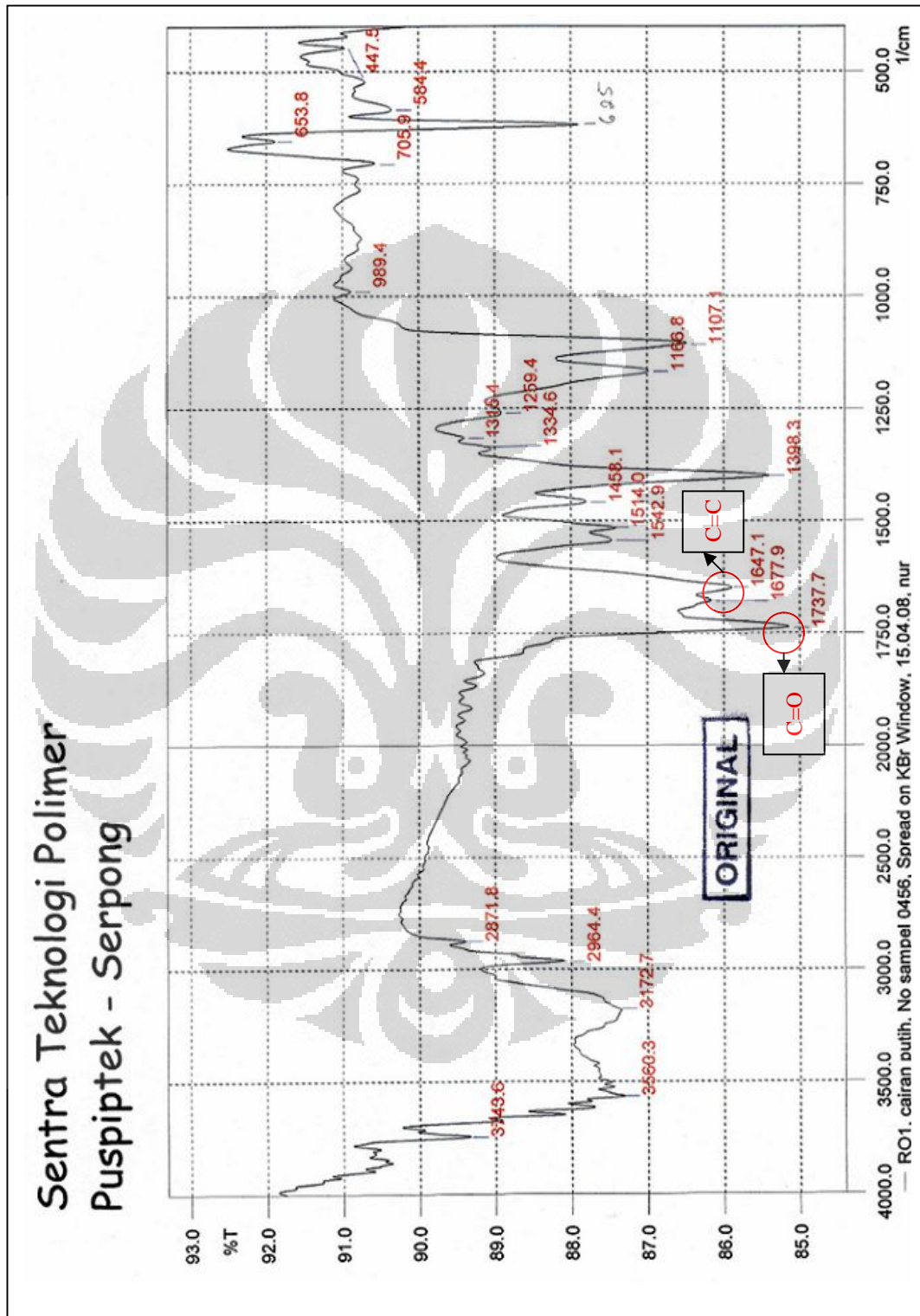
LAMPIRAN 13 : Spektrum FTIR monomer butil akrilat



LAMPIRAN 14 : Spektrum FTIR standar poli(butil akrilat)



LAMPIRAN 15 : Spektrum FTIR polimer butil akrilat



LAMPIRAN 16 : Kurva DSC polimer butil akrilat

