



UNIVERSITAS INDONESIA

**KOPOLIMERISASI SELULOSA-*GLYCIDYL METHACRYLATE*(GMA)
DENGAN GUGUS FUNGSIONAL SULFONAT MENGGUNAKAN
TEKNIK PRAIRADIASI UNTUK ADSORPSI ION LOGAM TIMBAL (Pb)**

SKRIPSI

SHAFIRA MUZDALIFAH

1306396611

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

PROGRAM STUDI KIMIA

DEPOK

JUNI 2017

|

Universitas Indonesia



UNIVERSITAS INDONESIA

**KOPOLIMERISASI SELULOSA-*GLYCIDYL METHACRYLATE* (GMA)
DENGAN GUGUS FUNGSIONAL SULFONAT MENGGUNAKAN
TEKNIK PRAIRADIASI UNTUK ADSORPSI ION LOGAM TIMBAL (Pb)**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains

SHAFIRA MUZDALIFAH

1306396611

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

PROGRAM STUDI KIMIA

DEPOK

JUNI 2017

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri,
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk
telah saya nyatakan dengan benar



HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Shafira Muzdalifah
NPM : 1306396611
Program Studi : S1 Kimia
Judul Skripsi : Kopolimerisasi Selulosa-*Glycidyl Methacrylate* (GMA) Dengan Gugus Fungsional Sulfonat Menggunakan Teknik Prairadiasi Untuk Adsorpsi Ion Logam Timbal (Pb)

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.

DEWAN PENGUJI

Pembimbing I : Dr. Asep Saefumillah



Pembimbing II : Dr. Meri Suhartini



Penguji : Dra. Tresye Utari, M.Si



Penguji : Dyah Utami CR, M.Si



Penguji : Prof. Dr. Endang Asijati



Ditetapkan di : Depok

Tanggal : Juni 2017

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT karena berkat rahmat dan ridho-Nya penulis dapat menyelesaikan penyusunan skripsi ini sebagai salah satu syarat memperoleh gelar Sarjana Sains Program Studi Ilmu Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia. Penulis menyadari bahwa tanpa dukungan, bantuan, dan bimbingan dari berbagai pihak, akan menjadi sulit bagi penulis dalam menghadapi masalah-masalah yang terjadi selama penelitian. Oleh karena itu, penulis menyampaikan rasa terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Kedua orang tua penulis yang amat penulis sayangi, Bapak Arif Syamsul Hadidan Ibu Arofatus Zaqiyah yang tidak pernah berhenti mendoakan dan mendukung, serta terus mendampingi hingga akhirnya penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik.
2. Bapak Dr. Asep Saefumillah selaku dosen pembimbing pertama yang senantiasa membimbing, meluangkan waktu dan tenaga, membagi ilmu serta memberikan ide, saran dan perhatian selama penelitian berlangsung hingga terselesaikannya skripsi ini.
3. Ibu Dr. Meri Suhartini selaku dosen pembimbing dua yang telah mendukung, membimbing, meluangkan waktu untuk berdiskusi, membantu saat adanya kesulitan selama penelitian berlangsung di PAIR BATAN.
4. Bapak Prof. Usman Sumo Friend Tambunan selaku pembimbing akademis yang selalu memberi saran dan nasihat selama masa perkuliahan.
5. Bapak Dr. Endang Saepudin selaku ketua Departemen Kimia FMIPA UI dan Bapak Dr. rer. nat Budiawan selaku ketua Program Studi Sarjana Departemen Kimia FMIPA UI yang telah memberikan dan bantuan selama penelitian.
6. Bapak Darmawan selaku ketua bidang PAIR BATAN yang telah mengizinkan saya untuk melakukan penelitian dan menggunakan seluruh bahan dan peralatan yang ada disana.
7. Seluruh dosen Departemen Kimia FMIPA UI yang telah memberikan ilmu yang bermanfaat selama perkuliahan sehingga memudahkan saat penelitian dan penyusunan skripsi.

8. Seluruh staf dan pegawai Departemen Kimia FMIPA UI khususnya Pak Sutrisno (babe), Mbak Elva dan Mbak Ati yang telah membantu dalam hal mengurus administrasi untuk keperluan pendidikan dan penelitian.
9. Seluruh karyawan PAIR BATAN, khususnya Bapak Erizal, Bapak Santoso, Ibu Dewi, Ibu Susi dan Bapak Dian atas bantuan dan kerjasamanya selama saya melakukan penelitian.
10. Mbak Nisa selaku karyawan Qlab Farmasi UP yang telah baik hati dan sabar membantu penulis dalam mengukur data AAS.
11. Irfan Nizam Masjidi selaku adik penulis yang selalu menjadi penghibur, tempat bertukar pikiran dan selalu menyemangati penulis.
12. Kukuh Marshall Alfisyahrin yang selalu menjadi tempat berkeluh kesah, memberi dukungan, saran serta semangat selama proses penelitian dan penulisan berlangsung.
13. Rekan-rekan penelitian di BATAN lantai satu: Ladiya, Asfi, Ela, Kak Syamsul, Chibi, Nisa, Meiyang telah banyak membantu penulis saat kesulitan, berbagi suka dan duka serta membantu dalam mencari solusi.
14. Rekan-rekan *Your Party Maker*: Siti Hannaa dan Fara Dewi yang selalu bersedia meluangkan waktunya disela penelitian untuk tetap mengembangkan bisnis kita dan saling bertukar pikiran seputar penelitian serta saling menyemangati.
15. Chibi-chibi : Lucky dan Laras yang telah menjadi tetangga sekaligus sahabat sedari kecil yang selalu menemani penulis dikala suka dan duka.
16. Dhita Liawaty S, sahabat yang telah membagi waktunya untuk menghibur penulis dan mencurahkan segala kegundahan serta telah mengizinkan untuk singgah dirumahnya sehingga memudahkan penulis untuk penelitian.
17. Fauzi Dewantara dan Asher Rayhan, yang telah membantu penulis membuat mekanisme pada aplikasi ChemDraw.
18. Shafrizal Rasyid dan M. Buchari S.P, yang telah meluangkan waktunya untuk berbagi ilmu kepada penulis.
19. Kepunyaan Kibo: Hannaa, Irakha, Diah, Ladiya, Rianza, Shali, Adriane yang telah menjadi sahabat pertama, penghibur dan penyemangat penulis di Kimia Fmipa UI.

20. Catols: Fara, Rara, Ira, Akay, Babeh, Puti, Elok, Nadia, Shali, Khansa, Anne, Dimas, Asher, Oji, Anjas, Juple, Ayi, Hersal, Ozzy, Hilmi, Diah, Irakha, Puje, Rima, Hannaa, Hana, Ladiya, Dewo, Kevin, dan Aqil yang telah menjadi sahabat dan penyemangat penulis selama masa perkuliahan di Kimia. Tanpa kalian masa perkuliahan tidak akan merasa menyenangkan.
21. Teman-teman angkatan 2013 - TNT (Thirteen Nation Territory) yang tidak dapat disebutkan satu persatu, terima kasih atas segala kebaikan selama 4 tahun ini.

Semoga Allah SWT memberikan balasan yang berlipat ganda kepada semua pihak yang telah terlibat dan membantu penulis dalam menyelesaikan skripsi ini. Demi perbaikan selanjutnya, saran dan kritik yang membangun akan penulis terima dengan senang hati. Akhirnya, hanya kepada Allah SWT penulis serahkan segalanya, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi ilmu pengetahuan selanjutnya.

Depok, 15 Juni 2017

Penulis

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR
UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIK**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Shafira Muzdalifah
NPM : 1306396611
Program Studi : S1 Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis Karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneklusif (Non-exclusive Royalty Free Right)** atas karya ilmiah saya yang berjudul :

**Kopolimerisasi Selulosa-*Glycidyl Methacrylate* (GMA) Dengan Gugus
Fungsional Sulfonat Menggunakan Teknik Prairadiasi Untuk Adsorpsi Ion
Logam Timbal (Pb)**

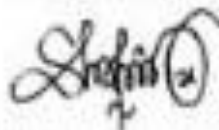
dengan Hak Bebas Royalti Noneklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pengkalan data (database), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : 15 Juni 2017

Yang menyatakan



viii

(Shafira Muzdalifah)

ABSTRAK

Nama : Shafira Muzdalifah
Program Studi : Kimia
Judul Tugas Akhir : Kopolimerisasi Selulosa-*Glycidyl Methacrylate* (GMA) dengan Gugus Fungsional Sulfonat Menggunakan Teknik Prairadiasi untuk Adsorpsi Ion Logam Timbal (Pb)

Kebanyakan permasalahan pencemaran air saat ini diakibatkan oleh adanya logam berat. Untuk itu diperlukan adsorben untuk mengurangi permasalahan pencemaran logam berat tersebut. Pada penelitian ini dibuat adsorben ion logam berbasis selulosa dengan gugus fungsional sulfonat. Selulosa terlebih dahulu di iradiasi menggunakan berkas elektron dengan variasi dosis 20, 30 dan 40 kGy. Kemudian dicangkokkan menggunakan metode prairadiasi ke monomer *Glycidyl Methacrylate* (GMA) dengan variasi konsentrasi 1%, 2,5% dan 5%. Hasil optimum selulosa yang tercangkok GMA dimodifikasi menggunakan gugus fungsional sulfonat untuk diaplikasikan sebagai adsorben ion logam timbal. Hasil sintesis kopolimer selulosa-GMA-sulfonat dikarakterisasi dengan FTIR, DSC dan AAS. Diperoleh hasil dengan persen pencangkokkan selulosa-GMA efisien pada dosis 40 kGy dan konsentrasi monomer GMA sebesar 107.62%. Sintesis selulosa-GMA-sulfonat optimum adalah pada suhu 80°C dengan konsentrasi 1N. Kapasitas adsorpsi ion logam timbal diperoleh sebesar 8,476 mg/g pada kondisi pH 7, waktu kontak 150 menit dan konsentrasi ion logam timbal 20 ppm. Isoterm adsorpsi yang sesuai untuk adsorben selulosa-GMA-sulfonat ialah model isoterm Langmuir dengan nilai regresi 0,974. Kinetika adsorpsi adsorben selulosa-GMA-sulfonat diperoleh mengikuti orde reaksi pertama. Berdasarkan hasil yang diperoleh, adsorben kopolimer selulosa GMA termodifikasi sulfonat dapat meningkatkan penyerapan ion logam timbal.

Kata kunci :
Selulosa, Kopolimerisasi cangkok, Glisidil metakrilat, Gugus Fungsi Sulfonat, Adsorben logam timbal.

ABSTRACT

Name : Shafira Muzdalifah
Study Program : Chemistry
Title : Copolymerization of Cellulose-*Glycidyl Methacrylate* (GMA) Using Prairradiation Method and Sulfonate as a Functional Group For Lead Metal Ion Adsorption

Currently the most water pollution problems are caused by the heavy metals. Therefore, an adsorbent to reduce the problem of heavy metal pollution is needed. In this research, an adsorbent metal ion based on cellulose made with sulfonate functional group. First of all, the cellulose is being irradiated using the electron beam with a variation of irradiated dose 20, 30 and 40 kGy then being grafted using a pre-irradiation method to *Glycidyl Methacrylate* monomer (GMA) with a variation of the concentration 1%, 2,5% and 5%. The cellulose-grafted GMA is modified using a sulfonate functional group in optimum conditions to be applied as a lead metal ion adsorbent. The result of copolymer synthesis of cellulose-GMA-sulfonate was characterized with FTIR, DSC and AAS. The percent yield of efficient cellulose-GMA irradiated with 40 kGy radiation doses and GMA monomer concentration was 107.62%. The optimum condition of cellulose-GMA-sulfonate synthesis is at 80°C with 1N concentration. The present adsorption capacity of lead metal ion solution equal to 8,476 mg/g, the required solution is needed to be at pH 7, 150 minutes contact time and with 20 ppm concentration of lead metal ions. An appropriate adsorption isotherm represented for cellulose-GMA-sulfonate adsorbent is Langmuir isotherm model with a regression value at 0.974. The adsorbent kinetics of cellulose-GMA-sulfonate adsorbents is obtained following the first order reaction. Based on the results, the modified cellulose GMA Sulphonate cellulose copolymer can increase the absorption of lead metal ions.

Key words : *Cellulose, Graft copolymer, Glycidyl methacrylate, Sulfonate functional group, adsorbent lead metal.*

DAFTAR ISI

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	iii
HALAMAN PENGESAHAN	iv
KATA PENGANTAR	v
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIK.....	viii
ABSTRAK.....	ix
ABSTRACT.....	x
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL.....	xiv
LAMPIRAN.....	xv
BAB I.....	1
PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Hipotesis	4
BAB II.....	6
TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Selulosa	6
2.2 Polimer dan Polimerisasi.....	7
2.3 Kopolimerisasi Cangkok	9
2.4 Kopolimerisasi Cangkok dengan Metode Iradiasi	10
2.5 Glycidyl Methacrylate (GMA).....	12
2.6 Ammonium Sulfat	13
2.7 Logam Timbal (Pb)	13
2.8 Kesetimbangan Adsorpsi.....	14
2.9 Kinetika Adsorpsi.....	16
2.10 Spektroskopi Serapan Atom (AAS)	17
2.11 FTIR	18
2.12 Differential Scanning Calorimetry (DSC).....	19
BAB III	22
METODE PENELITIAN.....	22
3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian.....	22
3.2 Alat dan Bahan	22
3.3 Prosedur Kerja.....	22

3.3.1 Proses pencangkakan monomer GMA pada Selulosa dengan metode prairadiasi	22
3.3.2 Optimasi modifikasi SG dengan Ammonium Sulfat	23
3.3.3 Karakterisasi dengan FTIR	24
3.3.4 Karakterisasi dengan DSC	24
3.3.5 Derajat pengembangan	24
3.3.6 Adsorpsi ion logam Pb.....	24
3.3.7 Analisis dengan AAS.....	25
BAB IV	26
PEMBAHASAN	26
4.1 Pengaruh Dosis Radiasi terhadap Pencangkakan Selulosa dengan GMA ..	26
4.2 Pengaruh Variasi Konsentrasi GMA terhadap Proses Pencangkakan Selulosa	27
4.3 Derajat Pengembangan	28
4.4 Modifikasi Kopolimer Selulosa-GMA dengan Ammonium Sulfat	29
4.4.1 Pengaruh Variasi Konsentrasi Ammonium Sulfat terhadap Persen Konversi mmol GMA	30
4.4.2 Pengaruh Variasi Suhu Terhadap Persen Konversi mmol GMA	31
4.5 Karakterisasi FTIR	32
4.6 Analisis Perubahan Kalor	34
4.7 Adsorpsi Ion Logam Pb.....	36
4.7.1 Hasil Pengaruh Variasi pH Terhadap Kapasitas Adsorpsi	36
4.7.2 Hasil Pengaruh Variasi Waktu Kontak Terhadap Kapasitas Adsorpsi....	38
4.7.3 Hasil Pengaruh Konsentrasi Ion Logam Pb Terhadap Kapasitas Adsorpsi	39
4.8 Isoterm Adsorpsi	40
4.9 Kinetika Adsorpsi.....	43
BAB V	45
PENUTUP.....	45
5.1 Kesimpulan	45
5.2 Saran	46
DAFTAR PUSTAKA	47
LAMPIRAN.....	54

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Struktur Selulosa	6
Gambar 2. 2 Tipe-tipe Kopolimer.....	9
Gambar 2. 3 Metode sintesis pada kopolimer cangkok (A. Grafting to, B. grafting from dan C. grafting through).....	10
Gambar 2. 4 Struktur GMA	12
Gambar 2. 5 Struktur Ammonium Sulfat.....	13
Gambar 2. 6 Pendekatan isotherm adsorpsi Langmuir	15
Gambar 2. 7 Skema kerja alat SSA.....	18
Gambar 2. 8 Skema kerja alat FTIR	19
Gambar 2. 9 Skema Kerja alat DCS	21
Gambar 4. 1 Pengaruh dosis radiasi terhadap proses pencangkokkan.....	26
Gambar 4. 2 Pengaruh Variasi Konsentrasi GMA terhadap Proses Pencangkokkan	27
Gambar 4. 3 Derajat Pengembangan.....	29
Gambar 4. 4 Usulan mekanisme pembukaan cincin epoksi oleh Ammonium Sulfat	30
Gambar 4. 5 Pengaruh Variasi Konsentrasi Sulfonat terhadap Konversi mmol GMA	31
Gambar 4. 6 Pengaruh Variasi Suhu Terhadap Konversi mmol GMA	32
Gambar 4. 7 Spekturm FTIR Selulosa Murni	33
Gambar 4. 8 Spektrum FTIR Selulosa-GMA	33
Gambar 4. 9 Spektrum FTIR Selulosa-GMA-Sulfonat	34
Gambar 4. 10 Analisis termogram DSC Selulosa Murni, Selulosa-GMA, Selulosa-GMA-Sulfonat.	35
Gambar 4. 11 Pengaruh Variasi pH Terhadap Kapasitas Adsorpsi	37
Gambar 4. 12 Pengaruh Variasi Waktu Kontak Terhadap Kapasitas Adsorpsi	38
Gambar 4. 13 Pengaruh Konsentrasi Ion Logam Pb Terhadap Kapasitas Adsorpsi.....	40
Gambar 4. 14 Isoterm Langmuir.....	41
Gambar 4. 15 Isoterm Freundlich	41
Gambar 4. 16 Orde Reaksi Satu.....	43
Gambar 4. 17 Orde Reaksi Dua	44

DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Kandungan Jerami (Helal, 2005)	7
---	---



LAMPIRAN

Lampiran 1. Skema Kerja Penelitian	54
Lampiran 2. Pencangkokkan GMA dan Selulosa	55
Lampiran 3. Perhitungan hasil pencangkokkan GMA pada Selulosa.....	56
Lampiran 4. Usulan Mekanisme Pencangkokkan GMA pada Selulosa	57
Lampiran 5. Usulan mekanisme pembukaan cincin epoksi oleh Ammonium Sulfat	58
Lampiran 6. Perhitungan optimasi modifikasi Selulosa-GMA dengan Ammonium Sulfat	59
Lampiran 7. Derajat Pengembangan	61
Lampiran 8. Perhitungan Adsorpsi Logam Pb.....	62
Lampiran 9. Perhitungan Isotherm Adsorpsi	65
Lampiran 10. Perhitungan Kinetika Adsorpsi	67



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Permasalahan lingkungan yang saat ini mendominasi ialah pencemaran logam berat yang salah satunya disebabkan oleh limbah hasil industri yang dibuang langsung ke sungai tanpa adanya pengolahan terlebih dahulu. Sehingga pencemaran logam berat hasil limbah industri tersebut menyebabkan bahaya bagi lingkungan dan kesehatan makhluk hidup yang berada disekitarnya. Gurgel *et al.* (2008) menyebutkan upaya yang dapat dilakukan untuk mengatasi permasalahan tersebut dengan beberapa metode seperti pengendapan, ekstraksi larutan, penyaringan ultra, pertukaran ion dan adsorpsi yang merupakan cara untuk mengatasi pencemaran logam.

Logam berat adalah unsur logam dengan berat molekul yang tinggi dimana berat jenisnya lebih dari 5 g/cm^3 (Connel & Miller, 2006). Dalam konsentrasi yang rendah umumnya logam berat beracun bagi tumbuhan, hewan, dan manusia. Beberapa logam berat yang sering mencemari lingkungan adalah Merkuri (Hg), Krom (Cr), Arsen (As), Cadmium (Cd), dan Timbal (Pb) (Notohadiprawiro, 1993). Sumber logam berat yang berasal dari aktivitas manusia, diantaranya berasal dari gas buangan kendaraan bermotor, pertambangan, industri elektronika dan kimia, pestisida, pupuk dan lainnya (Notohadiprawiro, 1993).

Banyak metoda yang telah dikembangkan untuk menurunkan kadar logam berat dari badan perairan, misalnya dengan metoda pengendapan, evaporasi, elektrokimia, dan dengan cara penyerapan bahan pencemar oleh adsorben baik berupa resin sintetik maupun karbon aktif (Lopes, 1997). Metode adsorpsi merupakan salah satu metode yang sangat efisien untuk menurunkan kandungan logam berat. Adsorben dapat dibuat menggunakan bahan alami ataupun produk limbah yang sudah tidak dimanfaatkan dengan kapasitas penyerapan yang tinggi untuk logam berat dan polutan karena mudah diperoleh, mudah digunakan dan memiliki nilai harga yang murah

(Babel and kurniawan, 2003).Setiap tahunnya jerami padi menghasilkan limbah yang melimpah dikarenakan padi merupakan salah satu bahan makanan pokok di Indonesia dan hasil limbah jerami tersebut jarang dimanfaatkan. Jerami padi memiliki kandungan selulosa yang cukup tinggi sehingga dapat dimanfaatkan sebagai adsorben dan memiliki sifat yang *biodegradable* dan terbarukan. Oleh karena itu pada penelitian ini digunakan selulosa yang berasal dari jerami padi.

Saat ini telah banyak penelitian-penelitian yang menggunakan selulosa yang telah dimodifikasi sebagai adsorben logam berat. Menurut Hokkanen *et al* (2016), secara umum modifikasi selulosa secara kimia menunjukkan kapasitas adsorpsi yang lebih tinggi dibandingkan yang tidak termodifikasi. Telah banyak ilmuwan yang membuat adsorben berbasis selulosa seperti Heinonen (2012) yang telah berhasil memodifikasi nanokristal selulosa secara kimia sebagai adsorben untuk memurnikan hidrogen sulfida pada perairan, Cuihua Dong (2016) telah berhasil memodifikasi selulosa tersulfonasi yang dapat menurunkan kristalinitas dan menghilangkan Pb^{2+} , Fe^{3+} dan Cu^{2+} dengan efisiensi yang tinggi, Anirudhan (2013) telah berhasil mensintesis adsorben baru dari glisidil metakrilat yang dicangkakan dengan mengamini titanium dioksida yang dipadatkan dengan selulosa untuk penyerapan ion Cr(VI) dan Kang (2015) telah berhasil memodifikasi selulosa dengan teknik pencangkakan sebagai adsorben. Pada penelitian ini digunakan teknik pencangkakan selulosa termodifikasi sebagai adsorben logam berat.

Pencangkakan merupakan teknik untuk menggabungkan selulosa yang berperan sebagai matriks dengan polimer sintetik dengan gugus fungsi tertentu. Kelebihan teknik kopolimerisasi cangkok ini adalah selulosa dapat difungsionalisasi berdasarkan sifat yang dimiliki oleh monomer yang terikat secara kovalen tanpa mempengaruhi struktur dasar selulosa. Gugus hidroksil pada selulosa dimanfaatkan untuk memodifikasi selulosa dengan memasukkan gugus fungsi tertentu pada selulosa melalui teknik *grafting* (penempelan/pencangkakan). *Glycidyl Methacrylate* (GMA) merupakan salah satu monomer yang diminati untuk teknik pencangkakan selulosa karena adanya gugus vinil yang dapat diinisiasi dengan radikal bebas yang akan

dicangkakan dengan selulosa dan berperan sebagai polimer induk dan adanyagugus epoksi dapat berikatan dengan gugus fungsional lainnya. Cincin epoksi akan terbuka dan membentuk gugus fungsi baru untuk pembentukan kelat untuk logam (Chauhan *et al.*, 2005).

Pada penelitian ini digunakan metode prairadiasi. Terdapat dua metode prairadiasi yaitu prairadiasi pada kondisi inert dengan atmosfer nitrogen dan prairadiasi peroksida dengan atmosfer udara. Perbedaan kedua metode ini ialah prairadiasi pada kondisi inert dengan atmosfer nitrogen, radikal yang terbentuk pada rantai utama polimer berada pada permukaan selulosa dan di dalam serat kemudian polimer teradisi dikontakkan dengan monomer dalam kondisi gas atau cairan inert. Sedangkan pada prairadiasi peroksida dengan atmosfer udara, radikal yang akan terbentuk radikal peroksi pada polimer dan secara lambat menjadi spesi stabil ROOH- jenis hidroperoksida, ROOR-jenis peroksida, dan radikal alkoksi (Fadillah, Ikfa N., 2016). Kopolimerisasi cangkok prairadiasi memiliki keuntungan relatif lebih sedikit terbentuknya homopolimer (Bhattacharya dan Misra, 2004)

Penambahan gugus fungsi untuk memodifikasi selulosa telah banyak dilakukan karena dapat meningkatkan kemampuan selulosa dalam penyerapan logam. Penambahan gugus fungsi tertentu seperti karboksilat (COOH), amin (NH₂) dan sulfonat (SO₃H) juga dapat bersifat sebagai penukar ion pada teknik pencangkakan (Basuki, Fatmuanis. 2005). Bondar Yu.V (2004) telah berhasil menggunakan teknik kopolimerisasi pencangkakan polipropilen pada GMA dengan menggunakan gugus fungsi sulfonat dari NaHSO₃ dan T.S. Anirudhan (2011) telah berhasil menggunakan teknik pencangkakan selulosa pada poli(glisidil metakrilat) menggunakan gugus fungsi sulfonat untuk mengadsorpsi *lysozyme*. Pada penelitian ini digunakan sulfonat yang berasal dari ammonium sulfat (NH₄)₂SO₄ yang digabungkan dengan hasil metode kopolimerisasi cangkok selulosa dengan monomer GMA untuk pengaplikasian penyerapan ion logam timbal.

1.2 Perumusan Masalah

- Berapakah dosis dan konsentrasi optimum untuk pencangkokkan selulosa dengan GMA?
- Apakah selulosa tercangkok GMA dapat dimodifikasi dengan gugus fungsi sulfonat?
- Berapakah kondisi optimum sintesis gugus fungsi sulfonat dengan kopolimer cangkok selulosa dengan GMA?
- Berapakah kapasitas adsorpsi larutan ion logam timbal oleh adsorben selulosa-GMA-sulfonat?
- Apakah isoterm adsorpsi yang sesuai dengan proses adsorpsi ion logam timbal oleh adsorben selulosa-GMA-sulfonat?

1.3 Tujuan Penelitian

- Mengevaluasi dosis radiasi dan konsentrasi optimum untuk pencangkokkan selulosa dengan GMA.
- Menentukan kondisi optimum sintesis gugus fungsi sulfonat dengan kopolimer cangkok GMA dengan selulosa.
- Menentukan penyerapan logam timbal hasil sintesis modifikasi cangkok GMA pada selulosa dengan gugus sulfonat.
- Mengevaluasi prinsip adsorpsi adsorben selulosa-GMA-sulfonat dalam menyerap logam dengan persamaan isoterm adsorpsi Langmuir dan Freundlich
- Menganalisis kinetika proses adsorpsi logam dengan persamaan orde reaksi pertama dan orde reaksi kedua.
- Menganalisis kinetika proses adsorpsi dengan persamaan orde reaksi pertama dan orde reaksi kedua.

1.4 Hipotesis

- Kondisi optimum pencangkokkan selulosa dengan GMA pada dosis radiasi dan konsentrasi yang tinggi.
- Kondisi optimum modifikasi selulosa-GMA dengan gugus fungsi sulfonat pada konsentrasi dan suhu yang tinggi.

- Hasil kopolimerisasi cangkok selulosa termodifikasi GMA dengan gugus fungsionat dapat diaplikasikan dalam adsorpsi ion logam timbal.
- Hasil proses adsorpsi ion logam timbal oleh adsorben selulosa-GMA-sulfonat dapat ditentukan melalui variasi pH larutan, waktu kontak dan konsentrasi akhir.
- Isoterm adsorpsi yang sesuai dengan proses adsorpsi ion logam timbal oleh adsorben selulosa-GMA-sulfonat dapat dianalisa melalui persamaan isoterm Langmuir dan Freundlich.



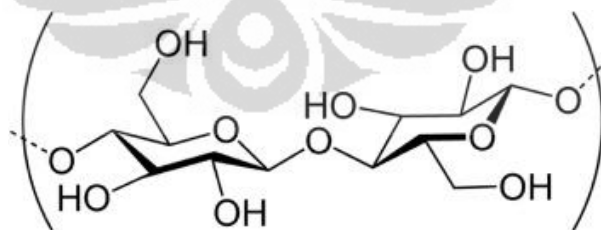
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Selulosa

Polimer yang akan digunakan pada penelitian ini adalah selulosa. Selulosa merupakan salah satu polimer yang tersedia melimpah di alam. Produksi selulosa sekitar 100 milyar ton setiap tahunnya. Hasilnya paling banyak berkombinasi dengan lignin dan polisakarida lainnya seperti hemiselulosa dalam dinding sel tumbuhan berkayu, baik pada kayu yang lunak, keras, jerami maupun bambu. Untuk mensintesis selulosa, pada penelitian ini digunakan selulosa yang berasal dari jerami padi.

Selulosa tersusun dari unit-unit anhidroglukopiranososa yang tersambung dengan ikatan β -1,4-glikosidik membentuk suatu rantai makromolekul tidak bercabang dimana setiap unit anhidroglukopiranososa memiliki tiga gugus hidroksil. Dua unit glukosa yang berdekatan bersatu dengan mengeliminasi satu molekul air di antara gugus hidroksil pada karbon 1 dan karbon 4 (Fengel D, Wegener G., 1984). Selulosa sendiri mempunyai rumus kimia $(C_6H_{10}O_5)_n$, di mana n merupakan jumlah pengulangan unit gula atau ukuran rantai polimer yang dinyatakan dengan derajat polimerisasi (DP) (Fadilla, Ikfa Nur., 2016). Struktur selulosa dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Selulosa terdiri atas daerah kristalin dan amorf. Pada daerah kristalin, rantai selulosa akan dihubungkan oleh ikatan hidrogen dan gaya van der Waals yang berpengaruh penting pada energi kisi. rantai selulosa dapat berada pada konformasi paralel (selulosa I)

dan anti paralel (selulosa II). Bentuk kristal dari struktur selulosa I dan II berbeda (Rahmawati, 2013).

Pada penelitian ini menggunakan selulosa yang berasal dari salah satu sumber biomassa

Tabel 2. 1 Kandungan Jerami (Helal, 2005)

Komponen	Kandungan (%)
α -Selulosa	39,73 (\pm 1,01)
Hemiselulosa	25,77 (\pm 0,43)
Lignin	13,43 (\pm 0,81)
Protein kasar	3,33 (\pm 0,23)
Abu	16,66 (\pm 0,33)
Silika	13,0 (\pm 0,20)

lignoselulosa yang tersedia dalam jumlah banyak yaitu jerami padi.

2.2 Polimer dan Polimerisasi

Polimer merupakan senyawa kimia yang mempunyai massa molekul yang sangat tinggi dan tersusun dari unit ulangan sederhana yang tergabung melalui proses polimerisasi. Unit ulangan polimer adalah molekul sederhana bermassa rendah yang disebut dengan monomer.

Polimerisasi adalah pembentukan polimer dari unit monomer. Berdasarkan mekanismenya, polimerisasi dikategorikan menjadi dua jenis, yaitu polimerisasi adisi dan polimerisasi kondensasi. Polimerisasi adisi adalah peristiwa pembentukan polimer oleh penggabungan monomer yang mempunyai ikatan rangkap. Sedangkan polimerisasi kondensasi adalah pembentukan melalui penggabungan monomer yang mempunyai gugus fungsi yang dapat bereaksi.

Polimer berdasarkan asal monomer pembentuknya dibedakan menjadi dua jenis, yaitu homopolimer dan kopolimer. Homopolimer

Gambar 2. 2Tipe-tipe Kopolimer

(sumber: www.revolvy.com)

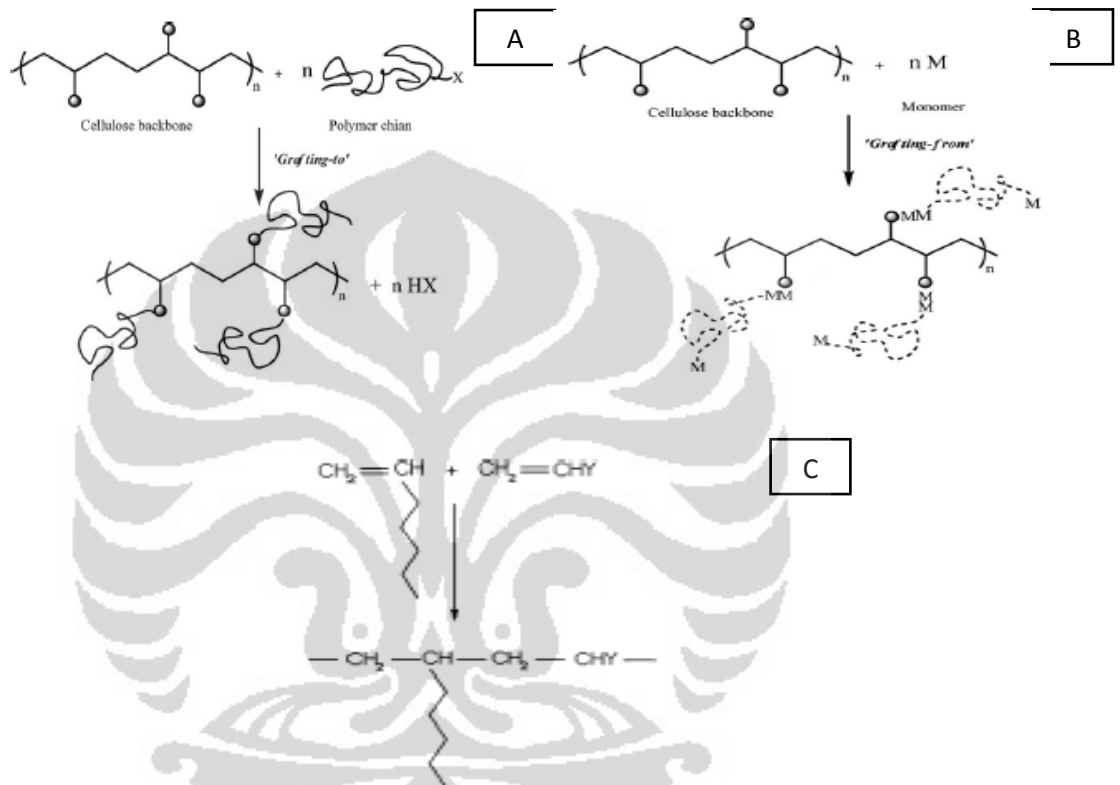
Secara umum, polimerisasi terdiri dari tiga tahap yaitu inisiasi, propagasi dan terminasi. Inisiasi adalah tahap pembentukan awal radikal-radikal bebas oleh suatu agen pembentuk radikal (inisiator). Reaksi diawali dengan pemecahan inisiator dan inisiator akan mengalami penguraian menjadi radikal melalui pembelahan homolitik atau heterolitik. Selanjutnya tahap propagasi dimana terjadi tahapan penyerangan radikal pada molekul lain untuk menghasilkan radikal baru lainnya. Apabila jumlah reaktan dalam bentuk molekul netral masih tersedia cukup banyak, maka reaksi akan berlangsung semakin lama semakin cepat. Tahap terakhir adalah terminasi dimana reaksi berantai terhenti setelah satu atau dua reaktan habis digunakan. Pada tahapan ini radikal-radikal akan saling bereaksi menghasilkan molekul baru yang relatif stabil. Tahapan ini dapat terjadi melalui proses dimerisasi radikal.

2.3Kopolimerisasi Cangkok

Baru-baru ini, sudah mulai banyak pekerjaan yang telah dikhususkan untuk studi mengenai radiasi kopolimerisasi cangkok. Kopolimerisasi cangkok merupakan proses yang digunakan untuk membuat produk polimer. Metode ini efisien untuk memodifikasi dan baik digunakan untuk memperbaiki sifat berbeda dari polimer alami seperti selulosa. Kopolimer cangkok terdiri dari rantai utama atau kerangka dasar dan rantai cabang (Cowd, 1991). Metode pencangkokan banyak digunakan karena didasari pada pengaktifan rantai polimer utamanya sebagai tempat menginisiasi pencangkokan monomer-monomer rantai cabang pada rantai utama.

Pada dasarnya metode pencangkokan terdiri dari tiga macam pendekatan yaitu *Grafting to*, *grafting from* dan *grafting through*. *Grafting to* melibatkan reaksi diantara dua gugus fungsional pada dua polimer yang berbeda dengan salah satu polimernya menjadi rantai polimer utama, *grafting from* yaitu polimer *backbone* membawa *site* aktif yang digunakan untuk

menginisasi polimerisasi monomer dan *Grafting through* melibatkan adanyamakromonomer denganberat molekul rendah bereaksi padasite yang tidak jenuh menghasilkan kopolimer graft (Kang, hongliang *et.al.*, 2015; Kumar, A. Gupta, R.K.,1998). Perlu dipelajari dasar-dasar kopolimer cangkok guna mengetahui teknik yang digunakan pada penelitian ini untuk menggabungkan selulosa dengan monomer GMA



Gambar 2. 3Metode sintesis pada kopolimer cangkok (A. *Grafting to*, B. *grafting from* dan C. *grafting through*)

(Sumber: Hongliang Kang *et al.*, 2015)

2.4 Kopolimerisasi Cangkok dengan Metode Iradiasi

Pencangkakan adalah teknik yang menjanjikan untuk pengenalan gugus fungsional khusus ke bahan berbasis selulosa untuk menggabungkan sifat selulosa dengan polimer sintetis. Menggunakan cara ini, selulosa berfungsi menjadi *backbone* yang terikat dengan rantai samping polimer. Proses pencangkakan, seperti pada reaksi polimerisasi, membutuhkan inisiator yang akan bereaksi membentuk spesi yang dapat berinteraksi dengan substrat untuk

menghasilkan radikal yang akan menginisiasi reaksi polimerisasi. Beberapa inisiator yang sering digunakan ialah inisiator kimia, fotokimia dan radiasi. Teknik kopolimerisasi cangkok dengan inisiator radiasi memiliki keunggulan diantaranya meningkatkan sifat-sifat beberapa polimer secara efektif, memiliki daya tembus dan laju inisiasi yang tinggi, pembentukan pusat aktif yang homogen, suhu reaksi rendah, tidak dibatasi oleh fase dan produk bebas dari inisiator serta pembentukan polimer dapat berlangsung bersamaan dengan pengikatan silang dan sterilisasi (Bhattacharya dan Misra, 2004; Wojnarovits *et al*, 2010).

Terdapat dua metode dasar untuk kopolimerisasi cangkok dengan radiasi yaitu iradiasi awal (*pre-irradiation grafting*) dan iradiasi simultan (*simultan grafting*). Pada metode prairadiasi, polimer terlebih dahulu di iradiasi dan selanjutnya dilakukan proses pencangkokkan. Sedangkan metodeiradiasi simultan adalah dengan mengiradiasi polimer dan monomer secara bersamaan (Kalia, S. dan Sahaa, M. W., 2013).

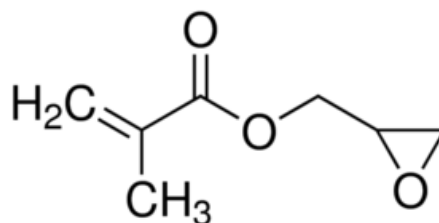
Pada metode prairadiasi terdapat dua kondisi pencangkokkan yaitu saat kondisi vacum (menggunakan gas inert, seperti N_2) dan pada kondisi atmosfer. Pada metode prairadiasi pada kondisi vacum, radikal akan terbentuk pada rantai utama polimer yang berada diantara permukaan benang selulosa dan di dalam serat. Polimer teradiasi kemudian di kontakkan dengan monomer dalam kondisi gas atau cairan inert. Dihasilkan radikal yang terletak di interfase antara daerah kristalin dan amorf pada presi utama aktif dengan pengaruh reaksi kopolimerisasi cangkok (Fadilla, Ikfa N., 2016). Metode prairadiasi pada kondisi atmosfer ialah ketikabackbonepolimer akan disinari dalam keadaan hampa udara atau inert untuk menghasilkan radikal dan kemudian kontak dengan monomer di bawah kondisi yang terkendali sehingga membentuk kelompok peroksi atau didroperoksi atau yang biasa disebut dengan metode peroksidasi atau metode hidroperoksidasi(Bhattacharya dan Misra, 2004). Hasil peroksi yang stabil kemudian dihilangkan dengan monomer pada suhu yang tinggi dimana peroksida mengalami dekomposisi radikal dan kemudian okulasi. Sebuah teknik grafting radiasi telah dilakukan untuk memberikan dan meningkatkan impermeabilitas air, ketahanan abrasi

dan ketahanan busuk pada selulosa (Z, Bao-Xiu *et al.*, 2006). Berbeda dengan cara simultan, cara prairadiasi memiliki keunggulan yaitu mencegah terbentuknya homopolimer karena monomer yang akan dicangkok tidak dikontakkan langsung saat iradiasi namun. Cara prairadiasi memiliki kerugian yaitu polimer dapat terdegradasi saat proses iradiasi (Wojnarovits *et al.*, 2010).

Pada penelitian ini akan dilakukan metodekopolimerisasi cangkok dengan metode prairadiasi pada kondisi vacum (inert) sebagai pencangkokkan selulosa dengan monomer.

2.5 Glycidyl Methacrylate (GMA)

Monomer yang digunakan adalah *Glycidyl Methacrylate*. *Glycidyl Methacrylate* (GMA) memiliki dua gugus fungsi, yaitu gugus epoksi dan gugus vinil. Dalam desain polimer, adanya kedua gugus ini pada GMA dapat memberikan fleksibilitas yang baik dan dapat difungsionalisasi berikatan dengan berbagai macam monomer dan molekul fungsional. Penambahan gugus fungsional ini dapat memberikan karakterisasi tambahan pada GMA seperti reaksi pada gugus vinil dapat memberikan peningkatan kekuatan terhadap oksidasi dan pada reaksi gugus epoksi dapat meningkatkan ketahanan terhadap asam. Kopolimerisasi cangkok GMA substrat polimer menguntungkan karena gugus epoksi GMA mudah dimodifikasi sebagai penukar ion. Pada penelitian ini gugus vinil dari GMA akan berikatan dengan selulosa yang berfungsi sebagai rantai utama dan gugus epoksi akan berikatan dengan gugus fungsional lainnya yang akan menjadi rantai lainnya.



Gambar 2. 4 Struktur GMA

2.6 Ammonium Sulfat

Pada penelitian ini, akan digunakan gugus fungsi sulfonat dari Ammonium Sulfat $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ untuk memodifikasi selulosa dengan GMA. Penambahan gugus fungsi sulfonat ini bersifat sebagai penukar ion pada proses pencangkakan (Basuki, Fatmuanis. 2005) dan digunakan sebagai mekanisme pembukaan cincin pada gugus epoksi (Anirudhan, T.S., 2011). Gugus epoksi pada GMA akan berikatan dengan gugus fungsi sulfonat. Selulosa yang tersulfonasi memiliki kelebihan biaya rendah, preparasi yang mudah dan toksisitas rendah. Monomer sulfonat dapat digunakan untuk pengaplikasian polimer yang anionik.

Pada penelitian, akan diselidiki lebih lanjut mekanisme kompetitif adsorpsi ion logam menggunakan pencangkakan selulosa tersulfonasi. Hal ini dilakukan untuk mengeliminasi mekanisme adsorpsi pencangkakan selulosa tersulfonasi dan meningkatkan kinerja adsorben menjadi lebih baik (Dong, Cuihua *et al.* 2016).



Gambar 2. 5 Struktur Ammonium Sulfat

2.7 Logam Timbal (Pb)

Timbal (Pb) merupakan logam yang bersifat neurotoksin yang dapat masuk dan terakumulasi dalam tubuh manusia ataupun hewan, sehingga bahaya terhadap tubuh semakin meningkat. Timbal termasuk dalam kelompok logam berat golongan IVA dalam tabel periodik unsur kimia, memiliki nomor atom 82 dengan berat atom 207,2, berbentuk padat pada suhu kamar, bertitik lebur $327,4^\circ\text{C}$ dan memiliki berat jenis sebesar 11,34. Timbal jarang ditemukan di alam dalam keadaan bebas melainkan dalam bentuk senyawa dengan molekul lain, seperti PbBr_2 dan PbCl_2 (Gusnita, Dessy. 2012).

Timbal banyak digunakan pada pabrik pembuatan baterai, pembuatan kaca, kabel listrik, cat pewarna karet, pewarna tinta, bahan peledak, bahan pembuatan tekstil, reagensia kimia dan pewarna rambut. Hasil limbah timbal dari pabrik tersebut dapat memicu pencemaran logam berat pada lingkungan. Paparan yang disebabkan oleh adanya pencemaran timbal dapat mempengaruhi kerusakan organ-organ dan jaringan tubuh seperti sistem peredaran darah, sistem syaraf, sistem urinaria, sistem reproduksi, sistem endokrin dan jantung. Untuk itu diperlukan adsorben hasil modifikasi selulosa terangkai GMA dengan sulfonat yang akan diaplikasikan untuk penyerapan ion logam Timbal (Pb).

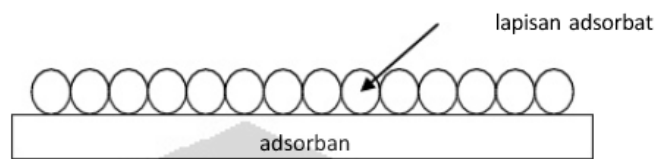
2.8 Kesetimbangan Adsorpsi

Kesetimbangan adsorpsi merupakan konsep dinamik yang diperoleh ketika laju adsorpsi solut ke permukaan adsorben sama dengan laju desorpsi solut dari fasa cairan. Kesetimbangan desorpsi mencakup informasi penting yang diperlukan untuk mengevaluasi afinitas atau kapasitas dari suatu adsorben (Indriani, Ririn., 2016). Adanya hubungan tertentu antara konsentrasi zat terlarut dalam larutan dan zat terlarut yang teradsorpsi didefinisikan sebagai isoterm adsorpsi (Febrianto *et al.*, 2009) yang umumnya merupakan rasio kuantitas yang diserap oleh adsorben dan kuantitas tetap dalam larutan pada kesetimbangan di bawah kondisi suhu tetap. Isoterm adsorpsi berhubungan dengan penyerapan logam perunit massa adsorben (Q_e) dengan konsentrasi adsorbat pada kesetimbangan (C_e) dalam fase cair (Kumar dan Kirthika, 2009). Pola distribusi ion logam antara fase padat dan cair akan dijelaskan oleh isoterm adsorpsi Freundlich dan Langmuir.

Menurut isoterm adsorpsi Langmuir, ion logam yang teradsorpsi ke permukaan adsorben dibatasi sampai lapisan *monolayer*, permukaan adsorbat homogen dimana afinitas setiap kedudukan ikatan untuk molekul gasnya sama dan molekul gas yang teradsorpsi akan terlokalisasi yang artinya tidak bergerak pada permukaan (Hameed *et al.*, 2007).

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{q_{\max}K_1} + \frac{1}{q_{\max}} \quad (2.1)$$

C_e : konsentrasi akhir (mg/L), q_e : ion logam yang teradsorpsi (mg/g), q_{\max} : kapasitas maksimum adsorben (mg/g), k_1 : konstanta Langmuir berhubungan dengan afinitas pengikatan sisi aktif dan energi adsorpsi (Lmg^{-1}).



Gambar 2. 6 Pendekatan isoterm adsorpsi Langmuir

Isoterm adsorpsi Freundlich adalah salah satu persamaan yang paling sering digunakan untuk menjelaskan kesetimbangan adsorpsi (Febrianto *et al.*, 2009). Persamaan ini menggambarkan hubungan antara jumlah logam yang teradsorpsi per unit massa adsorben (q_e) dengan konsentrasi logam yang sejenis pada kesetimbangan (C_e). Bentuk dari persamaan isoterm Freundlich adalah:

$$\text{Log } q_e = \text{log } K_f + \frac{1}{n} \text{log } C_e \quad (2.2)$$

K_f adalah konstanta Freundlich dan n adalah kapasitas dan identitas adsorpsi masing-masing. n menunjukkan tingkat non-linearitas antara konsentrasi larutan dan adsorpsi. $n=1$ menunjukkan adsorpsi yang linear, $n>1$ menunjukkan adsorpsi akan menjadi proses kimia dan $n<0$ menunjukkan proses adsorpsi akan menjadi proses fisika (Desta, 2013).

2.9 Kinetika Adsorpsi

Kinetika adsorpsi dapat memberikan informasi terkait waktu dan proses adsorpsi oleh adsorben selulosa-GMA-sulfonat. Kinetika dapat menyatakan kecepatan penyerapan yang terjadi oleh adsorben terhadap adsorbat. Dengan persamaan kinetika adsorpsi, laju reaksi dapat diduga dengan orde reaksi yang mungkin. Orde reaksi yang dipelajari pada penelitian ini adalah orde reaksi pertama dan orde reaksi kedua (Sadeek, 2015).

Persamaan reaksi: $A \longrightarrow \text{Produk}$

Hukum laju untuk orde reaksi pertama sebagai berikut:

$$V = k [A] \quad (2.3)$$

$$V = -\frac{d[A]}{dt} \quad (2.4)$$

Dengan mensubstitusipersamaan 2.3 dan 2.4, diperoleh sebagai berikut:

$$-\frac{d[A]}{dt} = k [A] \quad (2.5)$$

$$\frac{d[A]}{[A]} = -k dt \quad (2.6)$$

Dengan mengintegrasikan $[A_0]$ pada $t=0$ dan $[A]$ pada $t=t$ maka diperoleh:

$$\int_{[A_0]}^{[A]} \frac{d[A]}{[A]} = - \int_0^t k dt \quad (2.7)$$

$$\ln \frac{[A]}{[A_0]} = -kt \quad (2.8)$$

Persamaan 2.8 disusun ulang sehingga mendapatkan persamaan linear:

$$\ln [A] = -kt + \ln [A_0] \quad (2.9)$$

Dengan memplotkan $\ln [A]$ terhadap t akan diperoleh persamaan linear dengan slope k untuk orde reaksi pertama.

Hukum laju untuk orde reaksi kedua dapat dilihat pada persamaan berikut:

$$V = k [A]^2 \quad (2.10)$$

$$V = - \frac{d[A]}{dt} \quad (2.11)$$

Dengan mensubstitusikan persamaan 2.10 dan 2.11, maka diperoleh:

$$- \frac{d[A]}{dt} = k [A]^2 \quad (2.12)$$

$$- \frac{d[A]}{[A]^2} = k dt \quad (2.13)$$

Dengan mengintegrasikan $[A_0]$ pada $t=0$ dan $[A]$ pada $t=t$ maka diperoleh:

$$\int \frac{[A]}{[A_0] [A]^2} = \int_0^t k dt \quad (2.14)$$

$$\frac{1}{[A]} - \frac{1}{[A_0]} = kt \quad (2.15)$$

$$\frac{1}{[A]} = kt + \frac{1}{[A_0]} \quad (2.16)$$

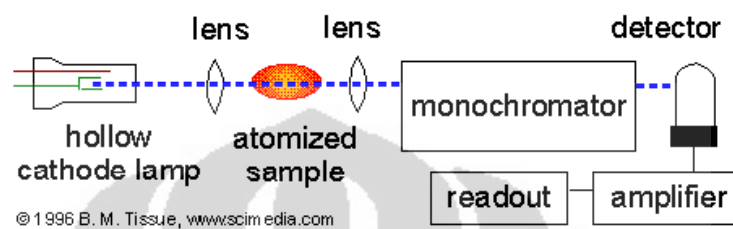
Dengan memplotkan $1/[A]$ terhadap t maka akan diperoleh persamaan linear untuk orde kedua dengan slope k (C.E, Janrizka Betta., 2016)

2.10 Spektroskopi Serapan Atom (AAS)

Spektrofotometri Serapan Atom (AAS) adalah suatu metode analisis yang didasarkan pada proses penyerapan energi radiasi oleh atom-atom yang berada pada tingkat energi dasar (*ground state*). Penyerapan tersebut menyebabkan tereksitasinya elektron dalam kulit atom ke tingkat energi yang lebih tinggi. Keadaan ini bersifat labil, elektron akan kembali ke tingkat energi dasar sambil mengeluarkan energi yang berbentuk radiasi.

Dalam AAS, atom bebas berinteraksi dengan berbagai bentuk energi seperti energi panas, energi elektromagnetik, energi kimia dan energi listrik. Interaksi ini menimbulkan proses-proses dalam atom bebas yang menghasilkan absorpsi dan emisi (pancaran) radiasi dan panas. Radiasi yang dipancarkan bersifat khas karena mempunyai panjang gelombang yang karakteristik untuk setiap atom bebas (Basset, 1994).

Komponen pada AAS terdiri dari sumber cahaya, tempat sample, monokromator dan detektor. Analisa sampel di lakukan melalui pengukuran absorbansi sebagai fungsi standar. Berikut gambar skema kerja alat AAS:



Gambar 2. 7Skema kerja alat SSA

(sumber: www.scimedia.com)

Pada penelitian ini digunakan instrumen AAS untuk mengetahui kadar penyerapan logam timbal pada adsorben selulosa-GMA-sulfonat.

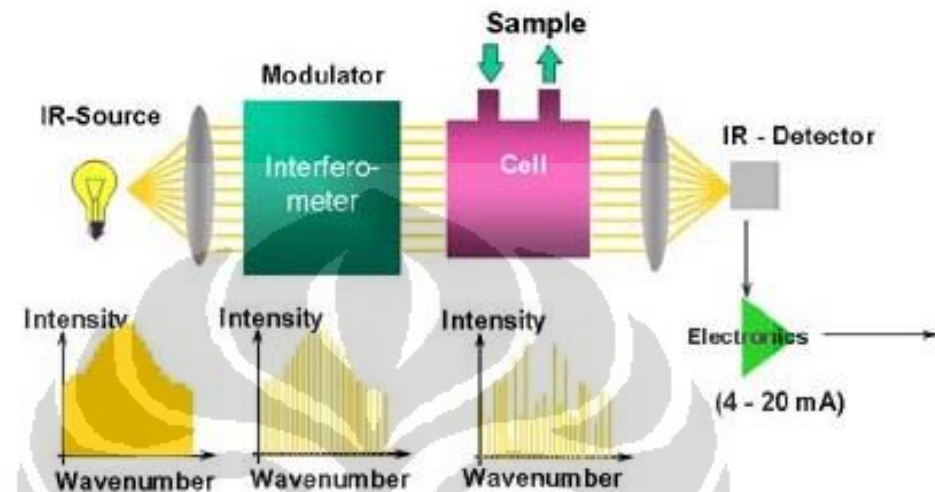
2.11 FTIR

Fourier Transfer InfraRed (FTIR) merupakan spektrometri yang digunakan dalam pengujian emisi karena kegunaannya dalam melakukan analisis gas multikomponen. Karena setiap struktur molekul berbeda memiliki spektrum penyerapan inframerah yang berbeda juga, maka instrumen FTIR dapat memberikan informasi kuantitatif dan kualitatif pada komposisi pada sampel. Spektroskopi FTIR digunakan untuk mengidentifikasi dan mengkarakterisasi bahan utama pada sampel dan merekam penyerapan energi dari sampel pada rentang frekuensi tertentu.

FTIR merupakan metode berbasis spektroskopi infrared dimana radiasi IR akan dilewatkan melalui sampel sehingga sebagian radiasi IR akan terserap sampel dan sebagian tidak terserap yang kemudian akan menuju transmisi. Spektrum yang dihasilkan menuju adsorpsi molekular dan

transmisi akan membentuk spektrum *fingerprint* dari sampel dimana setiap molekulnya memiliki ciri khas spektrum yang berbeda.

Pada penelitian ini digunakan instrumen FTIR untuk mengetahui perubahan gugus-gugus yang terdapat dalam pembuatan adsorben selulosa-GMA-sulfonat.



2.12 Differential Scanning Calorimetry (DSC)

DSC adalah suatu teknik analisa termal dimana energi yang diserap atau diemisikan akan diukur oleh sampel sebagai fungsi waktu atau suhu. Ketika transisi terjadi pada sampel, DSC memberikan pengukuran kalorimetri dari energi transisi pada temperatur tertentu. Teknik pengukuran ini memberikan informasi kuantitatif dan kualitatif tentang perubahan fisik dari kimia yang melibatkan proses

Gambar 2. 8 Skema kerja alat FTIR

endotermik

atau

eksotermik,

(Sumber: www.flsmidth.com)

atau

perubahan kapasitas panas dan mengetahui material yang diketahui sifat fisika dan kimianya dari perubahan energi yang terlibat dalam fase transisi berbagai molekul polimer tertentu. Terdapat dua tipe sistem DSC yang umum digunakan, yaitu :

a. Power – Compensation DSC

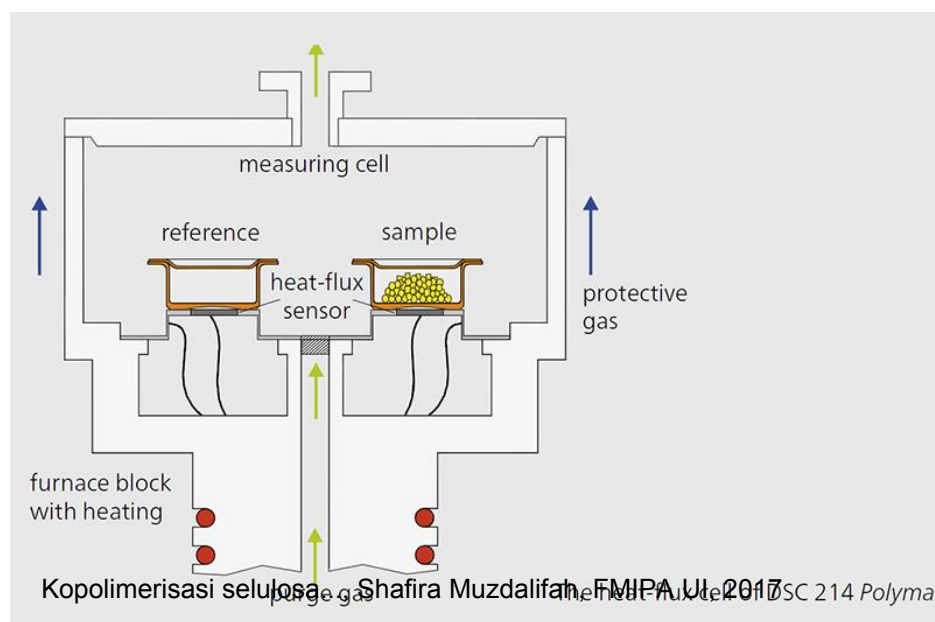
Pada *Power – Compensation DSC*, suhu sampel dan pembanding diatur secara manual dengan menggunakan tungku pembakaran yang sama dan terpisah. Suhu sampel dan pembanding dibuat sama dengan mengubah daya masukan dari kedua tungku pembakaran. Energi yang dibutuhkan untuk melakukan hal tersebut merupakan ukuran dari perubahan entalpi atau perubahan panas dari sampel terhadap pembanding.

b. Heat – Flux DSC

Pada *Heat – Flux DSC*, sampel dan pembanding dihubungkan dengan suatu lempengan logam. Sampel dan pembanding tersebut ditempatkan dalam satu tungku pembakaran. Perubahan entalpi atau kapasitas panas dari sampel menimbulkan perbedaan temperatur sampel terhadap pembanding, laju panas yang dihasilkan nilainya lebih kecil dibandingkan dengan *Differential Thermal Analysis* (DTA). Hal ini dikarenakan sampel dan pembanding dalam hubungan termal yang baik. Perbedaan temperatur dicatat dan dihubungkan dengan perubahan entalpi dari sampel menggunakan percobaan kalibrasi.

Hal-hal yang dapat diketahui dari penggunaan DSC adalah transisi gas, titik leleh dan titik didih, waktu kristalisasi dan suhu, seberapa besar kristal yang ada, energi fusi dan reaksi, suhu degradasi, stabilitas termal, energi kinetik dan kemurnian suatu bahan.

Pada penelitian ini digunakan alat instrumen DSC untuk mengetahui perubahan kalor yang terjadi pada sintesis kopolimer selulosa-GMA dengan gugus fungsi sulfonat.



Gambar 2. 9Skema Kerja alat DCS
(Sumber: www.netzsch-thermal-analysis.com)



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium penelitian bidang Proses Radiasi PATIR BATAN di Jl. Lebak Bulus raya, Pasar Jumat, Jakarta Selatan. Waktu penelitian dilaksanakan pada rentang bulan Februari 2017 sampai dengan bulan Juni 2017.

3.2 Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian antara lain Mesin Berkas Elektron 2 MeV untuk iradiasi selulosa, labu leher tiga, pemanas air dengan *thermocouple* sebagai pengatur suhu pencangkakan, tabung gas nitrogen, selang untuk mengalirkan gas nitrogen, termometer, statip, Spektrometer IR Prestige 21 Shimadzu, DSC-60Shimadzu, AAS Shimadzu AA 6800, peralatan gelas (beaker glass, pipet ukur, Labu ukur), pH-meter, Oven dan *shaker*.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian yaitu selulosa dari Jerami padi (PAIR BATAN), Glycidyl Methacrylate (GMA), Ammonium Sulfat $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, Metanol teknis, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, NaOH p.a (E-Merck), HCl 37% (E-Merck), Surfaktan TWEEN 20, Aquades, Kertas saring 0,45 μm .

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Proses pencangkakan monomer GMA pada Selulosa dengan metode prairadiasi

3.3.1.1 Variasi dosis radiasi

Sampel selulosa diradiasi menggunakan berkas elektron dengan variasi dosis radiasi 20, 30 dan 40 kGy menggunakan mesin berkas elektron 2 meV PAIR BATAN hingga didapatkan dosis optimum.

3.3.1.2 Variasi konsentrasi GMA

Optimasi pencangkakan monomer GMA pada selulosa dilakukan dengan mencelupkan selulosa yang telah diiradiasi ke dalam larutan GMA dengan pelarut air ditambahkan TWEEN20

5% untuk variasi konsentrasi 1%; 2,5%; 5% pada suhu 60°C selama 6 jam sambil dialirkan gas nitrogen. Kemudian selulosa tercangkok GMA dicuci dengan aquades panas dan larutan metanol 5% untuk melarutkan homopolimer dan monomer GMA yang tersisa. Kemudian selulosa-GMA dibilas dengan aquades sampai filtrat tidak berwarna. Setelah itu, selulosa-GMA dikeringkan dalam oven dan ditimbang hingga mencapai berat konstan.

Hasil persen pencangkokan dihitung menggunakan rumus umum sebagai berikut:

$$\%G = \frac{w-w_0}{w_0} \times 100\% \quad (3.1)$$

Keterangan :

%G = persen grafting

W = massa selulosa terikat silang

W₀ = massa selulosa awal

3.3.2 Optimasi modifikasi SG dengan Ammonium Sulfat

0,08 gram Selulosa-GMA dicelupkan dalam 5 mL variasi larutan ammonium sulfat. Kemudian diaduk menggunakan stirrer dan dipanaskan pada berbagai suhu yang berbeda dan dicuci dengan aquades kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C hingga diperoleh bobot konstan.

3.3.2.1 Pengaruh Variasi Suhu

Reaksi selulosa-GMA dengan Ammonium Sulfat dilakukan pada variasi suhu 60°C, 70°C, 80°C, dan 90°C selama 3 jam.

3.3.2.2 Pengaruh variasi konsentrasi Ammonium Sulfat

Selulosa-GMA direndam dalam larutan Ammonium Sulfat dengan variasi konsentrasi 0,1, 0,5, 1, 1,5 dan 2 N selama 5 jam.

3.3.3 Karakterisasi dengan FTIR

Keberhasilan sintesis selulosa-GMA dan selulosa-GMA-sulfonat dapat dianalisis menggunakan alat FTIR dengan melihat munculnya puncak serapan pada bilangan gelombang tertentu. Selulosa-GMA-sulfonat dicampurkan dengan serbuk KBr pada wadah. Meletakkan wadah pada keping sel yang dilalui berkas sinar IR. Sampel di rekam pada kisaran bilangan gelombang 600 cm^{-1} sampai 4000 cm^{-1} kemudian menganalisis gugus fungsi yang terdapat hasil spektrum FTIR.

3.3.4 Karakterisasi dengan DSC

Pencangkakan dan modifikasi menyebabkan terjadinya perubahan kalor, sehingga perlu dilakukan karakterisasi *scanning* kalor sampel selulosa-GMA dan selulosa-GMA-sulfonat serta selulosa sebagai kontrol menggunakan *Differential Scanning Calorimetry (DSC)*.

3.3.5 Derajat pengembangan

0,04 gram sampel selulosa dan selulosa-GMA dengan berbagai persen pencangkakan direndam dalam 20 mL aquades selama 1, 5, 10, 15, 20, 30, 40, 60, 90 dan 120 menit kemudian mengeluarkan sampel dari larutan dan ditimbang.

3.3.6 Adsorpsi ion logam Pb

Percobaan adsorpsi ion logam Pb dilakukan pada berbagai variasi konsentrasi ion logam Pb, waktu kontak dan pH yang berbeda. Masing-masing percobaan tersebut dilakukan seperti pada prosedur di bawah ini.

3.3.5.1 Variasi pH

60 mg adsorben selulosa-GMA-sulfonat direndam dalam larutan ion logam Pb dengan konsentrasi 15 ppm dalam wadah erlenmeyer. Kemudian erlenmeyer diletakkan di atas pengaduk goyang (*shaker*) pada 100 rpm dengan waktu kontak selama 150 menit pada variasi pH yaitu 3, 4, 5, 6 dan 7. Selanjutnya, sampel disaring menggunakan kertas saring dan diambil filtratnya. Setelah itu, filtrat dianalisis menggunakan instrumen AAS untuk mengetahui konsentrasi akhir ion logam Pb dalam larutan.

3.3.6.2 Variasi waktu kontak

60 mg adsorben selulosa-GMA-sulfonat direndam dalam larutan ion logam Pb dengan konsentrasi 15 ppm dalam wadah erlenmeyer. Kemudian erlenmeyer diletakkan di atas pengaduk goyang (*shaker*) pada 100 rpm dengan waktu kontak yang divariasikan selama 60, 90, 120, 150 dan 180 menit pada suhu ruang. Selanjutnya, sampel disaring menggunakan kertas saring dan diambil filtratnya. Setelah itu, filtrat dianalisis menggunakan instrumen AAS untuk mengetahui konsentrasi akhir ion logam Pb dalam larutan.

3.3.6.3 Variasi Konsentrasi awal ion logam Pb

60 mg adsorben selulosa-GMA-sulfonat direndam dalam larutan ion logam Pb dengan variasi konsentrasi yaitu 1, 3, 5, 7, 10, 15 dan 20 ppm dalam wadah erlenmeyer. Kemudian erlenmeyer diletakkan di atas pengaduk goyang (*shaker*) pada 100 rpm dengan waktu kontak 150 menit pada suhu ruang. Selanjutnya, sampel disaring menggunakan kertas saring dan diambil filtratnya. Setelah itu, filtrat dianalisis menggunakan instrumen AAS untuk mengetahui konsentrasi akhir ion logam Pb dalam larutan.

3.3.7 Analisis dengan AAS

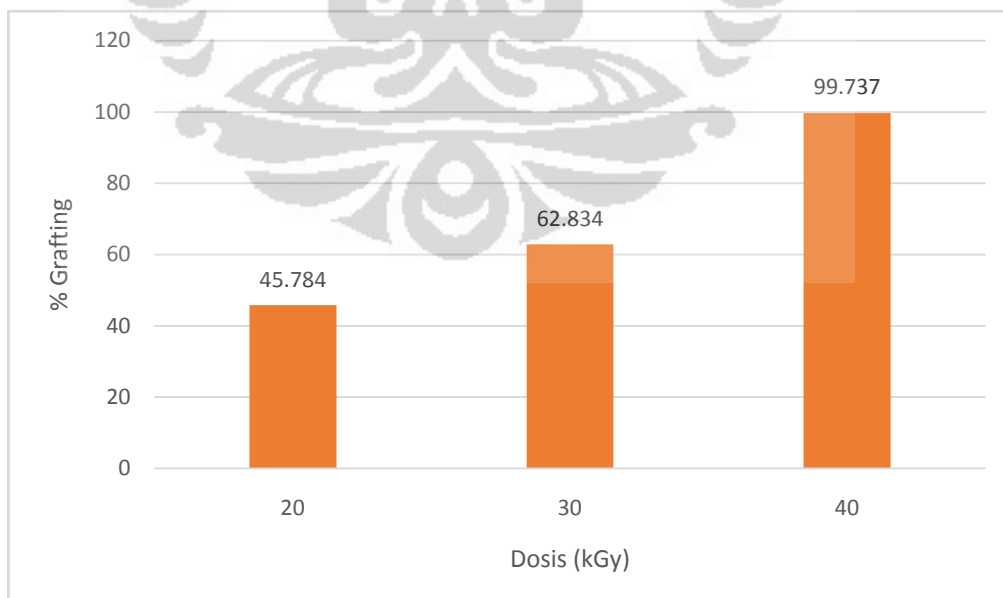
Konsentrasi akhir ion logam Pb dianalisis menggunakan AAS (Shimadzu AA 6800) dengan lampu katoda berongga pada panjang gelombang 283,3nm. Kondisi nyala yang digunakan adalah nyala udara-asetilen. Analisis SSA dilakukan di Qlab Fakultas Farmasi Universitas Pancasila, Jakarta. Sebelum menganalisis filtrat, dilakukan kalibrasi menggunakan larutan standar ion logam pb dengan konsentrasi 0, 5, 10, 15, 20 dan 25 ppm.

BAB IV PEMBAHASAN

4.1 Pengaruh Dosis Radiasi terhadap Pencangkokkan Selulosa dengan GMA

Penelitian dilakukan melalui iradiasi awal selulosa yang bertujuan untuk menghasilkan pusat-pusat aktif pada selulosa sebagai sisi pencangkokkan. Semakin tinggi dosis radiasi yang digunakan dalam pencangkokkan menghasilkan hasil pencangkokkan yang semakin besar, Karena jumlah radikal yang terbentuk pada selulosa semakin banyak.

Pengaruh dosis radiasi terhadap pencangkokkan selulosa dengan GMA dipelajari pada variasi 20, 30 dan 40 KGy dengan konsentrasi monomer 2,5%, suhu reaksi 60°C dan waktu reaksi selama 6 jam. Pemilihan suhu tersebut bertujuan untuk mencegah pembukaan cincin epoksi pada GMA, sehingga diharapkan hanya gugus vinil pada GMA yang akan bereaksi dengan selulosa (C.E, Janrizka Betta., 2016) dan pemilihan waktu tersebut dikarenakan semakin lama waktu pencangkokkan maka semakin banyak GMA yang berikatan dengan selulosa. Hasil yang diperoleh ditunjukkan pada



Gambar 4. 1 Pengaruh dosis radiasi terhadap proses pencangkokkan
Gambar4.1.

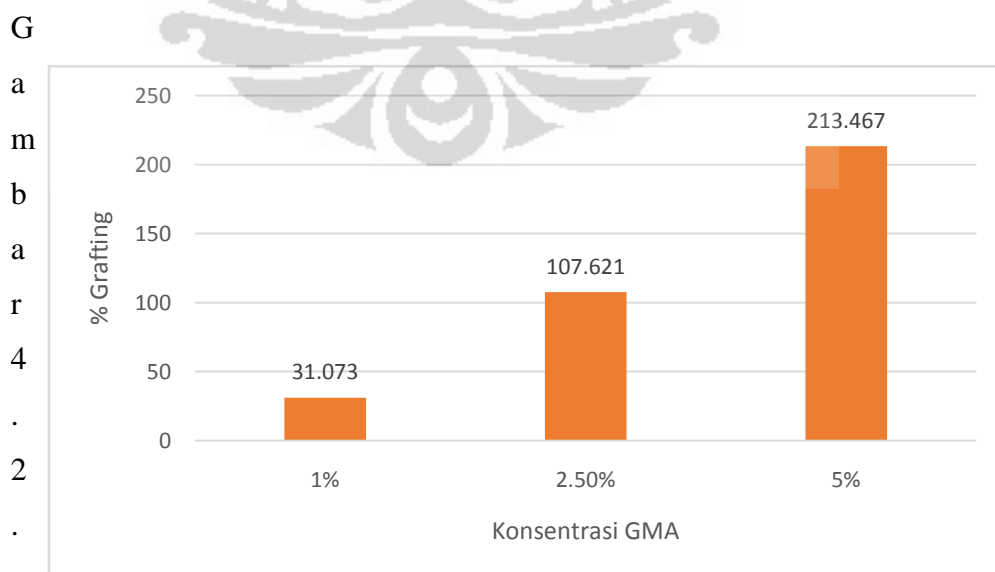
Pada Gambar 4.1, terlihat semakin meningkat dosis radiasi, persen pencangkokkan juga semakin meningkat. Energi radiasi pengion digunakan sebagai energi awal untuk memulai reaksi polimerisasi. Kenaikan dosis radiasi akan meningkatkan densitas radikal bebas yang dihasilkan sehingga probabilitas reaksi polimerisasi akan semakin tinggi (Swantom, Deni., 2008).

Selama iradiasi, pada daerah amorf radikal bebas yang terbentuk akan meluruh dengan cepat, sementara radikal lainnya yang terperangkap dalam daerah kristalin dan semikristalin (antarfasa kristalin dan amorf) akan meluruh lebih lambat. Radikal dengan waktu hidup yang panjang akan menginisiasi degradasi lebih lanjut dan dapat menginisiasi polimerisasi cangkok pra-iradiasi (Wojnarovits *et al.*, 2010).

Selanjutnya dilakukan pengujian variasi konsentrasi GMA menggunakan dosis radiasi 40 kGy.

4.2 Pengaruh Variasi Konsentrasi GMA terhadap Proses Pencangkokkan Selulosa

Pengaruh konsentrasi monomer GMA dipelajari pada variasi konsentrasi 1%; 2,5% dan 5%, dengan dosis radiasi 40 KGy, suhu reaksi 60°C dan waktu reaksi selama 6 jam. Hasil yang diperoleh ditunjukkan pada



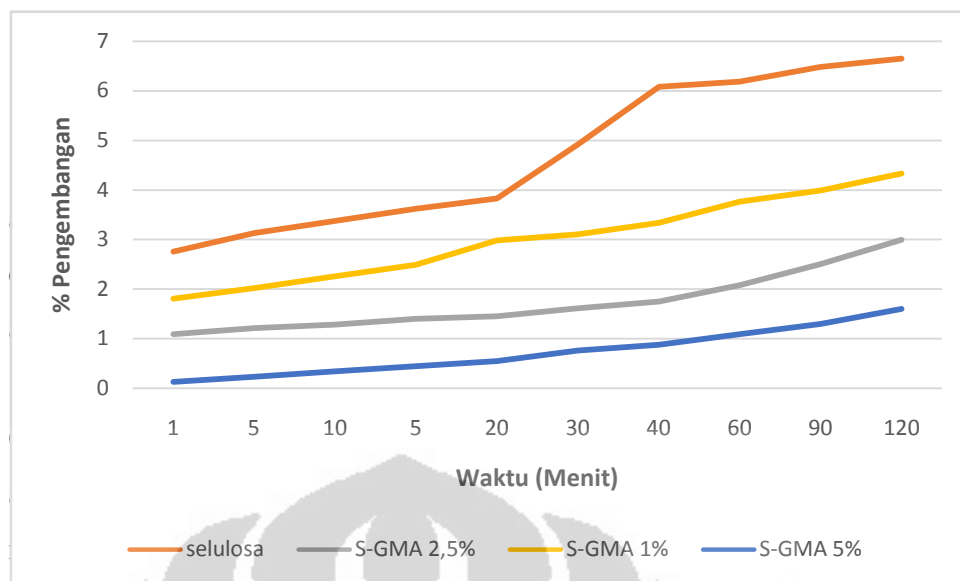
Gambar 4. 2 Pengaruh Variasi Konsentrasi GMA terhadap Proses Pencangkokkan

Pada Gambar 4.2 , terlihat bahwa meningkatnya konsentrasi GMA menyebabkan meningkatnya persen pencangkokkan. Hasil persen pencangkokkan tertinggi diperoleh pada konsentrasi GMA 5% yaitu 213%. Hal tersebut terjadi karena pada konsentrasi reaktan yang tinggi maka akan semakin banyak monomer GMA yang bereaksi dengan selulosa sehingga jumlah produk yang dihasilkan akan semakin banyak, hal ini sesuai dengan reaksi kimia pada umumnya.

Percobaan selanjutnya digunakan hasil selulosa tercangkokkan GMA pada dosis 40 KGy, suhu reaksi 60°C, waktu reaksi 6 jam dan konsentrasi efisien GMA 2,5%. Digunakan konsentrasi GMA 2,5% karena pada konsentrasi tersebut sudah didapatkan hasil persen grafting sebesar >100% sehingga dapat mengefisiensikan penggunaan monomer GMA.

4.3 Derajat Pengembangan

Derajat pengembangan merupakan salah satu cara pengindikasian keberhasilan pencangkokkan selulosa dengan monomer GMA. Selulosa memiliki kemampuan penyerapan yang baik dikarenakan adanya gugus hidroksil yang berinteraksi dengan pelarut. Derajat pengembangan dapat dipengaruhi oleh suhu, pelarut dan gugus fungsi yang tercangkok. Derajat pengembangan diukur dengan perbandingan massa selulosa kering dengan massa selulosa setelah direndam dengan air (C.E, Janrizka Betta., 2016). Pada percobaan ini diperoleh perbandingan derajat pengembangan selulosamurni dengan selulosa yang termodifikasi GMA pada berbagai konsentrasi pencangkokkan dengan pelarut yang digunakan ialah aquadest.

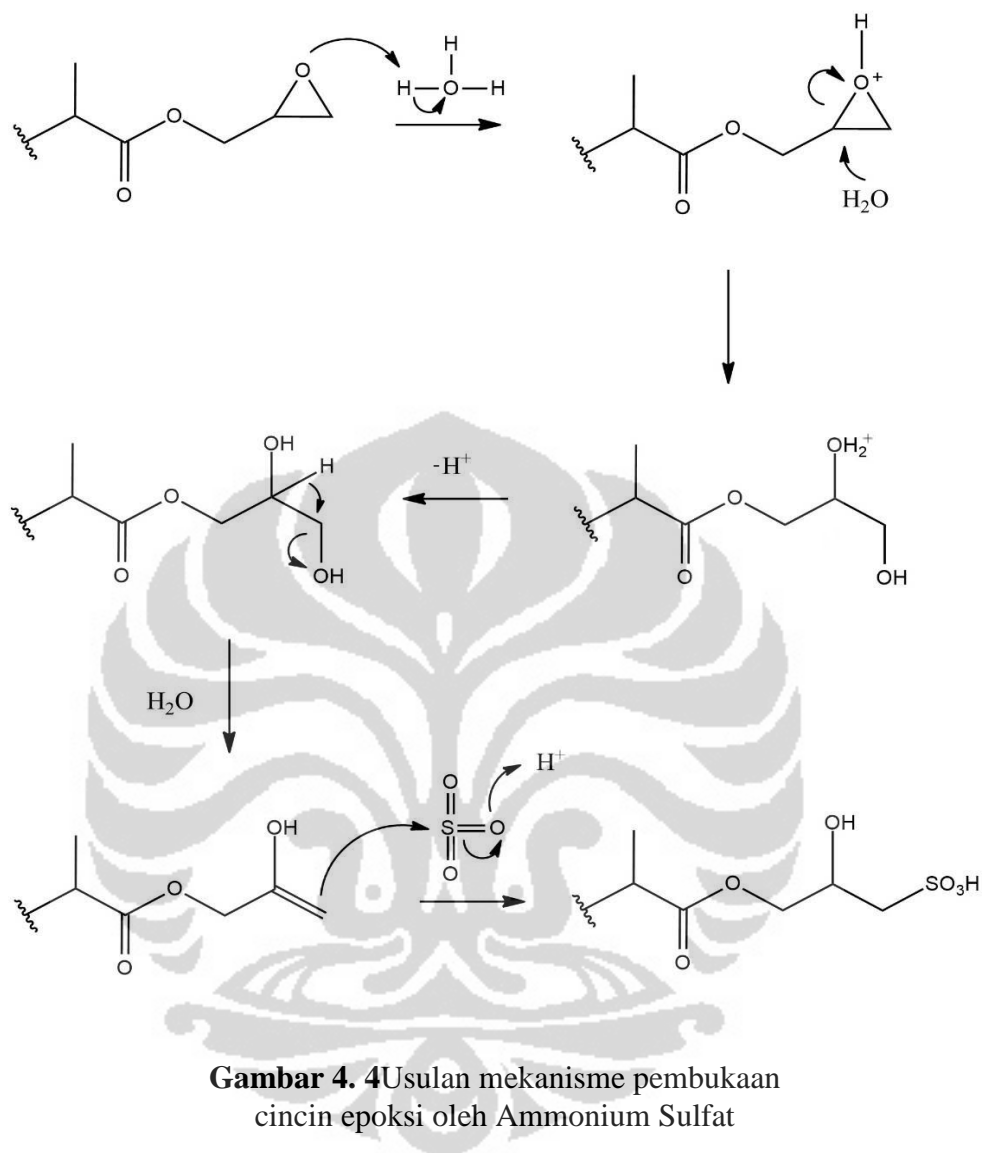
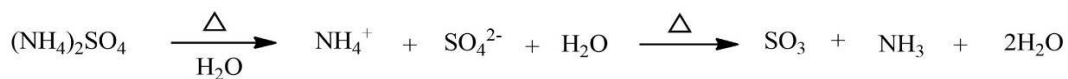


Gambar 4. 3 Derajat Pengembangan

r 4.3 terlihat selulosa murni memperoleh nilai derajat pengembangan yang paling tinggi dikarenakan adanya interaksi gugus fungsi hidroksil dengan pelarut air yang digunakan. Pada selulosa termodifikasi GMA, terlihat adanya penurunan nilai derajat pengembangan pada persen konsentrasi GMA yang semakin besar. Hal ini disebabkan semakin besar nilai konsentrasi GMA maka gugus hidroksil akan berkurang dikarenakan GMA terikat pada gugus hidroksil di C-6 selulosa sehingga penyerapan air oleh selulosa termodifikasi GMA semakin berkurang.

4.4 Modifikasi Kopolimer Selulosa-GMA dengan Ammonium Sulfat

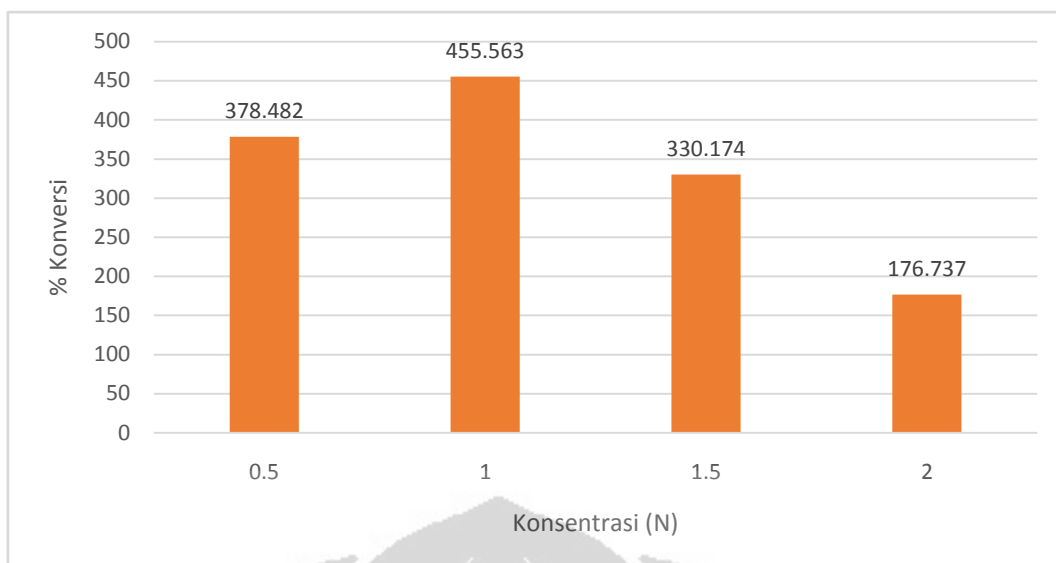
Pada modifikasi ini akan terjadi pembukaan cincin epoksi pada GMA oleh gugus fungsi sulfonat dari Ammonium Sulfat. Selulosa tercangkok harus terendam sempurna saat reaksi sulfonasi agar difusi sulfonat tersebar merata dan diharapkan seluruh cincin pada gugus epoksi terbuka dan bereaksi dengan gugus fungsi sulfonat. Mekanisme pembukaan cincin epoksi sebagai berikut



Gambar 4. 4 Usulan mekanisme pembukaan cincin epoksi oleh Ammonium Sulfat

4.4.1 Pengaruh Variasi Konsentrasi Ammonium Sulfat terhadap Persen Konversi mmol GMA

Dipelajari pada percobaan ini pengaruh penambahan konsentrasi Ammonium Sulfat pada proses pembuatan adsorben modifikasi selulosa tercangkok GMA dengan variasi 0,5; 1; 1,5 dan 2 N. Diperoleh data persen konversi mmol GMA oleh mmol sulfonat dari Ammonium Sulfat pada pembuatan adsorben selulosa tercangkok seperti pada Gambar 4.5.

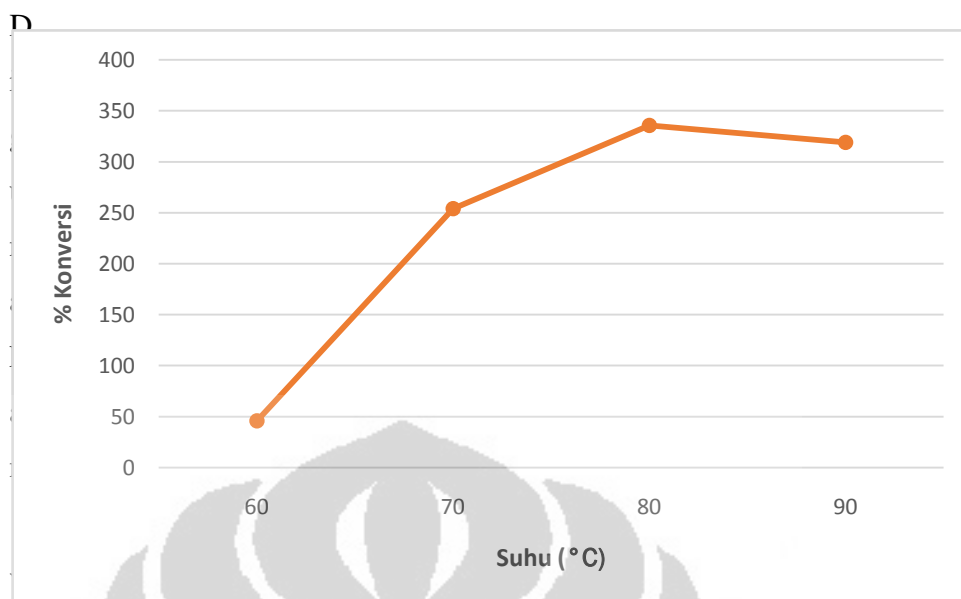


Gambar 4. 5 Pengaruh Variasi Konsentrasi Sulfonat terhadap Konversi mmol GMA

Pada Gambar 4.5, diperoleh informasi bahwa konsentrasi Ammonium sulfat pada sintesis modifikasi selulosa tercangkok GMA tertinggi berada di 1 N. hal ini disebabkan pada konsentrasi yang rendah, cincin epoksi yang berikatan dengan gugus sulfonat belum terlalu banyak. Sedangkan pada konsentrasi yang relatif lebih tinggi mengalami proses difusi pada cincin epoksi karena ammonium sulfat bersifat kompleks sehingga gugus fungsi sulfonat yang sudah mulai menempel mengalami pelepasan reaksi. Sehingga pada percobaan ini diperoleh kondisi optimum sintesis modifikasi selulosa tercangkok GMA dengan gugus fungsi sulfonat yaitu dengan konsentrasi 1 N dengan hasil persen konversi sebesar 455%

4.4.2 Pengaruh Variasi Suhu Terhadap Persen Konversi mmol GMA

Suhu merupakan salah satu faktor reaksi sulfonasi untuk pembukaan cincin epoksi pada GMA sehingga dapat terbentuk gugus C-S.



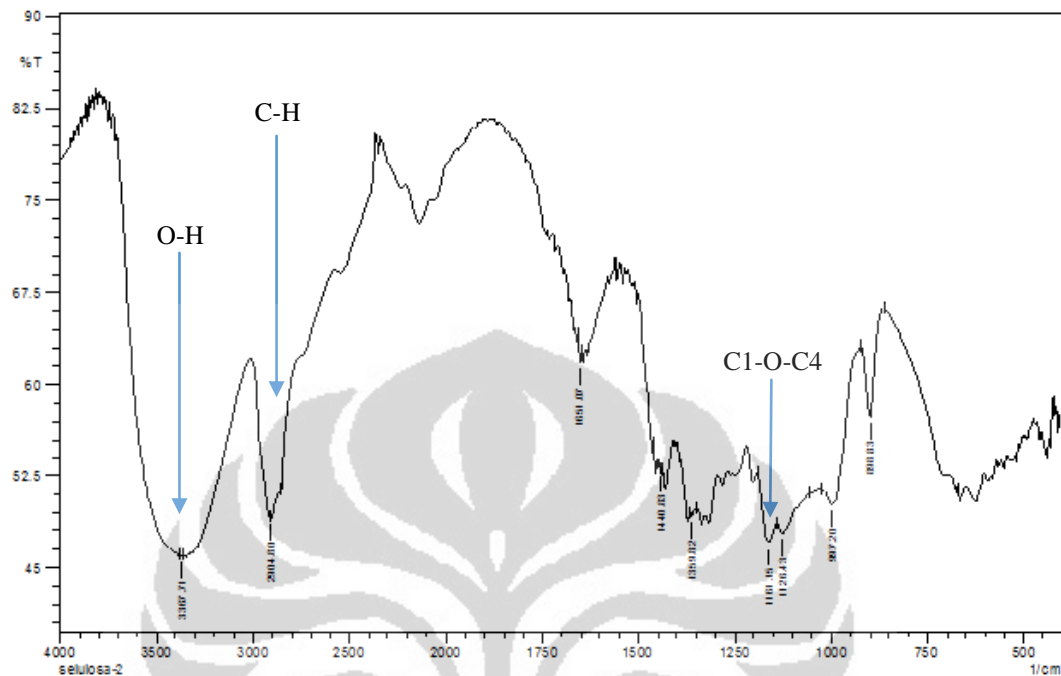
Gambar 4. 6 Pengaruh Variasi Suhu Terhadap Konversi mmol GMA

ariasi suhu 60°C, 70°C, 80°C dan 90°C untuk mengetahui nilai persen konversi mmol GMA oleh mmol sulfonat dari Ammonium Sulfat pada pembuatan adsorben selulosa tercampok seperti pada Gambar 4.6.

Pada Gambar 4.6, diperoleh informasi bahwa semakin naik suhu maka nilai persen konversi semakin meningkat. Hal ini menandakan bahwa jumlah sulfonat yang bereaksi dengan cincin epoksi pada GMA meningkat sejalan dengan meningkatnya suhu reaksi. Terlihat bahwa pada suhu 80°C dihasilkan persen konversi tertinggi sebesar 335%. Suhu yang lebih tinggi menyebabkan tumbukan antarmolekul akan semakin cepat sehingga menghasilkan energi yang lebih besar dan peluang cincin epoksi bereaksi dengan sulfonat akan semakin banyak. Pada suhu 90°C nilai persen konversi mengalami penurunan yang tidak signifikan dikarenakan kemungkinan sudah mulai terbentuk homopolimer.

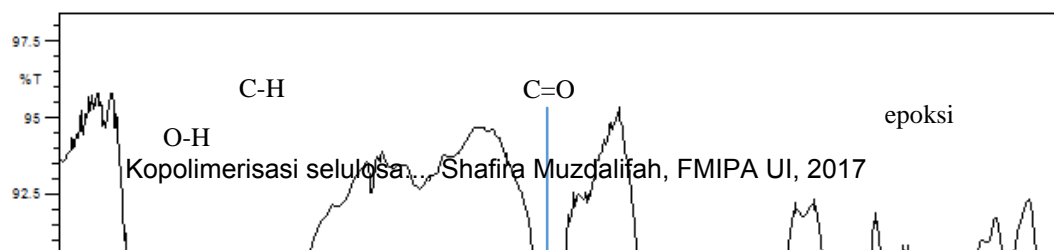
4.5 Karakterisasi FTIR

Karakterisasi FTIR digunakan untuk mengetahui adanya *finger print* dari gugus-gugus yang menandakan keberhasilan pencangkakan GMA pada

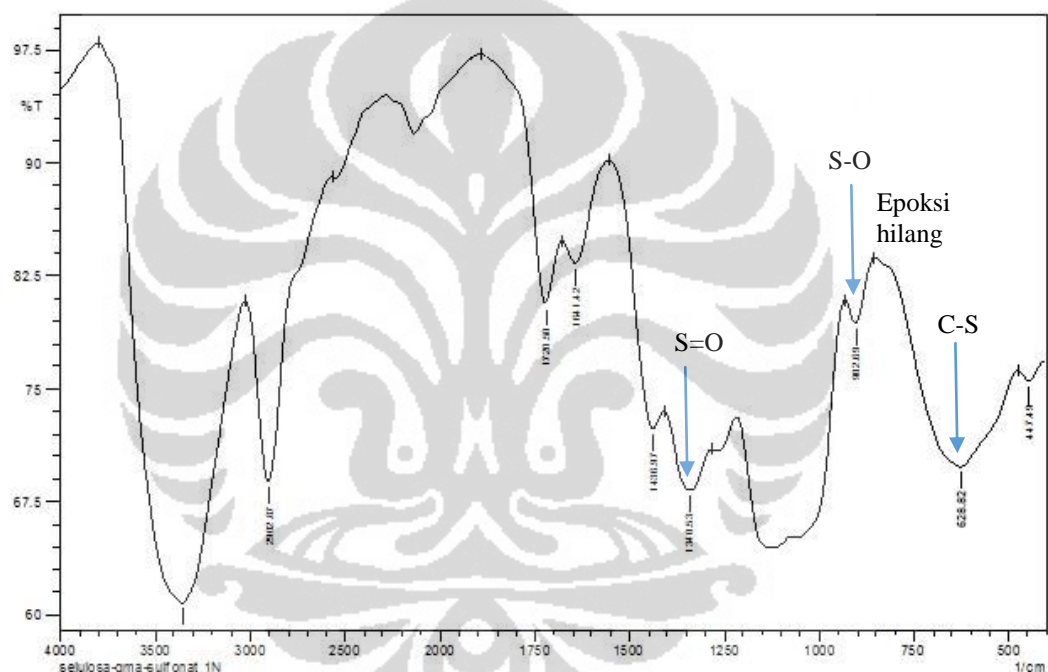


Gambar 4. 7Spektrum FTIR Selulosa Murni selulosa serta modifikasinya dengan sulfonat.

Pada selulosa murni terlihat munculnya puncak serapan gugus O-H pada



Pada bilangan gelombang 3367 cm^{-1} , terlihat adanya pengurangan gugus O-H dari selulosa murni terhadap selulosa yang tercangkokkan GMA yang menandakan adanya interaksi GMA terhadap radikal bebas yang terbentuk pada gugus O-H selulosa. Kemudian terlihat munculnya puncak serapan kedua spektrum pada bilangan gelombang 1161 cm^{-1} dan 1165 cm^{-1} yang merupakan karakteristik ikatan B-1,4-glikosida (C1-O-C4) pada selulosa. Pada proses pencangkokkan GMA dapat terlihat munculnya puncak serapan pada bilangan 1730 cm^{-1} yang merupakan puncak serapan gugus fungsi C=O ester dari GMA dan puncak serapan pada bilangan 754 cm^{-1} dan 844 cm^{-1} yang merupakan karakter dari gugus fungsi eter epoksi.

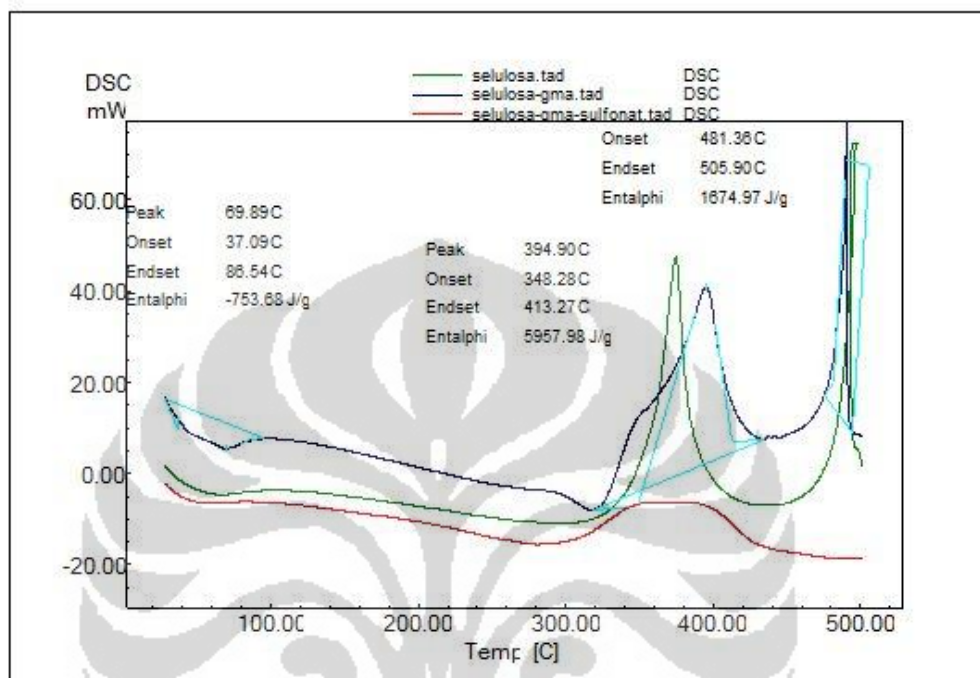


Gambar 4. 9Spektrum FTIR Selulosa-GMA-Sulfonat

Keberhasilan penambahan sulfonat terlihat dari gugus fungsi eter epoksi yang menghilang karena adanya puncak serapan gugus C-S pada bilangan 628 cm^{-1} (Rao, C.N.R *et al.*, 1963; Hampton, Carissa. 2010), gugus S-O pada bilangan 902 cm^{-1} dan gugus S=O pada bilangan 1340 cm^{-1} yang membuka cincin epoksi pada GMA.

4.6 Analisis Perubahan Kalor

Perubahan karakteristik setelah proses pencangkokkan dan modifikasinya dapat dipelajari dengan menganalisis menggunakan DSC untuk mengetahui transisi termal dari polimer. Pembahasan lebih difokuskan pada perubahan degradasi yang terjadi pada kopolimer selulosa-GMA-



Gambar 4. 10 Analisis termogram DSC Selulosa Murni, Selulosa-GMA, Selulosa-GMA-Sulfonat.

sulfonat seperti pada Gambar 4.10.

Pada Gambar 4.10, terlihat dua puncak eksoterm selulosa murni yang terdapat pada 394,90°C dan 481,38°C. Puncak eksoterm yang diamati adalah pada kisaran suhu 400-600°C karena menggambarkan suhu degradasi (Suhartini, Meri., 2015). Intensitas suhu degradasi dari selulosa murni sekitar 481,38°C dan suhu degradasi dari selulosa-GMA berada di puncak eksoterm seperti selulosa murni. Sehingga diperkirakan selulosa murni dan selulosa-GMA memiliki suhu degradasi yang hampir sama. Pada penambahan sulfonat pada selulosa-GMA tidak terlihat adanya intensitas puncak eksoterm pada kisaran suhu 400-600°C. Dapat disimpulkan dengan adanya penambahan gugus fungsi sulfonat pada

selulosa-GMA, intensitas puncak eksoterm hilang sehingga tidak terjadi degradasi dan didapatkan stabilitas panas yang bagus tidak mengalami kerusakan.

Pada puncak eksoterm selulosa murni yang terdapat pada $394,90^{\circ}\text{C}$ terlihat adanya pelebaran grafik dari selulosa murni dengan pencangkokan GMA dan modifikasi sulfonat, sehingga kemungkinan menyebabkan adanya penambahan rantai samping yang besar dan meningkatnya berat molekul (Rahmawati, 2013).

4.7 Adsorpsi Ion Logam Pb

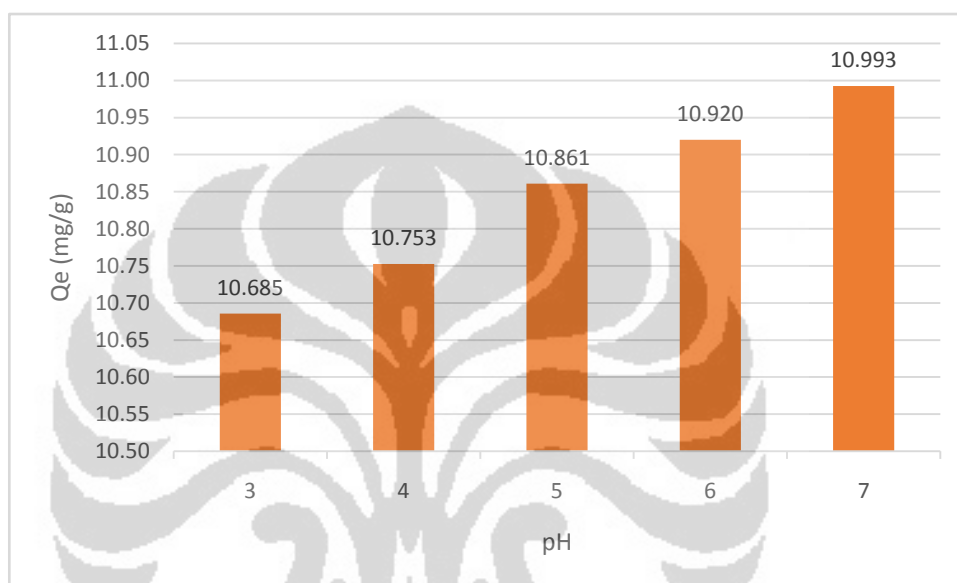
Kopolimer selulosa-GMA yang telah berhasil disintesis dengan gugus fungsi sulfonat akan diaplikasikan sebagai adsorben ion logam timbal (Pb). Kemampuan adsorpsi pada adsorben dapat dinyatakan dengan kapasitas adsorpsi. Suatu adsorben yang baik memiliki kapasitas adsorpsi yang besar. Faktor-faktor yang mempengaruhi suatu proses adsorpsi diantaranya yaitu jenis adsorben, jenis zat yang diserap, luas permukaan adsorben, konsentrasi zat terlarut, suhu, pH dan waktu kontak. Faktor-faktor tersebut menyebabkan setiap adsorben memiliki pola isoterm adsorpsi yang berbeda-beda. Dua pola isoterm adsorpsi yang sering digunakan dalam menentukan pola isoterm adsorpsi suatu adsorben dalam larutan yaitu persamaan adsorpsi Langmuir dan Freundlich.

Pada penelitian ini digunakan variasi pH, variasi waktu kontak dan variasi konsentrasi awal untuk proses penyerapan ion logam Pb oleh adsorben selulosa-GMA-sulfonat untuk mengetahui persamaan isoterm adsorpsi Langmuir dan Freundlich. Hasil proses adsorpsi diukur menggunakan instrument Spektroskopi Serapan Atom (AAS) dan kemudian dianalisa.

4.7.1 Hasil Pengaruh Variasi pH Terhadap Kapasitas Adsorpsi

Dilakukan pengujian adsorben selulosa-GMA-sulfonat terhadap kapasitas adsorpsi logam Pb dengan konsentrasi larutan logam Pb sebesar

15 ppm dan waktu kontak selama 150 dengan variasi pH 3, 4, 5, 6, 7 untuk penentuan pH penyerapan ion logam Pb. Pemilihan harga pH didasarkan pertimbangan mencegah terjadinya persaingan proton apabila pH terlalu rendah dan mencegah terbentuknya hidroksida logam pada pH yang terlalu tinggi (C.E. Janrizka B., 2015). Dari hasil penelitian pengaruh pH terhadap kapasitas adsorpsi ion logam Pb pada adsorben selulosa-GMA-sulfonat didapatkan hasil seperti pada Gambar 4.11.



Gambar 4. 11 Pengaruh Variasi pH Terhadap Kapasitas Adsorpsi

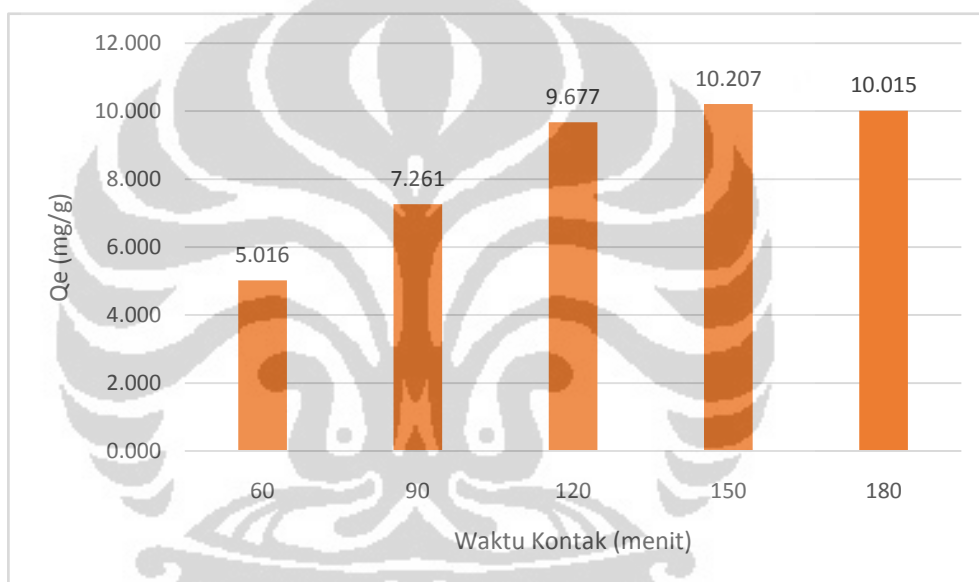
ambar 4.11, diperoleh data dari perhitungan dengan memasukkan nilai adsorbansi ion logam Pb yang diperoleh ke dalam persamaan dari kurva kalibrasi $y = 0.0012x + 0.001$ dengan nilai regresi $R^2 = 0.9955$. Berdasarkan hasil data pada Gambar 4.11, diperoleh informasi bahwa pH yang berada di pH 7 memiliki kapasitas adsorpsi sebesar 10.993 mg/g. Pada pH yang rendah kapasitas adsorpsi Pb relatif kecil, dimana pada kondisi asam ion H^+ dalam larutan akan semakin mengganggu pengikatan antara gugus sulfonat dengan ion logam. Karena semakin banyak yang mengikat ion H^+ maka menjadi bermuatan positif, sehingga sulfonat semakin sulit berikatan dengan ion logam Pb. Sedangkan pH diatas 7 tidak terjadi adsorpsi ion logam Pb dikarenakan terjadi hidrolisis sehingga membentuk hidroksida,

dimana sebagian besar hidroksida logam bersifat tidak larut atau mengendap (A. Zakaria, 2011).

4.7.2 Hasil Pengaruh Variasi Waktu Kontak Terhadap Kapasitas

Adsorpsi

Variasi waktu kontak dilakukan untuk mengetahui waktu optimal yang diperlukan adsorben selulosa-GMA-sulfonat dalam penyerapan logam Pb. Variasi waktu yang digunakan yaitu 60, 90, 120, 150, 180 menit pada pH 7 dengan konsentrasi larutan Pb 15 ppm. Dari hasil penelitian diperoleh data variasi waktu adsorben selulosa-GMA-sulfonat terhadap k



Gambar 4. 12 Pengaruh Variasi Waktu Kontak Terhadap Kapasitas Adsorpsi

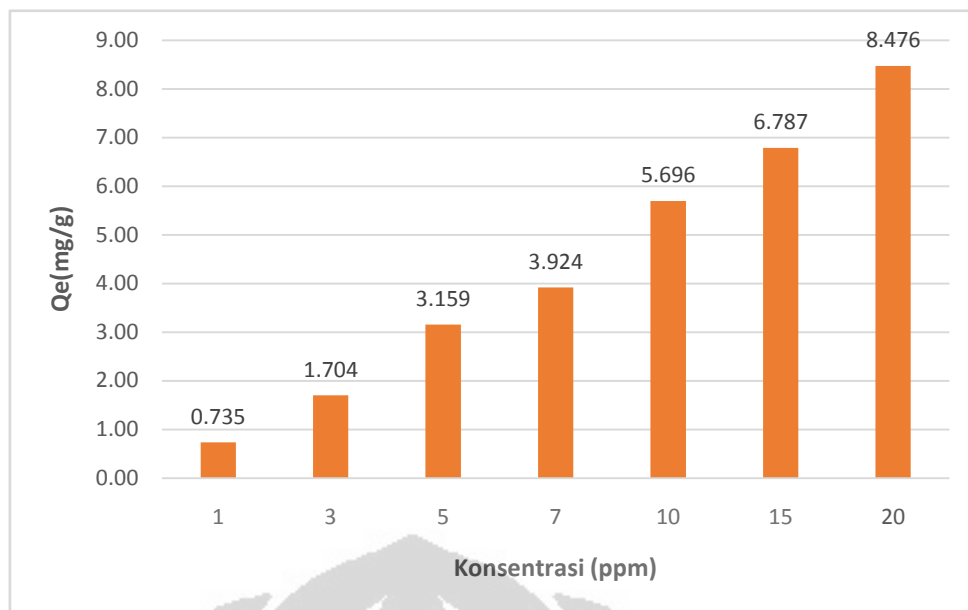
o

rpsi ion logam Pb seperti Gambar 4.12.

Berdasarkan Gambar 4.12, diperoleh informasi bahwa waktu kontak berpengaruh terhadap banyaknya ion logam Pb yang terserap. Adsorpsi ion logam Pb oleh adsorben selulosa-GMA-sulfonat meningkat sejalan dengan meningkatnya waktu kontak. Hal ini disebabkan semakin meningkatnya waktu kontak, peluang interaksi logam akan semakin meningkat dengan sisi aktif adsorben yang telah mengalami pengembangan sehingga jumlah ion logam yang terserap akan semakin banyak. (C.E, Janrizka Betta., 2016). Pada waktu kontak yang relatif lebih sebentar, interaksi ion logam dengan sisi aktif adsorben cenderung lebih sedikit sehingga kapasitas penyerapannya pada sisi aktif adsorben tidak banyak. Namun pada waktu kontak yang lebih lama juga mengalami penurunan kapasitas dikarenakan sisi aktif adsorben telah penuh menyerap ion logam sehingga mulai jenuh dan akhirnya mengalami difusi. Diperoleh kapasitas adsorpsi ion logam Pb oleh adsorben selulosa-GMA-sulfonat pada waktu kontak 150 menit yaitu sebesar 10,207 mg/g.

4.7.3 Hasil Pengaruh Konsentrasi Ion Logam Pb Terhadap Kapasitas Adsorpsi

Pada penelitian ini dilakukan variasi konsentrasi ion logam Pb untuk mengetahui kapasitas adsorpsi yang dapat diserap oleh adsorben selulosa-GMA-sulfonat. Variasi konsentrasi yang digunakan ialah 1 ppm, 3 ppm, 5 ppm, 7 ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm dengan pH 7 selama 150 menit. Dari hasil penelitian diperoleh data variasi konsentrasi ion logam Pb terhadap kapasitas adsorpsi seperti pada Gambar 4.13.



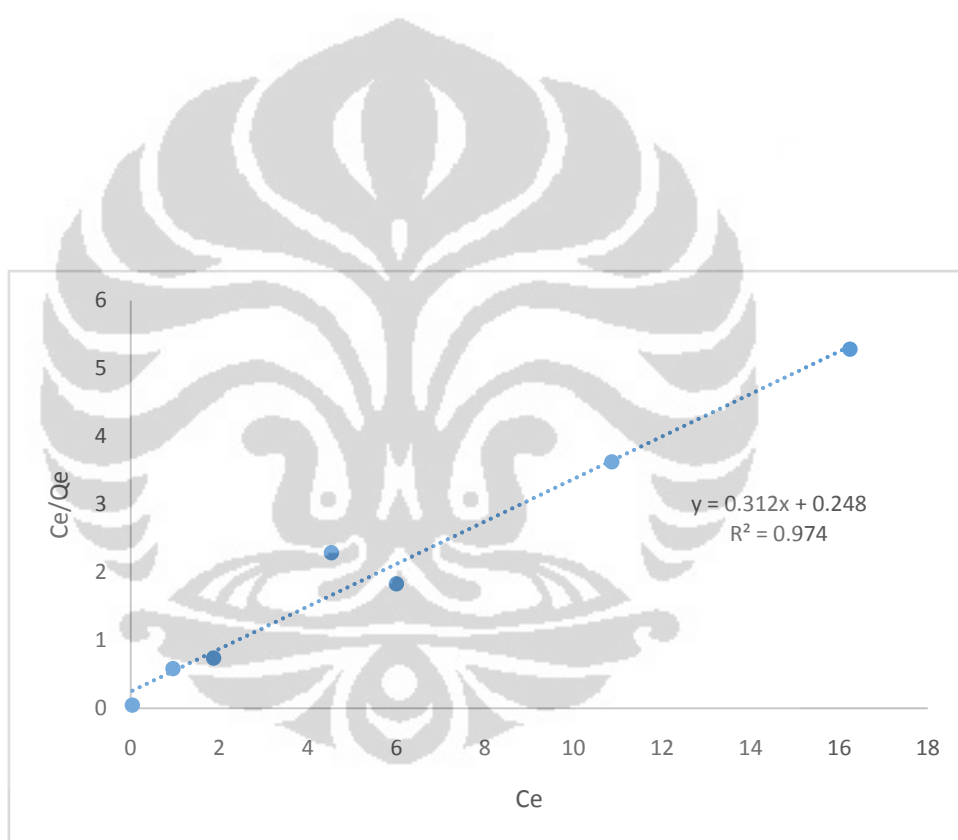
Gambar 4. 13 Pengaruh Konsentrasi Ion Logam Pb Terhadap Kapasitas Adsorpsi

r 4.13, menunjukkan semakin meningkatnya konsentrasi ion logam, kapasitas adsorpsi adsorben selulosa-GMA-sulfonat semakin meningkat. Hal ini disebabkan karena konsentrasi yang semakin tinggi, jumlah ion logam dalam larutan semakin banyak sehingga meningkatkan ion logam yang berinteraksi dengan sisi aktif adsorben. Meningkatnya konsentrasi reaktan akan menyebabkan jumlah tumbukkan total meningkat sehingga kemungkinan pembentukan molekul produk semakin meningkat. Kapasitas adsorpsi ion logam Pb terjadi pada konsentrasi 20 ppm yaitu sebesar 8,476 mg/g.

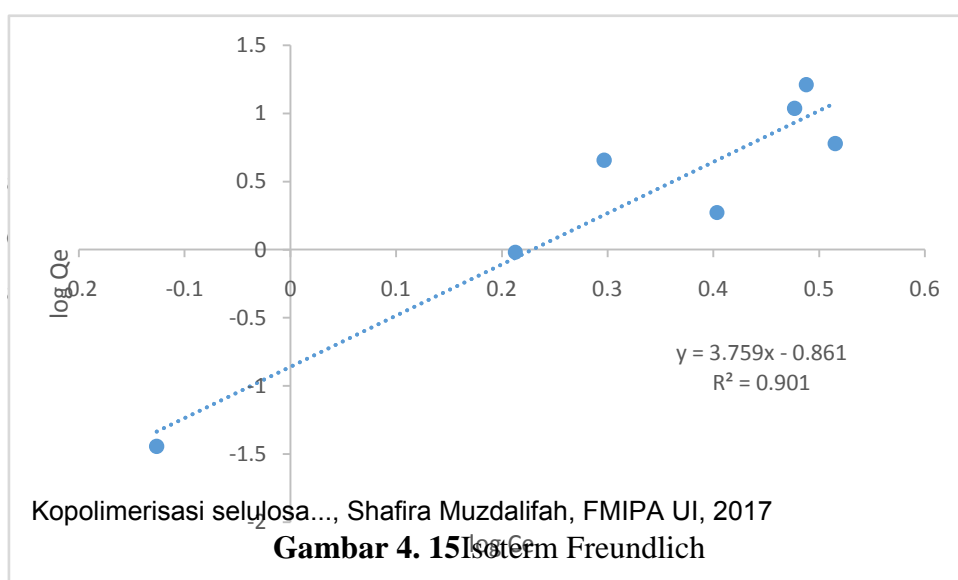
4.8 Isoterm Adsorpsi

Isoterm adsorpsi memperlihatkan hubungan kesetimbangan antara konsentrasi adsorben pada fasa padat dan konsentrasi adsorbat pada fasa cair saat kesetimbangan pada temperatur. Dengan mengalurkan variabel tertentu dalam grafik akan menghasilkan persamaan garis linear sehingga dapat diketahui mekanisme adsorpsi yang terjadi. Permodelan isoterm yang umum menjelaskan sistem adsorpsi padat-cair adalah isoterm Langmuir dan Freundlich.

Pada penelitian ini dipelajari isoterm adsorpsi dengan membandingkan harga regresi antara penggunaan model isoterm Langmuir dan model isoterm Freundlich. Digunakan variasi konsentrasi awal larutan Pb yaitu 1 ppm, 3 ppm, 5 ppm, 7 ppm 10 ppm, 15 ppm dan 20 ppm dengan suhu ruang sebagai suhu reaksi.



Gambar 4. 14 Isoterm Langmuir



Gambar 4. 15 Isoterm Freundlich

Gambar 4.14 dan 4.15, diperoleh informasi bahwa hasil regresi untuk persamaan isoterm Langmuir sebesar 0,9745 dan regresi untuk persamaan isoterm Freundlich sebesar 0,9013. Model isoterm Freundlich digunakan untuk menjelaskan adsorpsi ion logam Pb pada permukaan heterogen dan pada adsorpsi multilayer. Sedangkan model isoterm adsorpsi Langmuir mengasumsikan bahwa proses adsorpsi hanya terjadi pada situs homogen tertentu dalam adsorben dan setiap situs hanya dapat mengikat molekul adsorbat (monolayer) (Simanjuntak, Magdalena S., 2016).

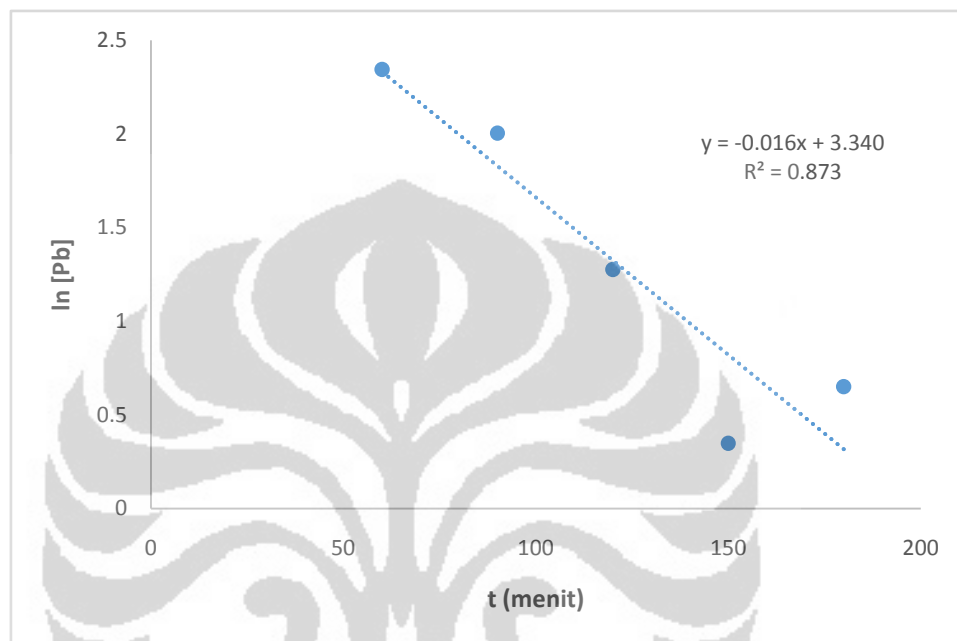
Berdasarkan hasil regresi yang didapat untuk persamaan isoterm Langmuir lebih mendekati satu sehingga dapat disimpulkan bahwa distribusi ion logam Pb pada adsorben selulosa-GMA-sulfonat mengikuti model isoterm Langmuir. Dari hasil meningkatnya variasi konsentrasi seiring dengan meningkatnya kapasitas adsorpsi dengan peningkatan konsentrasi awal yang dapat dijelaskan berdasarkan rapatannya. Dengan bertambahnya konsentrasi, kerapatan partikel semakin besar sehingga terjadi interaksi antara molekul Pb membentuk multilayer. Berdasarkan hukum isoterm Langmuir potensial dalam pengikatan ion logam oleh adsorben selulosa-GMA-sulfonat sama pada setiap sisi aktifnya. Berikut ini adalah persamaan linear isoterm Langmuir:

$$\frac{C_e}{Q_e} = \frac{1}{q_{\max} k_1} + \frac{C_e}{q_{\max}}$$

Diperoleh persamaan isoterm Langmuir yaitu $y = 0.3126x + 0.2487$ sehingga diperoleh nilai k_1 sebesar 0,9999 dan nilai q_{\max} sebesar 3,1990 mg/g. Ion logam Pb membentuk lapisan monolayer pada permukaan adsorben selulosa-GMA-sulfonat yang bersifat homogen. Berdasarkan perhitungan, diperoleh kapasitas adsorpsi ion logam Pb oleh adsorben selulosa-GMA-sulfonat sebesar 3,1990 mg/g.

4.9 Kinetika Adsorpsi

Kinetika adsorpsi perlu dipelajari untuk mengetahui laju proses penyerapan ion logam oleh adsorben dan nilai-nilai parameter kinetika adsorpsinya. Kinetika adsorpsi ion logam Pb ditentukan dengan menghitung kapasitas adsorpsi pada variasi waktu kontak 60 menit, 90 menit, 120 menit dan 180 menit.

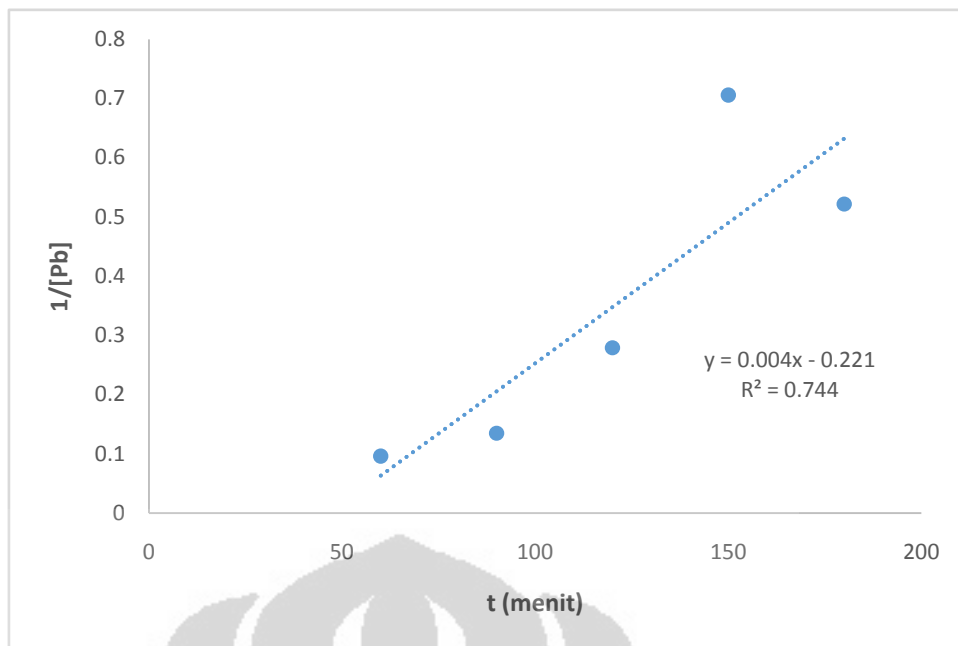


Gambar 4.16 Orde Reaksi Satu

Pada Gambar 4.16, diperoleh persamaan linear untuk orde reaksi satu adalah $y = -0.0168x + 3.3409$ dengan nilai regresi sebesar 0,8736. Persamaan linear tersebut diperoleh dengan memplotkan $\ln [Pb]$ terhadap t (menit). Dengan menggunakan persamaan orde satu :

$$\ln[Pb] = -kt + \ln[Pb_0]$$

Dapat diperoleh nilai k (konstanta laju) yaitu $0,0168 \text{ menit}^{-1}$. $[Pb]$ adalah konsentrasi waktu, $[Pb_0]$ adalah konsentrasi awal dan t adalah waktu dalam menit



Gambar 4. 17Orde Reaksi Dua

Pada Gambar 4.17, diperoleh persamaan linear untuk orde dua yaitu $y = 0.0047x - 0.2215$ dengan nilai regresi 0,744. Persamaan linear tersebut diperoleh dengan memplotkan $1/[Pb]$ terhadap t (menit). Dengan menggunakan persamaan orde dua :

$$\frac{1}{[Pb]} = kt \frac{1}{[Pb_0]}$$

Sehingga diperoleh nilai k (konstanta laju) yaitu $0,0047 \text{ menit}^{-1}$.

Dari kedua persamaan tersebut, dapat terlihat jika kinetika adsorpsi orde satu memiliki hasil nilai regresi yang lebih tinggi sehingga laju kinetika adsorben dalam penyerapan ion logam Pb mengikuti orde satu dengan nilai konstanta laju $0,0168 \text{ menit}^{-1}$ dan nilai regresi 0,8736 sehingga diperoleh laju adsorpsi untuk konsentrasi ion Pb 15 ppm :

$$V = k [Pb]$$

$$V = 0,0168 \text{ menit}^{-1} \times 15 \text{ ppm}$$

$$V = 0,252 \text{ ppm menit}^{-1}$$

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Penelitian ini bertujuan untuk menyintesis kopolimer cangkok selulosa dengan monomer GMA dan modifikasinya dengan menggunakan gugus fungsi sulfonat yang berasal dari Ammonium Sulfat untuk penyerapan ion logam Pb. Kemudian proses adsorpsi dipelajari dengan menggunakan isoterm adsorpsi dan kinetika adsorpsi. Kesimpulan dari hasil penelitian ini adalah sebagai berikut:

- Pada pengaruh variasi dosis radiasi pada penelitian ini diperoleh kondisi optimum pada 40 KGy.
- Hasil pencangkokkan selulosa dengan konsentrasi GMA pada penelitian ini diperoleh kondisi optimum pada GMA 5% sebesar 213%.
- Kopolimer cangkok selulosa dengan GMA dapat dimodifikasi dengan gugus fungsi sulfonat yang berasal dari Ammonium Sulfat dengan kondisi optimum pada konsentrasi 1N dan suhu 80°C.
- Derajat pengembangan kopolimer cangkok GMA dengan selulosa menurun seiring dengan meningkatnya nilai persen pencangkokkan.
- Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan adanya *fingerprint* GMA yang tercangkok pada selulosa dan *fingerprint* adanya keberhasilan modifikasi selulosa-GMA dengan gugus fungsi sulfonat.
- Hasil karakterisasi dengan DSC menunjukkan bahwa adanya penambahan gugus fungsi sulfonat pada kopolimer selulosa-GMA menyebabkan tidak terjadinya degradasi dan didapatkan stabilitas panas yang bagus.
- Diperoleh kapasitas adsorpsi penyerapan ion logam timbaloleh adsorben kopolimer cangkok selulosa-GMA termodifikasi sulfonat

yaitu pada pH larutan 7, 150 menit waktu kontak dan konsentrasi larutan ion logam Pb sebesar 20 ppm.

- Prinsip adsorpsi adsorben selulosa-GMA-sulfonat mengikuti model isotherm Langmuir dengan nilai regresi sebesar 0.9745.
- Kinetika adsorpsi pada proses penyerapan adsorben selulosa-GMA-sulfonat terhadap adsorbat mengikuti orde reaksi pertama dengan konstanta laju (k) sebesar $0,0168 \text{ menit}^{-1}$ dengan nilai regresi sebesar 0.8736.

5.2 Saran

Hasil sintesis kopolimer cangkok selulosa-GMA dengan menggunakan gugus fungsional sulfonat ini baik digunakan sebagai adsorben untuk mengadsorpsi logam Timbal. Oleh karena itu perlu adanya pengembangan dan penyempurnaan untuk penelitian selanjutnya, maka saran yang perlu dilakukan adalah sebagai berikut:

- Meningkatkan dosis radiasi pada saat pencangkokkan selulosa dengan GMA hingga didapatkan kondisi optimum pencangkokkan selulosa-GMA.
- Meningkatkan dosis dan waktu kapasitas adsorpsi ion logam timbal pada selulosa-GMA-sulfonat hingga didapatkan kondisi optimum kapasitas adsorpsi.
- Menggunakan variasi monomer pengikat silang dan gugus fungsional lainnya untuk proses pembuatan adsorben ion logam sehingga diharapkan menghasilkan adsorben ion logam yang lebih baik.
- Mengaplikasikan adsorben pada berbagai logam yang berbeda untuk mengetahui kapasitas adsorpsinya terhadap ion logam lainnya.

DAFTAR PUSTAKA

- A.Bhattacharya, A. Das, A. De. 1998. *Structural influence on grafting of acrylamide based monomers on cellulose acetate*. Indian J. Chem. Technol., 5 (3) (1998), pp. 135–138
- Anirudhan, T.S *et al.*, *Adsorption of Chromium(VI) From Aqueous Solutions by Glycidylmethacrylate-grafted-densified Cellulose With Quaternary Ammonium Groups*. Applied Surface Science, volume 279, Pages 441-449.
- Anirudhan, T.S., Senan, Priya. 2011. *Adsorptive potential of sulfonated poly(glycidylmethacrylate)-grafted cellulose for separation of lysozyme from aqueous phase: Mass transfer analysis, kinetic and equilibrium profiles*. Colloids and Surfaces A: Physicochemical. Eng. Aspects 377, 156-166
- B.H. Hameed, A.T.M. Din, A.L. Ahmad.2007. *Adsorption of methylene blue onto bamboo-based activated carbon: kinetics and equilibrium studies*. J. Hazard. Mater., 141 (3) (2007), pp. 819–825
- Babel S, Kurniawan TA 2003. *Low-cost Adsorbents For Heavy Metals Uptake From Contaminated Water: A review*. Journal of Hazardous Material, B97, 219-243.
- Barsbay, Murat., Olgun Güven., Yasko Kodama. 2016. *Amine functionalization of cellulose surface grafted with glycidyl methacrylate by γ -initiated RAFT polymerization*. Radiation Physics and Chemistry 124: 140-144
- Basset, J. 1994. *Buku Ajar Vogel Kimia Analisa Kuantitatif Anorganik* . Jakarta: EGC.
- Basuki, Fatmuanis., Asijati, Endang., Sabarinah, Yanti. 2005. *Sintesis dan Karakterisasi Kopolimer Iradiasi Cangkok Asam Akrilat, Akrilamida dan*

Campurannya pada Serat Rayon Sebagai Penukar Ion. Departemen kimia, Fmipa UI. P3TIR; Batan. No. I Vol 6.

Bhattacharya, A., Misra, B.N., 2004. *Grafting: A Versatile Means To Modify Polymers. Techniques, Factors and Applications*. Prog. Polym. Sci. 29, 767-814.

Bondar Yu.V. 2004. *Production of sorption-active polypropylene fiber by radiation-induced grafting of glycidyl methacrylate as a precursor monomer*. Proceeding of the Third Eurasian Conference “Nuclear Science and its Application”

C.E, Janrizka Betta. 2016. *Sintesis Kopolimer Cangkok Selulosa dan Glycidyl Methacrylate (GMA) Dengan Metode Prairadiasi Menggunakan Etilendiamin Sebagai Gugus Fungsional Untuk Adsorpsi Ion Logam Timbal (Pb)*(Skripsi). Depok: Universitas Indonesia.

Chauhan, G. S., Singh, B., and Kamar, S. 2005. *Synthesis and Characteristics of N-Vinyl Pyrrolidone and Cellulose based Functional Graft Copolymer for Use as Metal ion and Iodine Sorbent*. Journal of applied Polymer Science 98, 373-383.

Connell, D. W. & Miller, G. J. 2006. *Kimia dan Ekotoksikologi Pencemaran*. Terjemahan oleh Yanti Koestoer. Jakarta: Universitas Indonesia (UI-Press).

Cowd, M.A., 1991. *Kimia Polimer*. Penerbit Institut Teknologi Bandung, Bandung, Hal 3.

Cowd, M.A. and Stark, J.G. 1991. *Kimia Polimer*, Penerbit ITB, Bandung,.

Desta, Mulu Berhe. 2013. *Batch Sorption Experiments: Langmuir and Freundlich Isotherm Studies for the Adsorption of Textile Metals Ions onto Teff Straw (Eragrostis tef) Agricultural Waste*. Journal of Thermodynamics, Article ID 375830, 6 pages.

- Dong, Cuihua *et al.*, 2016. *Efficient and Selective Adsorption of Multi-metal Ions Using Sulfonated Cellulose as Adsorbent*. Carbohydrate Polymers, volume 151, Pages 230-236.
- Dwisatria, Yogi. 2012. *Sintesis polimer core-shell stirena-butyl akrilat: Pengaruh jenis inisiator dan pengikat silang glisidil metakrilat terhadap ukuran dan distribusi ukuran partikel*. Depok: FMIPA UI
- Fadilla, Nur Ikfa. 2016. *Sintesis Kopolimer Cangkok Selulosa dan Monomer Asam Akrilat Menggunakan Trimethyllyl Isocyanurate (TMAIC) Sebagai Pengikat Silang dengan Metode Pra-iradiasi Untuk Aplikasi Ion Logam Timbal (Pb)* (Skripsi). Depok: FMIPA UI
- Fengel D, Wegener G. 1984 . *Wood: Chemistry, Ultrastructure, Reactions*. First Edition. Berlin [DE]: Walter de Guyter
- Gede D, I., Partama, Yudha., Astiti Asih, Ida Ayu Raka., Sibarani, James. 2011. *Studi kopolimerisasi Grafting asam akrilat (AA) pada polietilen (PE) dengan inisiator H_2O_2/Fe^{2+} : sebagai penukar kation*. Jurnal Kimia 5 (2), Juli 2011: 143-155. Bukit Jimbatan: Universitas Udayana.
- Glasing, Joe *et al.* 2016. *Graft modification of chitosan, cellulose and alganite using reversible deactivation radical polymerization (RDRP)*. Current Opinion in Green and Sustainable Chemistry 2, 15-21.
- Greenwood, N. N., Earnshaw, A., 1989. *Chemistry of the Elements*. New York: Pergamon Press.
- Gurgel, L. V. A., Karnitz Júnior, O., Gil, R. P. F., & Gil, L. F. 2008. *Adsorption of Cu(II), Cd(II), and Pb(II) from aqueous single metal solutions by cellulose and mercerized cellulose chemically modified with succinic anhydride*. Bioresource Techno344R34logy, 99(8), 3077–3083
- Gusnita, Dessy. 2012. *Pencemaran logam berat timbal (Pb) di udara dan upaya penghapusan bensin bertimbal*. Peneliti bidang komposisi atmosfer, LAPAN.

Hampton, Carissa. 2010. *Vibrational Spectroscopy Tutorial: Sulfur and Phosphorus*. Fall 2010 Organic Spectroscopy. Missouri State University, USA.

Heinonen, Aki. 2012. *Adsorption of Hydrogen Sulfide by Modified Cellulose Nano/Microcrystals*. Lappeenranta Teknillinen Yliopisto, Faculty of Technology, Environmental Engineering.

Helal, G.A. 2005. *Bioconversion of straw into improved fodder: Mycoprotein production and cellulolytic activity of rice straw decomposing fungi*. J. Microbiology, 33(2) 90-96.

Hokkanen, Sanna. 2016. *A review on modification methods to cellulose-based adsorbents to improve adsorption capacity*. Water research(91) page 156-173.

<http://www.apmtesting.com/testing-services/test-methods/EDS-manual.php>
(diakses pada 01 Februari 2017 pukul 12.41 WIB)

<http://www.intertek.com/analysis/ftir/> (diakses pada 01 Februari 2017 pukul 14:16 WIB)

<http://www.intertek.com/analysis/microscopy/edx/> (diakses pada 01 Februari 2017 pukul 13:21 WIB)

<http://www.nptel.ac.in/courses/103103029/pdf/mod7.pdf>, (diakses pada tanggal 01 Februari 2017, pukul 20.00 WIB)

<https://www.ilmukimia.org/2013/03/polimer.html> (diakses pada 01 Februari 2017 pukul 10:45 WIB)

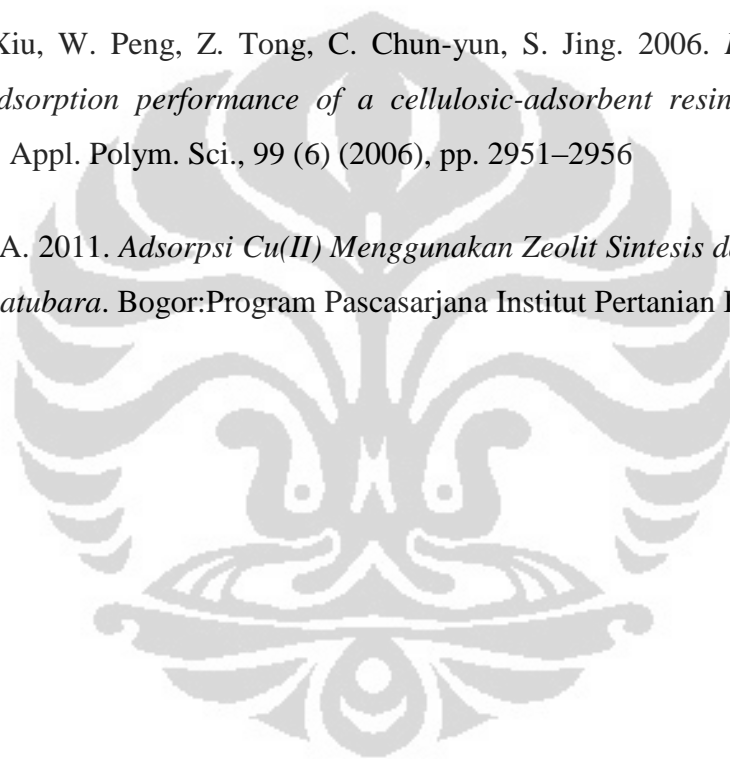
<https://www.netzsch-thermal-analysis.com/de/microsites/homepage/general/>
(diakses pada 03 Februari 2017 pukul 13.46 WIB)

https://www.revolvy.com/main/index.php?s=Copolymer&item_type=topic (diakses pada 03 Februari 2017 pukul 13.17 WIB)

- Indriani, Ririn. 2016. *Uji Adsorpsi dan Regenerasi Kopolimer Selulosa-g-Glisidil Metakrilat (GMA) Sebagai Adsorben Ion Logam*. Jakarta: Universitas Pancasila.
- J. Febrianto, A.N. 2009. Kosasih, J. Sunarso, Y.A. Ju, N. Indraswati, S. Ismadji. *Equilibrium and kinetic studies in adsorption of heavy metals using biosorbent: A summary of recent studies*. J. Hazard. Mater., 162 (2009), pp. 616–645
- Kalia, S. dan Sahaa, M.W. *Polysaccharide Based Graft Copolymers*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Chapter 2, 2013.
- Kang, Hongliang *et al.* 2015. *Graft modification of cellulose: methods, properties and applications*. Polymer 70, A1-A16
- Kumar, A and Gupta, R.K. (1998). *Fundamentals of Polymers*. International Edition. McGraww Hill, Singapore.
- Kumar, P. Senthil. Kirthika, K. 2009. *Equilibrium kinetic study of adsorption of nickel from aqueous solution onto bael tree leaf powder*. Jurnal of Engineering Science and Technology Vol. 4, No. 4 351-363.
- Lopes, D. A. 1997. *Sorption of heavy metals on blast furnace*. Water source, 32, 989-996.
- Mishra, Soumya Ranjan *et. Al.*, 2016. *Kinetics and isotherm studies for the adsorption of metlas ion onto two soil type*. Enviromental Technology & Innovation, page 87-101
- Notohadiprawiro, T. 1993. *Logam Berat dalam Pertanian*. Artikel: Naskah Ceramah di Pusat Penelitian Kelapa Sawit, Medan 28 Agustus 1993.
- Rahmawati. 2013. *Kopolimerisasi Cangkok Asam Akrilat Pada Selulosa Jerami Padi Dengan Teksik Pra-iradiasi dan Aplikasinya Sebagai Penukar Ion* (Tesis). Depok: FMIPA UI.

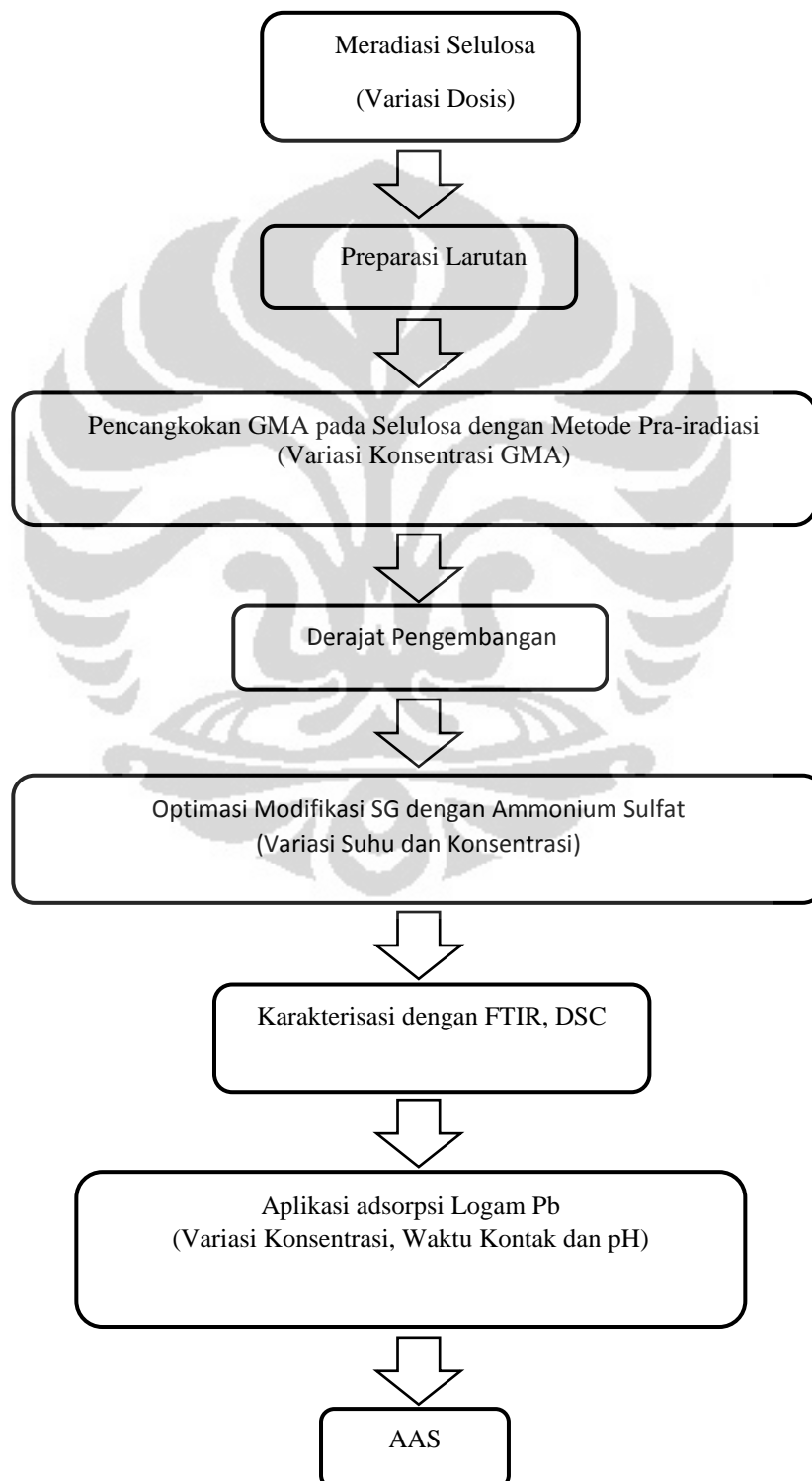
- Rao, C.N.R *et al.* 1963. *Contribution to the infrared spectra of organosulphur compounds*. Departement of Organic Chemistry, Indian Institute of Science, Bangalore-12, India
- Sadeek, *et al.* 2015. *Metal adsorption by agricultural biosorbents: Adsorption isotherm, kinetic and biosorbents chemical structures*. International Journal of Biological Macromolecules. 81,400–409
- Salomone, J.C. *Polymeric Material, Encyclopedia*. Vol 8. New York: CRC Press Inc. 1996. Sannino, A., Demitiri, C., Madaghiele, M. (2009). Biodegradable Cellulose-based Hydrogels: Design and Applications. *Materials*, 2, 353-373.
- Shinohara, Y., Tomioka, T. 1960. *Graft copolymerization by a preirradiation method*. Volume 44, Issue 143, May 1960, Pages 195-211.
- Simanjuntak, Septianty Magdalena. 2016. *Studi Adsorpsi Ion Lanthanium dan Eribium Menggunakan Pektin dari Kulit Pisang*(Skripsi). Depok: FMIPA UI.
- Skoog. D. A., Donald M. West, F. James Holler, Stanley R. Crouch, 2000. *Fundamentals of Analytical Chemistry* .Hardcover: 992 pages, Publisher: Brooks Cole
- Suhartini, Meri. 2015. *Pencangkokkan secara radiasi asam akrilat pada selulosa dengan keberadaan meril metakrilat*. Pusat Aplikasi Isotop Radiasi, BATAN.
- Swann, G. E.A. 2011. *Application of Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) for assessing biogenic silica sample purity in geochemical analysis and palaeoenvironmental research*. Clim. Past, 7, 65-74, 2011.
- Swantomo, Deni. Megasari, Kartini. Saptajji, Rany. 2008. *Pembuatan Komposit Polimer Superadsorben Dengan Mesin Berkas Elektron*. Seminar Nasional IV, SDM Teknologi Nuklir, Yogyakarta, 25-26 Agustus 2008. ISSN 1978-0176

- Tahir, Iqbal. 2013. *Kinetika Kimia; Kinetika Reaksi Berantai*. Laboratorium Kimia Fisika, Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Gadjadara, Yogyakarta.
- Wojnarovits, L., Cs.M.F. oldva' ry, Taka' cs, E. 2010. *Radiation-induced grafting of cellulose for adsorption of hazardous water pollutants: A review*. *Radiation Physics and Chemistry* 79: 848–862
- Xu, Min *et al.* 2015. *Efficient adsorption of 1-alkyl-3-methylimidazolium chloride ionic liquids onto modified cellulose microspheres*. *Carbohydrate Polymers* 128, 171-178
- Z. Bao-Xiu, W. Peng, Z. Tong, C. Chun-yun, S. Jing. 2006. *Preparation and adsorption performance of a cellulosic-adsorbent resin for copper(II)*. *J. Appl. Polym. Sci.*, 99 (6) (2006), pp. 2951–2956
- Zakaria, A. 2011. *Adsorpsi Cu(II) Menggunakan Zeolit Sintesis dari Abu Terbang Batubara*. Bogor: Program Pascasarjana Institut Pertanian Bogor.



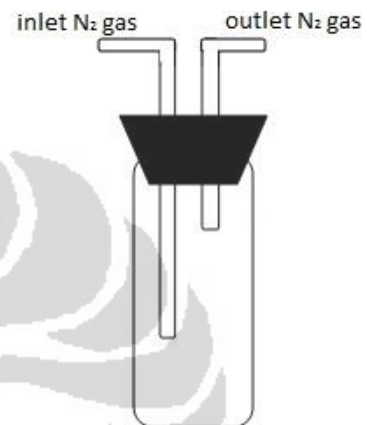
LAMPIRAN

Lampiran 1. Skema Kerja Penelitian



Lampiran 2. Pencangkokkan GMA dan Selulosa

- Skema alat pencangkokkan GMA pada selulosa



- Hasil pencangkokkan GMA dengan selulosa

- Variasi dosis



20 kGy



30 kGy



40 kGy

- Variasi konsentrasi GMA



1%



2,5%



5%

Lampiran 3. Perhitungan hasil pencangkokkan GMA pada Selulosa

$$\% \text{ Pencangkokkan} = \frac{W_f - W_i}{W_i} \times 100\%$$

$$\text{Mmol GMA tercangkok} = \frac{(W_f - W_i) \times 1000}{mr \text{ GMA}}$$

Keterangan:

W_f = Massa Akhir

W_i = Massa Awal

Mr GMA = 142 g/mol

Contoh:

$$\% \text{ pencangkokkan} = \frac{0,8922 \text{ g} - 0,612 \text{ g}}{0,612 \text{ g}} \times 100\% = 45,7843\%$$

$$\begin{aligned} \text{Mmol GMA tercangkok} &= \frac{(0,8922 - 0,612) \text{ g}}{142 \text{ g/mol}} \times 1000 \\ &= 1,9732 \text{ mmol} \end{aligned}$$

- Hasil perhitungan variasi dosis radiasi

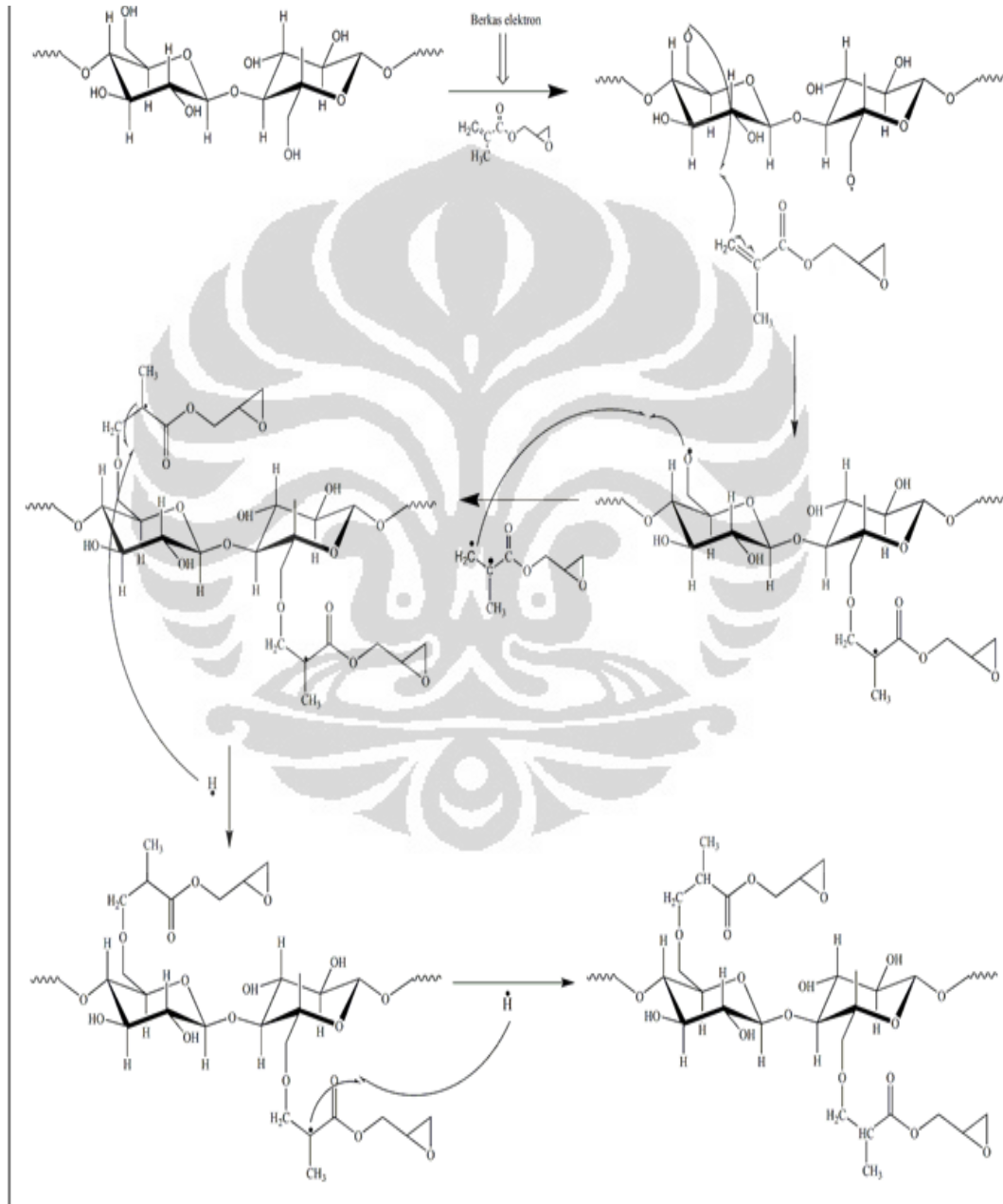
dosis	Massa (gram)		% pencangkokkan	mmol GMA tercangkok
	Awal	Akhir		
20	0.6120	0.8922	45.784	1.9732
30	0.6132	0.9985	62.834	2.7134
40	0.6459	1.2901	99.737	4.5366

- Hasil Pencangkokkan dengan variasi Konsentrasi GMA

konsentrasi GMA	massa (gram)		% pencangkokkan	mmol GMA tercangkok
	Awal	Akhir		

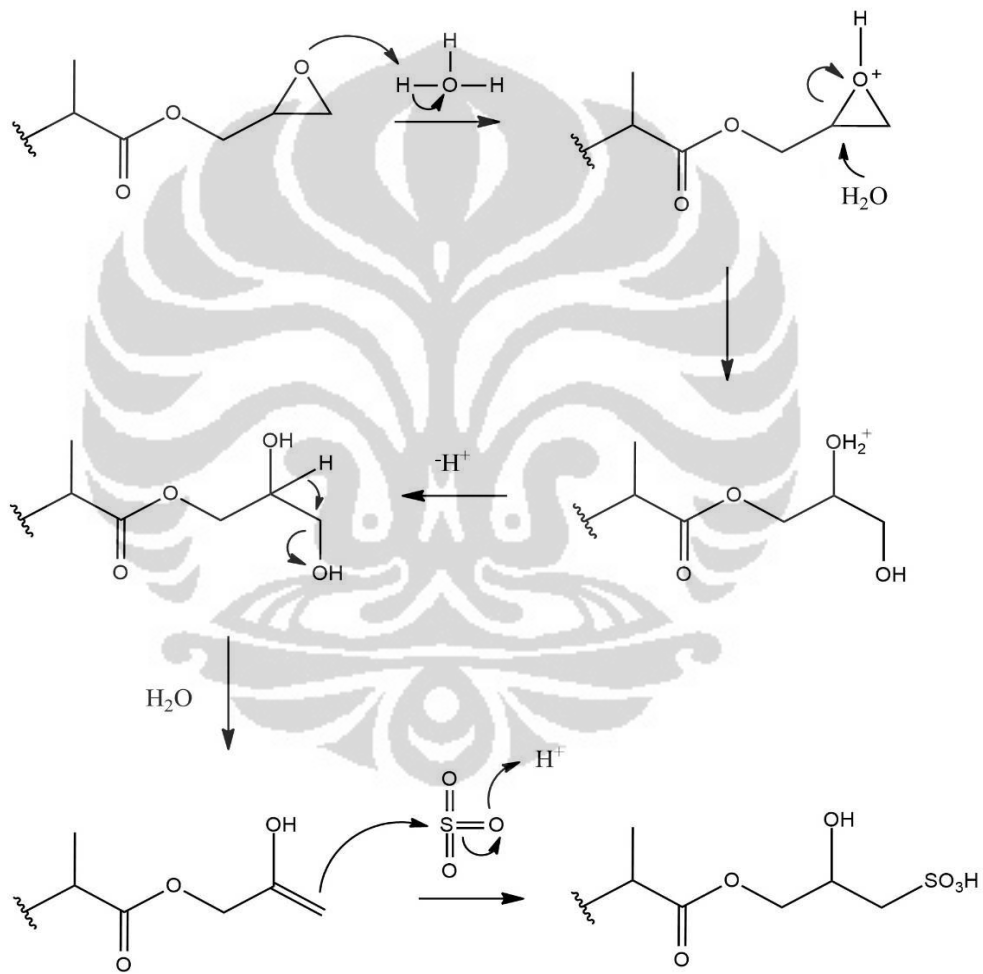
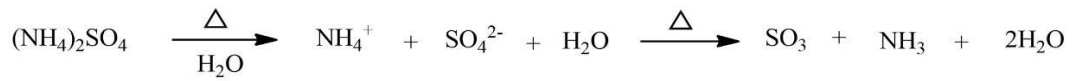
1%	0.6208	0.8137	31.073	1.3585
2.50%	0.6285	1.3049	107.621	4.7634
5%	0.6475	2.0297	213.467	9.7338

Lampiran 4. Usulan Mekanisme Pencangkokkan GMA pada Selulosa



(C.E, Janrizka Betta., 2016)

Lampiran 5. Usulan mekanisme pembukaan cincin epoksi oleh Ammonium Sulfat



Lampiran 6. Perhitungan optimasi modifikasi selulosa-GMA dengan Ammonium Sulfat

$$\text{Mmol SO}_3^- = \frac{(W_f - W_i) \times 1000}{W_i \times Mr \text{ SO}_3^-}$$

$$\% \text{ Konversi} = \frac{\text{mmol SO}_3^-}{\text{mmol GMA}} \times 100\%$$

$$\text{Mmol SO}_3^- / \text{g} = \frac{\text{mmol SO}_3^-}{\text{massa selulosa -GMA -sulfonat}}$$

Keterangan:

- Wf = Massa Akhir
- Wi = Massa awal
- Mr R-SO₃⁻ = 80 g/mol

Contoh :

$$\text{Mmol R-SO}_3^- = \frac{(0,1095 - 0,0835) \text{ gr} \times 1000}{0,1095 \text{ gr} \times 80 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 3,8922 \text{ mmol}$$

$$\text{Dalam } 0,08 \text{ g selulosa-GMA} \rightarrow \text{mmol GMA} = \frac{0,0835}{0,6285} \times 4,7634 \text{ mmol} = 0,6328 \text{ mmol}$$

$$\% \text{ Konversi} = \frac{2,3589 \text{ mmol}}{0,6328 \text{ mmol}} \times 100\% = 372,7475\%$$

$$\text{Mmol R-SO}_3^- / \text{g} = \frac{2,3589 \text{ mmol}}{0,2095 \text{ g}} = 35,5453 \text{ mmol/g}$$

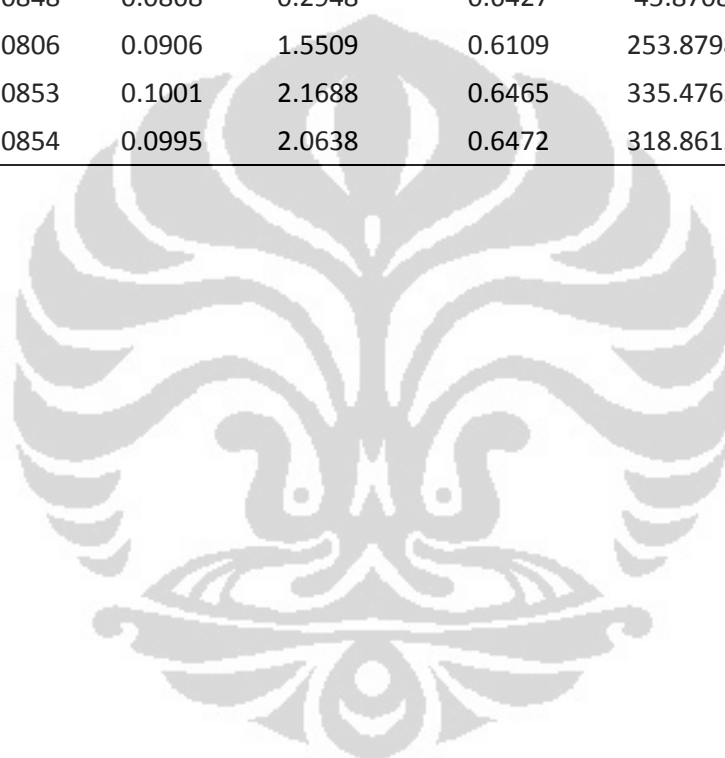
- Pengaruh Konsentrasi

konsentrasi	Massa (gram)		mmol R-SO ₃ ⁻	mmol GMA	% konversi	mmol R-SO ₃ ⁻ /g
	awal	akhir				
0.5	0.0835	0.0995	2.3952	0.6328	378.482	24.0725

1	0.0825	0.1013	2.8485	0.6253	455.563	28.1193
1.5	0.0894	0.1054	2.2371	0.6776	330.174	21.2252
2	0.0831	0.0905	1.1131	0.6298	176.737	12.2996

- Pengaruh Suhu

Suhu	massa (gram)		mmol R-SO ₃	mmol GMA	% konversi	mmol R-SO ₃ /g
	awal	akhir				
60	0.0848	0.0868	0.2948	0.6427	45.8708	3.3964
70	0.0806	0.0906	1.5509	0.6109	253.8798	17.1178
80	0.0853	0.1001	2.1688	0.6465	335.4763	21.6665
90	0.0854	0.0995	2.0638	0.6472	318.8612	20.7419



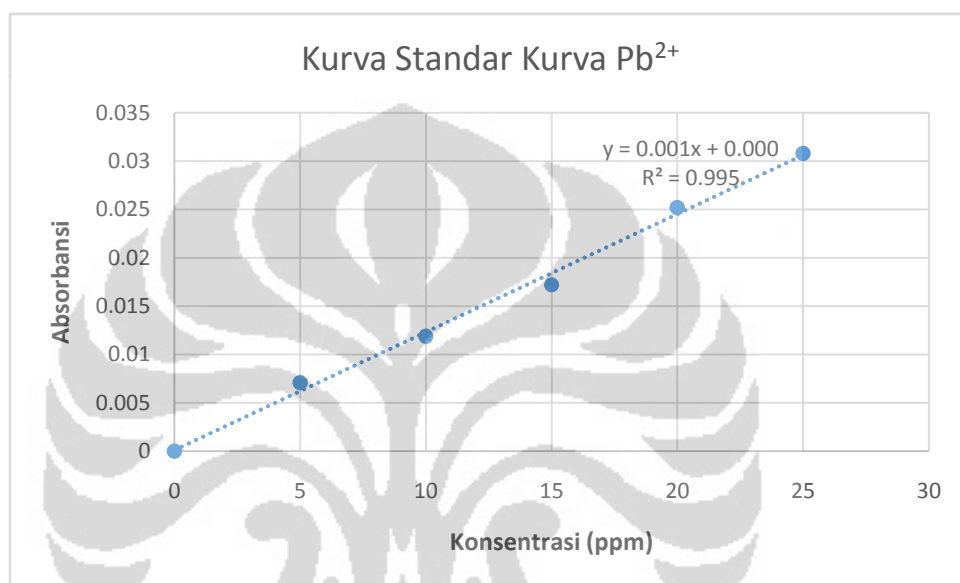
Lampiran 7. Derajat Pengembangan

$$\% \text{ Derajat Pengembangan} = \frac{(\text{massa akhir} - \text{massa awal})g}{\text{massa akhir (g)}} \times 100\%$$

Waktu (menit)	selulosa	S-GMA 1%	S-GMA 2,5%	S-GMA 5%
1	2.7523	1.808	1.0903	0.1267
5	3.125	2.022	1.2101	0.2311
10	3.3708	2.2569	1.2869	0.3398
5	3.617	2.4923	1.3998	0.4465
20	3.8247	2.985	1.451	0.5493
30	4.9217	3.106	1.6115	0.7635
40	6.0811	3.338	1.749	0.8779
60	6.1881	3.762	2.079	1.0903
90	6.4814	3.989	2.5021	1.2975
120	6.6519	4.331	2.9929	1.6013

Lampiran 8. Perhitungan Adsorpsi Logam Pb

- Kurva Kalibrasi Larutan Standar Logam Pb



Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0	0.0000
5	0.0071
10	0.0119
15	0.0172
20	0.0252
25	0.0308

- Variasi pH

pH	Massa	Absorbansi	Ce	Co-Ce	Qe
3	0.0620	0.0031	1.7500	13.2500	10.685
4	0.0651	0.0022	1.0000	14.0000	10.753
5	0.0633	0.0025	1.2500	13.7500	10.861
6	0.0683	0.0011	0.0833	14.9167	10.920

7	0.0633	0.0023	1.0833	13.9167	10.993
---	--------	--------	--------	---------	--------

Keterangan:

C_o = Konsentrasi Awal

C_e = Konsentrasi Akhir

Q_e = Konsentrasi adsorpsi (mg/g)

$$Q_e = \frac{(C_o - C_e)(ppm) \times Volume (mL)}{1000 \times massa (gram)}$$

Persamaan dari kurva kalibrasi:

$$y = 0.0012x + 0.001 ; R^2 = 0.9939$$

dengan y: adsorbansi dan x: C_e , maka

$$C_e = (\text{absorbansi} - (0,001)) / 0,0012$$

Contoh:

$$C_e = (0,0035 - (0,001)) / 0,0012 = 2,0833 \text{ ppm}$$

$$Q_e = \frac{(15,000 - 2,0833) \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}}{1000 \times 0,062 \text{ gram}} = 10,417 \text{ mg/g}$$

- Variasi Waktu Kontak

waktu (menit)	Massa	Absorbansi	Ce	Co-Ce	Qe
60	0.0623	0.0115	8.7500	6.2500	5.016
90	0.0637	0.0079	5.7500	9.2500	7.261
120	0.0676	0.0033	1.9167	13.0833	9.677
150	0.0694	0.0007	0.8333	14.1667	10.207
180	0.0674	0.0013	1.5000	13.5000	10.015

- Variasi Konsentrasi

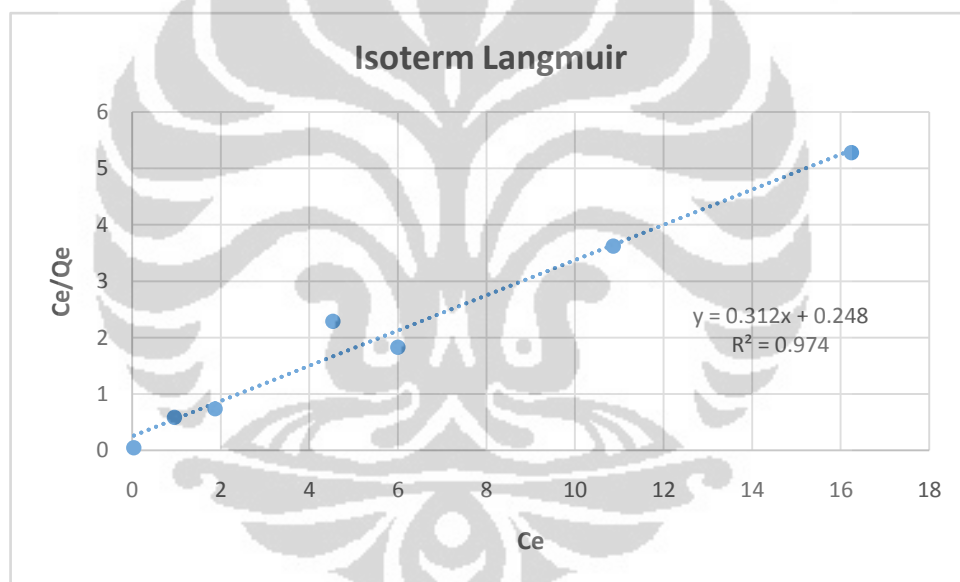
konsentrasi (Co)	Ce	massa	Co-Ce	Qe
1	0.0524	0.0645	0.9476	0.7346
3	0.8665	0.0626	2.1335	1.7041
5	1.0954	0.0618	3.9046	3.1591
7	2.1103	0.0623	4.8897	3.9243
10	3.0399	0.0611	6.9601	5.6957
15	5.634	0.069	9.3660	6.7870
20	9.6422	0.0611	10.3578	8.4761



Lampiran 9. Perhitungan Isoterm Adsorpsi

Co	Ce	massa	Qe	Ce/Qe	log Qe	log Ce
1	0.036	0.065	0.747	0.048	-0.127	-1.444
3	0.957	0.063	1.632	0.586	0.213	-0.019
5	1.871	0.062	2.531	0.739	0.403	0.272
7	4.533	0.062	1.980	2.290	0.297	0.656
10	5.998	0.061	3.275	1.832	0.515	0.778
15	10.865	0.069	2.997	3.626	0.477	1.036
20	16.243	0.061	3.075	5.283	0.488	1.211

- Isoterm Langmuir



Diperoleh persamaan:

$$y = 0.3126x + 0.2487 ; R^2 = 0,9475$$

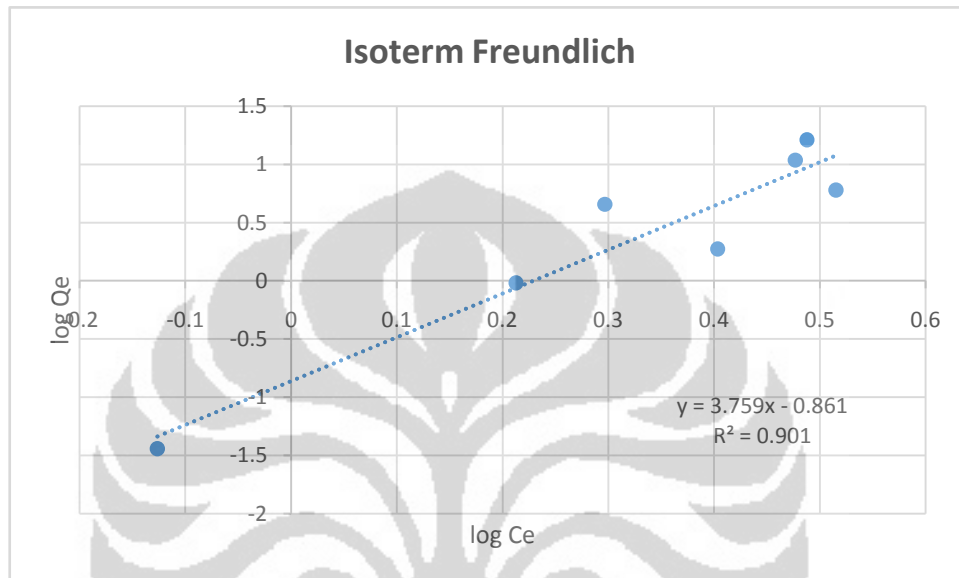
dengan y: Ce/Qe dan x: Ce , maka dapat diperoleh nilai Q_{max} dan k_1 menggunakan persamaan Langmuir berikut:

$$\frac{Ce}{Qe} = \frac{1}{q_{max} k_1} + \frac{Ce}{q_{max}}$$

$$Q_{\max} = \frac{1}{0,3126} = 3,1990$$

$$K_1 = \frac{1}{3,1990 \times 0,3126} = 0,9999$$

- Isoterm Freundlich



Diperoleh persamaan:

$$y = 3.7599 x - 0.8612 ; R^2 = 0,9013$$

dengan y: log Q_e dan x: log C_e , maka dapat diperoleh nilai n dan k_f menggunakan persamaan Freundlich berikut:

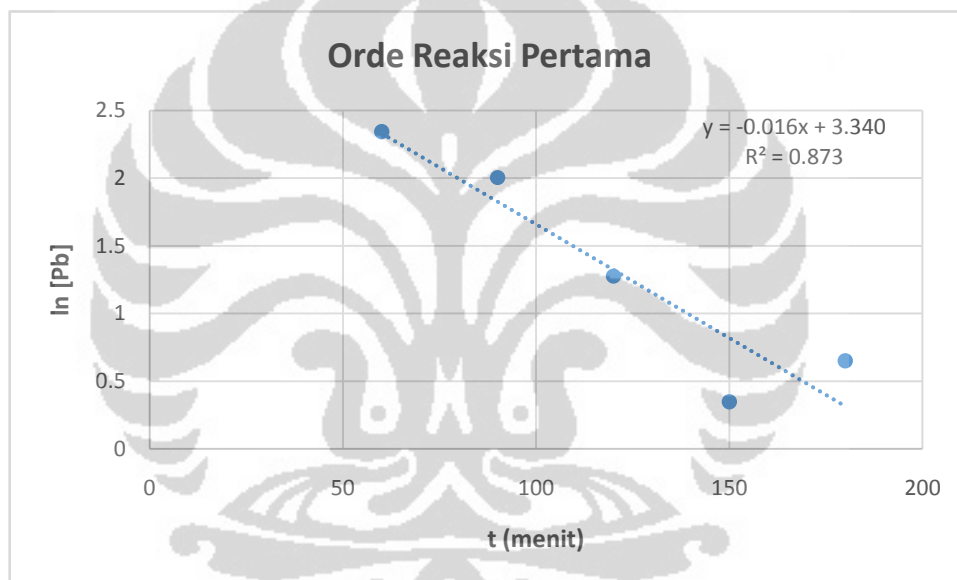
$$\log Q_e = \frac{1}{n} \log C_e + \log K_f$$

$$n = \frac{1}{3,7599} = 0,2660$$

$$k_f = 0,1346$$

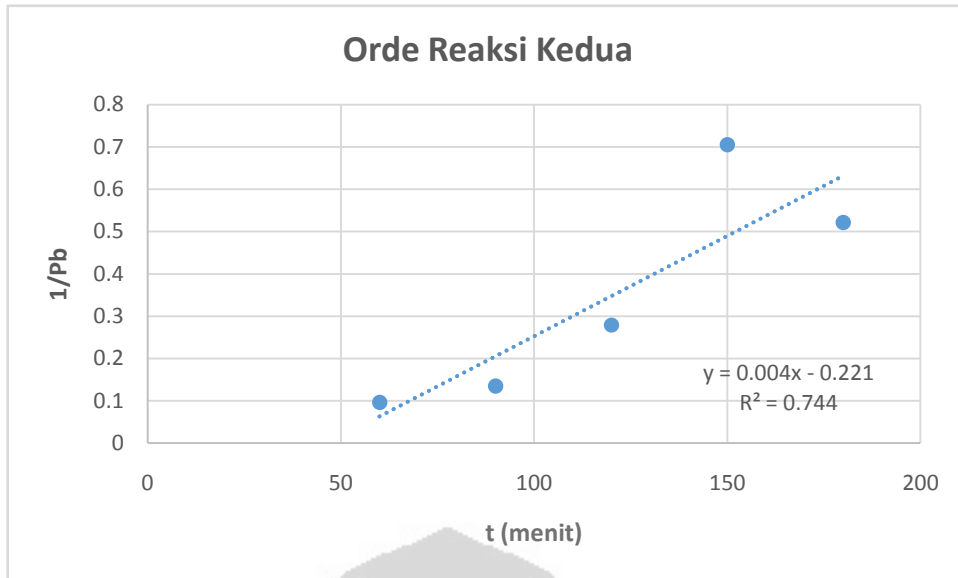
Lampiran 10. Perhitungan Kinetika Adsorpsi

Pb	Ln Pb	1/Pb
10.412	2.343	0.096
7.417	2.004	0.135
3.583	1.276	0.279
1.417	0.348	0.706
1.917	0.651	0.522



- Persamaan untuk orde satu

$$\ln [Pb] = - kt + \ln [Pb_0]$$



- Persamaan untuk orde dua

$$1/[Pb] = kt + 1/[Pb_0]$$

Dengan $[Pb_0]$ = Konsentrasi awal (15 ppm)