

### Pengaruh Konsentrasi Inisiator 2-Hidroksi-2-Metil-Fenilpropanon Terhadap Sifat Konduktivitas Dan Karakteristik Komposit Polimer Kolesteril Akrilat-ITO

Ahmad Zaini Assidiqih<sup>1</sup>, Afrizal<sup>1</sup>, Arif Rahman<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Jakarta, Jl. Rawamangun Muka, Rawamangun 13220, Jakarta, Indonesia

Corresponding Author: assidiqihahmadzaini@gmail.com

#### Abstract

*This study aims for synthesized of composite of cholesteryl acrylate polymer-indium tin oxide (PCA-ITO) and the characteristic, and also its conductivity properties. Synthesized of PCA-ITO Composite by using UV Curing method with initiator 2-Hydroxy-2-Methyl PhenylPropanone (Darocur 1173). This research using vary of concentration initiator darcor were 0; 0,125; 0,250; 0,375; 0,500; 0,625 % V/V. The FTIR characterization results show a shift of wave numbers between the PCA-ITO composite FTIR spectrum and its pure cholesteryl acrylate (KA) FTIR spectrum. Based on the XRD diffraction pattern there is a high intensity peak at  $2\theta=30^\circ$  which is the typical peak of ITO and there is a peak at  $2\theta=7^\circ$  which is the peak of the cholesteryl acrylate-ITO. The greater the initiator concentration the ITO and PCA begin to mix and look at the morphology of the surface with enlarged. The LCR Meter data show that the conductivity value of the PCA-ITO composite without the initiator is smaller when compared with the addition of the initiator.*

**Keyword:** Cholesteryl acrylate, Indium Tin Oxide, Initiator darocure 1173, Photopolymerization, Conductivity

#### Abstrak

*Penelitian ini bertujuan untuk membuat komposit polimer kolesteril akrilat-indium tin oxide (PKA-ITO) dan karakteristiknya serta sifat konduktivitasnya.. Pembuatan komposit PKA-ITO menggunakan metode UV curing dengan inisiator 2-Hidroksi-2-Metil FenilPropanon (darocur 1173). Penelitian ini menggunakan variasi konsentrasi darocur 1173 yaitu 0; 0,125; 0,250; 0,375; 0,500; 0,625 % V/V. Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan adanya pergeseran bilangan gelombang antara spektrum FTIR komposit PKA-ITO dan spektrum FTIR kolesteril akrilat (KA). Berdasarkan pola difraksi XRD terdapat puncak dengan intensitas tinggi pada  $2\theta=30^\circ$  yang merupakan puncak khas ITO dan terdapat puncak pada  $2\theta=7^\circ$  yang merupakan puncak kolesteril akrilat-ITO. Semakin besar konsentrasi inisiator maka ITO dan PKA bercampur sempurna dan menggunakan SEM terlihat morfologi permukaan dengan membentuk gumpalan-gumpalan. Data LCR Meter menunjukkan bahwa nilai konduktivitas komposit PKA-ITO tanpa inisiator lebih kecil jika dibandingkan dengan ditambahkan inisiator.*

**Keyword:** Kolesteril Akrilat, Indium Tin Oxide, Inisiator Darocur 1173, Fotopolimerisasi, Konduktivitas

#### 1. Introduction/Pendahuluan

Kristal cair merupakan material yang mempunyai keteraturan struktur molekul seperti kristal namun molekulnya dapat bergerak bebas seperti cairan. Kemajuan teknologi menjadikan kristal cair

mempunyai peranan penting pada aplikasi elektro-optis diantaranya *liquid crystal display* (LCD), jam digital, dan sensor pendeteksi untuk daerah rawan radiasi [1]. Hal tersebut dikarenakan kristal cair mempunyai berat molekul yang ringan, mudah diperoleh dengan

biaya produksi yang murah, ramah lingkungan dan selektif terhadap cahaya [2].

Kolesteril akrilat merupakan salah satu jenis kristal cair fasa kolesterik yang mempunyai keunggulan dapat mempolarisasikan cahaya karena mempunyai struktur yang berbentuk heliks. Untuk mempertahankan bentuk struktur heliks kolesteril akrilat dilakukan polimerisasi dengan cara insitu. Monomer kolesteril akrilat berhasil dipolimerisasi menggunakan metode UV curing dengan hasil material monomer kolesteril akrilat menjadi transparan [1].

Fotopolimerisasi merupakan proses pembuatan polimer yang menggunakan sinar ultraviolet (UV) dalam proses polimerisasinya. Proses fotopolimerisasi penelitian ini menggunakan inisiator 2-hidroksi-2-metil-fenilpropanon atau sering disebut dengan istilah darocur 1173. Menurut literatur inisiator darocur 1173 berkerja pada daerah serapan sinar UV pada panjang gelombang 245nm-375nm [3]. Inisiator darocur 1173 akan terpapar energi radiasi ultraviolet dan mengalami pemutusan ikatan C-C secara homolitik sehingga menghasilkan spesi radikal yang tidak bermuatan [4]. Spesi radikal akan menginisiasi monomer kolesteril dan dilanjutkan dengan proses propagasi hingga diakhiri proses terminasi.

Pembuatan komposit pada penelitian ini menggunakan *Indium Tin Oxide* (ITO) yang ditambahkan kedalam monomer kolesteril akrilat saat proses fotopolimerisasi. Hal tersebut dilakukan untuk meningkatkan konduktivitas polimer kolesteril akrilat. ITO merupakan oksida konduktif yang mempunyai nilai konduktivitas sebesar 567 S/m adalah ITO [5] dan memiliki sifat optis yang dapat meneruskan cahaya [6].

Berdasarkan uraian tersebut maka penelitian ini dilakukan dengan variasi konsentrasi inisiator darocur 1173 pada komposit polimer kolesteril akrilat-ITO rentang suhu 70-80°C dengan metode uv curing. Hasil komposit polimer kolesteril akrilat-ITO akan dikarakterisasi menggunakan beberapa instrumen yaitu FTIR (*Fourier Transform Infrared*), SEM (*Scanning electron Microscopy*), XRD (*X-Ray Diffraction*), dan LCR Meter.

## 2. Metodologi Penelitian

### 2.1 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah klorobutil asetat, etil hidroksi benzoat, KI, K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, diklorometana pure grade, etanol, KOH, HCl pekat, metanol, isopropanol, inisiator 2-hidroksi-2-metil-fenilpropanon (*darocure* 1173), disikloheksilkarbodiimida (DCC), asam akrilat, hidrokuinon, benzena, petroleum eter, N,N-dimetilaminopiridin (DMAP), n-heksana, dan kolesterol diperoleh dari Aldrich dengan kemurnian 97%.

### 2.2 Instrumen

*Fourier Transform Infrared* Spectroscopy (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi pada komposit polimer kolesteril akrilat-ITO, *Scanning Electron Microscopy* untuk mengetahui morfologi permukaan komposit polimer kolesteril akrilat-ITO, *X-Ray Diffraction* untuk mengidentifikasi fasa kristalin komposit polimer kolesteril akrilat-ITO, dan LCR Meter untuk mengetahui nilai konduktivitas komposit polimer kolesteril akrilat-ITO.

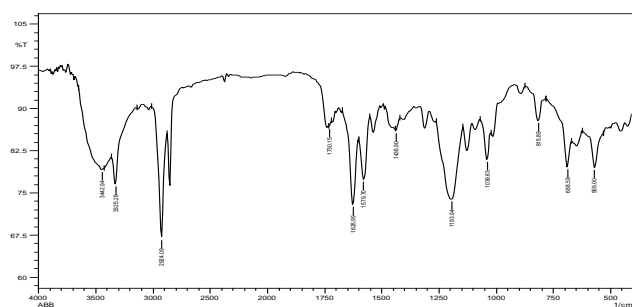
### 2.3 Fotopolimerisasi Dan Karakteristik Komposit Polimer Kolesteril Akrilat-ITO

Kolesteril Akrilat disintesis berdasarkan penelitian Afrizal dkk. Komposit polimer kolesteril akrilat dibuat dengan mencampurkan kolesteril akrilat dan ITO dalam pelarut diklorometana. Ditambahkan inisiator 2-hidroksi-2-metil-fenilpropanon (*darocure* 1173) dengan variasi konsentrasi 0; 0,125; 0,250; 0,375; 0,500; 0,625 % V/V. Komposit diaduk dan dicetak diatas plat kaca. Plat kemudian diradiasikan dengan sinar UV selama 30 menit pada suhu 75°C. Plat tipis yang dihasilkan kemudian didinginkan pada suhu ruang. Kemudian komposit PKA-ITO dikarakterisasi menggunakan alat instrument FTIR, SEM, XRD dan LCR Meter.

## 3 Hasil dan Pembahasan

### 3.1 Sintesis Prekursor Akrilat

Sintesis prekursor akrilat telah berhasil dilakukan melalui esterifikasi Fisher dengan katalis asam p-toluensulfonat. Spektrum FTIR prekursor akrilat hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 1.

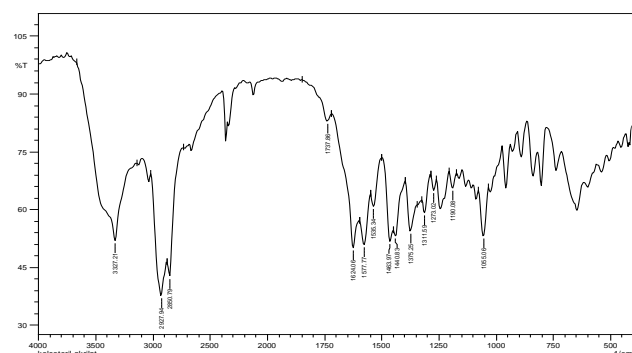


Gambar 1. Spektrum FTIR Prekursor Akrilat

Berdasarkan data tersebut, terlihat bahwa sampel prekursor memiliki gugus karbonil (C=O) pada bilangan gelombang  $1730\text{ cm}^{-1}$ , hidroksil (O-H) pada bilangan gelombang  $3442\text{ cm}^{-1}$ , ikatan rangkap C=C pada bilangan gelombang  $1625\text{ cm}^{-1}$ , serta mengandung benzena substitusi para pada bilangan gelombang  $815\text{ cm}^{-1}$ .

### 3.2 Kolesteril Akrilat

Sintesis kolesteril akrilat telah berhasil dilakukan melalui jalur esterifikasi Steglich antara prekursor akrilat hasil sintesis dengan kolesterol. Spektrum IR dari kolesteril akrilat ditunjukkan pada Gambar 2.



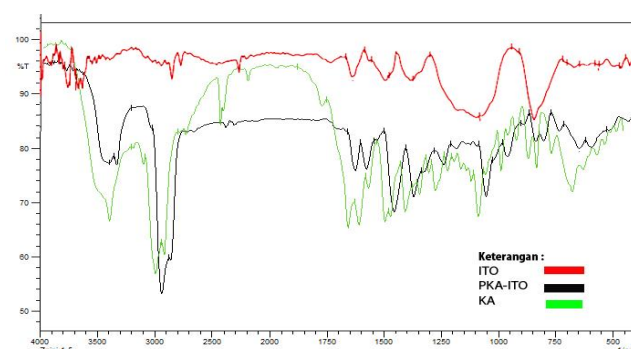
Gambar 2. Spektrum FTIR Kolesteril Akrilat

Produk kolesteril akrilat yang dihasilkan berupa padatan berwarna putih dengan berat  $3,82\text{ gram}$  ( $74,61\%$ ). Gambar 2 menunjukkan adanya puncak pada bilangan gelombang  $3327,21\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi dari ikatan OH. Pada bilangan gelombang  $1737,86$  terdapat puncak kecil yang merupakan vibrasi dari gugus C=O (karbonil), sedangkan pada bilangan gelombang  $1624,06$ – $1440,83$  muncul beberapa puncak tajam yang merupakan vibrasi dari gugus C=C aril. Pada bilangan gelombang  $1190,06$  terdapat

puncak tajam yang merupakan vibrasi ikatan C-O ester, sedangkan muncul puncak tajam pada bilangan gelombang daerah sidik jari yaitu  $815,89$  yang merupakan puncak khas dari benzena tersubstitusi para.

### 3.3 Fotopolimerisasi dan Karakteristik Komposit Polimer Kolesteril Akrilat ITOelisa

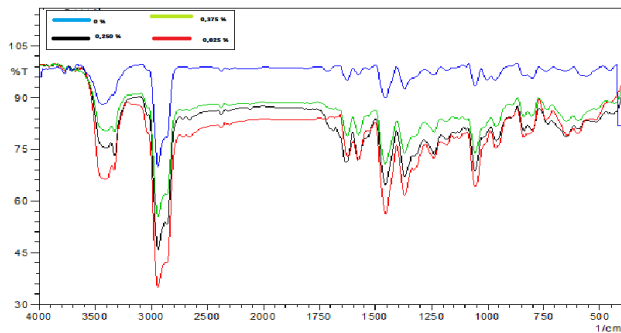
Pencampuran kolesteril akrilat-ITO dilakukan dengan menggunakan metode *casting solution*. Pada proses ini digunakan pelarut diklorometana. Kemudian ditambahkan inisiator *darocure 1173* dengan variasi konsentrasi 0; 0,125; 0,250; 0,375; 0,500; 0,625 % V/V. Komposit diaduk dan dicetak di atas plat kaca. Plat kemudian diradiasi dengan sinar UV selama 30 menit pada suhu  $75^\circ\text{C}$ . Plat tipis yang dihasilkan kemudian didinginkan pada suhu ruang.



Gambar 3. Spektrum FTIR Monomer KA, Komposit PKA-ITO dan ITO

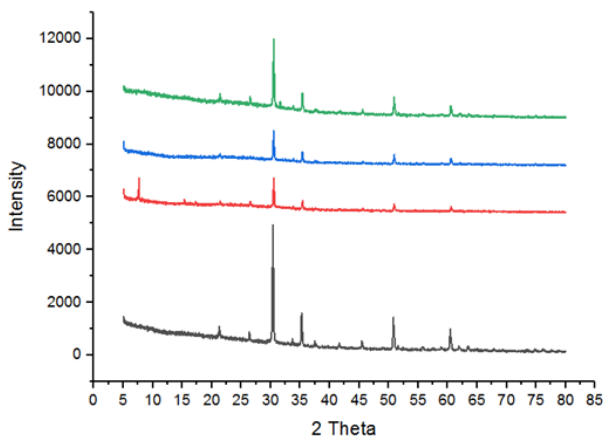
Gambar 3 menunjukkan adanya satu pita vibrasi pada bilangan gelombang  $3392,79\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan ikatan O-H, Hal ini berarti sampel telah terjadi ikatan antara monomer kolesteril akrilat dengan inisiator *darocure 1173*. Spektrum monomer KA terdapat vibrasi yang diduga ikatan C=C pada bilangan gelombang  $1624\text{ cm}^{-1}$  yang terlihat puncak yang serapannya tajam. Kemudian pada spektrum PKA-ITO terdapat bilangan gelombang pada daerah  $1624,06\text{ cm}^{-1}$  terlihat puncak yang serapan lemah yang merupakan akibat vibrasi dari ikatan C=C aromatik. Hal tersebut menunjukkan pada proses fotopolimerisasi ikatan rangkap C=C pada monomer KA telah diserang oleh radikal bebas fotoinisiator dan menjadi ikatan tunggal C-C. Penyerapan sinar UV pada monomer

kolesteril akrilat memutuskan ikatan rangkap C=C karena menyebabkan terbentuknya radikal bebas pada inisiator.



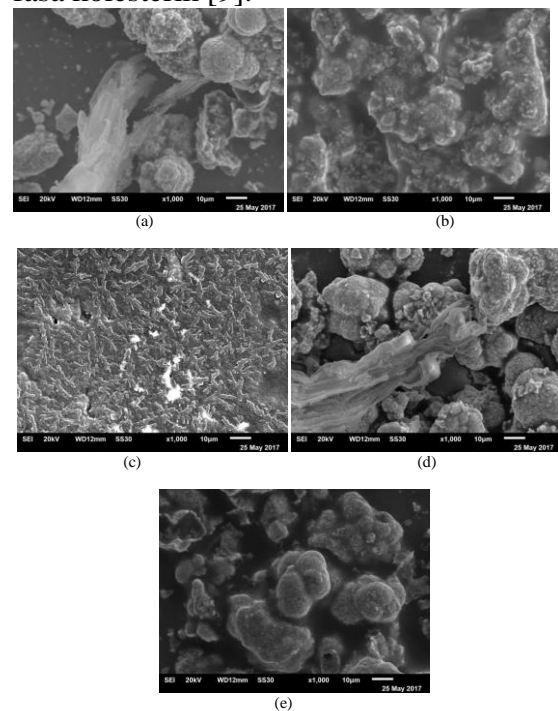
Gambar 4. Spektrum analisa FTIR komposit polimer kolesteril akrilat dengan konsentrasi inisiator *darocure* 1173 0%; 0,250%; 0,3755 dan 0,625% Voume/Volume Pelarut.

Gambar 4 adanya pergeseran dalam spektrum IR juga memperkuat bukti, bahwa telah terjadi proses polimerisasi. spektrum IR memperlihatkan terjadinya pergeseran bilangan gelombang gugus karbonil kearah bilangan gelombang yang lebih kecil. Bilangan gelombang C=O dari monomer kolesteril akrilat 1750 cm<sup>-1</sup>, polimer kolesteril akrilat-ITO 1720 cm<sup>-1</sup>. Adanya pergeseran diakibatkan terjadinya reaksi polimerisasi pada ikatan C=C yang ada pada monomer kolesteril akrilat, sehingga ikatan rangkap menjadi hilang dan menyebabkan terjadinya kenaikan energi untuk melakukan *stretching* C=O [7]. Spektrum FTIR pada komposit polimer kolesteril akrilat-ITO terdapat puncak khas ITO dibilangan gelombang 450 sampai 644,22 cm<sup>-1</sup>.



Gambar 5. Hasil karakterisasi XRD sampel campuran polimer kolesteril akrilat-ITO dengan konsentrasi inisiator *darocure* 1173 : 0% (hitam), 0,250% (merah), 0,375% (biru) dan 0,625% V/V (hijau)

Gambar 5 menunjukkan, keempat sampel komposit polimer kolesteril akrilat-ITO terlihat bahwa semua sampel mempunyai fasa amorf dan fasa kristalin. Terlihat fasa amorf yang pada 2θ 5° sampai 20°. Hal tersebut mengidentifikasi bahwa puncak 2θ 5° sampai 20° merupakan puncak dari polimer kolesteril akrilat. Fasa kristalin dari keempat sampel terlihat pada puncak 2θ disekitar 30°-60° dengan intensitas yang cukup besar dan puncak tersebut merupakan puncak dari *indium tin oxide*. Fasa kristalin disebabkan untuk menjaga susunan setiap segmen tetap teratur pada rantai molekul [8]. Puncak khas dari pola difraksi XRD senyawa *indium tin oxide* terdapat pada 2θ 30°, 35°, 38°, 43°, 46°, 51°, 56° dan 61° [8]. Selain itu muncul puncak dengan intensitas kecil pada 2θ=17,48°. Interpretasi spektrum fasa kolesterik diperjelas oleh Jui-Hsiang Liu bahwa puncak broad lemah pada 2θ=17-21° dapat diamati untuk struktur smetik, nematik dan kolesterik, hal tersebut membuktikan bahwa komposit polimer kolesteril akrilat mempunyai fasa kolesterik [9].



Gambar 6. Morfologi Permukaan Campuran Polymer Kolesteril Akrilat-ITO dengan konsentrasi Inisiator Darocure 1173 (a) 0,125% (b) 0,250% (c) 0,375% (d) 0,500% dan (e) 0,625% volume/volume.

Gambar 6 adalah memberikan informasi morfologi permukaan sampel dan membuktikan bahwa sampel sudah terpolimerisasi. Pada sampel komposit polymer kolesteril akrilat-ITO dengan konsentrasi inisiator *darocure* 1173 0,125% terlihat morfologi dari polymer kolesteril akrilat dan morfologi dari ITO yang mempunyai bentuk bulat-bulat. konsentrasi inisiator *darocure* 1173 0,250% terlihat bahwa adanya interaksi antara polymer kolesteril akrilat dan ITO. Pada sampel tersebut terlihat bahwa ITO yang sebelumnya berbentuk gumpalan-gumpalan kecil pada konsentrasi 0,125%. Sampel komposit polymer kolesteril akrilat-ITO dengan konsentrasi inisiator *darocure* 1173 0,375% terlihat bahwa morfologi sampel dengan konsentrasi inisiator 0,375% terlihat seragam dan berbentuk sama. konsentrasi inisiator *darocure* 1173 0,500% terlihat bahwa sampel dapat dibedakan antara polymer kolesteril akrilat dan ITO dan dengan konsentrasi inisiator 0,625% terlihat bahwa morfologi permukaan sampel hanya berbentuk gumpalan-gumpalan yang merupakan morfologi dari ITO. Data nilai konduktivitas ( $\sigma$ ) pada masing-masing sampel ditunjukkan pada tabel 1.

**Tabel 1.** Nilai Konduktivitas Komposit Polymer Kolesteril Akrilat-ITO

Konsentrasi Inisiator (%)	G (s)	$\sigma$ (S/m)
0	$0,98 \times 10^{-10}$	$0,67 \times 10^{-10}$
0,125	$1,65 \times 10^{-10}$	$1,24 \times 10^{-10}$
0,250	$1,80 \times 10^{-10}$	$1,35 \times 10^{-10}$
0,375	$1,91 \times 10^{-10}$	$1,43 \times 10^{-10}$
0,500	$1,30 \times 10^{-10}$	$0,97 \times 10^{-10}$
0,625	$1,01 \times 10^{-10}$	$0,76 \times 10^{-10}$

Berdasarkan data tersebut, nilai konduktivitas meningkat mulai dari sampel komposit polymer kolesteril akrilat-ITO tanpa inisiator *darocure* 1173 sampai dengan sampel campuran polymer kolesteril akrilat-ITO dengan konsentrasi inisiator 0,375%, namun terjadi penurunan nilai konduktivitas pada campuran polymer kolesteril

akrilat-ITO dengan konsentrasi inisiator 0,500% dan 0,625%. Semakin banyak inisiator yang ditambahkan, kecepatan pembentukan radikal jadi semakin cepat sehingga kecepatan masuknya radikal ke monomer semakin cepat. Sehingga, akan terbentuk oligomer-oligomer dan terjadi polimerisasi dengan sempurna [7]. Ketika konsentrasi inisiator semakin besar terjadi kelebihan radikal dibanding bagian reaktif yang ada. Dengan demikian, radikal tidak mampu lagi memacu reaksi polimerisasi dengan cepat. Pada keadaan ini, reaksi terminasi lebih dominan dan membentuk polymer dengan berat molekul yang rendah [3].

#### 4 Kesimpulan

Penelitian mengenai pengaruh konsentrasi inisiator *darocur* 1173 terhadap sifat konduktivitas komposit polymer kolesteril akrilat telah berhasil dilakukan dengan metode UV *Curing* yang dapat ditunjukkan dengan beberapa hasil karakterisasi dari FTIR, XRD, SEM dan LCR Meter yang digunakan :

1. Hasil komposit PKA-ITO dengan tambahan inisiator memiliki nilai konduktivitas lebih besar dibandingkan nilai konduktivitas komposit PKA-ITO tanpa menggunakan inisiator.
2. Nilai konduktivitas komposit PKA-ITO semakin besar seiring meningkatnya konsentrasi inisiator yang ditambahkan dalam komposit PKA-ITO dengan nilai optimum konsentrasi inisiator *darocur* sebesar 0,375%.
3. Berdasarkan hasil SEM menunjukkan adanya interaksi kolesteril akrilat dengan ITO yang ditunjukkan dengan bentuk morfologi permukaan yang mempunyai bentuk gumpalan-gumpalan.
4. Berdasarkan hasil FTIR menunjukkan adanya interaksi antara polymer kolesteril akrilat dengan ITO pada bilangan gelombang gelombang  $1730 \text{ cm}^{-1}$ .
5. Berdasarkan data XRD dengan konsentrasi 0,250% terlihat 2 puncak kristalinitas yaitu puncak ITO dan puncak kolesteril akrilat dengan Indium Oksida. Hal tersebut terlihat dari puncak yang muncul pada  $2\theta$  sekitar  $7,75^\circ$  dan  $30,65^\circ$ .

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Riswoko, A., Afrizal, Hikam, M., dan 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.
- [2] Kingsley, N. 2008. Liquid Qrystal Polymer: Enabling Next-Generation Conformal and Multilayer Electronics. Microwave Journal, pg: 188- 200.
- [3] Danu Sugiarto, Marsono, Julianti J.R, dan Ardiartsi.M. 2010. Sifat-Sifat Lapisan Poliester Akrilat Hasil Iradiasi dengan Sinar Ultra-Violet. Serpong : BATAN
- [4] Decker, C. 2010. UV-Radiation *Curing* of Adhesives. Handbook of Adhesives and Sealants, Vol. 2. Chapter 5, 303-353
- [5] Irzaman, R Erviansyah, H. Syafutra, A Maddu, dan Siswadi. 2010. Studi Konduktivitas Listrik Film Tipis Ba<sub>0.25</sub>Sr<sub>0.75</sub>TiO<sub>3</sub> yang Didadah Ferium Oksida (BFST) Menggunakan Metode Chemical Solution Deposition; Berkala Fisika, 13(1), hal 33 -38
- [6] Jejeong, Yu., Eunhee Lim , Sungkoo Lee , Taeho Kim dan Kyeong K. Lee. 2012. Poly(3,4-Ethylendioxythiophene)-*Indium Tin Oxide* Nanocomposites: Improved Electrochromic Response and Efficiency. Mol. Cryst. Liq. Cryst., 564, 169–177
- [7] Budianto E, Nizardo N M, Utari T. 2008. Pengaruh Teknik Polimerisasi Emulsi terhadap Ukuran Partikel Kopoli (Stirena/Butil Akrilat/Metil Metakrilat). Makara Sains. 12(1): 15-22.
- [8] Choi Dongchul, Sung Jei. Hong, and Yongkeun Son. 2014. Characteristics of *Indium Tin Oxide* (ITO) Nanoparticles Recovered by Lift-off Method from TFT-LCD Panel Scraps. Materials, 7, 7662-7669
- [9] Afrizal, Umeir, Ahmad Faizurrahman dan Riswoko, Asep. 2013. Uji Spektrofotometer UV-VIS pada produk Blending Kristal Cair Kolesteril Akrilat dengan Kristal Cair Tipe Ester Benzoat JRSKT. Vol. 3 No.1