

**PENGARUH WAKTU FOTOPOLIMERISASI PADA  
METODE *UV CURING* TERHADAP  
KARAKTERISTIK SENYAWA POLIMER  
KOLESTERIL AKRILAT**

**Skripsi**

**Disusun untuk memenuhi salah satu syarat  
memperoleh gelar Sarjana Sains**





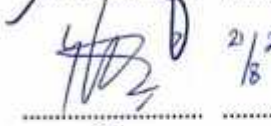




**Fuji Lestari  
3325130958**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI JAKARTA  
2017**

## LEMBAR PENGESAHAN

Pengaruh Waktu Fotopolimerisasi pada Metode UV Curing terhadap Karakteristik Senyawa  
Polimer Kolesteril Akrilat

Nama Mahasiswa : Fuji Lestari  
No. Registrasi : 3325130958  
Program Studi : Kimia

Nama	Tanda Tangan	Tanggal
Penanggung Jawab Dekan : <u>Prof. Dr Suyono, M.Si</u> NIP.19671218 199303 1 005		23/8/2017
Wakil Penanggung Jawab Wakil Dekan I : <u>Dr. Muktiningsih N., M.Si</u> NIP.19640511 198903 2 001		23/8/2017
Ketua : <u>Dr. Yusmaniar, M.Si</u> NIP.19620626 199602 2 001		21/8/2017
Sekretaris : <u>Dr. Setia Budi, M.Sc</u> NIP.19790621 200501 1 001		16/8/2017
Anggota Penguji : <u>Irma Ratna K., M.Sc.Tech</u> NIP.19721204 200501 2 001		18/8/2017
Pembimbing I : <u>Dr. Afrizal, M.Si</u> NIP.19730416 199903 1 002		21/8/2017
Pembimbing II : <u>Arif Rahman, M.Sc</u> NIP.19790216 200501 1 003		22/8/2017
Tanggal Lulus : Senin, 14 Agustus 2017		

## LEMBAR PERNYATAAN

Saya menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi dengan judul **“Pengaruh Waktu Fotopolimerisasi pada Metode UV Curing terhadap Karakteristik Senyawa Polimer Kolesteril Akrilat”** yang disusun sebagai syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dari Program Studi Kimia Universitas Negeri Jakarta adalah karya ilmiah saya dengan arahan dari dosen pembimbing.

Sumber informasi yang diperoleh dari penulis yang telah dipublikasikan yang disebutkan dalam teks skripsi ini, telah dicantumkan dalam Daftar Pustaka sesuai dengan norma, kaidah dan etika penulisan ilmiah.

Jika dikemudian hari ditemukan sebagian besar skripsi ini bukan hasil karya saya sendiri dalam bagian-bagian tertentu, saya bersedia menerima sanksi lainnya sesuai dengan peraturan perundang-undangan yang berlaku.

Jakarta, 14 Agustus 2017



Fuji lestari



## *Bismillahirrahmanirrahim*

Yang utama,

Kupanjatkan alhamdulillah, puji syukur kepada Allah SWT, atas berkat rahmatNya yang telah memberikanku begitu banyak nikmat, kekuatan, kesabaran, serta kemudahan, pada akhirnya skripsi yang sederhana ini dapat terselesaikan. Sholawat serta salam semoga selalu tercurahkan kepada Rasulullah SAW., keluarga, dan sahabat.

### **Kedua Orangtuaku**

Sebagai tanda bakti, hormat, dan rasa terimakasih yang tiada terhingga. Kupersembahkan karya kecil ini kepada mama dan bapak yang telah memberikan begitu banyak dukungan, dan kasih sayang yang tidak mungkin dapat kubalas. Terimakasih untuk tetap memotivasiku, mendoakanku, menasihatkuku untuk menjadi lebih baik lagi dan menyanggalku tanpa kenal lelah. Terimakasih Mama....Terimakasih Bapak...

### **Dosen pembimbingku**

Terimakasih untuk kedua dosenku yang kuhormati, Bapak Afrizal dan Bapak Arif Rahman, yang selalu sabar membimbingku, mendengarkanku, membantuku, dan mengajarku ilmu-ilmunya hingga terselesaikan penelitian dan skripsi ini.

### **Kedua Adikku**

Tidak pernah terbayangkan aku akan memiliki adik tambahan di usia 21 tahun, tapi kehadirannya memberikan kebahagiaan, semangat, serta motivasi yang lebih utukku. Terimakasih Vian dan Yumna atas hiburan dan kasih sayang yang kalian berikan.

### **Sahabatku**

Terimakasih Anisa, Arum, Qiqi untuk sepenggal cerita yang bermula di kampus ini, kalian seperti ligan yang menstabilkan aku sebagai senyawa kompleks, karena dukungan, bantuan, nasehat, hiburan, doa dan semangat kalian aku bisa bertahan hingga akhir. Kalian seperti keluarga kedua bagiku semoga pertemanan ini tetap terjaga dengan baik.

Untuk kamu yang selalu ada di setiap cerita. Kamu seperti Dopamin yang menjadi salah satu alasanku untuk tetap tersenyum dan terus melangkah. Teruntuk kamu yang selalu sabar, pengertian dan selalu menemaniku dalam senang dan susah. Terimakasih untuk kamu yang juga memotivasiku dan terus mendorongku menjadi lebih baik

" Tersenyumlah, senyummu akan memberikan sedikit kebahagiaan bagi orang lain"

## ABSTRAK

FUJI LESTARI. Pengaruh Waktu Fotopolimerisasi Pada Metode UV Curing Terhadap Karakteristik Senyawa Polimer Kolesteril Akrilat. Skripsi. Jakarta: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri jakarta.2017

Fotopolimerisasi kolesteril akrilat menggunakan metode UV *curing* telah berhasil dilakukan hingga memperoleh fasa nematik kiral, yang memiliki struktur stabil pada suhu yang ditentukan. Fotopolimerisasi monomer akrilat dilakukan dengan pemaparan sinar UV bersumber dari lampu merkuri berdaya 55 watt selama 5, 10, 15, 20, dan 25 menit. Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan fotopolimerisasi berlangsung sempurna setelah 10 menit yang ditandai hilangnya gugus C=C pada bilangan gelombang  $1624.06\text{ cm}^{-1}$ . Difraktogram XRD menunjukkan pola difraksi XRD fasa nematik kiral (kolesterik) dengan sudut  $2\theta$  pada  $15^{\circ}$ - $20^{\circ}$  dan jumlah puncak difraksi berbeda-beda untuk perlakuan 5, 10 dan 15 menit. Data SEM menunjukkan struktur morfologi berbentuk balok dan memiliki arah orientasi yang sama, kecuali pada menit ke 15 arah orientasinya tidak beraturan. Data-data spektroskopi tersebut menunjukkan lamanya waktu pemaparan sinar UV pada proses fotopolimerisasi berpengaruh terhadap karakteristik polimer kolesteril akrilat.

Kata kunci : *Kristal Cair, Kolesteril Akrilat, UV curing, Polimer Kolesteril Akrilat.*

## ABSTRACT

FUJI LESTARI. Pengaruh Waktu Fotopolimerisasi Pada Metode UV Curing Terhadap Karakteristik Senyawa Polimer Kolesterol Akrilat. Dibawah Bimbingan AFRIZAL, ARIF RAHMAN

The photopolymerisation of cholesteryl acrylate using UV curing method has been successfully performed to obtain a chiral nematic phase, which has a stable structure at a prescribed temperature. Photopolymerization of acrylic monomers was performed by UV exposure from 55 watt mercury lamps for 5, 10, 15, 20, and 25 minutes. The FTIR characterization results show that photopolymerization is complete after 10 minutes marked by loss of C = C bond at wave number  $1624.06\text{ cm}^{-1}$ . Diffractogram XRD showed XRD diffraction pattern of chiral (cholesterolic) phenomenon with angle  $2\theta$  at  $15^{\circ}$ - $20^{\circ}$  and number of diffraction peaks varied for treatment 5, 10 and 15 minutes. The SEM data shows a morphological structure of bar shape and has the same orientation, except in the 15 minute the orientation direction is irregular. The spectroscopic data shows the duration of UV exposure time in the photopolymerization process has an effect on the characteristic of cholesterol polymer of acrylic.

Keyword : *Liquid Crystals, Cholesteryl Acrylate, UV curing, Polymer Cholesteryl Acrylate.*

## **KATA PENGANTAR**

Puji syukur kehadiran Allah SWT Yang Maha Melihat lagi Maha Mengetahui atas rahmat dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan penyusunan skripsi untuk melengkapi syarat-syarat guna memperoleh gelar Sarjana Sains, Program Studi Kimia di Universitas Negeri Jakarta, dengan judul skripsi Pengaruh Waktu Fotopolimerisasi pada Metode UV *Curing* terhadap Karakteristik Senyawa Polimer Kolesterol Akrilat. Dalam menyelesaikan skripsi ini penulis banyak mendapatkan bantuan, dan dorongan dari banyak pihak. Untuk itu penulis ingin berterima kasih kepada pihak-pihak yang telah membantu untuk menyelesaikan skripsi ini. Bapak Dr. Afrizal, M.Si dan Arif rahman, M.Sc, selaku dosen pembimbing Skripsi atas bimbingan serta arahannya sehingga skripsi ini dapat terselesaikan tepat waktu. Ibu Dr. Yusmaniar, M.Si selaku Koordinator Program studi Kimia UNJ, seluruh Bapak dan Ibu dosen program Studi Kimia UNJ yang telah memberikan ilmu yang bermanfaat kepada penulis. Ibu Dr. Fera Kurniadewi, M.Si selaku Kepala Laboratorium Kimia UNJ beserta para laboran yang telah membantu selama penelitian di laboratorium. Pihak-pihak lain yang telah membantu penulisan dalam menyelesaikan skripsi ini.

Penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua dan dapat menjadi motivasi bagi para penlit-peneliti lain. Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan, maka penulis mengharapkan kritikan dan saran demi menyempurnakan skripsi ini.

Jakarta, 30 Juli 2017

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>ABSTRAK .....</b>	<b>i</b>
<b>KATA PENGANTAR.....</b>	<b>iii</b>
<b>DAFTAR ISI.....</b>	<b>iv</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>v</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>vi</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>vii</b>
<b>BAB I   PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
A. Latar Belakang.....	1
B. Rumusan Masalah.....	2
C. Tujuan Penelitian .....	3
D. Manfaat Penelitian .....	3
<b>BAB II   TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>4</b>
A. Kristal cair .....	4
B. Kolesteril Akrilat .....	8
C. Fotopolimerisasi .....	9
D. <i>UV Curing</i> .....	10
E. Polimerisasi Adisi Radikal Bebas.....	11
F. Fotoinisiator .....	14
G. Fourier Transfer Infra Red (FTIR) .....	16
H. <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	18
I. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	19
<b>BAB III   METODOLOGI PENELITIAN .....</b>	<b>21</b>
A. Waktu dan Tempat.....	21
B. Metode Penelitian .....	21
C. Alat dan Bahan .....	21
D. Prosedur Penelitian .....	22
<b>BAB IV   HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>25</b>
A. Sintesis Kolesteril Akrilat.....	25
B. Fotopolimerisasi Monomer Kolesteril Akrilat.....	28
C. Karakterisasi Sampel .....	30
<b>BAB V   KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>37</b>
A. Kesimpulan .....	37
B. Saran .....	37
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>38</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>42</b>



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Diagram Fasa Zat .....	4
Gambar 2. Perbedaan Struktur Molekul Fasa Zat .....	5
Gambar 3. Sumbu Orientasi Molekul Berfasa Nematik .....	6
Gambar 4. Sumbu Orientasi Molekul Berfasa Smektik .....	6
Gambar 5. Sumbu Orientasi Molekul Berfasa Kolesterik .....	7
Gambar 6. Struktur Senyawa Penyusun Kolesteril Akrilat .....	8
Gambar 7. Struktur Molekul Senyawa Kolesteril Akrilat .....	8
Gambar 8. Analisis Monomer Kolesteril Akrilat dengan POM .....	9
Gambar 9. Reaksi Fotopolimerisasi .....	10
Gambar 10. Mekanisme <i>UV Curing</i> .....	11
Gambar 11. Reaksi Pembentukan Radikal .....	12
Gambar 12. Reaksi Adisi Ikatan Rangkap Vinil oleh Radikal .....	13
Gambar 13. Reaksi Propagasi <i>Head To Tail</i> .....	13
Gambar 14. Reaksi Terminasi Sesama Monomer Radikal .....	14
Gambar 15. Reaksi Terminasi Monomer dengan Radikal .....	14
Gambar 16. Reaksi Terminasi Radikal Fotoinisiator .....	14
Gambar 17. Reaksi Pemisahan Homolitik .....	15
Gambar 18. Struktur Molekul Fotoinisiator Darocure 1173 .....	15
Gambar 19. Reaksi Pembentukan Radikal pada Darocure 1173 .....	15
Gambar 20. Skema Alat FTIR .....	16
Gambar 21. Spektrum FTIR <i>Polyurethane Acrylate</i> .....	17
Gambar 22. Spektrum FTIR Polimer Kolesteril Akrilat .....	17
Gambar 23. Mikrograf SEM Tekstur Planar Kolesterik .....	18
Gambar 24. Mikrograf SEM Polimer Kolesteril Akrilat .....	18
Gambar 25. Difraksi Sinar X pada Kristal .....	19
Gambar 26. Pola Difraksi Sinar X Monomer Kolesteril Akrilat. ....	20
Gambar 27. Plot XRD Polimer Kolesteril Akrilat .....	20
Gambar 28. Struktur Senyawa Kolesteril Akrilat .....	27
Gambar 29. Spektrum FTIR Kolesteril Akrilat .....	27
Gambar 30. Foto Hasil Polimerisasi .....	29
Gambar 31. Spektrum FTIR Sebelum dan Sesudah Fotopolimerisasi .....	30
Gambar 32. Spektrum IR Hasil Polimerisasi .....	31
Gambar 33. Pola Difraksi Sinar X Hasil Polimerisasi .....	34
Gambar 34. Mikrograf SEM Permukaan Polimer Kolesteril Akrilat .....	36

## DAFTAR TABEL

Tabel 1. Nilai $d_{hkl}$ Senyawa Polimer Kolesteril Akrilal .....	20
Tabel 2. Puncak- Puncak Serapan IR Hasil Polimerisasi Kolesteril Akrilat.....	31
Tabel 3. Data Nilai $hkl$ Masing-Masing Puncak Difraksi Sinar X.....	35

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Bagan Sintesis Kolesteril Akrilat .....	43
Lampiran 2. Bagan Polimerisasi Kolesteril Akrilat .....	46
Lampiran 3. Spektrum FTIR Masing-Masing Sampel.....	47

# BAB I

## PENDAHULUAN

### A. Latar Belakang

Dewasa ini penelitian mengenai kristal cair sedang berkembang pesat karena memiliki potensi aplikasi yang luas. Material kristal cair memiliki peranan penting dalam aplikasi alat-alat canggih mulai dari jam digital, layar televisi, layar komputer dan sensor pendeteksi untuk daerah rawan radiasi (Asep, 2010). Hal tersebut dikarenakan sifat unik yang dimiliki kristal cair yaitu dapat mempolarisasikan cahaya, dapat merespon medan listrik dengan efektif, serta energi dan voltase yang rendah.

Kolesteril akrilat merupakan salah satu jenis kristal cair kolesteril yang memiliki sifat yang menarik yaitu dapat membentuk struktur spiral heliks. Namun fasa kolesteril akrilat monomer hanya muncul pada temperatur mesofasanya (Afrizal *et al.*, 2011). Sehingga untuk mempertahankan fasa nematik kiral (kolesterik) tersebut perlu dilakukan polimerisasi (Ubaeni, 2016).

Untuk mempertahankan fasa nematik tersebut dilakukan polimerisasi. Dari beberapa macam metode polimerisasi seperti polimerisasi *thermal bulk*, polimerisasi teknik RAFT (He *et al.*, 2009), dan polimerisasi UV *curing* (Asep, 2010). Metode UV *curing* dipilih karena beberapa keunggulan yang dimilikinya seperti, formulasinya menghasilkan sedikit senyawa organik volatil, tidak menghasilkan polutan udara yang berbahaya, sehingga dianggap ramah lingkungan (Gokhan *et al.*, 2016). Selain itu dapat dilakukan pada suhu ruang serta selektif pada daerah yang diradiasi (Endruweit *et al.*, 2006).

Fotopolimerisasi *curing* yang digunakan pada penelitian ini menggunakan bantuan sinar UV yang memiliki efek menguntungkan digunakan untuk memulai reaksi kimia yang diinginkan dalam reaksi polimerisasi (Decker, 1998). Sumber sinar UV yang digunakan adalah lampu merkuri dengan daya 55 watt, karena spektrum radiasi yang dihasilkan memungkinkan untuk beradaptasi dengan fotoinisiator yang digunakan yaitu

365 nm dan dapat mencapai penetrasi yang lebih dalam (Endruweit *et al.*, 2006). Fotoinisiator yang digunakan pada penelitian ini Darocure 1173 karena inisiator ini merupakan inisiator yang paling efisien pada reaksi polimerisasi untuk sistem akrilat, yang termasuk kedalam inisiator golongan benzoil (Decker *et al.*, 2001). Monomer kolesteril akrilat juga telah berhasil dipolimerisasi oleh Ubaeni (2016) dan menghasilkan polimer dengan bentuk yang kaku dan berwarna kuning, namun belum diketahui pengaruh pemaparan sinar UV terhadap polimer kolesteril akrilat yang dihasilkan.

Penelitian ini mengembangkan metode *UV curing* dalam fotopolimerisasi senyawa kolesteril akrilat dengan melakukan pengamatan pengaruh waktu *curing* terhadap karakteristik polimer kolesteril akrilat dalam proses fotopolimerisasi *UV curing*. Dengan harapan hal ini dapat menghasilkan informasi mengenai pengaruh waktu fotopolimerisasi serta karakteristik dari polimer kolesteril akrilat.

Fotopolimerisasi dengan metode *UV curing* dilakukan pada suhu 60°-70° C dengan bantuan inisiator Darocur 1173, dan menggunakan lampu UV merkuri daya 55 watt dengan variasi waktu. Melalui polimerisasi ini, diharapkan kolesteril akrilat dapat mempertahankan struktur spiral heliknya pada mesofasanya, memiliki kestabilan struktur makro yang lebih tinggi terhadap keadaan eksternal seperti suhu dan cahaya. Waktu pemaparan sinar UV yang bervariasi dilakukan untuk mengetahui pengaruh waktu *curing* terhadap karakteristik polimer kolesteril akrilat yang dihasilkan. Karakteristik dari polimer kolesteril akrilat dilakukan dengan menggunakan *Fourier Transmission Infrared* (FTIR), *Scanning Electron Microscope* (SEM), dan *X-ray Diffraction* (XRD).

## **B. Rumusan Masalah**

Berdasarkan pembatasan masalah yang telah dipaparkan, maka rumusan masalahnya adalah “bagaimana pengaruh waktu *curing* menggunakan lampu merkuri terhadap morfologi dan kristalinitas polimer kolesteril akrilat ?”

### **C. Tujuan Penelitian**

Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh informasi pengaruh waktu *curing* menggunakan lampu merkuri terhadap karakteristik polimer kolesteril akrilat.

### **D. Manfaat Penelitian**

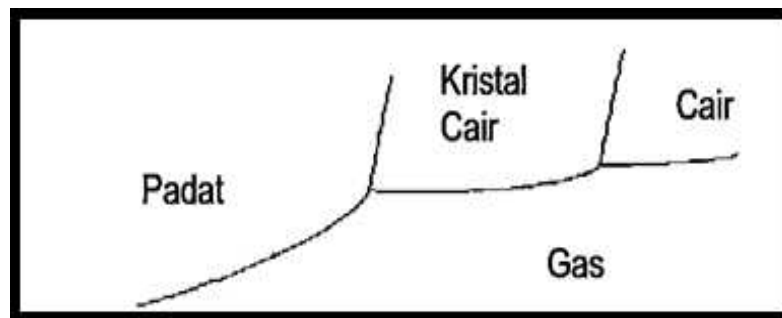
Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai morfologi dan kristalinitas polimer kolesteril akrilat yang dipolimerisasi dengan metode UV *curing* menggunakan lampu merkuri dan mengetahui pengaruh waktu *curing* terhadap karakteristik polimer kolesteril akrilat yang dihasilkan.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### A. Kristal cair

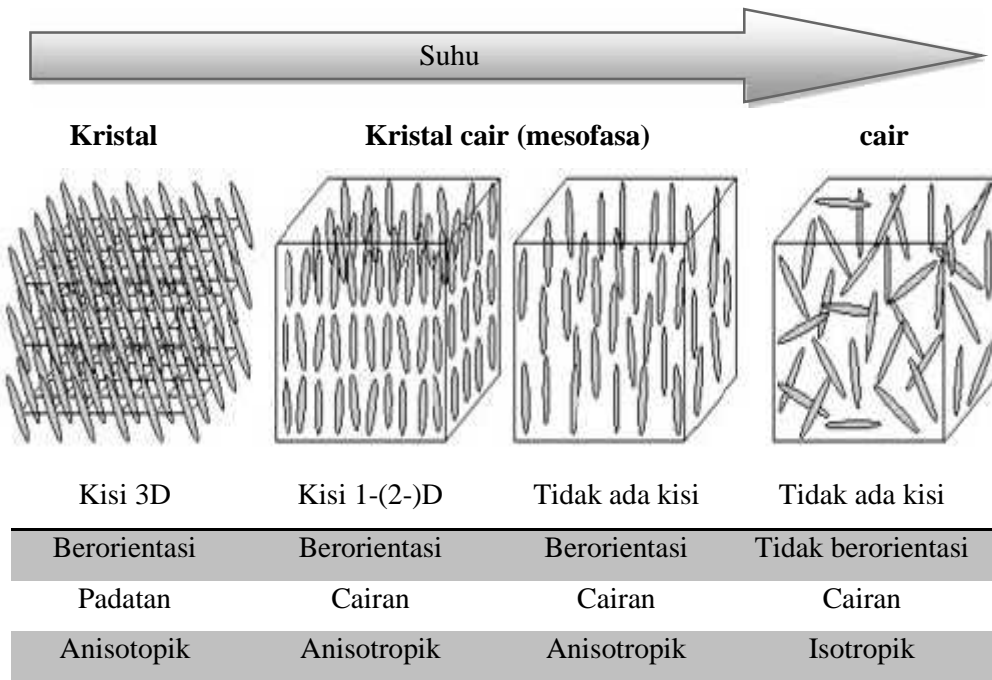
Kristal cair atau yang lebih dikenal dengan *liquid crystal*, memiliki sifat-sifat antara fasa padat dan cairan sehingga sering dinamakan fasa tengah (mesophase). Kristal cair pertama kali ditemukan oleh Friedrich Reinitzer, seorang ahli botani dari Austria pada tahun 1988. Pengamatannya pada sampel Kolesteril benzoat padatan ternyata memiliki dua titik leleh yang berbeda. Dinamakan fasa baru karena kristal cair tidak benar-benar cair tetapi terletak diantaranya. Secara fisik dapat diamati bahwa kristal cair dapat mengalir seperti cairan pada umumnya tapi juga memiliki beberapa sifat-sifat seperti kristal padat (Patrick & Pieranski, 2005).



Gambar 1. Diagram Fasa Zat (Mufti, 2000)

Terdapat dua jenis kristal cair yang berbeda yaitu termotropik dan liotropik. Kristal cair termotropik, mesofasanya muncul sebagai akibat dari efek termal, yaitu kristal yang dapat dibentuk dengan memanaskan fasa padat atau pendinginan fasa cair. Sedangkan kristal cair liotropik dapat dibentuk dari campuran dua atau lebih senyawa. Keadaan mesofasa liotropik dapat diamati ketika konsentrasi pelarut mengganggu tatanan kristal dalam meningkatkan fluiditas sehingga larutan menjadi isotropik (Anonim, 2007).

Molekul-molekul dalam fasa cair berada dalam keadaan yang tidak teratur. Molekul-molekul tersebut mampu bergerak dalam tiga dimensi dan berotasi. Berbeda dengan keadaan kristal cair, molekul-molekul kristal cair memiliki mobilitas terbatas dan sedikit beraturan.



**Gambar 2.** Perbedaan Struktur Molekul Fasa Zat (Anonim, 2007).

Molekul dengan fasa kristal cair memiliki ciri-ciri struktur, diantaranya sebagai berikut (Andrienko, 2006) :

1. Molekulnya memiliki ruas mendatar, contohnya cincin benzena, serta bentuk anisotropik (misalnya memanjang).
  2. Struktur molekulnya kaku, mengandung ikatan rangkap disepanjang sumbu molekul.
  3. Memiliki momen dipol yang kuat dan gugus polarisasi dalam molekul
- Sifat kristal cair pada jenis kristal cair termotropik terjadi pada suhu diatas titik leleh ( $T_m$ ) dan dibawah *clearing temperture* ( $T_c$ ) (Shanks *et al.*, 2012).

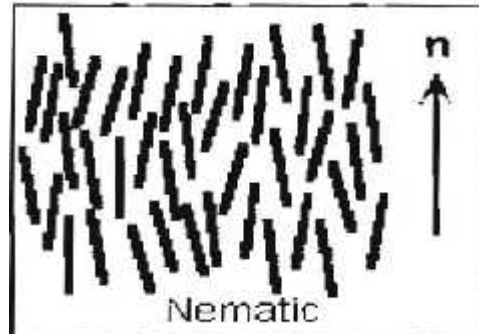
Kristal cair diklasifikasikan berdasarkan tingkat orientasi dan posisi strukurnya :

1. Fasa nematik

Ciri utama dari struktur nematik adalah keteraturan orientasi berjangkauan panjang (*long range orientational order*). Molekul-molekulnya cenderung paralel pada sumbu tertentu. Nematik biasanya berbentuk cairan dengan viskositas rendah (Asep, 2010). Nematik hanya timbul pada bahan-bahan yang tidak terbedakan antara sistem putar kanan

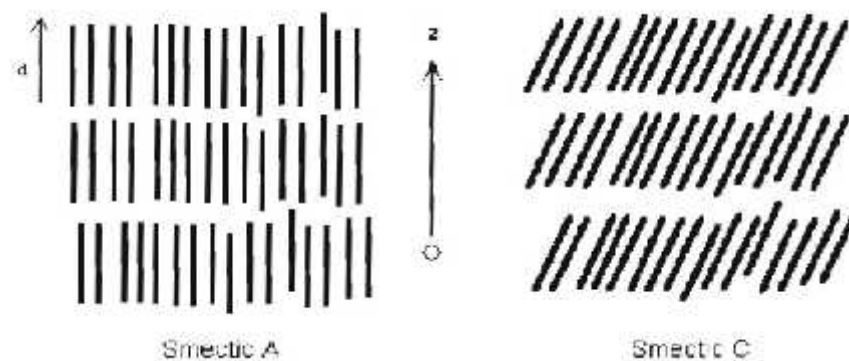


dan kirinya. Molekul-molekulnya bergerak bebas dalam semua arah dan menjaga orientasi rata-rata sepanjang arah  $n$ .



**Gambar 3.** Sumbu Orientasi Molekul Berfasa Nematik (Wu, 2004)

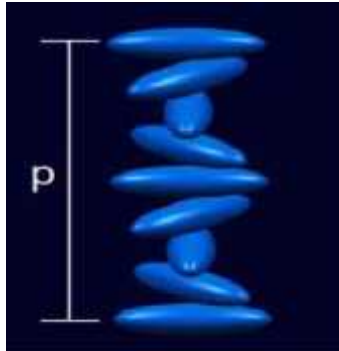
## 2. Fasa Smektik



**Gambar 4.** Sumbu Oreintasi Molekul Berfasa Nematik (Wu, 2004).

Molekul mesofasa tersusun dalam lapisan. Meskipun ketebalannya tetap, lapisan ini bisa menekuk dan menimbulkan tekstur yang menunjukkan garis tunggal dalam bentuk "*focal conics*" (Patrick & Pieranski, 2005). Smektik memiliki keteraturan susunan molekul lebih baik dari nematik atau kolesterik. Molekul-molekul tersusun dalam lapisan-lapisan. Lapisan-lapisan molekul ini ada yng teratur ada yang tidak teratur. Kelompok pertama molekul-molekul pada lapisan memiliki keteraturan berjaungkauan panjang dan tersusun dalam dua dimensi. Sedangkan kelompok kedua, molekul-molekul pada lapisan tidak mempunyai keteraturan panjang (Asep, 2010).

### 3. Fasa kiral nematik (Kolesterik)



**Gambar 5.** Sumbu Orientasi Molekul Berfasa Kolesterik (Gleeson, 2010).

Kristal cair cholesteric adalah salah satu jenis kristal cair yang merupakan modifikasi dari kristal cair nematic, di mana dengan adanya molekul optik aktif sumbu optik lokal atau utama dari nematic dipelintir menjadi struktur helicoidal (Meyer *et al.*, 1996). Seperti pada fase nematic, jarak susunan translasi yang kurang jauh menunjukkan ketidakstabilan fase *cholesteric*, pada skala lokal jelas bahwa *cholesteric* dan *nematic order* sangat mirip. Namun, pada skala yang lebih besar cholesteric memimpin  $\Pi$  mengikuti heliks dari bentuk heliks dimana

$$n_x = \cos(q_0 z + \phi)$$

$$n_y = \sin(q_0 z + \phi)$$

$$n_z = 0$$

kedua arah sumbu  $z$  dalam ruang dan besarnya fase sudut  $\phi$  berubah-ubah. Dengan demikian struktur kristal cair cholesteric periodik dengan periode spasial yang ditunjukkan oleh  $L = \frac{\pi}{|q|}$ .

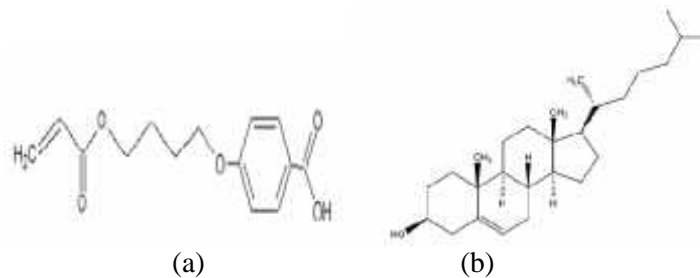
Tanda  $q_0$  membedakan antara heliks kiri dan kanan dan menentukan besarnya periode spasial. Ketika  $L$  sebanding dengan panjang gelombang optik, hasil periodisitas di hamburan cahaya Bragg kuat. Jika panjang gelombang cahaya tersebar terjadi pada daerah tampak dari spektrum, fase cholesteric akan muncul berwarna cerah (Priestley *et al.*, 1975).

Kristal cair cholesteric merupakan jenis bahan yang menarik dari kelompok kristal cair, karena sebagian besar memiliki sifat optik yang unik

menunjukkan struktur heliks *mesoscopic*. Saat strukturnya selaras dan skala panjang heliks dibawah 1 mikron, materi menunjukkan pewarnaan struktural di daerah spektral UV-VIS-NIR, telah digunakan dalam berbagai aplikasi mulai dari teknologi canggih termasuk berbagai motif display hingga yang sederhana seperti cincin suasana hati (Bunning, 2014).

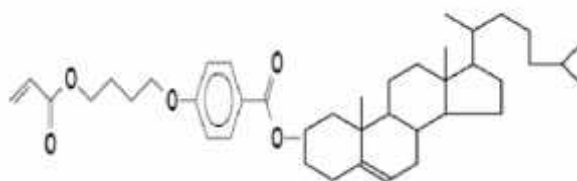
## B. Kolesteril Akrilat

Kolesteril akrilat (KA) merupakan salah satu jenis senyara kristal kiral nematik. Senyawa ini merupakan senyawa derivat kolesterol yang memiliki fasa kiral nematik (N\*LC). Senyawa ini terbuat dari kolesterol dan p-hydroxyphenyl-2-methylbutanoat melalui reaksi esterifikasi, sehingga senyawa KA memiliki struktur yang terdiri dari kolesterol dan gugus akrilat, seperti yang ditunjukkan pada gambar 6.



**Gambar 6.** Struktur Senyawa Penyusun Kolesteril Akrilat (Afriзал *et al.*, 2011) .  
(a) p-Hidroksifenil 2 Metil Butanoat, (b) Kolesterol

Sedangkan senyawa hasil sintesis (KA memiliki struktur molekul seperti pada gambar 7.



**Gambar 7.** Struktur Molekul Senyawa Kolesteril Akrilat (Afriзал *et al.*, 2011).

Berdasarkan fasa kristal cairnya, KA termasuk fasa kolesterik (kiral nematik) yang memiliki struktur heliks sehingga dapat memantulkan cahaya secara selektif. Berdasarkan penelitian Afriзал (2011), monomer dari akrilat

menampilkan sifat berdasarkan panjang *pitch* heliks. Berdasarkan hasil analisis termal dengan DSC (*Differential Scanning Calorimetry*) yang dilakukan Minhara *et al.*, (2002) diperoleh informasi bahwa suhu monomer mesofasa KA adalah 81,28°C.

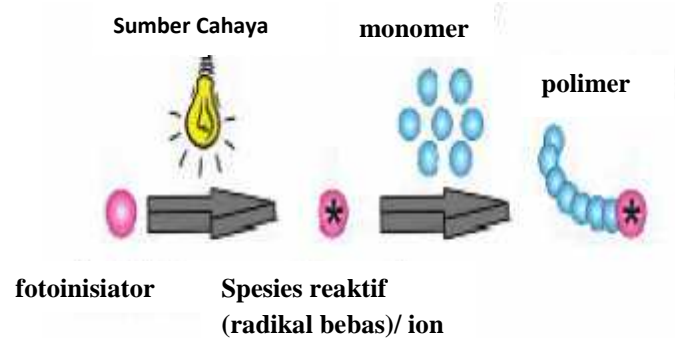
Pengamatan monomer KA dengan POM (*Polarized Optical Microscopy*) pada suhu mesofasa menunjukkan tekstur *gradiean* atau berminyak terlihat bentuk yang tampak seperti pipa yang membagi tekstur kristal. Pada suhu tinggi (diatas suhu mesofasa) keadaan monomer berada pada *clear point* yaitu temperatur terjadinya perubahan dari sifat kristal cair menjadi keadaan isotropi (Afrizal *et al.*, 2012). Data berikut menunjukkan bahwa sifat kristal cair kolesteril akrilat bergantung pada suhu, ditunjukkan pada analisis dengan POM sebagai berikut.



**Gambar 8.** Analisis Monomer Kolesteril Akrilat dengan POM (Afrizal *et al.*, 2012) (RT: temperatur ruang; MT: temperatur mesofasa; AMT: diatas tempetarur mesofasa)

### C. Fotopolimerisasi

Proses fotopolimerisasi secara insitu adalah suatu proses polimerisasi secara *bulk* dengan mengedepankan fiksasi kondisi struktur molekul tertentu sebagaimana perlakuan yang sudah diberikan dengan bantuan energi dari cahaya atau gelombang radiasi. Fotoinisiasor akan berinisiasi menghasilkan radikal bebas yang diperlukan bagi terjadinya polimerisasi radikal (proses *curing*).



**Gambar 9.** Reaksi Fotopolimerisasi (Yangci *et al.*, 2010)

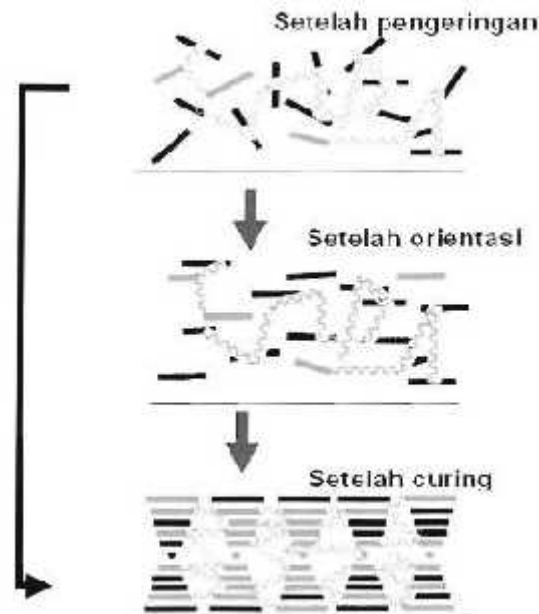
Fotopolimerisasi diawali dengan pembentukan pusat aktif radikal bebas dengan bantuan cahaya dan reaksi dapat berlangsung singkat. Tahap inisiasi dicapai dengan bantuan fotoinisiator yang menghasilkan pusat aktif saat terjadi penyerapan foton dengan panjang gelombang yang sesuai (Jain *et al.*, 2005). Polimerisasi massa (*bulk*) merupakan cara yang langsung dan paling sederhana untuk mengubah monomer menjadi polimer. Biasanya bahan baku untuk reaksi polimerisasi massa terdiri dari monomer, inisiator yang dapat larut dalam monomer, atau agen pemindah rantai (*chain-transfer agent*). Polimerisasi massa dapat diperoleh polimer semurni mungkin yang penting untuk aplikasi dalam bidang listrik dan optik (Harahap & Manurung, 2005).

#### **D. UV Curing**

*Ultraviolet Curing* (UV curing) telah menjadi teknologi yang banyak digunakan dalam berbagai macam aplikasi industri karena keuntungan yang berbeda-beda. Polimerisasi dengan bantuan induksi cahaya untuk monomer multifungsi merupakan metode yang sangat baik untuk mencapai selektif di daerah yang diterangi, transformasi perubahan yang cepat dari resin cair menjadi polimer padat. Aplikasi dari UV curing biasa ditemukan di industri untuk pelindung permukaan semua jenis bahan (logam, plastik, kaca, kertas, kayu, dan lain lain) dengan proses pengeringan cepat, cat, atau tinta cetak (Decker, 1998).

Metode UV curing membutuhkan sumber cahaya berupa sinar UV atau cahaya tampak yang menginduksi produk yang diformulasikan.

Fotoinisiator akan menyerap energi UV dari sumber cahaya dan dapat mempercepat reaksi kimia yang ditandai dengan perubahan formulasi dari cair menjadi padat (Decker, 1998).



**Gambar 10.** Mekanisme *UV Curing* (Asep, 2010)

Monomer cair dicampur dengan sedikit fotoinisiator kemudian disinari dengan sinar UV. Fotoinisiator yang digunakan akan menyerap radiasi UV dan mengalami pembelahan spesies reaktif, radikal bebas atau asam protionik, yang masing-masing akan mengalami reaksi polimerisasi *cross-linking* melalui jalur mekanisme radikal bebas atau kationik. Reaksi adisi radikal bebas, akan terjadi beberapa tahap yaitu tahap inisiasi, propagasi, dan terminasi (Decker, 2006). Metode *UV curing* merupakan metode yang ramah lingkungan, hal ini dikarenakan konsumsi energi yang sangat rendah, selain itu pada senyawa organik yang mudah menguap menghasilkan emisi yang sangat rendah, otomatis tidak akan menghasilkan gas polutan berbahaya (Gokhan *et al.*, 2016).

#### **E. Polimerisasi Adisi Radikal Bebas**

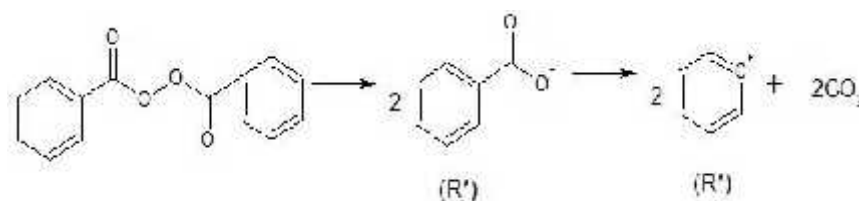
Polimerisasi adisi radikal bebas merupakan salah satu jalur polimerisasi yang dilakukan dengan bantuan senyawa radikal bebas atau

pemanasan. Senyawa radikal bebas biasanya terbentuk dari reaksi homolitik ataupun heterolitik pada bahan yang relatif tidak stabil atau yang sering disebut inisiator. Pembuatan senyawa radikal bebas melibatkan pembagian dua pasang elektron yang membentuk ikatan radikal dari inisiator tersebut. Radikal bebas kemudian akan mengadisi ikatan rangkap yang terdapat pada monomer vinil, sehingga membentuk pusat aktif pada rantai dalam beberapa detik dan akhirnya reaksi dihentikan.

Reaksi polimerisasi adisi radikal bebas pada penelitian ini menggunakan inisiator golongan benzoil dan menggunakan foton sebagai energinya. Inisiator yang proses pembentukan radikalnya dibantu oleh foton disebut fotoinisiator. Reaksi berantai dalam proses polimerisasi radikal bebas terdiri dari tiga tahap yaitu inisiasi, propagasi, dan terminasi.

#### 1. Tahap Inisiasi

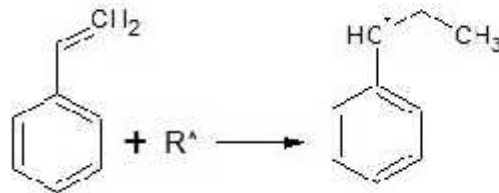
Tahap inisiasi merupakan tahap terpenting untuk memulai proses polimerisasi, karena pada tahap ini terjadi pembentukan radikal bebas. Inisiasi pada polimerisasi radikal bebas dapat dilakukan dengan pemanasan monomer dan penambahan inisiator yang akan aktif bentuk radikalnya ketika di induksi dengan cahaya, contoh inisiator adalah Benzoil Peroksida. Saat diinduksi oleh cahaya, ikatan tunggal O–O yang tidak stabil akan terpecah dan terbentuk dua radikal, yang masing-masing memiliki satu elektron yang belum berpasangan.



**Gambar 11.** Reaksi Pembentukan Radikal (Decker *et al.*, 2001).

Reaksi pembentukan radikal ini dapat berupa reaksi homolitik atau heterolitik, hal ini dapat dilihat dari hasil setelah diinduksi dengan UV molekul ini menghasilkan dua radikal, yaitu radikal benzoil dan radikal a-

hidroksialkil, yang keduanya mampu bereaksi dengan ikatan rangkap akrilat (Decker *et al.*, 2001).

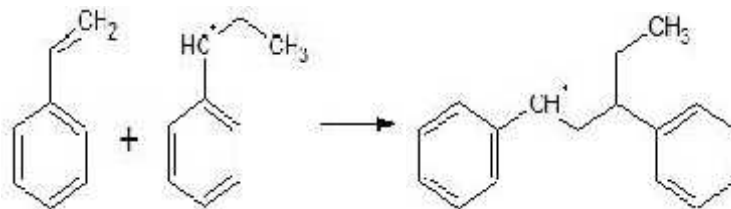


**Gambar 12.** Reaksi Adisi Ikatan Rangkap Vinil oleh Radikal (decker *et al.*, 2001).

$R^*$  radikal selanjutnya mengadisi ikatan rangkat yang terdapat pada vinil, sehingga terbentuk pusat aktif pada rantai yang akan mengalami tahap selanjutnya.

## 2. Tahap propagasi

Tahap propagasi disebut juga *head to tail*, pada tahap ini pusat aktif yang telah terbentuk akan bereaksi dengan monomer (M) secara bertahap. Proses *head to tail* lebih stabil dibanding tahap *head to head*. Radikal pada propagasi *head to tail* dapat terstabilkan oleh resonansi substituenya (O dian, 2004).



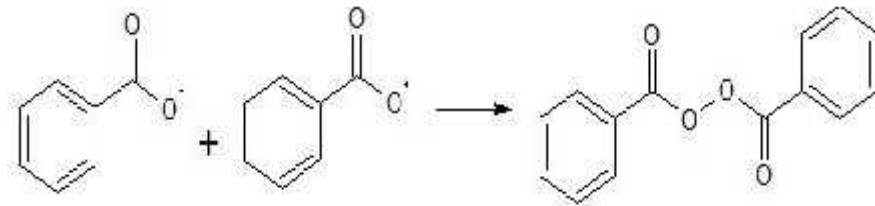
**Gambar 13.** Reaksi Propagasi *Head to Tail* (Decker *et al.*, 2001).

## 3. Tahap terminasi

Tahap terminasi merupakan tahap pengakhiran reaksi polimerisasi adisi radikal bebas, dimana radikal bebas menjadi radikal bebas tak reaktif akibat pertemuan antar radikal. Tahap ini pusat aktif akan habis bereaksi sehingga perpajangan rantai akan terhenti. Tahap terminasi akan menghasilkan molekul polimer tanpa pusat radikal. Tahap ini akan menghasilkan tiga kemungkinan produk sebagai berikut:

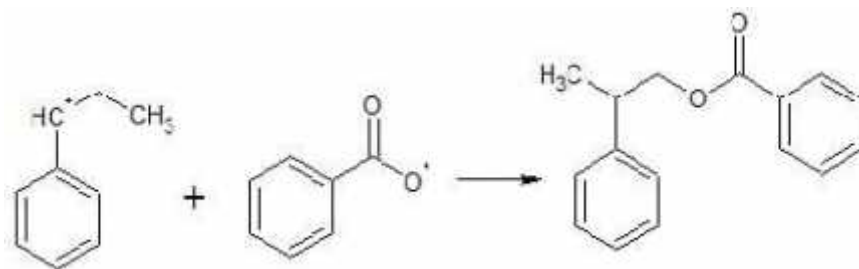


Kemungkinan (i)



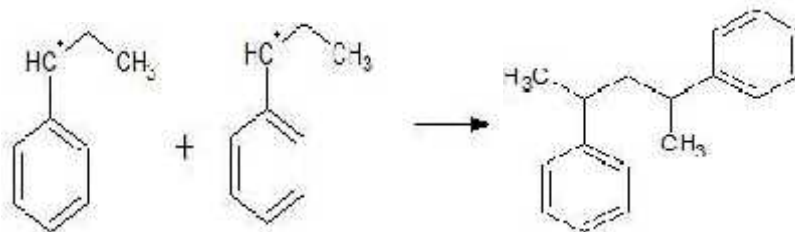
**Gambar 14.** Reaksi Terminasi Sesama Monomer Radikal (Melati, 2008)

Kemungkinan (ii)



**Gambar 15.** Reaksi Terminasi Monomer dengan Radikal (Melati, 2008)

Kemungkinan (iii)

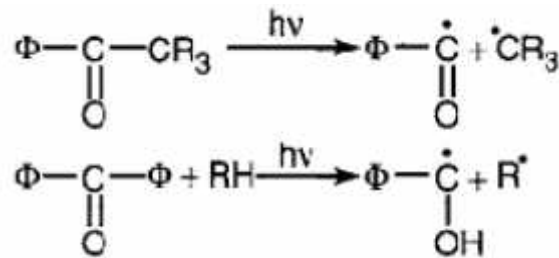


**Gambar 16.** Reaksi Terminasi Radikal Fotoinisiator (Melati, 2008)

## F. Fotoinisiator

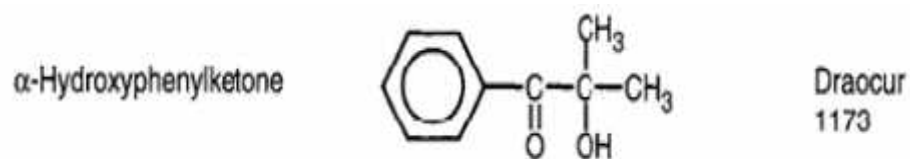
Fotoinisiator adalah komponen penting dari proses UV curing. Fotoinisiator ini merupakan zat aditif yang memulai proses polimerisasi dengan cepat untuk mencapai produk akhir. Energi sinar UV yang dipancarkan akan diserap oleh fotoinisiator sehingga menyebabkan fragmen menjadi spesies reaktif. Spesies ini dapat berupa radikal bebas atau kationik. Sebagian besar sistem didasarkan pada radikal bebas yang bereaksi dengan senyawa tak jenuh dalam formulasi cair dan menyebabkan terjadinya polimerisasi (Decker, 1998). Inisiator radikal bebas yang biasanya digunakan adalah resin gugus akrilat atau metakrilat dan juga dapat digunakan dengan

resin poliester tak jenuh. Jenis fotoinisiator yang digunakan bergantung jenis panjang gelombang yang diserap dan kekuatan penyerapannya (koefisien molar). Fotoinisiator yang dikembangkan untuk UV curing biasanya memiliki koefisien molar yang tinggi dengan panjang gelombang 300 nm - 450 nm.



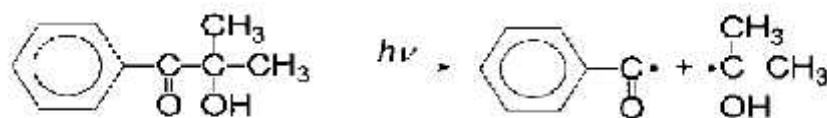
**Gambar 17.** Reaksi Pemisahan Homolitik (Decker, 2006).

Sebagian besar fotoinisiator radikal yang digunakan pada UV *curing* dari keton aromatik yang dikenal untuk menghasilkan radikal bebas pada saat terpapar sinar UV. Fotoinisiator yang digunakan adalah darocure 1173 yang memiliki struktur molekul seperti gambar 18 berikut.



**Gambar 18.** Struktur Molekul Fotoinisiator Darocure 1173 (Decker, 2006).

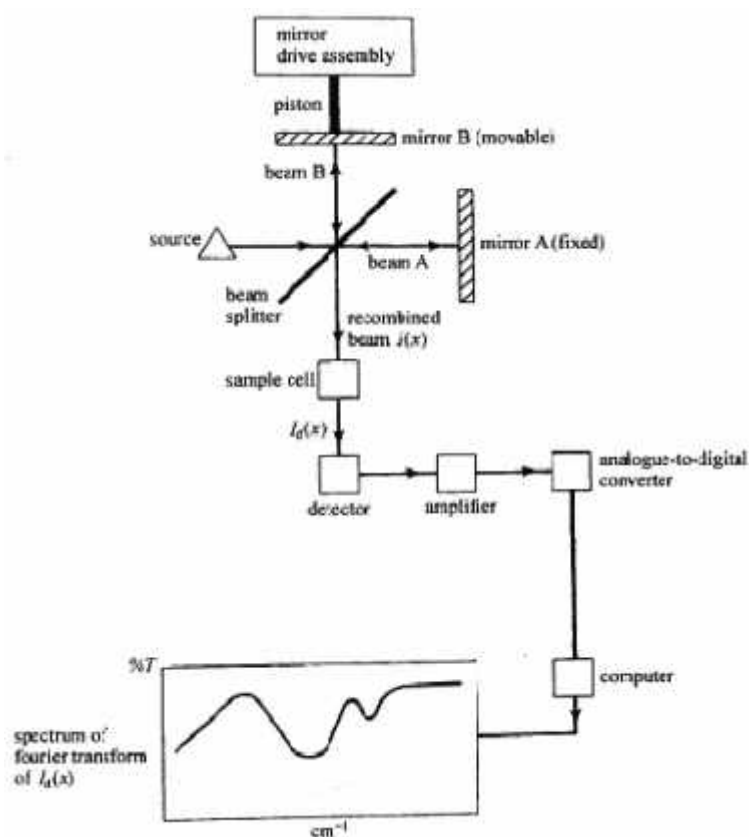
Efisiensi fotoinisiator harus menyerap radiasi yang dipancarkan oleh sumber cahaya dan menghasilkan radikal. Fotoinisiator darocure 1173 akan menghasilkan dua radikal yaitu radikal benzoil dan radikal  $\alpha$ -hidroksialkil, keduanya dapat bereaksi dengan ikatan rangkap akrilat. Fotoinisiator darocure paling efisien untuk reaksi polimerisasi karena termasuk inisator dalam golongan benzoil (Nurdelima, 2013).



**Gambar 19.** Reaksi Pembentukan Radikal pada Darocure 1173 (Decker, 2006).

### G. Fourier Transfer Infra Red (FTIR)

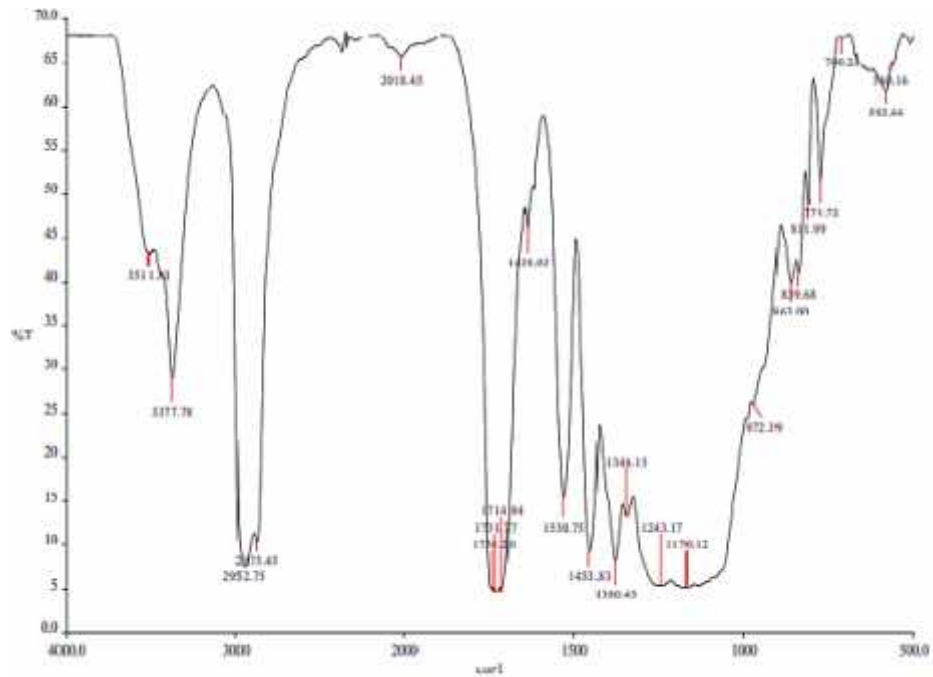
Fourier transfer infra red (FTIR) merupakan salah satu metode analisis spektroskopi dengan menggunakan sinar infra merah. Teori yang mendasari analisis spektrofotometer FTIR adalah persamaan gelombang yang dirumuskan oleh Jean Joseph Fourier (1768-1830). FTIR akan menghasilkan spektrum yang memberikan informasi gugus-gugus fungsional yang terdapat dalam suatu senyawa. Informasi yang dihasilkan dapat digunakan untuk mengidentifikasi material yang belum diketahui, dapat menentukan kualitas sampel (Corporation, 2001).



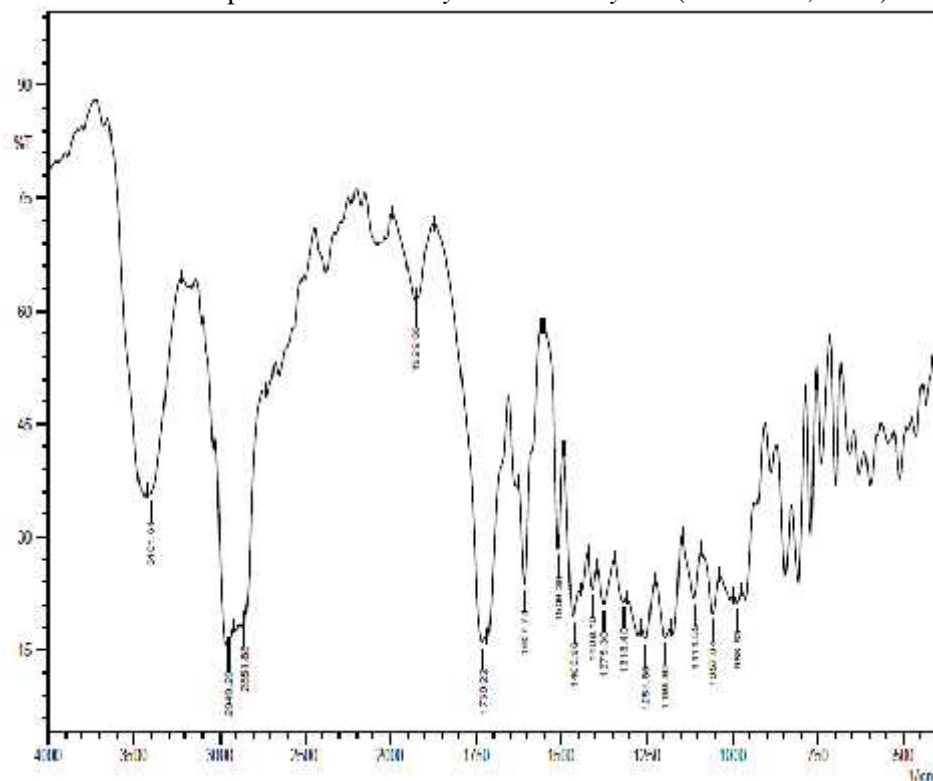
**Gambar 20.** Skema Alat FTIR (Fifield & Kealey, 2000)

Penelitian yang telah dilakukan Wen *et al.*, (2013) puncak serapan yang khas dari suatu polimer akrilat yang sudah dilakukan fotopolimerisasi dengan metode *UV curing* yaitu ikatan rangkap C=C dengan vibrasi *stretching* pada bilangan gelombang 1637,52  $\text{cm}^{-1}$  telah menghilang atau kadar serapannya berkurang. Gambar 21 menunjukkan spektrum IR dari

sampel *polyurethane acrylate* menggunakan fotoinisiator darocure 1173 dan telah dilakukan *UV-Curing* dan gambar 22 menunjukkan spektrum IR dari PKA.



**Gambar 21.** Spektrum FTIR *Polyurethane Acrylate* (Wen *et al.*, 2013)



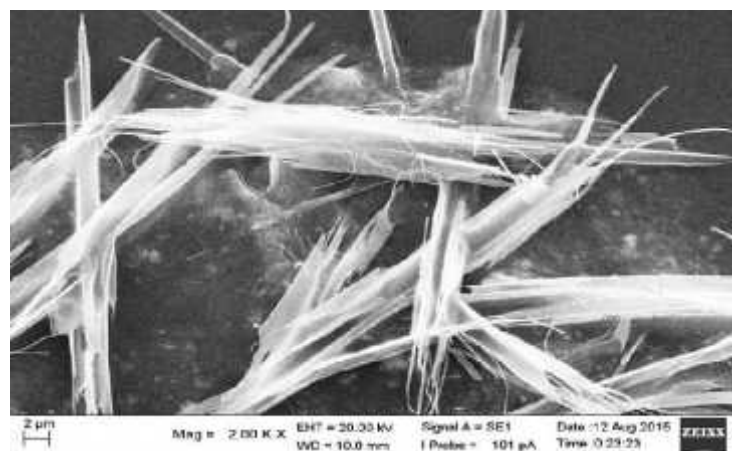
**Gambar 22.** Spektrum FTIR Polimer Kolesterol Akrilat (PKA) (Ubaeni, 2016).

## H. Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM merupakan alat yang biasa digunakan untuk analisis morfologi permukaan suatu sampel. Mikroskop elektron merupakan jenis mikroskop yang menghasilkan gambar morfologi sampel yang telah dipindah dengan berkas sinar elektron. Elektron berinteraksi dengan atom dalam sampel, menghasilkan berbagai sinyal yang dapat dideteksi dan berisi informasi mengenai topografi dan komposisi permukaan sampel. Berkas elektron pada umumnya memindai dalam bentuk pola atau posisi balok yang dideteksi dengan sinyal untuk menghasilkan gambar (Sharmila & Gohil, 2012). Gambar 23 dan 24 merupakan gambar mikrograf morfologi permukaan fasa nematik kiral dari gugus kolesteril akrilat berdasarkan referensi.



**Gambar 23.** Mikrograf SEM Tekstur Planar Kolesterik (Guo *et al.*, 2009)

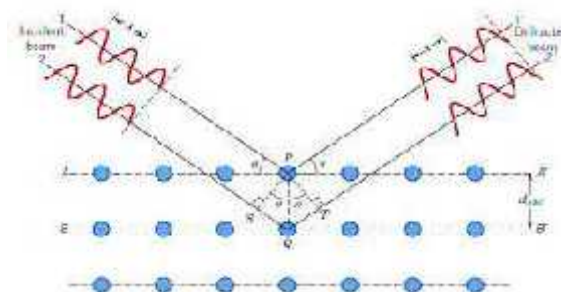


**Gambar 24.** Mikrograf SEM Polimer Kolesteril Akrilat (Ubaeni, 2016)

## I. X-Ray Diffraction (XRD)

Difraksi sinar X (*X-Ray diffractometer*) sering dikenal dengan XRD merupakan instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi material kristalit maupun non-kristalit. Identifikasi struktur kristalit (kualitatif) dan fasa kuantitatif) dalam suatu bahan dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar X (Purbo dkk., 2009).

Komponen XRD terdiri dari slit, film, monokromator, tabung x-ray, dan detektor. Prinsip dasar dari alat XRD adalah mendifraksi cahaya yang melalui celah kristal. Difraksi cahaya oleh kisi-kisi atau kristal dapat terjadi apabila difraksi tersebut berasal dari radius yang memiliki panjang gelombang yang setara dengan jarak antar atom, yaitu  $1\text{\AA}$ . Sinar X merupakan foton berenergi tinggi yang memiliki panjang gelombang antara  $0,5\text{\AA} - 2,5\text{\AA}$ . Ketika berkas sinar X berinteraksi dengan suatu material, makan sebagian berkas akan diabsorpsi, ditransmisikan, dan sebagian lagi dihamburkan terdifraksi. Cahaya yang dihamburkan terdeteksi oleh XRD (Prasada, 2012).



**Gambar 25.** Difraksi Sinar X pada Kristal

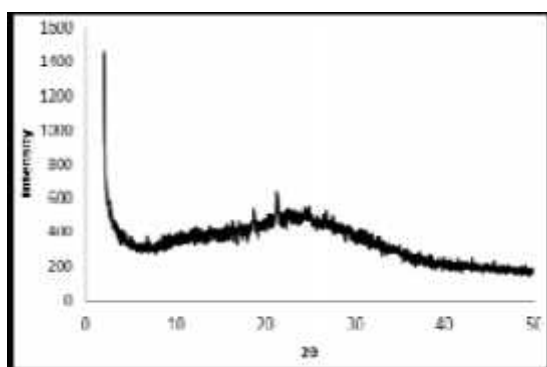
Gambar 25 dapat mendeskripsikan bahwa sinar datang yang menumbuk pada titik bidang pertama dan dihamburkan oleh atom P. Sinar datang yang kedua menumbuk bidang berikutnya dan dihamburkan oleh atom Q, sinar ini menempuh jarak  $SQ + QT$  bila dua unsur tersebut paralel dan satu fasa. Jarak tempuh ini merupakan kelipatan ( $n=1,2,\dots$ ) sehingga persamaan menjadi:

$$n \cdot \lambda = SQ + QT \dots\dots\dots (1)$$

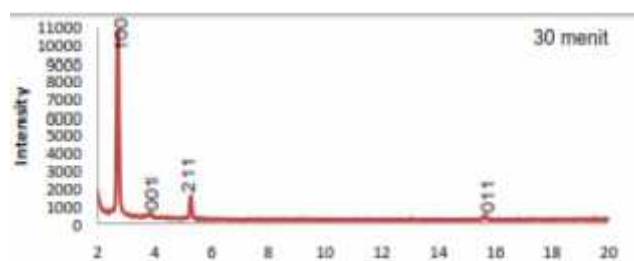
$$n \cdot \lambda = d_{hkl} \sin \theta + d_{hkl} \sin \theta$$

$$n. = 2d_{hkl} \sin \dots\dots\dots (2)$$

Persamaan di atas dikenal sebagai *Bragg's law*. Berdasarkan persamaan di atas dapat mengetahui sudut datang pada bidang kisi ( ), maka dengan ini dapat mengestimasi jarak antara dua bidang planar kristal ( $d_{001}$ ). Kristal memiliki susunan atom yang teratur, baik dalam jarak maupun arah orientasi bidang. Indeks hkl merupakan bidang yang dibentuk oleh susunan atom (Prasada, 2012).



**Gambar 26.** Pola Difraksi Sinar X Monomer Kolesteril Akrilat (Afrizal *et al.*, 2012).



**Gambar 27.** Plot XRD Polimer Kolesteril Akrilat (Ubaeni, 2016)

Gambar 26 menunjukkan pola difraksi sinar X senyawa monomer kolesteril akrilat, sedangkan gambar 27 menunjukkan pola difraksi sinar X polimer kolesteril akrilat yang telah dilakukan oleh Ubaeni (2016) dengan waktu *curing* selama 30 menit. Sedangkan tabel 1 menunjukkan nilai  $d_{hkl}$  dari polimer kolesteril akrilat.

**Tabel 1.** Nilai  $d_{hkl}$  Senyawa Polimer Kolesteril Akrilat (Ubaeni, 2016)

Waktu curing	Sudut $2\theta$	Bidang $hkl$	$d$ spacing
30 menit	2,17	100	32,56
	3,87	001	22,82
	5,25	211	16,81
	15,62	011	5,67

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **A. Waktu dan Tempat**

Penelitian ini dilakukan pada Februari sampai Juni 2017 di Laboratorium Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Jakarta.

#### **B. Metode Penelitian**

Metode yang digunakan adalah metode eksperimen dengan tahapan sebagai berikut:

1. Sintesis monomer kolesteril akrilat
2. Polimerisasi kolesteril akrilat dengan metode *UV curing*
3. Karakterisasi polimer kolesteril akrilat

#### **C. Alat dan Bahan**

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah labu alas bulat leher tiga, *magnetic stirrer*, *hotplate stirrer*, neraca analitis, termometer, lampu UV merkuri, kotak hitam, plat kaca CWC (*Cano Wedge Cell*), dan alat-alat gelas (*glassware*). Beberapa instrumen yang digunakan untuk karakterisasi seperti: FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) Prestige-21 untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada *poly*-(kolesteril akrilat), SEM (*Scanning Electron Microscopy*) JSM-6510LA untuk mengetahui morfologi permukaan sampel, dan XRD (*X-Ray Diffraction*) Philips tipe PW1710 untuk mengidentifikasi kristalinitas.

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah klorobutil asetat, etil hidroksi benzoat, KI,  $K_2CO_3$ , diklorometana, etanol, KOH, HCl pekat, asam akrilat, PTSA (asam p-toluen-sulfonat), hidrokuinon, benzena, petroleum eter, N,N-dimetilpiridin-4-amina (DMAP), N,N-disikloheksilkarbodiimida (DCC), inisiator Darocure 1173, metanol, heksana,



dan isopropanol. Kolesterol diperoleh dari Aldrich dengan kemurnian 97%, semua bahan yang digunakan memiliki standar *pure grade*.

#### **D. Prosedur Penelitian**

##### **1. Sintesis monomer kolesteril akrilat**

###### **a. Prosedur Sintesis Prekursor Akrilat**

Sintesis prekursor akrilat sesuai dengan referensi U.S. Patent 5 766 679 untuk menggantikan cara lama menggunakan tionil klorida dan mesitil klorida yang termasuk kategori *red zone* (bahan kimia yang dilarang untuk diimpor) di Indonesia.

###### **i. Pembentukan Prekursor Kolesteril Akrilat (Asetiloksi Butiloksi benzoat)**

Sebanyak 30 gram klorobutil asetat dicampurkan dengan 27,05 gram etil hidroksi benzoat, 0,35 gram KI, dan 26,92 gram  $K_2CO_3$  dalam 300 mL pelarut DMF (dimetil formamida), lalu dimasukkan dalam labu alas bulat leher tiga yang terhubung dengan pendingin Liebig. Campuran direfluks selama 11 jam pada suhu  $90^\circ C$ . Campuran kemudian didinginkan dalam air dingin dan disimpan dalam lemari es selama 24 jam. Campuran disaring, endapan yang diperoleh dilarutkan dalam 300 mL etanol dan ditambahkan 45 gram KOH. Campuran kemudian distirer selama 3 jam pada suhu ruang, lalu ditambahkan HCl pekat hingga pH 5. Campuran disaring, filtrat dan endapan yang diperoleh diuji dengan KLT. Endapan yang diperoleh dikeringkan dan ditimbang massanya.

###### **ii. Akrilasi**

Sebanyak 7,46 gram (0,0355 mol) padatan putih yang dihasilkan dari bagan (i) selanjutnya direaksikan dengan 19,58 gram (0,2717 mol) asam akrilat, 0,85 gram (0,0045 mol) PTSA, dan 0,07 gram (0,0006 mol) hidrokuinon dalam 112 mL benzena, dimasukkan dalam labu alas bulat leher tiga yang terhubung dengan pendingin Liebig. Campuran reaksi direfluks selama 5 jam pada suhu  $85^\circ C$ , ditambahkan petroleum eter dalam campuran kemudian distirer kembali. Campuran tersebut

kemudian di saring, endapan dan filtrat yang dihasilkan di analisis dengan KLT, eluen yang digunakan yaitu Heksana dan Etil asetat dengan perbandingan (5:5). Produk lalu direkristalisasi menggunakan pelarut isopropanol, dan padatan yang diperoleh ditimbang massanya.

b. Prosedur Sintesis Kolesteril Akrilat

Sebanyak 1 gram prekursor akrilat, akriloloksi butiloksi benzoat (ABB), direaksikan dengan 100 mL pelarut diklorometana dan 0,86 gram DCC, lalu dimasukkan dalam labu alas bulat leher tiga yang terhubung dengan pendingin Liebig. Sebelumnya dikondisikan terlebih dahulu labunya agar saat memulai pengadukan dengan stirrer dimulai pada suhu 0° -50° C. Kemudian setelah dimasukkan dalam labu alas bulat dan bercampur, lalu distirrer selama 30 menit pada suhu 0° -50° C. Campuran lalu ditambahkan kolesterol sebanyak 1,5 gram dan DMAP sebanyak 0,1 gram lalu distirrer kembali selama 5 jam pada suhu ruang. Setelah itu, produk disaring dan filtrat yang terbentuk diuapkan hingga terbentuk endapan coklat. Endapan tersebut ditambahkan metanol dan dipanaskan hingga larut. Campuran yang terbentuk didinginkan dalam lemari es hingga terbentuk kristal dan disaring. Endapan dan filtrat yang dihasilkan lalu dimurnikan dengan kromatografi kolom menggunakan eluen Heksan:Etil asetat = 5:1. Selanjutnya produk yang terbentuk direkristalisasi dengan pelarut metanol.

## 2. Polimerisasi kolesteril akrilat dengan metode *UV curing*

Sampel preparat ukuran 1 x 1 cm dibuat sebanyak lima buah untuk perlakuan dari variasi waktu penyinaran. Setiap preparat berisi monomer kolesteril akrilat sebanyak 10 mg dalam diklorometana *pure grade*, kemudian ditambahkan 1 µL inisiator darocure 1173. Kemudian plat preparat dimasukkan ke dalam alat UV curing, menggunakan lampu UV dengan daya 55 watt. Suhu pemanasan pada *hotplate* diatur dengan rentang 60°-70° C. Waktu penyinaran bervariasi yaitu pada 5, 10, 15, 20

dan 25 menit pada masing-masing sampel. Hasil dari proses ini berupa material thin film yang selanjutnya dikarakterisasi.

### 3. Karakterisasi Polimer Kolesteril Akrilat

#### a. Karakterisasi dengan FTIR

Struktur polimer kolesteril akrilat dikarakterisasi untuk mengetahui gugus fungsi menggunakan FTIR dengan pelet kalium Bromida (KBr).

#### b. Karakterisasi dengan XRD

Polimer kolesteril akrilat dikarakterisasi dengan XRD, dilakukan dengan menggunakan shimadzu XRD 7.000 difraktometer dilengkapi dengan anoda tembaga (Cu)  $k\alpha$  ( $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$ ), difraksi monokromator nikel datar, dan detektor. Sampel diletakkan secara horizontal. Pengukuran dilakukan pada sudut  $2\theta$  mulai dari  $5^\circ - 100^\circ$ .

#### c. Karakterisasi dengan SEM

SEM digunakan untuk menganalisis morfologi permukaan sampel. Analisis SEM dilakukan dengan preparasi sampel di *coating* dengan Au (area  $1 \text{ cm}^2$ ).

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Fotopolimerisasi dilakukan pada monomer kolesteril akrilat menggunakan bantuan radiasi sinar UV, dengan variasi waktu 5, 10, 15, 20 dan 25 menit. Sebelumnya dilakukan pula sintesis monomer untuk memperbanyak sampel, yang dilakukan dengan dua tahap, yaitu pembuatan prekursor Akrilat dan pembuatan kolesteril akrilat. Hasil dari fotopolimerisasi di karakterisasi menggunakan beberapa instrumen yaitu, FTIR, SEM, dan XRD.

#### **A. Sintesis Kolesteril Akrilat**

##### **1. Pembuatan Prekursor Akrilat**

Sintesis prekursor akrililoksi butiloksi benzoat (ABB) dilakukan melalui dua tahap, yaitu pertama pembentukan Etil asetiloksi butiloksi benzoat yang selanjutnya dihidrolisisnya, dan tahap kedua akrilasi. Pembentukan Eter Williamson dilakukan dengan mereaksikan klorobutil asetat (KBA) dengan etil p-hidroksi benzoat (EHB), KI, dan  $K_2CO_3$ . Reaksi KBA dengan EHB akan menghasilkan etil asetiloksi butiloksi benzoat (gugus eter) berwujud endapan putih dan menghasilkan hasil samping filtrat berwarna kekuningan. Reaksi yang terjadi antara KBA dan EHB merupakan reaksi substitusi nukleofilik  $S_N2$ . Alkil halida primer pada KBA mengalami reaksi  $S_N2$  dengan nukleofilik  $-OH$  pada EHB. Oksigen dari ion hidroksida mengikat bagian belakang karbon ujung dan menggantikan ion klorin. Hal ini karena adanya halangan sterik yang kuat dari gugus alkil halida primer. Proses terjadi secara serempak dimana dua peristiwa sekaligus, yaitu (1) suatu ikatan baru mulai terbentuk, dan (2) ikatan C-Cl mulai terlepas (Fessenden & Fessenden, 1982).

Hasil etil asetiloksi butiloksi benzoat kemudian dihidrolisis menggunakan basa yang dilakukan dengan mereaksikan KOH yang berperan sebagai katalis dengan menghasilkan garam butiloksi benzoat dan selanjutnya diasamkan dengan HCL pekat. Produk dari tahap ini adalah

senyawa asam hidroksi butiloksi benzoat, produk yang dihasilkan bubuk putih.

Tahap kedua yaitu tahap akrilasi dilakukan dengan menambahkan PTSA ke produk senyawa asam hidroksi butiloksi benzoat. PTSA ini berfungsi sebagai katalis dan untuk mengikat air yang terbentuk dari hasil reaksi. Lalu dilakukan penambahan hidrokuinon yang berfungsi sebagai penangkal radikal bebas akibat terjadi reaksi yang melibatkan ikatan rangkap ganda pada asam akrilat.

Produk yang dihasilkan berupa endapan berwarna putih. Setelah didapat endapan yang dihasilkan ditimbang massanya. Secara keseluruhan dihasilkan produk sebanyak 10,6 gram.

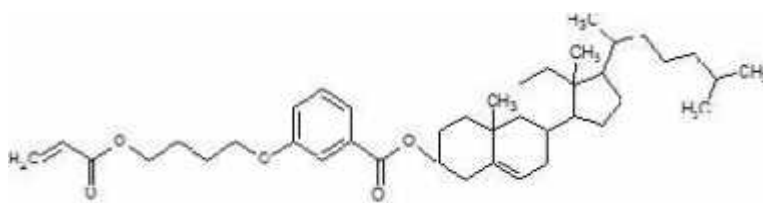
## **2. Pembuatan Kolesteril Akrilat**

Tahap awal untuk menghasilkan kolesteril akrilat ini, yaitu dengan mereaksikan masing-masing zat yang digunakan. Zat yang digunakan yaitu prekursor akrilat, pelarut diklorometana, dan disikloheksilkarbodiimida (DCC). Tahap yang dilakukan dengan cara diaduk dengan stirrer selama 30 menit pada suhu 0-50° C. Suhu dingin digunakan karena titik uap pelarut diklorometana lebih rendah dari suhu kamar sehingga dapat mengurangi volume pelarut. Ketika suhu naik, maka akan mengganggu reaksi dari DCC dan prekursor akrilat. Hal tersebut sesuai dengan kondisi dalam jalur reaksi esterifikasi steglich. Tahap selanjutnya adalah menambahkan kolesterol dan DMAP ke dalam campuran reaksi, kemudian refluks selama 5 jam pada suhu ruang.

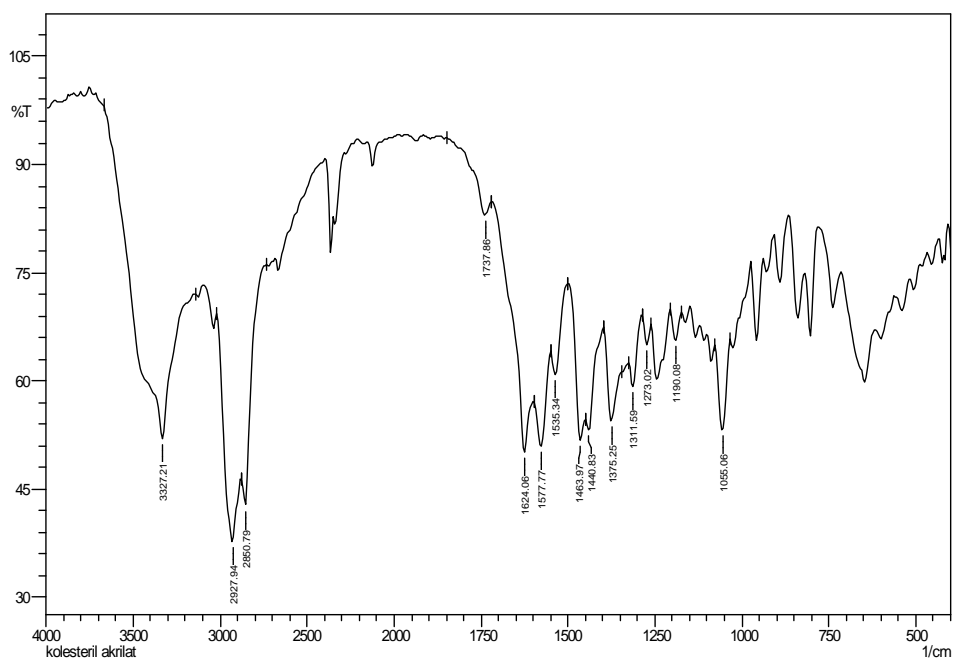
Senyawa N,N-4-dimetil amino piridin (DMAP) adalah senyawa yang mempunyai fungsi sebagai katalis. DMAP memiliki efek katalitik yang kuat dan digunakan sebagai katalis nukleofilik. Penambahan DMAP sebagai agen transfer gugus asil dan hidrokuinon sebagai gugus alkohol yang akan memberikan produk senyawa stabil disikloheksil urea (DHU) berupa endapan putih dan ester yang larut dalam pelarut diklorometana. Sedangkan DCC merupakan komponen yang berfungsi sebagai inisiator dalam reaksi bersama dengan prekursor akrilat (golongan karboksilat)

yang akan membentuk senyawa intermediet yang memiliki kereaktifan yang besar (Husniati, 2008).

Penggabungan aktivasi karboksil oleh DCC dan katalis DMAP secara bersamaan merupakan suatu metode untuk mengaktivasi asam karboksilat ketika akan direaksikan dengan nukleofil seperti alkohol atau amida pada suhu ruang (Hanafi, 1995). Sampel diperoleh berupa serbuk berwarna putih, dan memiliki bau yang khas seperti minyak angin.



**Gambar 28.** Struktur Senyawa Kolesteril Akrilat



**Gambar 29.** Spektum FTIR Kolesteril Akrilat

Senyawa kolesteril akrilat memiliki struktur molekul seperti pada gambar 28, sedangkan pada gambar 29 merupakan hasil analisis senyawa kolesteril akrilat menggunakan FTIR yang menunjukkan adanya peregangan O-H pada bilangan gelombang  $3327.21 \text{ cm}^{-1}$  dengan intensitas

kuat dan tajam, serta peregangan C-H yang berikatan pada ikatan rangkap pada bilangan gelombang  $2927.94\text{ cm}^{-1}$ . Muncul puncak serapan pada bilangan gelombang  $1737.86\text{ cm}^{-1}$ , berdasarkan penelitian Jian *et al* (2013) bilangan gelombang  $1730.22\text{-}1800\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus ester, sedangkan puncak spektrum IR gugus fungsi C=C terdapat pada bilangan gelombang  $1620\text{-}1639\text{ cm}^{-1}$  muncul untuk *polyacrylate cholesteric*, senyawa kolesteril akrilat puncak serapan IR ikatan C=C muncul pada bilangan gelombang  $1624.06\text{ cm}^{-1}$ .

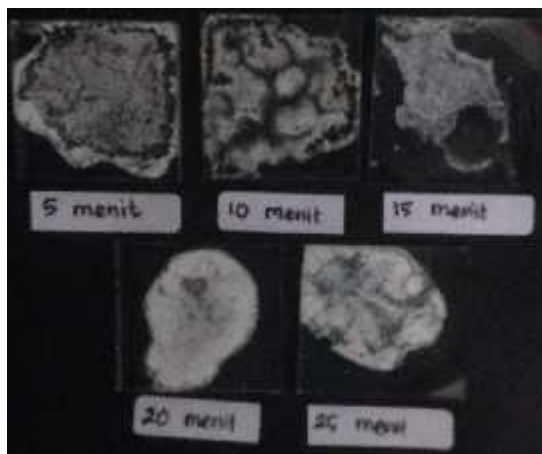
Sampel menunjukkan adanya puncak serapan IR pada bilangan gelombang  $1577.77\text{ cm}^{-1}$  dengan intensitas sedang dan tajam, puncak serapan tersebut menunjukkan adanya ikatan C=C aromatik yang terdapat pada struktur senyawa kolesteril akrilat yang berasal dari struktur akrilat. Hal ini juga didukung dengan adanya puncak serapan C-H *bending* alkena pada bilangan gelombang  $1441\text{-}1452\text{ cm}^{-1}$ . Bilangan gelombang  $1263.02\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya *stretching* C-O-C, serta pada bilangan gelombang  $937.08\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya cincin benzen yang tersubstitusi para.

## B. Fotopolimerisasi Monomer Kolesteril Akrilat

Fotopolimerisasi dilakukan dengan melarutkan kolesteril akrilat dalam diklorometana dan ditambahkan  $1\text{ }\mu\text{L}$  fotoinisiator darocure 1173. Setelah homogen larutan tersebut kemudian di tuang diatas plat kaca. Plat kaca yang digunakan yaitu CWC (*Cano Wedge Cell*). Selanjutnya plat kaca yang telah terisi larutan tersebut dipanaskan menggunakan *hot plate* pada rentang suhu  $60^{\circ}\text{-}70^{\circ}$ . Pemanasan ini bertujuan agar monomer dapat mencapai fasa kristal cairnya. Proses pemanasan tersebut dilakukan bersamaan dengan radiasi sinar ultraviolet dengan variasi waktu 5, 10, 15, 20, dan 25 menit.

Gambar 30 menunjukkan foto bentuk fisik hasil fotopolimerisasi pada masing-masing plat memiliki ciri-ciri fisik yang sama yaitu setelah didinginkan bentuknya kaku dan semakin lama pemaparan radiasi UV warna sampel semakin putih. Hal ini menandakan adanya perbedaan sifat kimia

yang berbeda-beda sehingga kelima sampel perlu dilakukan karakterisasi. Kelima sampel yang dikarakterisasi diharapkan bisa mendapatkan karakteristik dari masing-masing sampel polimer kolateral akrilat.



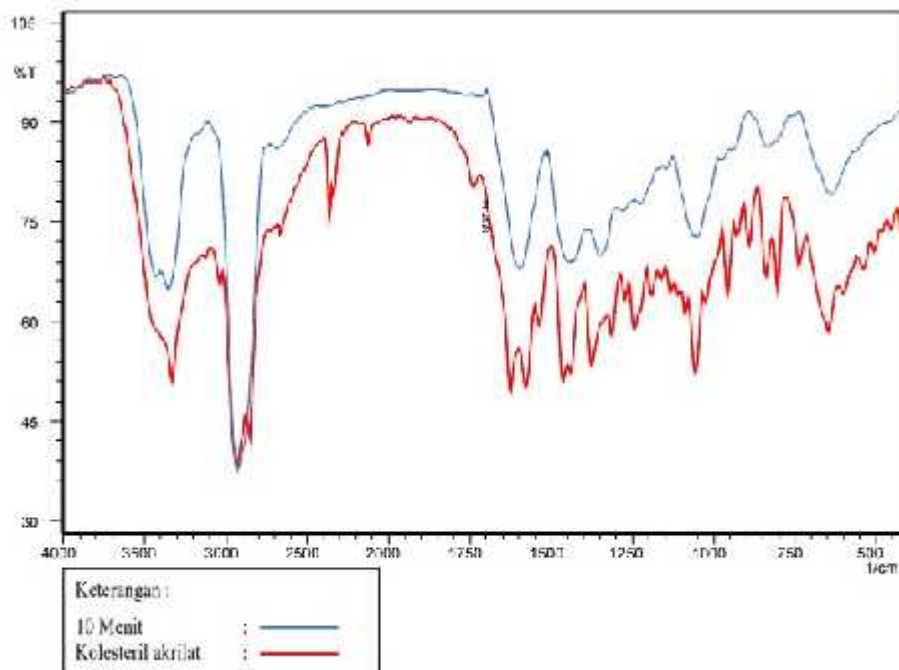
**Gambar 30.** Foto Hasil Fotopolimerisasi

Fotoinisiator yang digunakan pada penelitian ini adalah darocure 1173 yang bekerja pada daerah serapan sinar UV dengan rentang panjang gelombang 225-375 nm. Lampu UV memiliki panjang gelombang 365 nm, dengan demikian panjang gelombang ultraviolet sesuai dengan panjang gelombang bekerjanya darocure 1173 (Danu dkk., 1996).

Monomer kolesteril akrilat akan mengalami reaksi polimerisasi adisi radikal bebas. Polimerisasi adisi radikal bebas dimulai dengan pembentukan radikal bebas untuk membentuk polimer. Reaksi adisi terjadi pemutusan ikatan rangkap C=C dan menghasilkan ikatan tunggal C-C. Reaksi adisi kolesteril akrilat membutuhkan inisiator yang akan membentuk pusat aktif radikal sebagai permulaan polimerisasi. Pusat aktif radikal yang dihasilkan akan bereaksi dengan monomer dan mengalami perpanjangan dengan cepat, sehingga ukuran molekul polimer bertambah besar (Odiان, 2004).

Berdasarkan hasil analisis FTIR gambar 31, sampel monomer menunjukkan adanya puncak serapan IR ikatan rangkap C=C pada bilangan gelombang  $1624.06 \text{ cm}^{-1}$ , setelah dilakukan pemaparan sinar UV 10 menit puncak serapan tersebut hilang. Hal ini menandakan ikatan rangkap C=C telah di adisi oleh radikal bebas dan menjadi ikatan tunggal C-C.





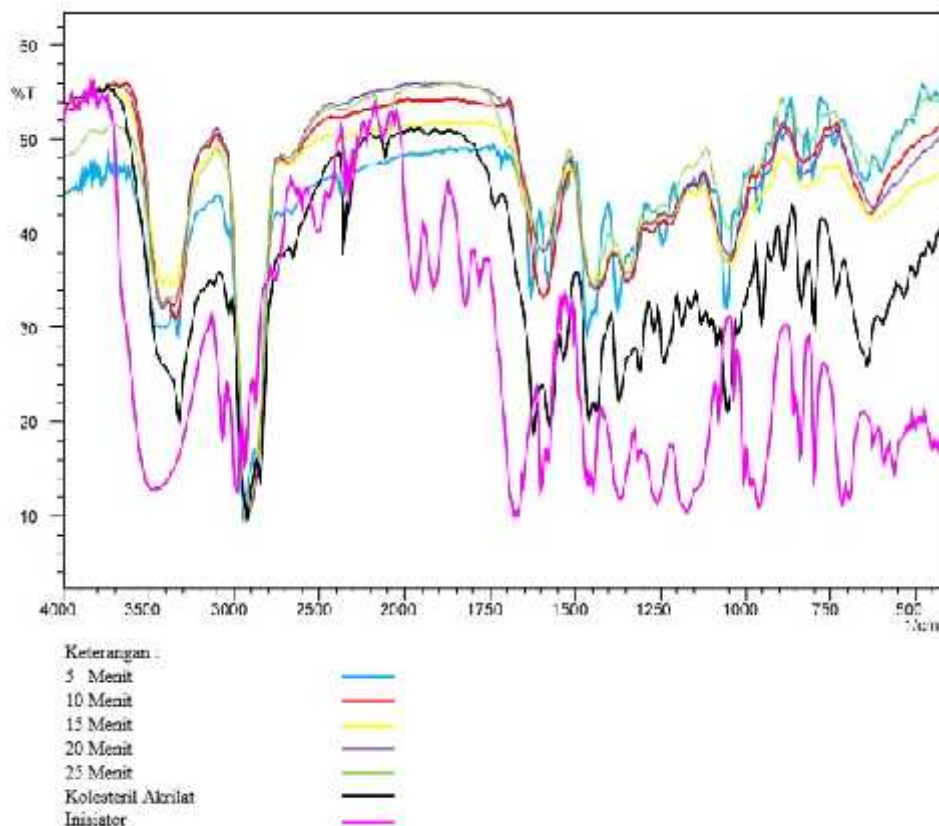
**Gambar 31.** Spektrum FTIR Sebelum dan Sesudah Fotopolimerisasi

Hasil dari polimerisasi sinar UV pada variasi waktu radiasi, masing-masing sampel dikeringkan dan kemudian di uji menggunakan instrumen FTIR, SEM, dan XRD. Gambar 31 menunjukkan tampilan fisik hasil polimerisasi yang terlihat berbeda, sehingga kelima sampel perlu dilakukan karakterisasi. Diharapkan dapat memperoleh karakteristik dari masing-masing waktu radiasi sinar UV.

### C. Karakterisasi Sampel

#### 1. Data Uji FTIR Polimer Kolesteril Akrilat

FRIT Digunakan untuk mengalasis informasi mengenai gugus-gugus yang terbentuk dari sampel polimer kolesteril aktilat yang memiliki puncak spektrum IR yang spesifik. Berdasarkan hasil karakterisasi didapatkan spektrum FTIR berikut;



**Gambar 32.** Spektrum IR Hasil Polimerisasi

Berdasarkan data spektrum FTIR pada gambar 32 diperoleh daftar gugus fungsi yang terdapat pada senyawa polimer kolesterol akrilat yang disajikan dalam tabel berikut:

**Tabel 2.** Puncak- Puncak Serapan IR Polimerisasi Kolesterol Akrilat

KA	Bilangan Gelombang $\text{cm}^{-1}$					Gugus Fungsi
	5 menit	10 menit	15 menit	20 menit	25 meni	
3327.21	3329.14	3350.35	3358.07	3425.58	3423.65	O-H
2927.94	2933.73	2927.94	2927.94	2927.94	2933.73	C-H alifatik
1624.06	1625.99					C=C
1577.77	1575.84	1593.20	1600.92	1593.20	1602.85	C=C aromatik
1463.97	1373.04	1350.17	1350.17	1350.17	1350.17	C-H
1055.06	1055.08	1051.20	1047.35	1049.28	1053.13	C-O-C ester
937.08	958.82	833.25	827.46	831.32	815.89	Benzena tersubstitusi para

Hasil analisis FTIR puncak serapan IR diperoleh data penelitian ini pada monomer kolesteril akrilat terdapat satu puncak vibrasi peregangan O-H pada bilangan gelombang  $3327.21\text{ cm}^{-1}$  dengan intensitas kuat dan agak melebar. Setelah dilakukan polimerisasi, semakin lama paparan sinar UV terjadi pengurangan intensitas yang menandakan pengurangan jumlah gugus fungsi tersebut dan intensitas puncak serapan pada bilangan gelombang  $3398.57\text{-}3425.58\text{ cm}^{-1}$  bertambah. Hal ini menandakan adanya vibrasi peregangan O-H pada sistem polimer yang terbentuk akibat reaksi monomer kolesteril akrilat dengan inisiator darocure 1173 yang semakin banyak. Kemudian pada semua sampel terdapat puncak serapan *stretching* C-H yang berikatan dengan alkena pada bilangan gelombang  $2927.94\text{-}2933.73\text{ cm}^{-1}$  dengan intensitas kuat dan tajam, yang menandakan bahwa jumlah ikatan tersebut banyak dan lamanya waktu radiasi UV tidak berpengaruh pada intensitas yang dihasilkan pada puncak tersebut.

Sampel monomer dan paparan sinar UV 5 menit terdapat puncak serapan IR pada bilangan gelombang  $1624.06\text{-}1625.99\text{ cm}^{-1}$  dengan intensitas sedang dan tajam. Berdasarkan penelitian Jian *et al.*, (2013) menunjukkan puncak spektrum IR gugus fungsi C=C pada bilangan gelombang  $1620\text{-}1639\text{ cm}^{-1}$  muncul untuk *polyacrylate cholesteric*, dan Wen *et al.*, (2013) pada bilangan gelombang  $1637.52\text{ cm}^{-1}$ . Berdasarkan hasil tersebut dapat diketahui bahwa pada sampel monomer dan paparan sinar UV 5 menit terdapat gugus fungsi C=C yang belum teradiasi menjadi ikatan tunggal C-C. Sampel paparan sinar UV 10 sampai 25 menit puncak spektrum IR tersebut hilang karena vibrasi ikatan rangkap C=C telah mengalami adisi oleh radikal bebas menjadi ikatan tunggal C-C. Penyerapan sinar UV oleh inisiator akan menghasilkan pusat aktif radikal yang kemudian akan mengadisi ikatan rangkap C=C pada monomer kolesteril akrilat. Pemutusan ikatan rangkap C=C ini akan memodifikasi sifat mekanik dari polimer kolesteril akrilat (Kuang *et al.*, 2005). Terbentuknya ikatan tunggal C-C dibuktikan dari peningkatan

intensitas dari puncak spektrum IR pada bilangan gelombang 2972-2933  $\text{cm}^{-1}$ .

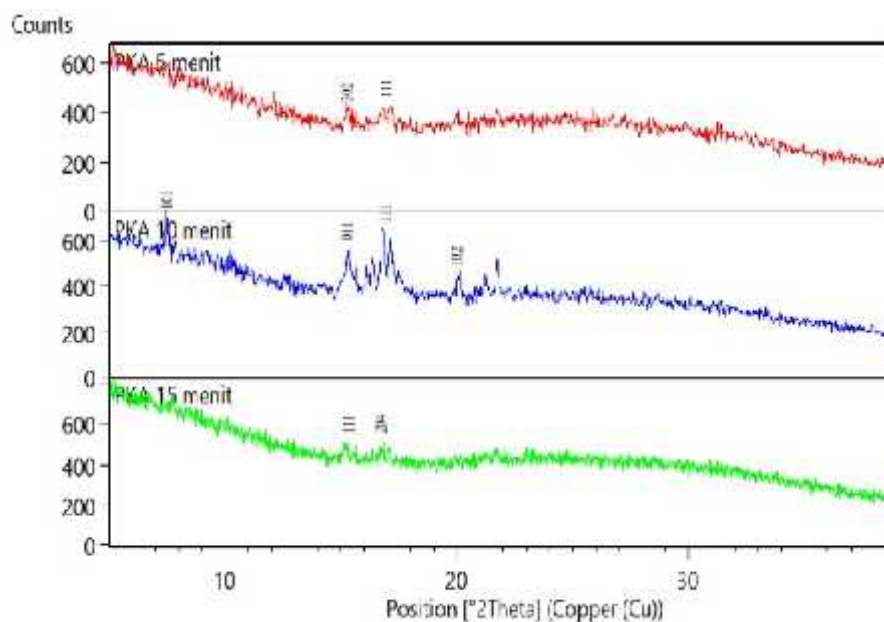
Seluruh sampel menunjukkan adanya puncak serapan pada bilangan gelombang 1577.84-1602.85  $\text{cm}^{-1}$  dengan intensitas sedang dan tajam, puncak serapan tersebut menunjukkan adanya ikatan C=C aromatik yang terdapat pada struktur senyawa polimer kolesteril akrilat yang berasal dari struktur akrilat. Didukung pula dengan adanya puncak serapan pembengkokan C-H alkena pada bilangan gelombang 1441-1452  $\text{cm}^{-1}$  tidak terjadi perubahan intensitas yang signifikan, hal ini menandakan bahwa lamanya waktu radiasi tidak berpengaruh terhadap ikatan rangkap C=C aromatik. Bilangan gelombang 1047.35-1055.06  $\text{cm}^{-1}$  muncul puncak serapan IR dengan intensitas sedang dan tajam, hal ini menunjukkan adanya vibrasi regangan C-O-C.

## 2. Data Uji XRD Polimer Kolesteril Akrilat

Pola difraksi sinar X diperoleh dari berkas radiasi sinar x oleh bidang hkl pada suatu kristal. Perbedaan bidang hkl akan menghasilkan puncak-puncak yang terletak pada suatu sudut difraksi tertentu. Setiap kristal memiliki karakteristik yang berbeda, hal tersebut ditunjukkan oleh perbedaan puncak-puncak yang muncul. Berdasarkan pola difraksi, maka dapat mengidentifikasi jenis material yang terdapat dalam suatu padatan, mengetahui pertumbuhan fasa akibat dari perlakuan panas dengan mempelajari pola difraksinya (Santoso, 2008).

Hasil analisis XRD polimer kolesteril akrilat, grafik yang dihasilkan menyatakan hubungan antara sudut  $2\theta$  dengan intensitas dengan sampel variasi waktu radiasi UV 5, 10, dan 15 menit. Pengukuran dilakukan pada sudut  $2\theta$   $5^{\circ}$ - $100^{\circ}$ . Berdasarkan grafik difraksi sinar X, ketiga sampel yang dianalisis memiliki fasa kristalin. Sampel polimer kolesteril akrilat pada pemaparan sinar UV 10 menit menunjukkan kristalinitas yang cukup besar, hal ini ditunjukkan dengan tingginya intensitas puncak difraksi sinar X. Sedangkan pada sampel waktu radiasi 5

dan 15 menit intensitas puncak difraksi sinar X nya rendah. Hal ini kemungkinan dikarenakan belum terbentuknya struktur kristalin pada pemaparan sinar UV 5 menit dan 15 menit. Struktur kristalin terbentuk untuk menjaga susunan dari setiap segmen agar tetap teratur pada rantai molekul (Calister & David, 2010).



**Gambar 33.** Pola Difraksi Sinar X Hasil Fotopolimerisasi

Ketiga sampel hasil analisis XRD menunjukkan nilai  $d_{hkl}$  yang berbeda-beda. Hal ini menandakan perbedaan waktu pemaparan sinar UV menghasilkan bidang kristalinitas senyawa polimer kolesteril akrilat yang berbeda-beda pula. Pola difraksi XRD pada pemaparan sinar UV 5 menit muncul puncak 2 pada  $15.31^\circ$  dan  $16.98^\circ$  dengan intensitas rendah. Sedangkan pada pemaparan sinar UV 10 menit muncul puncak 2 yang lebih banyak dan memiliki intensitas yang lebih tinggi yaitu pada  $15.32^\circ$ ,  $16.79^\circ$ ,  $17.10^\circ$ ,  $20.08^\circ$ , dan  $21.75^\circ$ . Pemaparan sinar UV 15 menit terjadi pengurangan puncak 2 dengan intensitas yang rendah pada  $15.20^\circ$  dan  $16.83^\circ$ , namun muncul puncak baru pada  $5.40^\circ$ . Berdasarkan Penelitian Afrizal *et al.*, (2012) pola difraksi XRD dari monomer kolesteril akrilat muncul puncak 2 pada  $2.70^\circ$ ,  $5.30^\circ$ ,  $17.11^\circ$ , dan  $18.58^\circ$ . Sedangkan pola difraksi XRD polimer kolesteril akrilat yang dilaporkan oleh (Ubaeni,

2016) pada sudut  $2\theta$  2,17°-5.25° menunjukkan pola difraksi XRD untuk fasa nematik, sedangkan fasa nematik kiral (kolesterik) pada sudut  $2\theta$  15°-20°. Dengan demikian dapat diketahui ketiga sampel memiliki pola difraksi XRD pada fasa nematik kiral (kolesterik).

Berdasarkan persamaan hukum *Bragg* didapat nilai  $d_{hkl}$  dari masing-masing difraktogram yang dihasilkan. Nilai  $d_{hkl}$  menunjukkan jarak antara dua bidang planar yang dibentuk dari susunan atom. Bidang kristalografi dinyatakan dalam format (*hkl*) yang merupakan bilangan bulat. Berdasarkan bidang kristal yang dihasilkan dari ketiga sampel polimer kolesteril akrilat, semua sampel memiliki fasa nematik kiral (kolesterik). Berikut bidang *hkl* yang diperoleh:

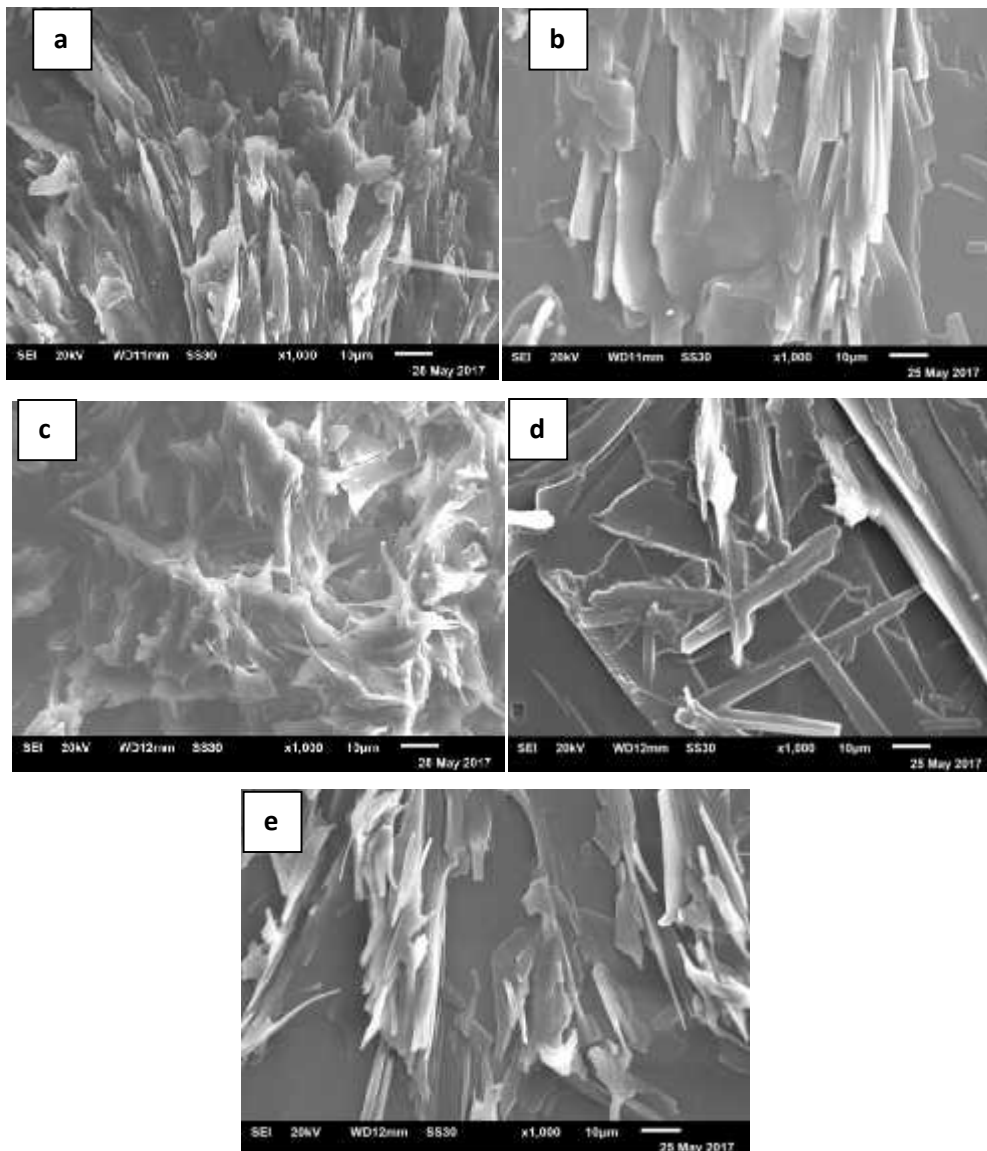
**Tabel 3.** Data Nilai *hkl* Masing-Masing Puncak Difraksi Sinar X

5 menit		10 menit		15 menit	
$2\theta$ (°)	<i>Hkl</i>	$2\theta$	<i>Hkl</i>	$2\theta$	<i>Hkl</i>
15.3058	(302)	15.3165	(101)	5.399	(020)
16.9809	(111)	16.7910	(011)	15.2021	(111)
		17.1021	(111)	16.8300	(204)
		20.0764	(102)		
		21.7459	(112)		

### 3. Data Uji SEM Polimer Kolesteril Akrilat

Analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) digunakan untuk mengetahui mikrostruktur, porositas, dan bentuk retakan pada benda padat. Analisis sampel dengan SEM harus dilakukan dengan cepat karena sampel yang dianalisis merupakan senyawa polimer organik, yang mudah rusak strukturnya saat terpapar berkas elektron yang ditembakkan pada saat proses analisis.

Gambar 34 hasil analisis sampel dengan SEM memberikan informasi mengenai morfologi permukaan polimer kolesteril akrilat. Hasil analisis SEM polimer kolesteril akrilat menunjukkan tidak adanya perubahan morfologi yang signifikan, kecuali pada sampel dengan pemaparan sinar UV 15 menit



**Gambar 34** . Mikrograf SEM Permukaan Polimer Kolesteril Akrilat  
 (a) 5 menit; (b) 10 menit; (c) 15 menit; (d) 20 menit; (e) 25 menit

Polimer jaringan disebut juga polimer ikat silang (*crosslinked*) karena beberapa rantai induk saling berikatan satu sama lain, sehingga sifatnya menjadi rigid atau kaku. Ikatan silang sangat penting dalam menentukan sifat fisik, karena dapat meningkatkan berat molekul. Polimerisasi radikal merupakan salah satu metode ikat silang. Ikat silang (*crosslinked*) dapat berintersaksi kovalen maupun interaksi non kovalen serta dapat meningkatkan massa molekul polimer (Berg *et al.*, 2013).

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **A. Kesimpulan**

Fotopolimerisasi telah berhasil dilakukan. Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan fotopolimerisasi berlangsung sempurna setelah 10 menit yang ditandai hilangnya gugus C=C pada bilangan gelombang  $1624.06\text{ cm}^{-1}$ . Berdasarkan data XRD, semua sampel menunjukkan adanya puncak pola difraksi fasa nematik kiral (kolesterik) sudut  $2\theta$  pada  $15-20^\circ$ . Waktu fotopolimerisasi berpengaruh terhadap kristalinitas senyawa polimer kolesteril akrilat, yang ditunjukkan dengan perbedaan jumlah puncak pola difraksi sinar X dan bidang kristal (*hkl*) yaitu, menit ke-5 (302) dan (111), menit ke-10 (101), (011), (111), dan (102), menit ke-15 (111) dan (204). Data hasil SEM memperlihatkan morfologi yang cenderung sama, tidak memiliki perbedaan yang signifikan. Data-data hasil spektroskopi hasil karakterisasi tersebut menunjukkan lamanya waktu pemaparan sinar UV pada proses fotopolimerisasi berpengaruh terhadap karakteristik polimer kolesteril akrilat.

#### **B. Saran**

Saran yang dapat penulis sampaikan agar penelitian ini dapat dikembangkan menjadi lebih baik, diantaranya:

1. Dila
2. kukan pengaruh variasi massa monomer terhadap karakteristik dari polimer kolesteril akrilat, serta kurva konversi untuk mengetahui laju kinetiknya.
3. Dilakukan pengaruh suhu terhadap proses polimerisasi, serta optimasi suhu untuk mengetahui suhu optimumnya.



## DAFTAR PUSTAKA

- Afrizal, Muhammad, H., Bambang, S., & Asep, R. 2012. XRD Pattern of Liquid Crystal Monomer Acrylate That Conjugated with Cholesterol and p-Hydroxyphenyl-2-Methyl Butanoic. *David Publishing*, 6, 1051-1055.
- Afrizal, Riswoko, A., Hikam, M., & Alhara. 2011. Thermal Analysis and Observation The Textures Blending of Monomer Liquid Crystal of Cholesteryl Acrylate with Cyclohexyl Acrylate and Cyanofenol Acrylate. *Proceedings of the 2nd International Seminar on Chemistry*, 51-54.
- Andrienko, D. 2006. *Indtroduction to Liquid Crystals*. International Max Plank Research School Modeling Of Soft Matter.
- Anonim. 2007. *University of Cambridge. Departement of Engineering University of Cambridge*: (<http://www-g.eng.cam.ac.uk/CMMPE/lcintro2.html>), diakses pada 26 November 2015 pada pukul 19.07 WIB)
- Asep, R. 2010. *Rekayasa Material Berbasis Struktur Nano Polimer Elektronik Untuk Komponen Perangkat Deteksi di Area Rawan Radiasi*. Jakarta.
- Berg, A., Wieland, M., Naumann, J., & Jaekel, O. 2013. High Resolution Dosimetry in Monoenergetic Proton Beam Therapy on A Normoxic Polymer Gel: The Importance of High Spatial Resolution for Reduced Bragg-Peak-Quenching. *Journal of Physics. Conference Series* 444, 12-54.
- Bunning, T. 2014 . *Cholesteric Liquid Crystals: Properties and Applications*. *Taylor & Francis*, 20, 23-24
- Calister, W. D., & David, G. R. 2010. *Materials Science and Engineering an Introduction 8<sup>th</sup> Edition*. USA: John Wiley & Sons.
- Corporation, T. N. 2001. *Introduction to Fourier Transform Infrared Spectrometry*. USA: Thermo Electron Business.
- Danu, S., Marsongko, M., Ardiartsi, M., & Juliati, J. R. 1996. *Sifat-Sifat Lapisan Poliester Akrilat Basil Iradiasi dengan Sinar Ultra-Violet*. UGM: Jurusan Teknik Nuklir dan BATAN: Pusat Aplikasi Isotop dan Radiasi.
- Decker, C. 1998. The Use of UV Irradiation in Polimerization. *Polymer International*. 45, 133-141.
- \_\_\_\_\_ 2006. UV-Radiation Curing of Adhesives. *Handbook of Adhesives and Sealants*, 9, 303-353.

- Decker, C., Viet, T. N., Decker, D., & Weber-Koehl, E. 2001. UV-Radiation Curing of Acrylate/Epoxy Systems. *Elsevier*, 42, 5531-5541.
- Endruweit, A., Johnson, M., & Long, A. 2006. Curing of Composite Components by Ultraviolet Radiation. *Wiley Inter Science*, 119-128.
- Fessenden, R. J., & Fessenden, J. S. 1982. *Kimia Organik*. Jakarta: Erlangga
- Fifield, F. W., & Kealey, D. 2000. *Principles and Practice of Analytical Chemistry 5th edition*. Malden: Blackwell Science, Inc.
- Gleeson, H. 2010. *Cholesteric Liquid Crystals and Beetles*. British Liquid Crystal Society: University of Manchester.
- Gokhan, A., Burcak, K. K., Mesut, E., Bulent, Y., & Murat, O. 2016. The Effect of Different Radiation Sources for The UV Curing of A Screen-Printed, Water-Based Polyurethane Acrylate Binder. *Society of Dyers and Colourists*, 132, 1-10
- Guo, J., Liu, F., Zhang, L., Cao, H., dan Yang, H. 2009. Preparation and Reflectance Properties of New Cholesteric Liquid Crystalline Copolymers Containing Cholesteryl Group. *Polymer Engineering and Science*.
- Hanafi, M. 1995. *Studies of Novel Antibiotic Metabolites from Streptomyces sp.* Department of Chemistry, Osaka City University.
- Harahap, H., & Manurung, R. 2005. *Perbandingan Beberapa Metode Praktis Polimerisasi*. Medan: Universitas Sumatera Utara.
- He, J. S., Zhang, Y., Cui, H. Z., Tao, Z. Y., & Zhang, L. B. 2009. Controlled Radical Polymerization of Cholesteryl Acrylate and Its Block Copolymer with Styrene Via The RAFT Process. *European Polymer Journal*, 45, 2395-2401
- Husniati. 2008. *Sintesis Senyawa Analog UK-3A: 3-Hidroksi-N-Oktipikolinamida, 2-Hidroksi-N-Fenil-Benzamida, 3-Hidroksi-N-Fenilpikolinamida, dan 2-Hidroksi-N-Oktilbenzamida dan Uji Bioaktivitas Secara In Vitro Terhadap Sel Kanker Murine Leukimia P-388*. Depok: Universitas Indonesia.
- Jain, K., Klier, J., & A, S. 2005. Photopolymerization of Butyl Acrylate-in-Water Microemulsions: Polymer Molecular Weight and End-Groups. *Polymer*, 46, 11273-11278.

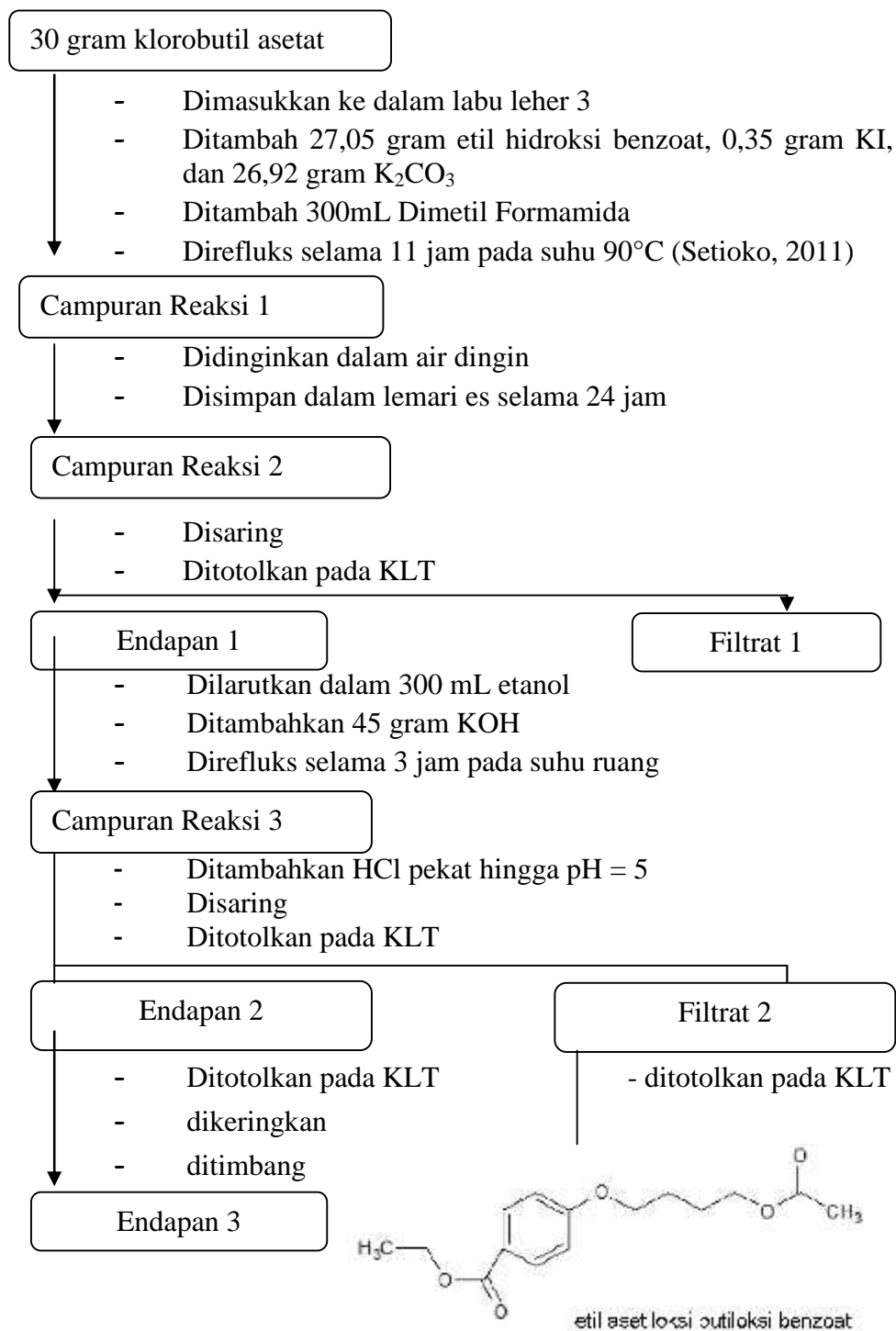
- Jian, S. H., Qun, L., Yi, N. L., Ya, T. S., & Wuyuntama, L. 2013. New Chiral Liquid Crystal Monomers and Cholesteric Polyacrylate: Synthesis and Characterisation. *Taylor & Francis*, 40, 1095-1104.
- Kuang, S. C., Yee, Y. W., & Shaari, S. 2005. Optimized Curing Process for Perfluorinated Acrylic Polymer Optical Wave Guide. *Science and Technology of Advance Material*, 6, 383-387.
- Melati, R. 2008. *Sintesis dan Karakterisasi Polistiren dengan Benzoil Peroksida sebagai Inisiator*. Bandung: Institut Teknologi Bandung. Thesis
- Meyer, R. B., Lonberg, F., & Chang, C. C. 1996. Cholesteric Liquid Crystal Smart Reflectors. *Taylor & Francis*, 288, 47-61.
- Minhara, T., Uedaira, T., & Koide, N. 2002. Fixation of Cholesteric Helical Structure by the Photopolymerization of a Cholesteryl Derived Monomer. *Liquid Crystal*, 26, 855-861.
- Mufti, M. 2000. *Kristal Cair*, (online). LIPI (<http://www.fisikanet.lipi.go.id/utama.cgi?artikel&1272541639>, diakses pada 4 Desember 2016 pada pukul 20.47 WIB)
- Nurdelima, A. 2013. *Polimerisasi Senyawa Kristal Cair Menggunakan Sinar UV dari Monomer (S)-(+)-4-(2-Metil-1-Butiloksi 4-[1-(Propenoksi) Butiloksi] Benzoat dengan Berbagai Variasi Waktu Polimerisasi*. Jakarta: Universitas Negeri Jakarta. Skripsi
- Odian, G. 2004. *Principles of Polymerization Fourth Edition*. USA: Wiley Interscience.
- Patrick, O., & Pieranski, P. 2005. *Nematic and Cholesteric Liquid Crystals*. Boca Raton: Taylor & Francis.
- Prasada, A. 2012. *Fisika Material I*. Universitas Indonesia: Ilmu Fisika.
- Priestley, E. B., Wojtowicz, P. J., & Sheng, P. 1975. *Introduction to Liquid Crystals*. New Jersey: Plenum Publishing Corporation.
- Purbo, C., Rachman, F., & Teguh, B. K. 2009. *X-Ray Difraktometer (XRD)*. Surakarta: Universitas Sebelas Maret.
- Santoso, A. 2008. *Analisa Struktur dan Komposisi Material Lapisan Tungsten Carbide/Cobalt (Wc/Co) yang Dipersiapkan dengan Metode HVOF*. Universitas Indonesia: Fisika Murni dan Terapan.
- Shanks, Robert, A., & Daniel, S. 2012. Thermal and Optical Characterization of Polymer-Dispersed Liquid Crystals. *International Journal of Polymer Science*, 1-13

- Sharmila, J., & Gohil, M. H. 2012. Scanning Electron Microscopy Study to Analyze The Morphological Characteristics of Root Surfaces After Application of Carisolv Gel in Association with Scaling and Root Planing. *Journal of Indian Society of Periodontology*, 16, 329-332.
- Ubaeni, E N. 2016. *Optimasi Waktu Fotopolimerisasi Insitu Senyawa Kolesteril Akrilat pada Rentang Suhu 60-70° C dengan Metode UV Curing*. Jakarta: Skripsi.
- Wen, Q., Zhang, Y., & Zhu, J. 2013. Preparation and Characterization of UV Curable Polyurethane Acrylate Adhesives. *Advance Material Research*, 20, 654-659.
- Wu, H. 2004. *Anchoring Behavior of Chiral Liquid Crystal at Polymer Surface: in Polymer Dispersed Chiral Liquid Crystal Films*. Georgiana Institute Technology.
- Yangci, Y., Jockusch, S., & Turro, N. J. 2010. Photoinitiated Polymerization: Advances, Challenges, and Opportunities. *Macromolecules*, 43, 6245-6260.

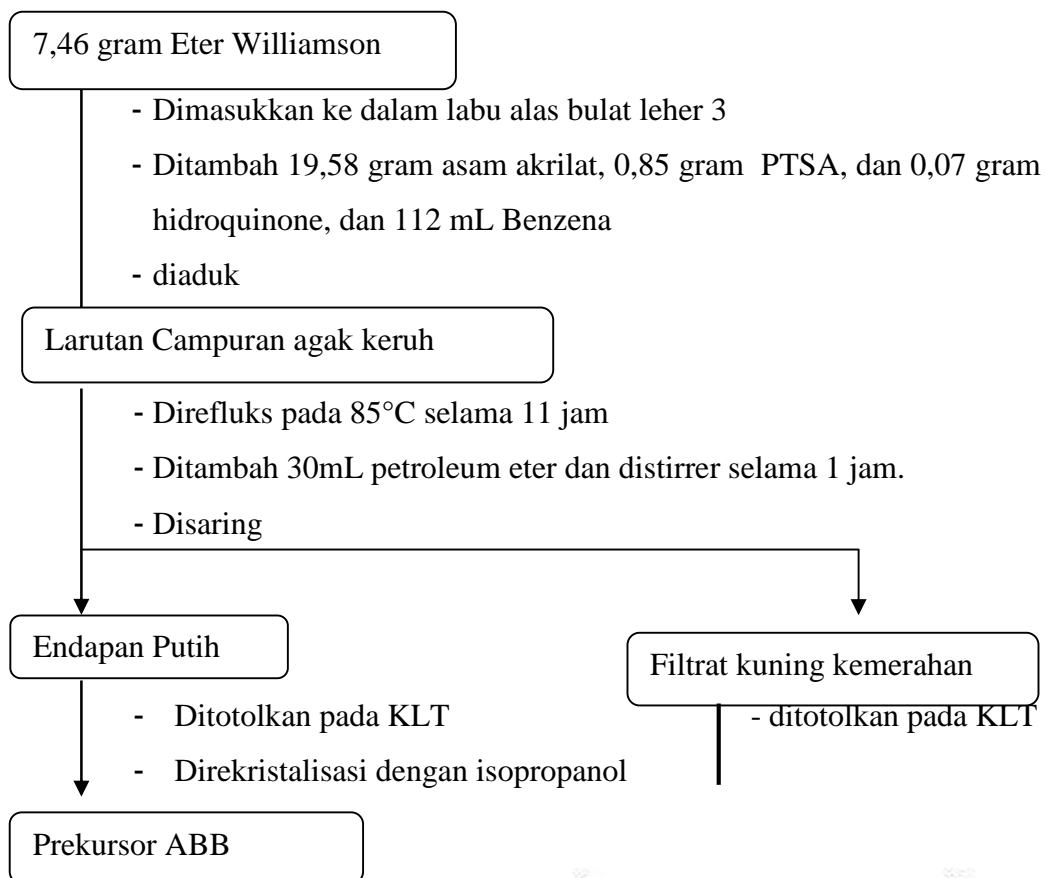
## **LAMPIRAN**

### Lampiran 1. Bagan Sintesis Kolesteril Akrilat

#### i. sintesis Eter williamson (etil asetiloksi butiloksi benzoat)

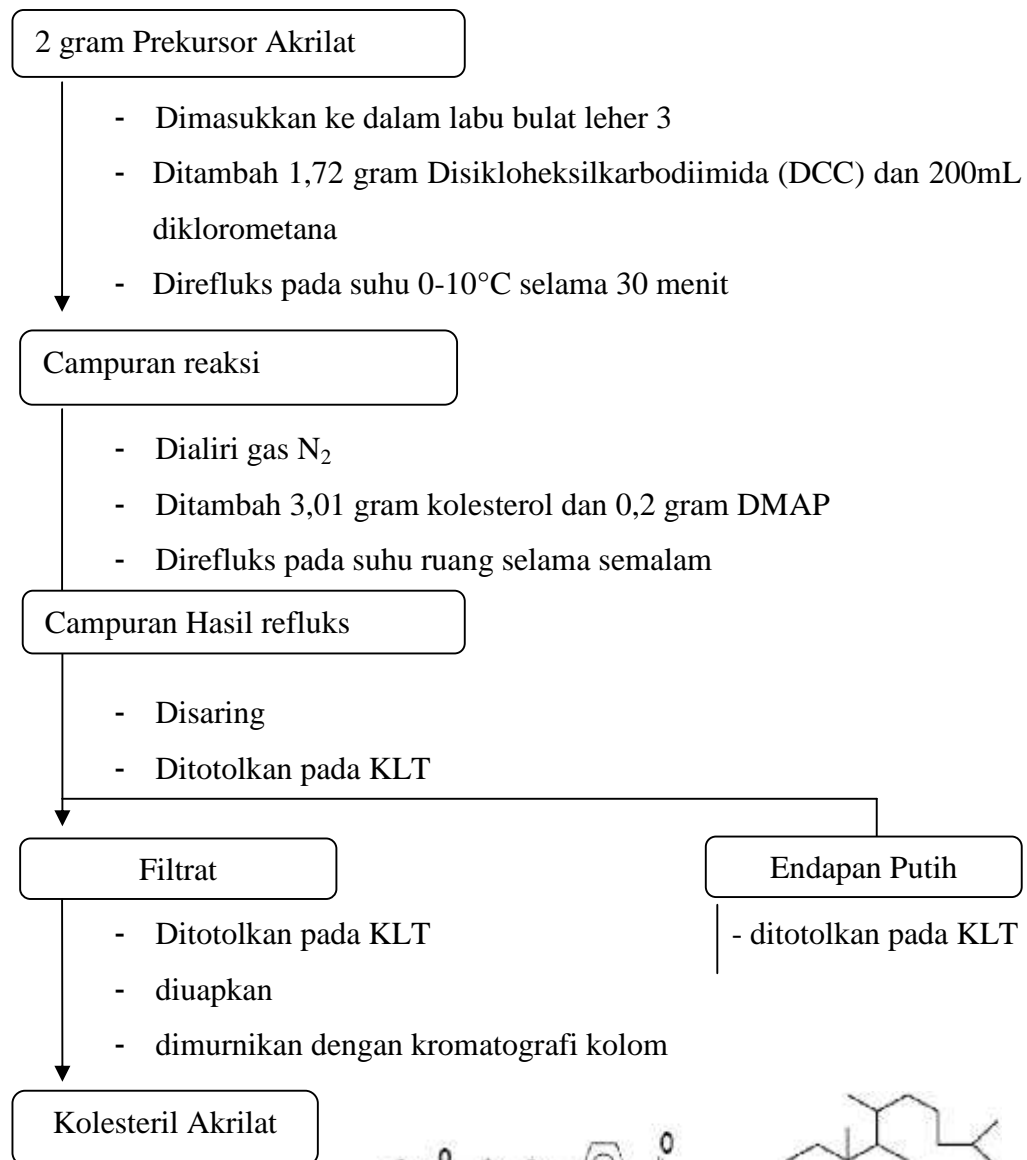


## ii. Pembuatan prekursor ABB



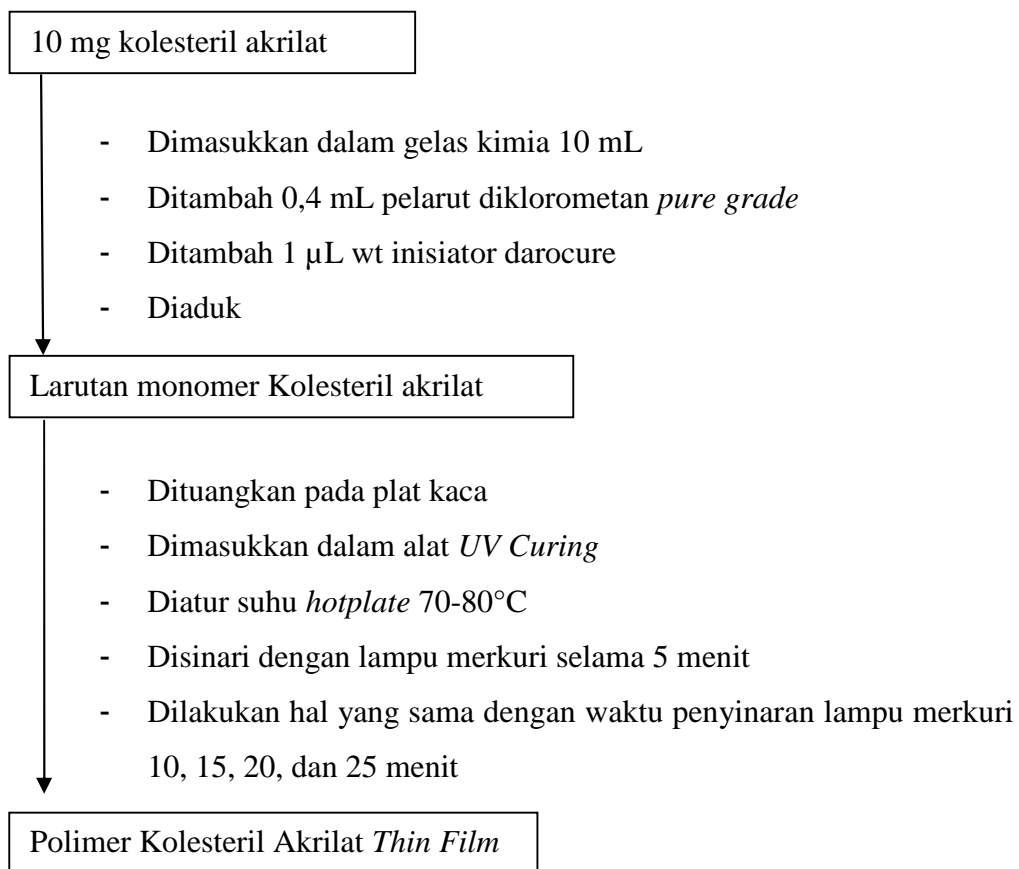
Akrioloiloksi Butiloksi Benzoat (ABB)

## iii. Sintesis Kolesteril Akrilat



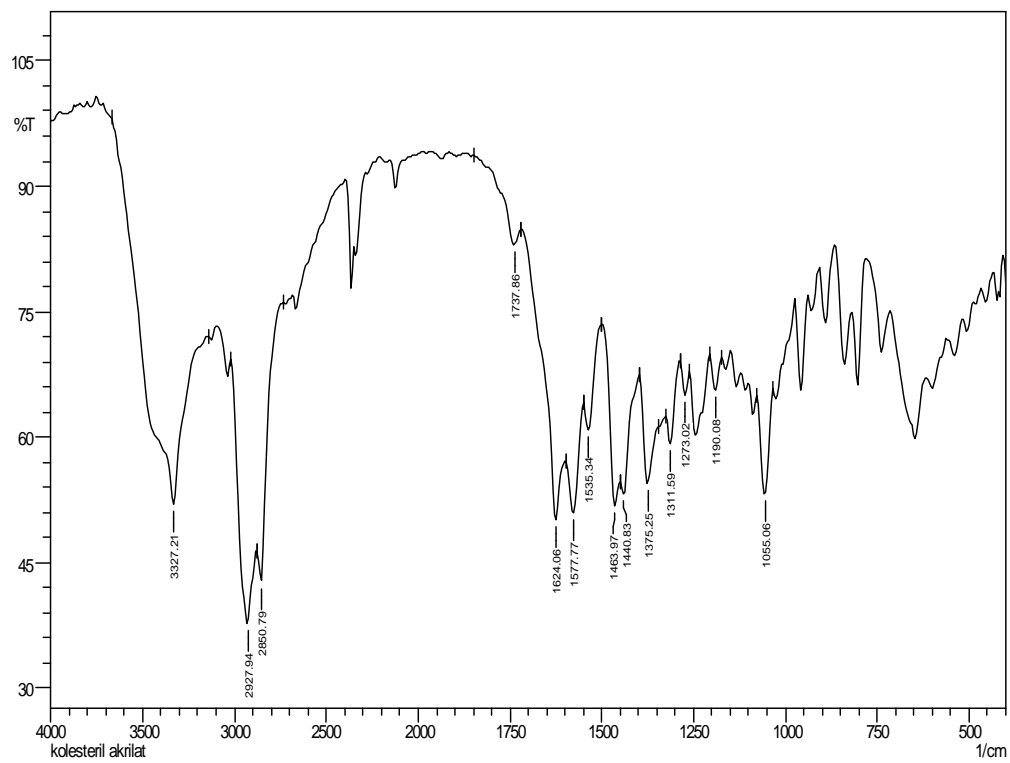
kolesteril akrilat



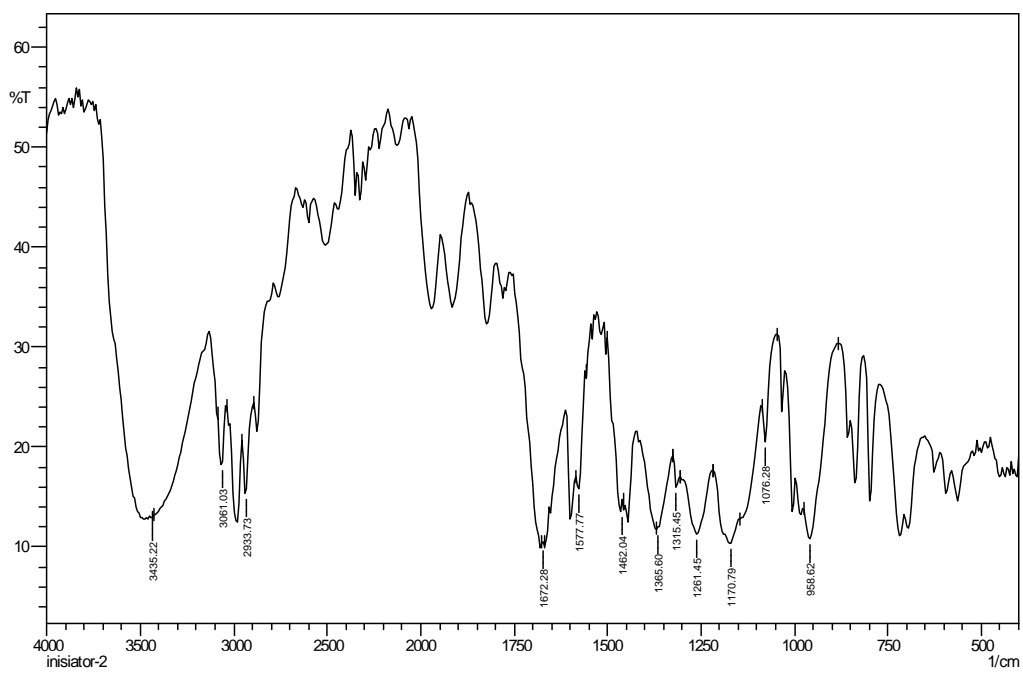
**Lampiran 2. Bagan Polimerisasi Kolesteril Akrilat**

### Lampiran 3. Spektrum FTIR masing masing sampel

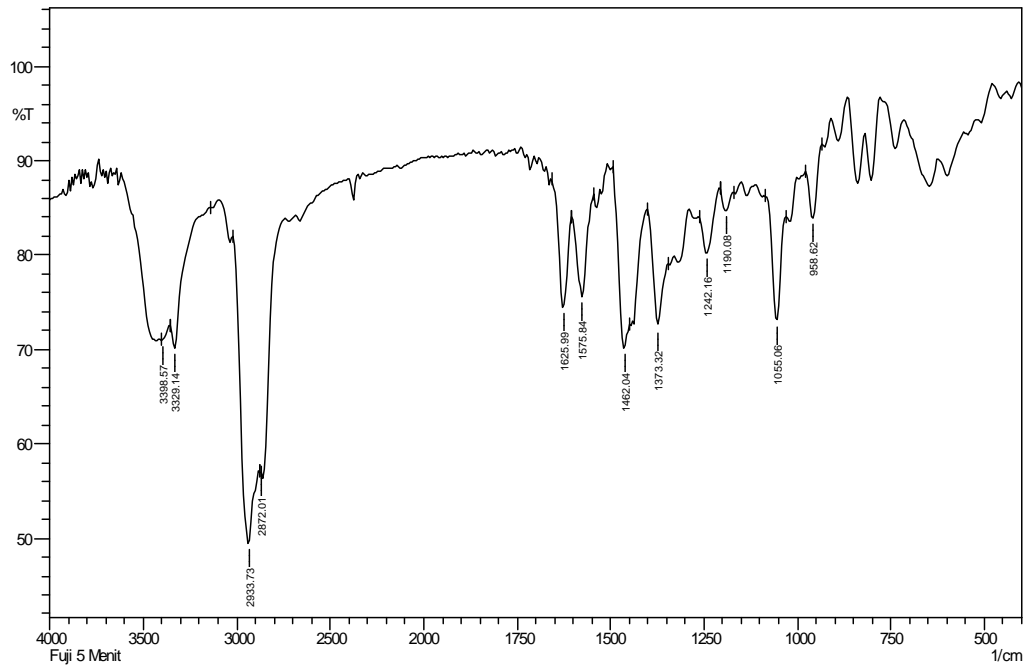
#### 1. Spektrum FTIR monomer Kolesteril Akrilat



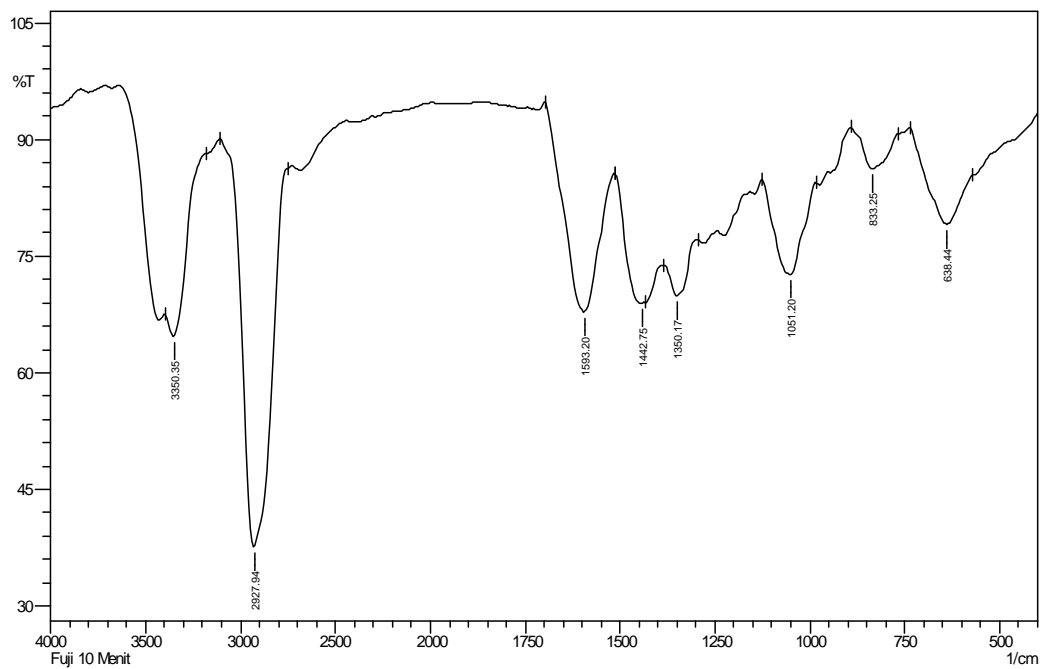
#### 2. Spektrum FTIR inisiator darocure



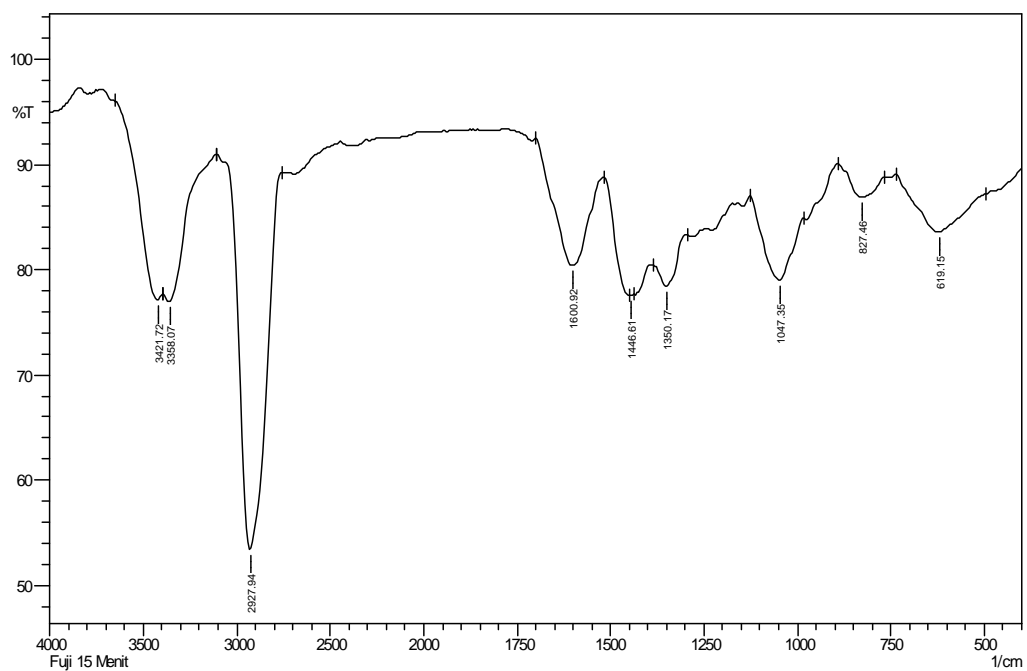
### 3. Spektrum FTIR polimerisasi 5 menit



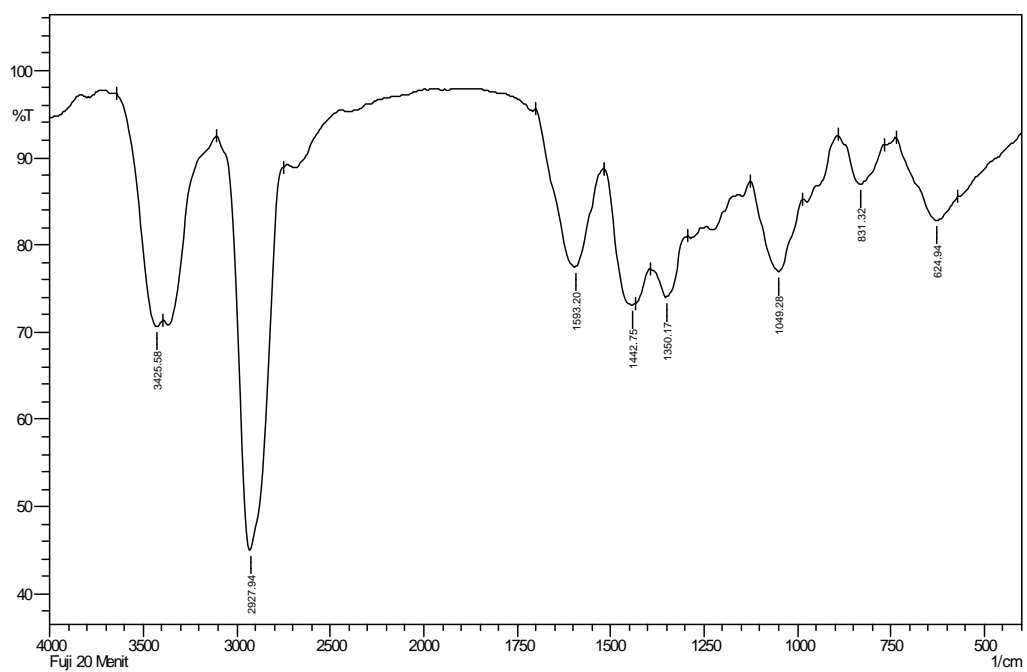
### 4. Spektrum FTIR polimerisasi 10 menit



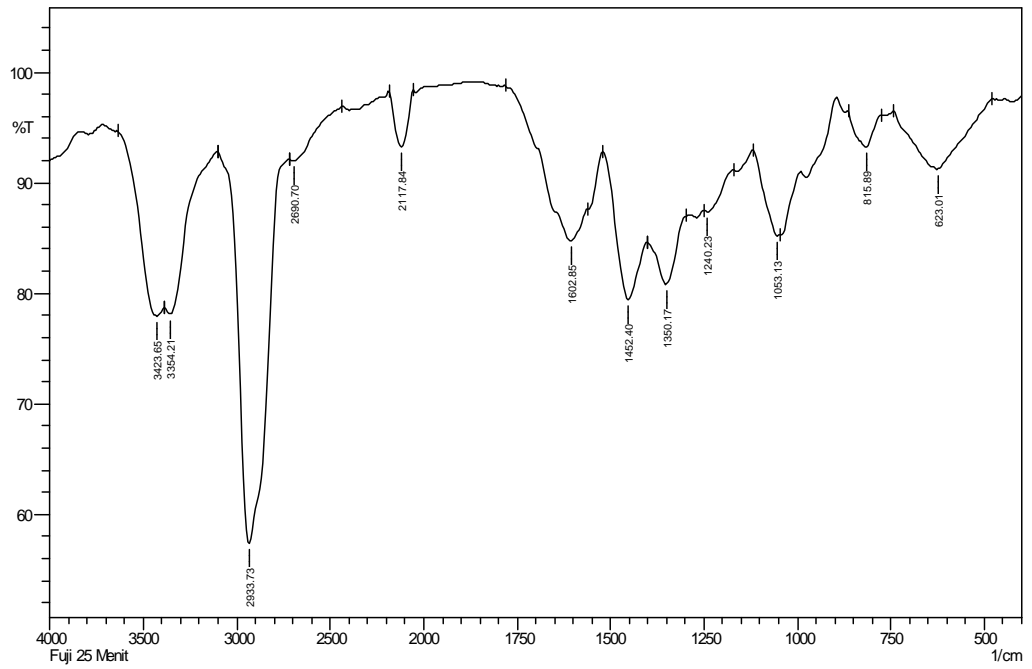
## 5. Spektrum FTIR 15 menit



## 6. Spektrum FTIR polimerisasi 20 menit



## 7. Spektrum FTIR polimerisasi 25 menit



## RIWAYAT HIDUP



FUJI LESTARI. Dilahirkan di Pacitan pada tanggal 7 Agustus 1995. Penulis merupakan anak pertama dari tiga bersaudara dari pasangan Bapak Mujiono dan Ibu Misrati.

Penulis menyelesaikan pendidikan dasar di SDN Tamanasri 1 yang kemudian pindah ke SDN Kelapa Dua Wetan 03 dan lulus pada tahun 2007, pendidikan menengah tingkat pertama di SMPN 174 Jakarta pada tahun 2010, dan pendidikan tingkat atas di SMAN 58 Jakarta pada tahun 2013 dan pada tahun yang sama lulus seleksi masuk Universitas Negeri Jakarta melalui jalur SNMPTN Undangan. Penulis memilih Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu pengetahuan Alam.

Selama mengikuti perkuliahan di Universitas Negeri Jakarta penulis pernah menjadi panitia TEKIM yang diadakan oleh BEMJ Kimia. Penulis pernah mengikuti kegiatan Kunjungan Industri ke BATAN dan Pusat Setra Polimer PUSPITEK Serpong. Penulis menjadi Asisten mata kuliah Praktikum Kimia Dasar, Kimia Organik, dan Kimia Analitik Kualitatif dan Kuantitatif 2016/2017. Penulis mendapatkan hibah PKM-kewirausahaan mahasiswa tingkat Nasional pada tahun 2015 dan hibah PKM-Penelitian tingkat Nasional pada tahun 2017. Penulis dinyatakan lulus S1 Kimia pada tanggal 14 Agustus 2017.