

SINTESIS DAN KARAKTERISASI *MICROSPHERE* BERBASIS POLI METIL META AKRILAT (PMMA)

Indra Gunawan, Tri Darwinto, Sudaryanto, Ari Handayani
Pusat Penelitian dan Pengembangan Ilmu Bahan - BATAN

ABSTRAK

SINTESIS DAN KARAKTERISASI *MICROSPHERE* BERBASIS POLI METIL META AKRILAT (PMMA). Telah dilakukan studi tentang pengaruh konsentrasi PMMA terhadap bentuk dan ukuran *microsphere* dengan menggunakan *scanning electron microscope* (SEM). Sintesis *microsphere* dilakukan dengan metode pengadukan dan evaporasi larutan dari suatu sistem emulsi. Proses emulsifikasi dilakukan dengan mencampurkan larutan PMMA di dalam pelarut kloroform dengan variasi konsentrasi 1, 4, 8 dan 16 % (b/b) ke dalam larutan PVA di dalam pelarut aquades dengan konsentrasi 1 % (b/b). Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa ukuran dan bentuk *microsphere* dipengaruhi oleh konsentrasi larutan polimer. Pada konsentrasi PMMA terlalu rendah (1% b/b) atau konsentrasi PMMA terlalu besar (16% b/b) diperoleh ukuran *microsphere* beragam dari 20 – 200 μm , sedangkan pada konsentrasi polimer PMMA 4 % dan 8 % (b/b) diperoleh ukuran *microsphere* yang relatif seragam sebesar 20 μm . Analisis ketahanan panas dengan menggunakan *differential thermal analyzer* (DTA) diperoleh titik gelas *microsphere* berbasis PMMA, T_g berkisar pada 256,5 °C dan entalpi gelas $\Delta H = 1,476 \text{ J/g}$. Sedangkan suhu leleh $T_m = 275,8 \text{ °C}$ dengan entalpi leleh $\Delta H = -12,72 \text{ J/g}$ dan suhu dekomposisi $T_d = 373,4 \text{ °C}$ dengan entalpi dekomposisi $\Delta H = -27,86 \text{ J/g}$.

Kata kunci : *microsphere*, sintesis, karakterisasi.

ABSTRACT

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF *MICROSPHERE* BASED ON POLY METHYL METACRYLAT (PMMA). It has been done the study on the influence of PMMA concentration to the shape and size of *microsphere* by using scanning electron microscope (SEM). The synthesis of *microsphere* was done by mixing and solvent evaporation method from the emulsion system. Emulsification process was carried out by mixing PMMA solution in the chloroform which are varied from 1, 4, 8, 16 % (w/w) into PVA solution of water with mixed concentration of 1% (w/w). The result showed that shape and size of *microsphere* were influenced by polymer concentration. At too low (1% w/w) or too high (16% w/w) concentration of

PMMA the size of microsphere are heterogeneous from 20 – 200 μm . At PMMA concentration of 4 and 8 % (w/w) the size of microsphere are homogen at 20 μm . Analysis of thermal resistance was done by using differential thermal analyzer (DTA) which is found that glass temperature T_g of PMMA based microsphere was 256.5 °C and enthalpy $\Delta H = 1.476 \text{ J/g}$. The melting temperature $T_m = 275.8 \text{ }^\circ\text{C}$ with enthalpy $\Delta H = -12.72 \text{ J/g}$ and decomposition temperature $T_d = 373.4 \text{ }^\circ\text{C}$ with enthalpy $\Delta H = -27.86 \text{ J/g}$.

Key words : microsphere, synthesis, characterization.

PENDAHULUAN

Polimer *microsphere* adalah polimer dalam bentuk bola berskala mikrometer sebagai pengungkung senyawa dalam bentuk gas, larutan atau padatan. Oleh sebab itu polimer *microsphere* dapat diaplikasikan pada berbagai bidang [1]. Bidang-bidang penggunaan *microsphere* di antaranya sebagai *radioembolization therapy* yaitu *microsphere* polimer *biodegradable* yang diisi bahan radiofarmaka untuk terapi jaringan tumor [2,3] dan gelembung mikro haemoglobin yang mungkin suatu waktu dapat digunakan sebagai pengganti darah, serta *microsphere* gelas berpori didoping bahan organik yang dapat mengering digunakan sebagai sensor serat optik. Di samping itu *microsphere* plastik dapat digunakan di dalam percobaan nuklir fusi sebagai tempat bahan bakar sebelum dilakukan *blasting* dengan pancaran laser, dan *microsphere* indium oksida yang dicampur (*blending*) ke dalam matriks polimer sebagai pelapis antistatik untuk peralatan luar angkasa [1].

Polimer *microsphere* dapat dibuat dengan metode evaporasi larutan dari suatu sistem emulsi dua polimer [4,5]. Campuran sistem polimer yang diaduk akan membentuk *microsphere* karena dua larutan yang tidak saling bercampur jika diaduk akan membentuk gelembung-gelembung kecil dalam ukuran mikro. Lamanya waktu pencampuran akan menyebabkan pelarut organik menguap sehingga gelembung-gelembung berisi polimer tertinggal membentuk *microsphere* [4].

Dihipotesiskan bahwa ukuran polimer *microsphere* yang dihasilkan dari sistem emulsi yang dibuat sangat tergantung pada kondisi proses emulsifikasi dan evaporasi. Parameter proses emulsifikasi yang mempengaruhi pembentukan ukuran butir *microsphere* berupa konsentrasi polimer, kecepatan pengadukan, dan suhu. Bentuk serta ukuran *microsphere* dikarakterisasi dengan menggunakan SEM, sedangkan ketahanan bahan polimer terhadap panas diuji dengan menggunakan DTA.

Hasil yang diharapkan dari kegiatan penelitian ini adalah penguasaan sintesis *microsphere* berukuran tertentu yang dibuat dari bahan polimer sebagai pengungkuh bahan magnet untuk bahan industri.

TATA KERJA

Bahan

Semua bahan kimia yang digunakan sebagaimana yang diterima, tanpa perlakuan khusus. Poli metil meta akrilat (PMMA, BM = 120000) diperoleh dari Aldrich (AS). Poli vinil alkohol (PVA, BM = 72000) diperoleh dari Merck (Jerman). Pelarut yang digunakan adalah kloroform dengan derajat p.a. diperoleh dari Merck.

Sintesis

Sintesis *microsphere* dilakukan dengan metode evaporasi larutan dari suatu sistem emulsi. PMMA dilarutkan ke dalam kloroform dengan variasi konsentrasi 1, 4, 8 dan 16 % (b/b). PVA dilarutkan ke dalam aquades dengan konsentrasi 1 % (b/b), mengacu pekerjaan Nijsen, et al. [4] di mana untuk memperoleh butiran *microsphere* yang halus dan benar-benar bulat konsentrasi PVA dibuat pada 2-3 % (b/b). Proses emulsifikasi dilakukan dengan mencampurkan larutan PMMA yang dibuat bervariasi ke dalam larutan PVA yang dibuat tetap. Campuran kemudian diaduk dengan kecepatan pengadukan tetap menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan pengadukan 1500 rpm selama 4 jam. Dalam proses ini kloroform menguap dan

terbentuk *microsphere* berupa butir padatan berwarna putih. *Microsphere* terbentuk selanjutnya dicuci, disaring dan dikeringkan dengan *dryer*.

Karakterisasi

Bentuk dan ukuran *microsphere* ditentukan dengan menggunakan SEM model Philip 505 pada perbesaran 100 x yang terdapat di laboratorium STA BBI, P3IB-BATAN, Serpong. Bahan uji terlebih dahulu dilapisi dengan Emas (Au) agar konduktif dengan menggunakan alat *sputtering*. Identifikasi ketahanan panas dilakukan dengan menggunakan DTA Setaram TAG 24 di laboratorium STA BBI, P3IB-BATAN, Serpong.

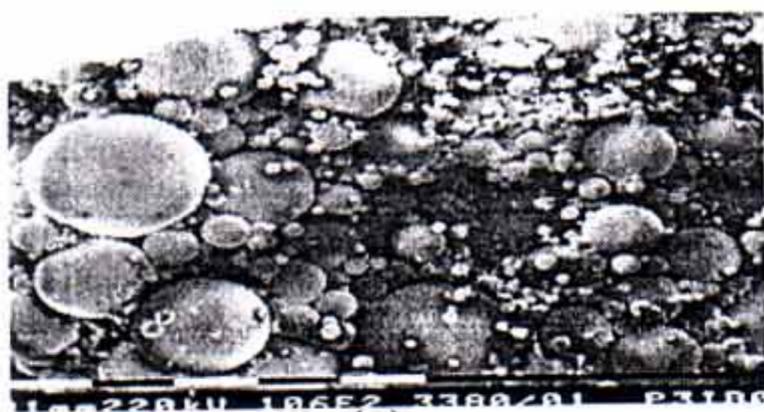
HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis *microsphere* diawali oleh pembentukan emulsi dari pencampuran larutan PMMA di dalam kloroform dan larutan PVA di dalam air. Larutan kloroform dan air tidak saling bercampur, sehingga sebelum dilakukan pengadukan terpisah menjadi dua lapisan. Pada saat dilakukan pengadukan terjadi dispersi larutan kloroform ke dalam air membentuk sistem emulsi yang berasal dari gelembung kloroform berskala mikro di dalam air. Lamanya proses pengadukan menyebabkan kloroform menguap, lalu membentuk gelembung berskala mikro (μm).

Pada penelitian ini dilakukan studi pengaruh konsentrasi larutan PMMA terhadap ukuran dan bentuk *microsphere*. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa ukuran dan bentuk *microsphere* dipengaruhi oleh konsentrasi larutan polimer. Analisis bentuk dan ukuran *microspheres* dilakukan dengan menggunakan SEM. Gambar 1 menunjukkan dengan jelas bentuk dan ukuran *microsphere* yang dipengaruhi oleh parameter proses sintesis yaitu konsentrasi larutan PMMA.

Secara kuantitatif dapat dilaporkan bahwa pada konsentrasi PMMA terlalu rendah (1% b/b) atau konsentrasi PMMA terlalu tinggi (16% b/b) diperoleh ukuran

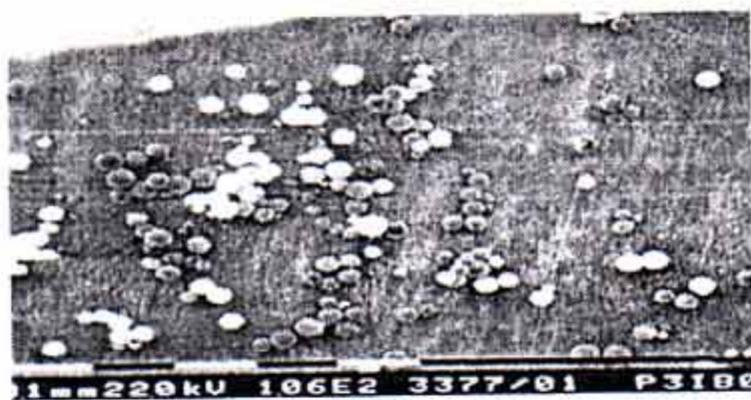
microsphere beragam dari 20-200 μ . Hal ini disebabkan oleh dispersi larutan kloroform pada konsentrasi PMMA terlalu rendah atau terlalu tinggi tidak merata, sehingga *microsphere* yang dihasilkan tidak homogen. Sedangkan pada konsentrasi polimer PMMA 4 % dan 8 % (b/b) diperoleh ukuran *microsphere* relatif seragam sekitar 20 μ . Dari Gambar 1 tersebut terlihat juga bahwa pada konsentrasi polimer PMMA 4 % dan 8 % (b/b) diperoleh bentuk partikel benar-benar bulat dan halus. Hal ini mungkin disebabkan oleh interaksi antar molekul PMMA di dalam larutan kloroform pada konsentrasi tersebut dan interaksi antar molekul PVA di dalam air saling kompatibel. Tidak demikian halnya pada konsentrasi PMMA terlalu tinggi (16 % b/b) diperoleh bentuk *microsphere* dengan bulatan lebih besar dan agak lonjong seperti bentuk *capsule*. Disimpulkan bahwa bentuk dan ukuran *microsphere* dapat dikontrol dari proses pembuatannya, dengan cara memvariasikan konsentrasi larutan polimer.



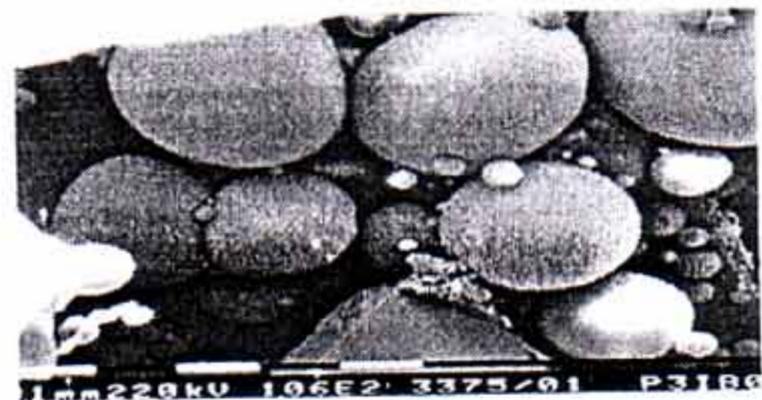
(a)



(b)



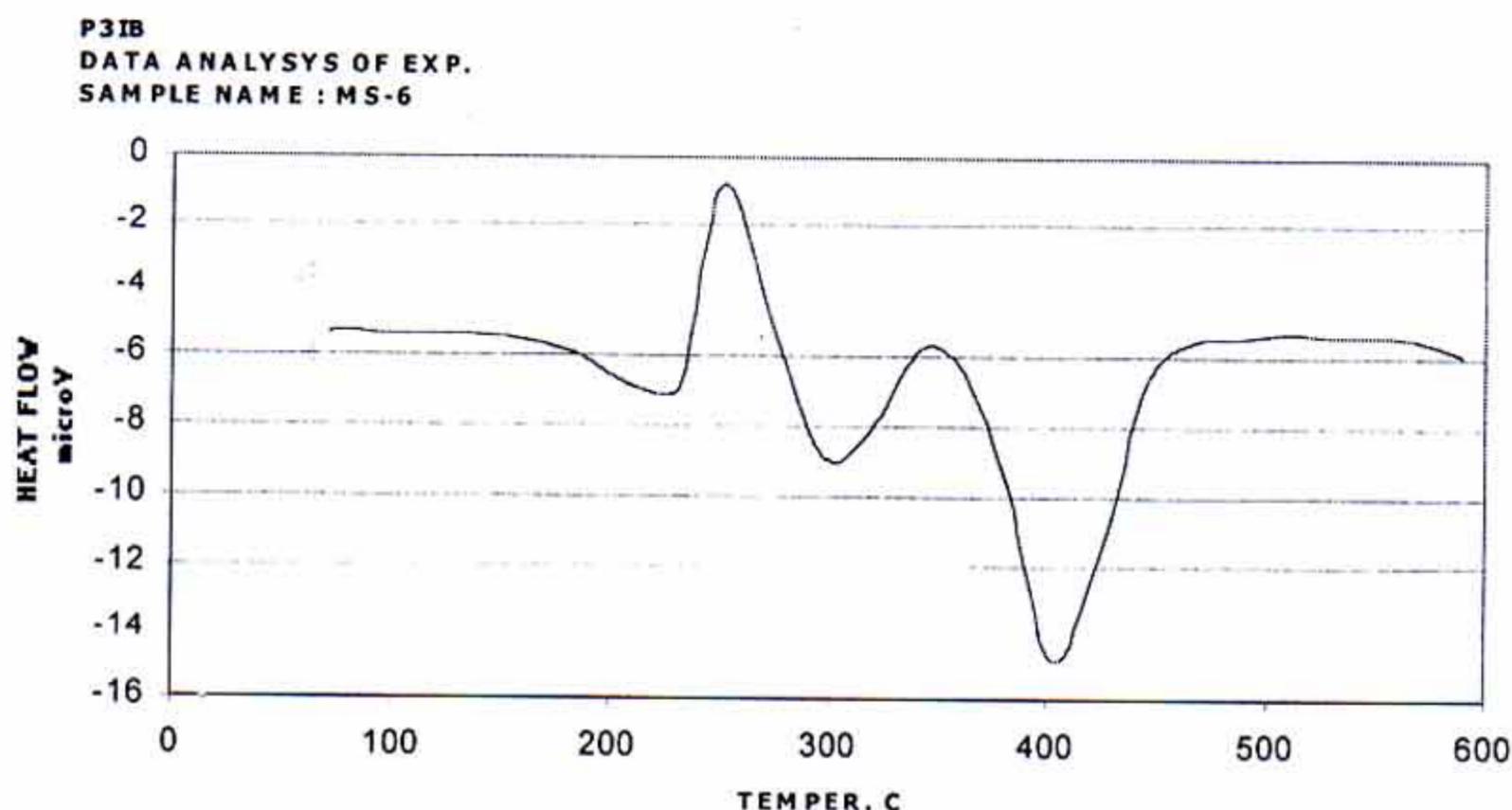
(c)



(d)

Gambar 1. Bentuk dan ukuran *microsphere* yang diambil dengan menggunakan SEM pada berbagai konsentrasi larutan PMMA ketika proses sintesis, (a) PMMA 1 % (b/b), (b) PMMA 4 % (b/b), (c) PMMA 8 % (b/b), dan (d) PMMA 16 % (b/b).

Gambar 2 memperlihatkan hubungan antara suhu dan energi yang terserap atau dilepaskan dari DTA terhadap *microsphere* berbasis PMMA. Analisis DTA bertujuan untuk mengetahui stabilitas bahan terhadap panas, reaksi bahan terhadap panas dan suhu leleh bahan.



Gambar 2. Hubungan antara suhu dan energi yang terserap atau dilepaskan dari *Differential Thermal Analyzer* (DTA) dari bahan *microsphere* berbasis PMMA.

Pada Gambar 2 tersebut terlihat puncak pertama adalah puncak eksotermis yang memberikan informasi mengenai titik gelas T_g berkisar pada $256,5\text{ }^\circ\text{C}$ dan entalpi gelas $\Delta H = 1,476\text{ J/g}$. Sedangkan untuk puncak kedua dan ketiga adalah puncak endotermis berturut-turut memberikan informasi mengenai suhu leleh $T_m = 275,8\text{ }^\circ\text{C}$ dengan entalpi leleh $\Delta H = -12,72\text{ J/g}$ dan suhu dekomposisi $T_d = 373,4\text{ }^\circ\text{C}$ dengan entalpi dekomposisi $\Delta H = -27,86\text{ J/g}$. Dengan adanya data analisis termal ini, kekuatan fisis bahan *microsphere* karena pengaruh panas dapat diketahui dan perlu penelitian lebih lanjut untuk penggunaan *microsphere* berbasis PMMA untuk bahan industri.

KESIMPULAN

Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa ukuran dan bentuk *microsphere* dipengaruhi oleh konsentrasi larutan polimer. Bentuk dan ukuran *microsphere* dapat dikontrol dari proses pembuatannya. Konsentrasi PMMA sebesar 1% (b/b) atau konsentrasi PMMA terlalu besar (16 % b/b) menghasilkan ukuran *microsphere* beragam sebesar 20 – 200 μ . Sedangkan pada konsentrasi polimer PMMA 4 % dan 8% (b/b) diperoleh ukuran *microsphere* relatif seragam sebesar 20 μ . Analisis ketahanan panas dengan menggunakan *Differential Thermal Analyzer* (DTA) diperoleh titik gelas *microsphere* berbasis PMMA, T_g berkisar pada 256,5 °C dan entalpi gelas $\Delta H = 1,476$ J/g. Sedangkan suhu leleh $T_m = 275,8$ °C dengan entalpi leleh $\Delta H = -12,72$ J/g dan suhu dekomposisi $T_d = 373,4$ °C dengan entalpi dekomposisi $\Delta H = -27,86$ J/g.

DAFTAR PUSTAKA

1. DAGANI, R., C&EN, 19 (1994), 33-35 : <http://www.mtmtys.com>.
2. HAFELI, U.O., CASILLAS, S., DIETZ, D.W., PAUER, G.J., RYBICKI, L.A., CONZONE, S.D., AND DAY, D.E., Int. J. Radiation Oncology Biol. Phys., 44, (1999), 189-199.
3. ORDER, S.E., SIEGEL, J.A., LUSTIG, R.A., PRINCIPATO, T.E., ZEIGER, L.S., JOHNSON, E., ZHANG, H., LANG, P., PILCHIK, N.B., METZ, J., DENITTIS, A., BOERNER, P., BEUERLEIN, G., WALLNER, P.E., Int. J. Radiation Oncology Biol. Phys., 30, (1994), 715-720.
4. NIJSEN, J.F.W., ZONNENBERG, B.A., WOITTIEZ, J.R.W., ROOK, D.W., VAN-WOUDENBERG, I.A.S., VAN-RIJK, P.P., VAN-HETSCHIP, A.D., European Journal of Nuclear Medicine, 26 (7), (1999), 699-704.