

SKRIPSI
PENENTUAN KONDISI OPTIMUM REAKSI SULFONASI HIPS
DENGAN VARIASI TEMPERATUR DAN WAKTU REAKSI

Oleh :

Ratih Andalusi

0606040450



UNIVERSITAS INDONESIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM EKSTENSI KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
DEPOK
2008

**PENENTUAN KONDISI OPTIMUM REAKSI SULFONASI HIPS
DENGAN VARIASI TEMPERATUR DAN WAKTU REAKSI**

**Skripsi diajukan sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains**

Oleh :

**Ratih Andalusi
0606040450**



DEPOK

2008

SKRIPSI : PENENTUAN KONDISI OPTIMUM REAKSI SULFONASI HIPS
DENGAN VARIASI TEMPERATUR DAN WAKTU REAKSI

NAMA : RATIH ANDALUSI

NPM : 0606040450

SKRIPSI INI TELAH DIPERIKSA DAN DISETUJUI

DEPOK, November 2008

Dr. Emil Budianto
PEMBIMBING I

Dr.Eng. Agus Haryono
PEMBIMBING II

Tanggal lulus Ujian Sidang Sarjana :

Penguji I :

Penguji II :

Penguji III :

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kondisi optimum dari proses reaksi sulfonasi pada sampel HIPS (*High Impact Polystyrene*), sebagai flokulan di dalam penanganan limbah cair. Sampel berupa biji pelet HIPS murni dibandingkan dengan kemasan minuman komersial yang mengandung HIPS, serta biji pelet Polistirena (PS).

Pada uji kelarutan dari sampel polimer di atas, didapatkan hasil yaitu sampel larut di dalam pelarut organik seperti kloroform dan 1,2 dikloroetan. Sampel yang digunakan pada percobaan ini adalah HIPS murni, PS dan limbah kemasan minuman yogurt. Variasi suhu reaksi pada 60 °C, 50 °C, 40 °C dan 26 °C dari ketiga jenis sampel terhadap derajat sulfonasi pada waktu reaksi 10 jam.

Proses sulfonasi yang telah dilakukan pada sampel HIPS, limbah kemasan dan PS selama 10 jam didapatkan derajat sulfonasi terbesar pada sampel PS sebesar 95,63%. Lalu HIPS sebesar 85,23% dan limbah kemasan sebesar 72,24% pada suhu optimum sekitar 40 °C.

Pada variasi waktu reaksi yang dilakukan pada sampel limbah kemasan dan HIPS didapat derajat sulfonasi terbesar limbah kemasan pada waktu reaksi sekitar 20 jam sebesar 69,64 %. Sedangkan pada HIPS derajat sulfonasi terbesar terdapat pada waktu reaksi sekitar 15 jam sebesar 87,43%.

Kata kunci : Polistirena, HIPS, Sulfonasi

Xii + 50 hlm; gbr; tab; lam

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur kepada Allah SWT yang telah memberikan rahmat serta karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan penyusunan karya ilmiah ini. Karya ilmiah ini merupakan salah satu syarat untuk menyelesaikan program studi Ekstensi Kimia, Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.

Karya ilmiah ini berjudul Penentuan Kondisi Optimum reaksi Sulfonasi HIPS dengan Variasi Temperatur dan Waktu reaksi, yang proses penelitiannya dilaksanakan di Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Puspitek Serpong, selama kurang lebih 4 bulan.

Selama proses penelitian serta penyusunan karya ilmiah, penulis banyak memperoleh bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak. Untuk itu penulis ingin mengucapkan rasa terima kasih kepada :

1. Allah SWT, Atas segala rahmat dan hidayahnya sehingga penulis dapat menyelesaikan karya ilmiah ini.
2. Ayah, Bunda serta kedua adikku yang banyak mendukung terselsaikannya karya ilmiah ini.
3. Dr.Emil Budianto selaku pembimbing 1 pada penulisan karya ilmiah ini. Memberikan waktu dan masukan yang berguna bagi penulis.

4. Dr.Eng. Agus Haryono selaku pembimbing 2 pada penulisan karya ilmiah ini.
5. Asep Saefumillah SSi.M.Si. PhD Selaku koordinator penelitian program Ekstensi Kimia Universitas Indonesia.
6. Bpk Sunardi, Selaku Pembimbing akademik dan penasehat yang baik ketika penulis sedang mengalami kesulitan.
7. Seluruh penguji yang banyak memberikan masukan yang baik bagi penulis. Drs. Sultan Bajri,M.Si, Dr.Ridla Bakri,M.Phil, dan Dr. Endang Saepudin.
8. Seluruh Staf dosen dan staf tata usaha Jurusan Kimia yang begitu banyak membantu penulis dalam menyusun karya ilmiah ini.
9. Penjaga Perpustakaan Kimia FMIPA UI, yang selalu baik dalam melayani mahasiswanya.
10. Seluruh Staf dan Pegawai Puslit LIPI, Puspitek serpong, khususnya Lab POLIMER *Reaserch*. Mba evi, Pak edy yang memberikan banyak masukan, Bu dewi, Mba yuli, Mbak mamik, Randy, Amal, Pak Iyan, Lukman, teman seperjuangan dll.
11. Seluruh teman-teman DIII Kimia Terapan 2002. Doni , Moko , Mel , Arphan , Ijul , Ari , Mema , Nody, Pito, Ua, Madun, Inggit, Freddo, Yuda, Arya, dll.
12. Ekstensi Kimia 2006 yang selalu menjadi penyemangat dalam suka maupun duka. Lia, Riza, Wery, Ina, Marni, Imel, Dila, Tika, Ari, Bang Ramos, Fevi, Dian, Amrina, Zora ,dan Nissa.

13. Teman-teman terbaikku. Ratih kumala dewi, Diah wulandari, dan Puriyati. Yang memberikan semangat penulis, hingga dapat menyelesaikan studi di Kimia FMIPA UI.
14. Teman senasib seperjuangan , yang membuat hari-hari di lipi terasa penuh tawa dan arti. Menangis dan tersenyum bersama dalam penyusunan karya ilmiah ini. Hesti Prihastuti.
15. Teman-teman yang selalu membuat hari-hari menjadi berwarna, Rai “roye” Supartha, Nuriana Ayuningtyas, Dini Karunia, Arif Rachmanto, Pangestu Handayani, R.Nurul Ashri dll.
16. Teman berbagi seumur hidup, yang membuat semuanya jadi indah, dan menjadi sumber inspirasi bagi penulis. Warmint Wijaya.

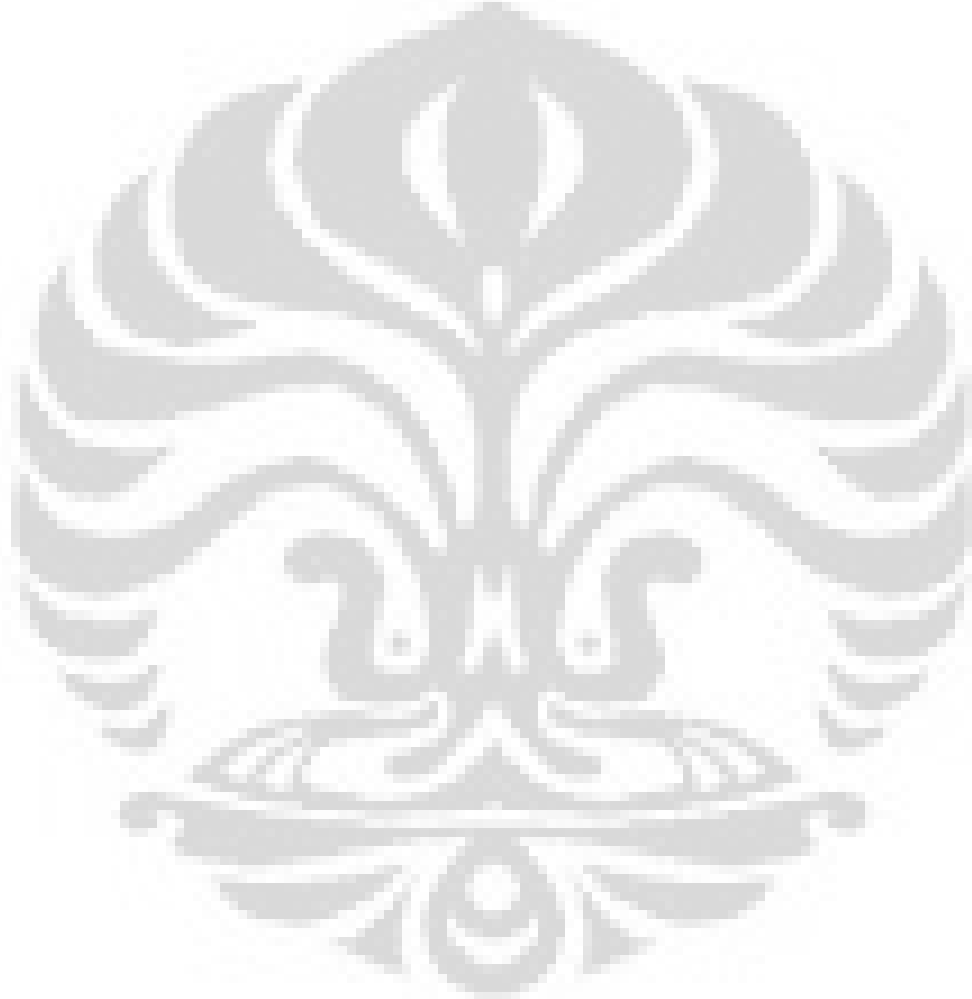
Penulis, 2008

DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR	i
ABSTRAK	iv
DAFTAR ISI	v
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar belakang	1
1.2 Hipotesis	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Polimer	5
2.2 Polistirena	6
2.2.1 Sifat-sifat Umum dari Polistirena	7
2.3 HIPS (<i>High Impact Polystyrene</i>).....	9
2.4 Daur Ulang Polimer	11
2.5 Proses Sulfonasi	12
2.6 Proses Flokulasi dan Koagulasi	14
2.6.1 Koagulan Polimer	14
2.6.2 Fungsi Polimer sebagai Koagulan dan Flokulan.....	15
2.7 Analisa Gugus Fungsi	16

2.7.1 NMR (<i>Nuclear Magnetic Resonance</i>)	16
2.7.2 FTIR (<i>Fourier Transform Infrared</i>)	17
2.7.3 Spektroskopi <i>Ultraviolet (Uv-Vis)</i>	18
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Metode Penelitian.....	19
3.1.1 Bahan	20
3.1.2 Alat	20
3.1.3 Uji Kelarutan	20
3.1.4 Variasi Temperatur dan Waktu Reaksi	21
3.1.5 Penentuan Derajat Sulfonasi Polistiren Sulfonat	22
3.1.6 Penentuan Derajat Kelarutan PSS	23
3.1.7 Penentuan SPS sebagai Flokulan	23
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Analisis Karakterisasi Sampel HIPS.....	24
4.2 Analisis Reaksi Sulfonasi	26
4.2.1 Variasi Sampel HIPS, PS, dan Limbah Kemasan Minuman	26
4.2.2 Variasi Temperatur Reaksi Sulfonasi	31
4.2.3 Variasi Waktu Reaksi Sulfonasi.....	33
4.2.4 Perhitungan Persen Yield Produk.....	35
4.3 Analisis Derajat Kelarutan	38
4.4 Analisis Instrument NMR.....	39
4.4.1 Analisis Gugus Fungsi.....	39
4.5 Analisis Laju Sedimentasi	42

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Kesimpulan	46
5.2 Saran.....	47
DAFTAR PUSTAKA	48
LAMPIRAN	51



DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1 Monomer Stirena	6
2.2 Struktur HIPS dari proses pencampuran secara fisika	10
2.3 Struktur HIPS yang dibuat dengan proses kopomerisasi	10
2.4 Orientasi Spin Inti Hidrogen	16
4.1 Reaktor Sulfonasi	27
4.2 Membran Dialisa	27
4.3 Spektrum FTIR HIPS murni	28
4.4 Spektrum FTIR PS murni	29
4.5 Spektrum FTIR limbah botol kemasan yang belum disulfonasi	29
4.6 Spektrum FTIR HIPSS dari botol kemasan yogurt	30
4.7 Derajat Sulfonasi HIPS, PS, dan Kemasan Botol dengan Variasi Temperatur	31
4.8 Derajat Sulfonasi HIPS dan kemasan botol yogurt dengan variasi waktu reaksi	34

4.9	Efek temperatur terhadap persen <i>yield</i>	37
4.10	Efek Waktu reaksi terhadap persen <i>yield</i>	37
4.11	HIPSS dari limbah	38
4.12	HIPSS dari HIPS murni	38
4.13	Grafik derajat kelarutan antara HIPSS dengan limbah kemasan	39
4.14	Spektrum ^1H NMR PS murni	40
4.15	Spektrum ^1H NMR HIPS	40
4.16	Skema Alat NMR	41
4.17	Koagulasi HIPSS	43
4.18	Laju sedimentasi dari HIPSS	43
4.19	Laju Sedimentasi dari Tawas : HIPSS	45

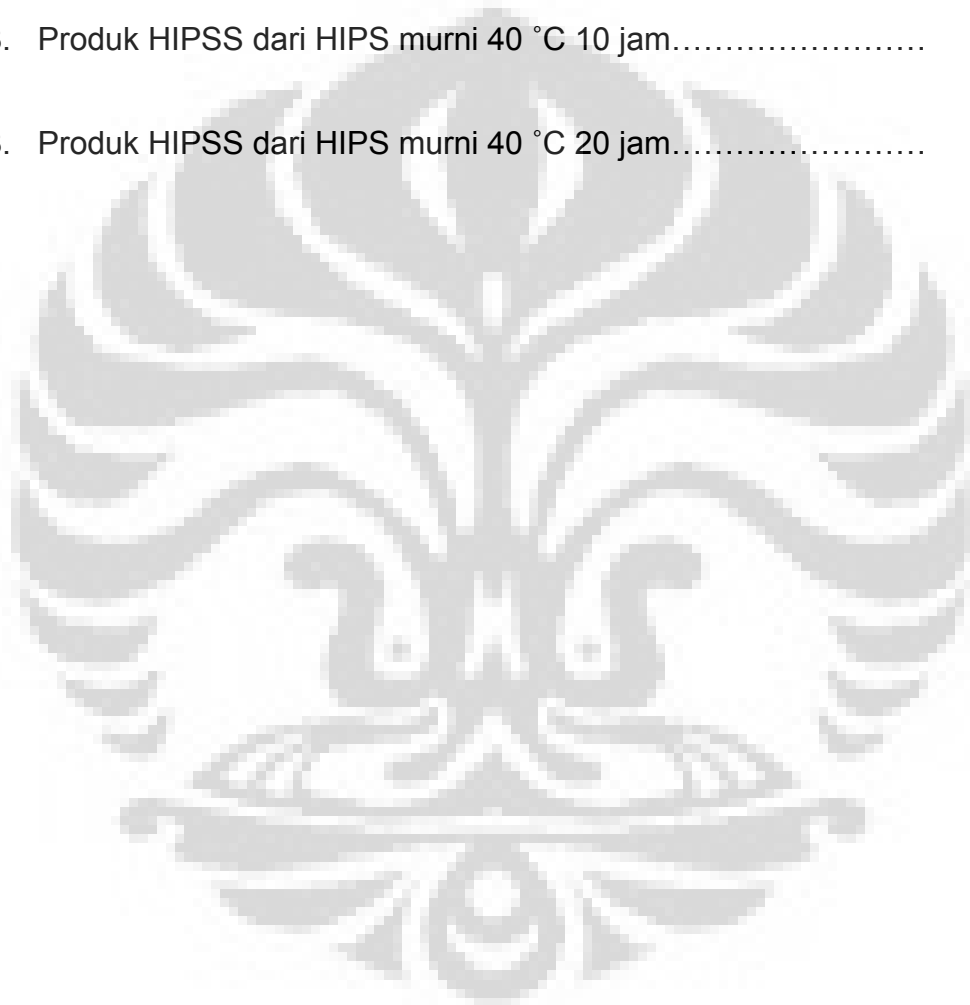
DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1 Konsumsi Plastik di Indonesia	5
4.1 Proses Pelarutan Sampel	25
4.2 Analisis Spektrum FTIR HIPS Murni	28
4.3 Analisis FTIR PS	28
4.4 Analisis FTIR Kemasan Minuman yogurt	29

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN	Halaman
1. Data Hasil Derajat Sulfonasi dengan variasi temperatur.....	51
1. Data hasil derajat sulfonasi dengan variasi waktu reaksi	51
2. Spektrum FTIR HIPSS dari limbah kemasan 40 ° C 20 jam waktu Reaksi.....	52
3. Spektrum ^1H NMR HIPS murni.....	52
3. Spektrum C^{13} NMR HIPS murni.....	52
4. Spektrum ^1H NMR PS murni.....	53
5. Tabel derajat kelarutan.....	54
5. Grafik derajat kelarutan dengan variasi waktu reaksi.....	54
6. Reaktor sulfonasi	55
6. Membran dialisis.....	55
6. Instrumen FT- IR	55
7. Pelet HIPS dan PS (Aldrich).....	55

7. Sampel limbah kemasan.....	55
8. Produk HIPSS dari limbah kemasan 40 °C 10 jam.....	56
8. Produk HIPSS dari limbah kemasan 40 °C 20 jam.....	56
8. Produk HIPSS dari HIPS murni 40 °C 10 jam.....	56
8. Produk HIPSS dari HIPS murni 40 °C 20 jam.....	56



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kemajuan teknologi memberikan efektifitas dalam pengemasan makanan dan minuman. Berbagai jenis kemasan memudahkan makanan untuk didistribusikan. Makanan dan minuman menjadi lebih awet dan memiliki nilai jual yang tinggi. Dewasa ini terdapat tiga macam bahan pengemas yang sering digunakan yakni kertas dan bahan sejenisnya, logam, dan plastik.

Bagi sebagian besar masyarakat plastik digunakan sebagai kemasan makanan dan cenderung dianggap sebagai pelindung makanan yang praktis. Salah satu bahan pengemas makanan adalah polistirena yang diragukan keamanannya. Polistirena menjadi pilihan bisnis pangan karena mampu mempertahankan kebocoran, tahan terhadap panas dan dingin tanpa merubah bentuknya serta nyaman untuk dipegang dan dipergunakan. Pada bulan Juli 2001 Divisi Keamanan Pangan Pemerintah Jepang menyatakan bahwa residu stirena dalam makanan sangat berbahaya. Residu tersebut dapat menyebabkan gangguan kesehatan EDC (*Endocrine Disrupter*) pada manusia, yaitu gangguan pada sistem *endokrinologi* dan reproduksi pada manusia.⁽¹⁾

Penggunaan polimer polistirena yang berlebihan dapat mengganggu konservasi lingkungan. Ini mengacu kepada hasil pembuangan plastik kemasan bekas pakai yang dapat merusak kelestarian lingkungan. Selama ini upaya yang telah dilakukan untuk mengatasi masalah sampah plastik adalah proses daur ulang plastik dengan cara *reduce, reuse, recycle* dan *recover*⁽³⁾. *Reduce* yaitu mengurangi konsumsi pemakaian EPS (*Expanded Polystyrene*) pada industri, dengan cara mengoptimalkan rancangannya. *Reuse* yaitu penggunaan kemasan secara berulang. *Recycle* yaitu melakukan daur ulang terhadap kemasan bekas pakai menjadi material baru yang bermanfaat. *Recover* yaitu EPS dapat dibakar di dalam *incinerator* atau mesin pengkonversi energi lainnya untuk menghasilkan energi dengan dampak lingkungan yang minimal, karena EPS memiliki nilai kalori yang tinggi. Telah dikembangkan juga beberapa penelitian, yang dilakukan untuk mengatasi masalah ini. Salah satunya adalah penelitian untuk mensintesis polistirena sulfonat dengan proses sulfonasi agar dapat digunakan sebagai polimer koagulan dalam mengatasi limbah cair.

Inagaki, Y *et al*⁽²⁾ melakukan penelitian sulfonasi limbah polistirena dengan menggunakan asam sulfat berasap (60%wt SO₃) menggunakan pelarut sikloheksana dan meneliti efek flokulannya terhadap suspensi kaolin. Hasilnya NaPSS (Natrium Polistirena Sulfonat) yang dihasilkan dapat meningkatkan laju sedimentasi dari kaolin. Penelitian yang sama juga telah dilakukan oleh Listyarini⁽¹²⁾, dengan melakukan sulfonasi terhadap EPS

(*Expanded Polystyrene*) berupa limbah kemasan elektronik, untuk menghasilkan flokulan.

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kondisi optimum proses sulfonasi polistirena dengan jenis HIPS (*High Impact Polistyrene*) dilakukan dengan memvariasikan pada temperatur reaksi, waktu reaksi, dan pelarut organik. Produk hasil sulfonasi polistirena dapat larut air dengan memiliki bagian rantai polimer anoinik yang dapat mengadsorbsi material kationik dari larutan. Koagulan anionik dapat membantu proses pengolahan limbah cair dalam skala rumah tangga maupun industri.

1.2 Hipotesis

Pada penelitian yang akan dilakukan, yaitu pembuatan flokulan dari HIPS (*High Impact Polistyrene*) dengan variasi temperatur reaksi dan waktu reaksi, diharapkan didapatkan hasil produk yang optimal dalam penanganan masalah limbah cair. Dilakukan variasi temperatur, agar proses sulfonasi berjalan dengan maksimal. Dimana pada temperatur optimum derajat sulfonasi dari HIPSS (*High Impact Polistyrene Sulfonate*) terlihat paling besar. Variasi waktu reaksi bertujuan sama, yaitu mendapatkan nilai derajat sulfonasi yang paling besar.

Dengan mendapatkan kondisi reaksi secara optimum dari proses sulfonasi HIPS yang berasal dari limbah kemasan plastik, diharapkan hasil produk yang dihasilkan dapat dipakai untuk menanggulangi masalah

pencemaran, terutama dalam mengatasi limbah kationik dengan cara mengkoagulasi limbah tersebut sehingga dapat dipisahkan.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Polimer ^{3,4}

Polimer adalah molekul besar atau makromolekul yang dibangun oleh molekul-molekul kecil (monomer) yang tersusun secara berulang. Polimer dapat dibedakan menjadi dua yaitu homopolimer dan kopolimer.

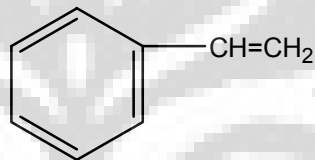
Plastik merupakan material yang terbuat dari polimer, *filler*, *plasticizer*, antioksidan, *lubricant*, dan *stabilizer* yang banyak digunakan dalam kehidupan sehari-hari. Penggunaan plastik dalam jumlah besar dan berlebihan dapat merusak kelestarian alam dan konservasi lingkungan, karena limbah plastik sulit untuk didaur ulang. Plastik yang paling banyak digunakan di dalam kehidupan sehari-hari adalah HDPE (*High Density Polyethylene*), diikuti oleh LDPE (*Low Density Polyethylene*), PP (*PolyPropylene*), PVC (*PolyVinyl Chloride*), dan (PS) Polistirena.

Tabel 2.1 Konsumsi plastik di Indonesia ⁽⁵⁾

Produk	Jenis Polimer	Konsumsi (ton)
Pengemasan	PE,nylon	31,450
Kantung plastik	PP,PVC,PE	661,590
Gelas plastik	PP	118,160
Kotak makanan	PC,PS	57,610
Botol plastik	PE,PVC,PC,PET	239,610
<i>Styrofoam</i>	PS	21,050
<i>Jerry cans</i>	HDPE	33,873

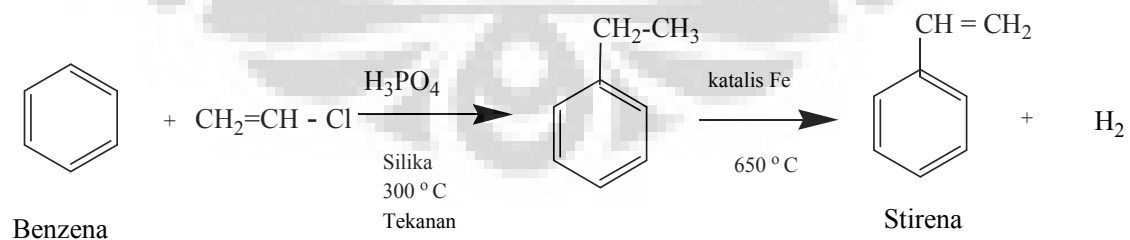
2.2 Polistirena⁶

Polistirena merupakan salah satu jenis polimer yang terbentuk dari monomer stirena yang merupakan turunan dari benzena. Polimer ini tersusun atas ikatan sederhana antara kepala dan ekor dari unit monomer dan bersifat *amorphous*. Pada temperatur kamar polistirena berwujud padat dan termoplastik, tetapi dapat meleleh pada temperatur yang tinggi dalam pencetakan dan proses ekstruksi (pelelehan polimer).

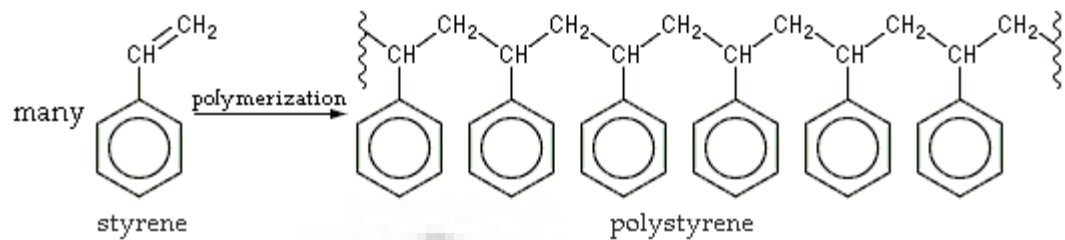


Gambar 2.1 : monomer stirena

Proses pembentukan monomer stirena dan proses pembentukan polistirena dapat dilihat pada reaksi 2.1 dan 2.2 berikut ini.



2.2



Polistirena merupakan hasil polimerisasi dari monomer-monomer stirena, dimana monomer stirenya di dapat dari hasil proses dehidrogenisasi dari etil benzena (dengan bantuan katalis), sedangkan etil benzenanya sendiri merupakan hasil reaksi antara etilena dengan benzena (dengan bantuan katalis).

2.2.1 Sifat-sifat Umum dari Polistirena^{3,5}

Sifat-sifat umum dari polistirena (PS) dapat dilihat sebagai berikut :

1. Sifat mekanis

Sifat-sifat mekanis yang menonjol dari bahan ini adalah kaku, keras, mempunyai bunyi seperti metalik bila dijatuhkan.

2. Ketahanan terhadap bahan kimia

Ketahanan PS terhadap bahan-bahan kimia umumnya tidak sebaik ketahanan yang dipunyai oleh PP (Polipropilena) atau PE (Polietilena). PS larut dalam eter, hidrokarbon aromatik dan hidrokarbon mengandung klor. PS juga mempunyai daya serap air yang rendah, yaitu di bawah 0,25%.

3. Ketahanan abrasi

PS mempunyai kekuatan permukaan relative lebih keras dibandingkan dengan jenis termoplastik yang lain.

4. Transparansi

Sifat optis dari PS adalah mempunyai derajat transparansi yang tinggi, dapat melalui semua panjang gelombang cahaya (Absorbansi sekitar 90%). Disamping itu dapat memberikan kilauan yang baik yang tidak dimiliki oleh jenis plastik lain, dimana bahan ini mempunyai indeks refraksi sebesar 1,592.

5. Sifat elektrik

Karena mempunyai sifat daya serap air yang rendah maka PS digunakan untuk keperluan alat-alat listrik. PS foil digunakan untuk pelapis dari kapasitor, koil dan keperluan radar.

6. Ketahanan panas

PS mempunyai *softening point* rendah (90°C) sehingga PS tidak digunakan untuk pemakaian pada suhu tinggi atau misalnya pada makanan yang panas. Suhu maksimum yang boleh dikenakan dalam pemakaian adalah 75°C, selain itu PS mempunyai sifat konduktifitas panas yang rendah.

Polistirena memiliki berbagai aplikasi di dalam kehidupan sehari-hari. Polistirena dapat ditemukan dalam berbagai bentuk dan kegunaan seperti mangkuk sup, sendok, gelas, gelas kopi dan sebagainya, serta dapat dijumpai di rumah, kantor maupun di restoran.

2.3 HIPS (*High Impact Polystyrene*)^{3,7}

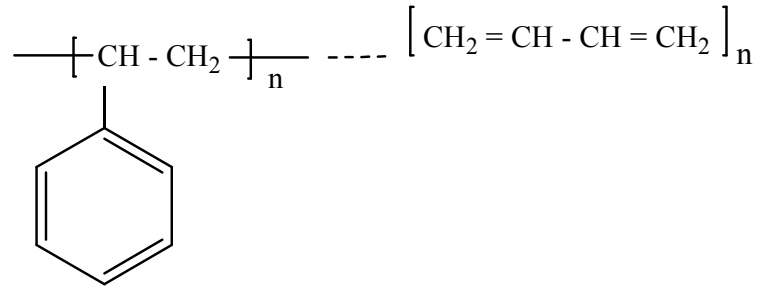
Densitas : 1,08 gram/cm³

Tensile Strength : 42 Mpa

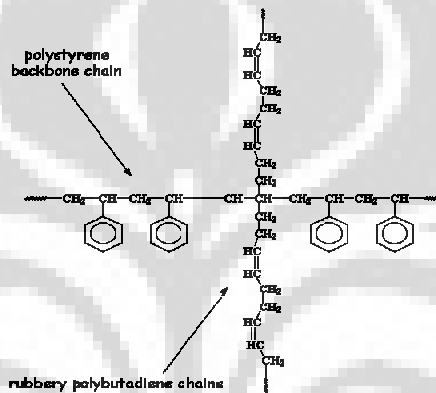
Water Absortion : 0,2 %

HIPS (*High Impact Polystyrene*) merupakan salah satu jenis polimer termoplastik. Polimer ini merupakan turunan dari polimer polistirena, yaitu dibuat dengan ditambahkan polimer polibutadiena pada saat proses polimerisasi. Kelebihan HIPS dibandingkan dengan polistirena adalah sifatnya yang lebih lentur dibandingkan dengan polistirena, mudah diproses serta murah. Tetapi kekurangan polimer ini adalah sifat elektriknya dan sifat transparasinya kurang dibanding polistirena, serta lebih banyak menyerap uap air.

HIPS dibuat dengan menggunakan dua metode, yang pertama adalah proses pencampuran fisika atau *blending* polistirena dengan *butadiene rubber*, sehingga menghasilkan suatu campuran polimer yang lebih tahan kekuatan impak dan cocok digunakan dalam berbagai macam aplikasi. Cara kedua adalah dengan proses kopolimerisasi dari monomer stirena dan *butadiene rubber* yang akan menghasilkan jenis kopolimer yang bercabang.



Gambar 2.2 Struktur HIPS dari proses pencampuran secara fisika (blending polistirena dengan polibutadiena)



Gambar 2.3 Struktur HIPS yang dibuat dengan proses kopomerisasi

HIPS banyak digunakan dalam aplikasi rumah tangga sebagai media pengemas, seperti pada pengemasan alat elektronik, komputer, kalkulator, mainan anak-anak dan yang lainnya.

Pada penelitian ini digunakan polistirena jenis ini untuk dapat mengetahui keefektifannya dalam proses koagulasi dan flokulasi di dalam penanganan limbah cair.

2.4 Daur Ulang Polimer ⁸

Penggunaan besar-besaran dari resin polimer dapat menyebabkan kerusakan lingkungan, untuk itu terdapat beberapa metode untuk mengatasi permasalahan tersebut khususnya menggunakan resin polistirena. Berikut ini adalah beberapa metode yang dapat digunakan untuk mendaur ulang polimer seperti HIPS.

1. Proses degradasi

Proses ini mendekomposisikan polimer menjadi monomernya. Proses degradasi ini umumnya menggunakan tambahan berupa energi panas, radiasi ultraviolet, penanganan secara kimia atau biologi.

2. Proses pelelehan

Proses ini melelehkan polimer pada titik lelehnya, kemudian mencetaknya kembali menjadi bentuk yang diinginkan.

3. Penambahan gugus fungsional

Proses ini adalah penambahan gugus fungsional pada rantai polimer di dalam limbah plastik, sehingga akan menghasilkan manfaat yang baru.

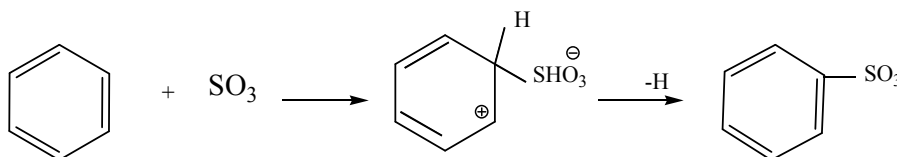
Gugus fungsional berupa cincin benzena merupakan karakteristik dari polistirena, yang mendukung terbentuknya polimer baru yang memiliki perbedaan sifat dan kegunaan. Molekul murni polistirena bersifat non polar dan tidak larut dalam air, tetapi bila ditambahkan gugus fungsional hidrofilik

seperti sulfonat, dapat merubah kelarutan dari polistiren yang dapat larut di dalam air. Kelarutan polistirena di dalam air dapat dipergunakan sebagai flokulan di dalam penanganan limbah cair, karena memiliki muatan ion (anionik) pada gugus fungsionalnya. Polimer tersulfonasi tersebut membentuk ikatan ionik dengan partikel ion (kation) yang terkandung di dalam limbah cair dari proses industri.

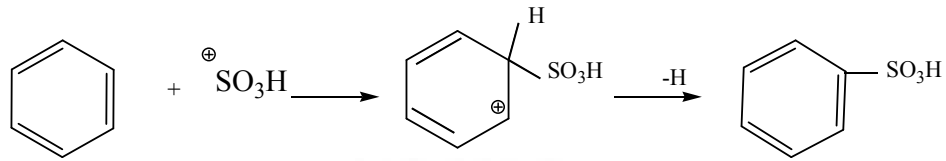
2.5 Proses Sulfonasi ^{8,9,10,12}

Reaksi sulfonasi merupakan suatu reaksi substitusi elektrofilik dengan menggunakan *sulfonating agent* yang bertujuan untuk mensubstitusi atom H dengan gugus $\sim\text{SO}_3\text{H}$ pada molekul organik melalui ikatan kimia pada atom karbonnya. Polimer dan agen sulfonasi harus berada pada fase yang sama, di mana antara polimer dan agen sulfonasi harus homogen, agar reaksi yang terjadi maksimal. Pelarut yang digunakan tidak boleh bereaksi dengan polimer maupun dengan agen sulfonasi. Skema reaksi sulfonasi aromatik menggunakan agen sulfonasi SO_3 dan SO_3H dapat dilihat pada reaksi 2.3 dan 2.4 berikut ini.

2.3

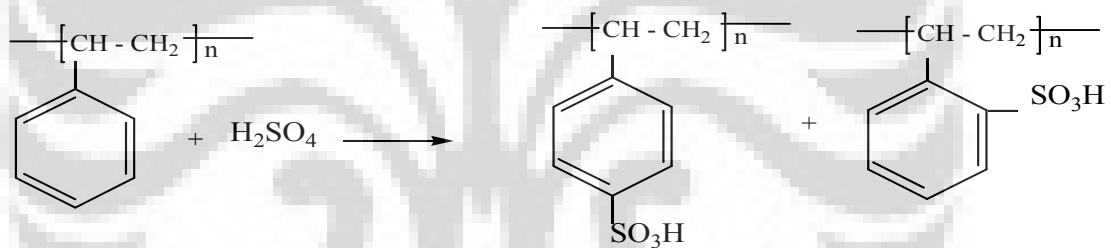


2.4



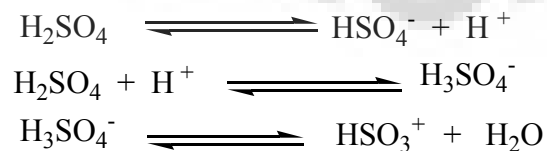
Polistiren tersulfonasi (PSS) akan memiliki gugus $\sim\text{SO}_3\text{H}$ dominan pada posisi para. Secara alami, PSS bersifat higroskopis. Reaksi dari proses sulfonasi polistirena dapat dilihat pada reaksi 2.5.

2.5



H_2SO_4 dapat bertindak sebagai agen sulfonasi, dapat dilihat pada reaksi 2.6 berikut.

2.6



Reaksi sulfonasi dideskripsikan dalam literatur terjadi pada kisaran suhu yang lebar, biasanya dari $-20\text{ }^\circ\text{C}$ sampai $300\text{ }^\circ\text{C}$.

2.6 Proses Flokulasi dan Koagulasi^{13,14}

Koagulasi dan flokulasi merupakan salah satu proses yang umum dilakukan dalam pengolahan limbah cair industri. Koagulasi adalah proses penambahan bahan kimia atau koagulan ke dalam air limbah dengan maksud mengurangi daya tolak menolak antar partikel koloid, sehingga partikel-partikel tersebut dapat bergabung menjadi flok-flok kecil. Flokulasi adalah proses penggabungan flok-flok kecil hasil proses koagulasi menjadi flok-flok berukuran besar sehingga mudah mengendap.

Partikel-partikel koloid bersifat stabil karena memiliki muatan listrik yang sejenis. Apabila muatan listrik sejenis tersebut hilang, maka partikel-partikel koloid tersebut akan bergabung membentuk gumpalan.

2.6.1 Koagulan Polimer^{2,12,14,15}

Koagulan adalah zat kimia yang digunakan untuk memisahkan secara efektif antara air dan partikel kecil tersuspensi yang menjadi penyebab polusi dengan keruhnya suatu kawasan perairan, umumnya air limbah. Koagulan secara garis besar terbagi menjadi dua jenis yaitu, koagulan anorganik (biasa disebut juga dengan flokulan anorganik) dan koagulan polimer. Koagulan polimer yang paling utama digunakan saat ini adalah koagulan dari jenis PAA poli(akrilamida) sebagai koagulan polianion dan ion-ion. Proses koagulasi secara garis besar dapat terbagi dalam tahapan netralisasi muatan listrik dan

tahapan pembentukan jaringan antar partikel. Pada tahap netralisasi masing-masing partikel diharapkan dapat lebih mudah berkumpul sesamanya.

Inagaki, Y *et al*⁽²⁾ melakukan penelitian pengolahan limbah polistirena dengan sulfonasi menggunakan asam sulfat berasap (60% wt SO₃) dan pelarut sikloheksana. Ia meneliti efek flokulannya terhadap suspensi kaolin. Sedangkan Lystiarini, A,⁽¹²⁾ melakukan penelitian menggunakan limbah *styroform* yang disulfonasi sebagai flokulan di dalam penjernihan air danau.

2.6.2 Fungsi Polimer Sebagai Koagulan dan Flokulan¹⁴

Hal yang menarik dari polielektrolit (polimer organik yang larut dalam air) adalah fungsinya yaitu dapat sebagai koagulan / flokulan atau sebagai pendestabil dispersi koloid. Fungsi polielektrolit sebagai koagulan / flokulan atau sebagai dispersan tergantung pada sifat muatan listrik dan bobot molekulnya. Sifat-sifat kimia polimer ditentukan oleh gugus-gugus fungsi dari monomer seperti monomer anionik, kationik, dan non ionik. Sedangkan panjang rantai menentukan bobot molekul dan lebih banyak menentukan sifat fisik polimer. Bobot molekul polimer dapat bervariasi antara 1000 sampai beberapa juta. Dengan mengatur panjang rantai, gugus fungsi dan muatan dapat dibuat modifikasi polimer untuk keperluan koagulan / flokulan.

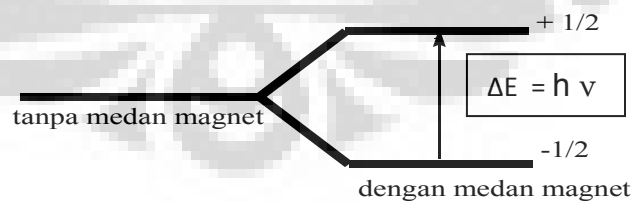
2.7 Analisa Gugus Fungsi

2.7.1 NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*)^{16,17}

Spektroskopi NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*) adalah salah satu cabang dari spektroskopi absorpsi yang menggunakan radiasi frekuensi gelombang radio untuk menginduksi terjadinya transisi antara dua tingkat energi spin suatu inti yang mempunyai momen magnetik inti bukan nol.

Suatu inti atom dengan jumlah proton ganjil mempunyai muatan dan spin, sehingga memiliki momen magnetik. Dalam sekumpulan atom, orientasi spinnya dalam ruang berada dalam keadaan acak. Namun jika diletakkan dalam medan magnet, momen magnet tersebut akan terorientasi.

Misalnya inti hidrogen mempunyai dua orientasi yang memungkinkan, yaitu satu spin searah dan yang lainnya berlawanan arah dengan medan magnet luar. Kedua orientasi tersebut mempunyai perbedaan energi ($\Delta E = h \nu$) yang sangat kecil, dan dapat digambarkan seperti pada gambar 2.5.



Gambar 2.4 Orientasi spin inti Hidrogen

Jika atom-atom diletakkan dalam suatu medan magnet, dapat terjadi transisi antara kedua tingkat energi tersebut di atas, dengan jalan penyerapan

energi terkuantum ($h \nu$). Perbedaan kedua tingkat energi tersebut sangat kecil (sesuai dengan frekuensi gelombang radio). Secara umum hanya atom yang mempunyai spin inti $\frac{1}{2}$ memberikan resolusi yang tinggi pada spektrum NMR.

2.7.2 FTIR (*Fourier Transform Infrared*)¹⁸

Spektrofotometer terdiri dari radiasi pemancar cahaya inframerah. Cahaya ini terpecah ke dalam dua berkas (cahaya) dalam intensitas yang sama, dan salah satu berkas akan melewati sampel yang akan diuji. Apabila frekuensi getaran molekul sampel jatuh tak lebih dari *range* (jarak) instrumen, maka molekul tersebut dapat menyerap frekuensi energi dari cahaya itu. Oleh karena itu, spektrum dibaca dengan membandingkan intensitas dua berkas tersebut setelah salah satunya melewati sampel uji. Jarak panjang gelombang akhir merupakan perbandingan yang dibuat karena pancaran tersebut pada prisma atau kisi. Keseluruhan operasi tersebut dilakukan secara otomatis hingga menampilkan spektrum berupa puncak-puncak yang menurun yang menandakan adanya absorpsi yang diplot terhadap panjang gelombang atau frekuensi.

Pancaran infra merah pada umumnya mengacu pada bagian spektrum elektromagnet yang terletak diantara daerah tampak dan daerah gelombang mikro. Pancaran inframerah pada bilangan gelombang antara $10.000 - 10 \text{ cm}^{-1}$ ($1-100 \mu\text{m}$) diserap oleh sebuah molekul organik dan diubah menjadi energi

getaran molekul dan muncul sebagai pita atau *peaks*. Sebuah molekul paling sederhana sekalipun dapat dilihat sebagai spektrum yang rumit pada FTIR

Intensitas pita (*peaks*) dinyatakan dengan transmittan (T) atau absorban (A). Transmittan ialah nisbah antara kuat sinar yang dikirimkan oleh sebuah cuplikan dan kuat sinar yang diterima oleh cuplikan tersebut. Absorban ialah logaritma (dengan dasar 10) kebalikan transmittan; $A = \log_{10} (1/T)$

Cahaya inframerah dapat diserap apabila momen dipol dari vibrasi molekul berinteraksi dengan vektor elektrik pada berkas inframerah. Apabila frekuensi getaran molekul sampel jatuh tak lebih dari jarak FTIR, maka molekul tersebut dapat menyerap frekuensi energi dari cahaya itu.

2.7.3 Spektroskopi *Ultraviolet (UV-Vis)* ^{10,24}

Spektroskopi absorpsi ultraviolet tampak dapat dipakai untuk deteksi pengukuran kuantitatif molekul yang mengalami transisi. Transisi di daerah tampak atau *ultraviolet* adalah transisi elektronik. Hal ini dikaitkan dengan lompatan elektron dari orbital molekul penuh (terisi) ke orbital molekul kosong yang lebih tinggi energinya.

Ketajaman (Intensitas) serapan dapat dinyatakan secara kuantitatif. Ketajaman pita tergantung pada struktur molekul dan jumlah molekul yang menyerap sinar.

BAB III

METODE PENELITIAN

Proses sulfonasi akan dilakukan pada sampel berupa polimer HIPS yang ditambahkan asam sulfat pekat 98% sebagai agen sulfonasi. Lalu dilihat kondisi reaksi dengan memvariasikan pelarut organik, temperatur dan waktu reaksi. Terjadinya sulfonasi dan terikatnya gugus sulfonat ke dalam cincin aromatik polistirena dapat diamati dengan menggunakan alat instrument FTIR (*Fourier Transform Infrared*). Pengukuran dilakukan dengan menggunakan metode KBr pelet dan spektrum FTIR diambil pada panjang gelombang 400-4000 cm^{-1} . Setelah itu di amati dengan menggunakan instrumen NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*) JNM-ECA 500MHz untuk hasil yang lebih spesifik. Derajat kelarutan sampel HIPSS diuji dengan alat instrument spektroskopi UV-Vis.

3.1 Metode Penelitian

Secara umum penelitian ini terbagi ke dalam tiga bagian. Pertama, persiapan yang meliputi pencarian pelarut yang sesuai dengan sampel. Kedua, mencari kondisi optimum reaksi dengan memvariasikan suhu dan waktu reaksi yang digunakan, kemudian yang ketiga adalah analisis data yang diperoleh.

3.1.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah HIPS yang berasal dari limbah kemasan dari beberapa macam jenis minuman, asam sulfat pekat 98%, kloroform, toluena, benzena, sikloheksana, aseton, 1,2 dikloroetana, NaOH, tawas dan aquades.

3.1.2 Alat

Peralatan yang digunakan selama penelitian ini adalah oven, neraca elektronik, pH meter, *evaporator*, labu leher tiga, penangas minyak, spektrofotometer FTIR dan NMR.

3.1.3 Uji Kelarutan

Sampel yang digunakan adalah HIPS dari limbah kemasan minuman yogurt merek “Yakult” yang telah dipotong-potong. Di timbang sampel sebanyak 3,2 gram lalu dilarutkan dengan berbagai jenis pelarut organik seperti, kloroform, toluena, benzena, aseton, 1,2 dikloroetana dan sikloheksana sebanyak 20 mL. Setelah mendapatkan pelarut yang sesuai kemudian ditambahkan asam sulfat 98% sebanyak 20 mL. Campuran dipanaskan pada suhu 60 °C selama 10 jam dengan pengadukan konstan di dalam labu leher tiga di atas penangas minyak. Larutan yang terbentuk diencerkan dengan aquades sebanyak 100 mL. Kemudian larutan dimasukkan ke dalam membran dialisis untuk memisahkan Polistiren sulfonat (PSS)

dengan asam sulfat yang masih tersisa. Rendam membran di dalam bak penampung yang berisi aquades sampai netral, di periksa larutan aquades yang merendam sampel dengan pH indikator universal, untuk memeriksa apakah sampel telah netral. Setelah netral ambil 5,0 mL larutan sampel untuk ditentukan derajat sulfonasinya.

Kemudian sisa larutan dievaporasi untuk menghilangkan aquades. Hasil yang didapatkan dianalisa dengan FTIR dan NMR. Untuk menentukan keefektifan dari PSS yang didapat dilakukan juga reaksi sulfonasi pada biji HIPS murni dan PS (Polistirena).

3.1.4 Variasi Temperatur dan Waktu Reaksi

Pada variasi temperatur, sampel berupa HIPS murni, PS murni dan limbah kemasan di larutkan terlebih dahulu ke dalam pelarut 1,2 dikloroetana. Setelah terlarut sempurna, sampel disulfonasi dengan menggunakan asam sulfat pekat sebanyak 20 mL. Dilakukan variasi temperatur reaksi dengan memanaskan sampel pada labu leher tiga didalam penangas minyak pada suhu reaksi 60 °C, 50 °C, 40 °C dan 26 °C selama 10 jam, disertai dengan pengadukan konstan. Setelah itu, sampel diencerkan dengan aquades dan dimasukkan kedalam membran dialisa untuk dilakukan pemisahan. Setelah netral, dilakukan penentuan derajat sulfonasi. Sampel dipekatkan kembali dengan evaporasi dan pengeringan menggunakan oven vakum.

Pada variasi waktu reaksi dilakukan pada temperatur optimal yang telah didapat dengan waktu reaksi selama 15, 20 dan 25 jam.

3.1.5 Penentuan Derajat Sulfonasi Polistiren Sulfonat ¹²

Derajat sulfonasi ditentukan dengan menitrasi larutan polistirena sulfonat dengan larutan NaOH 0,1 M menggunakan indikator fenolphtalen sampai titik akhir. Larutan berubah dari tidak berwarna menjadi merah muda seulas. Derajat sulfonasi didefinisikan sebagai persentase unit stirena yang tersulfonasi pada 1 g polistirena.

$$\text{Derajat Sulfonasi} = [(M \times V \times fp) / 9,62] \times 100\%$$

Dengan M = Konsentrasi larutan NaOH (mmol/mL)

V = Volume larutan NaOH (mL)

fp = Faktor pengenceran

9,62 = 1 g PS tersulfonasi 100% (1000 mg/104 g/mol), 104

merupakan berat molekul 1 unit stirena.

3.1.6 Penentuan Derajat Kelarutan PSS¹⁹

Derajat kelarutan ditentukan dengan membuat standar larutan dari 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1, 2, 4, 6, 8, 10, 20, 30, 40 gram/100 mL dari sampel PSS, lalu larutan diukur menggunakan spektrofotometer UV. Diplot data yang didapatkan antara persen transmittan dan konsentrasi sampel. Derajat kelarutan sampel diambil pada titik 50%.

3.1.7 Penentuan SPS sebagai flokulan²

Dalam percobaan, dibuat simulasi larutan suspensi kaolin 0,2 %. Larutan suspensi kaolin ditambahkan HIPSS dengan berbagai variasi konsentrasi yaitu 10, 20, 30, 40, 50, 60 ppm. dilihat keefektifannya dengan melihat laju sedimentasinya. Lalu dibandingkan dengan koagulan komersil yang telah ada di pasaran seperti tawas.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kondisi optimum dari proses reaksi sulfonasi pada sampel HIPS (*High Impact Polystyrene*) dengan variasi temperatur dan waktu reaksi, sebagai flokulan di dalam penanganan limbah cair. Sampel berupa biji pelet HIPS murni dibandingkan dengan kemasan minuman komersial yang mengandung HIPS, serta biji pelet Polistirena (PS). Penelitian dibagi menjadi tiga bagian, pertama yaitu proses pelarutan sampel dengan beberapa variasi pelarut. Kedua, adalah proses sulfonasi menggunakan asam sulfat pekat 98% dengan variasi temperatur dan waktu reaksi. Ketiga adalah proses karakterisasi hasil dan pembahasan.

4.1 Analisis karakterisasi sampel HIPS

Untuk uji karakteristik sampel polimer yang berupa jenis HIPS, dilakukan proses pelarutan dengan menggunakan toluena. Pada uji karakteristik menggunakan toluena, semua sampel dapat larut dengan baik. Ini disebabkan oleh kemiripan struktur antara toluena dengan monomer *Styrene*. Tetapi penggunaan toluena sebagai pelarut di dalam proses sulfonasi dihindari, karena dapat menghasilkan ikatan antara gugus sulfonat dengan pelarut yang tersubstitusi pada posisi para di molekul toluena, sehingga proses sulfonasi

tidak maksimal. Jadi penggunaan toluena disini hanya untuk mengkarakterisasi bahwa sampel yang di gunakan di dalam penelitian ini adalah polimer, dengan jenis HIPS. untuk itu dicari alternatif pelarut organik yang lain seperti aseton, sikloheksana, kloroform dan 1,2 dikloroetana.

Tabel 4.1 Proses Pelarutan Sampel

No	Sampel	Pelarut	Waktu	Keterangan
1	HIPS	Toluena	10 menit	larut
		Aseton	0	tidak larut
		Kloroform	30 menit	larut
		Sikloheksana	0	tidak larut
		1,2 Dikloroetana	15 menit	larut
2	Botol Yogurt	Toluena	1 menit	larut
		Aseton	0	tidak larut
		Kloroform	20 menit	larut
		Sikloheksana	0	tidak larut
		1,2 Dikloroetana	10 menit	larut
3	PS	Toluena	5 menit	larut
		Aseton	0	tidak larut
		Kloroform	30 menit	larut
		Sikloheksana	0	tidak larut
		1,2 Dikloroetana	6 menit	larut

Pada uji kelarutan dari sampel polimer yang diperoleh, didapatkan hasil yaitu, ketiga jenis sampel larut dalam pelarut organik seperti kloroform dan 1,2 dikloroetana. Untuk itu pada proses sulfonasi digunakan salah satu dari pelarut tersebut agar mendapatkan hasil yang optimal.

Pelarut yang digunakan dalam sulfonasi ketiga jenis sampel adalah 1,2 dikloroetana, penggunaan pelarut ini didasarkan pada kecepatan pelarutan

antara 1,2 dikloroetana dengan kloroform berbeda. Dimana 1,2 dikloroetana memiliki kecepatan pelarutan yang lebih cepat dibandingkan dengan kloroform.

4.2 Analisis Reaksi Sulfonasi

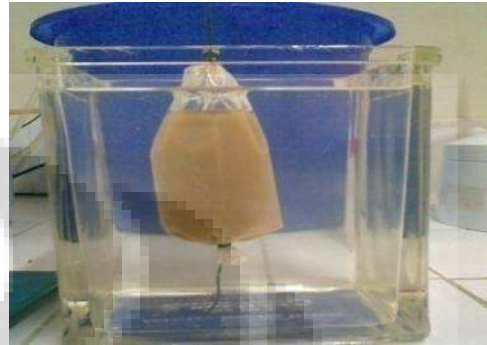
4.2.1 Variasi Sampel HIPS, PS dan Limbah Kemasan Minuman.

Proses sulfonasi dilakukan dengan melarutkan sampel sebanyak 3,2 gram pada pelarut organik 1,2 dikloroetana. Setelah sampel HIPS, limbah botol minuman yogurt dan PS terlarut sempurna, kemudian ditambahkan asam sulfat pekat 98% sebanyak 20 mL. Larutan diaduk dan dipanaskan sekitar 60 °C menggunakan pengaduk *magnetic* selama 10 jam. Seiring dengan bertambahnya waktu reaksi, larutan akan berubah warna menjadi kecoklatan kemudian membentuk gel lengket berwarna coklat yang diperkirakan adalah *High Impact* polistiren sulfonat (HIPSS). HIPSS tersebut diencerkan dengan menambahkan aquades sebanyak 100 mL. Setelah sampel diencerkan, sampel dimasukkan ke dalam membran dialisa yang berfungsi untuk memisahkan polistiren tersulfonasi dengan asam sulfat yang masih tersisa. Proses pemisahan ini menggunakan aquades sebanyak 2 liter pada bak penampung untuk merendam membran. Proses pemisahan ini berhenti setelah air yang digunakan untuk merendam membran bersifat netral, biasanya setelah tiga sampai empat kali penggantian air di dalam bak penampung dengan interval waktu kurang lebih setiap 8 jam. Setelah proses pemisahan, kemudian 5 mL

sampel diambil untuk diamati derajat sulfonasinya. Sampel dikeringkan dengan evaporasi kemudian di oven vakum.



Gambar 4.1 Reaktor sulfonasi

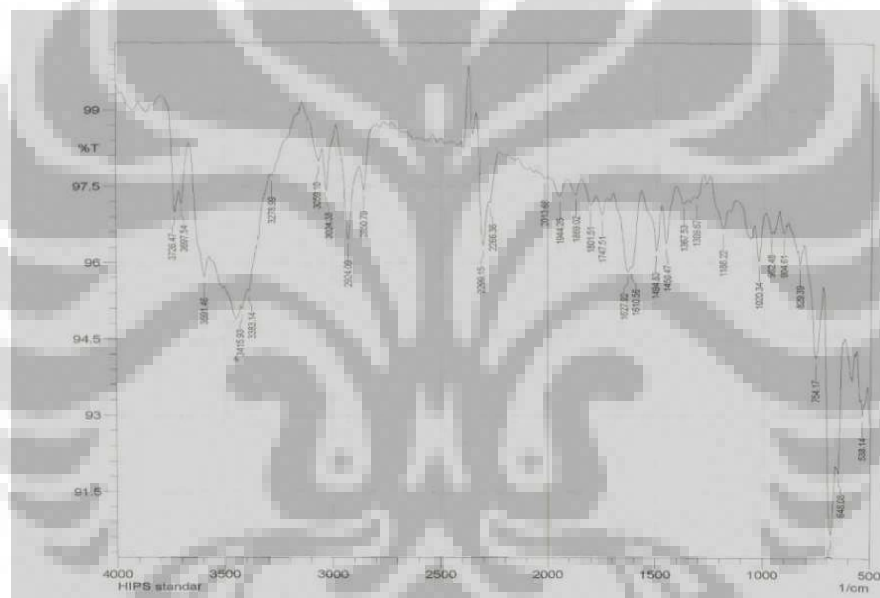


Gambar 4.2 Membran Dialisa

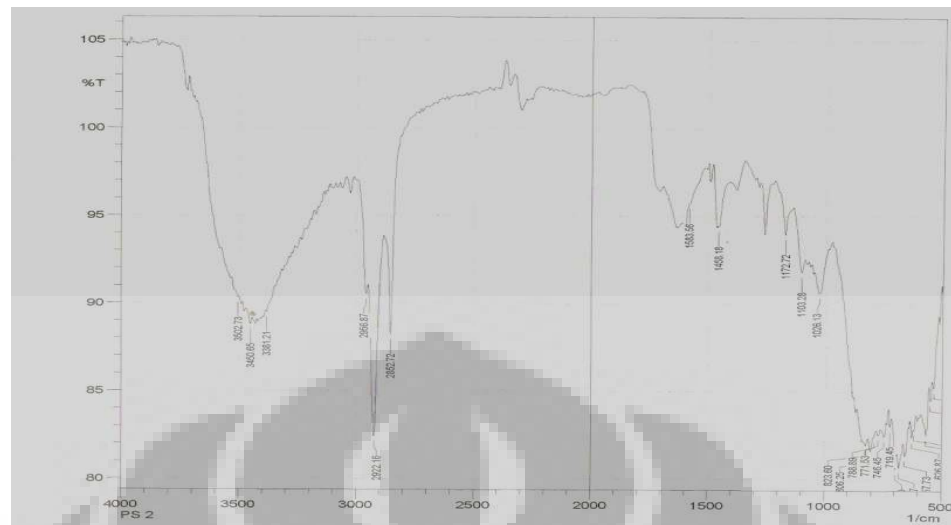
Terjadinya reaksi sulfonasi dan terikatnya gugus sulfonat ke dalam cincin aromatik polistirena dapat diamati dengan menggunakan FTIR. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan metode KBr pellet. Spektrum FTIR diambil pada panjang gelombang $400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$. Pengujian dilakukan berdasarkan standar uji ASTM E 1252-98. Sebelum melakukan pengujian, Produk Akhir PSS yang telah dikeringkan digerus bersama KBr dan dibentuk pelet lalu diuji. Hasil spektrum pengukuran HIPS murni, PS, dan botol kemasan yogurt dapat dilihat pada Gambar 4.3, 4.4, dan 4.5. Dan botol minuman tersulfonasi dapat dilihat pada Gambar 4.6.

Tabel 4.2 Analisis Spektrum FTIR HIPS murni

Bilangan gelombang (cm^{-1})	Gugus fungsi
648.08;754.17	C-H pada monosubstitusi benzena
1450.47;1610.56;1627,92	Rentangan C=C pada cincin aromatik
2924.09	Rentangan C-H alifatik
3024.33;3059.10	Rentangan C-H pada cincin aromatik
3383.34;3415.90	Rentangan O-H

**Gambar 4.3** Spektrum FTIR HIPS murni**Tabel 4.3** Analisis FTIR PS

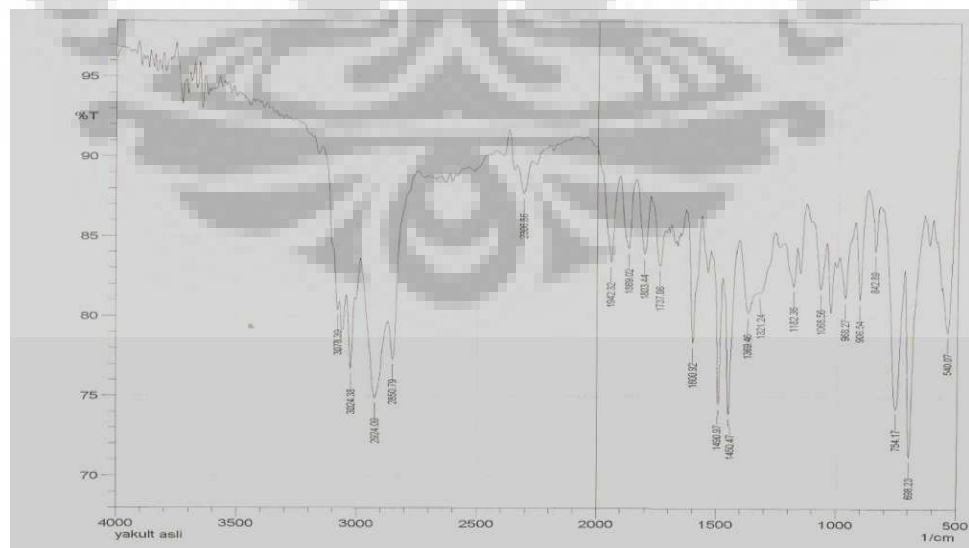
Bilangan gelombang (cm^{-1})	Gugus fungsi
619.15;680.87;771.53	C-H pada monosubstitusi benzena
1458.18;1583.56	Rentangan C=C pada cincin aromatik
2922.16	Rentangan C-H alifatik
2956.87	Rentangan C-H pada cincin aromatik
3381.21;3450.65	Rentangan O-H



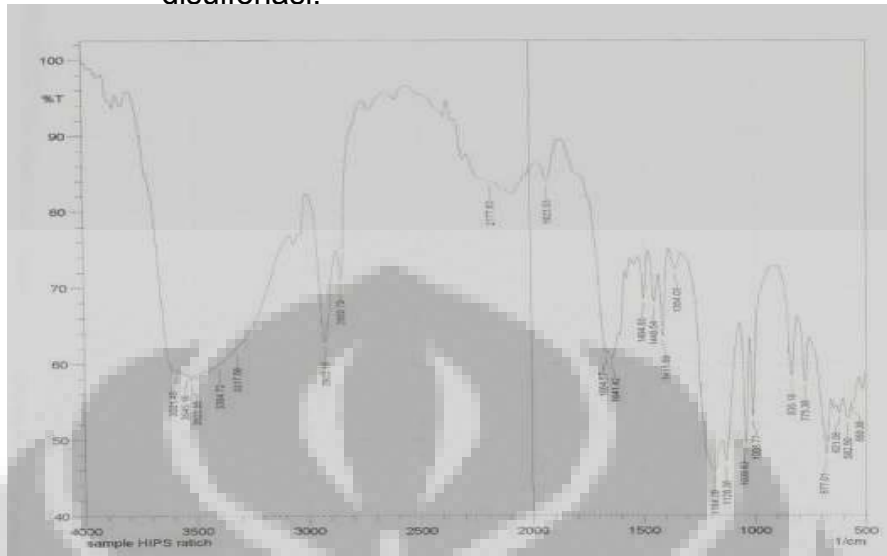
Gambar 4.4 Spektrum FTIR PS murni

Tabel 4.4 Analisis FTIR Kemasan minuman yogurt

Bilangan gelombang (cm^{-1})	Gugus fungsi
698.23;754.17	C-H pada monosubstitusi benzena
1312.4;1368.48	Bengkokan C-H
1450.47;1490.97;1600.92	Rentangan C=C pada cincin aromatik
2850.79;2924.09	Rentangan C-H alifatik
3024.38;3078.39	Rentangan C-H pada cincin aromatik



Gambar 4.5 Spektrum FTIR Botol kemasan Yakult yang belum disulfonasi.

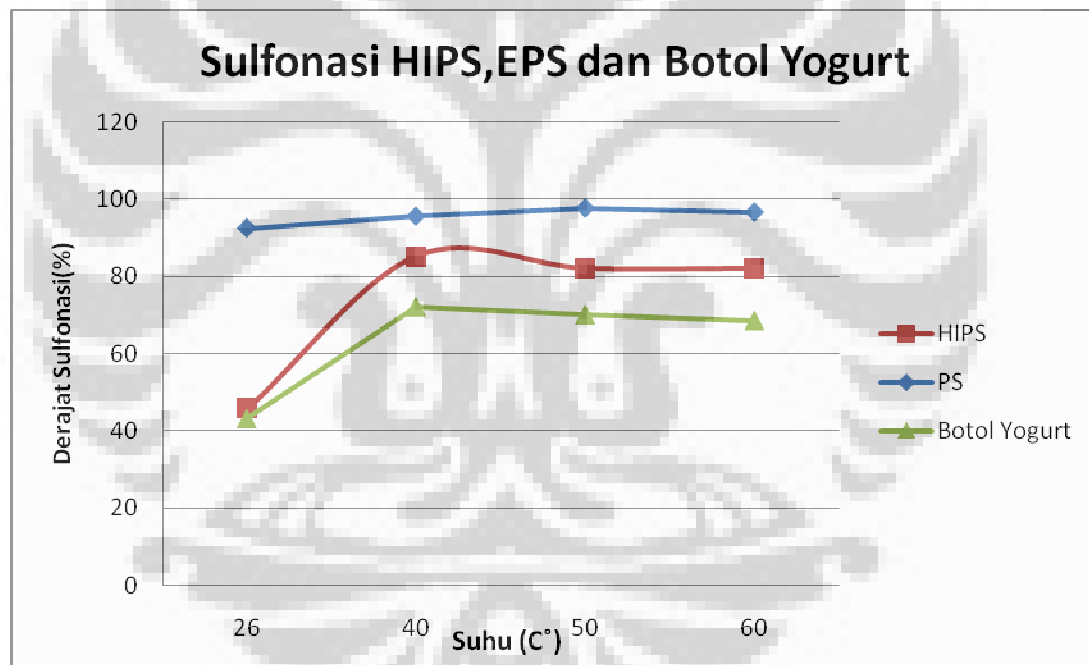


Gambar 4.6 Spektrum FTIR HIPSS dari botol kemasan yogurt

Berdasarkan spektrum FTIR gambar 4.6, terlihat bahwa proses sulfonasi berlangsung, dimana anion sulfonat yang menempel pada gugus aromatik ditunjukkan oleh puncak lebar pada bilangan gelombang $1128,36 \text{ cm}^{-1}$, $1184,29 \text{ cm}^{-1}$ dan 1050 cm^{-1} yang merupakan gugus S=O, vibrasi gugus S-O ditunjukkan pada bilangan gelombang $677,01 \text{ cm}^{-1}$. Pada bilangan gelombang $1680 - 1600 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi C=C aromatik, $3200 - 2800 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi C-H aromatik, dan pada bilangan gelombang $1000 - 650 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan substitusi cincin benzena⁽¹⁸⁾. Bilangan gelombang $3317,56 - 3591,46 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan rentangan O-H yang mungkin berasal dari gugus SO_3H .

4.2.2 Variasi Temperatur Reaksi Sulfonasi

Sampel yang digunakan pada percobaan ini adalah HIPS murni PS dan limbah kemasan minuman yogurt. Variasi suhu pada 60 °C, 50 °C, 40 °C dan 26 °C (suhu kamar). Dari ketiga jenis sampel terhadap derajat sulfonasi pada waktu reaksi 10 jam dapat dilihat hasilnya pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Derajat Sulfonasi HIPS,PS dan Kemasan Botol yogurt dengan variasi temperatur.

Pada Gambar 4.7 tersebut dapat dilihat, yang memiliki derajat sulfonasi terbesar adalah sampel PS, karena kemurniannya cukup besar dibandingkan

HIPS dan limbah kemasan yogurt. Dapat disimpulkan dari Gambar 4.7 di atas bahwa pada suhu 60 °C ketiga sampel memiliki derajat sulfonasi yang berbeda.

Derajat sulfonasi yang paling kecil terdapat pada limbah kemasan yogurt, setelah itu HIPS. Limbah HIPS dari botol kemasan yogurt terdiri atas polistirena, komponen *rubber* atau polibutadiena serta aditif. Kandungan dari monomer stirena dalam limbah HIPS lebih kecil bila dibandingkan dengan PS murni yang seluruh molekulnya terdiri dari monomer stirena. Sehingga dapat diperoleh derajat sulfonasi yang besar pada sampel PS murni dan derajat sulfonasi yang lebih kecil pada sampel limbah HIPS. Seiring dengan berkurangnya temperatur, reaksi sulfonasi dari sampel limbah kemasan, HIPS dan PS semakin meningkat, terlihat pada suhu sekitar 40 °C, menunjukkan temperatur yang memiliki nilai derajat sulfonasi paling tinggi untuk PS sebesar 97,71%, sedangkan untuk HIPS sebesar 85,23% dan limbah kemasan sebesar 72,24%. Tetapi derajat sulfonasi menurun pada proses reaksi di dalam suhu kamar. Hal ini diperkirakan terjadi karena laju reaksi sulfonasi berjalan lebih lambat dengan tanpa adanya pemanasan. Proses pemanasan berfungsi untuk mempercepat proses tumbukan antara molekul, pada temperatur kamar proses tumbukan berjalan lambat, sehingga menyebabkan kecilnya nilai derajat sulfonasi sampel pada proses.

Penelitian dengan menggunakan metode yang sama dilakukan oleh Haryono⁽⁸⁾ dengan sampel berupa limbah EPS (*Expanded polystyrene*) yang dilarutkan di dalam pelarut organik kloroform. Hasil proses sulfonasi pada

polistirena bekas pakai dapat menghasilkan polistirena sulfonat dengan derajat sulfonasi yang tinggi, sekitar 93%. Metode yang sedikit berbeda, telah dilakukan oleh Lystiarini menggunakan sampel limbah *steroform* dari perangkat elektronik.

Lystiarini⁽¹²⁾ menggunakan metode sulfonasi homogen cair – cair dengan pelarut 1,2 dikloroetana. Sampel direaksikan pada suhu 60 °C dengan waktu reaksi selama 6 jam. Pada suhu 60 °C derajat sulfonasi yang diperoleh sekitar 79,4%. Lalu ia juga melakukan variasi temperatur pada temperatur yang lebih tinggi sekitar 80 °C, hasilnya ia mendapatkan derajat sulfonasi yang lebih tinggi.

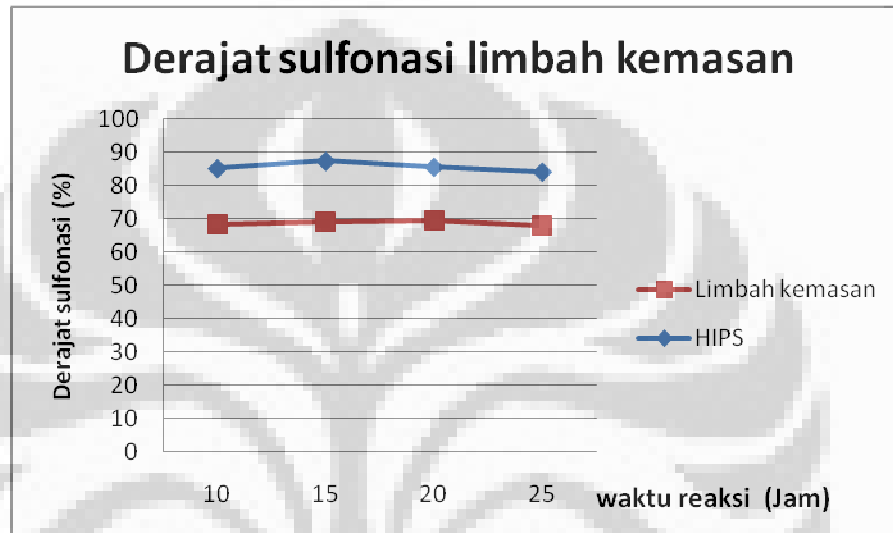
Penelitian reaksi sulfonasi dengan menggunakan limbah HIPS, berupa limbah *tv cabinet* dan *video kaset*, telah dilakukan juga oleh Inagaki *et al*⁽²⁾. Ia mendapatkan harga derajat sulfonasi terbesar pada temperatur reaksi sekitar 50 °C sebesar 72%, dengan waktu reaksi selama 2 jam.

Kitano *et al*⁽²⁰⁾ mengatakan bahwa reaksi sulfonasi dapat berlangsung dengan baik pada kisaran temperatur 10 °C sampai 80 °C. Saat temperatur reaksi sulfonasi terlalu rendah, laju reaksi sulfonasi berjalan lambat. Sedangkan pada temperatur yang terlalu tinggi akan terbentuk ikatan silang (*crosslinking*) intermolekular maupun intramolekular.

4.2.3 Variasi Waktu Reaksi Sulfonasi.

Variasi waktu yang digunakan dalam percobaan ini adalah 10, 15, 20, dan 25 jam. Dapat dilihat pada percobaan yang dilakukan, waktu 20 jam reaksi memberikan hasil yang paling optimum untuk sulfonasi limbah kemasan.

Hal ini juga telah diperlihatkan pada penelitian yang dilakukan oleh Haryono⁽⁸⁾, ia melakukan variasi waktu reaksi sulfonasi terhadap limbah EPS, dengan interval waktu selang 5 jam reaksi. Haryono mendapatkan derajat sulfonasi terbesar pada waktu reaksi sulfonasi sekitar 20 jam.



Gambar 4.8 Derajat Sulfonasi HIPS dan Kemasan Botol Yogurt dengan variasi waktu reaksi.

Berdasarkan gambar 4.8 tersebut, terlihat bahwa bertambahnya waktu reaksi tidak begitu mempengaruhi derajat sulfonasi pada suhu 40 °C. Hasil yang paling optimum didapat pada kondisi waktu reaksi selama 15 jam untuk HIPS dengan derajat sulfonasi sebesar 87,43% sedangkan untuk limbah kemasan pada kondisi waktu reaksi selama 20 jam di dapat nilai derajat sulfonasi sebesar 69,64%.

Berbeda dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Lystiarini⁽¹²⁾. Pada variasi waktu reaksi yang ia lakukan dengan rentang waktu reaksi dari 1-16

jam, derajat sulfonasi terbesar yang ia dapatkan pada 4 jam waktu reaksi dengan temperatur 60 °C sebesar 81,91%.

Perbedaan hasil derajat sulfonasi ini didasarkan pada penggunaan sampel yang akan disulfonasi, disini penulis menggunakan sampel jenis HIPS, baik limbah maupun murninya. Dimana HIPS dan PS memiliki harga berat molekul dan struktur molekul yang berbeda. PS murni memiliki berat molekul sebesar 180.000 gram/mol. Sedangkan HIPS murni memiliki berat molekul sebesar 200.00 – 300.000 gram/mol.

4.2.4 Perhitungan Persen Yield Produk

Pada perhitungan persen yield produk HIPSS dengan variasi temperatur reaksi dan waktu reaksi, didapat harga persen yield paling besar pada kondisi 40 °C sampai 50 °C dengan persen yield yang didapat sekitar 60,68% pada HIPSS yang berasal dari limbah kemasan. Sedangkan pada Produk HIPSS yang berasal dari HIPS murni didapat harga persen yield terbesar pada temperatur 60 °C dengan persen yield sebesar 74.78%.

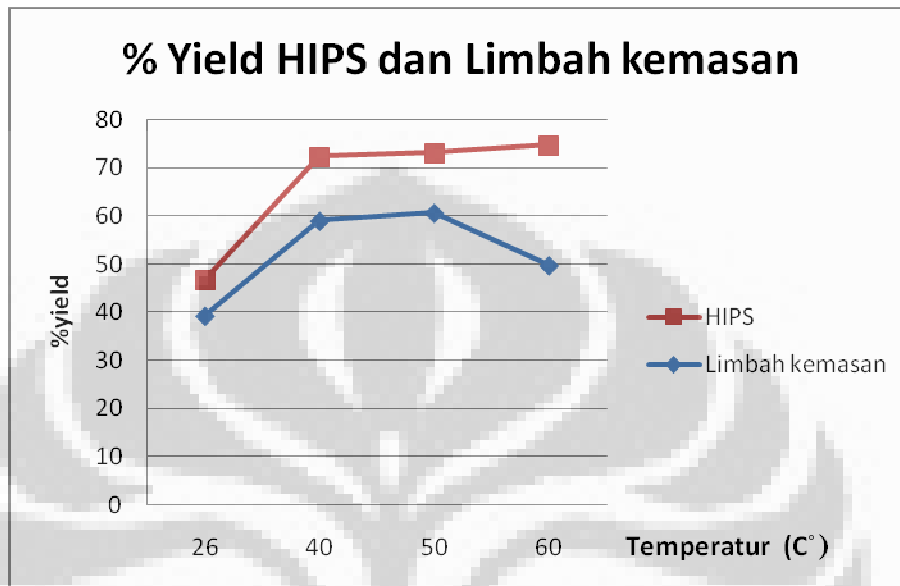
Terdapat perbedaan hasil persen yield antara HIPSS yang berasal dari limbah dan dari HIPS murni, hal ini mungkin disebabkan karena sampel yang digunakan memiliki berat molekul dan kandungan yang berbeda. Berat molekul dari HIPS murni sekitar 200.000 – 300.000 gram/mol, sedangkan berat molekul limbah tidak dapat dihitung secara pasti. Selain itu molekul HIPS murni, hanya

mengandung monomer stirena dan polibutadiena, tidak banyak mengandung komponen lain yang dapat menghasilkan produk samping dan mengganggu proses sulfonasi. Sedangkan pada limbah kemasan, banyak terdapat aditif lain seperti zat warna, *plasticizer*, *filler* dan sebagainya.

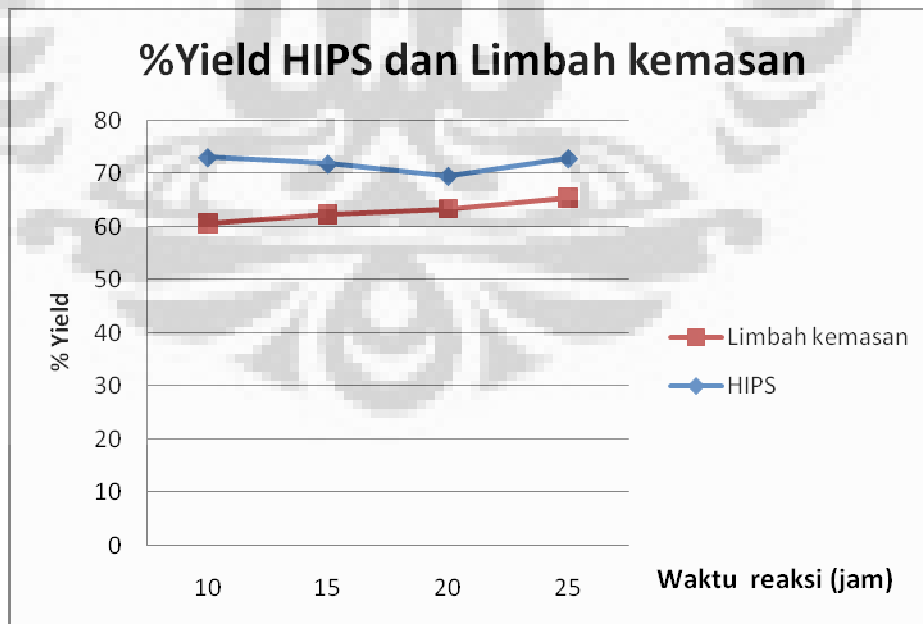
Pada variasi waktu reaksi didapat harga persen yield terbesar pada reaksi sulfonasi selama 25 jam pada produk HIPSS yang berasal dari limbah kemasan sekitar 65,54%. Sedangkan pada produk HIPSS yang berasal dari HIPS murni didapatkan harga persen yield sebesar 72,89% pada waktu 25 jam reaksi. Pada Gambar 4.10, terlihat penurunan persen yield HIPSS yang berasal dari HIPS murni. Seharusnya hal ini tidak terjadi, karena dengan bertambahnya waktu reaksi dan temperatur dapat diasumsikan bahwa persen yield produk akan ikut bertambah. Proses reaksi dengan cara homogen memerlukan kondisi pengadukan yang ideal, agar produk yang dibentuk dapat maksimal. Penurunan harga persen yield pada HIPS murni dengan waktu reaksi selama 20 jam, dimungkinkan terjadi karena proses pengadukan yang kurang ideal, sehingga produk HIPSS yang terbentuk kurang maksimal.

Produk HIPSS yang dihasilkan berupa lembaran film tipis berwarna coklat muda yang dapat larut di dalam air. Pada kondisi reaksi dalam temperatur kamar, produk HIPSS yang berasal dari limbah kemasan berwarna coklat tua, dan berwujud seperti gelatin dan tidak dapat kering. Tidak seperti produk HIPSS yang mengalami proses pemanasan dalam reaksinya. Hal ini

mungkin disebabkan karena adanya aditif dari limbah tersebut yang tidak hilang di dalam reaksi.



Gambar 4.9 Efek temperatur terhadap persen yield



Gambar 4.10 Efek waktu reaksi terhadap persen yield



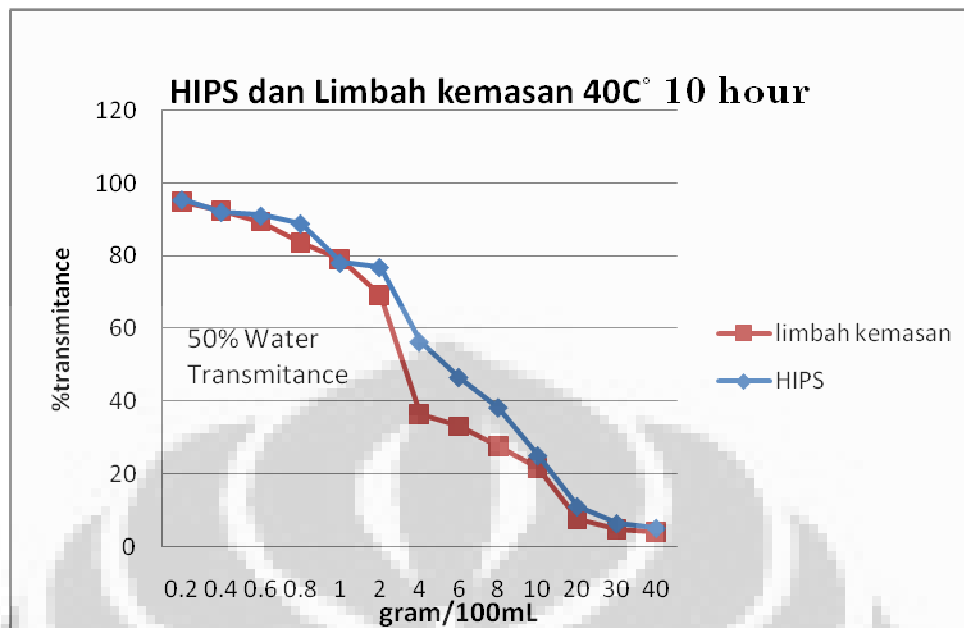
Gambar 4.11 HIPSS dari Limbah



Gambar 4.12 HIPSS dari HIPS murni

4.3 Analisis Derajat Kelarutan

Dalam penentuan kelarutan HIPSS di dalam air, persen transmittan dari HIPSS di ukur dengan UV-Vis *Spectroscopy* kemudian dialurkan terhadap fungsi konsentrasi dari HIPSS. Seperti yang digambarkan pada gambar saat konsentrasi HIPSS standart dibawah 1g/100mL, persen transmittan terlihat konstan. Tetapi ketika konsentrasi larutan HIPSS berada di atas 1g/100mL persen transmittan melonjak turun secara tiba-tiba. Persen kelarutan diukur pada 50 % transmittan, dari data yang diperoleh kelarutan dari HIPSS pada 25 °C adalah sekitar 5%. Sedangkan kelarutan dari sampel limbah kemasan *yogurt* sebesar 3.2%. Banyaknya gugus sulfonat yang diikat oleh polistirena mempengaruhi sifat kelarutan sampel. semakin banyak gugus sulfonat, maka makin besar kelarutan sampel di dalam air.



Gambar 4.13 Grafik Derajat kelarutan antara HIPSS dengan limbah kemasan

4.4 Analisis Instrumen NMR

4.4.1 Analisis Gugus Fungsi

Pada percobaan ini, instrument NMR yang digunakan untuk mengukur sampel adalah FT-NMR seri JNM-ECA 500MHz. Spektrum ^1H NMR untuk PS, dan HIPS sebelum dilakukan proses sulfonasi dapat dilihat pada Gambar 4.14 dan 4.15.

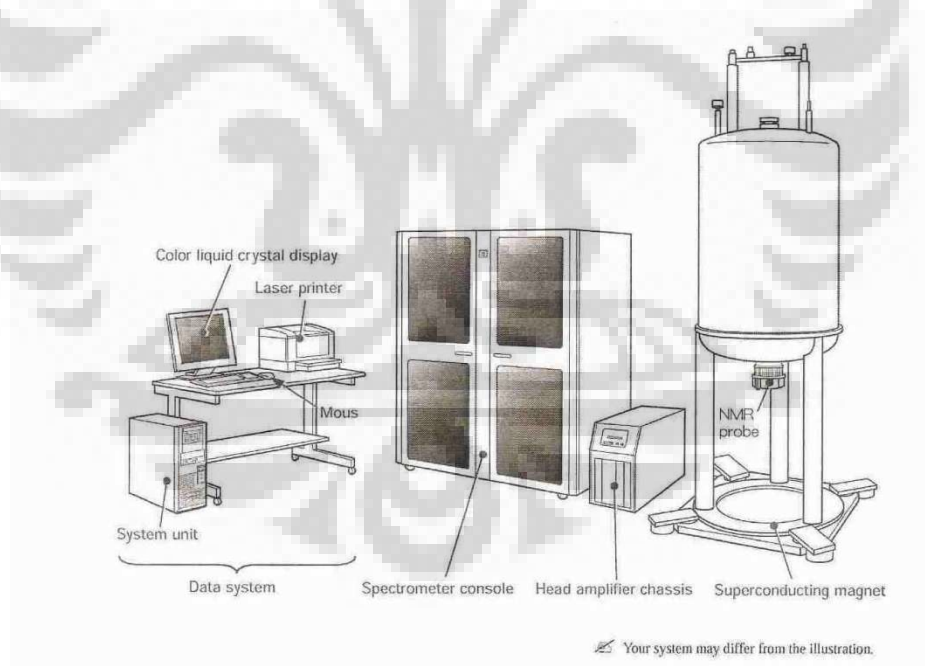


Gambar 4.14
Spektrum ¹H NMR
PS murni



Gambar 4.15 Spektrum ¹H NMR HIPS

Karakterisasi dari polistiren dan HIPS adalah munculnya puncak yang terdapat pada spektrum ^1NMR yang berafiliasi untuk gugus fenil pada 7,25 dan 6,57 ppm, etilena pada 1,51 ppm untuk PS murni. Sedangkan untuk HIPS adalah 7,25 dan 6,58 ppm pada fenil dan 1,53 pada etilena. Antara molekul PS dan HIPS tidak terlalu jauh berbeda struktur molekulnya dilihat dari hasil yang didapat dari instrumen NMR. Kehadiran dari polibutadiena sebagai *rubber* pada sampel HIPS tidak begitu mempengaruhi di dalam pengukuran, mungkin karena jumlahnya yang tidak terlalu banyak dan keberadaannya hanya sebagai komposit yang tidak mempengaruhi rantai utama polimer. Berikut ini adalah gambar skema alat NMR yang digunakan di dalam pengukuran sampel.

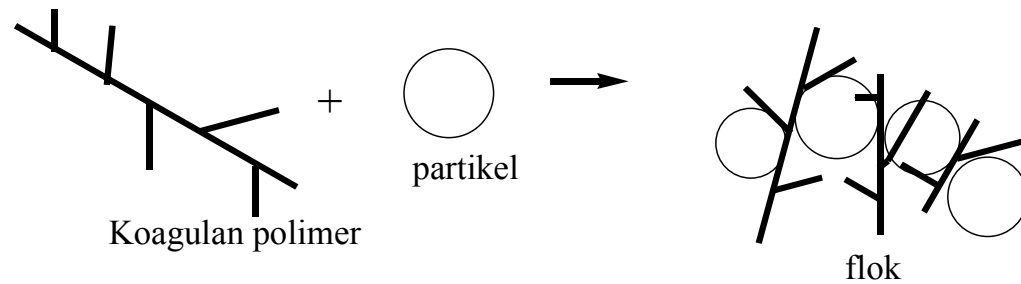


Gambar 4.16 Skema alat NMR

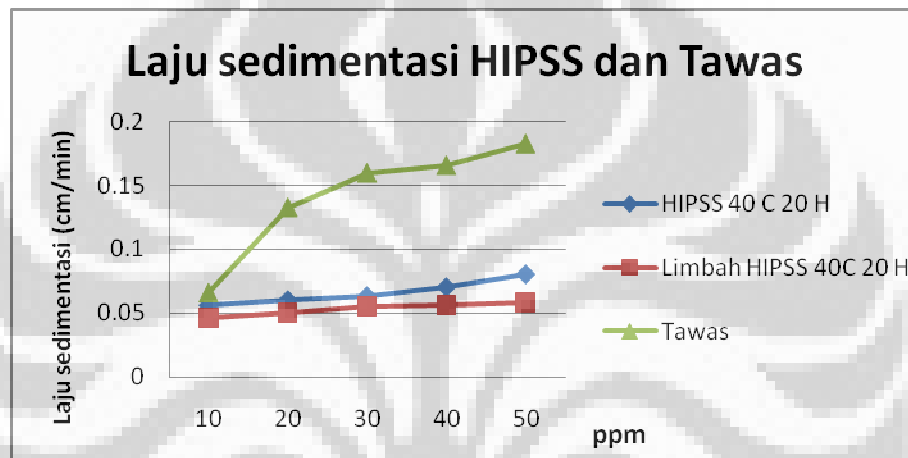
4.5 Analisis Laju Sedimentasi

Sebagaimana dengan yang dijelaskan di awal, produk HIPSS diharapkan dapat menjadi flokulan pengolahan air limbah. Untuk menguji keefektifan dari HIPSS sebagai flokulan di dalam penjernihan air limbah, dilakukan metode penentuan dari laju sedimentasi HIPSS. HIPSS digunakan untuk proses koagulasi terhadap larutan suspensi kaolin. Kaolin dipilih sebagai bahan uji coba, karena zat ini banyak dipakai pada produksi kertas di pabrik kertas. Kaolin merupakan massa batuan yang tersusun dari material lempung dengan kandungan besi yang rendah dan umumnya berwarna putih atau agak keputihan⁽²¹⁾.

Dalam percobaan dibuat simulasi larutan suspensi kaolin 0,2%. Larutan suspensi kaolin tidak dapat mengendap sempurna dengan cepat karena ukuran partikelnya yang terlalu kecil. Diharapkan dengan adanya penambahan HIPSS di dalam air sebagai flokulan, kaolin dapat mengendap dengan cepat. Mekanisme dari koagulasi menggunakan HIPSS dapat dilakukan karena HIPSS memiliki muatan negatif (anion) dalam air yang dapat berinteraksi dengan partikel limbah. Interaksi tersebut akan menghasilkan flok-flok yang cepat mengendap karena membesarkan ukuran partikel. Seperti yang diperlihatkan pada Gambar 4.17.



Gambar 4.17 Koagulasi HIPSS



Gambar 4.18 Laju sedimentasi dari HIPSS

Dari grafik pada Gambar 4.18, terlihat bahwa HIPSS yang berasal dari limbah kemasan dapat mempercepat terjadinya proses pengendapan pada suspensi kaolin. Dengan bertambahnya konsentrasi HIPSS di dalam larutan, laju pengendapan juga semakin bertambah. Tetapi bila dibandingkan dengan flokulan komersial yang sering dijual dipasaran untuk mengatasi kekeruhan air seperti tawas, HIPSS masih kurang efektif.

Lystiarini ⁽¹²⁾ melakukan uji coba NaPSS sebagai flokulan polimer yang berasal dari limbah kemasan EPS, dengan dosis sebesar 5 ppm yang diuji coba

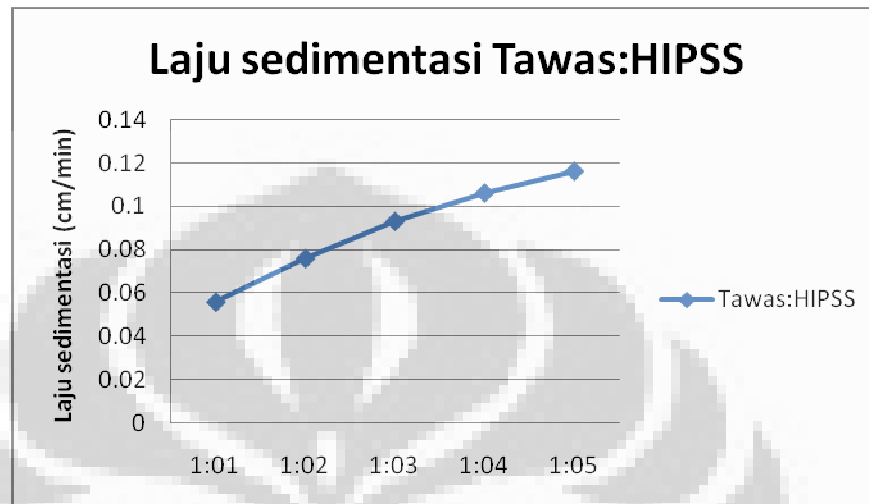
menggunakan air danau situ Agatis Politeknik UI, terbukti dapat bekerja menurunkan turbiditas air dari 24,58 ntu menjadi sekitar 1 ntu atau sekitar 98%. Inagaki, Y *et al* ⁽²⁾ menggunakan simulasi suspensi kaolin dalam air (4.0/96%wt) dan Kaolin, Al_2SO_3 dalam air (4,0/0,1/95,9%wt) dengan nilai pH sekitar 4,2 dan 3,6 untuk menguji keefektifan dari PSS yang terbuat dari limbah *video* kaset dan TV *cabinet*, dihasilkan harga laju sedimentasi yang cukup besar dengan rentan waktu selama 5 menit, terbukti bahwa pada konsentrasi 20 ppm produk HIPSS dapat mengendapkan larutan suspensi kaolin.

Cara konvensional di dalam penjernihan air adalah dengan menggunakan garam-garam anorganik seperti $Al_2(SO_4)_3$ dan $Fe_2(SO_4)_3$, batu kapur dan soda abu. Garam-garam anorganik tersebut dapat berfungsi sebagai koagulan dan flokulan untuk menjernihkan kekeruhan yang disebabkan oleh suspensi koloid ⁽²²⁾.

HIPSS masih kurang efektif, dapat dilihat dari hasil percobaan yang telah dilakukan, laju sedimentasi antara tawas dan HIPSS berbeda cukup jauh. Untuk itu, dilakukan percobaan dengan menggunakan kombinasi antara HIPSS yang berasal dari limbah kemasan dengan tawas yang berada di pasaran.

Dari hasil yang diperoleh pada grafik Gambar 4.19, dengan adanya tawas pada larutan HIPSS dapat menaikkan laju sedimentasi dari HIPSS. terlihat dari data yang di peroleh, perbandingan 5:1 antara HIPSS dan tawas memberikan hasil yang optimal. Hal ini membuktikan bahwa HIPSS dapat

diaplikasikan sebagai flokulan di dalam penjernihan air limbah. Tetapi keefektifannya belum sebaik flokulan yang beredar dipasaran.



Gambar 4.19 Laju sedimentasi dari Tawas :HIPSS

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat diambil beberapa kesimpulan bahwa :

1. Proses sulfonasi yang telah dilakukan pada sampel HIPS, Limbah kemasan dan PS dengan pelarut 1,2 dikloroetana selama 10 jam dengan variasi temperatur reaksi diperoleh hasil, derajat sulfonasi terbesar terdapat pada sampel PS sebesar 95,63%. Lalu HIPS sebesar 85,23% dan limbah kemasan sebesar 72,24% pada suhu optimum sekitar 40 °C.
2. Dengan variasi waktu yang dilakukan pada sampel limbah kemasan dan HIPS didapat derajat sulfonasi terbesar limbah kemasan pada waktu reaksi sekitar 20 jam sebesar 69,64 %. Sedangkan pada HIPS, derajat sulfonasi terbesar terdapat pada waktu reaksi sekitar 15 jam sebesar 87,43%, yang dilakukan pada temperatur optimum.
3. Pada penentuan laju sedimentasi menggunakan suspensi kaolin sebesar 0,2%, diperoleh hasil bahwa HIPSS yang berasal dari limbah memiliki nilai laju sedimentasi yang rendah pada konsentrasi 50 ppm sekitar 0,058 cm/min.

4. Bila dibandingkan dengan tawas hasil ini masih relatif lebih rendah untuk itu dilakukan kombinasi antara tawas dan HIPSS. Pada perbandingan 1:5 didapatkan harga laju sedimentasi sebesar 0,116 cm/min.

5.2 Saran

Adapun saran yang dapat disampaikan di dalam penelitian ini adalah :

1. Perlu dilakukan proses sulfonasi dengan menggunakan pelarut yang lain dengan mempertimbangkan faktor ekonomis untuk penanganan limbah plastik.
2. Perlunya pencarian metode pemurnian HIPSS dengan cara lain selain dengan menggunakan membran dialisa. Karena kurang ekonomis dan memerlukan waktu yang lama di dalam pemisahannya.
3. Harus dikembangkan alternatif lain, selain metode penambahan gugus fungsi untuk mengatasi masalah limbah plastik.

DAFTAR PUSTAKA

1. Chemical week. 1994. 27th July Edition. Page 19. Japan.
2. Inagaki, Y .*et al.* 1998, *Reclamation Of Waste Polystyrene by Sulfonation*.
Center of Environmental Technology. Japan.
3. Polimer Indonesia. Informations about polimer Indonesia. 2008.
<http://Polimer Indonesia.com/HIPS>. 14 Juni 2008, pkl 14.00.wib.
4. *Polimer Data Hand Book, the application society of polimer science*
Japan (SPSJ). 1986. Baifukan Tokyo-japan.
5. Chem-is-try, *the encyclopedia of chemistry*. 2008. *Polistirene* .
<http://en.chem-is-try.com/chem/polistirene>. 20 Mei 2008, pkl, 21:00 wib.
6. Cowd, M.A. 1982. Kimia Polimer. BSc Phd Cchem MRSc, Pengajar Ilmu
Kimia North Wirral College Of Technology.
7. Wikipedia, the encyclopedia of chemistry. 2008. HIPS.
<http://en.wikipediatheencyclopedia/HIPS>. 20 Juli 2008.
8. A.Haryono, N Astrini, S.R. Wuyaningsih, Prosiding Simposium Himpunan
Polimer Indonesia IV, Jakarta. 8 Juli 2003.
9. R, Jamal Emir. 2007. Pembuatan Membran Fuel cell dari Limbah Plastik
LDPE. Institut Teknologi Bandung. Bandung.
10. Hart, Suminar. Kimia Polimer. Institut Teknik Bndung ; Bandung

11. Matsjeh.S.dkk. Kimia organik Dasar 1.1993. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Gajah Mada.Yogyakarta.
12. Listyarini, Arie.2006. Sulfonasi Polistirena : Pemanfaatan Limbah Styrofoam sebagai Flokulan. Tesis Magister Ilmu Kimia.Universitas Indonesia. Depok.
13. Widodo,Agus.Mardiah dan Prasetyo Andy. 2003. jurnal :POTENSI KITOSAN DARI SISA UDANG SEBAGAI KOAGULAN LOGAM BERAT LIMBAH CAIR INDUSTRI TEKSTIL. InstitutTeknologi Bandung.
14. Supriyanto,Agus.1983.Polielektrolit Sebagai Koagulan/Flokulan dan Dispersan pada Dispersi Koloid.Skripsi Ilmu Kimia.Universitas Indonesia.Depok.
15. Laporan Proyek Kerjasama Penyebaran Teknologi Lingkungan dan Energi,JETRO Green Aid Plan In Indonesia, JETRO Jakarta.1998/1999.
16. Fessenden,R.J & J.S. Fessenden.1990. Kimia Organik. Jilid 1&2.Edisi ke 3. Didalam *Organic Chemistry* (Aloysius Hadyana Pudjaatmaka). Penerbit Erlangga.Jakarta :xv+525
17. Sunardi. 2003. Diktat Penuntun Praktikum Instrumentasi. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Jurusan Kimia. Universitas Indonesia. Depok.

18. Sasrtohamidjojo, Harjono. 1990. Spektroskopi Inframerah. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Gajah Mada. Yogyakarta.
19. Cho Jaepyong, dkk. journal : *Synthesis and Physicochemical and Dynamic Mechanical Properties of a Water Soluble Chitosan Derivative as a Biomaterial*. University of Toronto. Canada. 2006.
20. Kitano, et al. 1986. *Sulfonation Method of Polystyrene*. United States Patent. Tokyo. Japan.
21. Kurniawan, Iwan. 2006. Sintesis Zeolit x dari kaolin: Modifikasi Kepolaran Struktur dengan memvariasikan Si:Al pada kerangka zeolit x. Skripsi Ilmu Kimia. Universitas Indonesia. Depok.
22. Irwansyah. 2007. Modifikasi Bentonit menjadi *Organoclay* dengan surfaktan Heksadesil Trimetil Amonium Bromida melalui Intrkalasi metode Ultrasonik. Skripsi Ilmu Kimia. Universitas Indonesia. Depok.
23. J. Brandrup, E.H. Immergut and E.A. Grulke. 1999. *Polymer Hand Book*. Fourth Edition, Wiley Interscience Publication. Toronto-Canada.
24. Malcolm P. Stevens. 2001. *Polymer Chemistry : An Introduction*. Oxford University Press, Inc.

Lampiran 1.

Data Hasil Derajat Sulfonasi dengan variasi temperatur

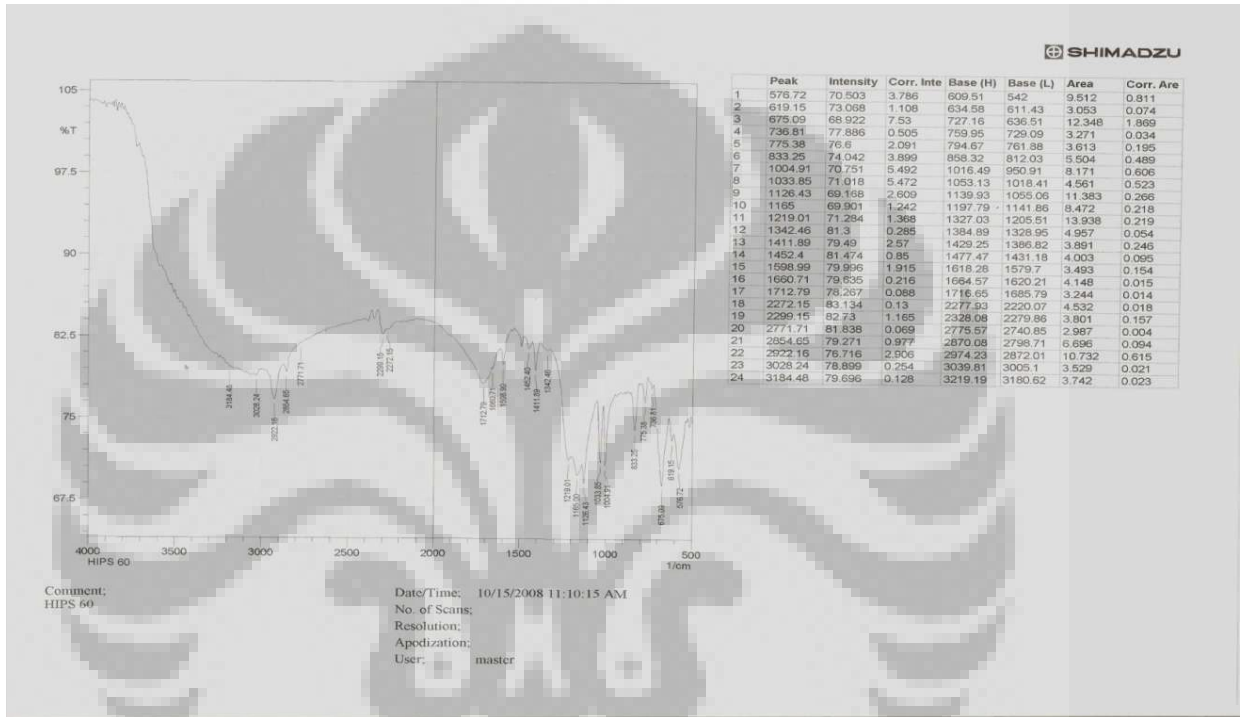
No	sampel	°C	Waktu reaksi	% Sulfonasi
1	HIPS	60	10	79
2	HIPS	50	10	82.12
3	HIPS	40	10	85.23
4	HIPS	26	10	45,73
5	Limbah Yogurt	60	10	68.6
6	limbah Yogurt	50	10	70.16
7	Limbah Yogurt	40	10	72.24
8	Limbah Yogurt	26	10	43.13
9	EPS	60	10	90.43
10	EPS	50	10	97.71
11	EPS	40	10	95.63
12	EPS	26	10	92.51

Data hasil derajat sulfonasi dengan variasi waktu reaksi

no	sampel	waktu reaksi	% Sulfonasi
1	Limbah kemasan	10	68.6
2	Limbah kemasan	15	69.12
3	Limbah kemasan	20	69.64
4	Limbah kemasan	25	68.08
5	HIPS	10	85.23
6	HIPS	15	87.43
7	HIPS	20	85.66
8	HIPS	25	84.19

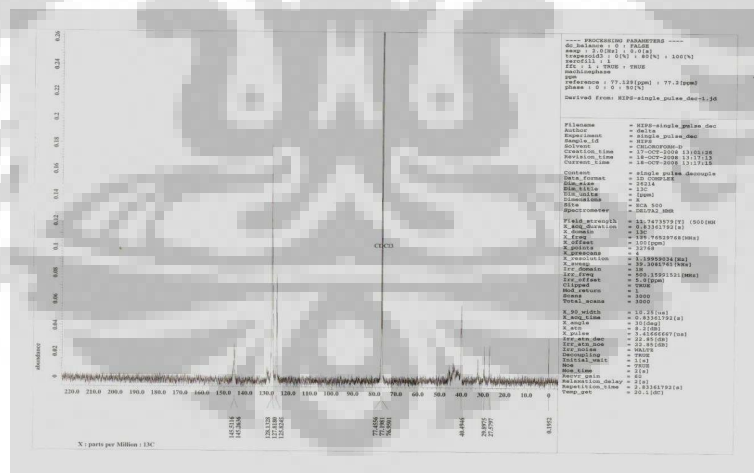
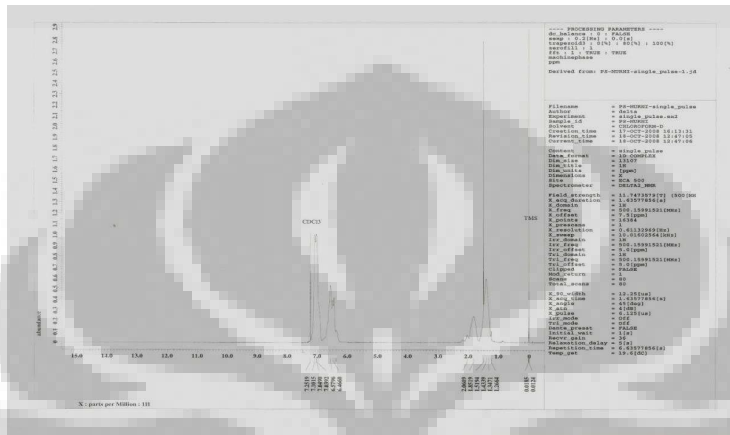
Lampiran 2

Spektrum FTIR HIPSS dari limbah kemasan 40 ° C 20 jam waktu reaksi



Lampiran 3.

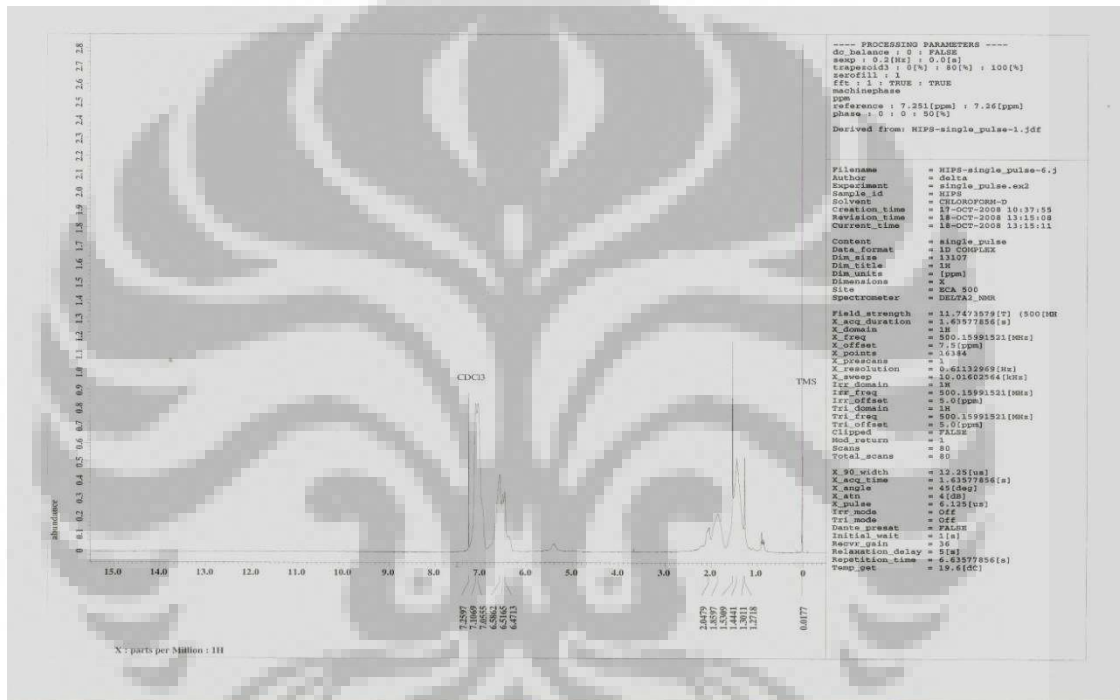
Spektrum ^1H NMR HIPS murni



Spektrum C^{13} NMR HIPS murni

Lampiran 4.

Spektrum ^1H NMR PS murni

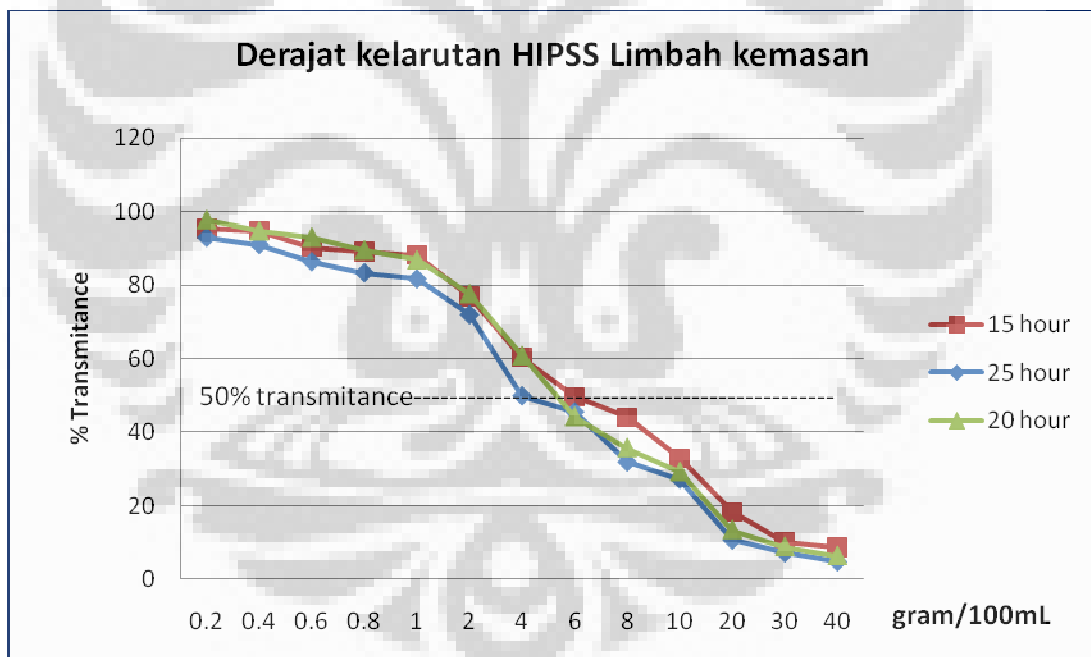


Lampiran 5

.Tabel derajat kelarutan

No	sampel	Derajat Kelarutan (gram/100mL)
1	HIPS 40 c 10 H	3.2
2	Limbah 40 c 10 H	4.2
3	Limbah 40 c 15 H	4.8
4	Limbah 40 c 20 H	4.4
5	Limbah 40 c 25 H	4.6

Grafik derajat kelarutan dengan variasi waktu reaksi



Lampiran 6.

Reaktor sulfonasi



Membran dialisis



Instrumen FT- IR



Lampiran 7.

Pelet HIPS dan PS (Aldrich)



Sampel limbah kemasan



Lampiran 8.



Produk HIPSS dari limbah kemasan 40 °C 10 jam



Produk HIPSS dari limbah kemasan 40 °C 20 jam



Produk HIPSS dari HIPS murni 40 °C 10 jam



Produk HIPSS dari HIPS murni 40 °C 20 jam