



ITS
Institut
Teknologi
Sepuluh Nopember

TUGAS AKHIR - TL 184834

ANALISA PENGARUH VARIASI TEMPERATUR REAKSI TERHADAP MORFOLOGI DAN SIFAT TERMAL MIKROKAPSUL POLY(UREA- FORMALDEHID) UNTUK APLIKASI SELF- HEALING COATING

TAUFIQ BYOMANTORO HANUROGO
NRP. 0251154000039

Dosen Pembimbing :
Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng.
Amaliya Rasyida, S.T., M.Sc.

DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2019



TUGAS AKHIR - TL184834

**ANALISA PENGARUH VARIASI TEMPERATUR
REAKSI TERHADAP MORFOLOGI DAN SIFAT
TERMAL MIKROKAPSUL POLY(UREA-
FORMALDEHID) UNTUK APLIKASI SELF-
HEALING COATING**

**TAUFIQ BYOMANTORO HANUROGO
NRP. 0251154000039**

**Dosen Pembimbing
Dr. Agung Purniawan, ST., M.Eng.
Amaliya Rasyida, ST., M. Sc.**

**DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2019**

(halaman ini sengaja dikosongkan)



FINAL PROJECT - TL184834

**EFFECT OF REACTION TEMPERATURE
VARIATIONS TO MORPHOLOGY AND
THERMAL PROPERTIES OF MICROCAPSULE
POLY(UREA FORMALDEHYDE) FOR SELF-
HEALING COATING APPLICATION**

**TAUFIQ BYOMANTORO HANUROGO
NRP. 0251154000039**

**Advisor
Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng.
Amaliya Rasyida, S.T., M. Sc.**

**DEPARTEMENT OF MATERIALS ENGINEERING
Faculty of Industrial Technology
Sepuluh Nopember Institute of Technology
Surabaya 2019**

(halaman ini sengaja dikosongkan)

**ANALISA PENGARUH VARIASI TEMPERATUR REAKSI
TERHADAP MORFOLOGI DAN SIFAT TERMAL
MIKROKAPSUL POLY (UREA-FORMALDEHID) UNTUK
APLIKASI SELF-HEALING COATING**

TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik
pada
Bidang Material Inovatif
Departemen Teknik Material
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

TAUFIQ BYOMANTORO HANUROGO
NRP 0251154000039

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng (Pembimbing 1)
2. Amaliya Rasyida, S.T., M.Sc. (Pembimbing 2)



(halaman ini sengaja dikosongkan)

ANALISA PENGARUH VARIASI TEMPERATUR REAKSI TERHADAP MORFOLOGI DAN SIFAT TERMAL MIKROKAPSUL POLY (UREA-FORMALDEHID) UNTUK APLIKASI SELF HEALING COATING

Nama Mahasiswa : Taufiq Byomantoro Hanurogo
NRP : 0251154000039
Departemen : Teknik Material
Dosen Pembimbing : Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng.
Amaliya Rasyida, S.T., M.Sc.

Abstrak

Baja merupakan jenis material yang sering digunakan dalam dunia industri. Tetapi seiring berjalannya waktu, baja akan mengalami proses korosi. Nilai kerugian akibat korosi pada industri di seluruh dunia sekitar US\$2,5 triliun. Pelapisan pada logam (coating) merupakan metode yang paling murah dan sering digunakan. Meskipun demikian, lapisan tersebut dapat rusak akibat kerusakan mekanis seperti goresan sehingga air dan zat kimia korosif dapat masuk ke permukaan logam melalui kerusakan lapisan tersebut. Untuk menimalisir hal tersebut, maka dilakukan pengaplikasian self-healing coating berbasis kapsul. Pada penelitian ini menggunakan metode mikroenkapsulasi antara urea, formaldehid 37%, dan minyak biji rami untuk menghasilkan mikrokapsul poly(urea-formaldehid) yang berisi minyak biji rami. Penelitian ini bertujuan menganalisa pengaruh variasi temperatur terhadap morfologi dan sifat termal mikrokapsul poly(urea-formaldehid) untuk aplikasi self healing dengan variasi temperatur reaksi 40°C, 50°C, 60°C, dan 70°C. Hasil dari karakterisasi FTIR didapatkan ikatan N-H, C-H, C=O, dan C-O. Dari hasil karakterisasi mikroskop optik didapatkan diameter mikrokapsul pada temperatur reaksi 40, 50, 60, dan 70°C secara berurutan dengan nilai 65,3 ± 18,8; 27,4 ± 11; 29,1 ± 13,8 dan 64,4 ± 13,7 μm dan terlihat jumlah mikrokapsul yang semakin banyak seiring dengan meningkatnya temperatur. Hasil

dari karakterisasi SEM pada temperatur 50°C menunjukkan terdapat beberapa mikrokapsul yang terbentuk dan juga hancur akibat dari proses pencucian dan pengeringan. Hasil dari pengujian TGA pada mikrokapsul dengan temperatur reaksi 40°C menunjukkan sudah terjadi penurunan berat dibawah temperatur 187°C dan pada temperatur reaksi 50°C dan 70°C tidak mengalami penurunan berat yang signifikan sampai temperatur 225°C.

Kata Kunci: formaldehid, mikroenkapsulasi, mikrokapsul, temperatur reaksi, urea

**EFFECT OF TEMPERATUR REACTION VARIATIONS
TO MORPHOLOGY AND THERMAL PROPERTIES OF
MICROCAPSULE POLY (UREA-FORMALDEHYDE) FOR
SELF HEALING COATING APPLICATION**

Student Name : Taufiq Byomantoro Hanurogo
NRP : 0251154000039
Departement : Materials Engineering
Advisor : Dr. Agung Purniawan, ST., M.Eng.
Amaliya Rasyida, ST., M.Sc.

Abstrak

Steel is a type of material that is often used in the industrial applications. But steel will undergo a process of corrosion and it is one of the problems faced by industries. Coatings are applied to metal surfaces to protect corrosion. The value of losses due to corrosion in industries around the world is around US \$ 2.5 trillion. Coating on metal (coating) is the cheapest and often used method. However, the coating can be damaged by mechanical damage such as scratches so water and corrosive chemicals can enter the metal surface through the damaged layer. To minimize this problem, the application of self-healing coating capsule-based is one of the solutions. In this study the microencapsulation method between urea, formaldehyde 37%, and linseed oil used to produce microcapsules poly (urea-formaldehyde) containing linseed oil. This study set out to investigate the effect of reaction temperature on the morphology and thermal properties of microcapsule poly (urea-formaldehyde) for the application of self healing with a reaction temperature variation of 40°C, 50°C, 60°C, and 70°C. Further analysis showed from Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) characterization obtained N-H, C-H, C = O, and C-O bonds. Analysis of optical microscope characterization showed the diameter of microcapsules with reaction temperature of 40, 50, 60, dan 70°C were obtained with values $65,3 \pm 18,8$; $27,4 \pm 11$; $29,1 \pm 13,8$; dan $64,4 \pm 13,7 \mu\text{m}$ respectively and the number of microcapsules

increased as the reaction temperature increased. The analysis of Scanning Electron Microscopy (SEM) characterization at 50°C showed that there are several microcapsules formed and also broken due to the washing and drying process. The results of the TGA characterization with a reaction temperature of 40°C showed that started to loss of weight until 187°C. Microcapsules at the reaction temperature of 50°C and 70°C are stable until 225°C.

Keywords: formaldehyde, microencapsulation, microcapsule, reaction temperature, urea

KATA PENGANTAR

Puji Syukur atas berkat rahmat Tuhan Yang Maha Esa sehingga penulis dapat menyusun dan menyelesaikan Tugas Akhir yang berjudul “**Analisa Pengaruh Temperatur Reaksi Terhadap Morfologi dan Sifat Termal Mikrokapsul Poly(Urea-Formaldehid) untuk Aplikasi *Self Healing Coating***”. Adapun laporan ini disusun dan diajukan untuk memenuhi persyaratan studi di Departemen Teknik Material FTI – Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS), Surabaya.

Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada:

1. Allah Subhanahu Wata’ala, atas Rahmat-Nya sehingga saya dapat menyelesaikan Tugas Akhir ini.
2. Bapak Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng., selaku Ketua Departemen Teknik Material FTI ITS.
3. Bapak Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng. dan Ibu Amaliya Rasyida, S.T., M.Sc sebagai dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan, masukan, dan saran dengan penuh kesabaran sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir ini.
4. Bapak Dr. Sungging Pintowantoro, S.T., M.T selaku dosen wali penulis.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan ini masih jauh dari kesempurnaan, oleh karena adanya keterbatasan kemampuan penulis. Semoga laporan ini dapat bermanfaat.

Surabaya, Juli 2019

Penulis

(halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR ISI

| | |
|--|-------------------------------------|
| HALAMAN JUDUL | i |
| LEMBAR PENGESAHAN | Error! Bookmark not defined. |
| ABSTRAK | vii |
| ABSTRACT | ix |
| KATA PENGANTAR..... | xi |
| DAFTAR ISI | xii |
| DAFTAR GAMBAR..... | xv |
| DAFTAR TABEL | xix |
| BAB 1 PENDAHULUAN | |
| 1.1 Latar Belakang..... | 1 |
| 1.2 Rumusan Masalah..... | 2 |
| 1.3 Batasan Masalah | 2 |
| 1.4 Tujuan Penelitian | 2 |
| 1.5 Manfaat Penelitian | 2 |
| BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA | |
| 2.1 Mikroenkapsulasi..... | 5 |
| 2.2 Rekayasa Permukaan (<i>Surface Engineering</i>)..... | 12 |
| 2.3 Material <i>Self Healing</i> | 15 |
| 2.4 Penelitian Sebelumnya..... | 25 |
| BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN | |
| 3.1 Diagram Alir Percobaan | 33 |
| 3.3 Metode Penelitian | 46 |
| 3.4 Preparasi Bahan | 46 |
| 3.5 Proses Mikroenkapsulasi | 47 |

| | | |
|-----------------------------------|---|------------|
| 3.6 | Proses Penyaringan dan Pencucian Mikro kapsul | 48 |
| 3.7 | Variabel Penelitian..... | 49 |
| 3.8 | Proses Pengujian..... | 50 |
| BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN | | |
| 4.1 | Hasil Percobaan | 55 |
| 4.1 | Karakterisasi Bahan | 70 |
| 4.2 | Analisis Hasil Proses Mikroenkapsulasi | 74 |
| BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN | | |
| 5.1 | Kesimpulan..... | 91 |
| 5.2 | Saran | 91 |
| DAFTAR PUSTAKA..... | | 93 |
| LAMPIRAN | | 97 |
| UCAPAN TERIMA KASIH | | 113 |
| BIODATA PENULIS | | 113 |

DAFTAR GAMBAR

| | | |
|--------------------|--|----|
| Gambar 2.1 | Polimerisasi Antarmuka | 8 |
| Gambar 2.2 | Polimerisasi In-Situ | 9 |
| Gambar 2.3 | Struktur Mikrokapsul..... | 10 |
| Gambar 2.4 | Jenis-Jenis Morfologi Inti Mikrokapsul..... | 11 |
| Gambar 2.5 | Perbandingan Cara Penyembuhan | 16 |
| Gambar 2.6 | Klasifikasi Komponen <i>Self Healing</i> | 16 |
| Gambar 2.7 | Jenis - Jenis Material <i>Self Healing</i> Berbasis Pembuluh (a) Satu Dimensi, (b) Dua Dimensi, dan (c) Tiga Dimensi | 18 |
| Gambar 2.8 | Material <i>Self Healing</i> dengan Jenis Ikatan eversibel..... | 19 |
| Gambar 2.9 | Struktur Kimia Urea | 19 |
| Gambar 2.10 | Struktur Kimia Formaldehid..... | 21 |
| Gambar 2.11 | Struktur Rantai Molekul Minyak Biji Rami | 22 |
| Gambar 2.12 | Temperatur Reaksi pada (a1&a2) 45°C, (b1&b2) 55°C, dan (c1&c2) 65°C..... | 26 |
| Gambar 2.13 | Kecepatan Agitasi saat (a) 600 rpm, (b) 800 rpm, (c) 900 rpm, dan (d) perbandingan diameter terhadap kecepatan agitasi..... | 28 |
| Gambar 2.14 | Ketebalan dinding mikrokapsul saat (a) 600 rpm, (b) 800 rpm, dan (c) 900 rpm..... | 29 |
| Gambar 2.15 | Hasil SEM (a - c) pH: 11, (d) pH: 7, dan (e) pH: 3 | 30 |
| Gambar 2.16 | Hasil SEM pada (a&b) F/U: 0,94, (c) 1,88, dan (d) F/U: 2,81 | 31 |
| Gambar 2.17 | Hasil SEM pada (a) waktu reaksi 7 jam, (b) waktu reaksi 4 jam, dan (c) waktu reaksi 1 jam | 32 |
| Gambar 3. 1 | Proses pembuatan prepolimer UF..... | 34 |
| Gambar 3. 2 | Diagram alir percobaan menggunakan metode dari Thanawala, <i>et al.</i> , 2014..... | 36 |

| | | |
|--------------------|---|----|
| Gambar 3.3 | Diagram alir percobaan berdasarkan metode dari Lang & Zhou, 2016 | 38 |
| Gambar 3.4 | Diagram alir percobaan berdasarkan metode dari Yang, <i>et al</i> , 2011 | 39 |
| Gambar 3.5 | Diagram alir percobaan berdasarkan metode dari Katouezadeh, <i>et al</i> , 2018 | 41 |
| Gambar 3.6 | Diagram alir percobaan berdasarkan metode dari Comlekci & Ulutan, 2018..... | 43 |
| Gambar 3.7 | Diagram Alir Eksperimen..... | 45 |
| Gambar 3.8 | Skema percobaan proses mikroenkapsulasi..... | 48 |
| Gambar 3.9 | Skema <i>vacuum filtration</i> | 49 |
| Gambar 3.10 | Mikroskop Optik..... | 50 |
| Gambar 3.11 | Alat Pengujian SEM | 51 |
| Gambar 3.12 | Alat Pengujian FTIR | 52 |
| Gambar 3.13 | Alat Pengujian TGA | 53 |
| Gambar 4.1 | Hasil Mikroenkapsulasi Dua Tahap | 55 |
| Gambar 4.2 | Hasil Mikroenkapsulasi berdasarkan Metode Lang & Zhou, 2016 | 56 |
| Gambar 4.3 | Hasil Tampak Atas | 57 |
| Gambar 4.4 | Hasil Percobaan Menggunakan Pengaduk Mekanik | 58 |
| Gambar 4.5 | Hasil Proses Mikroenkapsulasi..... | 60 |
| Gambar 4.6 | Hasil Proses Mikroenkapsulasi, Terdapat Endapan PUF..... | 61 |
| Gambar 4.7 | Morfologi Hasil SEM Pada Kecepatan 1100 rpm..... | 61 |
| Gambar 4.8 | Hasil Tampak Samping | 63 |
| Gambar 4.9 | Hasil Tampak Atas | 64 |
| Gambar 4.10 | Hasil Setelah Proses Penyaringan..... | 64 |
| Gambar 4.11 | Hasil Proses Mikroenkapsulasi Tampak Samping | 65 |
| Gambar 4.12 | Hasil Pencucian Mikrokapsul Menggunakan Akuades, Alkohol, dan Aseton | 66 |
| Gambar 4.13 | Hasil Proses Pengeringan | 67 |

| | | |
|--------------------|---|----|
| Gambar 4.14 | Hasil Pengujian SEM dengan 7,5 gram Urea dan 12 mL..... | 67 |
| Gambar 4.15 | Hasil Percobaan pada Temperatur 65°c..... | 68 |
| Gambar 4.16 | Percobaan dengan Urea 5 gram dan Temperatur Reaksi 55°c..... | 69 |
| Gambar 4.17 | Hasil Pengujian FTIR Minyak Biji Rami ... | 70 |
| Gambar 4.18 | Hasil Pengujian FTIR PUF..... | 73 |
| Gambar 4.19 | Hasil Pengujian FTIR Mikrokapsul..... | 74 |
| Gambar 4.20 | Komponen Mikrokapsul | 79 |
| Gambar 4.21 | Hasil Mikroskop Optik Morfologi Mikrokapsul dengan Variasi Temperatur, A) 40°C, B) 50°C, C) 60°C, dan | 81 |
| Gambar 4.22 | Hasil Pengukuran Diameter Mikrokapsul .. | 83 |
| Gambar 4.23 | Hasil Pengujian SEM pada Temperatur Reaksi 50°c dengan Kondisi: A) Mikrokapsul yang Terbentuk, B) Mikrokapsul yang Beraglomerasi, C) Terdapat Mikrokapsul yang Rusak dan Tebal Dinding Mikrokapsul D) Terdapat Mikrokapsul yang Terbentuk dan Rusak. | 87 |
| Gambar 4.24 | Hasil Pengujian TGA Mikrokapsul | 89 |

(halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR TABEL

| | | |
|-------------------|--|----|
| Tabel 2. 1 | Jenis-Jenis Teknik Mikroenkapsulasi..... | 6 |
| Tabel 2. 2 | Sifat Fisik Urea | 20 |
| Tabel 2. 3 | Perbandingan Komposisi Asam..... | 23 |
| Tabel 3.1 | Variabel Penelitian dan Pengujian yang dilakukan pada penelitian | 49 |
| Tabel 4.1 | Puncak gelombang ikatan pada minyak biji rami..... | 71 |
| Tabel 4.2 | Puncak gelombang ikatan pada PUF | 73 |
| Tabel 4.3 | Puncak gelombang ikatan pada temperatur reaksi 40 dan 50°C | 76 |
| Tabel 4.4 | Puncak gelombang ikatan pada temperatur reaksi 60 dan 70°C | 77 |

(halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Baja merupakan salah satu material yang sangat penting dalam dunia industri dan sudah sangat luas digunakan dalam dunia industri (World Steel Association, 2018). Tetapi seiring berjalannya waktu maka baja mengalami proses yang dinamakan degradasi logam atau korosi. (Fontana, 1986). Korosi pada logam merupakan salah satu masalah yang serius di dunia industri karena dapat mengakibatkan kerusakan struktur dan kerugian dalam segi ekonomi yang cukup besar dengan nilai kerugian mencapai US\$2,5 Triliun (NACE International, 2016). Salah satu metode yang sering diaplikasikan pada baja untuk mencegah dan memberi perlindungan terhadap korosi adalah *coating* organik (Davis, 2001). Namun dalam aplikasinya, *coating* dapat terkena efek kerusakan mekanis seperti goresan, yang dapat menyebabkan air atau zat kimia korosif masuk ke dalam goresan tersebut dan menyebabkan korosi pada logam. Salah satu cara yang dilakukan untuk meminimalisir hal tersebut yaitu dengan memberikan kemampuan *self healing* berbasis kapsul pada *coating*.

Self healing coating berbasis mikrokapsul merupakan salah satu metode baru yang digunakan dalam aplikasi *coating* untuk menyembuhkan *coating* yang terkena efek kerusakan mekanis. Mikrokapsul untuk aplikasi *self-healing coating* terdiri dari material dinding dan inti. Material dinding dan inti yang sering digunakan salah satunya adalah Poly(Urea-Formaldehid) (PUF) dan minyak biji rami. Agar PUF dan minyak biji rami dapat membentuk mikrokapsul maka diperlukan teknik mikroenkapsulasi melalui proses polimerisasi in-situ. Dalam proses polimerisasi in-situ, dapat ditentukan ukuran, ketebalan, dan kestabilan mikrokapsul. Hal tersebut ditentukan oleh beberapa faktor diantaranya kecepatan agitasi, pH, temperatur reaksi, dan waktu reaksi. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisa pengaruh temperatur reaksi terhadap morfologi dan

sifat termal mikrokapsul poly(urea-formaldehid) untuk aplikasi
self healing coating.

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah pada penelitian ini adalah :

1. Bagaimana pengaruh variasi temperatur reaksi terhadap morfologi mikrokapsul poly(urea-formaldehid) untuk aplikasi *self healing coating*?
2. Bagaimana pengaruh variasi temperatur reaksi terhadap sifat termal mikrokapsul poly(urea-formaldehid) untuk aplikasi *self healing coating*?

1.3 Batasan Masalah

Agar hasil yang dicapai sesuai dengan yang diharapkan serta tidak menyimpang dari permasalahan yang ditinjau, maka perlu adanya suatu batasan masalah. Pada penelitian ini, batasan yang digunakan adalah :

1. Kecepatan pengadukan dianggap stabil dalam semua proses
2. Temperatur reaksi dianggap stabil dalam proses
3. Kenaikan temperatur dianggap konstan
4. Kemurnian bahan dianggap homogen

1.4 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian yang dilakukan adalah

1. Menganalisa pengaruh variasi temperatur reaksi terhadap morfologi mikrokapsul poly(urea-formaldehid) untuk aplikasi *self-healing coating*
2. Menganalisa pengaruh variasi temperatur reaksi terhadap sifat termal mikrokapsul poly(urea-formaldehid) untuk aplikasi *self healing coating*

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil yang diperoleh dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat sebagai berikut

-
1. Dapat dijadikan referensi dalam metode *coating* yang digunakan dalam aplikasi *self healing coating*.
 2. Hasil penelitian ini dapat dijadikan sumber informasi yang melengkapi hasil penelitian-penelitian sebelumnya dengan menggunakan metode polimerisasi in-situ untuk mikrokapsul PUF yang berisikan minyak biji rami.

(halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

Mikroenkapsulasi merupakan metode yang digunakan dalam proses pembuatan mikrokapsul poly(urea-formaldehid). Proses mikroenkapsulasi melibatkan beberapa material, diantaranya urea, formaldehid, dan minyak biji rami.

2.1 Mikroenkapsulasi

Proses enkapsulasi telah berkembang dari contoh-contoh yang ada di alam, dimana terdapat banyak contoh yang ada mulai dari skala makro sampai mikro. Material pembungkus alami digunakan untuk melindungi dari pengaruh lingkungan. Contoh makroskopis adalah telur ayam atau burung dan contoh untuk skala mikroskopis adalah sel dengan segala isinya. Selain industri yang disebutkan sebelumnya, mikroenkapsulasi memiliki potensi yang cukup besar pada industri coating, dan pengembangan dalam bidang ini masih sedikit (Ghosh, 2006).

Secara umum, mikroenkapsulasi didefinisikan sebagai aplikasi dari suatu lapisan polimer tipis yang melapisi material inti (dapat berupa partikel yang kecil atau tetesan cairan dan dispersi) yang memiliki ukuran partikel antara 5 – 5000 μm . Mikroenkapsulasi adalah bentuk modifikasi dari pelapisan film, perbedaannya terletak pada ukuran partikel yang akan dilapisi dan metode pembuatannya (Das, *et al.*, 2011).

Dengan kata lain, mikroenkapsulasi adalah suatu proses “pengurungan” atau “mengurungi” partikel yang berukuran kecil baik berupa cairan atau gas dengan ditutupi oleh lapisan atau matriks. Terdapat beberapa sebutan untuk bahan yang akan dienkapsulasi, diantaranya disebut inti atau pengisi. Dan material yang membungkus inti disebut dengan dinding, cangkang, lapisan, fasa eksternal atau membran. Antara inti dengan dinding biasanya tidak terdapat reaksi sehingga biasanya lapisan dinding tidak larut dan tidak reaktif terhadap inti.

Banyak industri menggunakan mikroenkapsulasi karena dapat melindungi material inti, dimana inti tersebut berisikan material utama yang sangat penting agar terhindari dari paparan lingkungan seperti air, oksigen, panas, dan cahaya sehingga umur simpan material tersebut menjadi lebih lama. Dalam mikroenkapsulasi terdapat mekanisme agar material inti dapat dilepaskan. Beberapa jenis mekanisme pelepasan material inti diantaranya, kelembapan atau pelepasan solven melalui disolusi, pelepasan dengan tegangan (mekanik), pH, dan enzim (Sobel, 2014).

Produk dari hasil mikroenkapsulasi adalah mikrokapsul. Bentuk mikrokapsul pada umumnya yaitu berbentuk bola pejal dengan dinding yang seragam. Material di dalam mikrokapsul berperan sebagai inti, atau pengisi, dan dindingnya disebut dengan cangkang atau pelapis. Agar dapat menghasilkan mikrokapsul, proses mikroenkapsulasi dibagi menjadi dua metode, yaitu kimia dan fisika dan dibagi lagi menjadi metode fisika-kimiawi, dan fisika-mekanik seperti yang terdapat pada Tabel 2.1. Teknik yang sering digunakan untuk mengenkapsulasi cairan dan padatan yang tidak menyerap air adalah teknik polimerisasi in-situ dan polikondensasi antarmuka (Das, *et al.*, 2011).

Tabel 2. 1 Jenis-Jenis Teknik Mikroenkapsulasi (Das, *et al.*, 2011)

| Kimiawi | Fisika | |
|--------------------------|--------------------------------|---|
| | Fisika-Kimiawi | Fisika-Mekanik |
| Polimerisasi In-Situ | Koaservasi | <i>Spray-drying</i> dan <i>congealing</i> |
| Polikondensasi antarmuka | Evaporasi dan ekstraksi solven | Enkapsulasi elektrostatis |
| | <i>Adsorpsi layer by layer</i> | <i>Pan coating</i> |
| | Presipitasi kompleks | Enkapsulasi vakum |

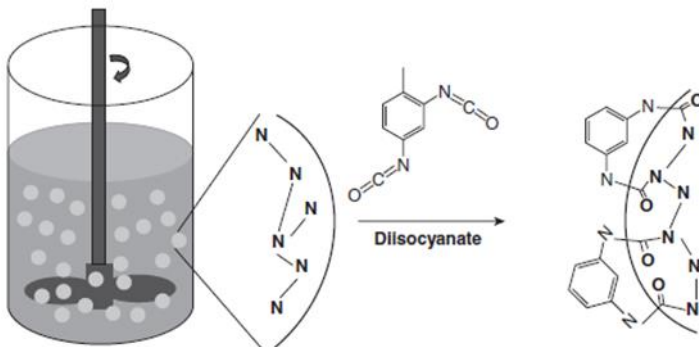
| | | |
|--|--------------------------------|---------------------------------|
| | Gelatin ionik | Suspensi udara |
| | Presipitasi fluida superkritik | <i>Multiorifice-centrifugal</i> |

Polimer merupakan makromolekul yang dibuat dengan menghubungkan banyak molekul-molekul yang berukuran lebih kecil. Molekul-molekul kecil yang dihubungkan satu sama lain agar membentuk polimer tersebut dinamakan dengan monomer. Dan molekul-molekul kecil tersebut harus disintesis terlebih dahulu agar dapat membentuk polimer. Proses tersebut dinamakan polimerisasi. Akan terdapat ratusan, ribuan, atau bahkan lebih dari puluhan ribu monomer yang saling terhubung satu sama lain di dalam suatu molekul polimer (Oadian, 2004). Proses penyambungan monomer-monomer tersebut akan menghasilkan ikatan yang panjang dan berulang. Polimer yang sudah terbentuk dapat dimodifikasi dan ditingkatkan dengan adanya penambahan material aditif. (Callister & Rethwisch, 2010). Metode polimerisasi yang sering digunakan dalam pembuatan mikrokapsul yaitu polimerisasi in-situ dan polikondensasi antarmuka atau dapat disebut juga polimerisasi antarmuka.

Polimerisasi in-situ berhubungan dengan polimerisasi antarmuka dan digunakan untuk mengenkapsulasi padatan dan cairan yang tidak larut di dalam air dengan hasil akhir berupa mikrokapsul. Polimerisasi antarmuka merupakan metode sintesis untuk mensintesis berbagai macam material polimer fungsional. Monomer yang dapat menggunakan metode polimerisasi antarmuka antara lain amide, ester, urethane, urea, alkena, anilin, pyrrole, dan turunannya. (Song, *et al.*, 2017). Dan juga terdapat beberapa material polimer yang digunakan untuk membuat mikrokapsul dengan proses ini, diantaranya polyurea, polyamida, polysulfonamida, polyester, polykarbonat, atau polyuretan. Polimerisasi antarmuka juga digunakan secara luas pada berbagai macam material inti, diantaranya larutan, cairan yang tidak larut dalam air, dan padatan (Das, *et al.*, 2011).

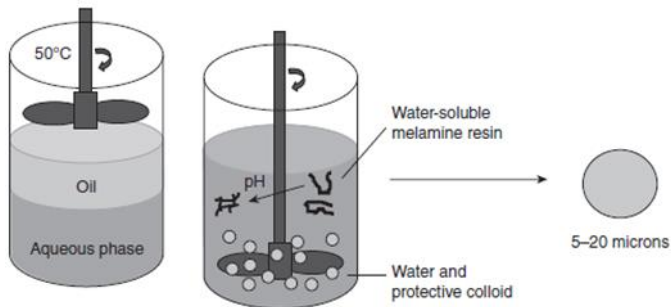
Dalam prosesnya, dinding mikrokapsul yang terbentuk diakibatkan oleh proses polimerisasi monomer yang berlangsung dengan cepat pada permukaan partikel material inti yang tersebar di dalam larutan seperti yang terdapat pada Gambar 2.1. Monomer multifungsi larut pada material inti dan larutan inti tersebar di dalam fasa air akibat adanya pengadukan yang berlangsung secara cepat. Agar dinding kapsul dapat terbentuk, maka ditambahkan reaktan pada fasa air dan akan terjadi polimerisasi yang berlangsung sangat cepat pada permukaan inti. Dengan kondisi yang tepat, maka akan terbentuk dinding tipis yang fleksibel pada antarmuka.

Polimerisasi antarmuka dapat digunakan untuk membuat mikrokapsul dengan ukuran yang lebih besar, biasanya diameter mikrokapsul yang terbentuk antara 20 – 30 mikron dan bahkan dapat lebih kecil yaitu 3 – 6 mikron (Gulrajani, 2013). Ketika mikrokapsul sudah terbentuk, maka dilakukan pemisahan antara mikrokapsul dengan fasa kotinyu yaitu dapat berupa air atau minyak. Proses pemisahan yang dapat dilakukan diantaranya dengan menggunakan spray drying, flash evaporation, penyaringan atau proses pemisahan yang lainnya yang cocok dengan teknik yang digunakan. (Das, *et al.*, 2011)



Gambar 2. 1 Polimerisasi Antarmuka (Gulrajani, 2013)

Polimerisasi in-situ merupakan teknik enkapsulasi secara kimiawi yang memiliki kemiripan dengan polimerisasi antarmuka. Yang membedakannya dengan polimerisasi antarmuka yaitu tidak adanya reaktan yang terdapat di material inti. Semua proses polimerisasi terjadi di fasa kontinu, dan tidak terjadi diantara antarmuka fasa kontinu dan material inti. Contoh dari polimerisasi dengan teknik ini yaitu sistem enkapsulasi urea-formaldehid dan melamin formaldehid seperti pada Gambar 2.2. Biasanya fasa minyak akan diemulsi di dalam air menggunakan polimer yang larut di dalam air dan dilakukan pengadukan secara cepat yang nantinya akan menstabilkan emulsi. Dalam contoh ini yaitu dengan menambahkan melamin yang tersebar dan bersifat larut di dalam air pH kemudian diturunkan dengan penambahan asam. Dengan turunnya pH maka akan menginisiasi terjadinya polikondensasi yang menghasilkan resin yang berikatan sambung-silang yang terdeposit pada antarmuka antara tetesan minyak dan fasa air (Gulrajani, 2013).

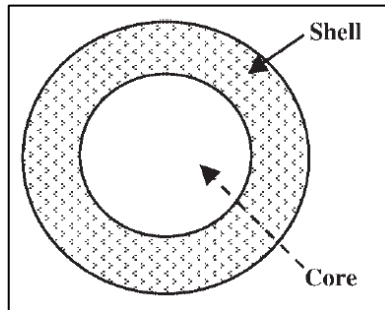


Gambar 2. 2 Polimerisasi In-Situ (Gulrajani, 2013)

2.1.1 Mikrokapsul

Mikrokapsul merupakan produk akhir yang dihasilkan dari proses mikroenkapsulasi. Seperti namanya, mikrokapsul adalah kapsul dengan ukuran dalam mikrometer. Ukuran mikrokapsul pada umumnya lebih dari 1 μm dengan bentuk yang beraturan seperti bola atau tidak beraturan. Dalam suatu mikrokapsul

terdapat 2 bagian, yang disebut dengan inti (*core*) dan dinding (*shell*) seperti yang terdapat pada Gambar 2.3.



Gambar 2. 3 Struktur Mikrokapsul (Ghosh, 2006)

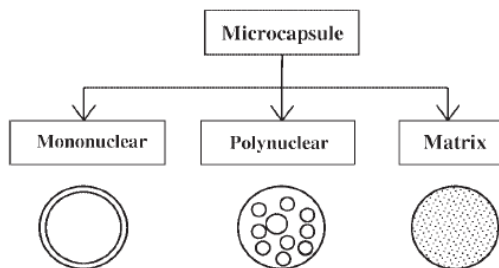
Inti dari mikrokapsul berisikan agen aktif seperti pengeras atau *biocide*, dan dindingnya melindungi inti dari lingkungan sekitar. Perlindungan terhadap inti dapat bersifat permanen atau sementara. Material inti dari mikrokapsul dapat berupa padatan, cairan, atau gas. Material inti yang sering digunakan dalam bentuk larutan, dispersi, atau emulsi. Terdapat banyak jenis material inti yang dapat dienkapsulasi tergantung dari aplikasinya, diantaranya pigmen, pewarna, monomer, katalis, agen penyembuhan, dan partikel nano.

Untuk dinding mikrokapsul, terdapat berbagai jenis yang dapat dipilih karena terdapat banyak polimer baik alami atau sintetis sehingga pilihan material untuk dinding mikrokapsul sangat banyak. Jenis material tersebut dapat berupa berpori, *semi-permeable*, atau tidak berpori. Dinding berpori biasa digunakan untuk aplikasi pelepasan. Untuk *semi-permeable* biasanya bersifat tidak berpori terhadap material inti tetapi berpori terhadap cairan dengan berat molekul rendah dalam hal ini adalah lingkungan sekitar mikrokapsul. Sehingga kapsul dengan jenis *semi permeable* dapat menyerap zat dari lingkungan dan melepaskannya ke media yang berbeda. Untuk jenis tidak berpori, material inti ditutupi oleh dinding dan melindunginya dari

lingkungan sekitar. Agar terjadi pelepasan material inti ke lingkungan sekitar, maka dinding harus dihancurkan terlebih dahulu dengan tekanan dari luar, dilelehkan, dikeringkan, atau dilarutkan di dalam pelarut. Pelepasan material inti pada dinding yang tidak berpori dapat dikontrol dengan ketebalan dinding dan ukuran pori-pori (Ghosh, 2006).

2.1.2 Jenis-Jenis Morfologi Inti Mikrokapsul

Material inti dan proses pelapisan permukaan inti dapat menentukan morfologi dari mikrokapsul. Mikrokapsul memiliki bentuk yang teratur dan tidak teratur, dan berdasarkan dari morfologinya dapat diklasifikasikan menjadi mononuklear, polynuklear, dan matriks seperti yang terdapat pada Gambar 2.4.



Gambar 2. 4 Jenis-Jenis Morfologi Inti Mikrokapsul (Ghosh, 2006)

Mikrokapsul berjenis mononuklear hanya terdapat satu inti saja yang dikelilingi oleh dinding, sedangkan mikrokapsul berjenis polynuklear memiliki beberapa inti yang dikelilingi oleh dinding. Dalam mikrokapsul berjenis matriks, material inti tersebar secara homogen ke dalam material dinding. Dan juga selain ketiga jenis diatas, mikrokapsul dapat juga berupa mononuklear teteapi memiliki dinding yang berlapis (Ghosh, 2006).

2.2 Rekayasa Permukaan (*Surface Engineering*)

Rekayasa permukaan merupakan suatu kegiatan multidisiplin dengan tujuan untuk menyesuaikan sifat pada permukaan dari suatu komponen teknik sehingga fungsi dan kemampuan ketika sedang dalam operasi dapat ditingkatkan. Menurut definisi yang lain, rekayasa permukaan didefinisikan sebagai perlakuan pada bagian permukaan dan dekat permukaan pada suatu material yang memungkinkan bagian permukaan material tersebut memiliki sifat yang berbeda dari sifat awal material tersebut.

Sifat atau karakteristik yang diharapkan dari rekayasa permukaan diantaranya :

- Meningkatkan ketahanan korosi dengan adanya batasan atau perlindungan dengan cara pengorbanan
- Meningkatkan ketahanan oksidasi dan/atau sulfidasi
- Meningkatkan ketahanan aus
- Meningkatkan sifat mekanik
- Meningkatkan performa insulasi panas
- Memperbaiki penampilan

Sifat-sifat diatas dapat ditingkatkan dengan berbagai cara, yaitu secara metalurgi, mekanik, kimiawi atau dengan penambahan suatu lapisan yang disebut dengan *coating* (Davis, 2001).

2.2.1 *Coating*

Coating atau teknologi pelapisan didefinisikan sebagai suatu material (pada umumnya adalah berbentuk cairan) yang diaplikasikan pada permukaan suatu benda dan menjadi suatu lapisan film tipis baik secara kontinu atau tidak kontinu setelah proses pengeringan. Namun proses aplikasi dan hasil dari pengeringan juga disebut sebagai *coating*. Pengeringan cairan *coating* dilakukan dengan evaporasi atau curing (cross-linking) dengan oksidasi, panas atau sinar ultraviolet. *Coating* terdiri atas binder, komponen yang menguap, pigmen, dan zat aditif. Binder (polimer atau resin) adalah komponen yang membentuk lapisan film kontinu, menempel pada substrat, dan menahan pigmen dan

filler dalam film padat. Komponen yang menguap adalah solven yang digunakan untuk menyesuaikan viskositas agar memudahkan dalam pengaplikasian.

Coating dapat berupa organik dan anorganik. Coating anorganik utamanya digunakan untuk aplikasi sebagai proteksi dan coating organik sering digunakan untuk aplikasi sebagai dekorasi dan fungsional. Coating organik dapat diklasifikasikan baik sebagai coating architectural (rumah, dinding, dan atap) atau industrial coatings (furnitur, kendaraan, dan perpipaan). (Ghosh, 2006)

2.2.2 Pelapisan Organik (*Organic Coating*)

Pelapisan organik merupakan metode yang paling tua dan paling sering digunakan untuk melindungi logam substrat dari korosi. Pelapisan organik adalah campuran kompleks dari polimer, pembawa cairan, pigmen, inhibitor korosi, dan zat aditif. Salah satu peran dari pelapisan organik adalah untuk melindungi logam substrat dari ion-ion yang akan berdifusi ke dalam logam. Seperti yang diketahui bahwa air, ion, dan beberapa agen pereduksi (umumnya oksigen) yang berada di lingkungan dapat menginisiasi reaksi elektrokimia seperti oksidasi dan reduksi pada permukaan logam (Taylor, 2012). Sehingga, pelapisan organik mempunyai fungsi dasar sebagai pemisah antara permukaan logam dengan lingkungan dengan adanya batas yang memisahkan keduanya sehingga dapat memperlambat atau mencegah berdifusinya zat kimia agresif dan produk korosi (Leon & Advincula, 2015). Ketika diaplikasikan dan sudah beroperasi akan terjadi beberapa kerusakan pelapisan yang diakibatkan oleh operasi seperti abrasi, goresan, beban kejut, dan lain-lain dapat menghasilkan suatu titik yang menyebabkan terjadinya penetrasi zat korosif ke permukaan logam seperti hujan asam, air laut, atau polusi industri yang dapat menyebabkan logam terdegradasi.

Untuk mencegah atau mengurangi akibat dampak tersebut, maka dilakukan pengembangan terhadap pelapisan yang memiliki dua fungsi sekaligus yaitu *self-cleaning* dan *self-*

healing. Pelapisan dengan dua fungsi dinilai tidak terlalu mahal sehingga dapat digunakan secara luas untuk komersil. *Self-cleaning* diaplikasikan agar tidak ada air yang terserap di permukaan logam dan *self-healing* diaplikasikan untuk memperbaiki pelapisan setelah terjadinya kerusakan sehingga dapat menghasilkan ketahanan korosi yang lebih lama (Makhlouf, 2014).

2.2.3 *Self-Healing Coating*

Pelapisan multifungsi merupakan suatu pengembangan yang sangat dibutuhkan karena pelapisan konvensional bersifat pasif ketika berada di lingkungan. Dengan kata lain, jika lapisan tersebut rusak atau cacat maka lapisan tersebut tidak menjadi reaktif sehingga logam dengan lapisan yang rusak tersebut akan terjadi kontak langsung dengan lingkungan yang mengakibatkan adanya korosi pada bagian tersebut. *Self-healing coating* dengan bahan organik merupakan alternatif yang tepat untuk melindungi logam dalam jangka waktu yang lebih lama. (Makhlouf, 2014)

Self healing coating didefinisikan sebagai pelapisan yang dapat memperbaiki kerusakan pelapisan dengan adanya pengaruh dari luar atau tidak. Untuk lapisan pelindung, Untuk lapisan pelindung, efek penyembuhan berperan dalam pengembalian batas antara lapisan dengan substrat yang diakibatkan oleh cacat dengan cara menutupi cacat tersebut. Terdapat dua mekanisme *self-healing* yaitu *autonomous* dan *non-autonomous*. *Autonomous self healing coating* adalah pelapisan yang dapat memperbaiki diri tanpa dipengaruhi oleh lingkungan luar. Biasanya *self healing* jenis ini mengandung agen penyembuhan yang dapat berpolimerisasi atau menggunakan inhibitor korosi. Untuk *non-autonomous self healing coating*, proses penyembuhan baru akan berjalan jika mendapat pengaruh dari lingkungan luar seperti menggunakan panas atau cahaya untuk memicu terjadinya penyembuhan ikatan kimia.

Salah satu metode yang paling mutakhir untuk mendapatkan penyembuhan secara *autonomous* adalah dengan

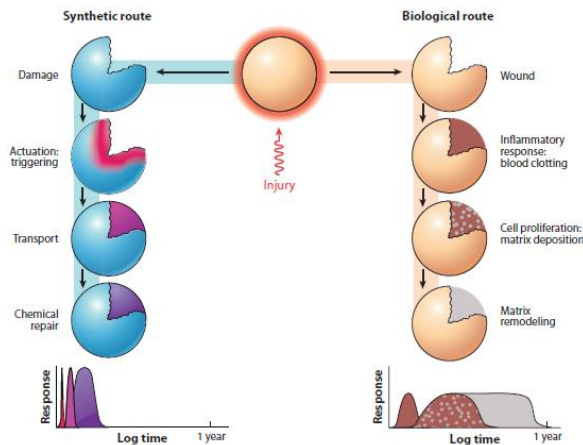
mengaplikasikan agen penyembuhan yang dapat berpolimerisasi ke dalam pelapisan. Dan banyak yang menggunakan mikrokapsul sebagai tempat untuk menyimpan agen penyembuhan tersebut. Ketika lapisan rusak, kapsul tersebut akan pecah sebagai respon dari adanya gaya mekanis dari luar dan melepaskan agen penyembuhan, kemudian agen penyembuhan tersebut akan berpolimerisasi untuk membentuk suatu lapisan tipis yang bersifat pelindung yang dapat memperbaiki sifat batas lapisan. (Zhang, *et al.*, 2018)

2.3 Material Self Healing

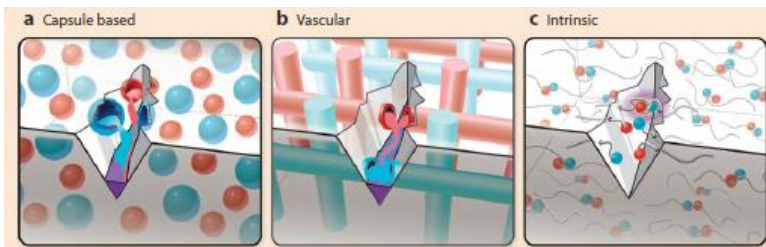
Dalam aplikasinya, suatu material akan mengalami kegagalan, kerusakan, dan degradasi. Hal tersebut merupakan suatu hal yang dapat terjadi ketika material beroperasi pada aplikasi tertentu. Telah banyak penelitian dilakukan untuk fokus ,pada hal tersebut diantaranya adalah mendesain material baru dengan adanya peningkatan dari segi sifat mekanik dan pengembangan metode pengujian tanpa merusak tetapi hal tersebut tidak membuahkan hasil yang diinginkan. Sebaliknya, pendekatan dalam sistem biologi dengan cara yang sedikit berbeda yaitu dengan metode penyembuhan diri atau dikenal dengan *self-healing*. Material *self-healing* diartikan sebagai kemampuan suatu material untuk memperbaiki dan memulihkan diri dengan sumber daya unsur yang dimiliki. Proses pemulihan diri dipicu dengan rusaknya material *self-healing* yang diaplikasikan. Pemulihan diri tersebut dapat berlangsung secara otomatis (tanpa bantuan) atau dengan menggunakan bantuan dari lingkungan seperti pemanasan, dialiri listrik dan sebagainya.

Pada Gambar 2.5 terdapat dua jenis penyembuhan. Penyembuhan sintesis dan biologis. Dalam proses penyembuhan secara biologis terdapat tiga tahap inti : *inflammatory response*, *cell proliferation*, dan *matrix remodelling*. Sedangkan proses penyembuhan secara sintesis terdapat tiga tahap inti : *actuation*, *transporting*, dan *chemical repair*. Pada tahap penyembuhan secara sintesis yang pertama yaitu *actuation*. Pada tahap ini adanya

pemicu yaitu kerusakan agar material dengan segera menyembuhkan diri. Kemudian pada tahap kedua yaitu *transport*, dimana terjadi pengangkutan material yang digunakan untuk menyembuhkan diri. Dan tahap ketiga yaitu proses perbaikan secara kimiawi, dimana waktu yang dibutuhkan untuk penyembuhan tergantung dari mekanisme yang digunakan. Terdapat tiga klasifikasi material *self-healing* yang terdapat pada Gambar 2.6 yaitu berbasis kapsul, *vascular*, dan intrinsik. Terdapat perbedaan dalam hal kemampuan penyembuhan diri.



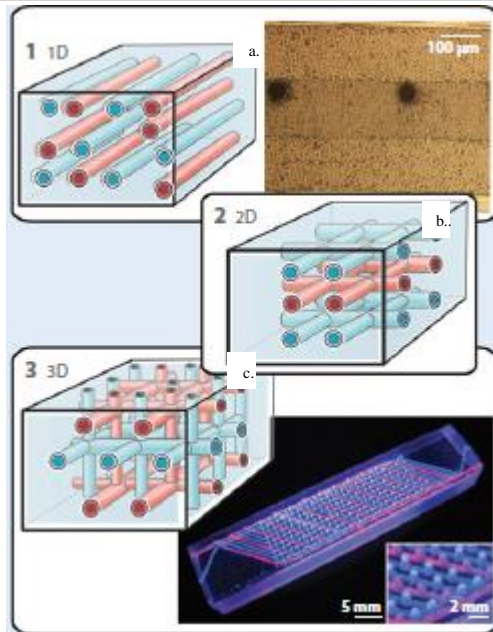
Gambar 2. 5 Perbandingan Cara Penyembuhan (Blaiszik, *et al.*, 2010)



Gambar 2. 6 Klasifikasi Komponen *Self Healing* (Blaiszik, *et al.*, 2010)

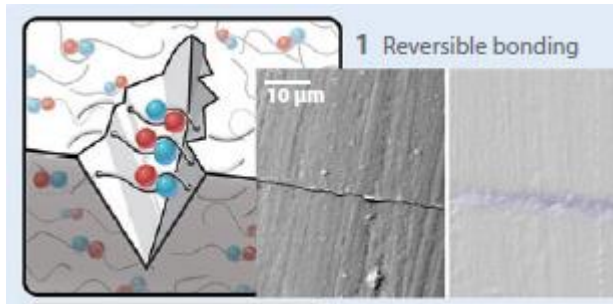
Pada *self-healing* berbasis kapsul, agen penyembuhan tersimpan di dalam kapsul sampai kapsul tersebut rusak. Agen penyembuhan akan keluar dari kapsul dan bereaksi dengan daerah yang rusak. Dalam pembuatan kapsul untuk material *self-healing* terdapat proses enkapsulasi. Proses enkapsulasi dapat dikategorikan menjadi *interfacial*, *in situ*, *coacervation*, *meltable disperion*, atau fisik atas dasar pembentukan dinding dari kapsul. Metode yang sering digunakan untuk material *self-healing* berbasis kapsul yaitu *interfacial*, *in situ*, dan *meltable disperion*.

Pada *self healing* berbasis vaskular atau pembuluh, agen penyembuh yang berada di dalam jaringan berbentuk saluran berlubang seperti pembuluh darah yang saling berhubungan. Agen penyembuh akan selalu tersimpan di dalam kapiler sampai kerusakan memicu terjadinya proses penyembuhan diri. Jika terjadi kerusakan maka saluran tersebut akan putus dan mengeluarkan isi berupa agen penyembuhan ke lingkungan sekitar yang mengalami kerusakan. Terdapat beberapa jenis *self healing* berbasis pembuluh diantaranya satu dimensi, dua dimensi, dan tiga dimensi seperti pada Gambar 2.7.



Gambar 2. 7 Jenis - Jenis Material *Self-Healing* Berbasis Pembuluh (a) Satu Dimensi, (b) Dua Dimensi, dan (c) Tiga Dimensi (Blaiszik, *et al.*, 2010)

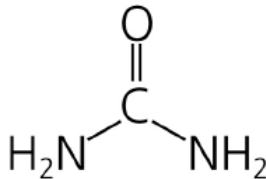
Salah satu contoh yang akan dibahas yaitu mengenai material *self healing* berjenis intrinsik dapat memperbaiki diri melalui ikatan *inherent reversibility* pada matriks polimer. *Self healing* intrinsik dapat dibuat dengan reaksi reversibel, ikatan hidrogen, atau difusi molekul. Material *self healing* dengan reaksi reversibel mengandung komponen yang dapat bertransformasi secara reversibel dari monomer menjadi polimer *cross-linking* dengan adanya energi yang berasal dari luar. Secara umum, ketika polimer rusak maka dilakukan pemansan secara intens, kemudian memicu adanya pergerakan pada bagian yang rusak, penyusunan kembali ikatan, dan polimer tersambung kembali.



Gambar 2. 8 Material *Self Healing* dengan Jenis Ikatan Reversibel (Blaiszik, *et al.*, 2010)

2.3.1 Urea (NH_2CONH_2)

Urea merupakan molekul organik dengan berat molekul sebesar 60,056 g/mol yang terdiri dari dua kelompok amino (NH_2) dan ikatan carbamyl (C-O) seperti yang terdapat pada Gambar 2.9.



Gambar 2. 9 Struktur Kimia Urea (Higgins, 2016)

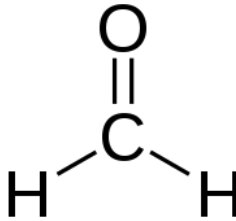
Pembentukan urea merupakan hasil dari katabolisme antara protein dan asam amino. Protein terdegradasi untuk membentuk asam amino, yang juga akan terdegradasi, diikuti dengan dihasilkannya amonia (NH_3) yang beracun. Di dalam suatu rangkaian reaksi enzimatik, yang dikenal dengan “siklus urea”, dengan pemecahan protein yang dapat menghasilkan urea yang sebelumnya bersifat racun menjadi tidak beracun. Produksi urea yang tidak beracun dipengaruhi oleh protein. Protein yang rendah akan menghasilkan urea yang rendah begitu juga sebaliknya (Higgins, 2016).

Tabel 2. 2 Sifat Fisik Urea (National Center for Biotechnology Information, 2019)

| Sifat Fisik | Urea |
|---------------|--------------|
| Berat molekul | 60,056 g/mol |
| Bentuk fisik | padatan |
| Densitas | 1,32 g/cm |
| Titik lebur | 133-135°C |
| pH | 7,2 |

2.3.2 Formaldehid

Formaldehid adalah aldehyd terkecil yang terdiri dari dua atom hidrogen dan atom oksigen yang berikatan dengan atom carbon yang berada di tengah. Formaldehid memiliki rumus kimia CH_2O dengan struktur kimia terdapat pada Gambar 2.10 . Terdapat formaldehid yang melimpah di dalam lingkungan yang terbentuk secara alami dan akibat adanya kegiatan antropogenik. Formaldehid alami biasanya terbentuk akibat adanya reaksi fotokimia di atmosfer atau hutan dan juga kebakaran hutan yang menghasilkan biomassa atau emisi dari gunung berapi dan proses molekuler pada proses dekomposisi. Kegiatan antropogenik merupakan kegiatan pembakaran yang menghasilkan emisi seperti pada kendaraan bermotor, pesawat, dan aktivitas industri. Dimana hingga saat ini, formaldehid telah di gunakan secara luas di berbagai bidang. Larutan 37% formaldehid sebagai contoh, digunakan dalam pengawetan sampel biologi karena kemampuannya dalam melakukan *cross-linking* protein. (He, 2017).



Gambar 2. 10 Struktur Kimia Formaldehid (He, 2017)

Untuk penggunaan komersial, formaldehid dibuat dan didistribusikan dalam bentuk larutan yang mengandung 37 wt% formaldehid (CH_2O) ditambahkan 8 – 15% metanol untuk menghindari presipitasi polimer ketika disimpan. Larutan formaldehid dengan metanol dibawah 1% harus disimpan dalam keadaan hangat untuk menghindari polimerisasi (Walker, 1944).

2.3.3 Minyak Biji Rami (*Linseed Oil*)

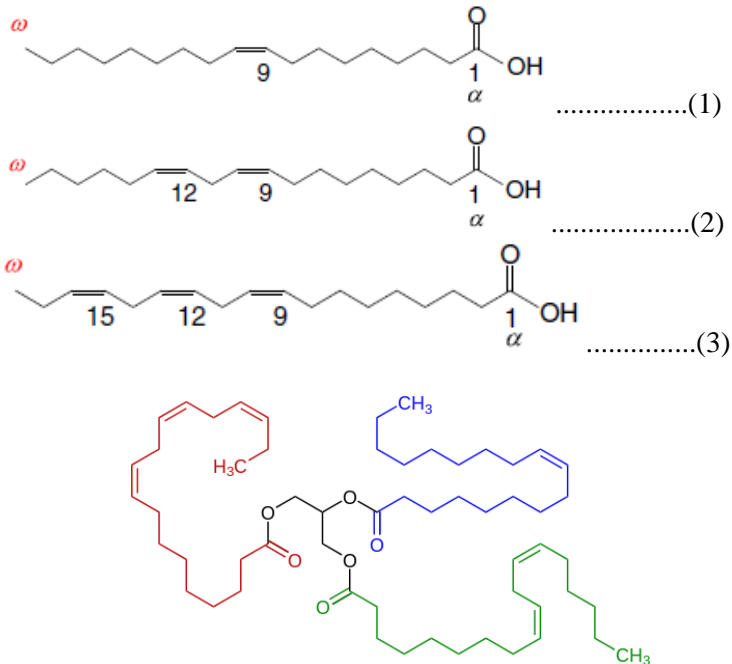
Sejak abad ke 15, minyak biji rami sering digunakan sebagai pernis dan cat berbasis minyak. Selain itu, juga digunakan untuk perawatan perabotan yang terbuat dari kayu. Sekarang, minyak biji rami juga digunakan pada industri pelumas, perawatan produk berbahan kulit, dan inhibitor korosi.

Linum usitatissimum atau tanaman biji rami merupakan tanaman yang menghasilkan biji dengan bentuk oval dan pipih, dengan panjang 4-6 cm, berwarna coklat gelap dan mengkilap. Untuk mendapatkan minyak biji rami maka dilakukan penghancuran terhadap biji tersebut. Sifat minyak tersebut yaitu akan mengering dan mengeras jika terpapar oleh udara. Hal ini diakibatkan oleh konsentrasi ester gliserol (atau dikenal dengan gliserida atau triacylglycerols) dari asam linolenik pada minyak biji rami.

Terdapat 4 jenis minyak biji rami yang dijual di pasaran yaitu minyak biji rami mentah, rebus, matang, dan olahan. Minyak biji rami mentah yaitu minyak murni tanpa ditambahkan zat atau perlakuan khusus. Untuk minyak biji rami rebus

dihasilkan dengan cara menambahkan campuran pelarut hidrokarbon dan pengering untuk mempercepat waktu pengeringan karena laju pengeringan dari minyak biji rami sangat lambat.

Minyak biji rami hampir semua terdiri dari gliserol ester dan 5 asam lemak, dua diantaranya bersifat jenuh yaitu C16 palmitat dan C18 stearat, dan tiga asam lemak tak jenuh yaitu oleat, linoleat, dan linolenat dapat dilihat berurutan pada Persamaan (1), (2), dan (3). Struktur trigliserida dari minyak biji rami dapat dilihat pada Gambar 2.11.



Gambar 2. 11 Struktur Rantai Molekul Minyak Biji Rami
(Wikipedia, 2018)

Minyak biji rami mengandung sekitar 60% asam linoleat, yang menjadikannya dengan kandungan asam linoleat terbanyak dibandingkan jenis minyak yang lainnya seperti yang terdapat pada Tabel 2.3 . Simbol 16:0, 18:0, 18:1, 18:2, 18:3 mewakili jumlah atom karbon dan jumlah ikatan ganda. Secara berurutan simbol tersebut dapat mewakili asam palmiteat, steareat, oleat, linoleat, dan linolenat.

Tabel 2. 3 Perbandingan Komposisi Asam (Juita, *et al.*, 2012).

| Jenis Minyak | Asam Palimeat | Asam steareat | Asam Oleat | Asam Linoleat | Asam Linolenat | Lainnya |
|-----------------|---------------|---------------|------------|---------------|----------------|---------|
| Jagung | 13% | 3% | 31% | 52% | 1% | - |
| Biji Rami | 6-7% | 3-6% | 14-24% | 14-19% | 48-60% | - |
| Zaitun | 10% | 2% | 78% | 7% | 1% | 2% |
| Kedelai | 11% | 4% | 22% | 53% | 8% | 2% |
| <i>Tung Oil</i> | 3% | 2% | 11% | 15% | 3% | 59% |

Kadar asam linolenat dalam minyak biji rami mempengaruhi sifat pengeringan minyak ketika terpapar oleh udara. Semakin tinggi kadar asam linoleat, maka akan semakin mudah minyak tersebut untuk mengering ketika terpapar oleh udara.

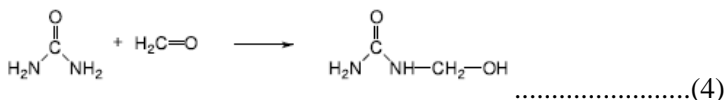
Minyak biji rami memiliki kapasitas untuk membentuk sebuah lapisan tipis dengan sifat mekanik yang cukup baik. Minyak tersebut akan mengering tanpa menggunakan katalis tetapi proses pengeringan akan berlangsung cukup lama. Ikatan ganda pada minyak akan bereaksi dengan oksigen di udara untuk membentuk suatu jaringan polimer yang akan menentukan kekuatan pengeringan minyak tersebut sehingga akan menghasilkan suatu lapisan tipis yang berbentuk padat akibat adanya proses pengerasan. Proses pengerasan muncul akibat hasil dari autooksidasi yang diikuti dengan polimerisasi *cross-linking*. Reaksi pengeringan minyak biji rami akan berlangsung selama bertahun-tahun walaupun sudah terbentuk lapisan tipis.

Asam oleat, sebagai asam *monosaturated*, dapat dioksidasi hanya pada temperatur tertentu, sedangkan asam *polyunsaturated* seperti linoleat dan linoleat dapat teroksidasi dengan cepat bahkan ketika berada di temperatur kamar (Juita, *et al.*, 2012).

2.3.4 Poly(Urea-Formaldehid)

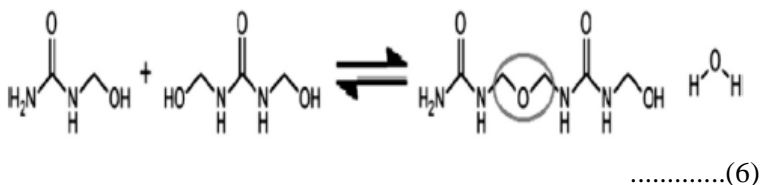
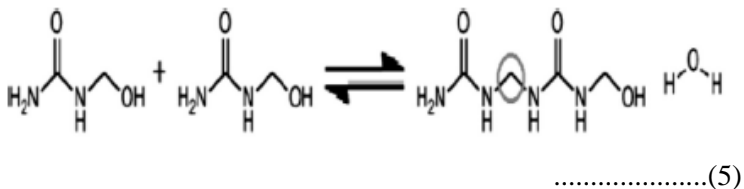
Resin amino merupakan material polimer thermosetting yang diproduksi dari reaksi antara senyawa yang mengandung gugus amino (NH₂) (seperti anilin, guanamin, urea, melamin, thiourea, ethylene urea, dan sulfonamida) dengan senyawa aldehyd. Reaksi senyawa antara gugus amino dengan formaldehyd yang paling populer adalah resin urea-formaldehid dan melamin-formaldehid. Urea dan formaldehyd merupakan bahan dasar dalam membuat resin urea-formaldehid (Dodiuk & Goodman, 1998). Resin urea-formaldehid merupakan jenis polimer termoset dan terdiri dari oligomer linier atau bercabang seperti polimer dengan beberapa monomer. (Katoueizadeh, *et al.*, 2018)

Proses resinifikasi untuk urea-formaldehid terbagi menjadi dua tahap, yaitu adisi atau metilolasi dan kondensasi. Reaksi berjalan di dalam media air karena urea dan formaldehyd memiliki kelarutan yang baik. Terjadi penarikan atom H oleh gugus aldehyd dari gugus NH₂, menjadi gugus metilol. Pada urea terdapat 4 atom H pada gugus amina dan memungkinkan hasil reaksinya membentuk monometilol urea sampai tetrametilol urea. Reaksi ini dapat terjadi pada suasana asam (Amanda, *et al.*, 2010). Reaksi ini terlihat pada Persamaan (4).



Tahap kedua dari proses resinifikasi melibatkan kondensasi dari spesies yang telah melewati proses metilolasi serta pembebasan H₂O untuk membentuk sebuah rantai polimer atau jaringan polimer yang kompleks. Gugus -OH yang terdapat pada metilol urea bereaksi dengan -H dan -NH₂ atau -NH- urea dan

menghasilkan H₂O. Reaksi ini akan berlangsung secara terus menerus, sehingga membentuk rantai yang panjang dan dapat menghasilkan rantai cabang. Reaksi ini akan membentuk polimer urea-formaldehid, dengan ikatan antar urea dihubungkan oleh gugus metilen (-CH₂-). Semakin panjang rantai polimer yang terbentuk, maka polimer akan sukar larut dalam air. Ikatan rantai cabang yang diakibatkan oleh reaksi *crosslinking* membuat polimer menjadi semakin keras. Reaksi kondensasi dipengaruhi oleh tingkat keasaman larutan. Pada kondisi asam maka kecepatan reaksi akan berlangsung dengan cepat. Jika berada pada kondisi basa maka kecepatan reaksi akan berlangsung dengan lambat (Amanda, *et al.*, 2010). Terdapat dua jenis penyambungan antara monomer UF yaitu ikatan metilen dan ikatan dimetilen eter. Jika satu gugus metilol bereaksi dengan gugus amino, akan terbentuk ikatan metilen seperti pada Persamaan (5). *Crosslinking* antara dua gugus metilol akan menghasilkan ikatan dimetilen eter (-CH₂-O-CH₂-) dengan -NH yang terdapat pada kedua sisi seperti pada Persamaan (6) (Katoueizadeh, *et al.*, 2018).

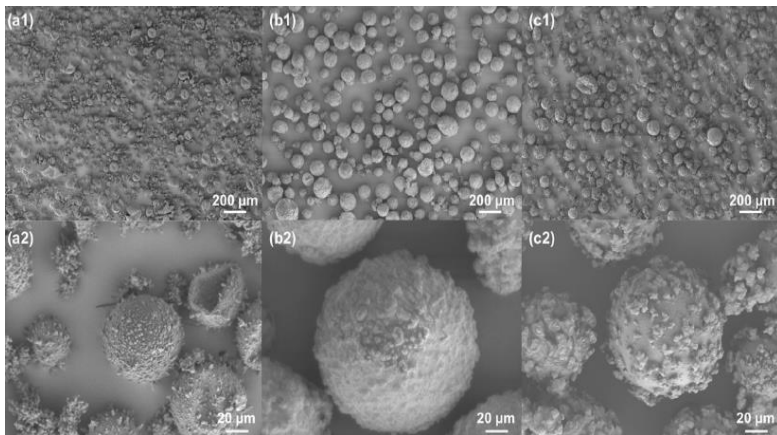


2.4 Penelitian Sebelumnya

Dalam pembuatan mikrokapsul poly(urea-formaldehid) terdapat beberapa parameter yang mempengaruhi ukuran

mikrokapsul dan morfologi mikrokapsul. Parameter – parameter tersebut diantaranya temperatur reaksi, kecepatan agitasi, pH, rasio formaldehid/urea, dan waktu reaksi.

Temperatur memiliki pengaruh terhadap morfologi mikrokapsul poly(urea-formaldehid). Gambar 2.12 menunjukkan perbedaan temperatur reaksi terhadap morfologi dan kekasaran dari hasil SEM mikrokapsul PUF.

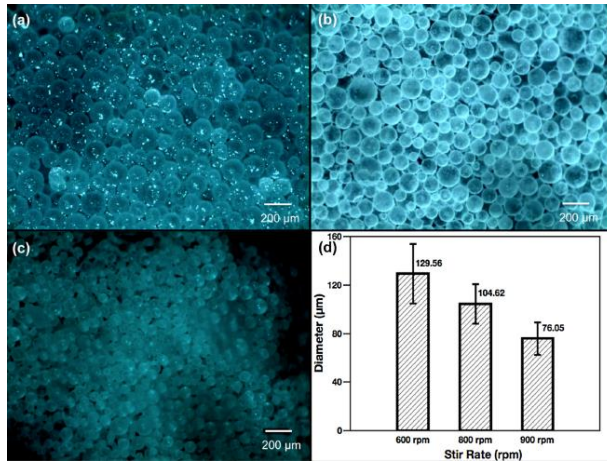


Gambar 2. 12 Temperatur Reaksi pada (a1&a2) 45°C, (b1&b2) 55°C, dan (c1&c2) 65°C (Lang & Zhou, 2016)

Variasi temperatur yang digunakan 45°C, 55°C, 65°C. Gambar 2.12 (a1&a2) menunjukkan adanya mikrokapsul yang pecah dan terdapat banyak sekali partikel – partikel berukuran kecil. Partikel-partikel kecil tersebut merupakan PUF yang gagal terbentuk pada temperatur 45°C. Mikrokapsul PUF yang pecah terjadi akibat kekuatan dari PUF yang rendah bersamaan dengan temperatur reaksi yang rendah. Ketika temperatur dinaikkan menjadi 55°C, mikrokapsul memiliki bentuk yang lebih baik dibandingkan bereaksi pada temperatur 45°C dengan sedikit adanya kekasaran pada permukaan mikrokapsul seperti yang terlihat pada Gambar 2.12 (b1&b2). Ketika temperatur dinaikkan lagi menjadi 65°C, mikrokapsul memiliki permukaan yang lebih

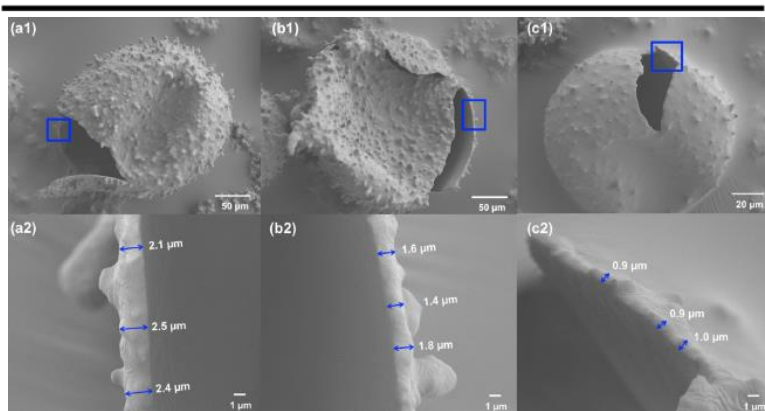
kasar akibat adanya partikel UF yang berada di permukaan mikrokapsul seperti yang terlihat pada Gambar 2.12 (c1&c2). Seiring dengan meningkatnya temperatur, maka pembentukan dinding kapsul menjadi lebih cepat. Hal ini juga dipengaruhi oleh derajat polimerisasi yang lebih tinggi dengan waktu reaksi yang sama. Mikrokapsul dengan temperatur yang lebih tinggi memiliki kekuatan kapsul dan kekasaran permukaan kapsul yang lebih tinggi (Lang & Zhou, 2016). Temperatur yang lebih tinggi juga menyebabkan mikrokapsul yang terbentuk lebih banyak karena adanya presipitasi hidrogen pada grup amino di dalam reaksi dan adanya pembentukan struktur ikatan metilen. Temperatur yang tinggi akan menghasilkan ukuran partikel yang lebih besar dengan distribusi yang lebih merata. Jika temperatur terlalu tinggi menyebabkan ukuran partikel yang lebih besar dan menyebabkan mikrokapsul menjadi hancur karena dinding kapsul menjadi lebih tipis (Silva, *et al.*, 2018).

Kecepatan agitasi memiliki pengaruh terhadap ukuran dari mikrokapsul. Pengaruh kecepatan agitasi terhadap ukuran mikrokapsul dapat dilihat pada Gambar 2.13.



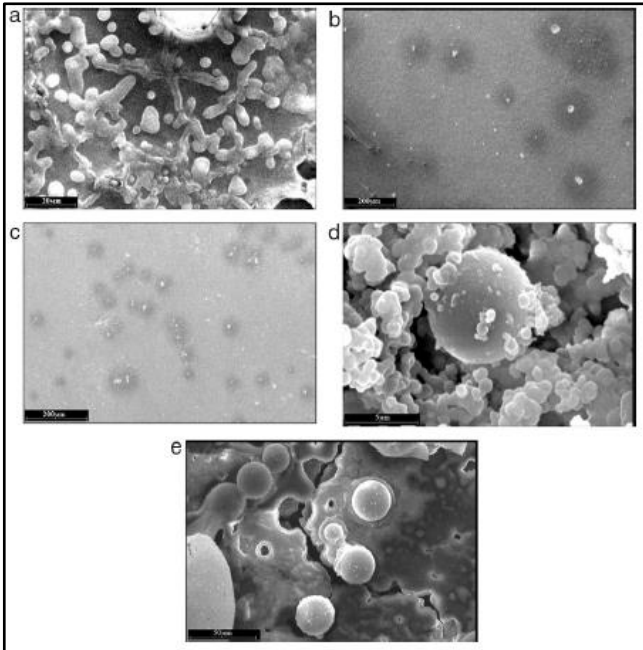
Gambar 2.13 Kecepatan Agitasi Saat (a) 600 rpm, (b) 800 rpm, (c) 900 rpm, dan (d) Perbandingan Diameter terhadap Kecepatan Agitasi (Lang & Zhou, 2016)

Kecepatan agitasi dilakukan pada 600 rpm, 800 rpm, dan 900 rpm. Seiring dengan meningkatnya kecepatan agitasi maka akan membentuk mikrokapsul dengan diameter yang lebih kecil. Hal ini disebabkan oleh diameter tetesan minyak menjadi lebih kecil akibat kecepatan agitasi. Terlihat pada Gambar 2.13 (d), bahwa mikrokapsul mengalami penurunan ukuran diameter dari 129 µm menjadi 76,05 µm. Sehingga memungkinkan untuk mengontrol ukuran mikrokapsul sesuai yang diinginkan dengan mengontrol kecepatan agitasi. Selain ukuran diameter yang semakin kecil, semakin tingginya kecepatan agitasi dapat menurunkan ketebalan dari dinding mikrokapsul. Perbandingan ketebalan dinding mikrokapsul dapat dilihat pada Gambar 2.13. Peningkatan kecepatan menghasilkan gaya geser yang lebih kuat pada saat pembentukan mikrokapsul, sehingga menjadikan dinding mikrokapsul menjadi lebih tipis. (Lang & Zhou, 2016)



Gambar 2. 14 Ketebalan Dinding Mikrokapsul saat (a) 600 rpm, (b) 800 rpm, dan (c) 900 rpm (Lang & Zhou, 2016)

Nilai pH berpengaruh terhadap pembentukan mikrokapsul PUF. Hasil SEM dari variasi nilai pH dapat dilihat pada Gambar 2.15.

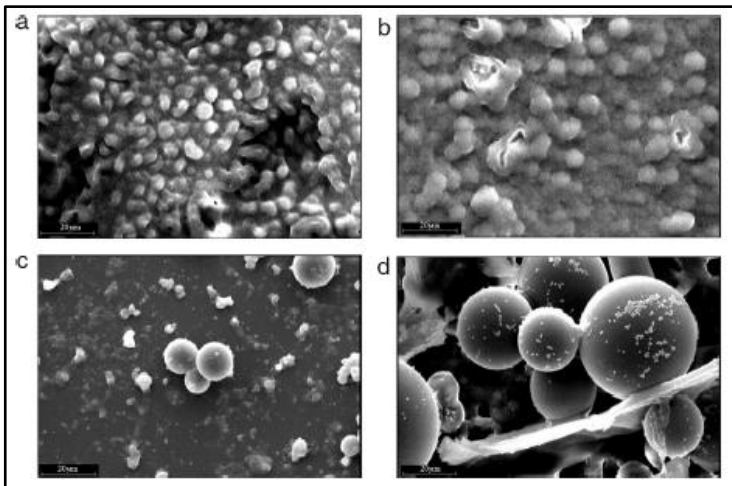


Gambar 2. 15 Hasil SEM (a - c) pH: 11, (d) pH: 7, dan (e) pH: 3
(Katouezadeh, *et al.*, 2018)

Terlihat bahwa mikrokapsul tidak terbentuk pada nilai pH yang tinggi. Hal tersebut karena reaksi metilolasi akan muncul pada nilai pH yang tinggi. Tahap kondensasi pada media asam berhenti ketika pH dinaikkan. Kondensasi baru akan mulai ketika ditambahkan asam dan hal ini merupakan penting untuk menginisiasi reaksi. Sebagai tambahan, penggabungan *methylene* akan muncul pada nilai pH yang rendah. Metilolasi dari urea juga melambat seiring dengan naiknya nilai pH. Pada nilai pH yang tinggi reaksi kondensasi tidak muncul. Begitu juga sebaliknya. Sehingga dapat disimpulkan bahwa dengan mengubah nilai pH ketika kondensasi dapat mengontrol pembentukan ikatan eter (Katouezadeh, *et al.*, 2018).

Berat formaldehid yang ditambahkan memiliki pengaruh terhadap pembentukan mikrokapsul PUF yang berhubungan dengan rasio molar Formaldehid terhadap Urea. Hasil SEM dengan perbedaan rasio molar F/U dapat dilihat pada Gambar 2.16. Hal ini karena laju *cross linking* saat proses *curing* pada F/U yang memiliki nilai rendah menjadi lebih rendah dibandingkan dengan F/U yang memiliki nilai tinggi. Urea yang lebih sedikit atau nilai F/U yang lebih tinggi menghasilkan lebih banyak rantai dimetil eter dan grup methylol, dan struktur UF menjadi lebih banyak cabang. Hal ini karena pembentukan pengganti grup amino pada saat kadar urea lebih sedikit.

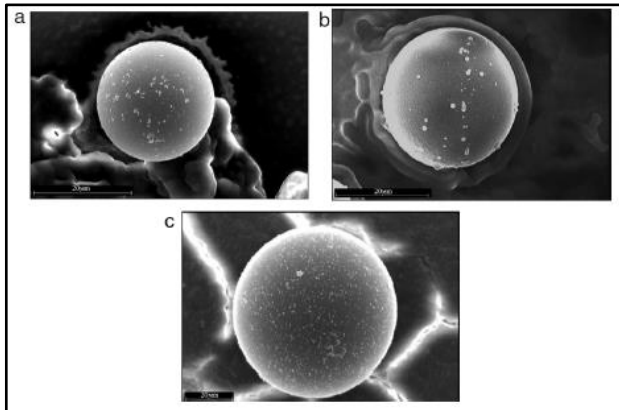
Jika rasio molar F/U tidak mencukupi untuk pembentukan mikrokapsul, maka akan didapatkan mikrokapsul dengan bentuk yang halus seperti pada Gambar 2.16. Kekuatan dindingnya juga lemah yang diakibatkan tidak terbentuknya mikrokapsul secara sempurna. (Katouezadeh, *et al.*, 2018)



Gambar 2. 16 Hasil SEM pada (a&b) F/U: 0,94, (c) 1,88, dan (d) F/U: 2,81 (Katouezadeh, *et al.*, 2018)

Waktu reaksi memiliki pengaruh terhadap ukuran mikrokapsul yang terbentuk. Gambar 2.17 menunjukkan perbandingan mikrokapsul dengan waktu reaksi selama 1 jam, 4 jam, dan 7 jam. Hal ini dipengaruhi oleh ukuran inti yang dapat diatur dengan menyesuaikan waktu agitasi ketika pembentukan mikrokapsul. Ketika waktu agitasi ditingkatkan, maka tetesan minyak di dalam emulsi menjadi lebih halus dan diameter mikrokapsul menjadi lebih kecil. Partikel urea-formaldehid berpresipitasi dari pre-polimer yang memiliki berat molekul yang lebih tinggi, yang membentuk dinding mikrokapsul dengan deposisi pada lapisan luar mikrokapsul. Reaksi dibiarkan sampai temperatur kamar, dan emulsi akan berubah menjadi larutan gelatin (Katouezadeh, *et al.*, 2018).

Dengan banyaknya parameter yang dapat mempengaruhi ukuran dan morfologi mikrokapsul maka dalam penelitian ini akan dilakukan pada salah satu parameter yaitu pengaruh temperatur terhadap morfologi dan sifat termal mikrokapsul poly(urea-formaldehid) dengan variasi temperatur 40°C, 50°C, 60°C, dan 70°C.



Gambar 2.17 Hasil SEM pada (a) Waktu Reaksi 7 Jam, (b) Waktu Reaksi 4 Jam, dan (c) Waktu Reaksi 1 Jam (Katouezadeh, *et al.*, 2018)

BAB 3

METODOLOGI PENELITIAN

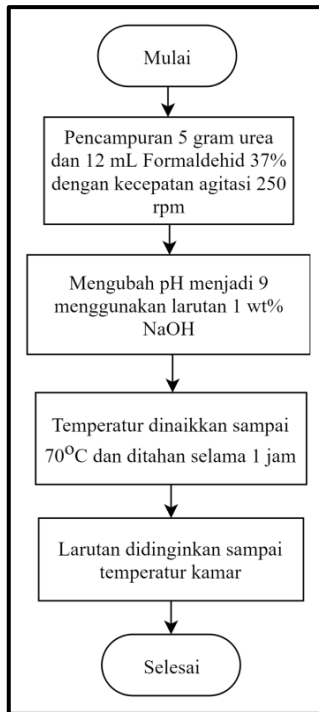
3.1 Diagram Alir Percobaan

Dalam melakukan penelitian ini, dilakukan berbagai percobaan sebelumnya. Percobaan dilakukan dengan melakukan prosedur percobaan sesuai dengan jurnal yang dijadikan panduan tanpa melakukan variasi dengan tujuan untuk mendapatkan hasil eksperimen yang optimal dan dapat dilakukan pengamatan secara morfologi. Berikut beberapa percobaan yang telah dilakukan.

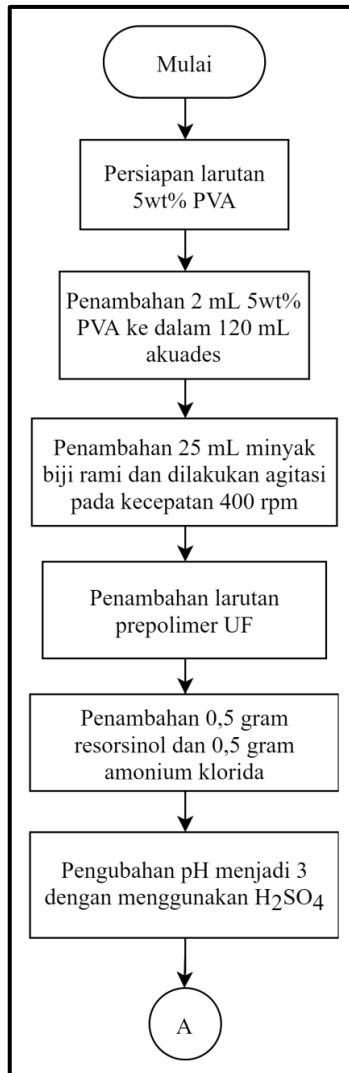
3.1.1 Percobaan Mikroenkapsulasi Dua Tahap

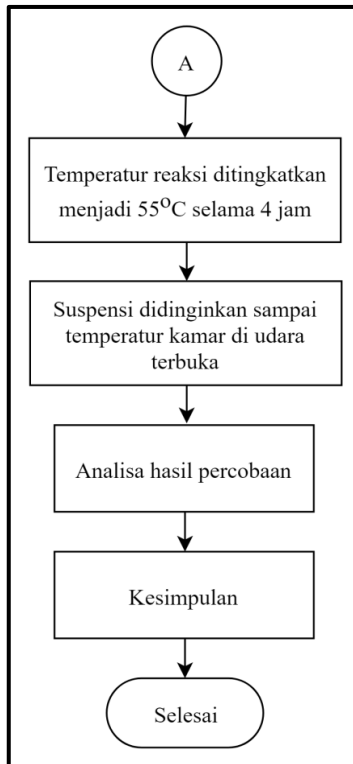
Proses mikroenkapsulasi dua tahap merupakan proses pembuatan larutan prepolimer Urea-Formaldehid (UF) dan proses mikroenkapsulasi dilakukan secara terpisah. Percobaan trial & error mikroenkapsulasi dua tahap dilakukan mengacu pada penelitian Thanawala, *et al*, 2014.

Bahan yang digunakan pada percobaan ini antara lain urea grade analis (>99%), formaldehid 37%, Poli-Vinil Alkohol (PVA) grade analis (>99%) dengan berat molekul 63.000, resorcinol grade teknis (<99%), amonium klorida grade teknis (<99%), dan minyak biji rami. Proses pembuatan larutan prepolimer UF dan mikroenkapsulasi terdapat pada Gambar 3.1 dan 3.2.



Gambar 3. 1 Proses Pembuatan Prepolimer UF





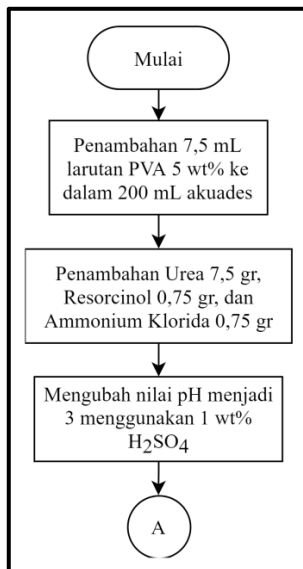
Gambar 3. 2 Diagram Alir Percobaan Menggunakan Metode dari Thanawala, *et al.*, 2014

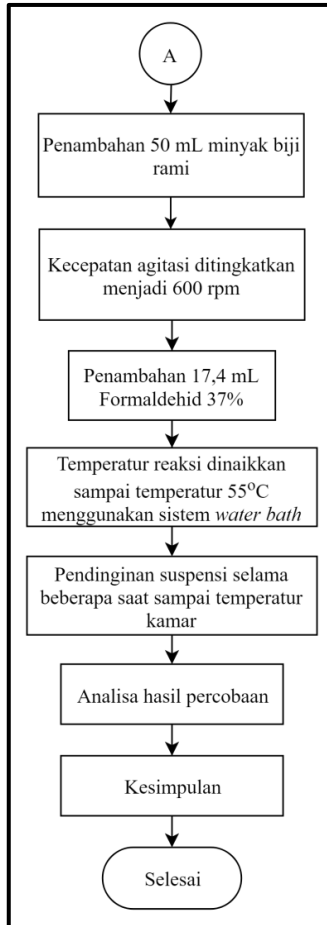
3.1.2 Percobaan Mikroenkapsulasi Satu Tahap

Dalam percobaan ini, proses percobaan pembuatan mikro kapsul dilakukan dalam satu tahap yaitu tidak adanya pembuatan prepolimer Urea-Formaldehid (UF) secara terpisah. Sehingga pembuatan UF dan proses mikroenkapsulasi dilakukan secara bersamaan.

a. Percobaan Berdasarkan Metode dari Lang & Zhou, 2016

Bahan yang digunakan pada percobaan ini antara lain urea grade analis (>99%), formaldehid 37%, PVA grade analis (>99%) dengan berat molekul 63.000, resorcinol grade teknis (<99%), amonium klorida grade teknis (<99%), dan minyak biji rami. Proses percobaan terdapat pada Gambar 3.3.



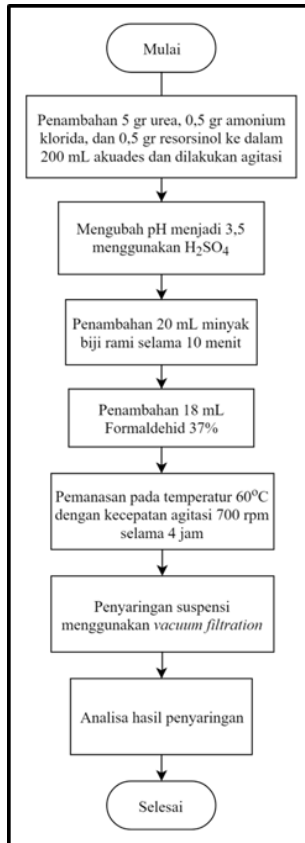


Gambar 3. 3 Diagram Alir Percobaan Berdasarkan Metode dari Lang & Zhou, 2016

b. Percobaan Berdasarkan Metode Yang, *et al*, 2011

Bahan-bahan yang digunakan dalam percobaan ini antara lain urea grade analis (>99%), formaldehid 37%, PVA grade analis (>99%) dengan berat molekul 63.000, resorcinol grade

teknis (<99%), amonium klorida grade teknis (<99%), dan minyak biji rami. Proses dari percobaan ini terdapat pada Gambar 3.4.

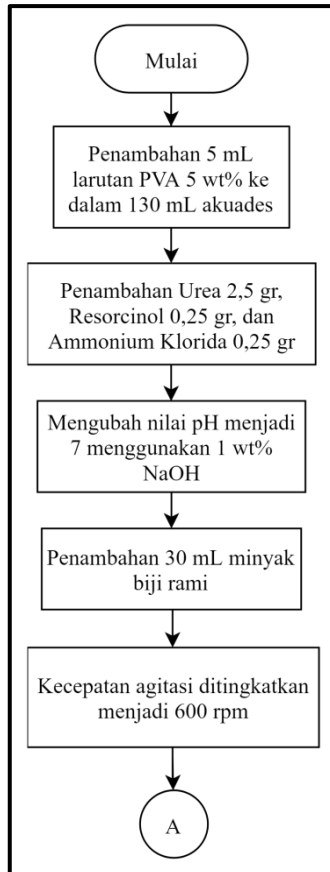


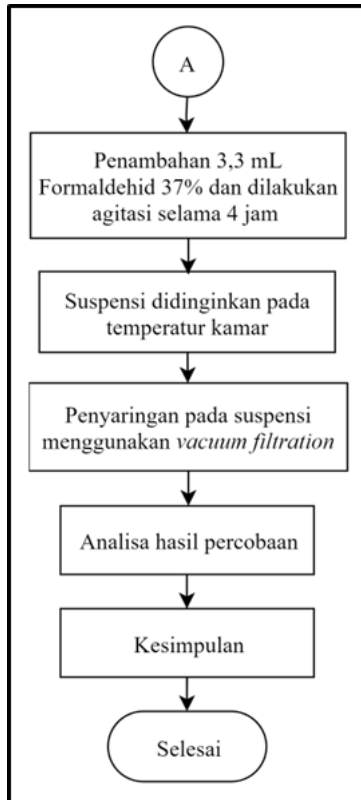
Gambar 3. 4 Diagram Alir Percobaan Berdasarkan Metode dari Yang, *et al*, 2011

c. Percobaan Berdasarkan Metode dari Katouezadeh, *et al*, 2018

Bahan-bahan yang digunakan dalam percobaan ini antara lain urea grade analis (>99%), formaldehid 37%, PVA grade

analisis (>99%) dengan berat molekul 63.000, resorcinol grade teknis (<99%), amonium klorida grade teknis (<99%), dan minyak biji rami. Proses dari percobaan ini terdapat pada Gambar 3.5.

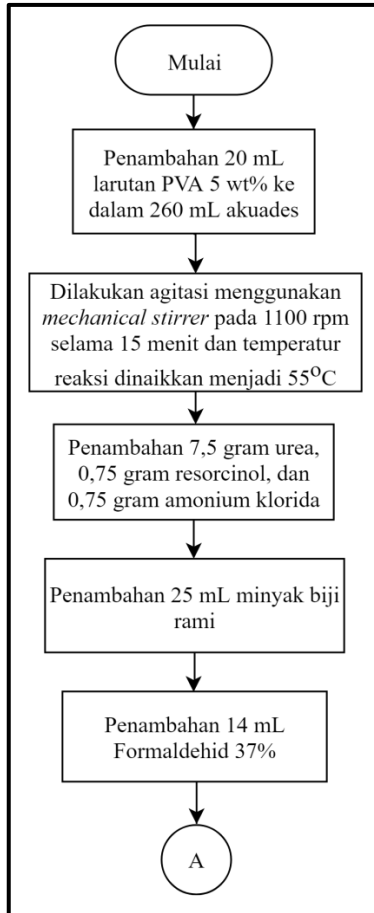


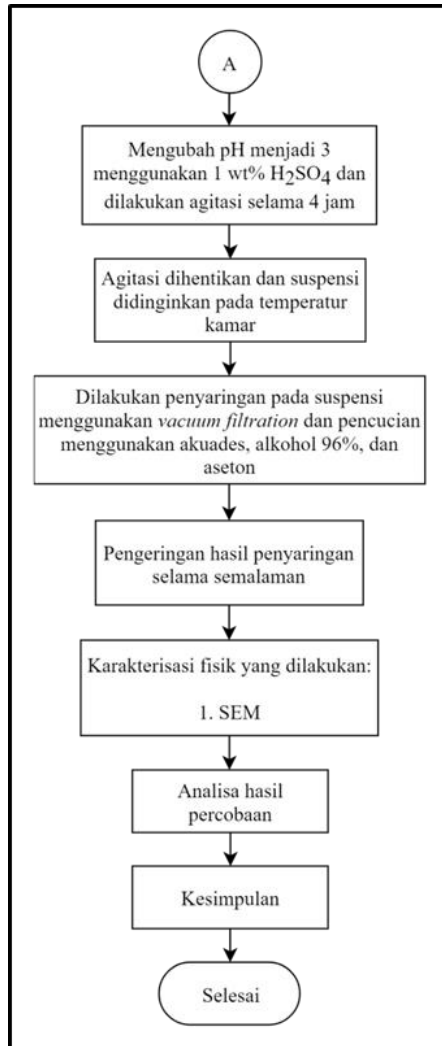


Gambar 3. 5 Diagram Alir Percobaan berdasarkan Metode dari Katoueizadeh, *et al*, 2018

d. Percobaan Berdasarkan Metode dari Comlekci & Ulutan, 2018

Bahan-bahan yang diperlukan dalam percobaan ini antara lain urea grade analis (>99%), larutan formaldehid 37%, PVA dengan berat molekul 63.000, resorcinol grade analis (>99%), amonium klorida grade analis (>99%), dan minyak biji rami dengan metode percobaan yang terdapat pada Gambar 3.6.

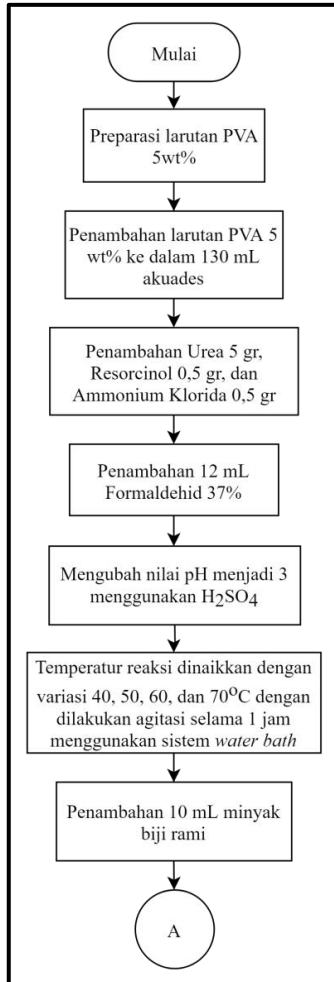


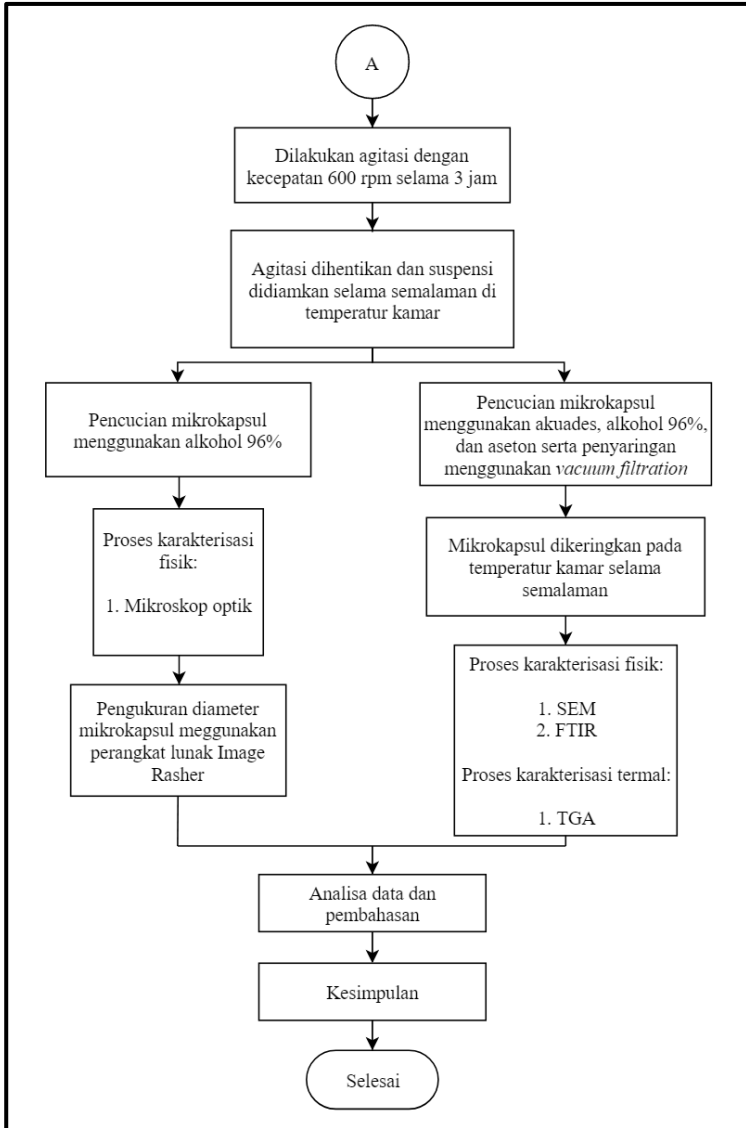


Gambar 3. 6 Diagram Alir Percobaan berdasarkan Metode dari Comleki & Ulutan, 2018

3.2 Diagram Alir Eksperimen

Dalam proses eksperimen, komposisi bahan untuk membuat mikrokapsul PUF telah dilakukan penyesuaian mengacu pada percobaan yang telah dilakukan pada subbab 3.1. Diagram alir eksperimen terdapat pada Gambar 3.7.





Gambar 3. 7 Diagram Alir Eksperimen

3.3 Metode Penelitian

Metode yang dilakukan pada penelitian ini adalah :

1. Studi Literatur

Metode yang dilakukan mengacu pada buku-buku dan jurnal, informasi dan penelitian dari situs yang mempelajari mengenai material resin polyurea-formaldehid, material minyak biji rami, metode mikroenkapsulasi, proses polimerisasi in-situ, material mikrokapsul, dan pengaruh temperatur terhadap ukuran mikrokapsul.

2. Diskusi

Pada tahapan ini dilakukan diskusi untuk menambah wawasan agar lebih memahami permasalahan dan solusi pada penelitian yang dilakukan. Diskusi ini dilakukan dengan pihak – pihak terkait dengan penelitian yang dilakukan.

3. Eksperimen

Metode ini dilakukan melalui proses percobaan sesuai prosedur dengan berbagai variabel dan analisa dari hasil pengujian Mikrosop Optik, SEM, FTIR dan TGA. Untuk menganalisa pengukuran diameter mikrokapsul, digunakan perangkat lunak Image Rasher menggunakan hasil dari pengujian mikroskop optik dan menggunakan skala untuk pengujian menggunakan SEM.

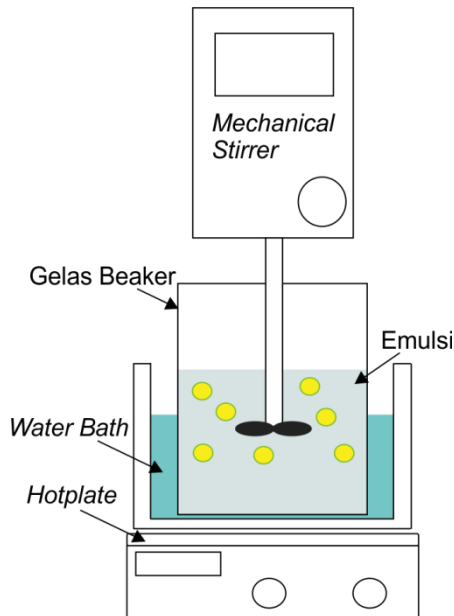
3.4 Preparasi Bahan

Dalam penelitian ini digunakan berbagai bahan diantaranya urea, formaldehid, polyvinyl alkohol (PVA), amonium klorida, dan resorcinol. Sebelum melakukan proses preparasi bahan, dilakukan pembuatan larutan 5wt% PVA. Larutan 5wt% PVA dibuat dengan menambahkan 5 gram PVA (>99%) dengan berat molekul 63.000 ke dalam 100 mL aquades selama 1 jam menggunakan gelas beaker berukuran 100 mL. Kemudian dilakukan pengadukan menggunakan pengaduk magnetik dengan kecepatan pengadukan sekitar 500 rpm pada temperatur sekitar 70°C selama 1 jam. 5 mL larutan 5wt% PVA dimasukkan ke dalam 130 mL aquades menggunakan pipet ke dalam gelas beaker

berukuran 250 mL. Dilakukan pengadukan menggunakan pengaduk mekanik selama 15 menit. PVA berperan terhadap kestabilan pada saat terbentuknya emulsi. PVA melindungi sementara minyak biji rami yang ditetaskan ketika proses mikroenkapsulasi. Ketika sedang berlangsung pengadukan, 5 g urea (>99%) yang berperan sebagai material dasar dinding mikrokapsul, 5 g amonium klorida (>99%) sebagai inisiator polimerisasi dan pengeras dengan menurunkan pH larutan, dan 5 g resorcinol (>99%) sebagai agen *cross-linking* agar terjadi ikatan *crosslink* antara urea dan formaldehid menghasilkan poly(urea-formaldehid). Ketiga bahan tersebut dimasukkan secara bersamaan ke dalam larutan yang sebelumnya sudah dilakukan penimbangan menggunakan timbangan elektrik. Pengadukan dilakukan selama 15 menit sampai seluruh bahan larut di dalam aquades.

3.5 Proses Mikroenkapsulasi

Larutan yang telah dipersiapkan sebelumnya digunakan dalam proses mikroenkapsulasi. Selanjutnya dilakukan pencampuran 12 mL formaldehid 37% yang berikatan dengan urea membentuk Poly(Urea-Formaldehid) sebagai bahan dalam pembuatan dinding mikrokapsul. Dilakukan perubahan pH menjadi 3 menggunakan larutan 1wt% H₂SO₄ secukupnya ke dalam larutan menggunakan pipet. pH diatur menjadi asam agar proses kondensasi dapat berjalan dan menginisiasi reaksi. Kemudian agitasi dilakukan dengan pemanasan larutan dengan variasi temperatur reaksi 40, 50, 60, dan 70°C selama 1 jam. Setelah 1 jam, dilakukan penambahan 20 mL minyak biji rami yang berperan sebagai material inti. Penambahan minyak biji rami dilakukan dengan cara penetesan ke dalam larutan. Agar membentuk emulsi yang stabil, maka dilakukan pengadukan pada kecepatan 600 rpm selama 3 jam. Skema rangkaian pada proses mikroenkapsulasi ditunjukkan pada Gambar 3.8.

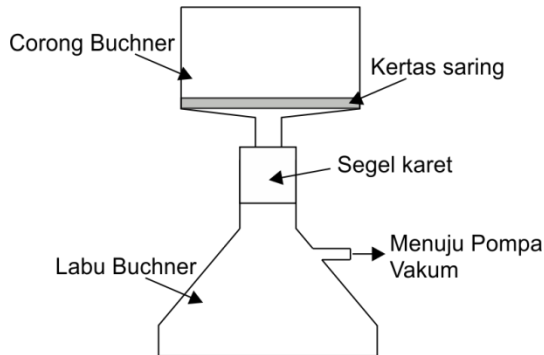


Gambar 3. 8 Skema Percobaan Proses Mikroenkapsulasi

3.6 Proses Penyaringan dan Pencucian Mikro kapsul

Setelah dilakukan pemanasan selama 4 jam, suspensi didinginkan sampai temperatur kamar sehingga reaksi dapat selesai. Jika temperatur suspensi sudah sampai temperatur kamar, maka dilakukan pencucian mikro kapsul dengan dua metode. Metode yang pertama, mikro kapsul direndam di dalam alkohol (96%) selama semalaman untuk mengendapkan minyak biji rami yang tersisa pada mikro kapsul dan setelah dicuci, mikro kapsul dibiarkan di udara terbuka agar didapatkan mikro kapsul yang cukup kering. Mikro kapsul yang dicuci dengan metode ini digunakan untuk analisis menggunakan mikroskop optik. Metode kedua yang digunakan yaitu melakukan pencucian menggunakan akuades, alkohol, dan aseton sambil dilakukan penyaringan menggunakan *vacuum filtration* dengan skema rangkaian proses yang ditunjukkan oleh Gambar 3.9. Setelah dicuci dan disaring,

mikrokapsul dibiarkan di udara terbuka agar didapatkan mikrokapsul yang kering. Pencucian mikrokapsul dengan metode ini digunakan untuk analisis menggunakan SEM, FTIR, dan TGA.



Gambar 3. 9 Skema *Vacuum Filtration*

3.7 Variabel Penelitian

Tabel 3.1 menunjukkan variabel penelitian yang digunakan dalam pembuatan mikrokapsul dengan variasi temperatur.

Tabel 3. 1 Variabel Penelitian dan Pengujian yang dilakukan pada penelitian

| Variasi Temperatur (°C) | Pengujian | | | |
|----------------------------|--------------------|-----|------|-----|
| | Mikroskop Optik | SEM | FTIR | TGA |
| 40 | ✓ | - | ✓ | ✓ |
| 50 | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| 60 | ✓ | - | ✓ | - |
| 70 | ✓ | - | ✓ | ✓ |

3.8 Proses Pengujian

3.8.1 Mikroskop Optik

Mikroskop cahaya atau dikenal juga dengan nama "Compound light microscope" adalah sebuah mikroskop yang menggunakan cahaya lampu sebagai pengganti cahaya matahari sebagaimana yang digunakan pada mikroskop konvensional. Pada mikroskop konvensional, sumber cahaya masih berasal dari sinar matahari yang dipantulkan dengan suatu cermin datar ataupun cekung yang terdapat di bawah kondensor. Cermin ini akan mengarahkan cahaya dari luar kedalam kondensor seperti yang terlihat pada Gambar 3.10. Karakterisasi mikroskop optik dilakukan menggunakan Mikroskop Optik Olympus CX31 dengan perbesaran 40 hingga 1000 kali di Laboratorium Zoologi & Rekayasa Hewan, Departemen Biologi ITS. Karakterisasi mikroskop optik dilakukan untuk mengamati morfologi mikrokapsul poly(urea-formaldehid) pada temperatur reaksi 40, 50, 60, dan 70°C.



Gambar 3. 10 Mikroskop Optik (Sumber: bestscientific.co.uk)

3.8.2 Pengujian SEM (Scanning Electron Microscopy)

Scanning Electron Microscope (SEM) adalah jenis mikroskop elektron yang memanfaatkan sinar elektron berenergi tinggi dalam pola raster scan sehingga dapat menampilkan gambar morfologi sampel. Bentuk alat uji SEM seperti yang terlihat pada Gambar 3.11. Karakterisasi material menggunakan SEM pertama dilakukan preparasi sampel yang diuji. Kemudian merekatkan sampel pada *carbon tip* dan dilakukan pelapisan menggunakan serbuk emas agar sampel bersifat konduktif. Setelah sampel siap, dilakukan pengecekan pada sampel agar tidak ada sampel yang lepas dari *carbon tip* ketika dilakukan pengujian SEM. Kemudian sampel dimasukkan ke dalam alat uji SEM dan dilakukan proses vakum. Kemudian mengambil hasil gambar dari mikrokapsul dengan perbesaran 1000x. Karakterisasi SEM dilakukan pada mikrokapsul dengan temperatur reaksi 50°C. Karakterisasi SEM dilakukan menggunakan alat uji SEM Phenom G2 Pro dengan perbesaran 250x hingga 1000x di Laboratorium Terpadu Teknik Mesin, Universitas Brawijaya.



Gambar 3. 11 Alat Pengujian SEM (Dok. Pribadi)

3.8.3 Pengujian FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*)

Pengujian FTIR dilakukan untuk mengetahui informasi terkait ikatan kimia yang ada pada mikrokapsul. Pengujian FTIR dilakukan pada mikrokapsul dengan temperatur rekasi 40, 50, 60, dan 70°C. Ikatan kimia tersebut diindikasikan dengan puncak-puncak yang berbeda. Pengujian ini dilakukan pertama kali karena untuk mengetahui ikatan polimer serta untuk mengkonfirmasi apakah bahan yang dipakai telah sesuai. Mula mula zat yang akan diukur diidentifikasi, berupa atom atau molekul. Sinar infra merah yang berperan sebagai sumber sinar dibagi menjadi dua berkas, satu dilewatkan melalui sampel dan yang lain melalui pembanding. Kemudian secara berturut-turut melewati chopper. Setelah melalui prisma atau grating, berkas akan jatuh pada detektor dan diubah menjadi sinyal listrik yang kemudian direkam oleh rekorder. Alat uji FTIR dapat dilihat pada Gambar 3.12. Pengujian FTIR dilakukan menggunakan alat uji Nicolet iS10 FTIR Spectrometer dengan *spectral range* antara 7800 – 350 cm^{-1} di Laboratorium Karakterisasi Material, Departemen Teknik Material ITS.



Gambar 3. 12 Alat Pengujian FTIR (Dok. Pribadi)

3.8.4 Pengujian TGA (Thermogravimetric Analysis)

Pengujian TGA adalah metode analisis termal dimana masa sampel diukur dari waktu ke waktu seiring dengan perubahan temperatur. Pengukuran ini dapat memberikan informasi mengenai fenomena fisik seperti transisi fasa dan pengurangan berat serta fenomena kimia seperti oksidasi dan reduksi pada sampel yang diuji. Sampel yang diuji ditaruh di dalam *furnace* dengan temperatur yang telah diatur. Temperatur dinaikkan dengan laju konstan atau dapat juga diatur dengan laju pengurangan masa yang konstan. Data hasil TGA berupa plotting persentase massa pada sumbu y dan temperatur atau waktu pada sumbu x. Alat uji TGA dapat dilihat pada Gambar 3.13. Pengujian TGA dilakukan menggunakan alat Linseis STA PT 1000 menggunakan gas Nitrogen (N_2) dengan temperatur pengujian hingga $700^\circ C$ dengan laju $10^\circ C$ /menit di Laboratorium Terpadu FMIPA, Universitas Negeri Surabaya. Pengujian TGA bertujuan untuk mengetahui kestabilan mikrokapsul poly(urea-formaldehid) pada temperatur reaksi 40, 50, dan $70^\circ C$.



Gambar 3. 13 Alat Pengujian TGA (Dok. Pribadi)

(halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Percobaan

Dalam pelaksanaan penelitian ini telah dilakukan beberapa percobaan untuk mendapatkan hasil percobaan yang lebih baik dan optimal. Berikut beberapa percobaan penelitian yang telah dilakukan.

4.1.1 Hasil Percobaan Mikroenkapsulasi Dua Tahap



Gambar 4. 1 Hasil Mikroenkapsulasi Dua Tahap

Proses dari percobaan ini terdapat pada Gambar 3.1 dan 3.2. Menurut Katouezadeh, *et al.*, 2018, endapan berwarna putih yang terletak pada bagian bawah merupakan polimer mikropartikel Poly(Urea-Formaldehid) dan pada bagian atas dari suspensi merupakan mikrokapsul yang terbentuk. Dari hasil yang didapatkan seperti pada Gambar 4.1 terdapat endapan berwarna putih yang merupakan polimer Poly(Urea-Formaldehid) yang ditunjukkan oleh panah berwarna kuning dan pada bagian atas suspensi hanya terdapat minyak biji rami yang belum terenkapsulasi ditunjukkan oleh panah berwarna putih.

Dan setelah diamati secara visual, tidak ada mikrokapsul yang terbentuk. Hal ini diakibatkan beberapa faktor, diantaranya terdapat bahan yang digunakan memiliki grade teknis seperti resorcinol dan amonium klorida. Sehingga PUF tidak mampu mengenkapsulasi minyak biji rami. Selain itu, pengadukan magnetik digunakan dalam percobaan ini untuk melakukan agitasi. Dimana pengadukan magnetik tidak dapat memecah minyak menjadi ukuran yang lebih kecil yang nantinya dienkapsulasi oleh PUF. Sehingga dapat dikatakan bahwa pada percobaan ini tidak terbentuk mikrokapsul.

4.1.2 Hasil Percobaan Mikroenkapsulasi Satu Tahap

a. Metode Berdasarkan Lang & Zhou, 2016



Gambar 4. 2 Hasil Mikroenkapsulasi berdasarkan Metode Lang & Zhou, 2016

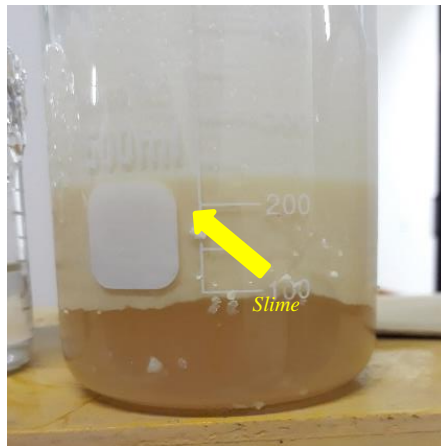
Proses dari percobaan ini terdapat pada Gambar 3.10. Dari tampak samping, didapatkan hasil seperti *slime* yang cukup tebal pada bagian atas suspensi dengan warna putih-kekuningan yang

terdapat minyak biji rami seperti yang ditunjukkan oleh panah berwarna kuning dan pada bagian bawah tidak ada endapan putih berupa polimer Poly(Urea-Formaldehid) (PUF) seperti yang terdapat pada Gambar 4.2. Bagian atas padatan tersebut dapat dilihat pada Gambar 4.3. *Slime* tersebut memiliki tekstur yang cukup lembut. Pada bagian atas padatan terlihat seperti gelembung yang berisi cairan seperti yang terdapat di Gambar 4.3 ditandai dengan lingkaran berwarna biru, namun gelembung dan bintik tersebut bukan merupakan mikrokapsul. Hal tersebut dikarenakan ketika ditusuk menggunakan benda tajam gelembung tersebut tidak padat dan hanya berisi udara. Ketika akan dilakukan proses pencucian dan penyaringan, padatan tetap ada dan menghambat proses penyaringan. Hasil dari percobaan ini berbanding terbalik menurut Lang & Zhou, 2016 yang dikatakan bahwa hasil yang didapat berupa bubuk mikrokapsul. Percobaan selanjutnya dilakukan dengan mengganti bahan resorcinol dan amonium klorida dengan grade analitik (>99%) namun hasil yang didapatkan sama seperti pada Gambar 4.2 dan 4.3.



Gambar 4. 3 Hasil Tampak Atas

Kemudian percobaan dilakukan penggantian pengaduk magnetik dengan pengaduk mekanik menggunakan *propeller* 4 bilah. Namun dari hasil percobaan, tidak didapatkan mikrokapsul seperti yang terdapat pada Gambar 4.4. Pada bagian atas hanya terdapat *slime* yang ditunjukkan oleh panah berwarna kuning dan pada bagian bawah tidak terdapat mikropartikel UF. Pada percobaan ini tidak bisa didapatkan mikrokapsul yang diakibatkan oleh minyak yang memiliki viskositas tinggi sehingga sangat sulit dipecah menjadi lebih kecil oleh pengaduk magnetik. Kemudian penunangan minyak biji rami juga diperhatikan agar dilakukan secara perlahan agar mikrokapsul dapat terbentuk. Sehingga pada percobaan ini tidak didapatkan mikrokapsul yang terbentuk.



Gambar 4.4 Hasil Percobaan Menggunakan Pengaduk Mekanik

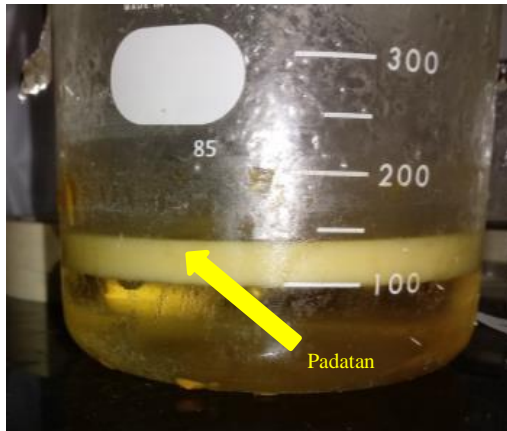
b. Meotde Berdasarkan Yang, *et al*, 2011

Proses dari percobaan ini terdapat pada Gambar 3.11. Didapatkan hasil percobaan seperti pada Gambar 4.2 dan 4.3. Dimana terdapat *slime* pada bagian atas suspensi berwarna kuning dan tidak adanya mikrokapsul yang terbentuk. Hal ini disebabkan karena minyak belum terpecah menjadi lebih kecil sehingga tidak dapat dilakukan mikroenkapsulasi dan bahan resorcinol &

amonium klorida menggunakan grade teknis (<99%). Sehingga ketika dilakukan proses mikroenkapsulasi, kemungkinan adanya *cross-linking* yang tidak terjadi akibat penggunaan bahan dengan grade teknis. Ketika dilakukan penyaringan menggunakan *vacuum filtration*, tidak dapat dilakukan penyaringan lebih lanjut karena *slime* tersebut menutupi proses penyaringan sehingga tidak adanya *slime* yang dapat tersaring. Dapat dikatakan bahwa pada percobaan ini tidak adanya mikrokapsul yang terbentuk.

c. Metode Berdasarkan Katouezadeh, et al, 2018

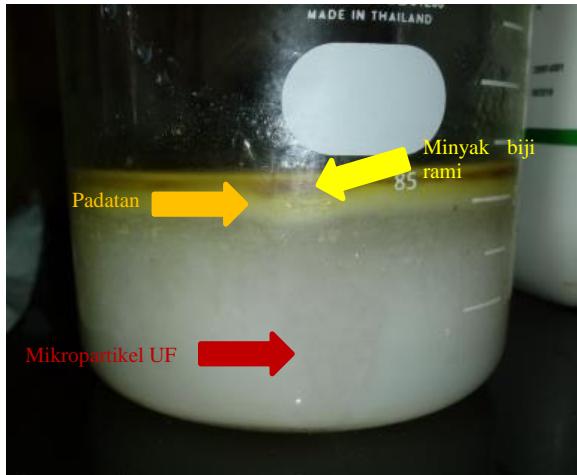
Proses dari percobaan ini terdapat pada Gambar 3.12. Hasil yang didapatkan pada percobaan ini terlihat pada Gambar 4.5. Dari hasil percobaan didapatkan suatu padatan lembut seperti *slime* berwarna kuning yang terletak pada bagian atas suspensi ditunjukkan oleh panah berwarna kuning. Pada bagian bawah suspensi tidak terdapat PUF yang mengendap. Hasil yang didapatkan tidak sesuai dengan percobaan yang dilakukan oleh Katouezadeh, et al. Menurut Katouezadeh, et al, 2018, didapatkan hasil mikrokapsul dengan bentuk serbuk. Namun pada percobaan ini tidak ada serbuk yang terbentuk di dalam suspensi. Ketika dilakukan penyaringan, *slime* tersebut menghambat proses penyaringan sehingga tidak dapat dilakukan penyaringan lebih lanjut. Dapat dikatakan bahwa percobaan ini tidak bisa didapatkan mikrokapsul poly(urea-formaldehid).



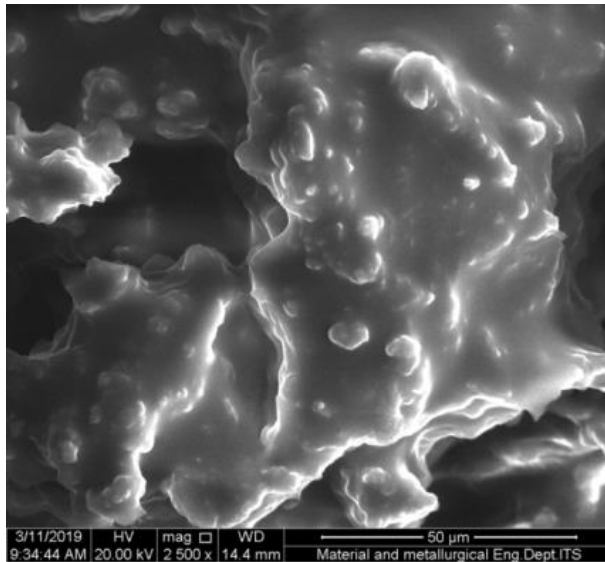
Gambar 4. 5 Hasil Proses Mikroenkapsulasi

d. Metode Berdasarkan Comlekci & Ulutan, 2018

Hasil dari percobaan ini terdapat pada Gambar 4.6. Dari hasil percobaan, didapatkan suspensi dengan 3 fasa yang terpisah. Pada bagian atas terdapat minyak biji rami sisa berwarna jingga, bagian tengah terdapat padatan seperti gelatin berwarna kuning, dan pada bagian bawah terdapat mikropartikel urea-formaldehid (UF) berwarna putih. Gelatin yang terdapat pada suspensi diamati secara visual karena dengan teknik polimerisasi in-situ ukuran mikrokapsul cukup besar sehingga terlihat secara kasat mata (Katouezadeh, et al., 2018). Namun pada saat pengamatan secara visual, tidak ada mikrokapsul yang terbentuk. Untuk investigasi lebih lanjut, maka dilakukan pengujian SEM. Hasil dari pengujian SEM terdapat pada Gambar 4.7.



Gambar 4. 6 Hasil Proses Mikroenkapsulasi, Terdapat Endapan PUF



Gambar 4. 7 Morfologi Hasil SEM Pada Kecepatan 1100 rpm

Menurut Lang & Zhou, 2016, mikrokapsul memiliki bentuk bola pejal namun dari hasil pengujian SEM pada percobaan ini tidak ada mikrokapsul yang terbentuk. Pada hasil SEM menunjukkan suatu gumpalan yang tidak rata dengan ukuran cukup besar terlihat seperti lelehan. Hal ini disebabkan pada saat proses pencucian dan pengeringan sampai temperatur 60°C. Pada saat proses pencucian, mikrokapsul tidak memiliki dinding yang kuat sehingga hancur pada saat proses pencucian dan pemanasan untuk mengeringkan mikrokapsul sebelum dilakukan pengujian SEM. Hal ini dapat dikatakan bahwa kemungkinan adanya mikrokapsul yang terbentuk tetapi memiliki bentuk yang tidak sempurna. Tetapi ketika dilakukan pencucian dan pemanasan, mikrokapsul pecah dan dapat dikatakan bahwa mikrokapsul pada percobaan ini tidak memiliki kekuatan dinding yang baik.

e. Metode yang Digunakan dalam Penelitian

Metode yang digunakan dalam percobaan ini merupakan metode yang memiliki hasil akhir terbaik dibandingkan dengan metode sebelumnya yang telah dibahas dan metode ini yang digunakan sebagai metode pembuatan mikrokapsul Poly(Urea-Formaldehid) pada penelitian ini. Metode yang digunakan terdapat pada Gambar 3.7 dengan beberapa perbedaan berat bahan-bahan yang digunakan.

Hasil yang didapatkan dari percobaan ini dapat dilihat pada Gambar 4.8 dan 4.9 dengan menggunakan 2,5 gram urea, 0,25 gram resorsinol, 0,25 gram amonium klorida, dan 3,3 mL formaldehid 37%. Pada bagian bawah suspensi tidak terbentuk PUF yang mengendap. Pada bagian atas suspensi, terdapat mikrokapsul berbentuk bola berwarna kuning yang dapat dilihat secara kasat mata. Untuk mendapatkan mikrokapsul tersebut maka dilakukan penyaringan secara vakum. Penyaringan dilakukan dengan menggunakan air, aquades, dan aseton. Ketika dalam proses penuangan aquades, mikrokapsul pecah sehingga hanya menyisakan minyak biji rami seperti yang terdapat pada

Gambar 4.10. Mikrokapsul pecah disebabkan oleh dinding mikrokapsul yang tidak terlalu kuat sehingga ketika mikrokapsul mendapatkan tekanan maka mikrokapsul tidak dapat menahan tekanan tersebut. Sehingga percobaan dengan parameter bahan yang telah disebutkan, mikrokapsul hanya terlihat secara visual. Namun untuk proses karakterisasi tidak dapat dilakukan karena ketika proses penyaringan sudah tidak terlihat mikrokapsul secara visual dan hanya menyisakan minyak biji rami.



Gambar 4. 8 Hasil Tampak Samping

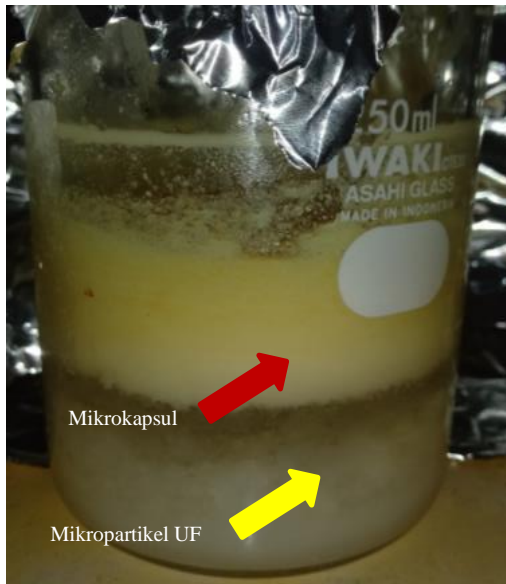


Gambar 4. 9 Hasil Tampak Atas



Gambar 4. 10 Hasil Setelah Proses Penyaringan

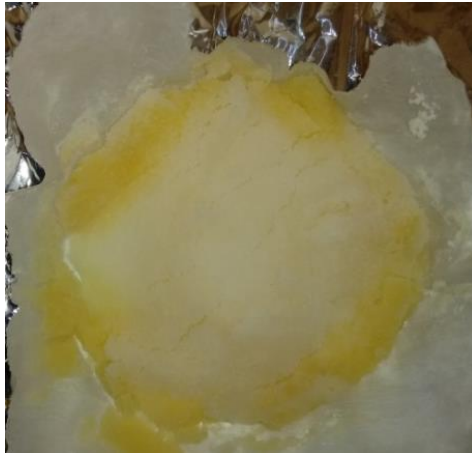
Untuk memperkuat dinding mikrokapsul maka dilakukan penambahan urea menjadi 7,5 gram, resorcinol menjadi 0,75 gram, amonium klorida menjadi 0,75 gram, dan 12 mL formaldehid 37%. Hal ini dilakukan dengan hipotesa bahwa dengan adanya penambahan urea dapat mempertebal dan memperkuat dinding mikrokapsul karena urea merupakan salah satu bahan dasar dinding mikrokapsul. Sehingga mampu memberikan perlindungan lebih kuat terhadap mikrokapsul jika terdapat beban atau gaya eksternal. Dengan penambahan berat dari beberapa bahan tersebut, didapatkan hasil pada Gambar 4.11.



Gambar 4. 11 Hasil Proses Mikroenkapsulasi Tampak Samping

Pada Gambar 4.11 terlihat adanya PUF yang ditunjukkan oleh panah berwarna kuning pada bagian bawah suspensi yang sangat banyak dan pada bagian atas yang ditunjukkan oleh panah berwarna merah terdapat campuran antara mikrokapsul dan PUF yang lebih tebal dibandingkan dengan percobaan menggunakan

urea sebesar 0,5 gram dan 12 mL formaldehid 37%. Hal ini diakibatkan karena seiring dengan penambahan urea maka terbentuk PUF dan mikrokapsul yang lebih banyak. Setelah hasil diamati, maka mikrokapsul disaring secara vakum. Untuk membersihkan sisa minyak maka mikrokapsul dicuci menggunakan air, alkohol, dan aseton. Hasil dari pencucian tersebut terdapat pada Gambar 4.12.



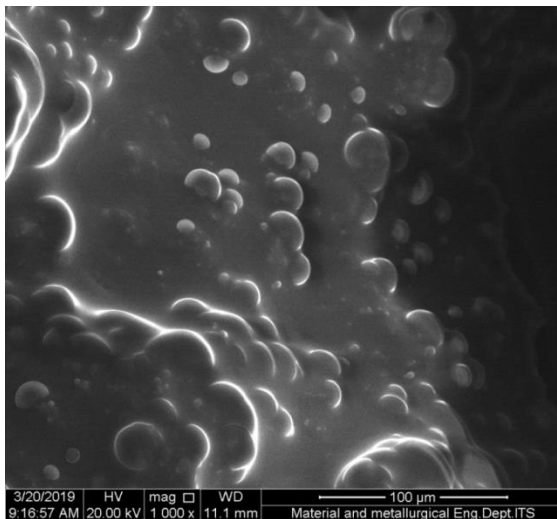
Gambar 4. 12 Hasil Pencucian Mikrokapsul Menggunakan Akuades, Alkohol, dan Aseton

Hasil yang didapatkan berupa padatan berwarna kuning-keputihan dengan tekstur yang lembut. Padatan tersebut dibiarkan selama 24 jam, sehingga didapatkan padatan yang lebih sedikit, keras, dan seperti serbuk yang beraglomerasi seperti pada Gambar 4.13 dan dikeringkan pada temperatur 35°C.



Gambar 4. 13 Hasil Proses Pengeringan

Setelah mikro kapsul kering, dilakukan pengujian SEM untuk mengamati morfologi. Hasil dari pengujian SEM terdapat pada Gambar 4.14.



Gambar 4. 14 Hasil Pengujian SEM dengan 7,5 gram Urea dan 12 mL

Terlihat adanya gumpalan berbentuk menyerupai bola yang menempel dan terlihat pada permukaan. Hal tersebut menandakan bahwa sudah terbentuknya mikrokapsul namun mikrokapsul seperti menempel satu sama lain sehingga tidak didapatkan morfologi secara jelas. Hal ini dapat diakibatkan dari proses pencucian dan pengeringan mikrokapsul pada temperatur 35°C .

Penelitian dilanjutkan dengan meningkatkan temperatur reaksi sampai 65°C . Hal ini dilakukan dengan hipotesa bahwa dengan meningkatkan temperatur reaksi akan meningkatkan kekuatan dinding mikrokapsul (Lang & Zhou, 2016). Namun untuk jumlah urea, resorcinol, amonium klorida, dan formaldehid tetap seperti percobaan sebelumnya. Hasil yang didapat terlihat pada Gambar 4.15.

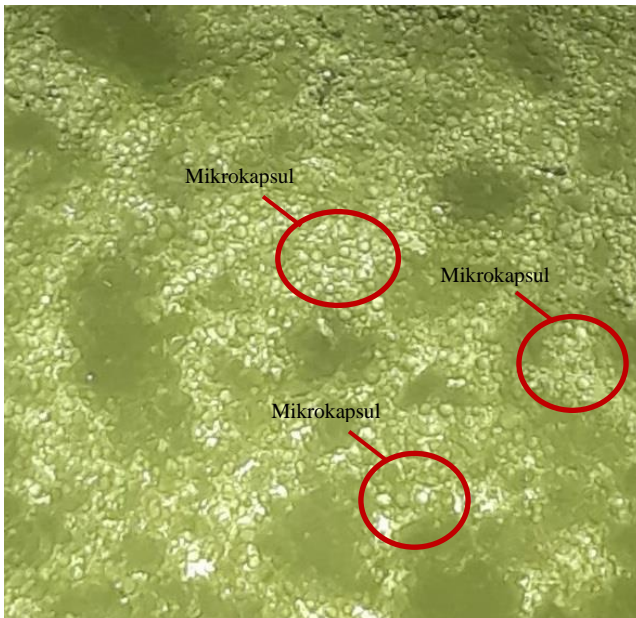


Gambar 4. 15 Hasil Percobaan pada Temperatur 65°c

Hasil yang didapatkan sama seperti sebelumnya dengan temperatur reaksi 55°C dengan mikrokapsul yang terbentuk pada bagian atas suspensi yang ditunjukkan panah berwarna merah dan

pada bagian bawah hanya terdapat sedikit mikropartikel UF. Namun mikrokapsul tidak dapat terlihat dengan kasat mata. Sehingga dilakukan percobaan kembali agar didapatkan hasil yang lebih baik.

Percobaan selanjutnya dilakukan dengan menurunkan berat urea, resorcinol, dan amonium klorida menjadi 5 gram, 0,5 gram, dan 0,5 gram. Dan temperatur reaksi diturunkan menjadi 55°C. Hasil dari percobaan ini terdapat pada Gambar 4.16. Terlihat bahwa terdapat mikrokapsul yang terbentuk yang ditandai lingkaran berwarna merah dan terlihat secara kasat mata. Ketika dilakukan penyaringan, terdapat aglomerasi berwarna putih seperti pada Gambar 4.13. Dengan terlihatnya mikrokapsul secara kasat mata dan dapat dilakukan penyaringan secara vakum maka metode ini akan dilakukan analisa lebih lanjut pada penelitian ini.



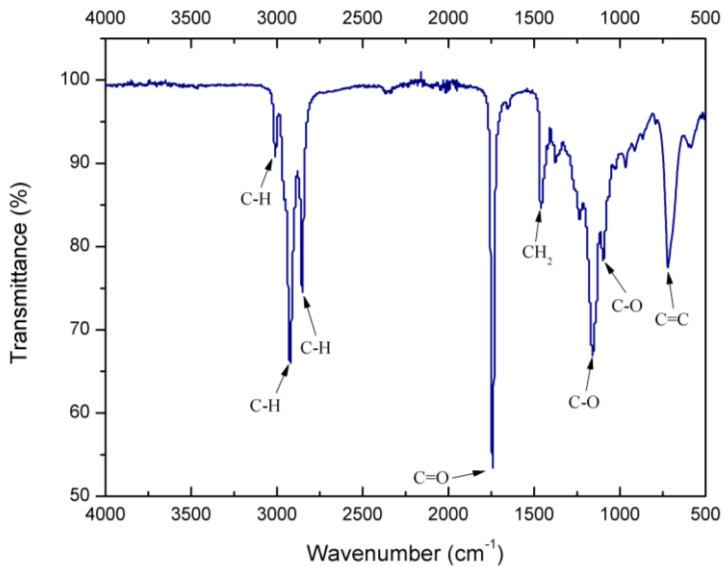
Gambar 4. 16 Percobaan dengan Urea 5 gram dan Temperatur Reaksi 55°C

4.1 Karakterisasi Bahan

Dalam proses karakterisasi bahan, dilakukan pengujian FTIR pada minyak biji rami dan poly (urea-formaldehid). Setiap sampel diuji dan dianalisa agar dapat menentukan puncak gelombang dari setiap sampel dan mengidentifikasi gugus ikatan yang merupakan karakteristik dari sampel tersebut sebelum dilakukan mikroenkapsulasi.

4.2.1 Analisis FTIR Minyak Biji Rami

Minyak biji rami berperan sebagai agen penyembuh dan inti dari mikrokapsul poly(urea-formaldehid). Minyak biji rami memiliki karakteristik ikatan C=C, C=O, C-O, dan C-H (Comlecki & Ulutan, 2018). Gambar 4.17 menunjukkan hasil pengujian FTIR minyak biji rami.



Gambar 4. 17 Hasil Pengujian FTIR Minyak Biji Rami

Dari hasil pengujian, didapatkan ikatan C-H *stretching* dengan intensitas sedang yang berikatan dengan =CH pada puncak gelombang $3009,64 \text{ cm}^{-1}$, ikatan C-H *stretching* asimetris dan C-H *stretching* simetris dari gugus CH_2 dengan intensitas kuat berada pada puncak gelombang $2852,86 \text{ cm}^{-1}$ dan $2922,96 \text{ cm}^{-1}$, ikatan C=O *stretching* dengan intensitas kuat berada pada puncak gelombang $1742,29 \text{ cm}^{-1}$, ikatan CH_2 *bending* dengan intensitas kuat bereada pada puncak gelombang $1460,23 \text{ cm}^{-1}$, ikatan C-O *stretching* dengan intensitas kuat berada pada puncak gelombang $1158,62 \text{ cm}^{-1}$, ikatan C-O dari O- CH_2 -C *stretching* asimetris dengan intensitas sedang berada pada puncak gelombang $1097,85 \text{ cm}^{-1}$, dan ikatan C=C *bending* pada puncak gelombang $720,56 \text{ cm}^{-1}$. Ikatan-ikatan yang terdapat pada pengujian FTIR minyak biji rami dapat dilihat pada Tabel 4.1.

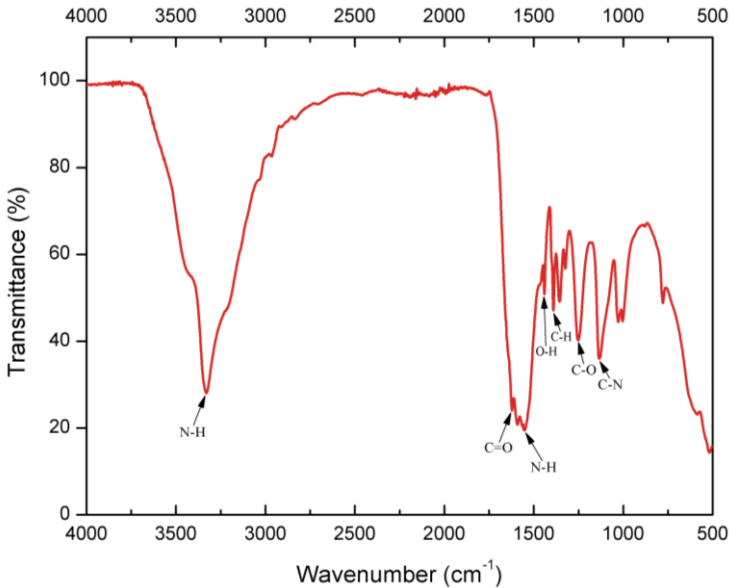
Tabel 4. 1 Puncak Gelombang Ikatan pada Minyak Biji Rami

| Puncak Gelombang (cm^{-1}) | Ikatan dan Jenis Gugus Fungsi |
|--|------------------------------------|
| 3009,64 | C-H <i>stretching</i> |
| 2922,96 | C-H <i>stretching</i> asimetris |
| 2852,86 | C-H <i>stretching</i> simetris |
| 1742,29 | C=O <i>stretching</i> |
| 1460,23 | CH_2 <i>bending</i> |
| 1158,65 | C-O <i>stretching</i> |
| 1097,85 | C-O <i>stretching</i> asimetris |
| 720,56 | C=C <i>bending</i> |

4.2.2 Analisis FTIR Poly(Urea-Formaldehid)

Poly(urea-formaldehid) (PUF) merupakan material yang digunakan sebagai dinding mikrokapsul. PUF memiliki karakteristik gugus fungsi diantaranya N-H, C-H, C=O, C-N, O-H (Comlekci & Ulutan, 2018), dan C-O (Abdipour, *et al.*, 2018). Hasil FTIR dari PUF terdapat pada Gambar 4.18.

Dari hasil pengujian FTIR, didapatkan ikatan N-H *stretching* yang berasal dari kelompok ikatan -NH dengan intensitas sedang berada pada puncak gelombang 3329.59 cm⁻¹, ikatan C=O *stretching* yang berasal dari ikatan Amida I dengan intensitas kuat berada pada puncak gelombang 1628.21 cm⁻¹, ikatan N-H *stretching* berada pada puncak gelombang 1552,47 cm⁻¹, ikatan O-H *bending* dengan intensitas sedang berada pada puncak gelombang 1440,64 cm⁻¹, ikatan C-H *bending* yang berasal dari gugus aldehid dengan intensitas sedang yang berada pada puncak gelombang 1390,02 cm⁻¹, ikatan C-O *stretching* terdapat pada puncak gelombang 1252,36 cm⁻¹, ikatan C-N *stretching* pada puncak gelombang 1134,35 cm⁻¹. Puncak gelombang untuk beberapa ikatan pada PUF terdapat pada Tabel 4.2.



Gambar 4. 18 Hasil Pengujian FTIR PUF

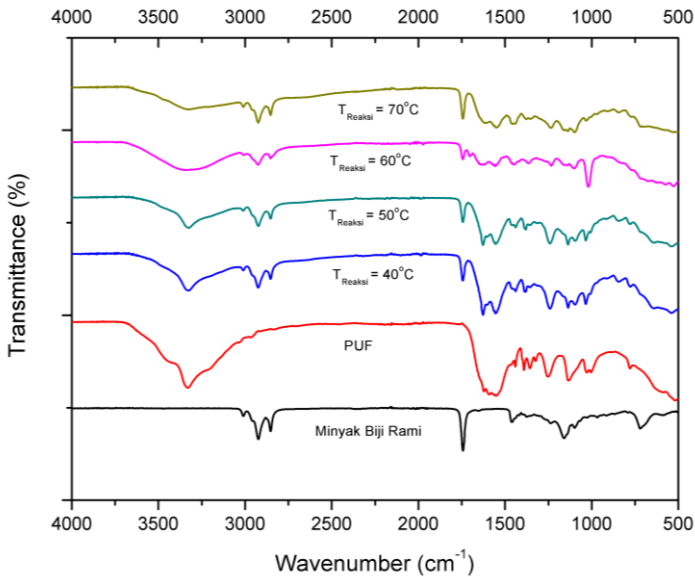
Tabel 4. 2 Puncak Gelombang Ikatan Pada PUF

| Puncak Gelombang (cm^{-1}) | Ikatan dan Jenis Gugus Fungsi |
|--|----------------------------------|
| 3329,59 | N-H <i>stretching</i> |
| 1628,21 | C=O <i>stretching</i> |
| 1552,47 | N-H <i>stretching</i> |
| 1440,64 | O-H <i>bending</i> |
| 1390,02 | C-H <i>bending</i> |
| 1252,36 | C-O <i>stretching</i> |
| 1134,35 | C-N <i>stretching</i> |

4.2 Analisis Hasil Proses Mikroenkapsulasi

4.3.1 Analisis FTIR Mikro kapsul

Mikrokapsul merupakan hasil produk dari proses mikroenkapsulasi antara poly(urea-formaldehid) dengan minyak biji rami. Untuk mengetahui sudah terjadinya mikroenkapsulasi antara PUF dengan minyak biji rami, maka dilakukan pengujian FTIR. Ikatan yang terdapat pada mikrokapsul merupakan gabungan antara ikatan pada minyak biji rami dan PUF. Hasil pengujian terdapat pada Gambar 4.19 yang membandingkan hasil FTIR dengan variabel 40°C, 50°C, 60°C, dan 70°C dengan bahan penyusun mikrokapsul yaitu minyak biji rami dan PUF.



Gambar 4. 19 Hasil Pengujian FTIR Mikro kapsul

Ikatan yang didapatkan dari hasil FTIR diantaranya N-H, C-H, C=O dan C-O. Ikatan N-H *stretching* terdapat pada puncak gelombang antara 3338 – 3323 cm^{-1} , ikatan tersebut berada pada grup -NH. Ikatan C-H *stretching* terdapat pada puncak gelombang

dengan nilai antara $3010 - 2852 \text{ cm}^{-1}$. Pada nilai puncak gelombang antara $1743 - 1626 \text{ cm}^{-1}$ terdapat ikatan $\text{C}=\text{O}$ *stretching* yang berasal dari grup Amida I (Katouezadeh, *et al.*, 2018). Amida I adalah turunan pertama dari grup Amida. Amida I memiliki satu ikatan $\text{C}-\text{N}$, dua ikatan $\text{N}-\text{H}$, dan satu ikatan $\text{C}=\text{O}$. Ikatan $\text{N}-\text{H}$ *stretching* terdapat pada puncak gelombang antara $1557 - 1548 \text{ cm}^{-1}$. Ikatan $\text{N}-\text{H}$ *stretching* tersebut merupakan hasil dari ikatan grup Amida II (Roumeli, *et al.*, 2012). Amida II merupakan ikatan amida turunan kedua dari grup Amida. Amida II memiliki dua ikatan $\text{C}-\text{N}$, satu ikatan $\text{N}-\text{H}$, dan satu ikatan $\text{C}=\text{O}$. Terdapat ikatan $\text{C}-\text{H}$ *bending* dari getaran CH yang berasal dari grup CH_2 (Myers, 1981). Ikatan $\text{C}-\text{H}$ *bending* memiliki nilai puncak gelombang berkisar antara $1455 - 1437 \text{ cm}^{-1}$, dan ikatan $\text{C}-\text{O}$ *stretching* dari grup eter terdapat pada puncak gelombang $1100 - 1094 \text{ cm}^{-1}$. Nilai puncak gelombang ikatan pada setiap temperatur reaksi terdapat pada Tabel 4.3.

Terjadi penurunan transmittance antara PUF dan mikrokapsul pada gugus fungsi $\text{N}-\text{H}$ yang disebabkan oleh ikatan gugus amino (NH_2). Pada saat proses kondensasi, terjadi pemutusan salah satu rantai dari N dan H . Dimana atom H berikatan dengan O dan H dari monometilol membentuk H_2O . Kemudian terjadi ikatan *crosslink* antara $-\text{NHCH}$ dengan $-\text{NH}$ yang menghasilkan ikatan $-\text{NHCH}_2\text{NH}-$. Dengan jumlah ikatan antara N dan H yang semakin sedikit menandakan semakin cepat terjadinya *crosslink*. Transmittance pada PUF sangat rendah, hal ini diakibatkan masih banyak nya ikatan gugus amino (NH_2) yang belum terputus. Sedangkan pada mikrokapsul, seiring meningkatnya temperatur menghasilkan transmittance yang lebih besar atau landai. Hal ini disebabkan ikatan gugus amino (NH_2) sudah banyak yang putus dan berikatan menjadi H_2O . Hal ini berikatan dengan derajat polimerisasi. Dimana seiring dengan meningkatnya derajat polimerisasi, ikatan gugus amino (NH_2) banyak yang terputus sehingga menghasilkan transmittance yang lebih rendah.

Terdapat beberapa ikatan pada mikrokapsul yang berasal dari minyak biji rami dan PUF yang telah dijelaskan pada penjelasan diatas. Sehingga dapat dikatakan bahwa mikrokapsul PUF yang mengandung atau mengenkapsulasi minyak biji rami telah terbentuk.

Tabel 4. 3 Puncak Gelombang Ikatan pada Temperatur Reaksi 40 dan 50°C

| Temperatur Reaksi 40°C | | | Temperatur Reaksi 50°C | | |
|------------------------|-----------------------|--------------------------------------|------------------------|-----------------------|--------------------------------------|
| No. | Jenis Ikatan | Puncak Gelombang (cm ⁻¹) | No. | Jenis Ikatan | Puncak Gelombang (cm ⁻¹) |
| 1. | N-H <i>stretching</i> | 3325,25 | 1. | N-H <i>stretching</i> | 3327,01 |
| 2. | C-H <i>stretching</i> | 3010,08 | 2. | C-H <i>stretching</i> | 3010,77 |
| | | 2923,75 | | | 2922,81 |
| | | 2853,06 | | | 2853 |
| 3. | C=O <i>stretching</i> | 1743,81 | 3 | C=O <i>stretching</i> | 1743,02 |
| | | 1626,43 | | | 1626,31 |
| 4. | N-H <i>stretching</i> | 1556,74 | 4. | N-H <i>stretching</i> | 1557,28 |
| 5. | C-H <i>bending</i> | 1438,43 | 5. | C-H <i>bending</i> | 1437,89 |
| 6. | C-O <i>stretching</i> | 1095,67 | 6. | C-O <i>stretching</i> | 1094,65 |

Tabel 4. 4 Puncak Gelombang Ikatan pada Temperatur Reaksi 60 dan 70°C

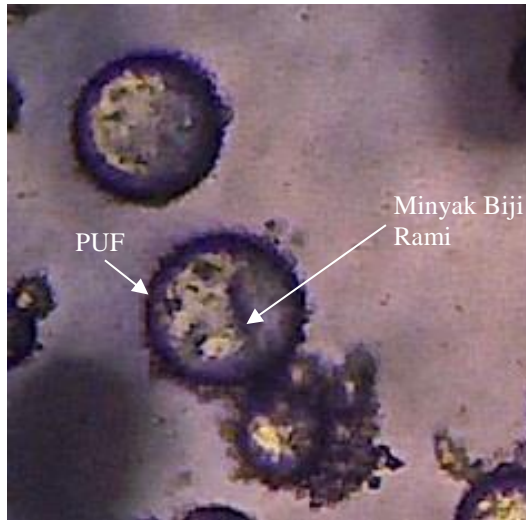
| Temperatur Reaksi 60°C | | | Temperatur Reaksi 70°C | | |
|------------------------|----------------|--------------------------------------|------------------------|----------------|--------------------------------------|
| No. | Jenis Ikatan | Puncak Gelombang (cm ⁻¹) | No. | Jenis Ikatan | Puncak Gelombang (cm ⁻¹) |
| 1. | N-H stretching | 3338,78 | 1. | N-H stretching | 3323,3 |
| 2. | C-H stretching | 3009,62 | 2. | C-H stretching | 3009,76 |
| | | 2924,21 | | | 2923,31 |
| | | 2852,52 | | | 2852,96 |
| 3. | C=O stretching | 1743,32 | 3. | C=O stretching | 1743,02 |
| | | 1633,85 | | | 1632,21 |
| 4. | N-H stretching | 1557,44 | 4. | N-H stretching | 1548,48 |
| 5. | C-H bending | 1446,81 | 5. | C-H bending | 1455,31 |
| 6. | C-O stretching | 1100,53 | 6. | C-O stretching | 1098,81 |

4.3.2 Analisis Morfologi

Hasil dari proses mikroenkapsulasi mikrokapsul menghasilkan bola-bola kapsul yang terdiri atas minyak biji rami yang transparan dan PUF berwarna hitam yang mengenkapsulasi minyak biji rami dari salah satu variabel temperatur reaksi yang terlihat pada Gambar 4.20. Mikrokapsul dapat terbentuk akibat adanya reaksi kondensasi antara urea dan formaldehid yang dipicu oleh peningkatan temperatur reaksi yang cukup signifikan dari temperatur kamar (temperatur reaksi: 40 – 70°C). Akibat dari peningkatan temperatur reaksi, maka terjadi pembentukan prepolimer yang berada di fasa aqueous. Prepolimer tersebar di antarmuka antara air dan minyak biji rami, jika reaksi terus berjalan maka prepolimer tersebut menjadi dinding mikrokapsul

dengan karakteristik padat dan tidak berongga yang terbuat dari *crosslinked* PUF (Bolimowski, *et al.*, 2018). Bentuk mikrokapsul yang dihasilkan tidak lepas dari peran penting PVA, metode penuangan minyak biji rami, dan proses agitasi. Metode penuangan minyak biji rami dilakukan dengan penetasan ke dalam larutan. Hal tersebut menghasilkan tetesan minyak berbentuk lingkaran yang berada di dalam larutan menghasilkan emulsi. Agar emulsi menjadi stabil perlu dilakukan proses agitasi. Dari proses agitasi tersebut minyak terpecah menjadi tetesan yang lebih kecil (Thanawala, *et al.*, 2014). Agar minyak biji rami tidak menyatu kembali maka PVA memiliki peran dalam hal tersebut. PVA menggantikan PUF yang belum terbentuk untuk menjaga agar mikrokapsul memiliki bentuk bola untuk sementara waktu. Kemudian, minyak biji rami dienkapsulasi oleh *crosslinked* UF menghasilkan mikrokapsul. Sehingga menghasilkan mikrokapsul yang terlihat pada Gambar 4.20.

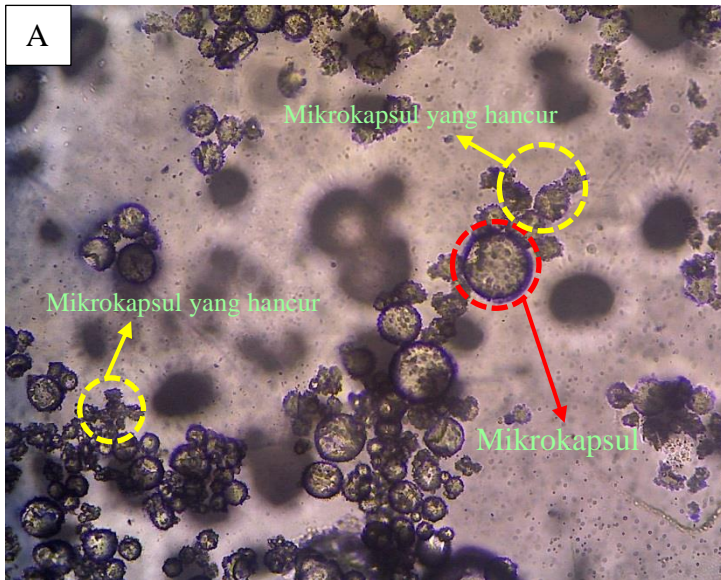
Untuk menganalisis morfologi mikrokapsul yang terbentuk maka dilakukan analisis morfologi menggunakan alat mikroskop optik (MO), *Scanning Electron Microscope* (SEM), dan perangkat lunak Image Rasher. Analisis morfologi dilakukan dengan perbedaan pada temperatur reaksi sintesis. Temperatur reaksi yang diaplikasikan yaitu 40, 50, 60, dan 70°C untuk analisis menggunakan mikroskop optik dan temperatur 50°C untuk analisis menggunakan SEM.

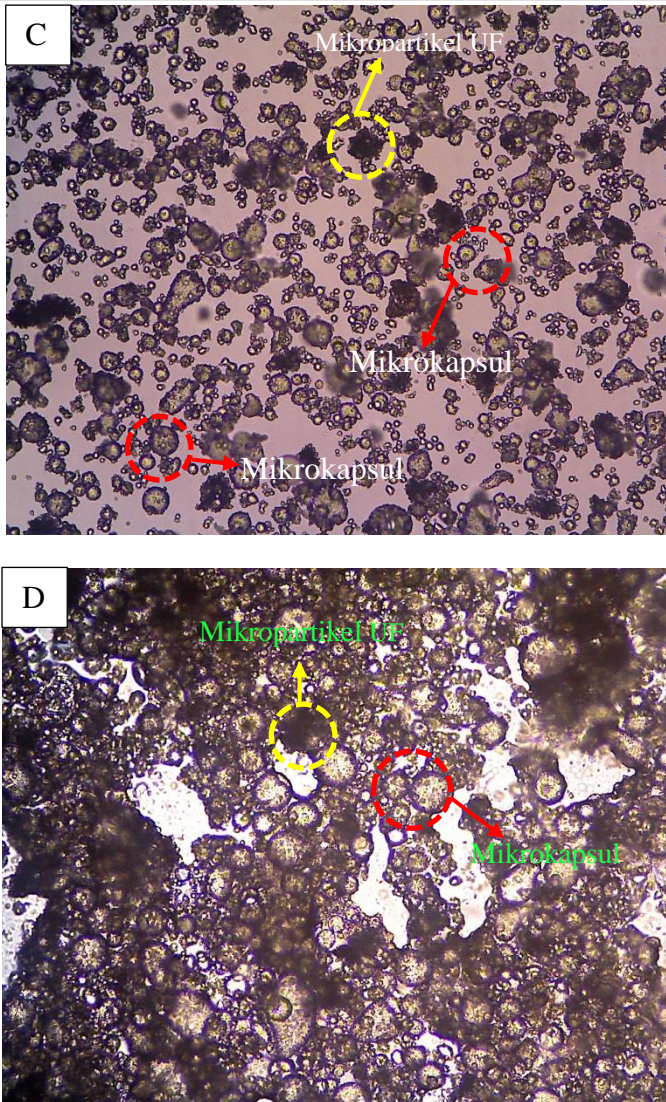


Gambar 4. 20 Komponen Mikrokapsul

a. Analisis Mikroskop Optik

Hasil pengambilan gambar mikrokapsul dengan mikroskop optik terdapat pada Gambar 4.21.

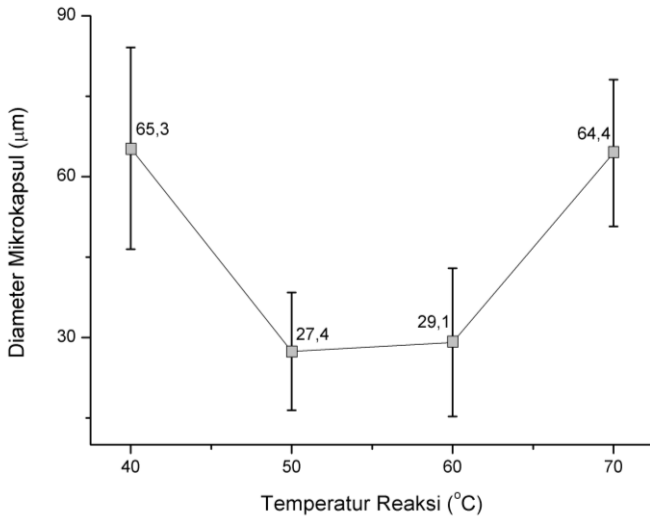




Gambar 4. 21 Hasil Mikroskop Optik Morfologi Mikrokapsul dengan Variasi Temperatur, A) 40°C, B) 50°C, C) 60°C, dan D) 70°C dengan perbesaran 100x.

Dalam pengamatan menggunakan mikroskop optik, perbesaran yang digunakan adalah 100x pada semua variasi temperatur reaksi. Pada temperatur reaksi 40oC terdapat mikrokapsul yang pecah atau rusak, ditandai dengan lingkaran berwarna kuning dengan jumlah yang cukup banyak. Ketika temperatur reaksi dinaikkan, masih terdapat mikrokapsul yang pecah atau rusak namun dengan jumlah yang lebih sedikit dan mikrokapsul yang terbentuk mempunyai jumlah yang lebih banyak. Pada temperatur reaksi 50oC, tidak terdapat adanya mikropartikel UF yang disebabkan oleh kecepatan polimerisasi dan kecepatan agitasi berjalan dengan seimbang sehingga tidak adanya mikropartikel UF. Pada temperatur reaksi 60oC mikrokapsul yang terbentuk semakin banyak namun diikuti dengan jumlah mikrokapsul yang rusak dan mikropartikel UF yang semakin banyak. Hal ini disebabkan derajat polimerisasi semakin meningkat. Pada temperatur 70oC mikrokapsul yang terbentuk paling banyak dibandingkan dengan temperatur reaksi yang lain namun memiliki jumlah mikrokapsul yang pecah atau rusak cukup banyak yang ditandai dengan tumpukan berwarna hitam dan beraglomerasi. Hal ini menunjukkan bahwa mikrokapsul pada temperatur reaksi yang rendah memiliki derajat polimersasi dan kekuatan mikrokapsul yang rendah sehingga pada saat dilakukan *post-processing* mikrokapsul mudah hancur. Derajat *crosslinking* meningkat ketika temperatur dinaikkan. Hal ini karena adanya hidrogen pada grup amino dan pembentukan struktur *methylene bridge* (Xin, *et al.*, 2013). Ketika temperatur dinaikkan terlalu tinggi, polimerisasi UF terlalu kuat sehingga terjadi peningkatan mikrokapsul yang rusak.

Kenaikan temperatur reaksi juga berdampak terhadap diameter mikrokapsul. Diameter mikrokapsul diukur menggunakan perangkat lunak Image Rasher. Sebanyak 40 mikrokapsul diukur untuk mendapatkan rata-rata diameter yang terdapat pada Gambar 4.22.



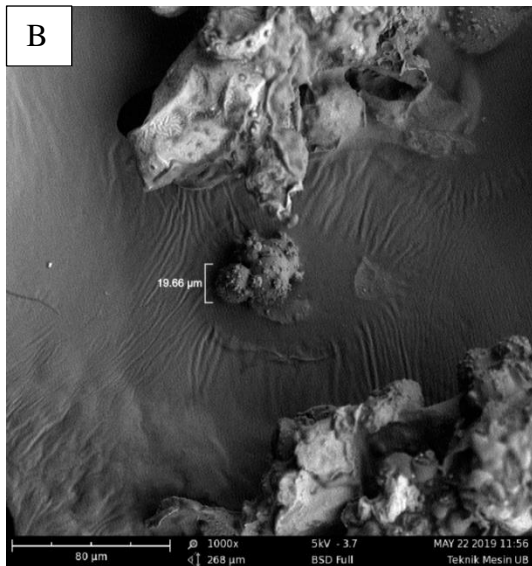
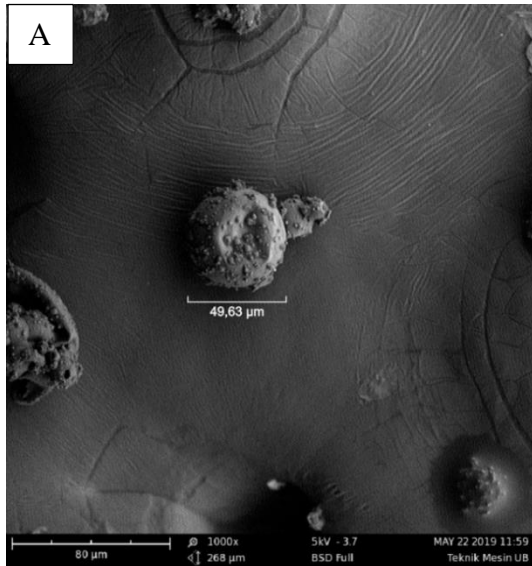
Gambar 4. 22 Hasil Pengukuran Diameter Mikrokapsul

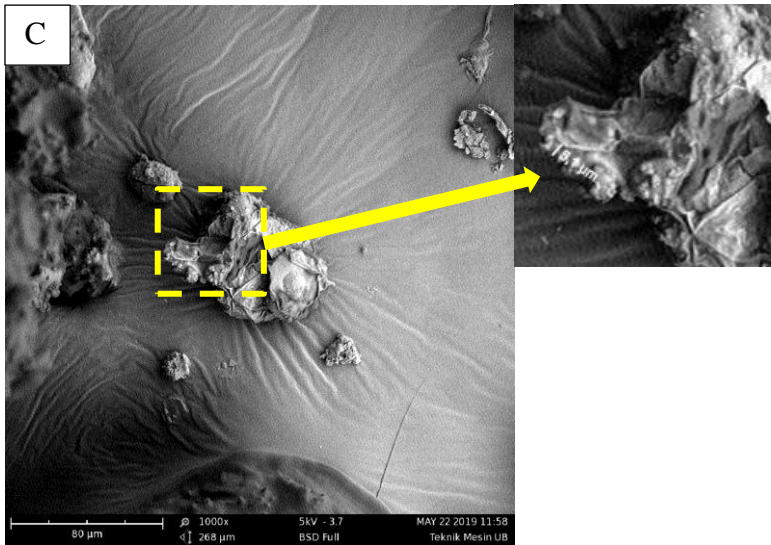
Pada temperatur reaksi 40, 50, 60, dan 70°C memiliki diameter secara berurutan yaitu $65,3 \pm 18,8$; $27,4 \pm 11$; $29,1 \pm 13,8$; dan $64,4 \pm 13,7$ µm. Pada temperatur reaksi 40, 50, 60, dan 70°C memiliki diameter secara berurutan yaitu $65,3 \pm 18,8$; $27,4 \pm 11$; $29,1 \pm 13,8$; dan $64,4 \pm 13,7$ µm. Pada temperatur reaksi 40°C, viskositas minyak biji rami masih sama dengan temperatur kamar (tinggi/kental) (Khan & Hasan, 2006) sehingga ketika dilakukan agitasi, minyak biji rami sulit untuk dipecah menjadi ukuran yang kecil sehingga menghasilkan mikrokapsul berukuran besar. Pada temperatur reaksi 50°C, ukuran minyak biji rami lebih kecil dibandingkan dengan temperatur reaksi 40°C yang disebabkan oleh turunnya viskositas sehingga menghasilkan mikrokapsul yang lebih kecil. Hal serupa juga terjadi pada temperatur reaksi 60°C namun tidak terjadi perubahan yang signifikan terhadap temperatur reaksi 50°C. Pada temperatur reaksi 70°C, minyak biji rami memiliki viskositas yang paling rendah, namun karena proses polimerisasi yang sangat cepat (Xin, *et al.*, 2013), mengakibatkan minyak biji rami yang berukuran

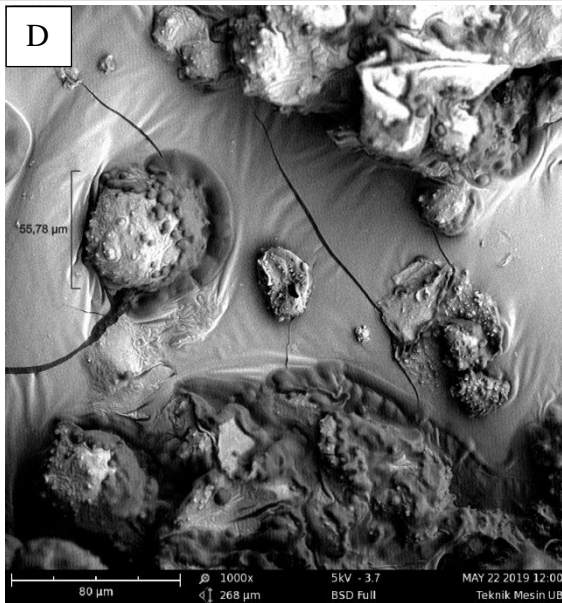
besar dapat terenkapsulasi oleh UF menghasilkan mikrokapsul berukuran lebih besar dibandingkan temperatur 50°C dan 60°C namun tidak terjadi perubahan yang signifikan terhadap temperatur reaksi 40°C.

b. Analisis SEM

Analisis SEM dilakukan untuk mengamati morfologi mikrokapsul secara 3 dimensi dan lebih detail. Analisis SEM hanya dilakukan pada temperatur reaksi 50°C dikarenakan pada temperatur 50°C seperti yang terdapat pada Gambar 4.21 B, mikrokapsul yang terbentuk terlihat bersih dari mikropartikel UF atau mikrokapsul yang rusak, hal ini disebabkan derajat polimerisasi dan kecepatan pengadukan berjalan dengan seimbang sehingga mikrokapsul dapat terbentuk seluruhnya dan ketika dilakukan SEM diharapkan dapat terlihat morfologi dari mikrokapsul secara jelas. Hasil dari pengujian SEM dapat dilihat pada Gambar 4.23. Sebelum dilakukan analisis SEM, mikrokapsul dicuci menggunakan akuades dan aseton untuk menghilangkan minyak sisa dan memastikan agar mikrokapsul yang dilakukan analisis SEM sudah kering.







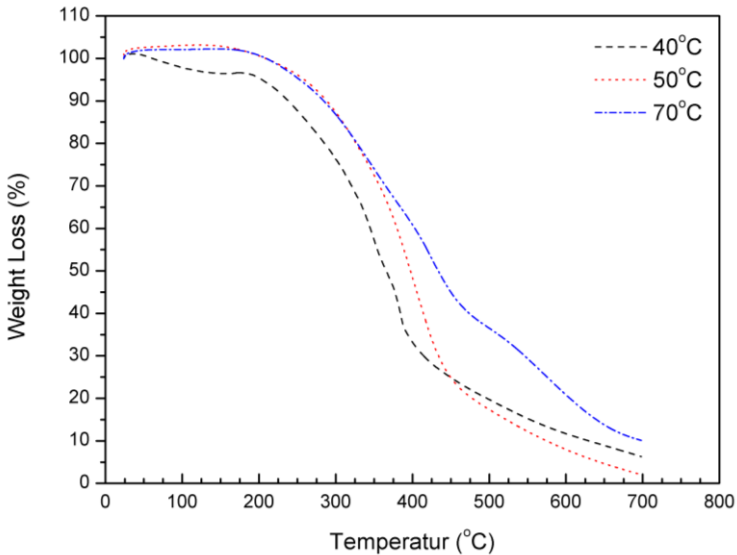
Gambar 4. 23 Hasil Pengujian SEM pada Temperatur Reaksi 50°c dengan Kondisi: A) Mikrokapsul yang Terbentuk, B) Mikrokapsul yang Beraglomerasi, C) Terdapat Mikrokapsul yang Rusak dan Tebal Dinding Mikrokapsul D) Terdapat Mikrokapsul yang Terbentuk dan Rusak.

Dari hasil pengujian SEM, terlihat beberapa mikrokapsul berbentuk bola yang terbentuk dan terlihat secara jelas seperti pada Gambar 4.23 A & B dengan diameter masing-masing 49,63 dan 19,66 μm . Terdapat beberapa mikrokapsul yang saling menempel dengan mikrokapsul lainnya membentuk suatu aglomerat. Pada bagian kulit mikrokapsul, jika diamati terdapat partikel-partikel yang menempel pada kulit mikrokapsul. Beberapa partikel yang menempel pada kulit mikrokapsul merupakan mikropartikel Urea-Formaldehid (UF) yang menempel ketika sedang dilakukan proses sintesis mikrokapsul. Mikropartikel UF tersebut menyebabkan permukaan mikrokapsul menjadi kasar dan tidak rata. Selain itu, terdapat beberapa

mikrokapsul yang rusak atau pecah. Mikrokapsul yang pecah atau rusak memiliki bentuk yang abstrak dan tidak menyerupai bola. Juga terdapat beberapa mikrokapsul yang rusak atau pecah beraglomerasi sehingga menghasilkan suatu gundukan yang cukup tebal terlihat pada Gambar 4.23 B & D. Pada Gambar 4.23 C terdapat mikrokapsul yang pecah sehingga kulit dari mikrokapsul membuka dan dapat diukur ketebalan dari kulit mikrokapsul tersebut. Didapatkan ketebalan kulit mikrokapsul sebesar $5,1 \mu\text{m}$. Selain itu terdapat dua mikrokapsul yang saling menempel namun kedua mikrokapsul tersebut pecah. Pada Gambar 4.23 D terdapat mikrokapsul dengan bentuk pipih seperti “balon yang kempes” dan mikrokapsul yang terbentuk dengan ukuran $55,78 \mu\text{m}$. Didapatkan rata-rata diameter hasil SEM sebesar $41,96 \pm 19,3 \mu\text{m}$. Mikrokapsul yang rusak atau pecah diakibatkan oleh proses pencucian mikrokapsul (Fan & Zhou, 2010) untuk menghilangkan sisa minyak biji rami dari proses mikroenkapsulasi dan proses perlakuan sebelum dilakukan pengujian SEM. Pencucian mikrokapsul dilakukan dengan menggunakan akuades, alkohol, dan aseton. Karena mikrokapsul belum memiliki dinding yang cukup kuat, maka mikrokapsul dapat dengan mudah hancur akibat proses pencucian. Sehingga jumlah mikrokapsul yang terbentuk dengan sempurna pada saat pengujian SEM lebih sedikit dibandingkan dengan pada saat pengujian mikroskop optik.

4.3.3 Analisis TGA

Thermogravimetric Analysis (TGA) adalah pengujian untuk menganalisa perubahan massa dari suatu sampel yang terjadi akibat dari perubahan temperatur. TGA digunakan untuk menganalisa sifat termal khususnya kestabilan mikrokapsul pada temperatur tinggi dengan mengamati perubahan massa sampel mikrokapsul PUF. Analisa tersebut bergantung pada tiga pengukuran yaitu berat, temperatur, dan perubahan temperatur.



Gambar 4. 24 Hasil Pengujian TGA Mikrokapsul

Gambar 4.24 menunjukkan hasil pengujian TGA dari mikrokapsul dengan variabel 40, 50, dan 70°C pada temperatur pengujian antara 25 – 700°C. Mikrokapsul pada temperatur reaksi 40°C menunjukkan penurunan berat awal sekitar 5% sampai temperatur 187°C yang diakibatkan oleh dekomposisi dari mikropartikel UF, PUF yang berperan sebagai dinding mikrokapsul, dan terdapat sedikit air sisa yang menguap (Katoueizadeh, *et al.*, 2018). Pada temperatur 187 – 400°C terjadi penurunan berat yang signifikan sebesar 60% yang disebabkan oleh dekomposisi dinding mikrokapsul yang menyebabkan minyak biji rami keluar dari mikrokapsul dan minyak biji rami mulai menguap akibat sudah mencapai titik didih dari minyak biji rami dengan temperatur didih 316°C (Katoueizadeh, *et al.*, 2018), namun tidak ada batas temperatur yang jelas terkait dekomposisi PUF dan minyak biji rami (Shahabudin, *et al.*, 2016). Mikrokapsul dengan temperatur reaksi 50°C dan 70°C terjadi

penurunan berat sebesar 5% dengan temperatur dekomposisi 225°C. Penurunan berat terus berlangsung dari temperatur sekitar 225 – 450°C sebesar 75% untuk temperatur reaksi 50°C dan sekitar 225 – 500°C untuk temperatur reaksi 70°C dengan penurunan berat 60%. Pada temperatur sekitar 225 – 500°C terjadi dekomposisi dari PUF dan minyak biji rami mulai keluar dari mikrokapsul dan pada saat berada di temperatur diatas 316°C minyak biji rami mulai menguap. Dimana ketika temperatur dinaikkan maka PUF semakin cepat terdekomposisi dan minyak biji rami mulai menguap secara cepat sehingga terjadi penurunan berat yang signifikan. Pada temperatur diatas 400°C dan 450°C terdapat berat sisa yang merupakan komponen dari kulit mikrokapsul. Hal ini disebabkan oleh *cross-linked* polimer sehingga menunjukkan kestabilan termal yang tinggi. Dapat dikatakan bahwa dekomposisi mikrokapsul yang mengandung minyak lebih rumit dibandingkan hanya dinding mikrokapsul UF saja (Katouezadeh, *et al.*, 2018).

Pada temperatur reaksi 40, 50 dan 70°C terjadi perbedaan ketahanan terhadap temperatur dengan selisih 50°C. Mikrokapsul dengan temperatur 70°C menunjukkan grafik yang lebih landai dibandingkan dengan 50°C. Hal ini menandakan bahwa mikrokapsul dengan temperatur reaksi 70°C memiliki ketahanan terhadap temperatur tinggi yang lebih baik dibandingkan mikrokapsul dengan temperatur reaksi 40 dan 50°C. Sehingga dapat dikatakan bahwa seiring dengan meningkatnya temperatur reaksi, maka kekuatan dari dinding mikrokapsul juga meningkat (Lang & Zhou, 2016).

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil pengujian dan analisis yang telah dilakukan maka didapatkan kesimpulan sebagai berikut.

1. Hasil karakterisasi mikroskop optik menunjukkan mikrokapsul semakin banyak seiring dengan meningkatnya temperatur. Hasil dari pengukuran diameter menggunakan perangkat lunak Image Rasher, didapatkan ukuran diameter mikrokapsul pada temperatur reaksi 40, 50, 60, dan 70°C. Perubahan ukuran diameter yang signifikan pada temperatur reaksi 40°C dan 70°C disebabkan oleh viskositas minyak biji rami dan kecepatan polimerisasi. Pada temperatur reaksi 50°C, mikrokapsul yang terbentuk memiliki jumlah mikropartikel yang paling rendah. Dari hasil karakterisasi SEM terdapat banyak mikrokapsul yang rusak diakibatkan oleh proses pencucian dan pengeringan.
2. Berdasarkan pengujian TGA yang dilakukan, mikrokapsul memiliki kestabilan terhadap temperatur tinggi sampai 225°C pada mikrokapsul dengan temperatur reaksi 50°C dan 70°C. Pada temperatur reaksi 40°C mikrokapsul sudah tidak stabil ketika berada dibawah temperatur 187°C. Serta seiring dengan meningkatnya temperatur menunjukkan bahwa dinding mikrokapsul semakin kuat.

5.2 Saran

Berdasarkan dari hasil penelitian yang didapatkan maka saran-saran yang dapat diambil antara lain:

1. Rasio komposisi urea dan formaldehid yang digunakan dalam proses mikroenkapsulasi sebaiknya disesuaikan agar

didapatkan mikrokapsul PUF yang lebih kuat dan lebih optimal.

2. Adanya penelitian lebih lanjut mengenai mikroenkapsulasi mikrokapsul PUF dengan parameter dan variasi lainnya yang perlu dilakukan untuk mendapatkan hasil yang sesuai dengan aplikasinya.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdipour, H., Rezaei, M. & Abbasi, F., 2018. "Synthesis and Characterization of High Durable Linseed Oil-Urea Formaldehyde Micro/Nanocapsules and Their Self-Healing Behaviour in Epoxy Coating". **Progress in Organic Coatings**, 200-212.
- Amanda, B. A., R., Prasetya, A. & Hasokowati, W., 2010. "Pembuatan Mikrokapsul dari Urea-Formaldehid: Pengaruh pH dan Suhu pada Pembuatan Resin Terhadap Proses Mikroenkapsulasi". **Seminar Rekayasa Kimia dan Proses**, 2.
- Blaiszik, B. J. et al., 2010. **Self-Healing Polymers and Composites**. *University of Illinois*, 180-185.
- Bolimowski, P. A., Kozera, R. & Boczkowska, A., 2018. "Poly(Urea-Formaldehyde) Microcapsules - Synthesis and Influence of Stirring Speed on Capsule Size". **Polimery**, 339-346.
- Callister, W. D. & Rethwisch, D. G., 2010. **Materials Science and Engineering An Introduction**. 8th ed. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc..
- Comlecki, G. K. & Ulutan, S., 2018. "Encapsulation of Linseed Oil dan Linseed Oil Based Alkyd Resin by Urea Formaldehyde Shell for self-healing Systems". **Progress in Organic Coating**, Volume 121, 190-200.
- Comleki, G. K. & Ulutan, S., 2018. "Encapsulation of Linseed Oil and Linseed Oil based Alkyd Resin by Urea Formaldehyde Shell for Self-Healing Systems". **Progress in Organic Coatings**, 193.
- Das, S. K., David, S. R. N., Rajabalaya, R. & Mukhopadhyay, H. K., 2011. "Microencapsulation Techniques and Its Practice". **Int J Pharma Sci Tech**, 6(2), 2-3.
- Davis, J., 2001. **Surface Engineering for Corrosion and Wear Resistance**. Ohio: ASM International.

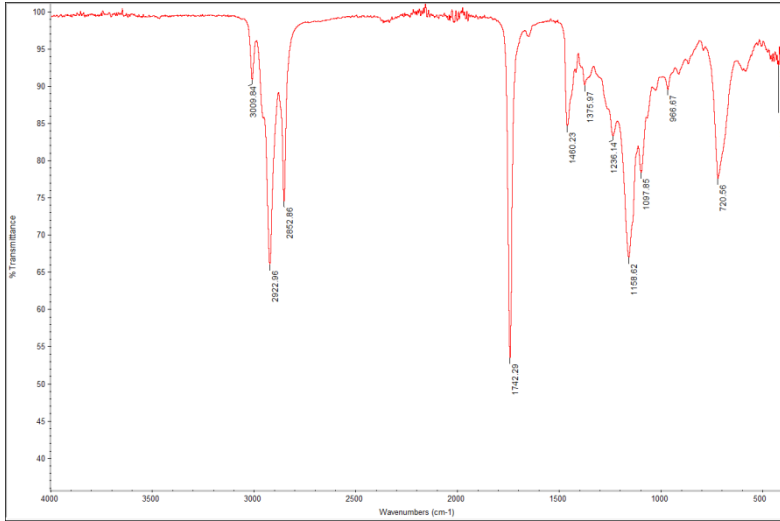
-
- Dodiuk, H. & Goodman, S. H., 1998. **Amino and Furan Resins** in: **Handbook of Thermoset Plastics**. Amerika Serikat: Elsevier, 72-76.
- Fan, C. & Zhou, X., 2010. **Effect of Emulsifier on Poly(Urea-Formaldehyde) Microencapsulation of Tetrachloroethylene**. 15-27.
- Fontana, M. G., 1986. **Corrosion Engineering**. Singapura: McGraw-Hill.
- Ghosh, S. K., 2006. **Functional Coatings**. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co..
- Gulrajani, M. L., 2013. **Advances in the Dyeing and Finishing of Technical Textiles**. Philadelphia: Woodhead Publishing Limited.
- He, R., 2017. **Formaldehyde and Cognition**. Beijing: Springer .
- Higgins, C., 2016. **Urea and the Clinical Value of Measuring Blood Urea Concentration**. *acutecaretesting.org*, p. 2.
- Juita, Dlugogorski, B. Z., Kennedy, E. M. & Mackie, J. C., 2012. **Low Temperature Oxidation of Linseed Oil: A Review**. *Springer*, pp. 1-4.
- Katoueizadeh, E., Zebarjad, S. M. & Janghorban, K., 2018. "Investigating the Effect of Synthesis Conditions on the Formation of Urea-Formaldehyde Microcapsules". **Journal of Materials Research and Technology**, 5.
- Khan, M. Y. & Hasan, S., 2006. **Effects of Diesel Addition on Viscosity of Linseed Oil and Consequent Effects on Performance Characteristics of CI Engine**. 1-5.
- Lang, S. & Zhou, Q., 2016. "Synthesis and Characterization of Poly(Urea-Formaldehyde) Microcapsules Containing Linseed Oil for Self-Healing Coating Development". **Progress in Organic Coatings**, 105.
- Leon, A. d. & Advincula, R. C., 2015. **Conducting Polymers with Superhydrophobic Effects as Anticorrosion Coating**. In: A. Tiwari, J. Rawlins & L. H. Hihara, eds. *Intelligent Coatings for Corrosion Control*. Ohio: Elsevier Inc., pp. 410-411.
-

-
- Makhlouf, A. S. H., 2014. **Techniques for Synthesizing and Applying Smart Coatings for Material Protection**. In: *Handbook of Smart Coatings for Materials Protection*. USA: Elsevier Inc., pp. 67-68.
- Myers, G. E., 1981. "Investigation of Urea-Formaldehyde Polymer Cure by Infrared". *Journal of Applied Polymer Science*, Volume 26, pp. 747-764.
- NACE International, 2016. *NACE study estimates global cost of corrosion at \$2,5 trillion annually*. <URL: <https://inspectioneering.com/news/2016-03-08/5202/nace-study-estimates-global-cost-of-corrosion-at-25-trillion-ann>>.
- National Center for Biotechnology Information, 2019. *Urea*. <URL: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/urea#section=Chemical-and-Physical-Properties>>.
- Odian, G., 2004. **Principles of Polymerization**. 4th ed. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc..
- Roumeli, E. et al., 2012. **Synthesis, Characterization and Thermal Analysis of Urea-Formaldehyde/Nano SiO₂ Resins**. *Thermochimica Acta*, pp. 33-39.
- Shahabudin, N., Yahya, R. & Gan, S. N., 2016. "Microcapsules of Poly(Urea-Formaldehyde) (PUF) Containing Alkyd from Palm Oil". *Proceedings Materials Today*, pp. 88-95.
- Silva, L. S., Lopez, V., Cuenca, N. & Valverde, J. L., 2018. "Poly(Urea-Formaldehyde) Microcapsules Containing Commercial Paraffin: In Situ Polymerization Study". *Colloid and Polymer Science*, p. 5.
- Sobel, R., 2014. **Introduction to Microencapsulation and Controlled Delivery in Foods**. *Elsevier Inc.*, pp. 3-4.
- Taylor, S., 2012. **The Role of Intrinsic Defects in the Protective Behavior of Organic Coatings**. In: M. Kutz, ed. *Handbook of Environmental Degradation of Materials (Second Edition)*. Texas: Elsevier Inc., p. 655.
- Thanawala, K., Mutneja, N., Khanna, A. S. & Raman, R. S., 2014. **Development of Self-Healing Coating Based on**
-

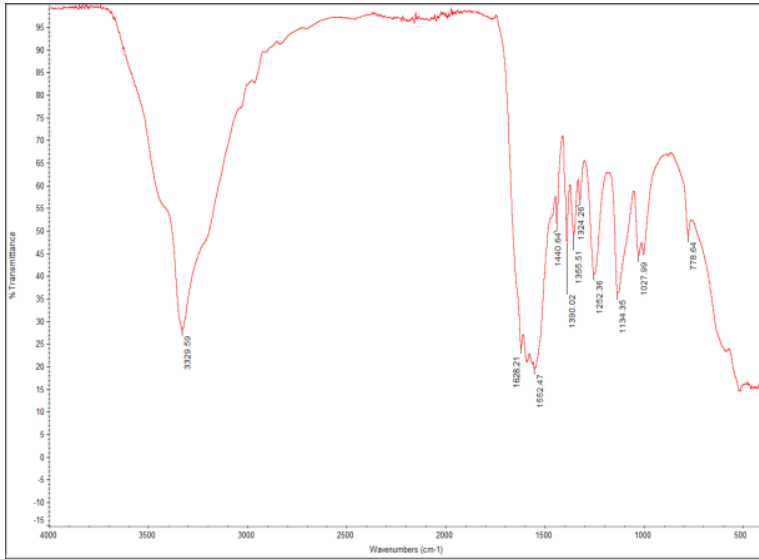
-
- Linseed Oil as Autonomous Repairing Agent for Corrosion Resistance.** *Materials*, pp. 7325-7338.
- Walker, J. F., 1944. *Formaldehyde*. New York: Reinhold Publishing Corporation.
- World Steel Association, 2018. *World Steel in Figures 2018*, s.l.: World Steel Association.
- World Steel Association, 2018. *Worldsteel Short Range Outlook 2018/2019*. <URL: <https://www.worldsteel.org/media-centre/press-releases/2018/worldsteel-Short-Range-Outlook-2018-2019.html>>.
- Xin, C., Tian, Y., Wang, Y. & Huang, X., 2013. "Effect of Curing Temperature on the Performance of Microencapsulated Low Melting Point Paraffin using Urea-Formaldehyde Resin as a Shell". *Textile Research Journal*, pp. 1-9.
- Zhang, F. et al., 2018. **Self-Healing Mechanism in Smart Protective Coatings: A Review.** *Corrosion Science*, p. 75.

LAMPIRAN

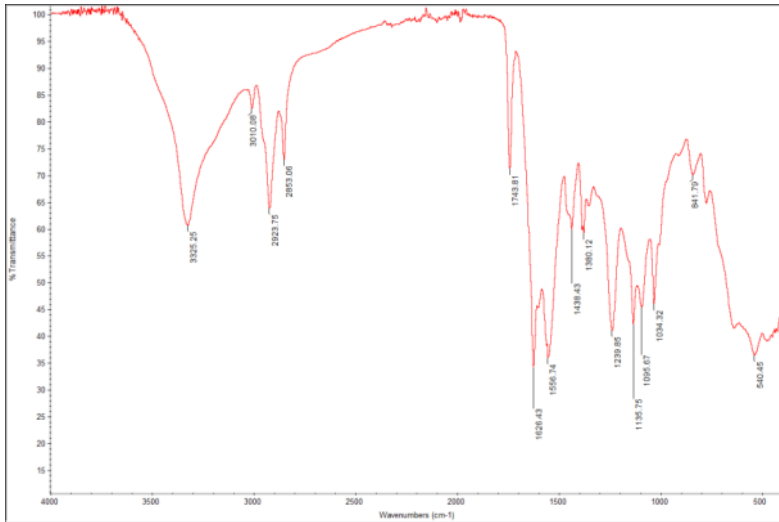
- a. Hasil Uji FTIR
1. Minyak Biji Rami



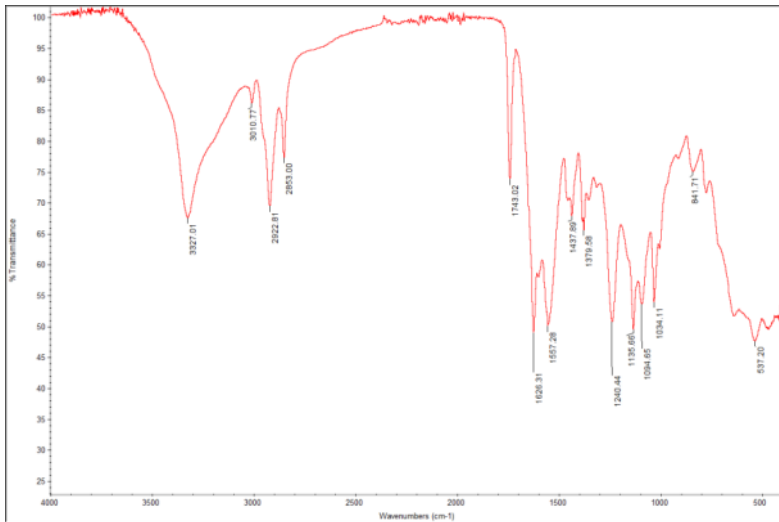
2. PUF



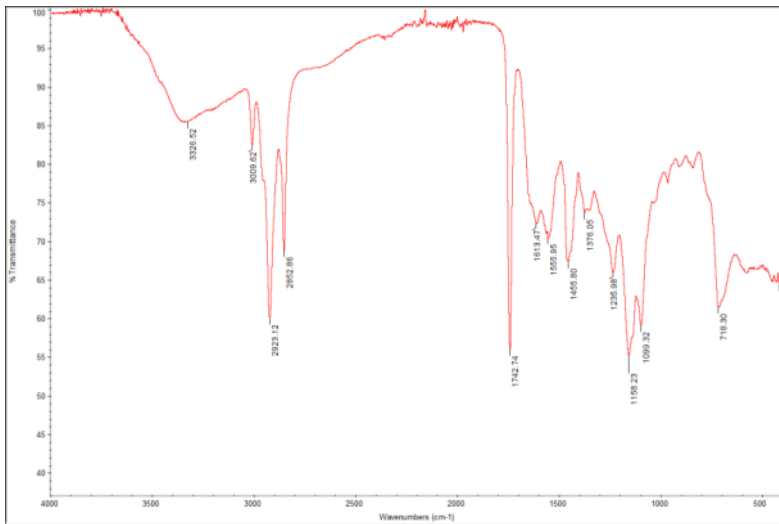
3. Mikrokapsul Temperatur Reaksi 40°C



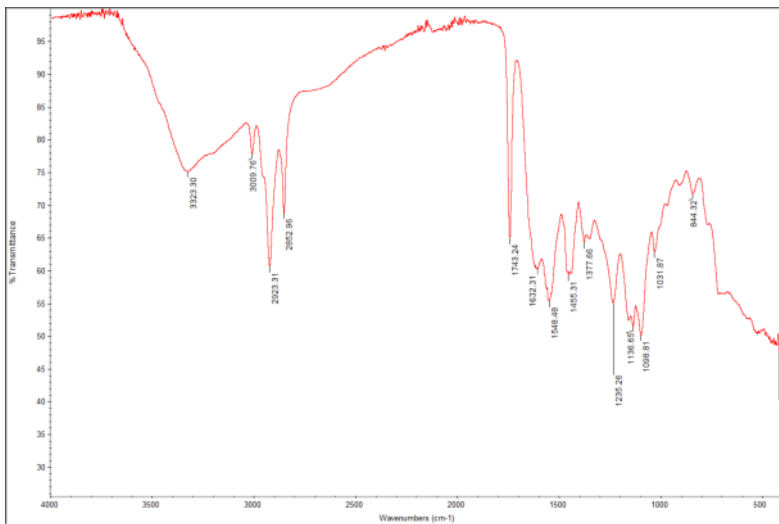
4. Mikrokapsul Temperatur Reaksi 50°C



5. Mikrokapsul Temperatur Reaksi 60°C



6. Mikrokapsul Temperatur Reaksi 70°C

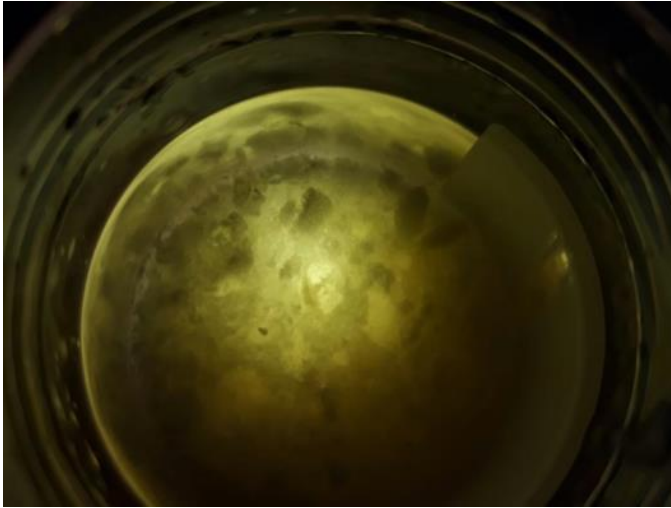


b. Hasil Pengamatan Visual

1. Mikrokapsul Temperatur Reaksi 40°C



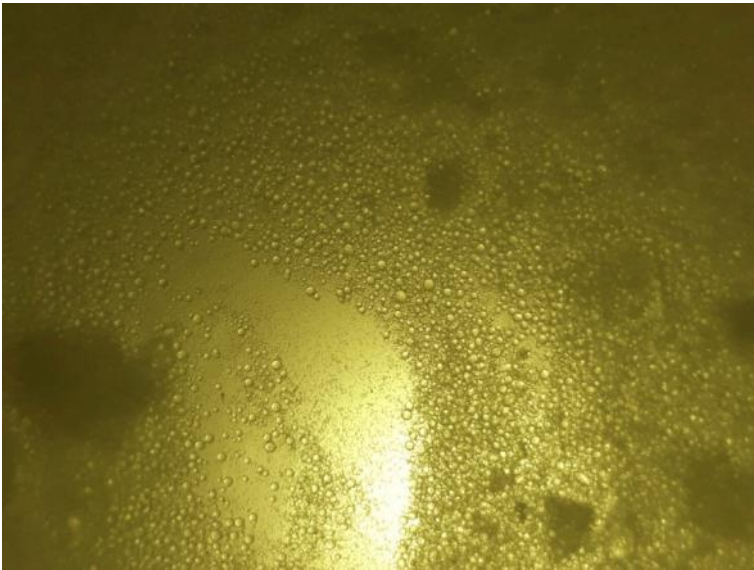
2. Mikrokapsul Temperatur Reaksi 50°C

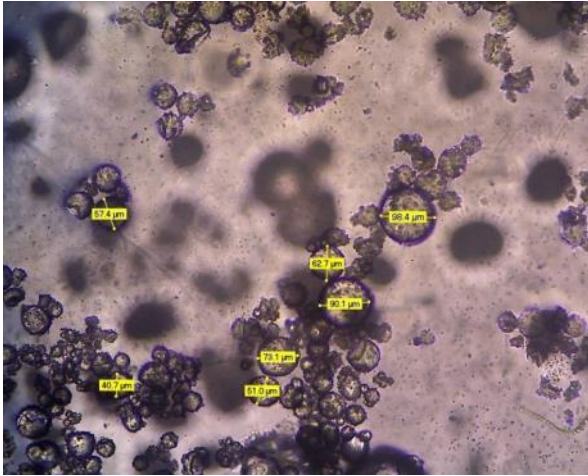


3. Mikrokapsul Temperatur Reaksi 60°C

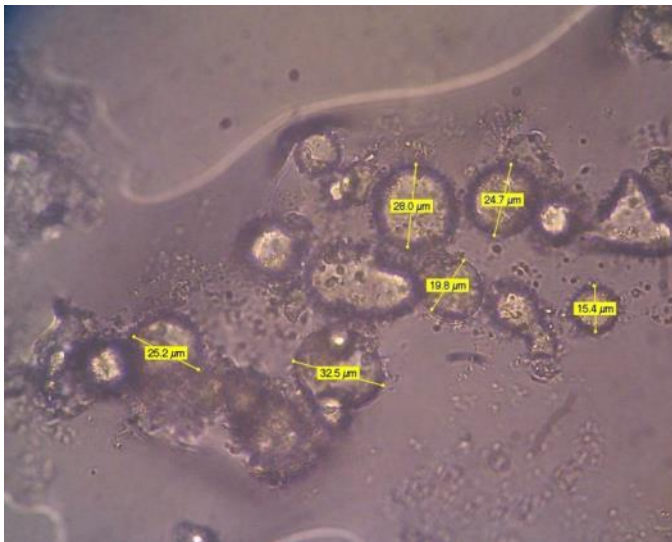
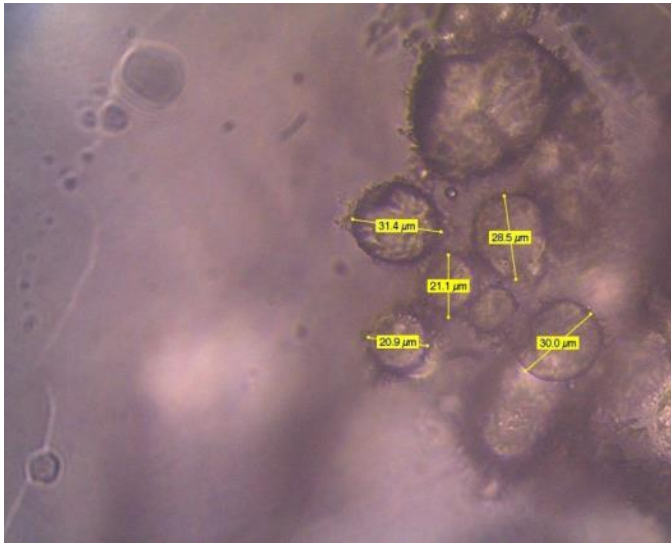


4. Mikrokapsul Temperatur Reaksi 70°C

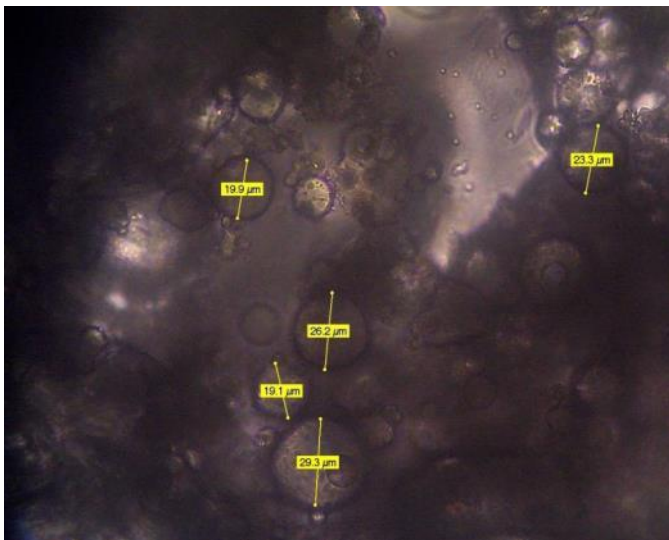
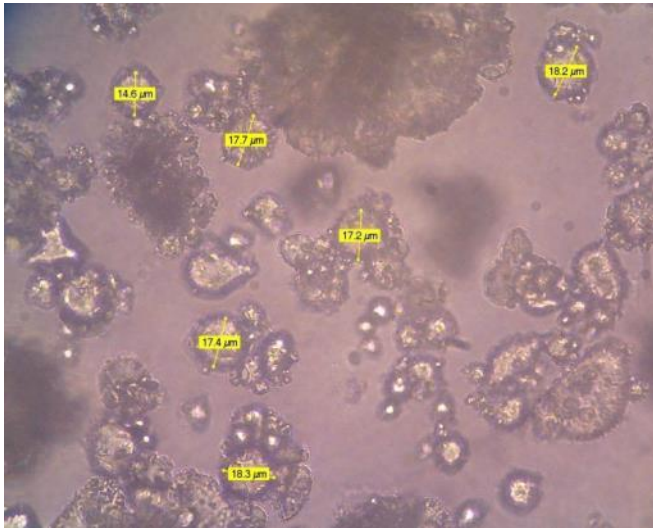


c. Hasil Karakterisasi Mikroskop Optik**1. Mikrokapsul Temperatur Reaksi 40°C**

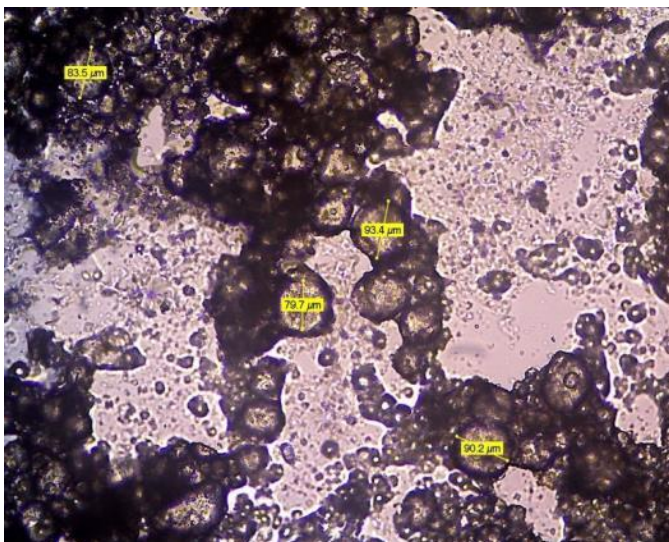
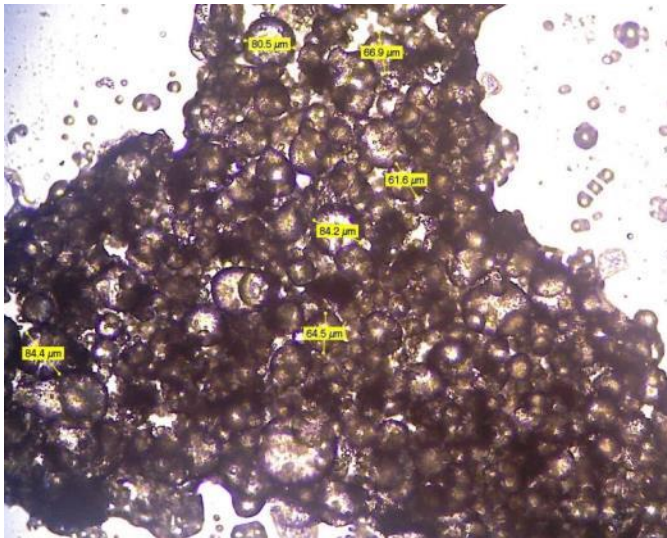
2. Mikrokapsul Temperatur Reaksi 50°C



3. Mikrokapsul Temperatur Reaksi 60°C



4. Mikrokapsul Temperatur Reaksi 70°C



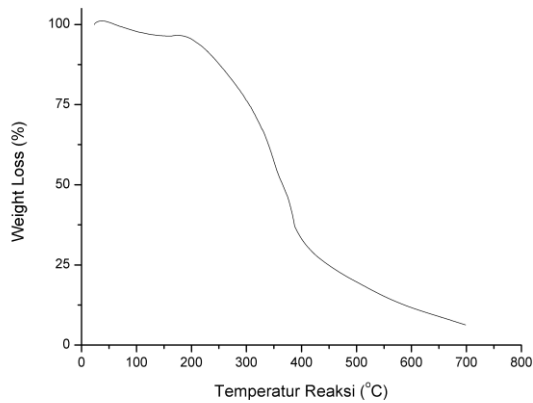
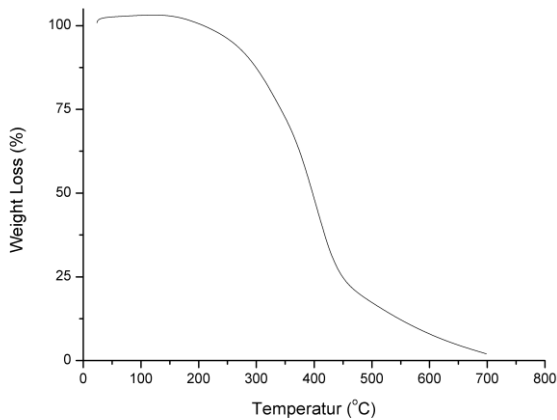
d. Diameter Mikrokapsul

Perhitungan Standard Deviasi:

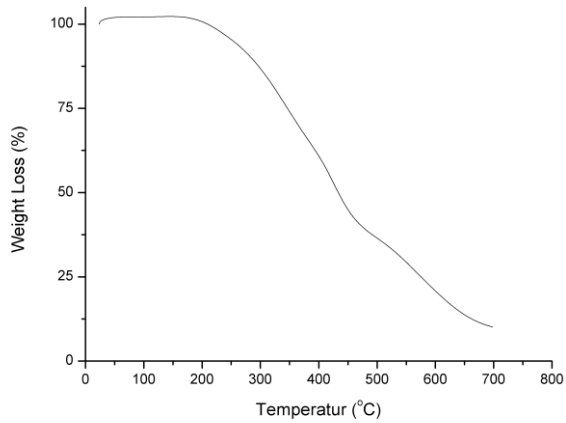
$$s = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}$$

| No. | Diameter Mikrokapsul | | | |
|-----|----------------------|-----------|-----------|-----------|
| | 40°C (µm) | 50°C (µm) | 60°C (µm) | 70°C (µm) |
| 1 | 62.7 | 31.4 | 28.9 | 52.8 |
| 2 | 88.8 | 28.5 | 19.9 | 52.6 |
| 3 | 92.1 | 20.9 | 24.8 | 49.9 |
| 4 | 93.5 | 30 | 16.5 | 56 |
| 5 | 57.9 | 18 | 25.4 | 52.6 |
| 6 | 57.4 | 16.7 | 20.7 | 52.6 |
| 7 | 44.2 | 15.7 | 55.7 | 61.1 |
| 8 | 90.3 | 47.8 | 64.9 | 73.2 |
| 9 | 74.8 | 30.7 | 30.4 | 66.3 |
| 10 | 65.2 | 19.8 | 20.4 | 63.3 |
| 11 | 96.8 | 23.5 | 13.3 | 55.2 |
| 12 | 66 | 27.9 | 18.2 | 54.3 |
| 13 | 64.2 | 20.7 | 18.3 | 61.9 |
| 14 | 51 | 23.7 | 24.8 | 62.8 |
| 15 | 54.5 | 16.5 | 20.4 | 62.8 |
| 16 | 88.5 | 15.1 | 30.7 | 59.5 |
| 17 | 80.1 | 17.7 | 29.2 | 50.9 |
| 18 | 61.6 | 29.4 | 21.5 | 53.8 |
| 19 | 56.2 | 28.8 | 19.7 | 57.7 |
| 20 | 107.4 | 26.1 | 42.4 | 65 |

| | | | | |
|------------------|-------|---------|--------|--------|
| 21 | 90.6 | 17.4 | 45.9 | 65 |
| 22 | 71.8 | 28.2 | 44.5 | 56.6 |
| 23 | 71.3 | 32.2 | 19.3 | 56.2 |
| 24 | 78.2 | 22.1 | 12.9 | 90.2 |
| 25 | 62.3 | 39.7 | 18 | 83.5 |
| 26 | 62.3 | 44.1 | 26.2 | 112.7 |
| 27 | 60.7 | 37.7 | 19.1 | 94 |
| 28 | 63.1 | 39.1 | 19.9 | 92.2 |
| 29 | 47.8 | 50.6 | 24 | 62.4 |
| 30 | 46.3 | 42.5 | 29.3 | 79.8 |
| 31 | 40.7 | 29.3 | 32.3 | 66.1 |
| 32 | 35.8 | 36.7 | 36.2 | 61.2 |
| 33 | 45.9 | 14.1 | 38.9 | 57.6 |
| 34 | 47.9 | 12.4 | 28.8 | 68.2 |
| 35 | 46.3 | 47.6 | 21.4 | 60.2 |
| 36 | 49.2 | 45.8 | 13.7 | 48.8 |
| 37 | 96.5 | 14.9 | 74.6 | 55.9 |
| 38 | 39.3 | 24.3 | 43.6 | 68.7 |
| 39 | 46.7 | 15.7 | 115.6 | 64.6 |
| 40 | 54.4 | 11.2 | 28.3 | 67.2 |
| Rata-Rata | 65.26 | 27.3625 | 30.965 | 64.385 |
| Standard Deviasi | 18,8 | 11 | 13,8 | 13,7 |

e. Grafik Pengujian TGA**1. Mikro kapsul Temperatur Reaksi 40°C****2. Mikro kapsul Temperatur Reaksi 50°C**

3. Mikro kapsul Temperatur Reaksi 70°C



(halaman ini sengaja dikosongkan)

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada:

1. Kedua orang tua, atas jasa-jasanya yang telah mendidik dan membesarkan saya.
2. Staff Laboratorium Manufaktur Departemen Teknik Material FTI-ITS.
3. Staff Laboratorium Karakterisasi Material Departemen Teknik Material FTI-ITS.
4. Staff Laboratorium SEM Departemen Teknik Mesin FT-UB.
5. Bapak-bapak dan Ibu-ibu dosen Departemen Teknik Material yang tidak dapat saya sebutkan satu persatu.
6. Teman-teman U60 Jaya (Obi, Fauzi, Hanif) yang telah memberikan dukungan moril, saling membantu, dan berjuang bersama-sama.
7. Partner Tugas Akhir Bagas Raditya Putra yang telah banyak membantu dan berjuang bersama-sama dalam menyelesaikan Tugas Akhir.
8. Teman-teman Laboratorium Inovasi Material atas keramahannya dan selalu berbagi canda tawa.
9. Mas Alfreda Krisna Altama, S.T. yang telah banyak membantu terkait penelitian ini.
10. Teman-teman Angkatan 2015 (MT17).
11. Teman-teman Adkesma BEM ITS Wahana Juang dan Gelora Aksi yang telah memberikan banyak pelajaran, dukungan moril, dan berbagi canda tawa.

(halaman ini sengaja dikosongkan)

BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Taufiq Byomantoro Hanurogo, merupakan anak pertama dari pasangan Bayu Riyadi Widhiyanto dan Pramesti Kusumawardani yang lahir di Yogyakarta, 22 Oktober 1997. Penulis memiliki adik perempuan bernama Annisa Prasanti Widyadhari. Penulis menyelesaikan studi formalnya di SD Islamic Village Tangerang, SMP Islamic Village Tangerang dan di SMA Negeri 8 Tangerang. Kemudian penulis melanjutkan studi S1 di Teknik Material, Fakultas Teknologi Industri ITS pada tahun 2015.

Selama menjadi mahasiswa, penulis aktif di organisasi *National Association of Corrosion Engineers* (NACE) ITS SC sebagai Staff Departemen Internal (2016 - 2017), Badan Eksekutif Mahasiswa (BEM) ITS sebagai Staff Kementerian Advokasi Kesejahteraan Mahasiswa (2016 - 2018), dan sebagai Direktur Jenderal Akademik dan Finansial Kementerian Advokasi Kesejahteraan Mahasiswa (2018 - 2019). Selain itu, dalam waktu luangnya, penulis berkesempatan melaksanakan magang di Medco Oman LLC di Muscat, Oman, PT. GMF AeroAsia Tbk. di Tangerang, Banten, dan PT. Medco E&P Indonesia di Jakarta. Dalam studinya di Teknik Material, penulis mengambil Tugas Akhir dalam bidang studi Material Inovatif.

Kontak yang dapat dihubungi melalui email taufiq.byomantoro@gmail.com

(halaman ini sengaja dikosongkan)