

BAB III

METODE PENELITIAN

Proses polimerisasi stirena dilakukan dengan sistem *seeding*. Bejana reaktor diisi dengan *seed* stirena berupa campuran air, stirena, dan surfaktan dengan jumlah stirena yang dimasukkan sekitar 6% dari keseluruhan berat stirena yang akan digunakan. Campuran ini dimasukkan dalam reaktor dan disebut sebagai *initial charge*. *Initial charge* diaduk pada kecepatan sekitar 200-300 rpm dan suhu reaktor dimulai pada 25°C kemudian secara perlahan-lahan selama satu jam suhu dinaikkan hingga mencapai suhu 70°C yaitu suhu dimana terjadinya inisiasi inisiator redoks ammonium persulfat (APS). Setelah itu kemudian dilakukan *shot* yaitu memasukkan inisiator APS kedalam reaktor yang berisi *initial charge*. *Shot* dilakukan selama 10 menit untuk membentuk radikal-radikal bebas yang nantinya akan bereaksi dengan monomer dari larutan pre-emulsi, baru setelah itu dilakukan *feeding*. *Feeding* merupakan penambahan larutan pre-emulsi dimana larutan pre-emulsi merupakan campuran dari air, stirena, SLS dan KOH. *Feeding* dilakukan selama dua jam. Selama proses *feeding*, surfaktan dan monomer dari larutan pre-emulsi akan terdistribusi kedalam inti-inti yang sebelumnya terbentuk selama proses *seeding* baru kemudian dilakukan proses *aging* atau pasca polimerisasi selama dua jam tanpa penambahan stirena lebih lanjut. Selama

feeding, suhu larutan dalam reaktor dijaga sekitar 70°-75°C, sedangkan untuk proses *aging* suhu dijaga sekitar 80°C. Setelah proses polimerisasi selesai, larutan polimer didinginkan untuk selanjutnya dilakukan karakterisasi. Adapun karakterisasi tersebut meliputi pengukuran terhadap nilai *solid content*, ukuran dan distribusi ukuran partikel, viskositas serta dilakukan pengukuran FTIR dan DSC.

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain monomer stirena, surfaktan sodium lauril sulfat (SLS), inisiator termal amonium persulfat (APS), Kalium hidroksida (KOH) dan air demineral.

3.1.2 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah satu perangkat reaktor skala laboratorium yang terdiri dari *glass vessel* berkapasitas 1 kg, *waterbath*, *mechanical stirrer*, 2 buah *funnel*, *stopwatch*, termometer, kondensor, dan *magnetic stirrer* untuk menjaga pre-emulsi agar tidak terpisah. Selain itu juga dipergunakan alat-alat gelas yang biasa dipergunakan di laboratorium seperti *beaker glass*, pipet ukur dan gelas ukur. Untuk pengukuran dipergunakan alat-alat antara lain oven untuk

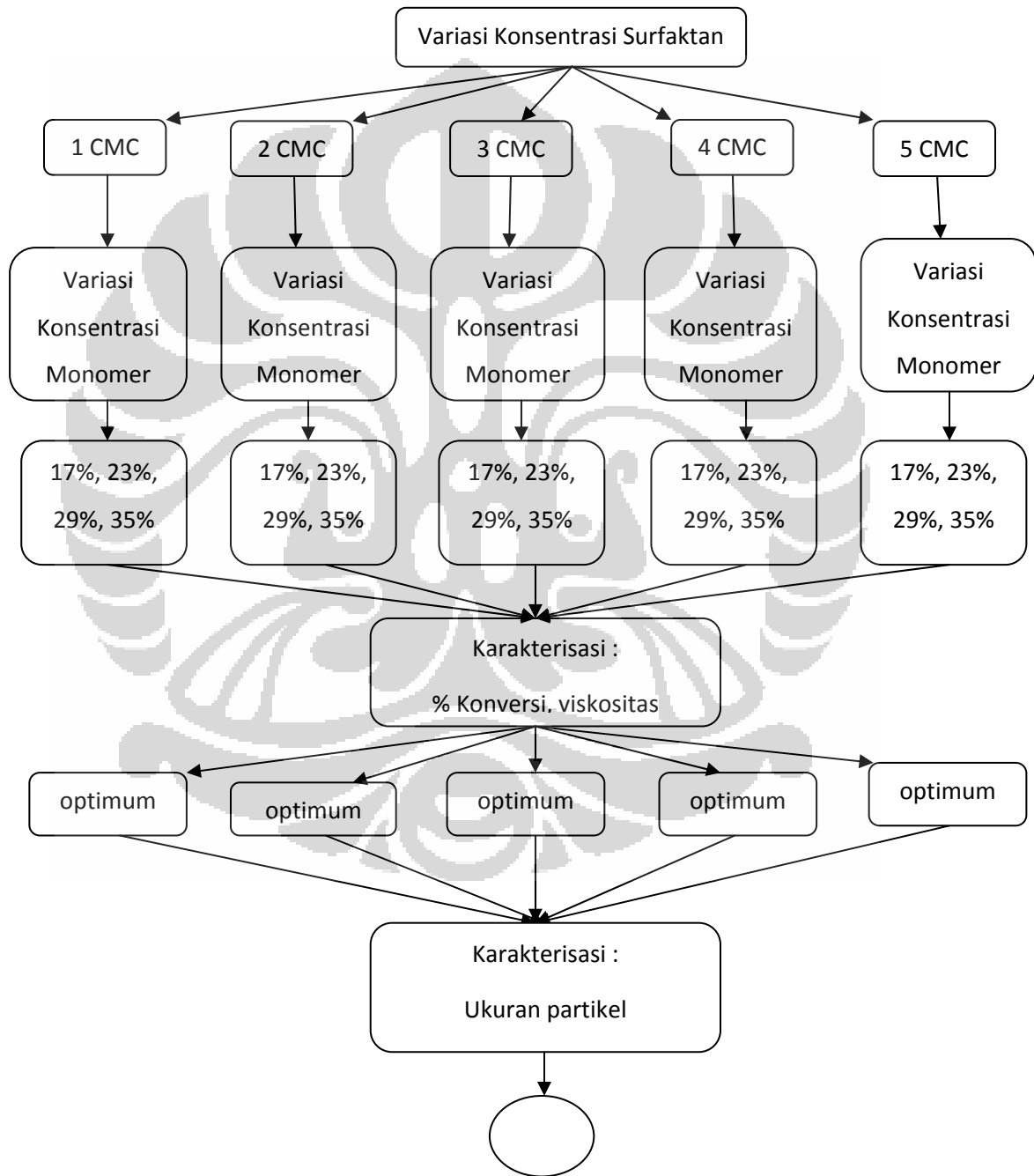
memanaskan polimer yang akan diukur kandungannya, viskometer tipe Brookfield untuk mengukur viskositas polimer, neraca analitik untuk menimbang, *malvern zeta nano particle analyzer nano series* untuk mengukur ukuran partikel polimer, DSC untuk mengukur temperatur transisi gelas (T_g) dan FTIR untuk karakterisasi gugus fungsi. Gambar 3.1 merupakan gambar dari reaktor skala laboratorium yang dipergunakan pada penelitian ini.

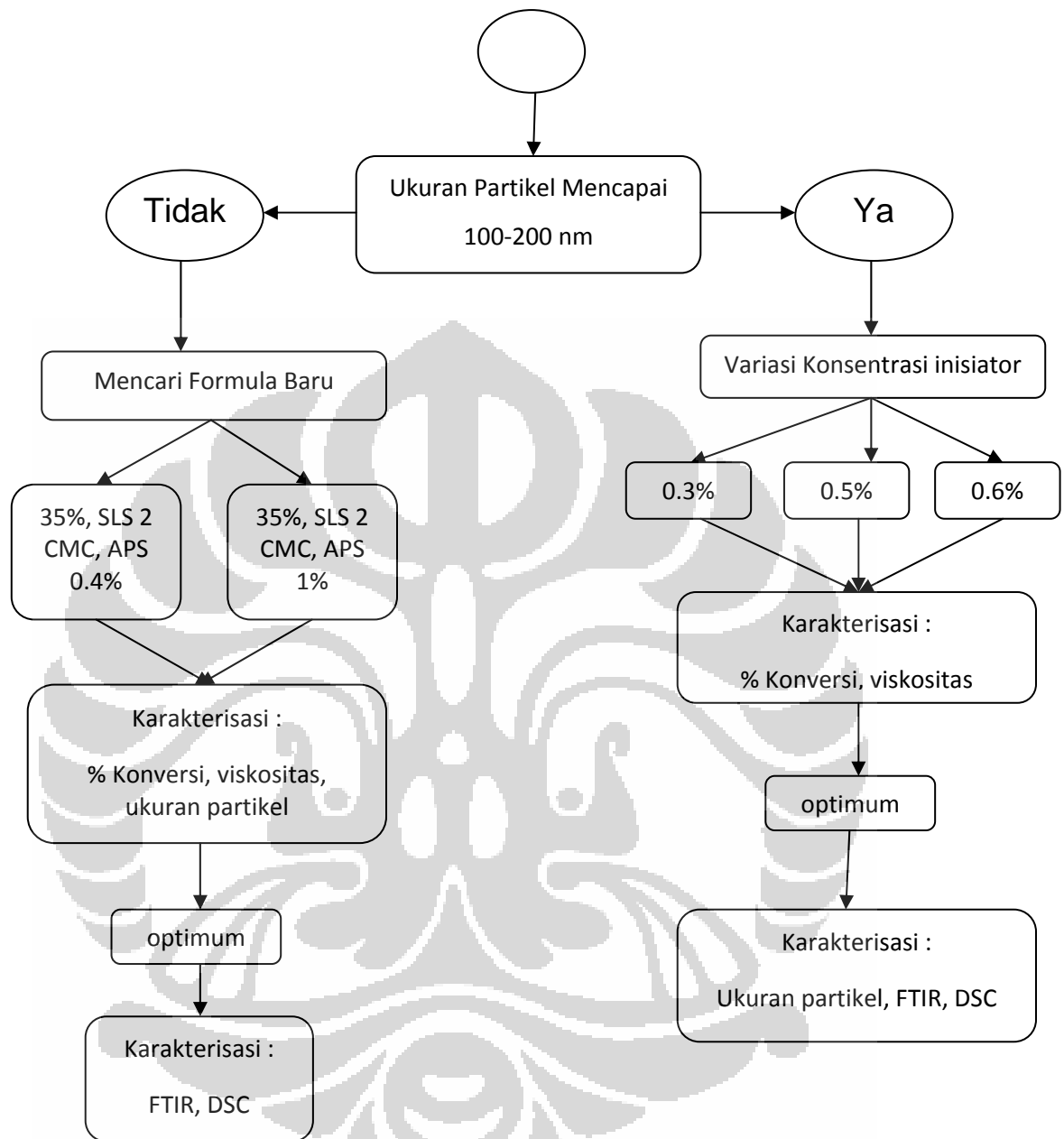


Gambar 3.1 Reaktor skala laboratorium yang digunakan

3.2 Diagram Rancangan Umum Tahapan Polimerisasi

3.2.1 Polimerisasi Stirena Teknik *Seeding* dengan APS 0.4%





3.3 Metode Penelitian

3.3.1 Optimasi Polimerisasi Stirena dengan Konsentrasi Inisiator APS 0.4%

Optimasi ini dilakukan bila pada optimasi polimerisasi *core* stirena dengan konsentrasi inisiator APS 0.1% tidak menghasilkan polimer emulsi yang baik seperti terjadi dua fasa atau masih ada larutan monomer stirena tersisa yang tidak terpolimerisasi menjadi homopolimer polistirena. Kondisi optimasi sama seperti pada optimasi dengan konsentrasi inisiator 0.1%, yang berbeda hanyalah konsentrasi inisiator APS yang digunakan ditingkatkan menjadi 0.4%. Parameter yang divariasikan pun sama yakni konsentrasi surfaktan SLS 1,2,3,4,5 CMC dan persen monomer stirena 17%, 23%, 29%, 35%. Teknik yang dipakai adalah *seeding*.

3.3.3 Optimasi Polimerisasi Stirena dengan Variasi Konsentrasi Inisiator

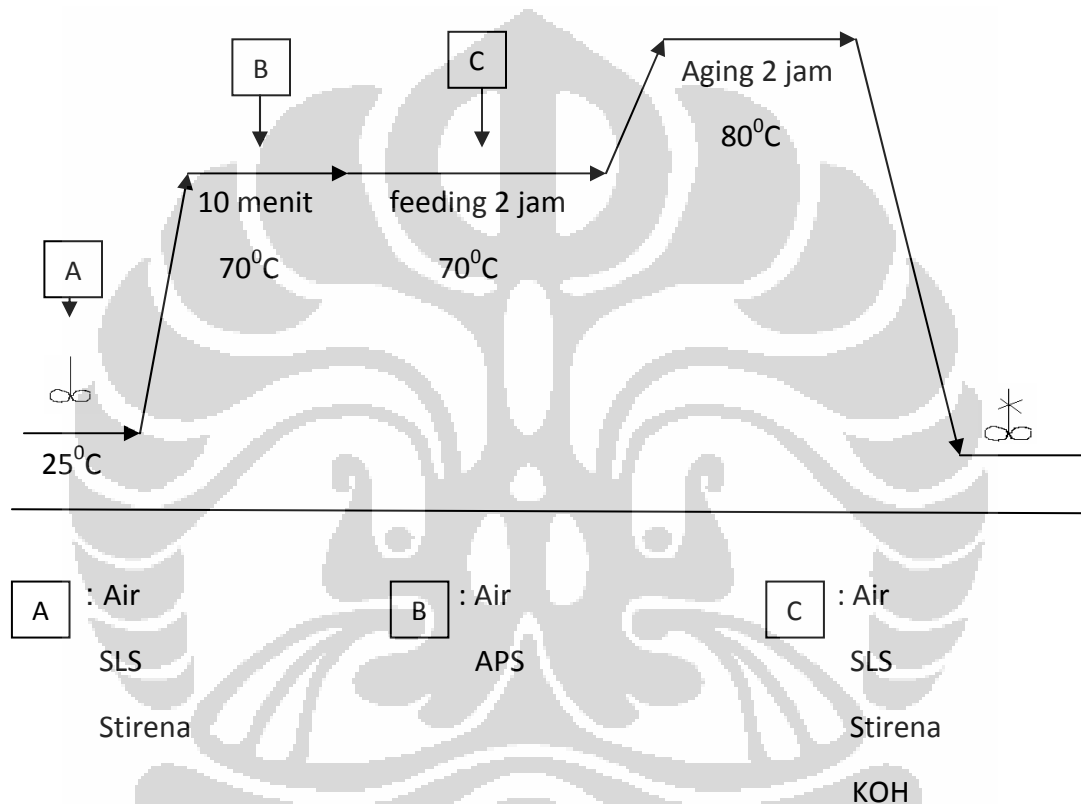
Optimasi ini dilakukan setelah diperoleh kondisi optimum dari optimasi 3.2.1. Kondisi optimum tersebut adalah apabila hasil karakterisasi berupa ukuran partikel dari homopolimer polistirena mendekati atau lebih besar dari 100 nm. Apabila kondisi optimum telah didapatkan maka langkah selanjutnya

adalah memvariasikan konsentrasi inisiator APS 0.3%, 0.5%, 0.6% terhadap formula yang menghasilkan ukuran partikel paling optimum dan monodispers.

3.3.4 Optimasi Polimerisasi Stirena dengan Formula Baru

Optimasi ini dilakukan apabila tidak diperoleh kondisi optimum yakni ukuran partikel yang dihasilkan tidak ada yang mendekati atau mencapai 100 nm dari optimasi 3.2.1. Maka dari itu akan dilakukan pengukuran kembali terhadap formula 35% monomer, APS 0.4%, SLS 2 CMC dan formula baru yakni 35% monomer, APS 1%, SLS 2 CMC untuk melihat pengaruh dari penambahan konsentrasi inisiator APS dan persen monomer stirena terhadap ukuran partikel yang dihasilkan. Kedua formula tersebut akan dilakukan karakterisasi terhadap solid content, viskositas, ukuran dan distribusi ukuran partikel. Dan dari formula yang menghasilkan ukuran partikel 100-200 nm akan dilakukan karakterisasi lebih lanjut menggunakan FTIR dan DSC.

3.4 Bagan Alir Percobaan secara Umum



Gambar 3.3 Tahapan polimerisasi stirena

3.5 Metode Pengujian Hasil Polimerisasi

3.5.1 Kandungan Padatan (ASTM D 4456)

Kandungan padatan ditentukan dengan cara menimbang polimer emulsi sebanyak 2 gram kemudian dipanaskan dalam oven pada suhu 105°C

selama 2 jam. Setelah 2 jam, padatan disimpan dan didinginkan dalam desikator. Setelah dingin, padatan baru ditimbang beratnya dan di konversi ke dalam persen.

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

dimana W_1 : Berat wadah kosong

W_2 : Berat wadah kosong + berat sampel polimer emulsi kering

W_3 : Berat sampel

3.5.2 Kekentalan (Metode *Brookfield* RVT)

Sampel ditempatkan dalam suatu wadah yang memiliki luas permukaan yang sama. Diukur kekentalannya dengan mengatur *spindle* dan rpm yang tepat pada alat viscometer yang digunakan pada temperatur ruang. Kemudian skala yang diperoleh pada alat viscometer dicatat pada skala yang stabil selama beberapa detik. Misal pengukuran dilakukan dengan menggunakan :

Spindle : 5

Rpm : 20

Skala baca : 40

Maka kekentalannya adalah = $40 \times 500 = 20000$ cPs (angka 500 diperoleh dari tabel pada alat).

3.5.3 Pengukuran Distribusi Ukuran Partikel

Sampel diambil dengan menggunakan ujung pengaduk dilarutkan dengan 300 ml air demineral dan diaduk sampai homogen. Larutan sampel harus sedikit transparan, dimasukkan ke dalam *disposable plastic cuvet* dengan tinggi larutan maksimum 15 mm. Sampel diukur menggunakan *Zeta Nano Particle Analyzer* dengan setting run 5 kali pengukuran per sampel pada attenuator lebar *slit* yang optimum yaitu sekitar 6 – 8. 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.

3.5.4 Pengukuran Spektum FTIR

- A. Pengukuran sampel film menggunakan ATR *Zirconia*.

Dibuat ukuran yang sama dari lapisan film yang akan diuji, p x l : 2 x 0,5 cm. Diletakkan di atas alat ATR *Zirconia*, ditempatkan pada ruang pengukuran.

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).

Ditimbang 0,5 – 1 gram sampel lalu digerus sampai halus. Sebanyak 5% sampel diaduk dengan serbuk KBr, kemudian diletakkan dalam tempat sampel. Serbuk KBr sebagai blanko diletakkan dalam tempat sampel, ditempatkan pada ruang pengukuran. Kemudian dilakukan pengukuran blanko KBr secara otomatis, setting *range* panjang gelombang mulai 650 cm^{-1} sampai 4000 cm^{-1} . Untuk pengukuran sampel dilakukan prosedur sama seperti pengukuran blanko.

3.5.5 Pengukuran Menggunakan DSC

Sampel ditimbang sebanyak 5 – 20 mg. Untuk sampel serbuk, sampel langsung digerus halus, dan diletakkan di dalam pan. Untuk sampel *rubbery*,

sampel *dicasting* pada plat kaca dan dikeringkan, kemudian film yang dihasilkan dipotong seukuran pan (diameter film sekitar 3-4 mm). Sampel dalam *pan dicrimping* dengan tutup *stainless steel* menggunakan alat *crimp*. Alat DSC dihidupkan, dengan mengalirkan gas nitrogen dan setting kenaikan suhu 2°C per menit. Untuk kalibrasi temperatur dan panas DSC, pada alat diletakkan blanko berupa *pan* kosong dan sampel berisi zat pengkalibrasi yaitu Indium dan Seng.

Setelah kalibrasi selesai, sampel Indium dan/atau Seng diganti dengan sampel polimer yang akan diukur, dan *pan* blanko tetap pada posisi semula selama pengukuran. Untuk sampel serbuk yang rapuh (T_g tinggi), alat disetting 50 derajat celcius di bawah T_g . Untuk sampel *rubbery* (T_g rendah) digunakan nitrogen cair untuk setting temperatur sangat rendah.

3.5.6 Pengukuran Berat Molekul

Pertama-tama, scattering standard cell dimasukkan kedalam alat *Zeta Nano Particle Analyzer* untuk diukur intensitas scattering dari scattering standard yang digunakan. Setelah itu, konsentrasi sampel yang pertama dimasukkan kedalam alat *Zeta Nano Particle Analyzer* lalu mengetik konsentrasi sampel pada kotak dialog yang tersedia di software yang ada. Pengukuran konsentrasi sampel diteruskan hingga seluruh konsentrasi sampel selesai diukur kemudian hasil akhirnya akan dikalkulasi.