

UNIVERSITAS INDONESIA

**MODIFIKASI SERAT RAYON TERIKAT SILANG MENJADI
SUATU PENUKAR KATION BERGUGUS FUNGSI AMIDA
DAN KARBOKSILAT DENGAN TEKNIK OZONASI**

TESIS

NASRIDAH

0806421855

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

PROGRAM STUDI KIMIA

DEPOK

DESEMBER 2010



UNIVERSITAS INDONESIA

**MODIFIKASI SERAT RAYON TERIKAT SILANG MENJADI
SUATU PENUKAR KATION BERGUGUS FUNGSI AMIDA
DAN KARBOKSILAT DENGAN TEKNIK OZONASI**

TESIS

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Magister Sains

NASRIDAH

0806421855

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

PROGRAM STUDI KIMIA

DEPOK

DESEMBER 2010

HALAMAN PENGESAHAN

Tesis ini diajukan oleh :
Nama : NASRIDAH
NPM : 0806421855
Program Studi : KIMIA
Judul Tesis : **Modifikasi Serat Rayon Terikat Silang
Menjadi Suatu Penukar Kation Bergugus
Fungsi Amida dan Karboksilat Dengan Teknik
Ozonasi**

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

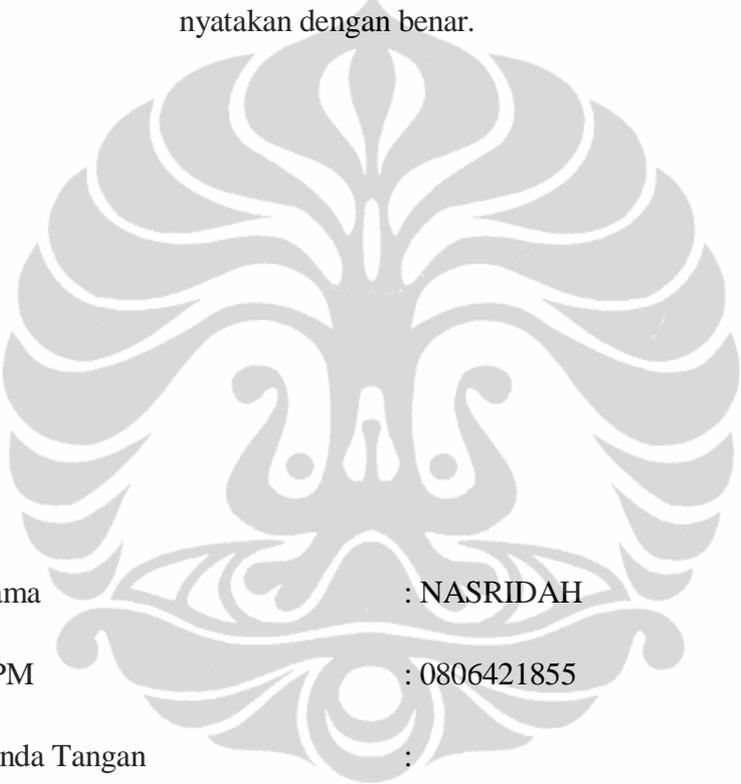
DEWAN PENGUJI

Pembimbing 1 : Prof. Dr. Endang Asijati W. M.Sc ()
Pembimbing 2 : Dr. Helmiyati. M.Si ()
Penguji : Dr. Emil Budianto ()
Penguji : Dr. Yoki Yulizar ()
Penguji : Dr. rer.nat.Agustino Zulys ()
Penguji : Dr. Ivandini Tribidasari A ()

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 28 Desember 2010

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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



Nama : NASRIDAH
NPM : 0806421855
Tanda Tangan :
Tanggal : 28 DESEMBER 2010

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

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

Nama : NASRIDAH
NPM : 0806421855
Program Studi : PASKA SAJANA
Departemen : KIMIA
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Tesis

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

Modifikasi Serat Rayon Terikat Silang Menjadi Suatu Penukar Kation Bergugus Fungsi Amida dan Karboksilat Dengan Teknik Ozonasi

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan memublikasikan 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 : Jakarta

Pada tanggal : 28 Desember 2010

Yang menyatakan

(NASRIDAH)

Universitas Indonesia

KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa, karena atas berkat dan rahmat-Nya, saya dapat menyelesaikan tesis ini. Penulisan tesis ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Magister Science Jurusan Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia dengan judul *“Modifikasi Serat Rayon Terikat Silang Menjadi Suatu Penukar Kation Bergugus Fungsi Amida dan Karboksilat Dengan Teknik Ozonasi”*.

Saya menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan tesis ini, sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan tesis ini. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih kepada:

- (1) Prof. Dr. Endang Asijati M.Sc, selaku Dosen Pembimbing 1 yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran serta kesabarannya untuk mengarahkan saya dalam penyusunan tesis ini;
- (2) Dr. Helmiyati M.Si, selaku Dosen Pembimbing 2 yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran untuk mengarahkan saya dalam penyusunan tesis ini;
- (3) Dr. Ridla Bakri, M.Phil, selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA UI yang telah memberikan kesempatan dan ijin kepada penulis untuk menggunakan berbagai fasilitas penelitian;
- (4) Dr. Endang Saefudin, selaku Ketua Program Magister Kimia FMIPA UI yang telah memberikan bantuan dukungan material dan moril;
- (5) Dr. Ivandini Tribidasari A, selaku Pembimbing Akademis yang telah memberikan bantuan moril;
- (6) Seluruh Dosen dan Karyawan di Jurusan Kimia, Universitas Indonesia;
- (7) Dinas Dikmenti Provinsi DKI Jakarta yang telah memberikan beasiswa;
- (8) Rekan-rekan mahasiswa Program Studi Magister Ilmu Kimia angkatan 2008;
- (9) Bapak Drs. Pernon Akbar M.Psi.T, selaku Kepala Sekolah SMAN 70 dan Rekan Guru yang senantiasa memberikan semangat;

(10) Suami, Orang tua, Kakak, Adik dan Anakku yang senantiasa memberikan doa; Masih banyak lagi pihak yang tidak dapat saya sebutkan satu persatu yang terlibat membantu, mendukung serta memberi semangat atas karya yang harus saya selesaikan.

Akhir kata, saya berharap Tuhan Yang Maha Esa berkenan membalas segala kebaikan semua yang telah membantu. Semoga tesis ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu di masa yang akan datang.

Jakarta, 28 Desember 2010



ABSTRAK

Nama : Nasridah
Program Studi : Kimia
Judul : Modifikasi Serat Rayon Terikat Silang Menjadi Suatu Penukar Kation Bergugus Fungsi Amida dan Karboksilat Dengan Teknik Ozonasi

Telah dilakukan kopolimerisasi cangkok pada serat rayon terikat silang N,N'-metilenbisakrilamida (NBA) dengan teknik ozonasi menggunakan monomer akrilamida dan asam akrilat untuk menghasilkan suatu serat penukar kation. Optimasi kondisi ikat silang diperoleh pada laju alir 0,3 L/min, waktu ozonasi 90 menit, konsentrasi NBA 5%, suhu 80°C dan waktu reaksi 60 menit dengan persen pencangkakan rata-rata 49,50. Serat rayon terikat silang menunjukkan ketahanan dalam asam dan basa yang lebih baik dan derajat pengembangannya dalam air lebih rendah. Ozonasi kembali pada serat rayon terikat silang digunakan untuk mencangkakan monomer-monomer. Pada pencangkakan akrilamid dengan konsentrasi 30% pada suhu 70°C selama 90 menit diperoleh persen pencangkakan sebesar 152,46 % dan pencangkakan asam akrilat dengan konsentrasi 30% pada suhu 50°C selama 90 menit diperoleh persen pencangkakan sebesar 169,77 %. Melalui spektrum FT-IR, pada R-NBA muncul bilangan gelombang 1533,41 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus amida sekunder dari NBA, pada R-NBA-g-AAm terdapat puncak serapan yang tajam pada bilangan gelombang 1685,79 cm^{-1} yang menunjukkan munculnya gugus karbonil (C=O) dari amida sedangkan pada R-NBA-g-AA muncul puncak pada bilangan gelombang 1641,42 cm^{-1} menunjukkan pita serapan vibrasi rentang gugus karbonil (C=O) dari asam karboksilat. Kapasitas pertukaran ion yang diperoleh sebesar 1,1 meq/g untuk R-NBA-g-AAm dan 0,7 meq/g untuk R-NBA-g-AA. Penentuan tetapan distribusi ion Cu^{2+} pada pH 5 memberikan nilai sebesar 4,41 L/g untuk R-NBA-g-AAm dan 2,82 L/g untuk R-NBA-g-AAm.

Kata Kunci : rayon, kopolimerisasi cangkok, N,N'-metilenbisakrilamida (NBA), akrilamid, asam akrilat, teknik ozonasi.

xi + 56 halaman : 19 gambar; 5 tabel

Daftar Pustaka : 36 (1960-2008)

ABSTRACT

Name : Nasridah
Major : Chemistry
Title : Modification Of Cross-Linked Rayon Fiber As
A Cation Exchanger With Amide and Carboxylate Functional
Groups By Using Ozonation Technique

Graft copolymerization on cross linked rayon fiber with N,N'-metilenbisacrylamide (NBA) carried out with ozonisation technique using monomer acrylamide and acrylic acid to produce a cation exchange fiber. Optimization conditions of cross- linked fiber obtained at flow rate of 0.3 L/min, ozonation time of 90 minutes with reaction temperature 80°C and reaction time of 60 minutes produces grafting percentage of 49.5. Cross-linked rayon fiber shows resistance towards acid and alkaline solution better and decreases degree in the of swelling. Further ozonation on cross-linked rayon fiber is use to graft the monomers. The grafting percentage for acrylamide is 152.46% (acrylamide concentration is 30% on 70°C for 90 minutes grafting time) and for acrylic acid is 169.77 % (acrylic acid concentration is 30% on 50°C for 90 minutes grafting time) respectively. The FT-IR spectrum of wave numbers 1533.41 cm^{-1} indicate the presence of secondary amide groups of the NBA, a sharp absorption peak at wave numbers 1685.79 cm^{-1} for the carbonyl group (C = O) of the amide from R-NBA-g-AAm, and wave numbers 1641.42 cm^{-1} for vibration absorption band of the carbonyl group (C = O) of the carboxylate from R-NBA-g-AAm. Ion exchange capacity obtained are 1.1 meq/g for R-NBA-g-AAm and 0.7 meq/g for R-NBA-g-AA. Distribution constant for Cu^{2+} ions at pH 5 gave a value of 4.41 L/g R-NBA-g-AAm and 2.82 L/g for R-NBA-g-AA.

Key Words : rayon, grafting copolymerization, N,N'-metilenbisacrylamide (NBA), acrylamide, acrylic acid, ozonation technique.

xi + 56 pages : 19 pictures; 5 tables

Bibliography : 36 (1960-2008)

DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR	i
ABSTRAK	iii
DAFTAR ISI	v
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR TABEL	viii
DAFTAR LAMPIRAN	ix
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Hipotesis.....	3
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Serat Rayon	4
2.2 Modifikasi Serat Selulosa.....	5
2.3 Polimer dan Polimerisasi	6
2.4 Kopolimerisasi Cangkok	7
2.5 Pengikatan Silang (<i>Crosslinking</i>)	9
2.6 Penukar Ion dan Mekanisme Penukar Ion	10
BAB 3. METODE PENELITIAN	12
3.1 Bahan	12
3.2 Peralatan	12
3.3 Prosedur Percobaan	12
3.3.1 Penyiapan Serat Rayon	12
3.3.2 Pembuatan Larutan Monomer	13
3.3.3 Proses Pencangkokan	13
3.3.4 Optimasi Ikatan Silang Serat Rayon dengan NBA	14
3.3.4.1 Pengaruh Laju Alir	14
3.3.4.2 Pengaruh Waktu Ozonasi	14
3.3.4.3 Pengaruh Konsentrasi NBA.....	14
3.3.4.4 Pengaruh Suhu Pencangkokan	14
3.3.4.5 <i>Scale Up</i> dan Reprodusibilitas	14
3.3.5 Uji Ketahanan Serat Terikat Silang Terhadap Asam dan Basa	15
3.3.6 Pencangkokan Akrilamid (AAm) dan Asam Akrilat (AA) Pada Serat Rayon Terikat Silang NBA.....	15
3.3.6.1 Pengaruh Suhu Pencangkokan	15
3.3.6.2 Pengaruh Waktu Reaksi	15
3.3.6.3 Pengaruh Konsentrasi AAm dan AA.....	16
3.3.7 Karakterisasi	16
3.3.7.1 Penentuan Kadar Pencangkokan	16
3.3.7.2 Penentuan Derajat Pengembangan Serat (<i>%Swelling</i>)	16

3.3.7.3	Karakterisasi Gugus Fungsi dengan FT-IR	17
3.3.7.4	Pengujian Kapasitas Pertukaran Ion	17
3.3.7.5	Pengujian Penyerapan Ion Cu^{2+} Terhadap Serat Rayon Termodifikasi	17
BAB 4.	HASIL DAN PEMBAHASAN	19
4.1	Ikatan Silang Serat Rayon dengan NBA.....	20
4.1.1	Pengaruh Laju Alir Ozon	20
4.1.2	Pengaruh Waktu Ozonasi	21
4.1.3	Pengaruh Konsentrasi NBA.....	22
4.1.4	Pengaruh Suhu	23
4.1.5	<i>Scale Up</i> dan Reproduksiabilitas Ikatan Silang NBA.....	25
4.1.6	Uji Ketahanan Terhadap Asam dan Basa.....	26
4.2	Pencangkakan Monomer pada Serat Rayon Terikat Silang NBA	27
4.2.1	Pencangkakan Akrilamid	27
4.2.1.1	Pengaruh Suhu Pencangkakan	27
4.2.1.2	Pengaruh Waktu Pencangkakan	28
4.2.1.3	Pengaruh Konsentrasi Monomer Akrilamid ...	29
4.2.2.	Pencangkakan Asam Akrilat	29
4.2.2.1	Pengaruh Suhu Pencangkakan	29
4.2.2.2	Pengaruh Waktu Pencangkakan	31
4.2.2.3	Pengaruh Konsentrasi Monomer	31
4.3	Pengembangan Serat Rayon (<i>Persen Swelling</i>)	32
4.4	Analisis Gugus Fungsi dengan FT-IR	33
4.5	Pengujian Kapasitas Penukar Ion	36
4.6	Pengujian Penyerapan Ion Cu^{2+} Terhadap Serat Rayon Termodifikasi	37
BAB 5.	KESIMPULAN DAN SARAN	39
5.1	Kesimpulan	39
5.2	Saran	40
DAFTAR PUSTAKA		41
LAMPIRAN		45

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Ikatan β -glikosida dalam selulosa.....	4
Gambar 2.2	Mekanisme kopolimerisasi cangkok melalui radikal.....	8
Gambar 2.3	Mekanisme kopolimer cangkok melalui pembentukan peroksida dan hidroperoksida.....	9
Gambar 2.4	Struktur N,N'-metilenbisakrilamida (NBA)	10
Gambar 4.1.	Pengaruh laju alir terhadap persen pencangkokan (%G) dan massa O ₃ yang tidak diserap serat rayon (waktu ozonasi 60 menit, konsentrasi NBA 1% pada suhu 70°C)...	21
Gambar 4.2.	Pengaruh waktu ozonasi terhadap terhadap persen pencangkokan (%G) dan massa O ₃ yang tidak diserap serat rayon (laju alir 0,3 L/menit konsentrasi NBA 1% pada suhu 70°C).....	22
Gambar 4.3.	Pengaruh konsentrasi terhadap persen pencangkokan (%G) (suhu 70°C selama 60 menit pada laju alir 0,3 L/menit dan waktu ozonasi 90 menit)	23
Gambar 4.4.	Pengaruh suhu terhadap persen pencangkokan (%G) (konsentrasi NBA 5% ,waktu reaksi 60 menit pada laju alir 0,3 L/menit dan waktu ozonasi 90 menit).....	24
Gambar 4.5.	Hidrolisis selulosa dalam asam	26
Gambar 4.6.	Pengaruh suhu terhadap persen pencangkokan (%G) (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit dan konsentrasi akrilamid10% (w/v) selama 60 menit).....	28
Gambar 4.7.	Pengaruh waktu pencangkokan terhadap persen pencangkokan (%G) (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit dan konsentrasi akrilamid 10% (v/v) pada suhu 70°C).....	29
Gambar 4.8.	Pengaruh konsentrasi AAm terhadap persen pencangkokan (%G) (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit pada suhu 70°C waktu reaksi 90 menit).....	29
Gambar 4.9.	Pengaruh suhu terhadap persen pencangkokan (%G) (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit dan konsentrasi asam akrilat 10% (v/v) selama 60 menit).....	30
Gambar 4.10.	Pengaruh waktu pencangkokan terhadap persen pencangkokan (%G) (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit dan konsentrasi asam akrilat 10% (v/v) pada suhu 50°C)	31
Gambar 4.11.	Pengaruh konsentrasi AA terhadap persen pencangkokan (%G) (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit pada suhu 50°C waktu reaksi 90 menit).....	32
Gambar 4.12.	Spektrum inframerah serat rayon asli	34
Gambar 4.13.	Spektrum inframerah R-NBA.....	34
Gambar 4.14.	Spektrum inframerah R-NBA-g-AAm	35
Gambar 4.15	Spektrum inframerah R-NBA-g-AA	36

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1.	<i>Scale up</i> dan reproduksibilitas ikat silang NBA pada kondisi optimum	25
Tabel 4.2.	Uji ketahanan terhadap asam-basa	27
Tabel 4.3.	Uji pengembangan serat rayon asli dan serat rayon termodifikasi	33
Tabel 4.4.	Kapasitas pertukaran ion terhadap serat rayon terikat silang yang termodifikasi.....	36
Tabel 4.5.	Hasil penyerapan ion Cu ²⁺ pada pH 5.....	38



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1.	Sistematika Kerja	45
Lampiran 2.	Spesifikasi Serat Rayon	46
Lampiran 3.	Daftar Sifat-Sifat Fisik Akrilamida dan Asam Akrilat	46
Lampiran 4.	Peralatan Pencangkakan	47
Lampiran 5.	Gambar Reaksi Ikat Silang dan Reaksi Kopolimerisasi Cangkok	48
Lampiran 6.	Tabel Hubungan Antara Laju Alir Terhadap Persen Pencangkakan (%G) dan Massa O ₃ yang Tidak Diserap Serat Rayon pada Pembentukan Serat Terikat Silang dengan NBA (waktu ozonasi 60 menit, NBA 1% pada suhu 70°C).....	49
Lampiran 7.	Perhitungan Massa O ₃ yang Tidak Serap Serat Rayon (Diserap Larutan KI).....	49
Lampiran 8.	Tabel Hubungan Waktu Ozonasi Terhadap Persen Pencangkakan (%G) dan Massa O ₃ yang Tidak Diserap Serat Rayon pada Pembentukan Serat Terikat Silang dengan NBA (laju alir 0,3 L/menit, NBA 1% pada suhu 70°C).....	50
Lampiran 9.	Tabel Hubungan Antara Konsentrasi dan Persen Pencangkakan (%G) pada Pembentukan Serat Terikat Silang dengan NBA (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 90 menit, suhu 70°C).....	50
Lampiran 10.	Tabel Hubungan Suhu Pencangkakan dan Persen Pencangkakan (%G) pada Pembentukan Serat Terikat Silang (laju alir 0,3 L/menit, NBA 5%, waktu ozonasi 90 menit).....	50
Lampiran 11.	Tabel Hubungan Suhu dan Persen Pencangkakan (%G) pada Pencangkakan Serat Terikat Silang dengan AAm (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit dan AAm 10% dengan waktu reaksi 60 menit).....	51
Lampiran 12.	Tabel Hubungan Waktu Pencangkakan dan Persen Pencangkakan (%G) pada Pencangkakan Serat Terikat Silang dengan AAm (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit dan AAm 10% pada suhu 70°C).....	51
Lampiran 13.	Tabel Hubungan Konsentrasi dan Persen Pencangkakan (%G) pada Pencangkakan Serat Terikat Silang dengan AAm (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit dan waktu reaksi 90 menit pada suhu 70°C).....	51
Lampiran 14.	Tabel Hubungan Suhu dan Persen Pencangkakan (%G) pada Pencangkakan Serat Terikat Silang dengan AA (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit dan AA 10% dengan waktu reaksi 60 menit	52
Lampiran 15.	Tabel Hubungan Waktu Pencangkakan dan Persen Pencangkakan (%G) pada Pencangkakan Serat Terikat Silang dengan AA (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit dan AA 10% pada suhu 50°C).....	52
Lampiran 16.	Tabel Hubungan Konsentrasi dan Persen Pencangkakan	

	(%G) pada Pencangkakan Serat Terikat Silang dengan AA (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit dan waktu reaksi 90 menit pada suhu 50°C).....	52
Lampiran 17.	Perhitungan Nilai Kapasitas Tukar Ion	53
Lampiran 18.	Tabel Hasil Pengukuran AAS Ion Cu ²⁺ Standar	54
Lampiran 19.	Kurva Kalibrasi standar Cu ²⁺	54
Lampiran 20.	Perhitungan penyerapan Ion Cu ²⁺ pada pH 5.....	54



BAB 1 PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Aktivitas antropogenik seperti, pertanian, pertambangan dan industri dapat menyebabkan terjadinya kontaminasi lingkungan dengan ion-ion logam berat meningkat dengan cepat. Oleh karena itu, usaha untuk menghilangkan ion-ion logam berat pada lingkungan merupakan hal yang penting untuk kesetimbangan suatu ekosistem, antara lain dengan pengendapan dan penukar ion. Penukar ion adalah salah satu metoda untuk menyelesaikan masalah yang berhubungan dengan ion-ion logam pada teknologi modern sekarang ini. Metode ini merupakan metode yang paling efektif untuk menghilangkan ion-ion logam berat dari limbah industri (Miller, J.M.,1975), khususnya pemisahan dan pemurnian material (Khopkar, S.M.,1984).

Penukar ion yang ada sekarang umumnya adalah resin sintesis berbentuk granular yang memiliki keunggulan untuk berbagai aplikasi namun tidak ramah terhadap lingkungan karena sulit terdegradasi di alam. Telah dikembangkan resin penukar ion berupa serat sebagai pengganti resin sintesis, yang memiliki selektivitas terhadap ion logam, kapasitas tinggi dan mempunyai laju pertukaran yang tinggi dibandingkan dengan penukar ion sintesis granular. Sifat-sifat ini disebabkan oleh daerah permukaan spesifik serat yang lebih luas dan dapat divariasikan sesuai aplikasinya.

Untuk memenuhi persyaratan dan menutupi kelemahan pada penukar ion yang sekarang ada, dewasa ini telah dikembangkan penukar ion berupa serat melalui metoda kopolimerisasi cangkok (Dofner, K.,1991). Kopolimerisasi cangkok (*graft copolymerization*) adalah suatu teknik yang telah dikenal untuk memodifikasi permukaan polimer. Teknik ini juga digunakan dalam pembuatan penukar ion dengan cara mencangkokkan gugus fungsi tertentu, seperti, amida (CONH_2), karboksilat (COOH), sulfonat (SO_3H) dan lainnya, yang dapat bersifat sebagai penukar ion. Teknik ini memberi peluang untuk mencangkok berbagai gugus fungsi pada berbagai bentuk polimer seperti butiran, tepung, film, maupun serat (Bill Meyer, F.W., 1984).

Beberapa penelitian untuk menghasilkan serat penukar ion telah dilakukan dengan menggunakan rantai utama polipropilen, PP (Dessouki A.M., et.al., 1998), polietilen, PE (Nho Y. C., 1997), selulosa berupa katun (Hebeish, A.A, et.al., 1997) dan selulosa (Waly, F.A, et.al., 1998). Substrat serat khususnya serat selulosa merupakan substrat yang mudah didapat dengan harga murah dan dapat didegradasi sehingga ramah lingkungan. Rayon memiliki keunggulan dibandingkan polipropilen dan polietilen, karena memiliki kemampuan mengembang yang lebih besar serta kestabilan termal dan mekanik yang lebih baik. Melalui modifikasi rayon yang berbentuk serat diharapkan dapat dihasilkan penukar ion yang baik (Sundardi, F., et.al., 1983).

Modifikasi serat rayon melalui pencangkakan asam akrilat, akrilamid dan campurannya (Basuki, F., 2000) dan pencangkakan dengan asam metakrilat (MMA) (Nidyaningsih, 2004) telah berhasil dilakukan untuk adsorben penukar ion dengan teknik radiasi, hasil modifikasinya telah dilaporkan mempunyai selektivitas untuk menyerap ion logam berat. Kestabilan mekanis dan termal serat selulosa cangkok dapat diperbaiki dan perbedaan pengembangan dalam pH asam dan basa dapat dikurangi dengan penambahan agen pengikat silang berupa monomer bifungsional (Suryana, M., 2004). Monomer bifungsional telah dicoba untuk digunakan sebagai agen pengikat silang (*crosslinking*) pada berbagai reaksi pencangkakan, diantaranya penambahan N,N'-metilenbisakrilamid (NBA) pada pencangkakan serat rayon dengan metakrilamid (Prabowo, N.K., 2007), ikat silang selulosa dengan NBA sebagai matriks pencangkakan akrilamid dan glisidil metakrilat-asam iminodiasetat (Husni, D.A., 2008) menggunakan teknik ozonasi secara simultan dapat meningkatkan selektivitas pengikatan ion logam. Dari beberapa penelitian tersebut, diketahui bahwa penambahan monomer-monomer bifungsional dapat meningkatkan kadar pencangkakan.

Pada penelitian ini, kopolimerisasi cangkok dilakukan pada serat rayon terikat silang dengan N,N'-metilenbisakrilamida (NBA) dengan teknik ozonasi menggunakan monomer akrilamida (AAm) dan asam akrilat (AA). Teknik ini dipilih karena mudah diaplikasikan dalam skala industri kecil dan besar, selain itu juga bebas inisiator yang berbahaya untuk lingkungan. Akrilamida dipilih sebagai monomer karena memiliki gugus fungsi amida dan kopolimer cangkok yang

dihasilkan akan bersifat sebagai penukar ion basa lemah dan adanya elektron bebas pada atom N dapat membentuk kompleks dengan ion logam. Asam akrilat dipilih karena merupakan suatu asam karboksilat yang mengandung gugus vinil, sehingga mudah dicangkakan pada serat rayon membentuk kopolimer cangkok yang bersifat sebagai penukar ion asam lemah.

1.2. Perumusan Masalah

Polimer utama untuk proses pencangkakan diharapkan mempunyai karakteristik stabil terhadap termal, tahan terhadap asam dan basa, dan derajat pengembangan yang cukup tinggi untuk mendapatkan laju pertukaran dan kapasitas yang tinggi. Serat rayon memiliki daya serap terhadap air lebih tinggi, namun kekuatan dan stabilitasnya lebih rendah dari pada kapas (Nicholson 1997; Steven, M.P 2001). Pemanfaatan serat rayon sebagai polimer utama mempunyai kelemahan mudah terhidrolisis dalam asam dan basa sehingga perlu diperkuat dengan agen pengikat silang NBA. Proses penguatan serat dan pencangkakan monomer secara bertahap memerlukan teknik inisiasi yang lebih lunak dan mudah dikontrol. Teknik ozonasi merupakan teknik yang lebih sederhana dan mudah dikontrol dibandingkan dengan teknik inisiasi radiasi dan kimia sehingga dimungkinkan untuk memisahkan proses penguatan serat dan pencangkakan monomer. Untuk memperoleh serat penukar kation dengan gugus fungsi amida dan karboksilat diperlukan suatu monomer vinil akrilamida dan asam akrilat.

1.3. Tujuan Penelitian

Membuat adsorben penukar kation dengan gugus fungsi amida dan karboksilat melalui modifikasi serat rayon terikat silang dengan teknik ozonasi.

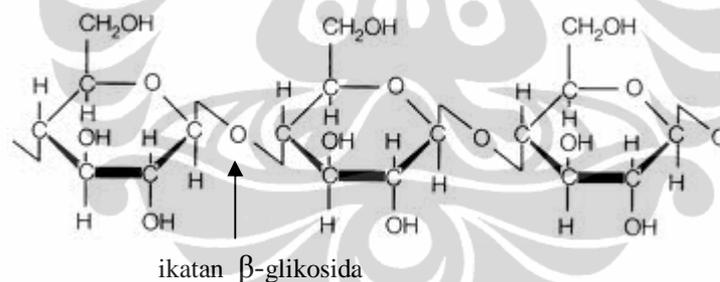
1.4. Hipotesis

1. Teknik ozonasi dapat digunakan untuk memisahkan proses penguatan serat dan proses pencangkakan monomer pada serat rayon.
2. Teknik ozonasi dapat digunakan untuk mencangkakan monomer vinil secara langsung pada serat rayon terikat silang.

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Serat Rayon

Serat rayon adalah serat tekstil yang diregenerasi dari bahan dasar selulosa. Selulosa dapat diperoleh dari bahan kayu dengan kandungan selulosa mencapai 50%. Penyediaan serat rayon lebih mudah dibandingkan serat alam lainnya seperti sutera, wool dan kapas (Stevens, M.P.1990). Serat rayon sama seperti serat selulosa mempunyai rumus molekul $(C_6H_{10}O_5)_n$, dengan n mencapai ribuan. Strukturnya dibangun oleh rantai glukosa dengan ikatan glikosida yang tersambung melalui β -1,4 seperti terlihat pada Gambar 2.1. Selulosa merupakan homopolisakarida yang tersusun atas unit-unit 1,4'- β -D-glukosa. Polimer ini merupakan rantai-rantai atau mikrofibril yang mengandung unit D-glukosa sampai sebanyak 14000 satuan. Unit-unit ini terdapat sebagai berkas-berkas terpuntir mirip tali, yang terikat satu sama lain oleh ikatan hidrogen.



Gambar 2.1. Ikatan β -glikosida dalam selulosa

Serat rayon (selulosa regenerasi) berbeda dengan serat selulosa asli dalam hal kristalinitas. Selama proses regenerasi terjadi degradasi ekstensif sehingga kristalinitasnya menurun 40-60% dari serat selulosa. Hal ini terjadi dikarenakan terbentuknya molekul-molekul yang amorf dan menyebabkan serat rayon memiliki daya serap terhadap air lebih tinggi, namun kekuatan dan stabilitasnya lebih rendah dari pada kapas (Nicholson 1997; Steven, M.P 2001). Rayon kehilangan kekuatan pada suhu di atas $149^{\circ}C$, dan terdekomposisi termal pada suhu $177^{\circ}C$ sampai $204^{\circ}C$. Larutan asam encer yang panas dapat merusak rayon

sedangkan larutan basa secara signifikan tidak merusak rayon. Kerusakan rayon dalam larutan asam merupakan reaksi degradasi rantai selulosa (Bill Meyer, F.W.1984).

2.2. Modifikasi Serat Selulosa

Terdapat dua cara untuk memodifikasi serat menjadi serat reaktif yaitu *pertama*, reaksi kimia dengan menukar gugus yang ada pada serat dengan gugus reaktif yang mempunyai kemampuan adsorpsi tinggi. *Kedua*, melalui kopolimerisasi cangkok yaitu pencangkokan berbagai monomer vinil dengan gugus reaktif pada serat (Karakisla, M.,2003).

Serat selulosa merupakan serat dengan luas permukaan besar dan pengembangannya dalam air tinggi (Karakisla, M.,2003). Berdasarkan struktur kimia, selulosa merupakan polimer yang dapat mengalami degradasi, dan reaksi kopolimerisasinya tidak membentuk ikatan silang (Charlesby, A.,1960). Pencangkokan serat selulosa dengan monomer vinil yang bersifat hidrofilik dan mempunyai karakter ionik dari gugus fungsinya dapat diaplikasikan sebagai adsorben ion logam (Kiatkamjornwong, S.,et.al.,2000).

Serat yang mengandung gugus polimer reaktif telah digunakan untuk ekstraksi selektif logam dari larutan, serat reaktif ini mempunyai kapasitas adsorpsi yang sangat tinggi karena luas permukaan yang besar (Karakisla, M.,2003). Sebagai contoh, pada pemekatan unsur-unsur runutan, serat selulosa yang dimodifikasi mempunyai kapasitas dan selektivitas adsorpsi yang tinggi, mudah diregenerasi, stabil secara fisika dan kimia (Zolotov, Y.A., Kz'min, N.M.,1990).

Kopolimer cangkok serat rayon dengan monomer vinil seperti akrilamid dan asam akrilat telah diketahui mempunyai kapasitas penukar ion tinggi, stabil secara fisika dan kimia, sehingga dapat diaplikasikan sebagai adsorben penukar ion sintetis (Sasmita, N.V.,2003).

2.3. Polimer dan Polimerisasi

Polimer adalah suatu molekul besar atau makromolekul yang tersusun secara berulang oleh unit-unit molekul sederhana yang disebut monomer. Sedangkan polimerisasi adalah proses pembentukan senyawa dengan berat molekul tinggi (polimer) dari unit-unit monomer yang berat molekulnya rendah.

Polimer berdasarkan asal monomer pembentuknya dibedakan menjadi dua jenis, yaitu homopolimer dan kopolimer. Homopolimer merupakan polimer yang tersusun dari satu jenis monomer, sedangkan kopolimer adalah polimer yang terbentuk dari dua atau lebih monomer. Berdasarkan susunan monomernya maka kopolimer dapat dibedakan menjadi (Salomone, J.C.,1996):

1. Kopolimer acak (*random copolymer*)

Kopolimer ini terdiri atas dua atau lebih satuan monomer yang terdistribusi secara acak.

Pola umumnya digambarkan sebagai berikut :



2. Kopolimer berselang-seling (*alternating copolymer*)

Kopolimer ini terdiri atas dua atau lebih satuan monomer yang terdistribusi secara teratur.

Pola umumnya digambarkan sebagai berikut :



3. Kopolimer blok (*block copolymer*)

Kopolimer ini terdiri atas dua atau lebih polimer yang terbentuk dari masing-masing monomer dan berikatan atau bergabung pada akhir rantai.

Pola umumnya digambarkan sebagai berikut :



4. Kopolimer cangkok (*grafted copolymer*)

Kopolimer ini di bentuk dengan mencangkokkan suatu monomer menjadi cabang baru pada rantai utama polimer yang berperan sebagai rantai utama (*backbone*).

Pola umumnya digambarkan sebagai berikut :

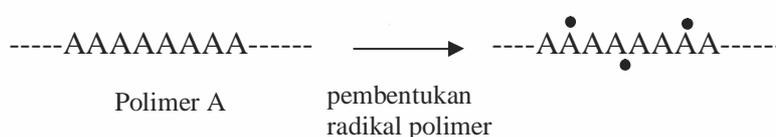


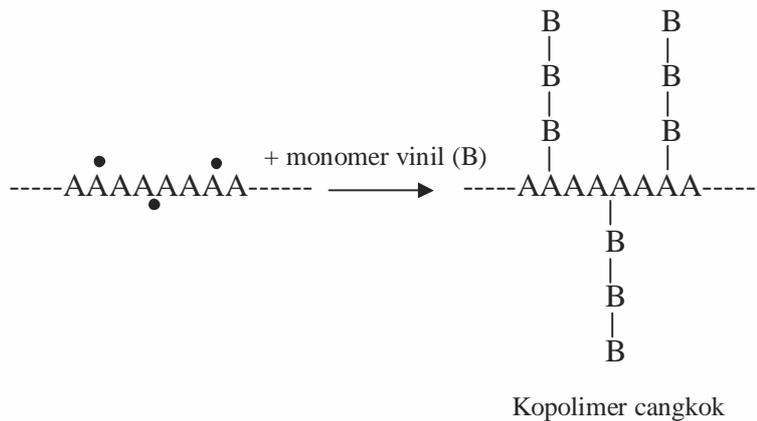
Berbeda dengan kopolimer acak, berselang-seling, dan blok yang memiliki sifat-sifat yang relatif berlainan jika dibandingkan dengan monomer-monomer penyusunnya, maka kopolimer cangkok masih memiliki sifat yang relatif sama dengan rantai utama dan monomer yang dicangkokkan, sehingga melalui teknik kopolimerisasi cangkok, suatu polimer dapat dimodifikasi sifat-sifatnya sesuai dengan tujuan dan pemanfaatannya.

2.4. Kopolimerisasi Cangkok

Metode kopolimerisasi cangkok merupakan salah satu alternatif untuk memodifikasi polimer. Secara umum, modifikasi permukaan polimer dengan kopolimerisasi cangkok dapat terjadi melalui beberapa mekanisme (Jenkins, D.W., Samuel, M.H., 2001), diantaranya melalui mekanisme radikal, mekanisme ionik, mekanisme koordinasi, dan mekanisme kopling. Dari mekanisme yang ada, mekanisme radikal bebas merupakan mekanisme yang paling banyak digunakan. Pada mekanisme ini, radikal bebas yang terbentuk pada permukaan polimer berasal dari inisiator. Inisiator yang paling banyak digunakan adalah reagen Fenton ($\text{Fe}^{2+}, \text{H}_2\text{O}_2$) (X. Yuan, et al., 1998), ion Ce^{+4} , APS (ammonium peroksodisulfat) (Yebang Tan, L.Zhang, Z.Li., 1998), dan benzoil peroksida.

Metode yang biasa digunakan adalah metode bulk, dimana inisiator, monomer, dan polimer yang akan dicangkok, dicampur dalam satu sistem yang sama. Hal ini akan menyebabkan reaksi radikal sulit dikontrol dan tidak spesifik. Radikal yang terbentuk dari inisiator dapat bereaksi dengan senyawa-senyawa yang lebih reaktif, dan hampir tidak mungkin membuat radikal hanya terbentuk pada permukaan polimer saja. Solusi yang telah banyak berkembang adalah dengan menggunakan fotoinisiator, dimana radikal dapat dibuat spesifik pada ikatan tertentu dengan energi foton, UV atau sinar gamma (El. Sayed. M., *et al.*, 1996). Kelemahannya adalah sistem ini membutuhkan biaya yang relatif mahal dan metode terbatas pada polimer yang memiliki gugus-gugus kromofor (gugus dengan ikatan tidak jenuh) saja. Mekanisme kopolimerisasi cangkok melalui radikal (Jenkins, D.W., Samuel, M.H., 2001) ditunjukkan pada Gambar 2.2.

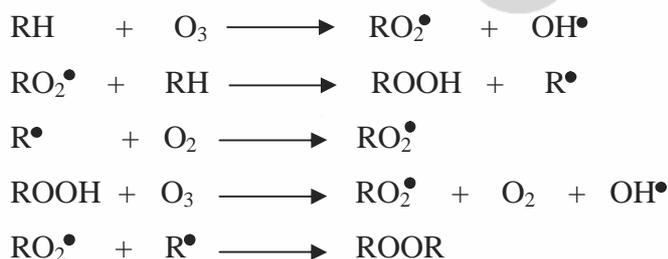




Gambar 2.2. Mekanisme kopolimerisasi cangkok melalui radikal

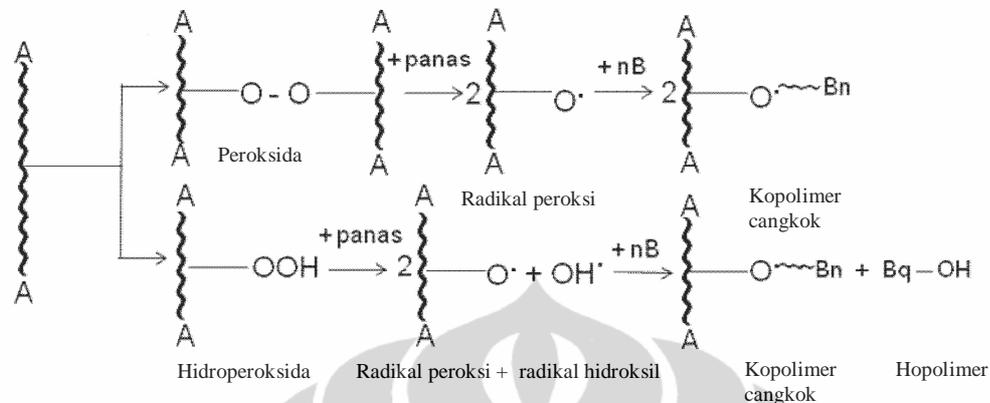
Metode *pretreatment* dengan ozonasi merupakan solusi lain yang dapat dilakukan, yaitu pembentukan radikal bebas secara tidak langsung pada polimer utama (*backbone*) yang dapat selanjutnya digunakan sebagai media pencangkokan, dimana substrat polimer (serat rayon) diozonasi lebih dahulu tanpa adanya monomer. Ozon dapat bereaksi dengan serat membentuk gugus peroksida dan hidroperoksida pada permukaannya. Dengan demikian, pada saat proses pencangkokan dengan monomer vinil, tidak terdapat kelebihan inisiator dan letak pusat aktif radikal relatif lebih dapat dikontrol.

Setiap molekul ozon yang diserap menghasilkan suatu molekul peroksi. Selanjutnya radikal peroksi akan menginisiasi proses degradasi makromolekul (Dasgupta, S. 1990). Mekanisme ozonasi pada permukaan pada serat dapat digambarkan sebagai berikut :



Ozonasi pada permukaan serat akan membentuk polimer peroksida (ROOR) dan polimer hidroperoksida (ROOH). Peroksida ini selanjutnya terurai jika dipanaskan, menjadi radikal-radikal bebas yang dapat digunakan untuk reaksi kopolimerisasi cangkok dengan suatu monomer. Ada dua kemungkinan mekanisme pencangkokan dapat terjadi, bergantung pada peroksida atau

hidroperoksida yang dibentuk pada ozonasi polimer. Kedua mekanisme kopolimer cangkok dapat dilihat pada Gambar 2.3.

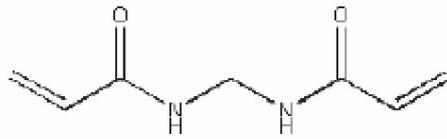


Gambar 2.3. Mekanisme kopolimer cangkok melalui pembentukan peroksida dan hidroperoksida (Chapiro, A.M., 1962)

2.5. Pengikatan Silang (*Crosslinking*)

Kekuatan mekanik polimer rantai panjang tidak hanya bergantung pada struktur kimia dan mobilitas rantai yang dipengaruhi oleh temperatur, tetapi juga hubungan antara molekul-molekul yang berdekatan. Bentuk ikatan intermolekular yang paling penting adalah adanya ikatan silang, yang menyebabkan terdapatnya ikatan kimia yang permanen antar molekul atau rantai-rantai polimer yang sebelumnya terpisah. Ikatan tersebut dapat terjadi langsung dari satu rantai polimer dengan rantai yang lain oleh ikatan C-C, atau secara tidak langsung lewat rantai pendek kimia seperti ikatan dalam vulkanisasi karet (Stevens, M.P. 2001).

Agen pengikat silang dapat dikenali dari dua atau lebih gugus yang dapat dipolimerisasikan dalam setiap molekulnya. N,N'-metilenbisakrilamida (NBA) merupakan monomer polifungsional yang mempunyai dua gugus fungsi yang dapat dipolimerisasikan sehingga dapat digunakan sebagai agen pengikat silang. Senyawa ini banyak digunakan sebagai agen pengikat silang dalam proses *grafting*, dan dapat larut baik dalam campuran metanol : air (1:9) (Husni, D.A., 2008)



Gambar 2.4. Struktur N,N'-metilenbisakrilamida (NBA)

2.6. Penukar Ion dan Mekanisme Penukar Ion

Secara umum penukar ion sintetis merupakan senyawa polimer yang berikatan silang dua atau tiga dimensi dan memiliki gugus fungsi ionik tetap dan ion berlawanan yang dapat dipertukarkan tanpa mengalami perubahan struktur. Reaksi pertukaran berlangsung secara reversibel dan stoikiometris (Dofner, K.1991)

Kapasitas penukar ion sangat dipengaruhi oleh jenis dan banyaknya jumlah gugus fungsional ion yang dimiliki penukar ion. Semakin banyak jumlah gugus fungsi, maka semakin tinggi kapasitas pertukarannya. Selain itu, kapasitas pertukaran ion dipengaruhi oleh derajat pengembangan polimer. Pengembangan matrik polimer sangat bergantung pada derajat ikat silang, sifat dan banyaknya gugus fungsional ion. Semakin banyak gugus fungsional ion pada matrik polimer, maka semakin tinggi derajat pengembangannya. Semakin tinggi derajat ikat silang matrik polimer, akan semakin kaku dan semakin rendah pengembangannya (Miller, J.M, 1975).

Kapasitas pertukaran adalah banyaknya ion yang dapat dipertukarkan per unit massa atau unit volume penukar ion (mek/g(ml)). Besarnya kapasitas pertukaran bergantung pada konsentrasi gugus ionik dalam polimer. Kapasitas pertukaran efektif merupakan nilai praktikal, yang selalu lebih kecil daripada kapasitas pertukaran total (jumlah total gugus aktif). Nilai kapasitas efektif sama dengan kapasitas maksimum pada penukar ion asam kuat atau basa kuat, karena gugus ioniknya dapat terionisasi sempurna, sehingga jumlah gugus ionik sama dengan jumlah ion yang ditukar. Namun untuk penukar ion asam dan basa lemah, nilai kapasitas efektifnya lebih rendah karena gugus ionik hanya terionisasi sebagian.

Penukar ion dapat digolongkan sebagai penukar kation, anion, dan ion pengkelat. Penukar kation dapat dibedakan menjadi penukar kation asam kuat, yang biasanya mengandung gugus fungsi sulfonat (SO_3H^+) dan asam lemah mengandung gugus fungsi karboksilat (COOH). Penukar anion dapat dibedakan menjadi penukar anion basa kuat dengan gugus fungsi yang mengandung ammonium quaterner atau tersier dan anion basa lemah dengan gugus fungsi amina primer dan sekunder atau mengandung gugus fungsi OH (Miller, J.M, 19975).

Pada umumnya mekanisme pertukaran ion terjadi secara sederhana, yaitu :



Dimana X adalah ion yang terdapat dalam fasa gerak, Y adalah ion yang terdapat dalam fasa diam dan R adalah bagian dari resin (polimer yang mempunyai gugus fungsi bermuatan).

Reaksi pertukaran ion ini merupakan reaksi setimbang, oleh karena itu proses pertukaran ion bergantung pada perbedaan kekuatan interaksi antara ion-ion dengan resin. Dari contoh di atas, X dapat berinteraksi lebih kuat dengan R, sedangkan Y lebih lemah, maka X dapat menggantikan kedudukan Y dalam R. Jadi X akan terikat didalam resin R sedangkan Y akan keluar dan terbawa oleh fasa gerak. Setelah beberapa waktu, seluruh R-Y akan digantikan menjadi R-X, dan ini berarti resin telah jenuh sehingga harus diganti dengan yang baru atau diregenerasi (Skoog, W.H., 1980).

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1. Bahan

Serat yang digunakan pada penelitian ini adalah serat rayon (*regular quality*) produksi PT. Indo-Bharat Rayon dengan spesifikasi yang terlampir pada Lampiran 1. Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut: N,N'-metilenbisakrilamida (NBA), monomer akrilamida (AAM) dan monomer asam akrilat (AA) produksi Clariant, n-heksana, metanol, natrium thiosulfat, KI dan KIO₃, HCl pekat, NaOH dan Na₂CO₃ berkualitas pro analitis produksi Merck, larutan Cu²⁺ standar (CuSO₄·5H₂O), aquades, dan gas nitrogen dengan kemurnian 99%.

3.2. Peralatan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini terdiri dari peralatan laboratorium, peralatan pencangkakan, dan peralatan pengujian. Peralatan laboratorium yang digunakan adalah peralatan gelas yang biasa dipakai di laboratorium. Peralatan pencangkakan yang digunakan pada percobaan antara lain: ozonisator, tabung *impinger* yang dibuat khusus sebanyak 5 buah, pipa kaca pembagi gas N₂, penangas air, termometer, statip. Ozonisator yang digunakan pada penelitian ini adalah Ozonisator DSM Aero produksi Amerika Serikat dengan kapasitas pembentukan ozon 0,40 gram ozon per jam. Peralatan pengujian yang dipakai pada penelitian ini adalah instrumen spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FT-IR) dan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS).

3.3. Prosedur Percobaan

3.3.1. Penyiapan Serat Rayon

Serat rayon yang akan digunakan dibersihkan dengan pengestrak soxlet menggunakan pelarut n-heksana selama 3 jam. Selanjutnya serat dikeringkan dalam oven dengan suhu 60-70°C selama 4 jam.

3.3.2. Pembuatan Larutan Monomer

1. Larutan NBA

Padatan NBA yang telah ditimbang dengan berat tertentu, dilarutkan ke dalam methanol dan aquadest dengan perbandingan volume 1 : 9, sehingga diperoleh konsentrasi yang diinginkan (% w/v).

2. Larutan Monomer Akrilamida

Padatan akrilamida yang telah ditimbang dengan berat tertentu, dilarutkan ke dalam methanol dan aquadest dengan perbandingan volume 1 : 9, sehingga diperoleh konsentrasi yang diinginkan (% w/v).

3. Larutan Monomer Asam Akrilat

Monomer asam akrilat dengan konsentrasi tertentu dibuat segar dengan melarutkan asam akrilat pekat dengan volume tertentu ke dalam pelarut methanol dan aquadest dengan perbandingan volume 1 : 9, sehingga diperoleh konsentrasi yang diinginkan (% v/v).

3.3.3. Proses Pencangkakan

Serat rayon dalam tabung impinger yang telah diozonasi dengan laju alir dan waktu ozonasi tertentu dialirkan gas N_2 untuk menghilangkan oksigen terlarut. Larutan monomer yang telah disiapkan dengan konsentrasi tertentu dicampurkan kedalamnya, kemudian dipanaskan dalam penangas air pada suhu dan waktu tertentu. Kopolimer yang terbentuk dicuci beberapa kali dengan aquades panas dan dingin secara bergantian untuk menghilangkan larutan monomer yang tidak bereaksi dan homopolimer. Kemudian dilakukan ekstraksi soxlet dengan pelarut monomer selama 2 jam untuk memisahkan homopolimer dan monomer yang tersisa. Selanjutnya kopolimer cangkak yang dihasilkan tersebut dikeringkan dalam oven sampai berat konstan.

3.3.4. Optimasi Ikatan Silang Serat Rayon dengan NBA

Optimasi ikatan silang serat rayon dengan NBA dilakukan melalui variasi laju alir, waktu ozonasi, konsentrasi NBA, dan suhu pencangkakan.

3.3.4.1. Pengaruh Laju Alir

Pengaruh laju alir dipelajari dengan menggunakan 50 mL larutan NBA dengan konsentrasi 1%, suhu reaksi 70°C dan lama pencangkakan 60 menit terhadap 1 gram serat rayon yang diozonasi dengan variasi laju alir 0,3; 0,6; dan 1,0 L/menit .

3.3.4.2. Pengaruh Waktu Ozonasi

Pengaruh waktu ozonasi dipelajari dengan menggunakan 50 mL larutan NBA dengan konsentrasi 1% suhu reaksi 70°C terhadap 1 gram serat rayon yang diozonasi dengan laju alir 0,3 L/menit dengan variasi waktu ozonasi 60, 75, 90, 105, dan 120 menit .

3.3.4.3. Pengaruh Konsentrasi NBA

Pengaruh konsentrasi NBA dipelajari dengan menggunakan 1 gram serat rayon yang terozonasi pada laju alir 0,3 L/menit dan lama ozonasi 90 menit terhadap 50 mL larutan NBA yang konsentrasinya divariasikan pada 1, 3, 5, dan 7% (% w/v) dalam pelarut metanol : air = 1 : 9 pada suhu 70°C dan waktu reaksi 60 menit.

3.3.4.4. Pengaruh Suhu Pencangkakan

Pengaruh suhu pencangkakan dipelajari dengan menggunakan 1 gram serat rayon terozonasi yang diperoleh dengan laju alir 0,3 L/menit dan lama ozonasi 90 menit , 50 mL larutan NBA dengan konsentrasi 5% (% w/v) dengan variasi suhu 60, 70, 80, 90°C dan waktu reaksi 60 menit.

3.3.4.5. Scale Up dan Reprodusibilitas

Pelipatgandaan banyaknya serat rayon yang digunakan (*scale up*) dan replikasi dilakukan dengan menggunakan serat rayon sebanyak 4 gram

(sebelumnya sebanyak 1 gram) dan dilakukan sebanyak lima kali percobaan. Kondisi yang dipilih adalah kondisi optimum yaitu, laju aliran ozon 0,3 L/menit selama 90 menit dengan konsentrasi NBA 5% (w/v) sebanyak 200 mL pada suhu reaksi 80°C dan waktu reaksi 60 menit dalam media gas N₂.

3.3.5. Uji Ketahanan Serat Rayon Terikat Silang Terhadap Asam dan Basa

Serat rayon terikat silang dan serat rayon asli diuji ketahanannya terhadap kondisi asam dan basa dengan cara merendam serat dalam larutan HCl 2 N dan NaOH 2 N selama 60 menit pada suhu ruang. Perubahan berat awal dan berat akhir diamati.

3.3.6. Pencangkakan Akrilamid (AAM) dan Asam Akrilat (AA) Pada Serat Rayon Terikat Silang NBA

Akrilamid dan asam akrilat merupakan monomer yang mengandung gugus vinil, sehingga mudah dicangkakan pada serat rayon terikat silang membentuk kopolimer cangkok. Pencangkakan AAM dan AA pada serat rayon terikat silang dipelajari melalui variasi suhu pencangkakan, waktu reaksi dan konsentrasi monomer.

3.3.6.1. Pengaruh Suhu Pencangkakan

Pencangkakan 25 mL larutan monomer 10% selama 60 menit dilakukan pada 1 gram serat rayon terikat silang yang telah diozonasi kembali selama 60 menit dengan variasi suhu 50, 60, 70, dan 80°C untuk AAM dan variasi suhu 40, 50, 60, dan 70°C untuk AA.

3.3.6.2. Pengaruh Waktu Reaksi

Pencangkakan 25 mL larutan monomer 10% pada 1 gram serat rayon terikat silang yang telah diozonasi kembali selama 60 menit dilakukan pada suhu 70°C untuk AAM dan 50°C untuk AA dengan variasi waktu reaksi 30, 60, 90 dan 120 menit.

3.3.6.3. Pengaruh Konsentrasi AAm dan AA

Pencangkakan 25 mL larutan monomer pada 1 gram rayon terikat silang yang telah diozonasi kembali selama 60 menit dilakukan pada suhu 70°C untuk AAm dan suhu 50°C untuk AA selama 90 menit dengan variasi konsentrasi 10, 20, 30, dan 40%.

3.3.7. Karakterisasi

Karakterisasi yang dilakukan pada proses pencangkakan adalah penentuan kadar pencangkakan yang dilakukan untuk seluruh sampel. Untuk karakterisasi lainnya dilakukan hanya untuk hasil dengan persen pencangkakan kondisi optimum.

3.3.7.1. Penentuan Kadar Pencangkakan

Kadar pencangkakan ditentukan berdasarkan perbedaan berat serat rayon setelah pencangkakan dibandingkan berat serat mula-mula. Persamaan yang digunakan adalah :

$$\text{Persen cangkok (\% Grafting)} = \frac{W_g - W_o}{W_o} \times 100\%$$

W_o = berat serat awal

W_g = berat serat *grafting*

3.3.7.2. Penentuan Derajat Pengembangan Serat (%Swelling)

Serat rayon dan serat rayon termodifikasi sebanyak 0,1 gram direndam dalam akuades selama 30 menit kemudian serat diangkat, dibiarkan 30 menit, dan kelebihan air dihilangkan dengan kertas saring kemudian ditimbang. Serapan air dihitung berdasarkan rumus berikut:

$$\%Swelling = \frac{W - W_o}{W_o} \times 100\%$$

W = berat setelah direndam

W_o = berat sebelum direndam

3.3.7.3. Karakterisasi Gugus Fungsi dengan FT-IR

Serat rayon dipotong kecil-kecil hingga halus sebanyak kurang lebih 2 mg dan dibuat pelet selanjutnya sampel diletakkan pada tempat sampel dan dilakukan pengukuran serapan pada daerah panjang gelombang inframerah, untuk mengetahui gugus-gugus fungsi pada sampel yang diperiksa. Karakterisasi dilakukan untuk serat asli dan serat termodifikasi dengan persen cangkok pada kondisi optimum.

3.3.7.4. Pengujian Kapasitas Pertukaran Ion

Penentuan kapasitas serat rayon terikat silang yang tercangkok dengan gugus amida (R-NBA-g-AAm) dilakukan dengan menggunakan serat sebanyak 0,2000 gram. Kapasitasnya ditentukan dengan mengubah serat menjadi bentuk garamnya dengan cara mengalirkan 50 mL larutan HCl 0,1 N ke dalam kolom. Selanjut serat dicuci dengan aquades dan kelebihan asam dititrasi dengan larutan NaOH 0,1 N menggunakan indikator phenolphthalein hingga warna larutan berubah dari tak berwarna menjadi merah muda. Kapasitasnya ditentukan dengan :

$$\text{Kapasitas (mek/g serat)} = (V_{\text{HCl}} \times N_{\text{HCl}}) - (V_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}}) / \text{berat sampel.}$$

Penentuan kapasitas serat rayon terikat silang yang tercangkok dengan gugus karboksilat (R-NBA-g-AA) dilakukan dengan menggunakan serat sebanyak 0,2000 yang dialiri 50 mL HCl 0,1 N. Selanjutnya, serat dalam kolom dicuci dengan aquades sampai netral kemudian serat yang sudah berada dalam bentuk hidrogen dialirkan NaOH 0,1 N berlebih. Kolom serat dicuci dengan aquades dan kelebihan basa dalam efluen dititrasi dengan larutan HCl 0,1 N menggunakan indikator phenolphthalein (pp) hingga larutan berubah dari merah muda menjadi tidak berwarna. Kapasitasnya ditentukan dengan:

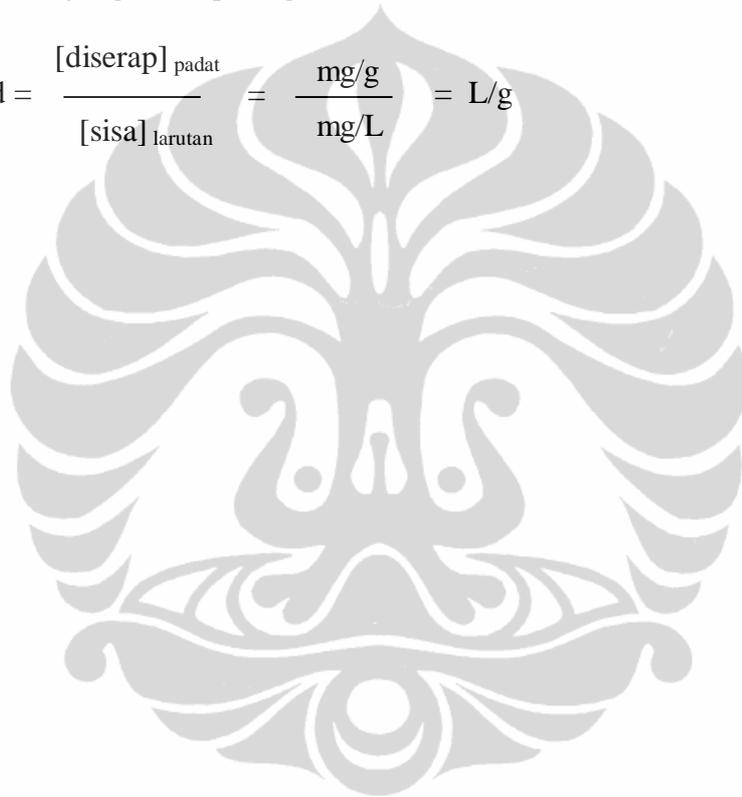
$$\text{Kapasitas (meq/g serat)} = (V_{\text{NaOH}} \times N_{\text{NaOH}}) - (V_{\text{HCl}} \times N_{\text{HCl}}) / \text{berat sampel}$$

3.3.7.5. Pengujian Penyerapan Ion Cu^{2+} Terhadap Serat Rayon Termodifikasi

Serat rayon termodifikasi yang akan diuji penyerapannya terhadap ion Cu^{2+} , direndam dalam 200 mL larutan Na_2CO_3 1 N selama 2 jam dengan pengadukan. Setelah itu, serat dicuci dengan aquades dan dikeringkan dengan

oven. Penyerapan ion dipelajari dengan cara memasukkan serat rayon sebanyak 0,1000 gram ke dalam labu Erlenmeyer yang mengandung 25 ml larutan Cu^{2+} 100 ppm pada pH 5. Sampel ditimbang dengan larutan melalui pengocokan selama ± 1 jam. Standar Cu^{2+} yang digunakan adalah 2, 4, 6, 8 dan 10 ppm. Konsentrasi ion Cu^{2+} yang masih tersisa dalam larutan (diencerkan 10 kali menjadi 10 ppm) ditentukan dengan menggunakan AAS (*Atomic Absorption Spectroscopy*). Koefisien distribusi kation dihitung berdasarkan perbandingan konsentrasi kation yang diserap dengan konsentrasi kation sisa dalam larutan.

$$K_d = \frac{[\text{diserap}]_{\text{padat}}}{[\text{sisa}]_{\text{larutan}}} = \frac{\text{mg/g}}{\text{mg/L}} = \text{L/g}$$



BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

Kopolimerisasi cangkok merupakan salah satu cara untuk memodifikasi gugus-gugus fungsi yang ada pada permukaan polimer dasar (Nicholson, Jhon W, 1991). Pada penelitian ini, serat rayon digunakan sebagai polimer dasar, dipilih karena *biodegradable* dan mudah diperoleh. Pencangkokan dilakukan dalam sistem heterogen, dengan polimer dasar berupa substrat serat yang padat dan monomer-monomer yang dicangkokkan dalam bentuk larutan. Pelarut yang baik adalah pelarut yang sesuai untuk monomer-monomer yang digunakan, dan merupakan *swelling agent* yang baik untuk polimer dasar, agar monomer dapat berdifusi ke dalam matriks polimer dan mencapai radikal yang ada dalam serat rayon (Gineste, J.L., *et. al.*, 1994).

Penguatan serat rayon dengan NBA dan pencangkokan monomer (akrilamid dan asam akrilat) perlu dilakukan ozonasi bertahap. Ozonasi tahap pertama dimanfaatkan untuk menyediakan gugus peroksida dan hidroperoksida untuk reaksi ikat silang dengan NBA dan ozonasi tahap kedua pada serat yang telah diperkuat dengan NBA untuk menyediakan peroksida sebagai inisiator pencangkokan monomer-monomer berikutnya (Lampiran 5). Pada proses pencangkokan harus dilakukan dalam media bebas oksigen, karena dengan adanya oksigen dapat bertindak sebagai *electron scavenger* (Chapiro, A.M., 1962). Optimasi dilakukan pada masing-masing tahapan diharapkan diperoleh kondisi optimum. Evaluasi keberhasilan pencangkokan didasarkan pada persen pencangkokan (%G).

Inisiasi dengan teknik ozonasi diharapkan dapat membentuk gugus peroksida dan hidroperoksida pada serat rayon yang lebih merata, dan selanjutnya dengan pemanasan dan reaksi dengan monomer menghasilkan polimer tercangkok. Melalui variasi kecepatan alir dan lama ozonasi, kerapatan radikal pada serat rayon dapat dikontrol, sedangkan melalui variasi suhu reaksi, lama reaksi kopolimerisasi dan konsentrasi monomer, efisiensi pencangkokan dapat ditingkatkan.

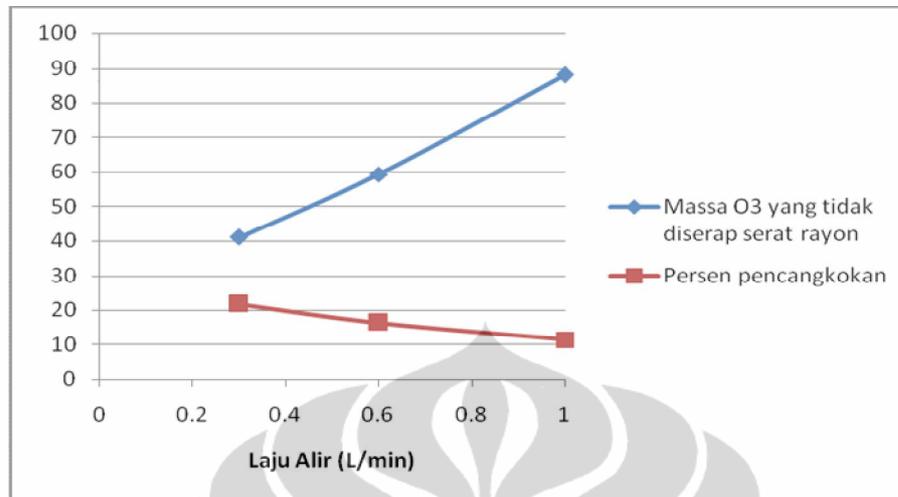
4.1. Ikat Silang Serat Rayon dengan NBA

Proses ikat silang pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan *pretreatment* ozonasi, dimana serat rayon diozonasi terlebih dahulu dalam udara tanpa adanya monomer untuk menghasilkan gugus-gugus peroksida dan hidroperoksida pada serat rayon. Kemudian dilakukan reaksi ikat silang dengan cara mencampurkan serat yang telah diozonasi dengan agen pengikat silang NBA disertai dengan pemanasan pada suhu tertentu sambil dialirkan gas N_2 . Proses pemanasan menyebabkan terjadinya pemecahan homolitik yang akan menghasilkan sejumlah radikal peroksi. Radikal peroksi inilah yang akan menginisiasi pembentukan radikal bebas pada gugus vinil yang ada pada kedua ujung monomer NBA dan memulai reaksi ikat silang.

4.1.1. Pengaruh Laju Alir Ozon

Hasil variasi laju alir ozon pada proses pembentukan ikat silang dapat dilihat pada Gambar 4.1 dan data terdapat pada Lampiran 6, yang menyatakan hubungan antara laju alir ozon terhadap persen pencangkakan dan terhadap banyaknya ozon yang tidak diserap rayon (yang diserap larutan KI). Makin besar laju aliran ozon makin banyak jumlah ozon yang tidak diserap rayon yang berarti persen pencangkakan makin kecil pada selang waktu ozonasi dan lama pencangkakan yang sama. Hal ini karena makin besar laju alir, kontak ozon dengan serat rayon makin singkat, yang menyebabkan makin banyak ozon yang tidak diserap serat rayon tetapi diserap larutan KI, sehingga banyaknya ozon yang bereaksi dengan serat rayon makin sedikit. Hal ini mempengaruhi jumlah radikal peroksi yang dihasilkan untuk berlangsungnya reaksi poliadisi gugus vinil. Karena itu makin sedikit radikal yang terbentuk makin kecil kadar pencangkokannya. Dari penelitian sebelumnya diketahui bahwa faktor laju alir sangat mempengaruhi efisiensi penyerapan ozon oleh serat, makin kecil laju aliran ozon waktu kontak antara ozon dan serat rayon makin lama, sehingga pembentukan gugus peroksida dan hidroperoksida meningkat (Prabowo, N.K. 2007). Banyaknya ozon yang diserap ekuivalen dengan banyaknya hidroperoksida atau peroksida yang terbentuk pada permukaan serat (Dasgupta, S. 1990), dan

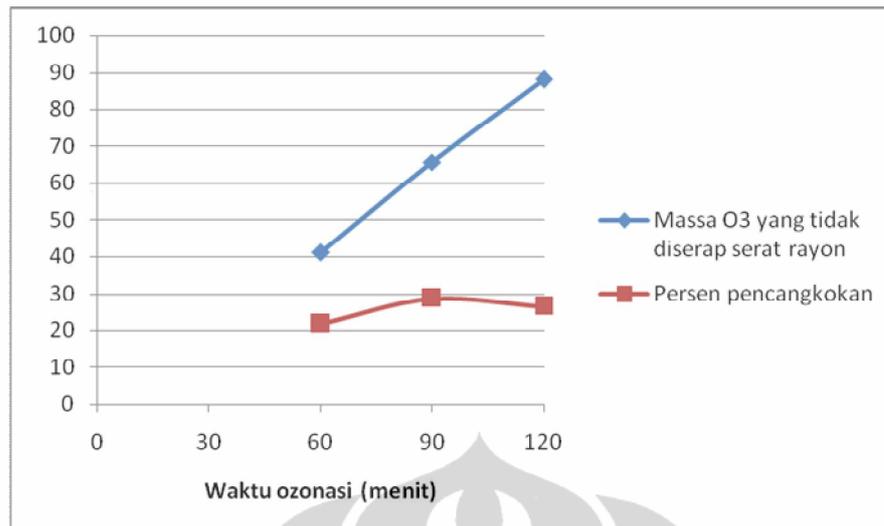
menurut Kafeli, *et. al.*,(1990) satu molekul ozon akan menghasilkan satu molekul peroksi.



Gambar 4.1. Pengaruh laju alir terhadap persen pencangkokan (%G) dan massa O₃ yang tidak diserap serat rayon (waktu ozonasi 60 menit, konsentrasi NBA 1% pada suhu 70°C)

4.1.2. Pengaruh Waktu Ozonasi

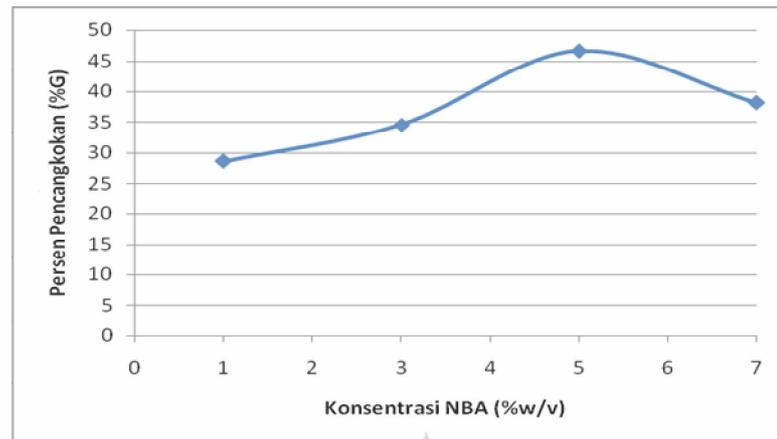
Hasil variasi waktu ozonasi pada proses pembentukan ikat silang dapat dilihat pada Gambar 4.2 dan data terdapat pada Lampiran 8, yang menyatakan hubungan antara waktu ozonasi terhadap persen pencangkokan dan jumlah ozon yang tidak diserap serat rayon. Terdapat hubungan yang linier antara waktu ozonasi dengan jumlah ozon yang tidak diserap serat rayon pada laju alir yang sama. Makin lama waktu ozonasi makin banyak ozon yang dihasilkan sehingga persen pencangkokan meningkat, akan tetapi persen pencangkokan mencapai optimal pada waktu ozonasi 90 menit (% G = 28,63%), hal ini terjadi karena konsentrasi NBA yang digunakan hanya 1%, sehingga radikal yang tersedia jauh lebih banyak daripada konsentrasi monomer pada waktu ozonasi yang lebih dari 90 menit, yang mengakibatkan jumlah ozon yang diserap KI makin bertambah.



Gambar 4.2. Pengaruh waktu ozonasi terhadap terhadap persen pencangkokan (%G) dan massa O₃ yang tidak diserap serat rayon (laju alir 0,3 L/menit konsentrasi NBA 1% pada suhu 70°C)

4.1.3. Pengaruh Konsentrasi NBA

Pengaruh konsentarsi NBA dipelajari pada laju alir dan waktu ozonasi yang sama, yang berarti kerapatan pusat aktif yang dihasilkan sama. Dengan kenaikan konsentrasi monomer diharapkan dapat meningkatkan derajat ikat silang NBA pada serat rayon. Berdasarkan Gambar 4.3 dan data terdapat pada Lampiran 9, yang menyatakan hubungan konsentrasi NBA terhadap persen pencangkokan (%G), dengan kenaikan konsentrasi NBA untuk membentuk ikatan silang dengan serat rayon, maka persen pencangkokan (%G) cenderung naik. Kenaikkan konsentrasi monomer NBA akan memberikan peluang pada monomer untuk bereaksi dengan pusat aktif pada serat rayon terozonasi lebih banyak sehingga persen pencangkokannya meningkat.

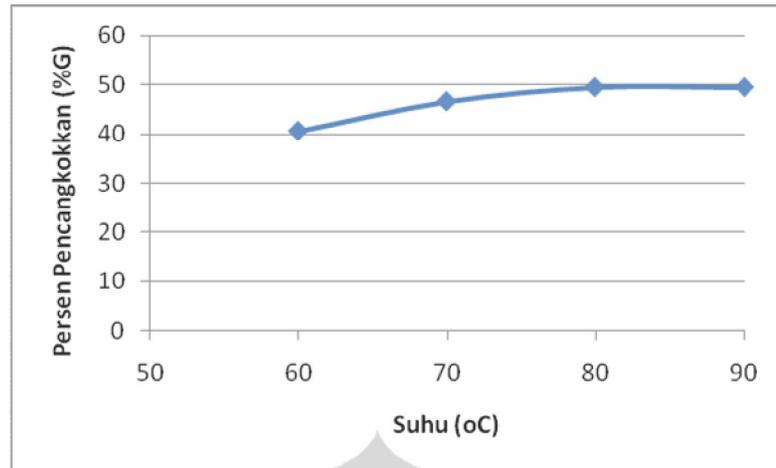


Gambar 4.3. Pengaruh konsentrasi terhadap persen pencangkokan (%G) (suhu 70°C selama 60 menit pada laju alir 0,3 L/menit dan waktu ozonasi 90 menit)

Konsentrasi optimum NBA adalah 5%, kenaikan konsentrasi monomer lebih lanjut menurunkan persen pencangkokan. Hasil pengamatan pada konsentrasi monomer yang tinggi (NBA 7%), menunjukkan pembentukan homopolimer lebih banyak. Hal ini disebabkan oleh adanya kompetisi antara reaksi ikat silang dengan homopolimerisasi. Makin tinggi konsentrasi NBA yang tersedia maka pembentukan homopolimer lebih dominan.

4.1.4. Pengaruh Suhu

Pengaruh suhu pencangkokan dipelajari pada laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit, dan konsentrasi NBA 1%. Berdasarkan Gambar 4.4 dan data terdapat pada Lampiran 10, suhu optimum pencangkokan adalah 80°C.

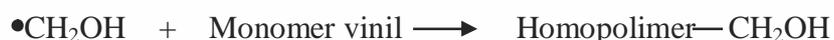


Gambar 4.4 . Pengaruh suhu pencangkokkan terhadap persen pencangkokkan (%G) (konsentrasi NBA 5% ,waktu reaksi 60 menit pada laju alir 0,3 L/menit dan waktu ozonasi 90 menit)

Kenaikkan suhu menyebabkan meningkatnya laju pembentukan radikal pada serat rayon dan laju difusi NBA untuk menuju pusat aktif. Kadar pencangkokkan menurun di atas suhu 80°C, berdasarkan pengamatan visual, homopolimer banyak terbentuk di atas suhu 80°C. Pembentukan homopolimer menyebabkan penurunan kadar pencangkokkan. Terjadi peningkatan persen pencangkokkan antara suhu 60°C dengan 80°C merupakan pengaruh dari pelarut NBA yaitu metanol. Titik didih metanol pada tekanan ruang sekitar 70°C, penguapan metanol meningkatkan kadar pencangkokkan, karena metanol merupakan *chain transfer agent* (Crowd, M.A.,1991), yaitu suatu senyawa yang dapat mentranfer radikal dari satu rantai ke rantai polimer lainnya. Dalam hal ini, dengan adanya metanol pada larutan dimungkinkan letak pusat aktif pada permukaan serat dapat berubah atau bahkan berdifusi ke larutan *bulk*, dengan mekanisme berikut :



Selanjutnya $\bullet\text{CH}_2\text{OH}$ dapat berdifusi ke larutan *bulk* dan menginisiasi pembentukan homopolimer.



Pada suhu yang lebih tinggi (90°C) radikal berdifusi keluar dari permukaan serat, probabilitas terbentuknya homopolimer semakin besar, dan berdampak pada penurunan kadar pencangkakan.

4.1.5. *Scale Up* dan Reprodusibilitas Ikat Silang NBA

Hasil pelipatgandaan banyaknya serat rayon yang digunakan (*scale up*) dan replikasi yang dilakukan pada kondisi optimum yaitu, laju aliran ozon 0,3 L/menit selama 90 menit dengan konsentrasi NBA 5% (w/v) pada suhu reaksi 80°C dan waktu reaksi 60 menit dalam media gas N₂, dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Hasil pelipatgandaan massa serat rayon tidak memberikan perbedaan persen pencangkakan antara 1 gram serat dan 4 gram serat yang digunakan. Dari hasil ini dapat disimpulkan bahwa massa serat tidak berpengaruh terhadap persen pencangkakan, yang berarti ozon yang tersedia selama proses ozonasi 90 menit masih cukup untuk pembentukan gugus peroksida dan hidroperoksida.

Karakteristik hasil replikasi menghasilkan serat rayon terikat silang dengan persen pencangkakan dan sifat fisik yang sama. Secara visual serat tercangkok kelihatan homogen. Permukaan serat rayon sebelum terikat silang dengan NBA terlihat halus dan elastis, sedangkan sesudah terikat silang permukaan serat lebih kasar dan lebih padat. Dari Tabel 4.1 dapat disimpulkan bahwa metode dan kondisi pengikatan silang telah menghasilkan persen pencangkakan yang relatif sama (rata-rata 49,50%), hal ini memastikan bahwa metode dan teknik pengikatan silang NBA pada serat rayon terozonasi dengan kondisi tersebut telah stabil.

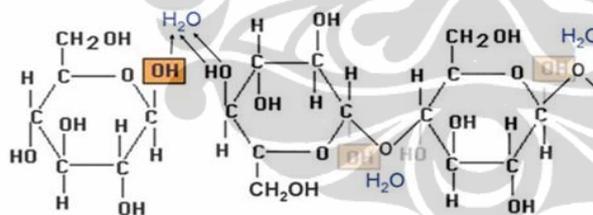
Tabel 4.1 *Scale up* dan reprodusibilitas ikat silang NBA pada kondisi optimum

No.	Berat awal (gram)	Berat akhir (gram)	%G
1	4,0000	5,9788	49,47
2		5,9810	49,53
3		5,9698	49,25
4		5,9862	49,66
5		5,9831	49,58

4.1.6. Uji Ketahanan Terhadap Asam dan Basa.

Keberhasilan reaksi ikat silang dipelajari melalui pengujian ketahanannya terhadap asam dan basa. Serat yang dipakai untuk pengujian ini adalah serat rayon dengan kondisi optimum reaksi ikat silang yaitu, lama ozonasi 90 menit, konsentrasi monomer NBA 5% dan suhu pencangkakan 80°C yang dibandingkan dengan serat rayon asli. Perubahan berat yang terjadi antara berat awal dan akhir diamati dan hasil uji ketahanan terhadap asam dan basa dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Ketahanan terhadap asam dan basa ini diperkirakan terjadi karena adanya halangan sterik terhadap penyerangan asam dan basa karena adanya struktur ikat silang yang menurunkan laju difusi larutan ke dalam matriks polimer. Kerusakan serat rayon dalam larutan asam merupakan reaksi hidrolisis ikatan glikosidik (β -1,4-Glikosida) karena ikatan asetal tersebut tidak stabil dalam kondisi asam. Reaksi ini dimulai dengan protonasi oksigen pada ikatan glikosidik selulosa, diikuti dengan solvolisis dan regenerasi katalis asam (Lihat Gambar 4.5). Sedangkan degradasi selulosa dalam suasana basa terjadi pada ujung rantai molekul selulosa. Degradasi ini melalui reaksi β -eliminasi, akan menghasilkan asam D-glukoisosakarinat.



Gambar 4.5. Hidrolisis selulosa dalam asam

(<http://www.chemistryland.com>)

Dari Tabel 4.2 diketahui serat rayon asli tanpa ikat silang mudah dihidrolisis dalam suasana asam dibandingkan pada suasana basa terlihat pada persen penurunan massanya. Serat rayon terikat silang lebih tahan terhadap kondisi asam-basa dibandingkan dengan serat rayon asli. Pada kondisi asam R-NBA terdapat penurunan massa 2,40% jauh lebih sedikit dibandingkan dengan rayon asli terjadi penurunan massa 6,35%. Pada kondisi basa R-NBA terdapat penurunan massa 1,25% sedangkan rayon asli terjadi penurunan massa 5,40%.

Derajat pengembangan (*swelling*) serat rayon asli lebih besar dibandingkan serat rayon terikat silang (Tabel 4.3), yang berarti serat semakin hidrofil, sehingga serat lebih mudah terhidrolisis. Derajat pengembangan serat dengan agen pengikat silang NBA, berkurang dengan adanya ikat silang yang berarti stabilitas serat tercangkok dalam kondisi asam dan basa dapat meningkat.

Tabel 4.2. Uji katahanan terhadap asam-basa

Serat Rayon	Berat awal (gram)	Berat setelah direndam (gram)			
		HCl 2N	Persen Penurunan massa	NaOH 2N	Persen Penurunan massa
Asli	0,2000	0,1873	6,35	0,1892	5,40
R-NBA	0,2000	0,1952	2,40	0,1975	1,25

4.2. Pencangkakan Monomer pada Serat Terikat Silang NBA

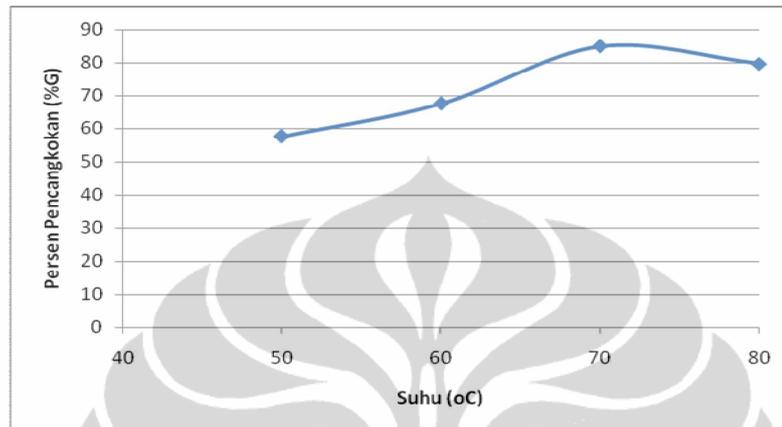
Terhadap serat rayon terikat silang dengan NBA yang diperoleh pada kondisi optimum dilakukan ozonasi kembali untuk membentuk gugus-gugus peroksida dan hidroperoksida pada permukaan serat rayon. Ozonasi kembali serat terikat silang NBA yang akan menghasilkan peroksida diharapkan pada pencangkakan monomer selanjutnya berhasil tercangkok. Pencangkakan monomer AAm dan AA dengan cara mencampurkan serat terozonasi dengan larutan monomer-monomer tersebut disertai pemanasan pada suhu dan waktu tertentu dan tetap dialiri gas N₂ sepanjang proses pencangkakan, hal ini dilakukan untuk menghilangkan oksigen terlarut yang dapat bertindak sebagai *electron scavenger* (Chapiro, A.M.,1962). Radikal peroksi yang terbentuk akibat pemecahan homolitik peroksida dan hidroperoksida selanjutnya menginisiasi pembentukan radikal bebas pada gugus vinil yang ada pada monomer-monomer yang digunakan dan memulai reaksi pencangkakan.

4.2.1. Pencangkakan Akrilamid

Pencangkakan akrilamid pada serat rayon terikat silang terjadi karena adanya gugus vinil pada akrilamid yang terinisiasi oleh radikal peroksi yang terdapat pada serat rayon terikat silang.

4.2.1.1 Pengaruh Suhu Pencangkakan

Suhu pada proses pencangkakan berpengaruh terhadap laju pembentukan radikal dan laju difusi monomer menuju ke pusat aktif polimer. Pengaruh suhu pencangkakan dipelajari dengan konsentrasi monomer akrilamid 10% selama 60 menit dapat dilihat pada Gambar 4.6 dan data terdapat pada Lampiran 11.

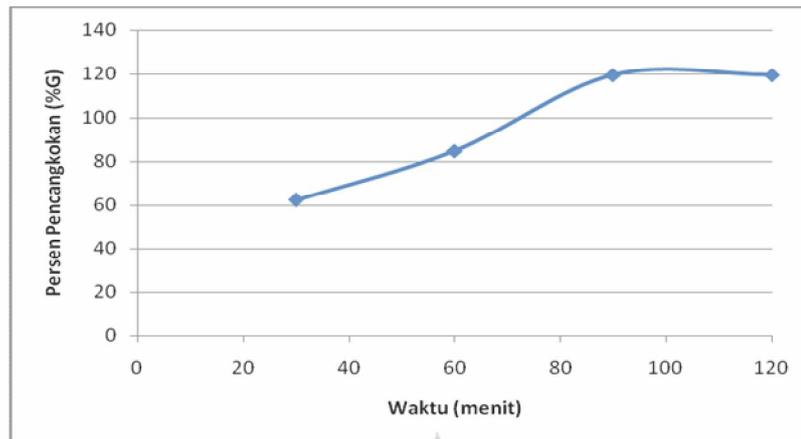


Gambar 4.6. Pengaruh suhu terhadap persen pencangkakan (%G) (laju alir 0,3 L/min, waktu ozonasi 60 menit dan konsentrasi akrilamid 10% (w/v) selama 60 menit)

Kenaikkan suhu menyebabkan persen pencangkakan akrilamid pada serat rayon terikat silang mengalami peningkatan dan mencapai optimal pada suhu 70°C. Kenaikkan suhu sampai 80°C mengakibatkan terjadinya penurunan persen pencangkakan. Penurunan kadar pencangkakan di atas suhu 70°C, berdasarkan pengamatan visual, akibat pembentukan homopolimer yang lebih dominan.

4.2.1.2. Pengaruh Waktu Pencangkakan

Waktu atau lamanya proses pencangkakan berpengaruh terhadap tahapan pembentukan kopolimer pada serat rayon terikat silang. Pengaruh waktu pencangkakan dipelajari dengan konsentrasi monomer akrilamid 10% pada suhu 70°C dapat dilihat pada Gambar 4.7 dan data terdapat pada Lampiran 12.

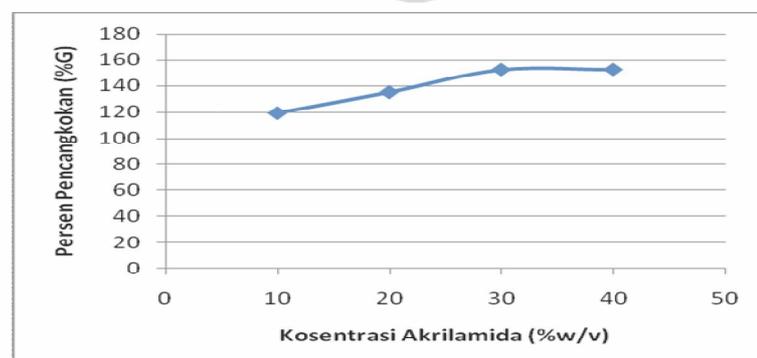


Gambar 4.7. Pengaruh waktu pencangkakan terhadap persen pencangkakan (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit dan konsentrasi akrilamid 10% (v/v) pada suhu 70°C)

Pada Gambar 4.7 persen pencangkakan meningkat dengan bertambahnya waktu reaksi dan mencapai waktu optimum pada waktu 90 menit. Setelah 90 menit, persen pencangkakan tidak berubah secara signifikan yang menandakan bahwa tahap terminasi telah terjadi.

4.2.1.3. Pengaruh Konsentrasi Monomer Akrilamid

Kenaikkan konsentrasi monomer dapat meningkatkan laju difusi monomer ke dalam pusat aktif polimer. Pengaruh konsentrasi monomer akrilamid dipelajari pada suhu 70°C selama 90 menit dapat dilihat pada Gambar 4.8 dan data terdapat pada Lampiran 13.



Gambar 4.8. Pengaruh konsentrasi monomer akrilamid terhadap persen pencangkakan (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit pada suhu 70°C waktu reaksi 90 menit)

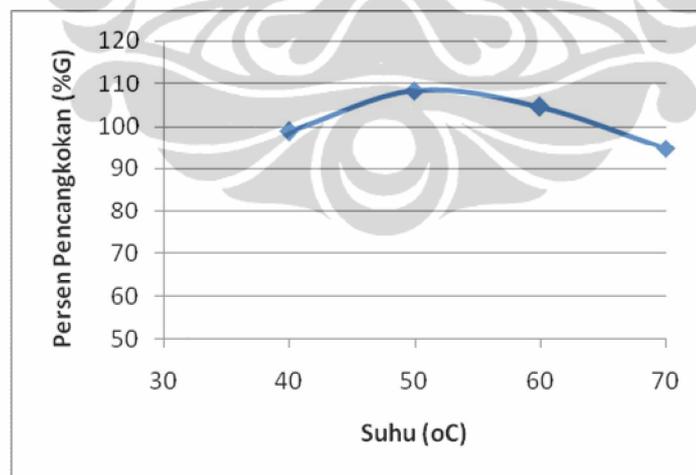
Pada Gambar 4.8 persen pencangkakan meningkat dengan bertambahnya konsentrasi monomer dan mencapai harga optimum pada konsentrasi monomer 30%. Kenaikan konsentrasi monomer dari 30 ke 40% tidak menaikkan persen pencangkakan, disebabkan pada konsentrasi yang lebih besar dari 30% akan terjadi pembentukan homopolimer (pembentukan gel) yang lebih dominan sehingga menghambat terbentuknya kopolimer (Bhasar, A.S.,Khan, M.A. and Idris A.K.M.1995).

4.2.2. Pencangkakan Asam Akrilat

Pencangkakan asam akrilat pada serat rayon terikat silang terjadi karena adanya gugus vinil pada asam akrilat yang terinisiasi oleh radikal peroksi yang terdapat pada serat rayon terikat silang.

4.2.2.1.Pengaruh Suhu Pencangkakan

Suhu pada proses pencangkakan berpengaruh terhadap laju pembentukan radikal dan laju difusi monomer menuju ke pusat aktif polimer. Pengaruh suhu pencangkakan dipelajari dengan konsentrasi monomer asam akrilat 10% selama 60 menit, dapat dilihat pada Gambar 4.9 dan data terdapat pada Lampiran 14.

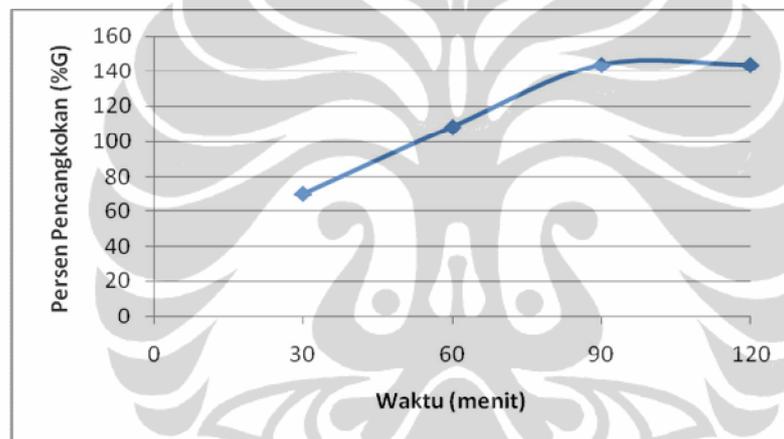


Gambar 4.9. Pengaruh suhu terhadap persen pencangkakan (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit dan konsentrasi asam akrilat 10% (v/v) selama 60 menit)

Suhu optimum untuk pencangkakan asam akrilat pada serat rayon terikat silang adalah pada suhu 50°C. Pada Gambar 4.7 menunjukkan terjadinya penurunan persen pencangkakan di atas suhu 50°C, karena pada suhu yang lebih tinggi asam akrilat cenderung membentuk homopolimer yang disebabkan oleh transfer radikal bebas dari polimer ke monomer (Gurdag, G., *et.al*,1997).

4.2.2.2 Pengaruh Waktu Pencangkakan

Waktu atau lamanya proses pencangkakan berpengaruh terhadap tahapan pembentukan kopolimer pada serat rayon terikat silang. Pengaruh waktu pencangkakan dipelajari dengan konsentrasi monomer asam akrilat 10% pada suhu 50°C dapat dilihat pada Gambar 4.10 dan data terdapat pada Lampiran 15.

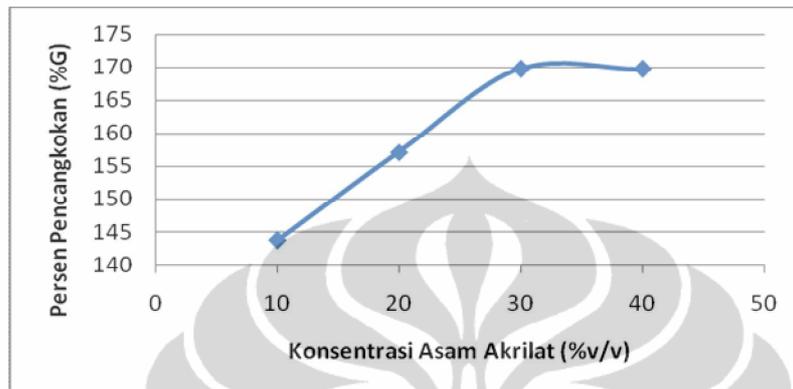


Gambar 4.10. Pengaruh waktu pencangkakan terhadap persen pencangkakan (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit dan konsentrasi asam akrilat 10% (v/v) pada suhu 50°C)

Pada Gambar 4.10 persen pencangkakan meningkat dengan bertambahnya waktu reaksi dan mencapai waktu optimum pada waktu 90 menit . Setelah 90 menit, persen pencangkakan tidak berubah secara signifikan yang menandakan bahwa tahap terminasi telah terjadi. Secara umum, persen pencangkakan akan meningkat seiring dengan bertambahnya waktu reaksi.

4.2.2.3. Pengaruh Konsentrasi Monomer Asam Akrilat

Kenaikkan konsentrasi monomer dapat meningkatkan laju difusi monomer ke dalam pusat aktif polimer. Pengaruh konsentrasi monomer asam akrilat dipelajari pada suhu 50°C selama 60 menit dapat dilihat pada Gambar 4.11 dan data terdapat pada Lampiran 16.



Gambar 4.11. Pengaruh konsentrasi monomer asam akrilat terhadap persen pencangkokan (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit pada suhu 50°C waktu reaksi 90 menit)

Pada Gambar 4.11 persen pencangkokan meningkat dengan bertambahnya konsentrasi monomer asam akrilat dan mencapai harga optimum pada konsentrasi monomer 30%. Kenaikan konsentrasi monomer dari 30 ke 40% tidak menaikkan persen pencangkokan, disebabkan pada konsentrasi yang lebih besar dari 30% akan terjadi pembentukan homopolimer (pembentukan gel) yang lebih dominan sehingga menghambat terbentuknya kopolimer.

4.3. Pengembangan Serat Rayon (*Persen Swelling*)

Peristiwa *swelling* dapat digambarkan sebagai masuknya molekul air ke dalam matriks serat rayon terikat silang NBA. Pengetahuan mengenai kemampuan mengembang suatu matriks serat rayon dalam air menjadi penting karena berhubungan dengan aplikasinya dalam kolom penukar ion. Kemampuan mengembang serat rayon dibatasi hanya sampai tidak menimbulkan efek *blocking* pada mekanisme pertukaran ionnya di dalam kolom. Jika matriks serat rayon mengembang samai pada skala tertentu, dapat menimbulkan efek *blocking* pada

kolom dan mengganggu mekanisme pertukaran ionnya. Untuk membatasi derajat pengembangan serat rayon maka dilakukan ikat silang oleh NBA yang bertujuan untuk merapatkan struktur rantai selulosa sehingga derajat pengembangannya dapat dibatasi. Pengembangan serat oleh air dapat diamati secara kuantitatif yaitu dari banyaknya jumlah air yang terserap dan masuk ke dalam matriks serat rayon termodifikasi dibandingkan dengan berat serat awal sebelum pengembangan. Dalam hal ini, penambahan berat serat akibat adanya molekul air yang berdifusi ke dalam matriks serat tidak dapat diasumsikan hanya sebagai akibat dari proses *swelling*. Peristiwa yang juga mungkin terjadi adalah proses adsorpsi air pada permukaan serat.

Tabel 4.3 Uji pengembangan serat rayon asli dan serat rayon termodifikasi

Jenis Serat	%G	% Swelling
Rayon asli	-	733,6
R -NBA	49,58	444,6
R-NBA-g-AAm	152,46	381,1
R-NBA-g-AA	169,77	355,2

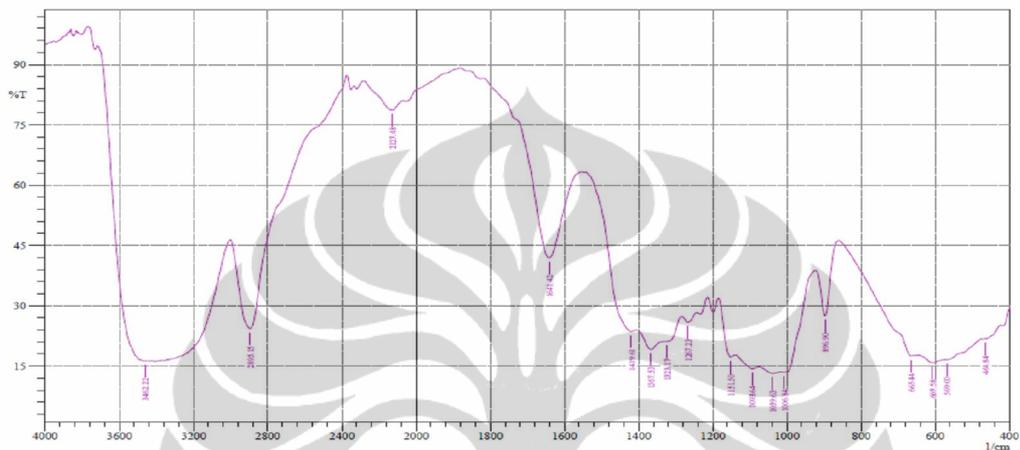
Pada Tabel 4.3 terlihat adanya penurunan derajat pengembangan (*swelling*) dalam pelarut aquades dari serat rayon asli ke serat rayon terikat silang dan ke serat rayon terikat silang yang sudah tercangkok akrilamid dan asam akrilat. Hal ini menunjukkan bahwa dengan adanya NBA sebagai agen pengikat silang dapat membatasi derajat pengembangan serat rayon dengan merapatkan struktur rantai selulosa sehingga derajat pengembangannya berkurang.

4.4. Analisis Gugus Fungsi dengan FT-IR

Analisis serapan inframerah digunakan untuk menentukan gugus fungsi guna memastikan terjadinya reaksi pengikatan silang dan kopolimerisasi cangkok. Analisis serapan gelombang inframerah dengan spektrometer FT-IR dilakukan terhadap serat rayon asli, rayon terikat silang (R-NBA), rayon terikat silang-g-AAm (R-NBA- g-AAm) dan rayon terikat silang-g-AA (R-NBA- g-AA).

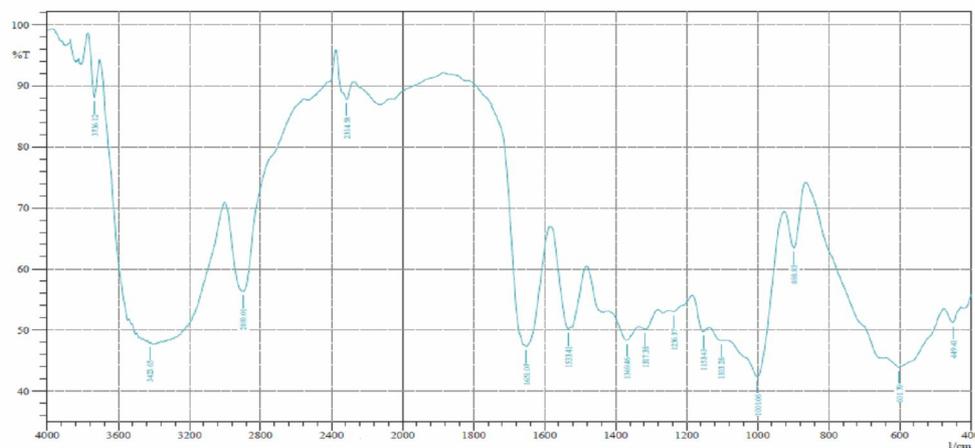
Pada serat rayon asli yang terlihat pada Gambar 4.12 terdapat pita serapan yang melebar disekitar bilangan gelombang 3500 - 3300 cm^{-1} (3462,22 cm^{-1}) yang merupakan serapan vibrasi rentangan gugus O-H. Serapan pada

daerah sekitar $1160 - 1070 \text{ cm}^{-1}$ merupakan rentangan ikatan C-O alkohol primer dan sekunder menunjukkan vibrasi tekuk dari C-H. Puncak juga ditunjukkan pada $1267,23 \text{ cm}^{-1}$ yang dihasilkan oleh vibrasi OH dari $>\text{CH-OH}$ yang terdapat pada C2 dan C3 molekul glukosa . Selain itu pada bilangan gelombang $1641,42 \text{ cm}^{-1}$ muncul puncak kecil yang berasal dari vibrasi rentang gugus karbonil, C=O yang menandakan adanya gugus aldehid pada molekul selulosa.



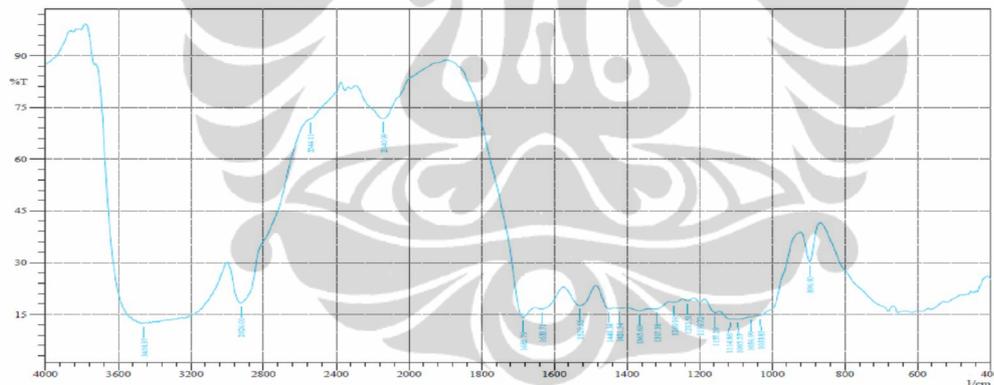
Gambar 4.12. Spektrum inframerah serat rayon asli

Perbedaan yang mencolok antara spektrum serat rayon asli dengan rayon terikat silang (Gambar 4.13) adalah pada spektrum gelombang $1533,41 \text{ cm}^{-1}$ yang tidak terdapat pada serat rayon asli. Spektrum ini menunjukkan adanya gugus amida sekunder pada NBA yang biasanya terdapat pada bilangan gelombang $1550-1510 \text{ cm}^{-1}$. Hal ini membuktikan bahwa sudah terjadi pengikatan silang oleh agen pengikat silang NBA.



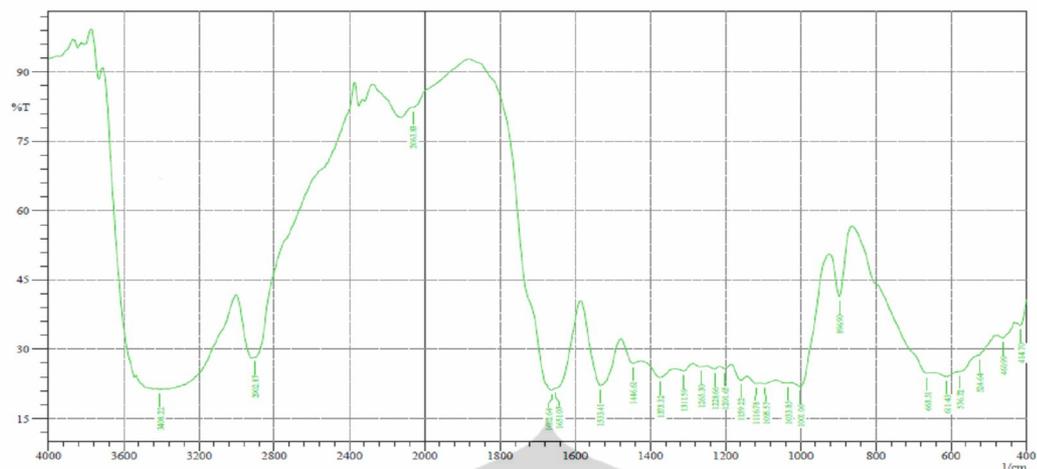
Gambar 4.13. Spektrum inframerah R-NBA

Pada Gambar 4.14 spektrum rayon terikat silang-*g*-AAM terdapat puncak yang tidak terlalu tajam di daerah bilangan gelombang 3500-3400 cm^{-1} yang merupakan serapan rentangan N-H dari akrilamid yang tumpah tindih dengan gugus O-H dari serat rayon. Spektrum ini menandakan adanya ikatan hidrogen yang kuat antara gugus amida dengan gugus hidroksi dari selulosa. Puncak serapan C=O semakin tajam pada daerah sekitar 1600-1700 cm^{-1} (1685,79 cm^{-1}). Hal ini menunjukkan bahwa proses pencangkakan gugus amida pada serat rayon terikat silang telah berhasil dilakukan. Diantara spektrum rayon terikat silang dan rayon terikat silang-*g*-AAM tidak ada perbedaan yang mencolok karena memiliki gugus fungsi yang hampir sama. Sedikit perbedaan yang terjadi pada spektrum rayon terikat silang-*g*-AAM yaitu terjadi puncak-puncak pada 1448 cm^{-1} , 1421 cm^{-1} , dan 1269 cm^{-1} . Puncak-puncak serapan tersebut adalah vibrasi deformasi gugus metil, dan vibrasi tekuk C-H. Adanya intensitas vibrasi metil dan metilen menunjukkan adanya ikatan silang dari NBA.



Gambar 4.14. Spektrum inframerah R-NBA-*g*-AAM

Pada Gambar 4.15 spektrum serapan inframerah untuk rayon terikat silang-*g*-AA terdapat pita serapan untuk daerah bilangan gelombang 3500-3300 cm^{-1} yang merupakan serapan O-H. Pada bilangan gelombang 1662,64 cm^{-1} muncul puncak dengan intensitas yang lebih besar dibandingkan dengan spektrum serat rayon asli (1641,42 cm^{-1}), yang menunjukkan pita serapan vibrasi rentang gugus karbonil, C=O dari asam karboksilat. Hasil ini menunjukkan pencangkakan asam akrilat pada serat rayon terikat silang telah berhasil dilakukan.



Gambar 4.15. Spektrum inframerah R-NBA-g-AA

4.5. Pengujian Kapasitas Penukar Ion

Pengujian kapasitas penukar ion dilakukan pada serat rayon terikat silang yang tercampok akrilamid dan asam akrilat (serat rayon termodifikasi) pada kondisi optimum, dilakukan dengan cara titrasi asam-basa kuat menggunakan indikator phenophtalein (pp). Hasil pengujian kapasitas penukar ionnya dapat dilihat pada Tabel 4.4 dan perhitungan nilai kapasitas tukar ionnya dapat dilihat pada Lampiran 17.

Tabel 4.4. Kapasitas pertukaran ion terhadap serat rayon terikat silang yang termodifikasi

No.	Serat rayon termodifikasi	Kapasitas penukar ion (mek/g serat)
1	R-NBA-g-AAm (%G = 152,46)	1,1
2	R-NBA-g-AA (%G = 169,77)	0,7

Kapasitas rayon terikat silang-g-AAm (R-NBA-g-CH₂-CH₂-CONH₂) ditentukan dengan mengalirkan HCl dengan konsentrasi dan volume tertentu. Akrilamida merupakan gugus yang bersifat basa lemah dan memiliki pasangan elektron bebas yang dapat terprotonasi, karena itu kapasitasnya dapat dihitung dari banyaknya ion H⁺ yang dapat diikat oleh serat. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut :

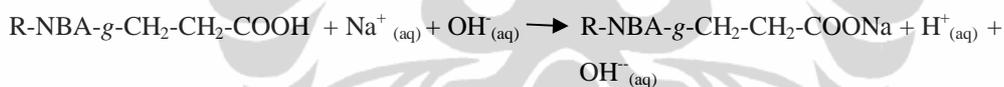


Setelah kolom dicuci dengan aquades, kelebihan asam dalam efluen dititrasi dengan basa menggunakan indikator phenolphthalein (pp). Banyaknya miliekivalen (mek) basa yang diperlukan pada titrasi tersebut menunjukkan banyaknya mek asam yang berlebih, sehingga yang bereaksi dengan serat dapat diketahui melalui selisih jumlah mek asam yang ditambahkan dengan mek asam dalam efluen, dengan reaksi :



Nilai kapasitas tukar ion sebesar 1,1 mek/g, artinya setiap satu gram serat termodifikasi mampu melakukan pertukaran ion sebesar 1,1 miliekivalen.

Kapasitas rayon terikat silang-g-AA (R-NBA-g-CH₂-CH₂-COOH) ditentukan dengan mengalirkan HCl terlebih dahulu, yang bertujuan untuk merubah semua gugus karboksilat dalam bentuk hidrogen. Selanjutnya serat dalam kolom dicuci dengan aquades sampai netral agar terbebas dari ion-ion H⁺ yang tidak terikat oleh serat. Kapasitas R-NBA-g-AA ditentukan dengan mengubah ke dalam bentuk garamnya dengan menambahkan sejumlah tertentu NaOH yang sudah distandarisasi. Reaksi pertukaran ion yang terjadi adalah sebagai berikut :



Setelah kolom dicuci dengan aquades, kelebihan basa dalam efluen dititrasi dengan HCl menggunakan indikator pp. Banyaknya miliekivalen (mek) asam yang diperlukan pada titrasi tersebut menunjukkan banyaknya mek basa yang berlebih, sehingga yang bereaksi dengan serat dapat diketahui melalui selisih jumlah mek basa yang ditambahkan dengan meq basa dalam efluen, dengan reaksi :



Nilai kapasitas tukar ion sebesar 0,7 mek/g, artinya setiap satu gram serat termodifikasi mampu melakukan pertukaran ion sebesar 0,7 miliekivalen.

4.6. Pengujian Penyerapan Ion Cu²⁺ Terhadap Serat Rayon Termodifikasi

Pengujian penyerapan ion Cu²⁺ dilakukan pada serat rayon terikat silang yang tercangkok akrilamid dan asam akrilat (serat rayon termodifikasi) pada pH 5

dapat dilihat pada Tabel 4.5. Dengan menentukan koefisien distribusi (Kd) dari ion Cu^{2+} yang ditentukan dengan sistem *batch* menggambarkan perbandingan konsentrasi ion logam yang ada diserap dan yang ada dalam larutan sehingga dapat diperoleh gambaran sejauh mana proses pertukaran ion berlangsung pada pH tersebut. Nilai Kd dipengaruhi oleh pH larutan, untuk R-NBA-g-CH₂-CH₂-CONH₂ dengan gugus amida yang bersifat basa lemah jika terdapat dalam larutan dengan pH rendah (konsentrasi asam yang tinggi) akan terjadi protonasi, dengan reaksi sebagai berikut :



Pemilihan pH 5 dilakukan dengan asumsi protonasi R-NBA-g-CH₂-CH₂-CONH₂ berkurang, sehingga penyerapan ion Cu^{2+} dapat berlangsung melalui koordinasi yang terjadi antara ion Cu^{2+} dengan pasangan elektron bebas yang dimiliki R-NBA-g-CH₂-CH₂-CONH₂.

Pada R-NBA-g-CH₂-CH₂-COOH dengan gugus karboksilat yang bersifat asam lemah terdapat reaksi kesetimbangan sebagai berikut :



Reaksi dengan Na₂CO₃ diharapkan membentuk garamnya, sesuai dengan reaksi sebagai berikut:



Melalui bentuk garamnya diharapkan reaksi pertukaran ion berlangsung lebih mudah. Penyerapan ion Cu^{2+} berlangsung melalui pertukaran ion dengan Na⁺.

Tabel 4.5. Hasil Penyerapan Ion Cu^{2+} pada pH 5

Sampel	%G	[sisa],mg/L	[diserap],mg/g	Kd (L/g)
R-NBA-g-AAm	152,46	3,62	15,95	4,41
R-NBA-g-AA	169,77	4,70	13,25	2,82

Berdasarkan Tabel 4.5 dapat disimpulkan bahwa pada pH 5, R-NBA-g-AAm lebih selektif terhadap ion Cu^{2+} dibandingkan dengan R-NBA-g-AA.

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan serat rayon terikat silang dengan gugus amida dan karboksilat sebagai penukar kation yang memiliki ketahanan terhadap asam dan basa melalui teknik ozonasi dalam udara.

Kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini adalah:

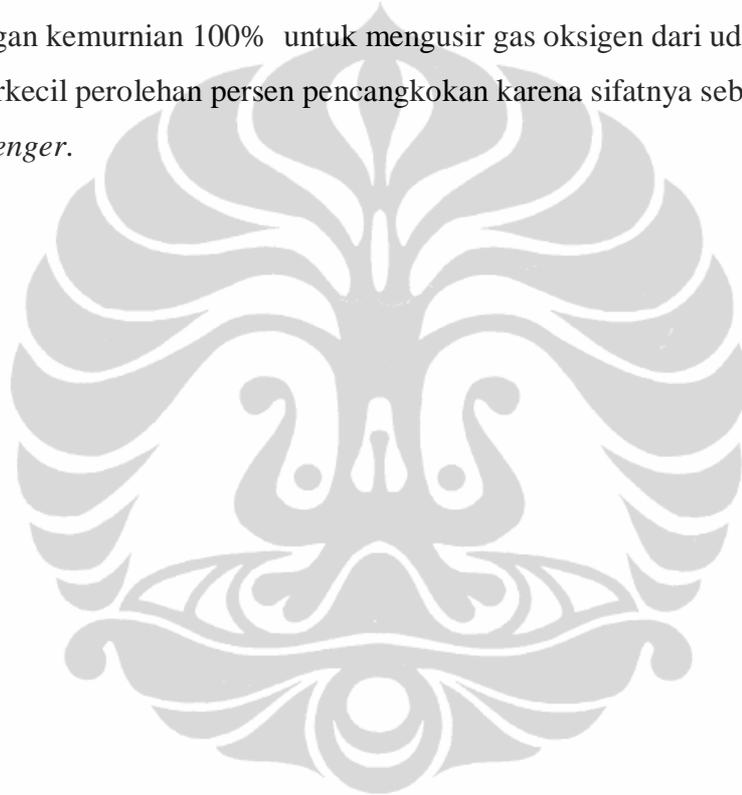
1. Kondisi optimum pencangkakan NBA terjadi pada laju alir 0,3 L/menit dengan waktu ozonasi 90 menit, konsentrasi NBA 5% dengan suhu pencangkakan 80°C. *Scale up* dan reproduksibilitas metode ini cukup baik dengan persen pencangkakan rata-rata 49,50%.
2. Rayon terikat silang lebih tahan terhadap asam basa dibandingkan serat rayon asli. Pada kondisi asam serat rayon terikat silang dengan penurunan massa 2,40% jauh lebih sedikit dibandingkan dengan rayon asli 6,35% dan pada kondisi basa serat rayon terikat silang terjadi penurunan massa 1,25% sedangkan rayon asli 5,46%.
3. Optimasi R-NBA-g-AAm (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit dengan AA 30% pada suhu 70°C dan waktu pencangkakan 90 menit) diperoleh persen pencangkakan sebesar 152,46%, sedangkan optimasi R-NBA-g-AA (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit dengan AA 30% pada suhu 50°C dan waktu pencangkakan 90 menit) diperoleh persen pencangkakan sebesar 169,77%.
4. Dari hasil pengukuran FT-IR, pada R-NBA, muncul pada bilangan gelombang 1533,41 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya gugus amida sekunder dari NBA. Pada R-NBA-g-AAm terdapat puncak serapan yang tajam pada bilangan gelombang 1685,79 cm⁻¹ yang menunjukkan munculnya gugus karbonil (C=O) dari amida sedangkan pada R-NBA-g-AA muncul puncak pada bilangan gelombang 1641,42 cm⁻¹ menunjukkan pita serapan vibrasi rentang gugus karbonil (C=O) dari asam karboksilat.

Hasil ini menyatakan pencangkakan akrilamida dan asam akrilat pada serat rayon terikat silang telah berhasil.

5. Kapasitas pertukaran ion R-NBA-g-AAm sebesar 1,1mek/g dan R-NBA-g-AA sebesar 0,7 mek/g. Pada pH 5 penyerapan R-NBA-g-AAm terhadap ion Cu^{2+} sebesar 4,41 L/g dan R-NBA-g-AA sebesar 2,82 L/g.

5.2. Saran

Pada proses pencangkakan monomer sebaiknya menggunakan gas nitrogen dengan kemurnian 100% untuk mengusir gas oksigen dari udara yang dapat memperkecil perolehan persen pencangkakan karena sifatnya sebagai *electron scavenger*.



DAFTAR PUSTAKA

Basuki, Fatmuanis.2000. *Sintesis dan Karakterisasi Kopolimer Grafting Radiasi Asam akrilat, Akrilamida, dan Campurannya Pada serat Rayon Sebagai Penukar Ion*, FMIPA-UI, Depok

Bill Meyer, F.W. 1984. *Textbook of Polymer Science*, 3rd ed., John Wiley & Sons New York

Chapiro, A.M., 1962. *Radiation Chemistry of Polymeric System*, John Wiley & Sons, New York

Charlesby, A.,1960, *Atomic Radiation and Polymers*, Pergamon Press, London

Crowd, M.A.1991. *Kimia Polimer*. Trans. Dr. Ir. Harri Firman. Bandung : Institut Teknologi Bandung

Dasgupta, S. 1990. *Surface Modification of Polyolefins for Hydrophilicity and Dondability : Ozonization and Grafting Hydrophilic Monomer on Ozonized Polyolefins*. Journal of Applied Polymer Science, Vol. 41, p.223-248

Dessouki A.M.,Taher N.N., El-Arnaouty M.B., 1998 .*GammaRay Induced Graft Copolymerization of N-Vinylpyrrolidone, Acrylamide and Their Mixture Onto Polypropylene Films*, Polym. International, 45, 67-76

Dofner, K.,1991., *Ion Exchanger*, Walter de Gruyter, Berlin-New York

El. Sayed. M., Abdel-Bary., and El-Nesr. M., 1996. *Characterization and Application of Grafted Acrylamide Onto LDPE, EVA, and LDPE/EVA Film Using Gamma Radiation*. Radiant. Phys. Chem, Vol.48, No.5.p.689-693

Gineste, J.L., Largueze, C., dan Pourcelly, G. 1994. *Kinetic study of Acrylic Monomer Grafting in The Presence of a Polyfunctional Monomer onto Radioperoxide Poly (Ethylene-Tetraflouroethyle) Copolymer* . J.Appl Polym Sci 51:63-70

Gurdag, G., Yasar, M., Gurkaynak, M.A. 1997. *Graft Copolymerization of Acrylic Acid on Cellulose : Reaction Kinetics of Copolymerization*, J. App. Polym. Scie., 66, 929-934

Hebeish, A.A., Waly, F.A., Mohdy, A.A., Aly S. A, 1997. *Synthesis and Characterization of Cellulose Ion Exchangers. I. Polymerization of Glycidyl Methacrylate, Dimethylaminoethyl Methacrylate, and Acrylic Acid eith Cotton Cellulose Using Thiocarbonat-H₂O₂ Redox System*, J. App. Polym. Scie., 66, 1029-1037

<http://www.chemistryland.com/CHM130W/15-Acids/AcidsBases.html>

Husni, Dina Auliya. 2008. *Ikat Silang Selulosa dengan N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) sebagai Matriks Pencangkokkan Monomer Akrilamida (Aam) dan Glisidil Metakrilat-Asam Iminodiasetat (GMA-IDA) dengan Teknik Ozonasi*. Depok: Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Indonesia

Jenkins, David W., Samuel M. Hudson. 2001. *Review of Vinyl Graft Copolymerization featuring Recent Advances Toward Controlled Radical-Based Reactions and Illustrated with Chitin/Chitosan Trunk Polimers*. American Chemical Society Journal. Chem. Rev..vol. 101: 3245-3273

Karaskila, M., 2003, *The Adsorpton of Cu (II) Ion from Aqueous Solution upon Acrylic Acid Grafted Poly(ethylene terephtalate) Fibers*, J. Appl. Polym. Sci., 87, 1216-1220

Khopkar, S.M., 1984. *Konsep Dasar Kimia Analitik*, UI Press, Bombay

Kiatkamjornwong, S.; Chomsaksakul, W.; Sonsuk, M., 2000, *Radiation Modification of Water Absorption of Cassava Starch by Acrylic Acid/Acylamide*, Radiat. Phys. Chem., 59, 413-427

Miller, J.M., 1975. *Separation Methods in Chemical Analysis*, John Willey & Sons, New York

Nho Y. C., Jin J., 1997. *Graft Polymerization of Acrylic Acid and Methacrylic Acid onto Radiation-Peroxidized Polyetyen Film in Presence of Metallic salt and sulfuric acid*, J. App. Polym. Scie., 1101-1106

Nicholson, Jhon W. 1991. *Principles of Polymerization*, 3rd ed. New York. John Wiley & Sons Interscience

Nindyaningsih, 2004. *Modifikasi Serat Rayon Melalui Pencangkokkan Polimetakrilat dan PoliMetakrilamida. Hubungan Struktur Dengan Selektivitas Penukar Ion Logam*. Jurusan Kimia, FMIPA-UI, Depok

Prabowo, N.K. 2007. *Modifikasi Serat Rayon Sebagai Adsorben Ion Logam Berat: Pencangkokkan Metakrilamida dan Agen Pengikat Silang N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) Dengan Teknik Ozonasi*. Depok: Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Indonesia

Salomone, J.C., 1996. *Polymeric Materials Encyclopedia*, Vol. 8, CRC Press Inc. New York

Sasmita, N. V., 2003, *Karakterisasi Serat Rayon yang Dimodifikasi dengan melakukan Grafting Akrilamida dan Campuran Akrilamida dengan Asam Akrilat Sebagai Penukar Ion*, Skripsi Departemen Kimia FMIPA-UI, Depok : xv +98 hlm

Skoog, West Holler. 1980. *Fundamentals of Analytical Chemistry*, Fifth Edition by Sounders College Publishing

Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., Crouch, S.R., 2004. *Fundamentals of Analytical Chemistry*. Brook/Cole Thompson Learning. Belmont, CA.

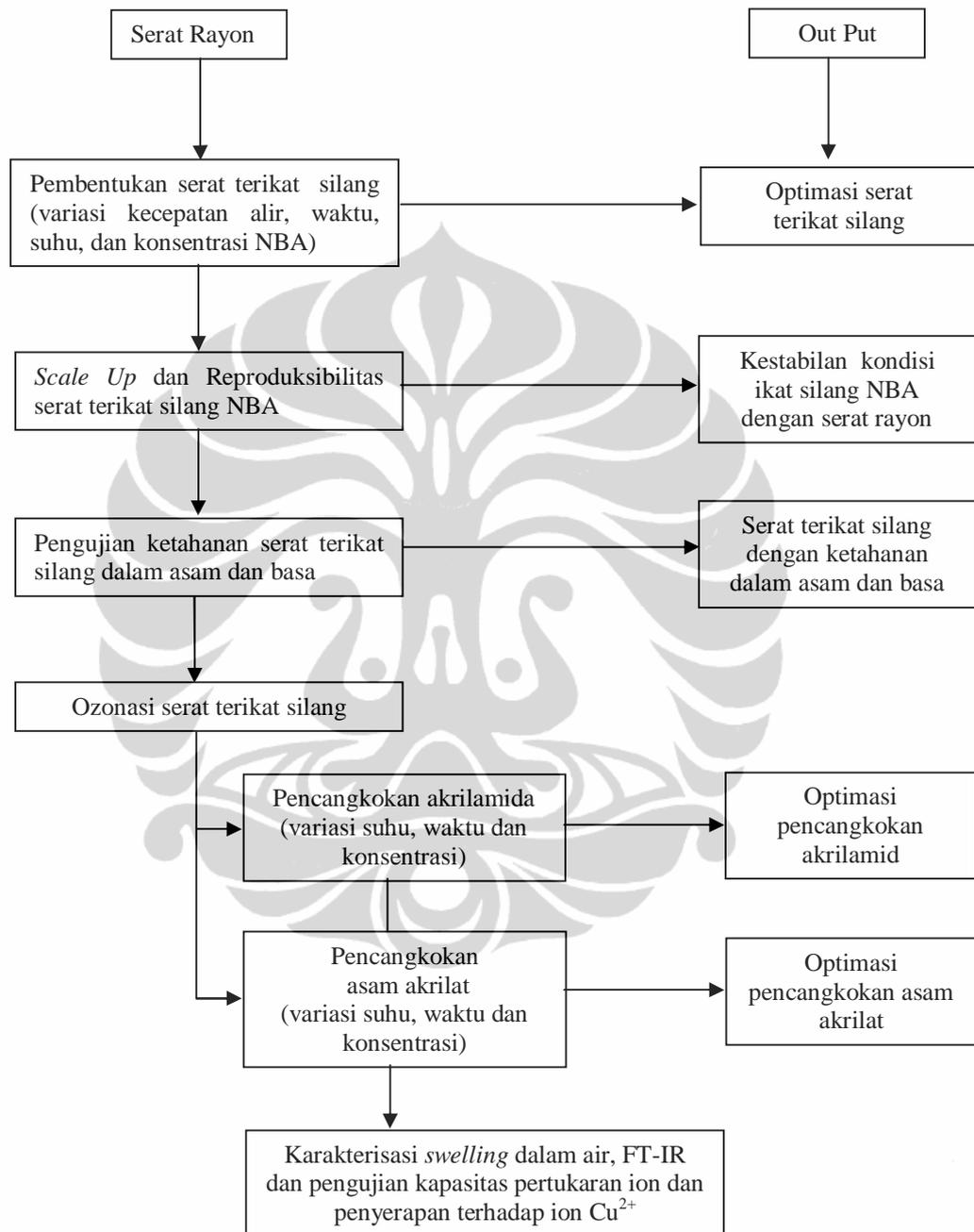
Stevens, M.P. 1990. *Polymer Chemistry : An Introduction*, 2nd ed., Oxford University Press, New York

Stevens, M.P. 2001. *Kimia Polimer*. Trans. Dr. Ir. Iis Sopyan, M. Eng. Jakarta: Pradnya Paramita

- Sundardi, F., Kadariah, Marliati, I., *Thermal stability of Grafted fibers*, J. App.Polym. Scie., 28, 3123-3135
- Suryana, M.,2004. *Pengaruh Agen Pengikat Silang Pada Proses Modifikasi Serat Rayon Dengan Asam Metakrilat*, FMIPA,Universitas Indonesia, Depok
- Waly A., Abdel-Mohdy F.A., Aly A.S. and Hebeish A. 1998. *Synthesis and Characterization of Cellulose Ion Exchanger. II. Pilot Scale and Utilization in Dye-Heavy Metal Removal*, J. Appl. Polym. Sci., Volume 68, p. 2151-2157
- X. Yuan, J. Sheng, F. He, X. Lu, N. Shen, Shen,1998. *Surface Modification Of Acrylanitrile Copolymer Membranes by Grafting Acrylamide, II. Initiation by Fenton Reagen (Fe^{2+} , H_2O_2)*, Journals of Applied Polymer Science, Volume 69,p. 1907-1915
- Yebang Tan, L.Zhang, Z.Li.,1998. *Synthesis and Characterization of New Amphoteric Graft Copolymer of Sodium Carboxymethyl Cellulose with Acrylamide and Dimethylaminoethyl Methyloacrylate*. Journals of Applied Science, Volume 69, p.879-885
- Zolotov, Y. A., Kuz'min, N. M., 1990, *Preconcentration of Trace Element*, Vol XXV, Elsevier Science Publisher Co. Inc. New York

LAMPIRAN

Lampiran 1. Sistematika Kerja.



Lampiran 2. Spesifikasi Serat Rayon

Produk PT. INDO- BARAT RAYON

Menara Batavia, 16 th Floor, Jl. KH Mas Mansyur Kav. 126, Jakarta 10220

Indonesia

TECHNICAL SPECIFICATION

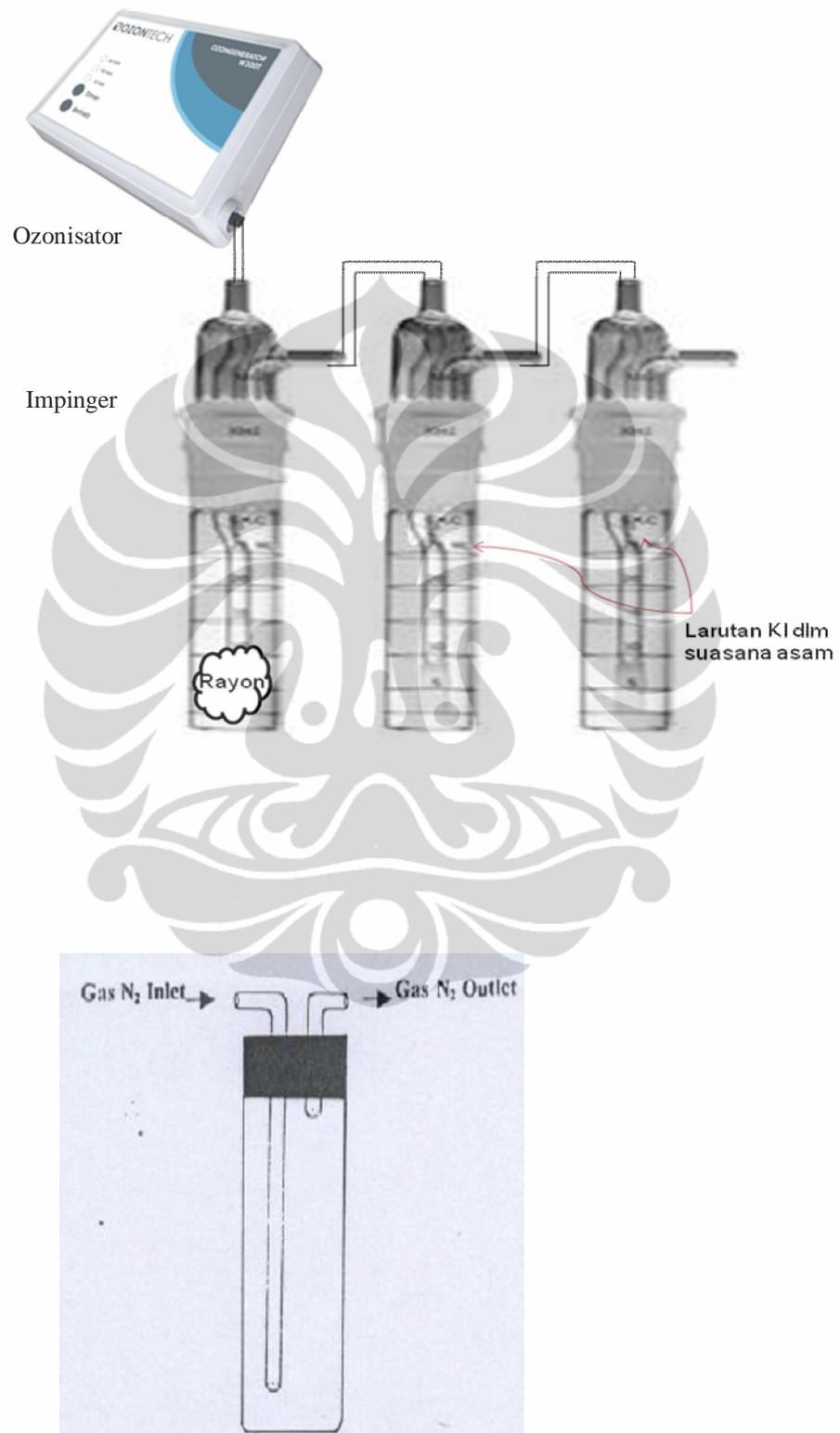
VISCOSE RAYON STAPLE FIBRE (REGULAR QUALITY)

CONTENT	UNIT	STANDART
Diner Variation	DEN	+/- 6%
Staple Length	mm	+/- 3%
Tenacity (Cond)	g/d	2.50 Min
Tenacity (Wet)	g/d	1.20 Min
Elongation (Cond)	%	20+/- 2
Elongation (Wet)	%	22+/- 2
Oil Content	%	0.25 ± 0.05
Equilibrium Moisture Regain	%	13

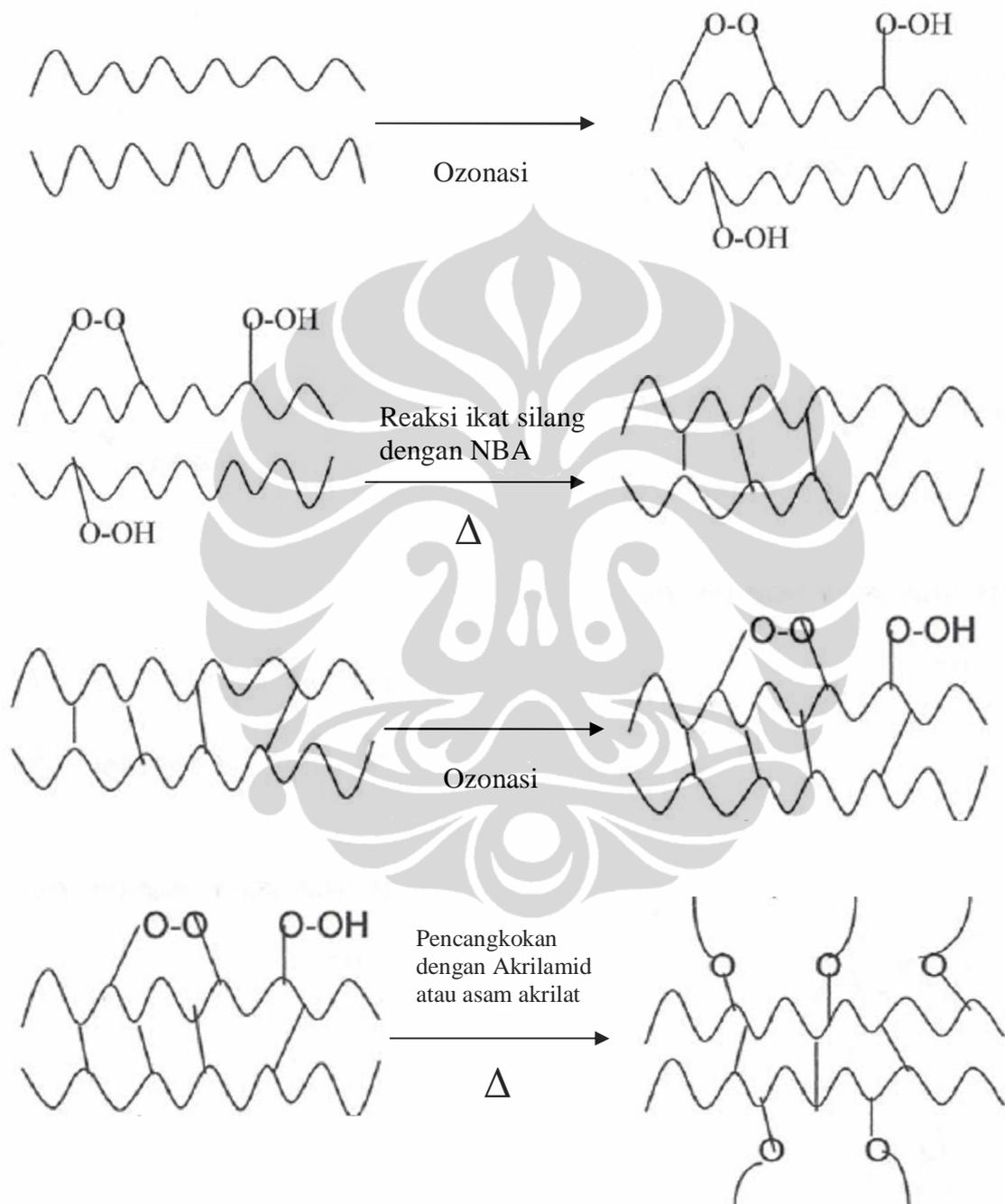
Lampiran 3. Daftar Sifat-Sifat Fisik Akrilamida dan Asam Akrilat

NO	SIFAT FISIK	AKRILAMIDA	ASAM AKRILAT
1	Berat Molekul	71	72
2	Titik Leleh (°C)	84.5 ±0.3	13.5
3	Tekanan Uap (mm)	0.007/25 °C	4.13/20°C
4	Titik Didih (°C)	125 °C/25 mm	141°C/760 mm
5	PanasPolimerisasi (Kkal/ mol)	19.8	-
6	Suhu Polimerisasi (°C)	-	50 – 70
7	Berat Jenis (g / ml)	1.04/25 °C	1.122/30 °C
8	Sistem Kristal	-	Monoklinik/Triklinik

Lampiran 4. Peralatan Pencangkakan



Lampiran 5. Gambar Reaksi Ikat Silang dan Reaksi Kopolimerisasi Cangkok



Lampiran 6. Tabel Hubungan Antara Laju Alir Terhadap Persen Pencangkakan (%G) dan Massa O₃ yang Tidak Diserap Serat Rayon pada Pembentukan Serat Terikat Silang dengan NBA (waktu ozonasi 60 menit, NBA 1% pada suhu 70°C).

Laju Air (L/menit)	Volume Na ₂ S ₂ O ₃ (mL)	Massa O ₃ yang tidak diserap serat rayon (diserap larutan KI) (mg)	% G
0,3	0,83	41,08	21,72
0,6	1,20	59,39	16,28
1	1,78	88,09	11,35

Lampiran 7. Perhitungan Massa O₃ yang Tidak Serap Serat Rayon (Diserap Larutan KI)

- Metode yang digunakan adalah Titrasi Iodometri
- Digunakan 100 mL larutan KI 0,5 M dalam suasana asam untuk mengikat O₃ yang tidak diserap serat rayon.
- Sebanyak 25 ml larutan KI 0,5 M dititrasi dengan larutan Na₂S₂O₃ 0,5155 M yang telah distandarisasi dengan KIO₃ dengan indikator amilum.
- Contoh : Volume rata-rata Na₂S₂O₃ 0,5155 M yang digunakan sebanyak 0,83 ml, maka massa O₃ yang diserap larutan KI dapat dihitung berdasarkan persamaan reaksi berikut adalah :



- Jumlah mmol I₂ = (0,5 x 0,5155 x 0,83 x 4) = 0,856 mmol
- Mmol O₃ ~ mmol I ~ mmol I₂ = 0,856 mmol,
Maka massa O₃ = 0,856 x 48 = 41,08 mg

Lampiran 8. Tabel Hubungan Waktu Ozonasi Terhadap Persen Pencangkakan (%G) dan Massa O₃ yang Tidak Diserap Serat Rayon pada Pembentukan Serat Terikat Silang dengan NBA (laju alir 0,3 L/menit, NBA 1% pada suhu 70°C).

Waktu Ozonasi (menit)	Volume Na ₂ S ₂ O ₃ (mL)	Massa O ₃ yang tidak diserap serat rayon (diserap larutan KI) (mg)	% G
60	0,83	41,08	21,72
90	1,55	65,71	28,63
120	1,76	88,05	26,41

Lampiran 9. Tabel Hubungan Antara Konsentrasi dan Persen Pencangkakan (%G) pada Pembentukan Serat Terikat Silang dengan NBA (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 90 menit, suhu 70°C).

Konsentrasi NBA (%)	% G
1	28,63
3	34,62
5	46,62
7	38,12

Lampiran 10. Tabel Hubungan Suhu Pencangkakan dan Persen Pencangkakan (%G) pada Pembentukan Serat Terikat Silang (laju alir 0,3 L/min, NBA 5%, waktu ozonasi 90 menit).

Suhu (°C)	% G
60	40,63
70	46,62
80	49,49
90	49,45

Lampiran 11. Tabel Hubungan Suhu dan Persen Pencangkokan (%G) pada Pencangkokan Serat Terikat Silang dengan AAm (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit dan AAm 10% dengan waktu reaksi 60 menit)

Suhu (°C)	% G
50	57,60
60	67,48
70	84,92
80	79,65

Lampiran 12. Tabel Hubungan Waktu Pencangkokan dan Persen Pencangkokan (%G) pada Pencangkokan Serat Terikat Silang dengan AAm (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit dan AAm 10% pada suhu 70°C)

Waktu (menit)	% G
30	62,47
60	84,92
90	119,44
120	119,49

Lampiran 13. Tabel Hubungan Konsentrasi dan Persen Pencangkokan (%G) pada Pencangkokan Serat Terikat Silang dengan AAm (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit dan waktu reaksi 90 menit pada suhu 70°C).

Konsentrasi Akrilamid (%)	% G
10	119,44
20	135,24
30	152,46
40	152,53

Lampiran 14. Tabel Hubungan Suhu dan Persen Pencangkokan (%G) pada Pencangkokan Serat Terikat Silang dengan AA (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit dan AA 10% dengan waktu reaksi 60 menit)

Suhu (°C)	% G
40	98,82
50	108,25
60	104,56
70	94,86

Lampiran 15. Tabel Hubungan Waktu Pencangkokan dan Persen Pencangkokan (%G) pada Pencangkokan Serat Terikat Silang dengan AA (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit dan AA 10% pada suhu 50°C).

Waktu (menit)	% G
30	70,24
60	108,25
90	143,66
120	143,69

Lampiran 16. Tabel Hubungan Konsentrasi dan Persen Pencangkokan (%G) pada Pencangkokan Serat Terikat Silang dengan AA (laju alir 0,3 L/menit, waktu ozonasi 60 menit dan waktu reaksi 90 menit pada suhu 50°C).

Konsentrasi Asam Akrilat (%)	% G
10	143,66
20	157,19
30	169,77
40	169,73

Lampiran 17. Perhitungan Nilai Kapasitas Tukar Ion

Untuk R-NBA-g-AAm (%G =152,46), perhitungannya sebagai berikut :

- Sejumlah 50 ml HCl 0,1 N ditambahkan ke dalam kolom yang berisi 0,2000 gram serat termodifikasi (R-NBA-g-AAm)
- Kolom serat dicuci dengan aquades dan kelebihan asam dititrasi dengan 0,1 N NaOH
- Jika asam yang bereaksi dengan serat termodifikasi dimisalkan dengan x
Filtrat = yang tidak bereaksi dengan serat termodifikasi = sisa HCl 0,1 N
- Hasil titrasi 25 ml filtrat membutuhkan 23,9 ml NaOH 0,1 N (2,39 mek)
- Dalam 50 ml HCl yang dibutuhkan = 2,39 mek x 50 ml/25 ml
= 4,78 mek
- Jadi jumlah yang bereaksi, x = mek awal- mek hasil titrasi
= (5 - 4,78) mek
= 0,22 mek
- Kapasitas Tukar Ion = $\frac{\text{Jumlah mek yang bereaksi (mek)}}{\text{Berat serat termodifikasi}}$
= 0,22 mek/0,2000 g
= 1,1 mek/g

Untuk R-NBA-g-AA (%G =169,77), perhitungannya sebagai berikut :

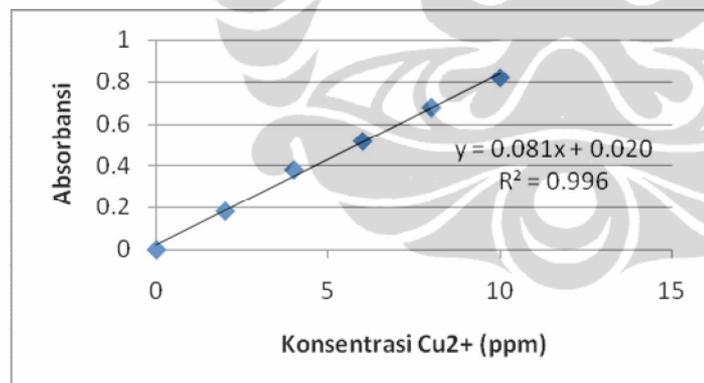
- Sejumlah 50 ml NaOH 0,1 N ditambahkan ke dalam kolom yang berisi 0,2000 gram serat termodifikasi (R-NBA-g-AA) yang sudah dalam bentuk hidrogen
- Kolom serat dicuci dengan aquades dan kelebihan basa dititrasi dengan 0,1 N HCl
- Jika basa yang bereaksi dengan serat termodifikasi dimisalkan dengan x
Filtrat = yang tidak bereaksi dengan serat termodifikasi = sisa NaOH 0,1 N
- Hasil titrasi 25 ml filtrat membutuhkan 24,3 ml HCl 0,1 N (2,43 mek)
- Dalam 50 ml NaOH yang dibutuhkan = 2,43 mek x 50 ml/25 ml
= 4,86 mek

- Jadi jumlah yang bereaksi, $x = \text{mek awal} - \text{mek hasil titrasi}$
 $= (5 - 4,86) \text{ mek}$
 $= 0,14 \text{ mek/g}$
- Kapasitas Tukar Ion $= \frac{\text{Jumlah mek yang bereaksi (mek)}}{\text{Berat serat termodifikasi}}$
 $= 0,14 \text{ mek}/0,2000 \text{ g}$
 $= 0,7 \text{ mek/g}$

Lampiran 18. Tabel Hasil Pengukuran AAS ion Cu^{2+} Standar

No.	Konsentrasi Cu^{2+} (ppm)	Absorbansi
1	2	0,1824
2	4	0,3806
3	6	0,5177
4	8	0,6788
5	10	0,8208

Lampiran 19. Kurva Kalibrasi Standar Cu^{2+}



Lampiran 20. Perhitungan Penyerapan Ion Cu^{2+} Pada pH 5

No.	Sampel	Absorbansi	[sisa],mg/L	[diserap],mg/g	Kd (L/g)
1	R-NBA-g-AAm (%G =152,46)	0,3130	3,62	15,95	4,41
2	R-NBA-g-AA (%G =169,77)	0,4004	4,70	13,25	2,82

Untuk R-NBA-g-AAm (%G =152,46), perhitungannya sebagai berikut :

- Dari kurva kalibrasi larutan standar Cu^{2+} diperoleh persamaan linear,
 $y = 0,081x + 0,020$
 $y = \text{Absorbansi}$
 $x = \text{Konsentrasi}$
- Absorbansi larutan sisa adalah 0,3130, dengan mensubstitusikan nilai y , maka nilai x (konsentrasi Cu^{2+} sisa) dapat dihitung.
 $0,3130 = 0,081x + 0,020$
 $x = (0,3130 - 0,020)/0,081$
 $x = 3,62 \text{ mg/L}$
- Konsentrasi Cu^{2+} awal = 10 ppm (10 mg/L)
Maka konsentrasi Cu^{2+} yang diserap = $(10 - 3,62) \text{ mg/L}$
 $= 6,38 \text{ mg/L}$
- Untuk 25 ml larutan Cu^{2+} 10 ppm (100 ppm Cu^{2+} diencerkan 10 kali) dengan 0,1 gram sampel, maka konsentrasi Cu^{2+} yang diserap untuk setiap gram sampel adalah :
 $(6,38 \text{ mg/L} \times 0,025 \text{ L} \times 10) / 0,1 \text{ g} = 15,95 \text{ mg/g}$
- $K_d = \frac{[\text{diserap}]_{\text{padat}}}{[\text{sisa}]_{\text{larutan}}} = \frac{15,95 \text{ mg/g}}{3,62 \text{ mg/L}} = 4,41 \text{ L/g}$

Untuk R-NBA-g-AA (%G =169,77), perhitungannya sebagai berikut :

- Dari kurva kalibrasi larutan standar Cu^{2+} diperoleh persamaan linear,
 $y = 0,081x + 0,020$
 $y = \text{Absorbansi}$
 $x = \text{Konsentrasi}$
- Absorbansi larutan sisa adalah 0,4004, dengan mensubstitusikan nilai y , maka nilai x (konsentrasi Cu^{2+} sisa) dapat dihitung.
 $0,4004 = 0,081x + 0,020$
 $x = (0,4004 - 0,020)/0,081$
 $x = 4,70 \text{ mg/L}$

- Konsentrasi Cu^{2+} awal = 10 ppm (10 mg/L)
Maka konsentrasi Cu^{2+} yang diserap = (10 - 4,70) mg/L
= 5,30 mg/L
- Untuk 25 ml larutan Cu^{2+} 10 ppm (100 ppm Cu^{2+} diencerkan 10 kali) dengan 0,1 gram sampel, maka konsentrasi Cu^{2+} yang diserap untuk setiap gram sampel adalah :
(5,30 mg/L x 0,025 L x 10)/ 0,1 g = 13,25 mg/g
- $$K_d = \frac{[\text{diserap}]_{\text{padat}}}{[\text{sisal}]_{\text{larutan}}} = \frac{13,25 \text{ mg/g}}{4,70 \text{ mg/L}} = 2,82 \text{ L/g}$$

