

**PEMBUATAN MIKROKAPSUL POLIURETAN MELALUI
POLIMERISASI ANTARMUKA SEBAGAI BAHAN
*SELF HEALING COATING***

**SYNTHESIS OF POLYURETHANE MICROCAPSULE USING
INTERFACIAL POLYMERIZATION AS SELF HEALING
COATING MATERIAL**

Athanasia Amanda Septevani, Evi Triwulandari, dan Dewi Sondari

Kelompok Kimia Polimer, Pusat Penelitian Kimia
Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI)
Kawasan PUSPIPTEK Serpong, 15314
Pos-el: fani.manda@yahoo.com

ABSTRACT

Polyurethane microcapsule had been made as self healing coating material. Polyurethane microcapsule synthesis had been conducted by interfacial polymerization both spontaneous polymerization and prepolymer polyurethane polymerization using glycerol as renewable palm oil polyol. Based on FTIR-Spectra showed the functional group of polyurethane formed both spontaneous and prepolymer polyurethane polymerization. Polyurethane microcapsule formed was in spherical form. The particle size prepared by spontaneous polymerization was smaller than particle prepared by prepolymer polymerization at range $20,51 \pm 12,7$ and $139,2 \pm 72,3$ μm respectively.

Keywords: *Microcapsule, Polyurethane, Interfacial polymerization, Self healing coating, Glycerol*

ABSTRAK

Telah dilakukan pembuatan mikrokapsul poliuretan sebagai bahan self healing coating. Pembuatan mikrokapsul poliuretan dilakukan dengan metode polimerisasi antarmuka, baik melalui polimerisasi langsung maupun melalui prepolimer poliuretan menggunakan gliserol sebagai polioli dari minyak sawit yang dapat diperbaharui ketersediaannya. Dari analisis FTIR spektra dapat dilihat bahwa gugus fungsi poliuretan telah terbentuk, baik melalui polimerisasi langsung maupun prepolimer. Mikrokapsul poliuretan yang terbentuk menyerupai bulatan. Ukuran partikel yang dihasilkan melalui polimerisasi langsung lebih kecil bila dibandingkan dengan yang dihasilkan melalui prepolimer, yaitu sekitar $20,51 \pm 12,7$ μm dan $139,2 \pm 72,3$ μm .

Kata kunci: Mikrokapsul, Poliuretan, Polimerisasi antarmuka, Self healing coating, Gliserol

PENDAHULUAN

Pelapisan dilakukan untuk melindungi suatu bahan terhadap korosi yang dapat menimbulkan kerusakan pada peralatan, permesinan atau struktur bangunan sehingga dapat digunakan dalam jangka waktu yang lama.¹ Pelapis (*coating*) merupakan suatu bahan yang diaplikasikan pada suatu permukaan untuk memperbaiki sifat per-

mukaan suatu substrat. Walaupun demikian, tetap ada kemungkinan pelapis tersebut rusak apabila digunakan dalam jangka waktu yang lama yang disebabkan oleh adanya faktor mekanik, faktor kimia, panas, radiasi sinar UV atau kombinasi antara beberapa faktor tersebut. Oleh karena itu, perbaikan pada struktur pelapis menjadi penting untuk mengatasi masalah tersebut. Dalam hal ini,

material yang memiliki sifat *selfhealing* sangat ideal untuk pemakaian dalam waktu yang lebih lama.² *Selfhealing* merupakan kemampuan suatu material untuk menyembuhkan (*heal*), memulihkan atau memperbaiki secara otomatis dan secara otonom tanpa adanya intervensi eksternal. Beberapa jenis agen *healing* yang dapat digunakan pada suatu matriks polimer di antaranya, yaitu endo-disiklopentadiena (endo-DCPD), polidimetil siloksan, katalis tin, dan monomer diisosiyanat.

Mikroenkapsulasi merupakan suatu proses penyalutan partikel padatan berukuran mikron, droplet cairan, atau gas dalam suatu kulit penyalut yang *inert*, untuk mengisolasi dan melindungi mereka dari lingkungan eksternal.³ Beberapa metode tentang pembuatan mikrokapsul telah banyak dilaporkan, yaitu dengan menggunakan metode emulsi, suspensi, semi suspensi, presipitasi, dispersi, polimerisasi antarmuka (*interfacial polymerization*), granulasi, *spray drying*, dan polikondensasi suspensi.^{4,5,6} Penelitian tentang pembuatan pelapis *self healing* berbasis mikroenkapsulasi melalui polimerisasi antarmuka dengan metode prepolimer telah dilakukan oleh Cho *et al.*⁷ dan Yang *et al.*⁸

Kelemahan dari metode mikroenkapsulasi poliuretan melalui pembentukan prepolimer, yaitu kurang efektif bila digunakan untuk proses produksi dalam skala besar karena proses dilakukan dalam dua tahap. Selain itu, karena produk prepolimer yang dihasilkan memiliki ujung rantai isosiyanat maka bersifat reaktif dan sensitif terhadap udara sehingga memerlukan perlakuan khusus sebelum dilanjutkan pada proses mikroenkapsulasi. Oleh karena itu, pada penelitian ini perlu dilakukan studi lebih lanjut tentang pembuatan poliuretan mikrokapsul. Salah satunya, yaitu dengan menggunakan metode polimerisasi antarmuka secara langsung tanpa melalui pembuatan prepolimer. Hal ini seperti yang telah dilakukan oleh Hong dan Park,⁹ Bouchemal *et al.*¹⁰ dan Feng Su *et al.*,¹¹ tetapi penelitian tersebut bukan untuk aplikasi pelapis *selfhealing coating*. Namun, metode polimerisasi antarmuka secara langsung tanpa melalui prepolimer tersebut tidak dapat diaplikasikan untuk menyalut agen *healing* monomer diisosiyanat. Hal ini disebabkan monomer diisosiyanat tersebut

dapat bereaksi dengan polioliol yang akan digunakan sebagai monomer dalam pembentukan dinding kapsul (*shell*).

Pada penelitian ini selain dilakukan proses pembuatan mikrokapsul poliuretan dengan menggunakan metode polimerisasi antarmuka secara langsung untuk menyalut *stannous octoate* (katalis tin), juga menggunakan metode polimerisasi antarmuka melalui prepolimer untuk menyalut monomer diisosiyanat tanpa melakukan evaporasi pelarut prepolimer dan langsung dilanjutkan dengan proses mikroenkapsulasi, tidak seperti yang dilakukan oleh metode prepolimer sebelumnya.⁷ Selain itu, pada penelitian ini polioliol yang digunakan merupakan polioliol dari komponen minyak nabati yang sifatnya dapat terbaharui dalam hal ini gliserol. Hal ini mengingat bahwa selama ini polioliol yang digunakan dalam pembuatan poliuretan pada umumnya merupakan turunan dari petrokimia yang sifatnya tidak terbaharui dan semakin berkurang persediaannya.

METODE PENELITIAN

Bahan-bahan yang digunakan untuk keperluan proses mikroenkapsulasi terdiri atas toluene diisosiyanat (TDI) (Aldrich, USA), gliserol (Merck, Jerman), isoporon diisosiyanat (Aldrich, USA), aseton p.a (Merck, Jerman), arabik gum (Merck, Jerman), *stannous octoate*, dan akuades.

Pembuatan Mikrokapsul Poliuretan Dengan Metode Polimerisasi Antarmuka Melalui Polimerisasi Langsung

Metode ini mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh Bouchemal *et al.*¹⁰ Pada metode ini diawali dengan pembentukan larutan A dan larutan B. Larutan A terdiri atas TDI (0,871 g), *stannous octoate* (2 g), aseton (200 ml), dan span 85 sebanyak 0,43 g. Adapun larutan B terdiri atas air (400 ml), gliserol (4,6 g), dan tween 20 (0,7 g). Setelah masing-masing larutan tercampur sempurna, kemudian larutan A dan B direaksikan dalam labu leher tiga dan diaduk menggunakan magnetik *stirrer* selama tiga jam pada suhu kamar. Setelah reaksi selesai akan terbentuk padatan putih yang mengendap yang bersifat tidak larut air dan aseton. Aseton dievaporasi selama 45 menit, kemudian produk mikrokapsul yang terbentuk

disaring dan didiamkan selama 48 jam sebelum dilakukan karakterisasi.

Pembuatan Mikrokapsul Poliuretan Dengan Metode Polimerisasi Antarmuka Melalui Prepolimer Poliuretan

Metode pembuatan prepolimer yang akan digunakan, yaitu mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh Cho *et al.*⁷ dan Yang *et al.*⁸ tetapi tanpa melakukan evaporasi pelarut prepolimer dan langsung dilanjutkan dengan proses mikroenkapsulasi. Pada metode ini 28,213 g TDI dilarutkan dalam 188,18 g aseton dalam labu leher tiga. Kemudian, diaduk dan dipanaskan dalam *oil bath*. Pada saat suhu mencapai 40°C, kemudian ditambahkan polioliol (gliserol) sebanyak 4,97 g sedikit demi sedikit dan dialiri gas nitrogen. Pemanasan dilanjutkan pada suhu 60°C selama 8 jam.

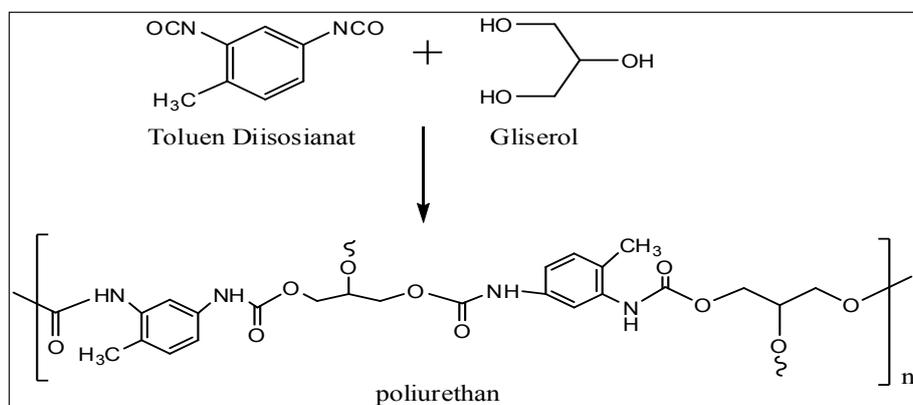
Tahapan selanjutnya adalah pembuatan mikrokapsul yang diawali dengan pembuatan larutan arabik gum (4,5 g) dalam 30 ml akuades yang dicampurkan dalam *beaker glass* dan diaduk selama tiga jam pada suhu kamar. Untuk mempersiapkan larutan organik, prepolimer sebanyak 2,9 g dilarutkan dengan 9,5 g isoporon diisosianat (zat terenkapsulasi) dan diaduk sampai sempurna. Kemudian, campuran tersebut dituangkan ke dalam larutan arabik gum secara perlahan dan dipanaskan. Pada saat suhu mencapai 68°C, kemudian tambahkan 31 g gliserol dan diaduk selama tiga jam pada suhu 70°C. Setelah reaksi selesai produk mikrokapsul yang terbentuk kemudian disaring dan didiamkan selama 48 jam sebelum dilakukan karakterisasi.

Karakterisasi terhadap produk mikrokapsul poliuretan yang dihasilkan dilakukan dengan menggunakan analisis FTIR/*Fourier Transform Infrared* (IRPrestige-21 SHIMADZU), analisis SEM/*Scanning Electron Microscopy* (JSM-5600LV SEM instrument, JOEL-Ltd) dan analisis ukuran partikel (LS Particle Size Analyzer, COULTER).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini telah dilakukan studi awal pembuatan mikrokapsul poliuretan sebagai bahan *selfhealing coating* dengan menggunakan gliserol sebagai polioliol. Metode pembuatan mikrokapsul yang digunakan merupakan polimerisasi antarmuka. Proses pembuatan mikrokapsul poliuretan melalui metode polimerisasi antarmuka dalam penelitian ini dilakukan dengan menggunakan dua cara. Cara pertama, yaitu melalui polimerisasi langsung untuk menyialut *stannous octoate* (Gambar 1) dan cara kedua, yaitu melalui pembentukan prepolimer untuk menyialut isophorone diisosianat (Gambar 2).

Pada pembuatan mikrokapsul melalui polimerisasi langsung, secara umum larutan dibagi menjadi dua, yaitu larutan organik yang berisi isosianat dan senyawa aktif (yang akan dienkapsulasi), dan larutan air yang berisi polioliol. Proses polimerisasi antarmuka dilakukan dengan cara mencampur larutan organik dan air yang masing-masing larutan telah berisi monomer poliuretan. Reaksi polimerisasi dengan cepat, kemudian akan terjadi pada antarmuka dan membentuk dinding mikrokapsul poliuretan. Adapun pada pembuatan mikrokapsul melalui



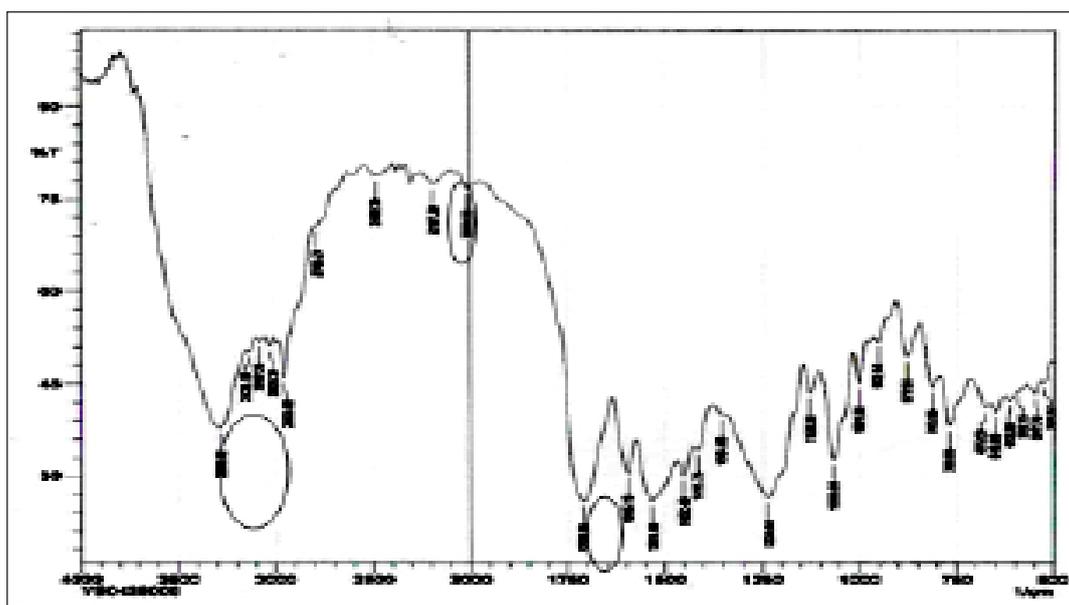
Gambar 1. Reaksi pembuatan mikrokapsul poliuretan melalui polimerisasi langsung

isosianat seperti yang diharapkan. Data lain yang menunjukkan bahwa telah terbentuk prepolimer poliuretan, yaitu adanya serapan di daerah 3.280 cm^{-1} dari vibrasi N-H dan serapan di daerah 1.708 cm^{-1} yang menunjukkan adanya ikatan C=O dari uretan. Spektrum FTIR dari hasil mikroenkapsulasi dengan metode prepolimer poliuretan menunjukkan adanya serapan dari gugus isosianat di daerah 2.262 cm^{-1} dan gugus N-H di daerah $3.151\text{--}3.122\text{ cm}^{-1}$ (Gambar 5). Adanya serapan dari gugus isosianat tersebut berasal dari sisa agen

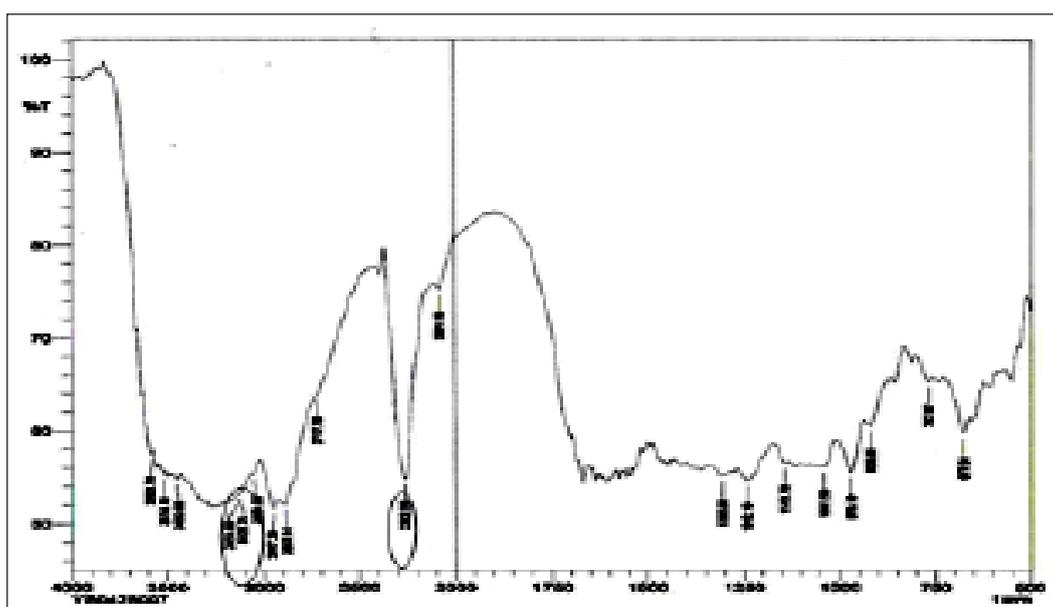
healing isosianat yang belum tersalut semuanya oleh mikro kapsul dari poliuretan.

Distribusi Ukuran Partikel

Suatu kapsul dikatakan sebagai mikro kapsul apabila memiliki ukuran partikel, yaitu pada rentang 50 nm hingga 2 mm dan hal ini tergantung pada beberapa faktor.¹⁰ Pada umumnya faktor yang berpengaruh terhadap ukuran partikel, yaitu konsentrasi monomer, jumlah surfaktan,



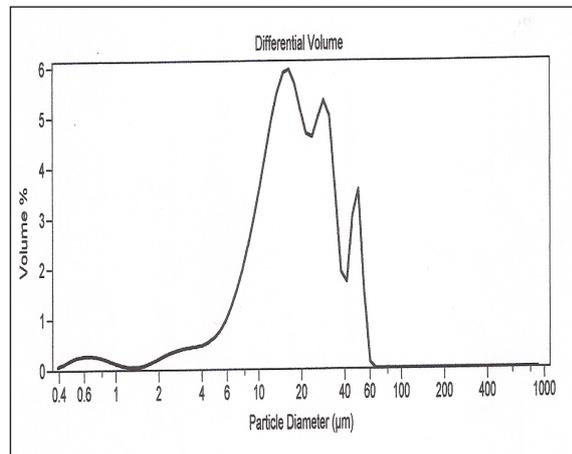
Gambar 4. Spektrum FTIR prepolimer poliuretan dari gliserol



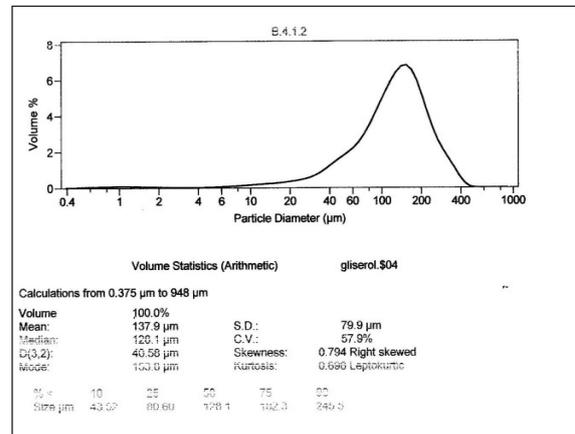
Gambar 5. Spektrum FTIR hasil mikro kapsul poliuretan dari gliserol melalui pembentukan prepolimer

Tabel 1. Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan

| Sampel | Diameter (µm) | | | | |
|---|---------------|--------|--------|--------|--------|
| | % < 10 | % < 25 | % < 50 | % < 75 | % < 90 |
| Melalui Polimerisasi Langsung | 6,846 | 11,37 | 17,43 | 27,77 | 39,66 |
| Melalui Pembentukan Prepolimer Poliuretan | 40,99 | 86,86 | 139,6 | 189,4 | 232,8 |



Gambar 6. Distribusi ukuran partikel mikrokapsul poliuretan melalui polimerisasi langsung



Gambar 7. Distribusi ukuran partikel mikrokapsul poliuretan melalui pembentukan prepolimer poliuretan

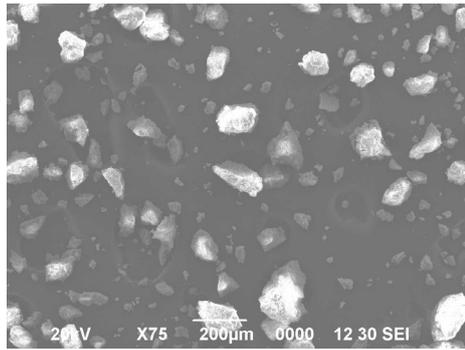
dan kecepatan pengadukan. Produk mikrokapsul poliuretan, baik dari proses polimerisasi langsung maupun prepolimer poliuretan dalam penelitian ini masing-masing menunjukkan ukuran partikel rata-ratanya secara berurutan, yaitu $20,51 \pm 12,7 \mu\text{m}$ dan $139,2 \pm 72,3 \mu\text{m}$, dengan distribusi ukuran partikelnya ditunjukkan pada Tabel 1, Gambar 6, dan gambar 7.

Berdasarkan hasil analisis ukuran partikel menggunakan *Particle Size Analyser* (PSA) menunjukkan bahwa mikrokapsul poliuretan yang dihasilkan melalui polimerisasi langsung menunjukkan ukuran partikel yang lebih kecil daripada yang dihasilkan melalui pembentukan prepolimer poliuretan. Hal ini dikarenakan poliuretan yang terbentuk melalui polimerisasi langsung memiliki rantai polimer yang lebih pendek karena tanpa melalui pembentukan prepolimer. Semakin pendek rantai polimer menyebabkan berat molekul semakin kecil sehingga ukuran partikel yang dihasilkan semakin kecil juga, hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Bouchmel *et al.*¹⁰

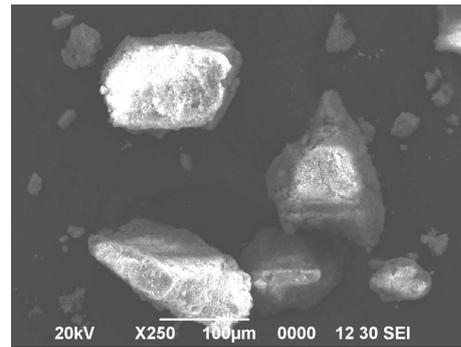
Morfologi Mikrokapsul Poliuretan

Struktur morfologi dari mikrokapsul poliuretan yang dihasilkan baik melalui polimerisasi langsung maupun prepolimer poliuretan dapat dilihat pada Gambar 8 dan gambar 9.

Dari hasil analisis SEM tersebut menunjukkan bahwa struktur morfologi dari mikrokapsul yang dihasilkan melalui pembentukan prepolimer memiliki struktur bulat/bola (*microsphere*), sedangkan untuk produk mikrokapsul poliuretan yang diperoleh melalui polimerisasi langsung memiliki struktur morfologi yang hampir mendekati bentuk bulat (tidak sepenuhnya berbentuk bulat). Pada proses mikroenkapsulasi dengan menggunakan metode polimerisasi antarmuka diawali dengan proses pembentukan emulsi. Tahap pembentukan emulsi tersebut sangat menentukan untuk terbentuknya suatu kapsul berbentuk bulat. Tidak terbentuknya struktur morfologi yang sempurna pada produk mikrokapsul poliuretan yang diperoleh dari proses polimerisasi langsung dikarenakan pada saat proses emulsifikasi, emulsinya tidak stabil sehingga bentuknya tidak sepenuhnya bulat. Dari analisis SEM juga dapat dilihat bahwa butiran mikrokapsul yang dihasilkan melalui polimerisasi langsung lebih

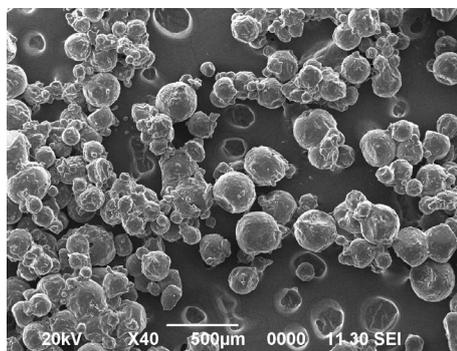


(a)

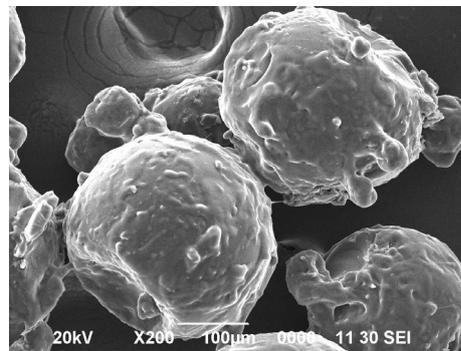


(b)

Gambar 8. Hasil analisis SEM terhadap produk mikrokapsul poliuretan melalui polimerisasi langsung (a) perbesaran 75x; (b) perbesaran skala 250x



(a)



(b)

Gambar 9. Hasil analisis SEM terhadap produk mikrokapsul poliuretan melalui pembentukan prepolimer poliuretan perbesaran 40x; (b) perbesaran 200x

kecil daripada mikrokapsul melalui pembentukan prepolimer.

KESIMPULAN

Mikrokapsul poliuretan sebagai bahan *self healing coating* dapat terbentuk menggunakan metode polimerisasi antarmuka, baik polimerisasi langsung maupun melalui pembentukan prepolimer. Pada penelitian ini, butiran partikel yang dihasilkan berbentuk menyerupai bulatan dengan ukuran partikel yang lebih kecil pada polimerisasi langsung dibandingkan melalui pembentukan prepolimer, yaitu $20,51 \pm 12,7 \mu\text{m}$ dan $139,2 \pm 72,3 \mu\text{m}$. Penelitian lebih lanjut dengan variasi faktor yang berpengaruh diperlukan untuk menghasilkan produk mikrokapsul poliuretan yang lebih optimum.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Dr. Ing. Priyo Sardjono yang telah memberikan bimbingan penulisan serta saran dan masukan dalam penulisan karya tulis ilmiah ini. Penelitian ini didanai Program Kompetitif-LIPI, 2010 (Sub Program: Material Maju dan Nanoteknologi).

DAFTAR PUSTAKA

- ¹Tri, A.S., dan G. Antonio. 2009. Bahan Konstruksi Alat Proses Dan Korosi. (<http://www.scribd.com/doc/17226684/Korosi->, diakses 12 Januari 2011).
- ²Yuan, Y.C., *et al.* 2008. Self Healing in Polymers and Polymer Composite. Concepts, realization and outlook: A review. *eXPRESS Polymer Letters*, 2 (4): 238–250.
- ³Ghosh, S.K. 2010. *Self-healing Materials*. India: Wiley-VCH.

- ⁴Jabbari, E., M. Khakpour. 2000. Morphology and Release Behaviour from Porous Polyurethane Microsphere. *Biomaterial*, 21: 2073–2079.
- ⁵Jabbari, E. 2001. Characterization of Microcapsules Prepared by Interfacial Polycondensation of Methylene Bis(phenyl isocyanate) with Hexamethylene Diamine. *Iranian Polymer Journal*, 10 (1).
- ⁶Pensé, A.M., C. Vauthier, J. Benoit. 1994. Study of the Interfacial Polycondensation of Isocyanate in The Preparation of Benzalkonium Chloride Loaded Microcapsule. *Colloid Polym Sci*, 272: 211–219.
- ⁷Cho, S.H., *et al.* 2006. Polydimethylsiloxane-Based Self healing Materials. *Advance. Material*, 18: 997–1000.
- ⁸Yang, J., *et al.* 2008. Microencapsulation of Isocyanate for Self healing Polymers. *Macromolecules*. 41: 9650–9655.
- ⁹Hong, K., dan S. Park. 1999. Preparation of Polyurethane Microcapsule with Different Soft Segment and Their Characteristics. *Reactive & Functional Polymer*, 42: 193–200.
- ¹⁰Bouchmel, K., *et al.* 2004. Synthesis and Characterization of Polyurethane and Poly(ether urethane) Nanocapsules Using a New Technique of Interfacial Polycondensation Combined to Spontaneous Emulsification. *International Journal of Pharmaceutics*, 269: 89–100.
- ¹¹Feng Su, J., Xin Wang L., Ren L. 2007. Synthesis of polyurethane MicroPCMs Containing n-octadecane by Interfacial Polycondensation: Influence of Styrene-maleic Anhydride as a Surfactant. *Colloid and Surface Physicochem. Eng. Aspects*, 299: 268–27.