



UNIVERSITAS INDONESIA

PEMBUATAN SERAT RAYON TERIKAT SILANG
N,N'-METILENDIAKRILAMIDA (NBA) SEBAGAI MATRIKS
PENCANGKOKKAN ASAM AKRILAT (AA) DENGAN METODE OZONASI

SKRIPSI

RIRI AYU NASTITI

0706163294

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

DEPARTEMEN KIMIA

PROGRAM S1 REGULER

DEPOK

JANUARI 2012



UNIVERSITAS INDONESIA

PEMBUATAN SERAT RAYON TERIKAT SILANG
N,N'-METILENDIAKRILAMIDA (NBA) SEBAGAI MATRIKS
PENCANGKOKKAN ASAM AKRILAT (AA) DENGAN METODE OZONASI

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains

RIRI AYU NASTITI

0706163294

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

DEPARTEMEN KIMIA

PROGRAM S1 REGULER

DEPOK

JANUARI 2012

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Riri Ayu Nastiti

NPM : 0706163294

Tanda tangan : 

Tanggal : 10 Januari 2012



HALAMAN PENGESAHAN

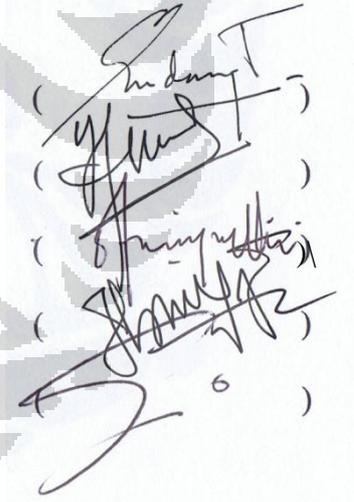
Skripsi ini diajukan oleh :

Nama : Riri Ayu Nastiti
NPM : 0706163294
Program Studi : Kimia
Judul Skripsi : Pembuatan Serat Rayon Terikat Silang
N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) sebagai Matriks
Pencangkokkan Asam Akilat (AA) dengan
Metode Ozonasi

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

DEWAN PENGUJI

Pembimbing I : Prof. Dr. Endang Asijati, M.Sc.
Pembimbing II : Dr. Helmiyati, M.Si.
Penguji I : Dr. Yoki Yulizar, M.Sc.
Penguji II : Dr. Yuni K. Krisnandi
Penguji III : Drs. Sunardi, M.Si.



(
(
(
(
(
(

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 10 Januari 2012

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur penulis panjatkan hanya kepada Allah SWT Tuhan semesta alam, atas segala nikmat, rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi ini. Penulisan skripsi ini merupakan salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sains Departemen Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

Penulis menyadari segala hambatan dan kesulitan selama penulisan ini tidak dapat di lewati tanpa bantuan, dukungan dan bimbingan dari berbagai pihak. Oleh karena itu penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Prof. Dr. Endang Asijati, M.Sc selaku pembimbing I dan Dr. Helmiyati, M.Si selaku pembimbing II, atas waktu, perhatian, pengertian, kesabaran, bimbingan dan dukungan sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
2. Drs. Erzi Rizal Azwar selaku Pembimbing Akademik atas perhatian, saran-saran dan semangat yang selalu diberikan kepada penulis selama masa perkuliahan dan penelitian.
3. Dr. Ridla Bakri, M. Phil selaku Ketua Departemen Kimia FMIPA UI, Dra. Tresye Utari, M.Si selaku Koordinator Penelitian, Ir. Hedi Surahman, M.Si selaku Koordinator Laboratorium Penelitian dan segenap dosen-dosen pengajar Departemen Kimia FMIPA UI atas ilmu pengetahuan yang telah diberikan kepada penulis selama berada di Kimia.
4. Dr. Asep Saefulmillah, M.Si dan Dr. Emil Budianto, M. Si atas pinjaman alat-alat penelitiannya.
5. Para staf dan karyawan Departemen Kimia FMIPA UI terutama Mba Ina, Mba Cucu, Mba Ema, Mba Tri, Pak Kiri, Pak Amin, Babe, Pak Marji, Mas Hadi dan yang tak bisa disebutkan satu persatu atas segala bantuan yang telah diberikan.
6. Kak Rasyid, Kak Puji, Kak Mila, Dio, Daniel, Rispa dan para staf afiliasi yang telah membantu Penulis dalam pengukuran instrumentasi.

7. Keluarga tercinta, papah Johansyah Arifin, Mamah Susilowati, Pakde Hanggoro, Bude Ida Risanti, Oom Gatot Satyadarma, adekku tersayang Rizaldi Fadillah Rahman, dan my 911 Khrist Prasatya atas semua kasih sayang, dukungan moril, dukungan materi, semangat, nasehat, dan doa yang selalu diberikan untuk penulis.
8. Seluruh keluarga besar mamah dan papah, terimakasih sebesar-besarnya atas bantuan dan doa yang diberikan.
9. Ricky Ferdianto Herlambang dan sahabat baikku Nabilah atas motivasi, semangat, doa dan dukungan yang kalian berikan selama ini.
10. Teman seperjuangan sepenelitian, Putri Lestari dan Pak Asep Setiawan yang telah memberikan bantuan, saran, serta nasihat selama penelitian.
11. Teman-teman baikku, Intan Putri S, Hellen Stephanie, Kurniyasari, Zetryana Puteri, Yuliga Setyawati dan Rani Afrianti atas bantuan, semangat dan doa yang diberikan kepada penulis.
12. Teman-teman penelitian lantai 3 dan lantai 4 yang tidak bisa disebutkan satu per satu, terima kasih telah banyak membantu penulis selama masa-masa penelitian.
13. Teman-teman HMD Kimia 2008 dan 2009 khususnya Departemen Pengembangan Ilmiah atas segala pengalaman dan pelajaran yang diperoleh penulis selama masa kepengurusan himpunan.
14. Seluruh teman-teman angkatan 2007 atas tawa, canda, suka, duka, dan hari-hari indah yang telah dilalui, kak Yudha Aulia Syahbani dan kak Bramantya Nidyapati (Kim'06), serta seluruh teman-teman angkatan 2008 dan 2009 atas doa, dukungan dan semangat yang diberikan.

Akhir kata, penulis memohon maaf jika terdapat kesalahan dan kekhilafan. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan.

Penulis

2012

HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

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

Nama : Riri Ayu Nastiti
NPM : 0706163294
Program Studi : Kimia (S1)
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis Karya : Skripsi

demikian 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:

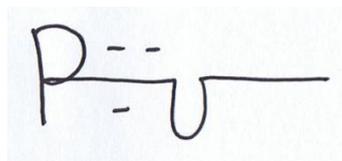
Pembuatan Serat Rayon Terikat Silang N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) sebagai Matriks Pencangkokkan Asam Akrilat (AA) dengan Metode Ozonasi

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir saya tanpa meminta izin dari saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok
Pada tanggal : 10 Januari 2012

Yang menyatakan,



Riri Ayu Nastiti

ABSTRAK

Nama : Riri Ayu Nastiti
Program Studi : Kimia
Judul : Pembuatan Serat Rayon Terikat Silang
N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) sebagai Matriks
Pencangkokkan Asam Akrilat (AA) dengan Metode Ozonasi

Telah disintesis serat rayon terikat silang N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) sebagai matriks pencangkokkan asam akrilat (AA) yang memiliki derajat pengembangan dalam air berkisar antara 300-400% serta tahan terhadap kondisi asam dan basa. Inisiasi ikat silang dan pencangkokkan monomer dilakukan dengan metode ozonasi dalam udara. Metode ini dapat digunakan untuk memisahkan, mengontrol dan mengoptimasi pembentukan ikat silang dan pencangkokkan monomer AA dalam media N₂. Gugus peroksida dan hidroperoksida yang terbentuk pada serat rayon pada berbagai variasi laju alir, waktu ozonasi, berat dan kerapatan serat ditentukan dengan metode iodometri dalam fasa organik. Pembentukan ikat silang dilakukan pada berbagai konsentrasi monomer dan suhu reaksi. Pencangkokkan AA pada serat yang telah terikat silang dilakukan melalui variasi waktu ozonasi kembali dan konsentrasi monomer. Serat rayon-co-NBA-g-Poliakrilat yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan FTIR. Kadar peroksida pada serat semakin tinggi dengan meningkatnya laju alir dan waktu ozonasi. Hasil yang diperoleh menunjukkan makin tinggi derajat ikat silang, makin sedikit AA yang dapat tercangkok. Derajat pengembangan dan ketahanan serat terhadap kondisi asam dan basa dipengaruhi oleh banyaknya ikat silang dan kadar AA tercangkok. Semakin banyak jumlah ikat silang pada serat, derajat pengembangan akan menurun dan ketahanan terhadap kondisi asam dan basa meningkat.

Kata kunci : Rayon, Adsorben, N,N'-Metilendiakrilamida (NBA), Asam Akrilat, Ozonasi, Kopolimerisasi cangkok
xii + 62 halaman : Gambar 29; Tabel 2; Lampiran 16
Bibliografi : 53 (1942 - 2011)

ABSTRACT

Name : Riri Ayu Nastiti
Department : Chemistry
Title : Synthesis of Cross-linked Rayon Fiber with
N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) as a Matrix for Graft
Copolymerization of Acrylic Acid by Ozonation Method

Cross-linked rayon fiber with N,N'-Methylenediacrylamide (NBA) as graft copolymerization matrix of acrylic acid (AA) has been synthesized. The grafted fibers which is resistant to acidic and alkaline conditions shown degree of swelling between 300-400%. The initiation of the cross-link formation and graft copolymerization of monomer were carried out by ozonation method in the air. This method can be used to separate, to control and to optimize the cross-link process and graft copolymerization of AA in the media of N₂. Peroxide and hydroperoxide groups formed on the rayon fibers at various flow rate, ozonation time, weight and density were determined by iodometric method in the organic phase. Cross-linked rayon fibers was prepared at various monomer concentrations and reaction temperature. The graft copolymerization of acrylic acid on the cross-linked fiber is conducted at various ozonation time and AA concentration. Rayon fiber-co-NBA-graft-Polyacrylic were characterized using FTIR. Peroxide concentration on the rayon fibers increases with flow rate and ozonation time. The result showed the increases in degree of cross-linking will decreases the amount of AA grafted. It was observed that the fiber swelling and resistant to acidic and alkaline conditions were depend on degree of crosslinking and the total of carboxylic group grafted onto rayon fiber. The higher concentration of cross-linking agent, the degree of swelling will be lower and stability in acidic and alkaline condition will be increases.

Keywords : Rayon, Adsorbents, N,N'-Metilendiakrilamida (NBA), Acrylic Acid, Ozonation, Graft Copolymerization
xii+ 62 pages : Pictures 29; Tables 2; Attachments 16
Bibliography : 53 (1942 - 2011)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT.....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xii
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang Penelitian.....	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Hipotesis.....	4
1.4 Tujuan Percobaan.....	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Serat	5
2.1.1 Serat Rayon.....	6
2.2 Ikat Silang (Cross-Link).....	7
2.2.1 Agen Pengikat Silang N,N'-Metilendiakrilamida (NBA)	7
2.3 Monomer Asam Akrilat	8
2.4 Ozon dan Ozonasi	8
2.5 Polimerisasi.....	9
2.5.1 Kopolimerisasi dan Struktur Polimer.....	10
2.6 Kopolimerisasi Cangkok pada Selulosa.....	11
2.7 Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red (FTIR).....	13
BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN	17
3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian.....	17
3.2 Alat dan Bahan.....	17
3.2.1 Alat	17
3.2.2 Bahan	18
3.3 Prosedur Kerja.....	18
3.3.1 Penyiapan Larutan	18
3.3.2 Penyiapan Serat Rayon	19
3.3.3 Kalibrasi Ozonisator	19
3.3.4 Optimasi Penyerapan Ozon pada Serat Rayon	19
3.3.4.1 Pengaruh Variasi Waktu Ozonasi dan Laju Alir.....	19
3.3.4.2 Pengaruh Variasi Berat Serat	20
3.3.4.3 Pengaruh Variasi Kerapatan Serat	20
3.3.5 Proses Pencangkokan.....	20

3.3.6	Optimasi Pembentukan Ikat Silang N,N'-Metilendiakrilamida (NBA)	21
3.3.6.1	Pengaruh Variasi Suhu	21
3.3.6.2	Pengaruh Variasi Konsentrasi	21
3.3.7	Penyerapan Ozon pada Serat Terikat Silang	21
3.3.8	Pencangkokkan Asam Akrilat pada Serat Terikat Silang	21
3.3.8.1	Pengaruh Variasi Waktu Ozonasi Kembali	21
3.3.8.2	Pengaruh Variasi Konsentrasi Monomer	21
3.3.9	Karakterisasi	22
3.3.9.1	Penentuan Derajat Pengembangan Serat	22
3.3.9.2	Uji Ketahanan terhadap Asam dan Basa	22
BAB 4.	HASIL DAN PEMBAHASAN	23
4.1	Penentuan Karakteristik Alat Ozonisator	23
4.2	Penyerapan Ozon pada Serat Rayon	26
4.2.1	Pengaruh Variasi Waktu Ozonasi dan Laju Alir	27
4.2.2	Pengaruh Variasi Berat Serat	29
4.2.3	Pengaruh Variasi Kerapatan Serat	30
4.3	Optimasi Pembentukan Ikat Silang N,N'-Metilendiakrilamida (NBA)	31
4.3.1	Pengaruh Variasi Suhu	32
4.3.2	Pengaruh Variasi Konsentrasi	34
4.4	Penyerapan Ozon pada Serat Terikat Silang	36
4.5	Pencangkokkan Asam Akrilat	37
4.5.1	Pengaruh Variasi Waktu Ozonasi Kembali	37
4.5.2	Pengaruh Variasi Konsentrasi Monomer	39
4.6	Mekanisme Pencangkokkan dengan Metode Ozonasi	41
4.7	Karakterisasi	41
4.7.1	FTIR	41
4.7.2	Penentuan Derajat Pengembangan Serat	44
4.7.3	Ketahanan terhadap Asam dan Basa	46
BAB 5.	KESIMPULAN DAN SARAN	48
5.1	Kesimpulan	48
5.2	Saran	49
	DAFTAR PUSTAKA	50
	LAMPIRAN	54

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Klasifikasi Serat	5
Gambar 2.1.1	Struktur Kimia Selulosa	6
Gambar 2.2.1	Struktur N,N'-Metilendiakrilamida.....	8
Gambar 2.3	Struktur Asam Akrilat	8
Gambar 2.5.1	Klasifikasi Kopolimer Berdasarkan Susunan Monomernya....	10
Gambar 2.6 (a)	Gambaran Skematik Kopolimerisasi Cangkok pada Selulosa.	12
Gambar 2.6 (b)	Gambaran Skematik dari Pendekatan “grafting-to”	12
Gambar 2.6 (c)	Gambaran Skematik dari Pendekatan “grafting-from”	13
Gambar 2.6 (d)	Gambaran Skematik dari Pendekatan “grafting-through”	13
Gambar 2.7	Perbandingan Sistem Optik pada IR dan FTIR	14
Gambar 2.7.1	Prinsip Kerja Interferometer.....	15
Gambar 4.1	Hubungan antara waktu ozonasi dengan berat O ₃ total yang dihasilkan pada berbagai laju alir	25
Gambar 4.2 (a)	Serat sebelum dititrasi	27
Gambar 4.2 (b)	Setelah dititrasi menggunakan N ₂ S ₂ O ₃	27
Gambar 4.2.1 (a)	Hubungan antara waktu ozonasi dengan jumlah ozon yang terserap oleh serat rayon pada berbagai laju alir	27
Gambar 4.2.1 (b)	Hubungan antara waktu ozonasi dengan kerapatan ozon yang terserap oleh serat rayon pada berbagai laju alir	28
Gambar 4.2.2 (a)	Hubungan antara berat serat dengan jumlah ozon yang diserap	29
Gambar 4.2.2 (b)	Hubungan antara berat serat dengan kerapatan ozon yang diserap	29
Gambar 4.2.3 (a)	Hubungan antara kerapatan serat dengan jumlah ozon yang terserap oleh serat rayon.....	31
Gambar 4.2.3 (b)	Hubungan antara kerapatan serat dengan kerapan ozon yang terserap per gram serat rayon.....	31
Gambar 4.3.1	Pengaruh suhu pencangkokkan terhadap kadar pencangkokkan N,N'-Metilendiakrilamida (NBA).....	33
Gambar 4.3.2	Pengaruh konsentrasi NBA terhadap kadar pencangkokkan NBA.....	35
Gambar 4.4 (a)	Pengaruh waktu ozonasi kembali terhadap jumlah ozon yang diserap oleh serat pada berbagai konsentrasi NBA	36
Gambar 4.4 (b)	Pengaruh waktu ozonasi kembali terhadap kerapatan ozon per gram serat pada berbagai konsentrasi NBA	37
Gambar 4.5.1	Pengaruh waktu ozonasi kembali terhadap kadar pencangkokkan asam akrilat pada berbagai konsentrasi NBA.....	38
Gambar 4.5.2	Pengaruh konsentrasi asam akrilat terhadap kadar pencangkokkan asam akrilat	40
Gambar 4.6.1 (a)	Spektrum inframerah serat rayon asli.....	42
Gambar 4.6.1 (b)	Spektrum inframerah serat rayon-co-NBA	43
Gambar 4.6.1 (c)	Spektrum inframerah serat rayon-co-NBA-g-Poliakrilat	43

DAFTAR TABEL

Tabel 4.5.2	Uji pengembangan serat rayon asli, serat rayon-g-Poliakrilat dan serat rayon-co-NBA-g-Poliakrilat	45
Tabel 4.5.3	Ketahanan serat rayon asli, serat rayon-g-Poliakrilat dan serat rayon-co-NBA-g-Poliakrilat dalam kondisi asam dan basa	46

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1.	Spesifikasi serat rayon.....	54
Lampiran 2.	Sistematika kerja	54
Lampiran 3.	Ilustrasi proses pembuatan adsorben berbasis serat rayon dengan gugus fungsi asam akrilat	55
Lampiran 4.	Data titrasi iodometri untuk penentuan berat ozon total pada kalibrasi ozonisator.....	55
Lampiran 5	Pengaruh waktu ozonasi dan laju alir terhadap penyerapan ozon pada serat.....	56
Lampiran 6.	Pengaruh berat serat terhadap penyerapan ozon pada serat	57
Lampiran 7.	Pengaruh kerapatan serat terhadap penyerapan ozon pada serat.....	57
Lampiran 8.	Pengaruh suhu pencangkokkan terhadap kadar pencangkokkan NBA	58
Lampiran 9.	Pengaruh konsentrasi NBA terhadap kadar pencangkokkan NBA	58
Lampiran 10.	Pengaruh konsentrasi NBA dan waktu ozonasi kembali terhadap jumlah ozon yang terserap pada serat.....	59
Lampiran 11.	Pengaruh konsentrasi NBA dan waktu ozonasi kembali terhadap kadar pencangkokkan asam akrilat.....	60
Lampiran 12.	Perbandingan rasio mol asam akrilat dengan mol ozon yang Terserap.....	60
Lampiran 13	Pengaruh variasi konsentrasi asam akrilat terhadap kadar pencangkokkan asam akrilat	61
Lampiran 14	Uji pengembangan serat rayon asli, serat rayon-g-Poliakrilat dan serat rayon-co-NBA-g-Poliakrilat	61
Lampiran 15	Spektrum FTIR gabungan serat rayon asli, serat rayon-co-NBA dan serat rayon-co-NBA-g-Poliakrilat	62
Lampiran 16.	Spektrum FTIR gabungan serat rayon asli, serat rayon-co-NBA dan serat rayon-co-NBA-g-Poliakrilat tanpa <i>grafting</i>	62

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Penukar ion merupakan metode pemisahan dan pemekatan yang telah digunakan secara ekstensif dalam berbagai aplikasi seperti pengolahan air limbah, industri kimia dan industri farmasi. Penukar ion yang baik adalah penukar ion yang memiliki selektifitas dan kapasitas pertukaran yang tinggi, stabil terhadap termal dan kimia serta memiliki laju pertukaran yang tinggi^[1,2,3]. Kapasitas dan selektifitas pertukaran dipengaruhi oleh jenis dan banyaknya gugus fungsi yang terdapat pada penukar ion tersebut, sedangkan laju pertukaran berhubungan dengan laju difusi ion-ion ke dalam matriks polimer.

Penelitian untuk mengembangkan penukar ion dilakukan dengan menggunakan hampir semua material polimer yang ada baik alami, semi sintetik maupun sintetik. Terbatasnya penggunaan penukar ion alami menyebabkan para peneliti beralih kepada suatu penukar ion sintetik yang disebut resin. Resin yang ada sekarang umumnya adalah resin sintesis yang berbentuk granular. Resin sintesis ini memiliki berbagai keunggulan seperti tahan terhadap zat kimia dan kapasitas pertukaran ion yang tinggi sehingga memungkinkan digunakan untuk berbagai aplikasi. Akan tetapi resin ini tidak ramah lingkungan karena sulit terdegradasi di alam. Selain itu, peningkatan kapasitas dan laju pertukaran melalui penurunan ukuran partikel resin sulit dilakukan karena memerlukan wadah dan tekanan yang tinggi. Oleh karena itu, pengembangan penukar ion berbahan dasar serat sebagai pengganti resin sintesis ini menarik untuk diteliti.

Penukar ion berbahan dasar material serat alami menjadi sangat menarik karena penukar ion ini memiliki kapasitas dan laju pertukaran yang tinggi, dapat didegradasi dan divariasikan bentuknya sesuai dengan aplikasinya, serta mudah didapat dengan harga murah. Modifikasi serat selulosa dengan GMA-Sulfonat misalnya telah dilaporkan memiliki kemampuan untuk mengabsorpsi zat warna anionik, kobalt dan fenol^[4]. Salah satu jenis serat yang mulai banyak dikembangkan sebagai matriks adsorben penukar ion adalah serat rayon yang bersifat *biodegradable* dan *biocompatible* terhadap lingkungan. Serat rayon yang

merupakan hasil regenerasi serat selulosa dapat digunakan sebagai matriks penukar ion melalui pencangkokan asam akrilat^[5]. Penggunaan serat rayon sebagai matriks pencangkokan monomer fungsional asam akrilat menghasilkan serat yang memiliki elastisitas tinggi^[6]. Selain itu, modifikasi serat rayon sebagai adsorben penukar ion dengan gugus fungsi amida juga dilaporkan mempunyai kemampuan mengadsorpsi logam-logam berat seperti Cu^{2+} , Co^{2+} dan Ni^{2+} ^[7].

Metode kopolimerisasi cangkok telah banyak dikembangkan dalam industri polimer untuk memodifikasi sifat permukaan polimer. Metode ini memungkinkan untuk mencangkokkan berbagai monomer dengan gugus fungsi tertentu pada berbagai matriks polimer baik dalam bentuk butiran, film atau serat untuk tujuan tertentu^[8,9]. Pada beberapa tahun terakhir, penelitian tentang modifikasi serat alami dengan kopolimerisasi cangkok monomer-monomer vinyl banyak dilakukan menggunakan jenis inisiator yang berbeda-beda^[10,11,12,13]. Kopolimerisasi cangkok dengan menggunakan inisiator kimia sangat bergantung pada suhu dan memerlukan katalis dalam proses inisiasinya. Selain itu, jumlah pencangkokkan sangat bergantung kepada konsentrasi dan kemurnian inisiator^[14]. Pada penggunaan inisiator fotokimia seperti sinar UV, proses pencangkokkan monomer membutuhkan waktu yang agak lama^[15]. Sementara itu dengan metode radiasi diperlukan biaya yang cukup mahal dan serat menjadi mudah rusak^[16]. Metode ozonasi merupakan metode inisiasi termal yang memiliki banyak kelebihan seperti, murah dan mudah dalam pengerjaannya, mampu membentuk peroksida yang terdistribusi seragam pada permukaan polimer, serta dapat diaplikasikan pada permukaan polimer yang memiliki bentuk geometri rumit^[17]. Metode ini dapat digunakan untuk memasukkan monomer-monomer hidrofilik melalui kopolimerisasi cangkok ke dalam polipropilen untuk meningkatkan hidrofilisitasnya^[18], atau memodifikasi film poli(eter-uretane) (SPEU) untuk meningkatkan hemokompatibilitasnya^[17]. Selain itu, kondisi pencangkokkan monomer mudah dikontrol sehingga memungkinkan dilakukannya pengontrolan kerapatan gugus fungsi melalui pengaturan kondisi ozonasi^[19].

Selain memiliki banyak keunggulan, serat alami juga memiliki beberapa kelemahan untuk digunakan sebagai kerangka pencangkokkan monomer seperti mudah terdegradasi dan mudah terhidrolisis. Agar dapat digunakan sebagai

kerangka pencangkokkan berbagai monomer untuk selanjutnya dimanfaatkan sebagai adsorben maka serat tersebut harus diperkuat dengan pembentukan ikat silang. Pada metode inisiasi radiasi dan kimia, proses penguatan serat dan pencangkokkan monomer dilakukan bersamaan sehingga sulit dilakukan pengontrolan. Metode ozonasi memungkinkan untuk memisahkan kedua proses tersebut yaitu penguatan serat dan pencangkokkan monomer sehingga masing-masing proses dapat dikontrol dengan baik^[19].

Serat rayon memiliki derajat kristalinitas yang lebih rendah dibandingkan selulosa sehingga difusi monomer fungsional ke dalam polimer utama yaitu serat rayon akan lebih mudah dilakukan. Pada penelitian ini, kopolimerisasi cangkok pada serat rayon dilakukan dengan menggunakan metode inisiasi ozonasi. Metode ozonasi dipilih sebagai metode inisiasi pada proses pencangkokkan karena metode ini lebih lunak, dapat dikontrol dan memungkinkan inisiasi terhadap serat dilakukan beberapa kali, sehingga tahap pembentukan ikat silang dan pencangkokkan monomer dapat dilakukan secara terpisah. Serat rayon yang telah diozonasi diperkuat melalui pembentukan ikat silang dengan N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) agar diperoleh serat terikat silang dengan derajat pengembangan berkisar antar 300-400% dan tahan terhadap kondisi asam dan basa. Selanjutnya, dilakukan pencangkokkan monomer Asam Akrilat (AA) pada serat terikat silang yang sebelumnya telah diozonasi kembali. Percobaan dilakukan dengan memvariasikan waktu ozonasi, laju alir ozon, temperatur kopolimerisasi, konsentrasi agen pengikat silang, waktu ozonasi kembali dan konsentrasi monomer. Pada kopolimer cangkok yang dihasilkan dilakukan karakterisasi gugus fungsi, sifat-sifat fisik secara umum, derajat pengembangan serat dan ketahanan terhadap kondisi PH asam dan basa.

1.2 Perumusan Masalah

Penggunaan serat rayon sebagai polimer utama pencangkokkan asam akrilat akan menghasilkan sifat hidrofilik yang tinggi yang menyulitkan dalam aplikasi sebagai adsorben penukar ion. Selain itu, serat rayon juga mudah terhidrolisis dalam asam. Untuk meningkatkan kestabilan serat dan menurunkan derajat pengembangan diperlukan adanya ikat silang antar rantai serat. Pembentukan ikat

silang dan pencangkokkan monomer asam akrilat memerlukan tahap inisiasi terlebih dahulu. Pada proses inisiasi radiasi dan kimia, pembentukan ikat silang dan pencangkokkan monomer dilakukan bersamaan sehingga sulit dilakukan pengontrolan terhadap masing-masing tahap.

1.3 Hipotesis

1. Kerapatan pembentukan peroksida dan hidroperoksida pada serat rayon merupakan fungsi dari waktu dan laju alir proses ozonasi.
2. Jumlah monomer tercangkok sebanding dengan jumlah ozon yang diserap oleh serat.
3. Metode ozonasi dapat digunakan untuk mengoptimasi dan mengontrol pembentukan ikat silang N,N'-Metilendiakrilamida dan pencangkokkan monomer asam akrilat.

1.4 Tujuan Percobaan

Penelitian ini bertujuan untuk membuat serat rayon terikat silang N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) sebagai matriks pencangkokkan gugus fungsi asam akrilat dengan metode ozonasi dalam udara. Serat rayon yang dihasilkan diharapkan memiliki derajat pengembangan (*swelling*) dalam asam dan basa yang tidak terlalu besar sehingga dapat digunakan dalam kolom dan tahan terhadap kondisi asam dan basa agar dapat diregenerasi kembali. Secara khusus, pada penelitian ini akan dipelajari:

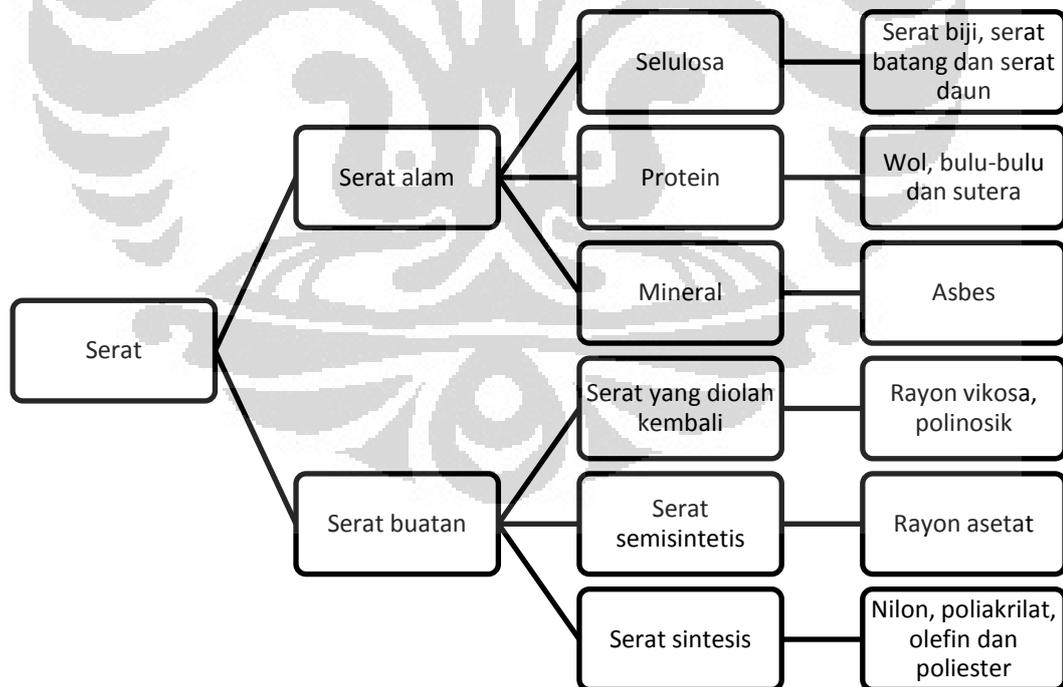
1. Pengaruh laju alir, lama ozonasi, berat dan tinggi (kerapatan) serat terhadap efisiensi penyerapan ozon oleh serat.
2. Hubungan antara jumlah ozon yang diserap dengan jumlah monomer N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) terikat silang untuk memperoleh efisiensi proses penguatan serat melalui variasi suhu dan konsentrasi, agar serat rayon yang dihasilkan dapat menjadi matriks pencangkokkan monomer yang stabil (tahan terhadap kondisi asam dan basa) dan memiliki derajat pengembangan dalam air berkisar antara 300-400%.
3. Hubungan antara waktu ozonasi kembali dengan jumlah monomer asam akrilat tercangkok.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Serat

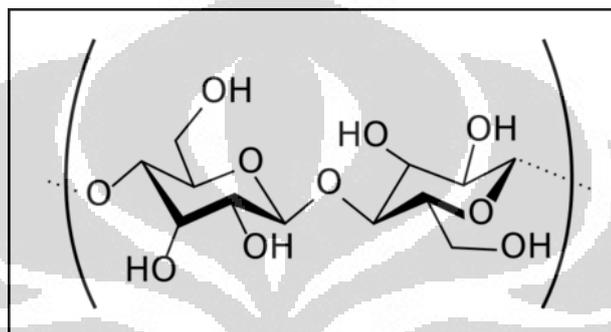
Serat adalah polimer yang memiliki perbandingan panjang molekul terhadap diameter molekulnya kira-kira 100:1 dan dicirikan oleh modulus dan kekuatannya yang tinggi, elongasi atau daya rentang yang baik, stabilitas panas yang baik, spinabilitas atau kemampuan untuk diubah menjadi filamen-filamen dan sejumlah sifat-sifat lain yang bergantung pada apakah ia dipakai dalam tekstil, kawat, tali, kabel dan lain-lain^[20, 21]. Serat dapat diklasifikasikan menjadi dua, yaitu serat alam dan serat sintetis. Serat alam adalah serat yang diproduksi oleh tumbuh-tumbuhan, hewan, dan proses geologis. Serat jenis ini bersifat dapat mengalami pelapukan. Serat sintetis atau serat buatan adalah serat yang umumnya berasal dari bahan petrokimia. Namun demikian, ada pula serat sintetis yang dibuat dari selulosa alami seperti rayon^[22]. Klasifikasi serat dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Klasifikasi Serat^[23]

2.1.1 Serat Rayon

Serat rayon adalah serat semisintesis yang merupakan hasil regenerasi selulosa sehingga tidak dapat digolongkan sebagai serat sintetis atau serat alami yang sesungguhnya^[24,25]. Selulosa merupakan komponen utama dinding sel tumbuhan yang mempunyai sifat tidak larut dalam air, tidak berasa, dan merupakan karbohidrat yang tidak mereduksi^[8]. Struktur kimia selulosa dapat dilihat pada Gambar 2.1.1.



Gambar 2.1.1 Struktur Kimia Selulosa^[26]

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 14.000 satuan. Rantai-rantai selulosa ini terdapat sebagai berkas-berkas terpuntir mirip tali, yang terikat satu sama lain dengan ikatan hidrogen. Serat selulosa adalah suatu adsorben yang mempunyai luas permukaan besar dan derajat pengembangan dalam air yang tinggi^[27].

Serat rayon mempunyai bagian-bagian yang berupa kristal dan amorf, dengan derajat kristalinitas berkisar antara 40-60%. Kadar bagian kristal serat rayon ini lebih rendah dibandingkan dengan kapas yang mencapai 80%. Hal ini menyebabkan serat rayon memiliki daya serap terhadap air lebih tinggi, namun kekuatan dan stabilitasnya lebih rendah daripada kapas. Rayon kehilangan kekuatan di atas suhu 149⁰C, dan terdekomposisi pada 177⁰C sampai 204⁰C. 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^[8]. Dalam industri tekstil, kain rayon

dikenal dengan nama rayon viskosa atau sutra buatan. Kain ini biasanya terlihat berkilau dan tidak mudah kusut.

2.2 Ikat Silang (*cross-link*)

Ikat silang adalah ikatan kimia permanen yang menghubungkan antara molekul atau rantai-rantai polimer yang sebelumnya terpisah. Ikatan ini dapat berupa ikatan kovalen ataupun ikatan ionik. Adanya ikatan dan distribusinya berpengaruh pada densitas, struktur kimia, mobilitas dan morfologinya^[28].

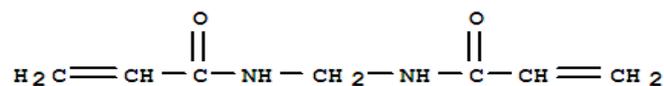
Polimer terikat silang kimia adalah polimer yang memiliki ikatan kovalen atau ion antar rantainya untuk membentuk suatu jaringan. Pada dasarnya pembentukan ikat silang dapat dilakukan dengan menggunakan monomer-monomer polifungsional selama proses polimerisasi atau dalam suatu tahap proses yang terpisah setelah polimer linear atau bercabang terbentuk^[21]. Monomer-monomer polifungsional yang digunakan dalam pembentukan ikat silang seperti N, N'-Metilendiakrilamida dan Divinil Benzena sering disebut sebagai agen pengikat silang.

Polimer terikat silang bersifat *insoluble* atau tidak larut dalam pelarut tetapi hanya mengembang. Ketidaklarutan ini dapat dijadikan sebagai kriteria adanya struktur terikat silang. Densitas pengikatan silang pada suatu material polimer sangat mempengaruhi derajat pengembangannya. Semakin banyak terdapat agen pengikat silang maka derajat pengembangan dari suatu material polimer akan semakin kecil.

2.2.1 Agen Pengikat Silang N,N'-Metilendiakrilamida (NBA)

Agen pengikat silang dapat dikenali dari dua atau lebih gugus yang dapat dipolimerisasi dalam setiap molekulnya. Polimerisasi mengarah pada pembentukan struktur tiga dimensi, terikat silang, dan tidak larut (*insoluble*)^[8].

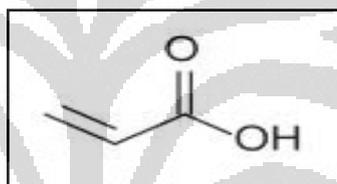
N,N'-Metilendiakrilamida merupakan monomer polifungsional yang mempunyai dua gugus fungsi yang dapat dipolimerisasi sehingga dapat digunakan sebagai agen pengikat silang. NBA larut baik dalam campuran air:metanol (9:1). NBA banyak digunakan sebagai agen pengikat silang gel akrilamida untuk elektroforesis protein. Struktur NBA dapat dilihat pada Gambar 2.2.1.



Gambar 2.2.1 Struktur N,N'-Metilendiakrilamida^[29]

2.3 Monomer Asam Akrilat

Monomer asam akrilat, atau dikenal juga dengan asam vinil format, merupakan monomer asam karboksilat tak jenuh paling sederhana. Monomer ini memiliki gugus vinil yang langsung terhubung dengan gugus karboksilat, sehingga mudah dicangkok pada serat rayon. Asam akrilat berbentuk cairan bening dengan bau yang menyengat dan mudah menguap. Monomer ini bersifat hidrofilik sehingga mudah larut di dalam pelarut air atau alkohol. Struktur asam akrilat dapat dilihat pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Struktur Asam Akrilat^[30]

2.4 Ozon dan Ozonasi

Ozon adalah gas yang tidak stabil, mendidih pada temperatur -112°C dalam tekanan atmosfer^[31]. Pada konsentrasi kurang dari 1 ppm di udara mempunyai bau menusuk yang khas seperti belerang dioksida, bawang putih (*garlic*) dan klorin. Ozon merupakan gas toksik yang pada konsentrasi lebih dari 2 ppm dapat menyebabkan iritasi pada saluran pernafasan dan kerusakan jaringan. Ozon memiliki potensial oksidasi 2,07 volt dalam suasana alkali sehingga dapat digunakan sebagai oksidator kuat yang dapat mengoksidasi berbagai macam larutan organik termasuk jaringan tubuh manusia. Dalam larutan, ozon relatif tidak stabil. Pada suhu 20°C ozon mempunyai waktu paruh 20-30 menit jika dilarutkan dalam air suling. Ozon lebih stabil di udara daripada di dalam air terutama udara kering.

Ozon dapat terbentuk melalui tumbukan tiga molekul^[32], yaitu antara intermediet atom oksigen, molekul oksigen dan molekul ketiga, X. Reaksinya dapat dinyatakan sebagai berikut:



Molekul ketiga, X adalah molekul gas lain ataupun suatu katalis aktif permukaan. Dari reaksi tersebut dapat diperkirakan bahwa jumlah ozon yang terbentuk bergantung dari tekanan gas. Pada tekanan atmosfer, atom-atom oksigen akan mengalami kira-kira satu juta tumbukan tiga atom tiap satu detik, dan mengakibatkan terbentuknya ozon.

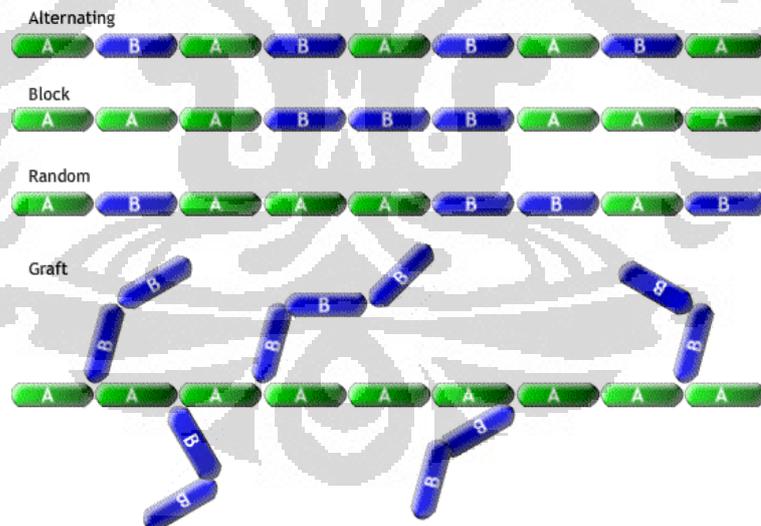
Ozonasi adalah suatu proses pembentukan peroksida pada permukaan polimer melalui paparan ozon (O_3). Setiap molekul ozon yang diserap oleh polimer akan menghasilkan satu molekul peroksi^[33]. Selanjutnya radikal peroksi ini akan menginisiasi proses degradasi makromolekul. Ozonisasi pada selulosa akan menyebabkan terbentuknya radikal bebas pada selulosa. Letak radikal bebas yang terbentuk dalam selulosa kemungkinan besar terletak pada atom C1 dan C4 dari glukosa^[19]. Hal ini disebabkan karena pada atom C1 dan C4 terdapat ikatan β -glikosida. Ikatan ini merupakan ikatan terlemah yang terdapat dalam rantai selulosa. Terbentuknya radikal bebas pada atom C1 dan C4 inilah yang menyebabkan terjadinya depolimerisasi molekul selulosa sehingga jumlah rantainya berkurang.

2.5 Polimerisasi

Polimerisasi adalah proses pembentukan senyawa polimer dengan berat molekul tinggi dari unit-unit monomer yang berat molekulnya rendah. Menurut Carothers, proses polimerisasi dapat dibagi menjadi dua jenis, yaitu polimerisasi adisi dan polimerisasi kondensasi^[21]. Polimerisasi adisi melibatkan reaksi rantai yang disebabkan oleh radikal bebas atau ion dan terjadi pada senyawa yang memiliki ikatan rangkap dua atau tiga. Polimerisasi kondensasi melibatkan reaksi kondensasi antara dua molekul dengan melepaskan satu molekul kecil seperti air.

2.5.1 Kopolimerisasi dan Struktur Kopolimer

Polimer dibedakan menjadi dua, yaitu homopolimer dan kopolimer. Homopolimer adalah polimer yang tersusun dari satu jenis monomer, dan prosesnya disebut sebagai homopolimerisasi. Kopolimer adalah polimer yang terbentuk dari dua atau lebih monomer. Berdasarkan susunan monomernya maka kopolimer dapat dibedakan menjadi empat macam, yaitu kopolimer selang-seling, kopolimer blok, kopolimer acak dan kopolimer cangkok^[34]. Kopolimer selang-seling adalah kopolimer yang terdiri atas beberapa monomer yang tersusun secara berselang-seling dalam rantai polimer. Kopolimer blok adalah polimer yang terdiri dari beberapa gabungan unit monomer yang tersusun berselang-seling dengan gabungan unit monomer lainnya dalam rantai polimer. Kopolimer acak adalah kopolimer yang terdiri atas monomer-monomer berbeda yang tersusun secara acak dalam rantai polimer. Kopolimer cangkok adalah kopolimer yang memiliki satu jenis monomer yang menempel pada kerangka polimer utama. Gambaran skematik dari klasifikasi kopolimer berdasarkan susunan monomernya dapat dilihat pada Gambar 2.5.1.



Gambar 2.5.1 Klasifikasi Kopolimer berdasarkan Susunan Monomernya^[35]

Kopolimer cangkok adalah salah satu jenis kopolimer, yang dapat menghasilkan fungsi spesifik tertentu melalui proses pencangkokkan pada rantai polimer utama (*backbone*) suatu makromolekul lain dengan reaksi kimia. Adanya ikatan kovalen antara rantai cangkok dengan polimer utamalah yang menjamin

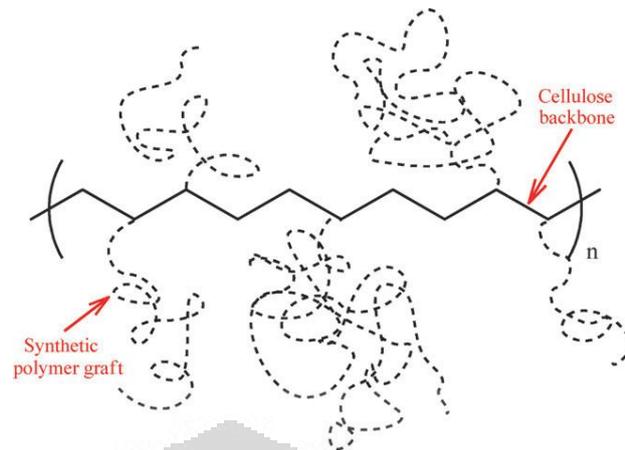
sifat permanen modifikasi. Reaksi pencangkokan telah banyak digunakan untuk memodifikasi sifat fisik dan kimia polimer.

2.6 Kopolimerisasi Cangkok pada Selulosa^[36]

Sebuah kopolimer cangkok umumnya terdiri atas polimer rantai panjang dari satu jenis monomer yang berfungsi sebagai rantai utama polimer (*backbone*) dan satu jenis atau lebih monomer tercangkok yang berfungsi sebagai rantai cabang.

Diantara beberapa metode modifikasi polimer, kopolimerisasi cangkok menawarkan cara yang menarik dan serbaguna dalam memasukkan berbagai macam gugus fungsi ke rantai utama polimer (*backbone*). Material polimer dengan sifat yang bernilai dapat diperoleh melalui kopolimerisasi cangkok dengan mengubah beberapa parameter seperti, jenis polimer, derajat polimerisasi dan polidispersitas rantai utama dan rantai samping, kerapatan pencangkokkan (jarak antara rantai samping yang satu dengan rantai samping lainnya), dan distribusi pencangkokkan (keseragaman pencangkokkan). Metode ini memungkinkan untuk menggabungkan sifat-sifat terbaik dari dua atau lebih polimer menjadi satu unit polimer. Polimer hasil modifikasi ini dapat diaplikasikan pada berbagai produk seperti tekstil, kertas, material pembungkus maupun sebagai penukar ion.

Sintesis kopolimer cangkok dengan selulosa sebagai polimer utama adalah salah satu cara untuk memodifikasi sifat fisik dan sifat kimia dari selulosa. Hal ini biasanya didapat dengan memodifikasi molekul selulosa melalui pembentukan cabang (polimer tercangkok) menjadi polimer semisintetik yang akan memberikan sifat tertentu kepada substrat selulosa tanpa merusak sifat intrinsiknya. Sifat-sifat seperti stabilitas dimensional, elastisitas, kemampuan menukar ion, ketahanan termal dan ketahanan terhadap mikrobakteria dapat dicapai dengan metode ini bergantung dengan monomer apa yang dicangkokkan pada selulosa. Gambaran skematik kopolimerisasi cangkok pada selulosa dapat dilihat pada Gambar 2.6 (a).

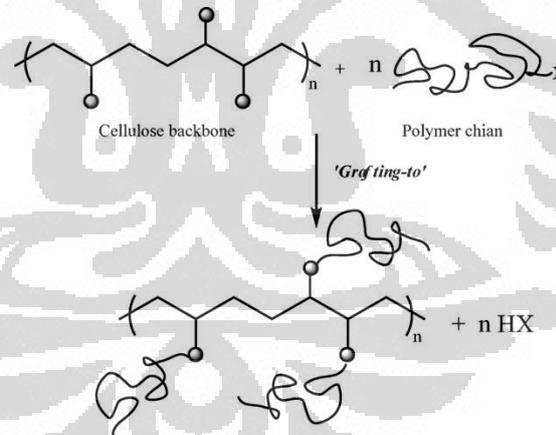


Gambar 2.6 (a) Gambaran Skematik Kopolimerisasi Cangkok pada Selulosa^[35]

Metode kopolimerisasi cangkok pada selulosa dapat dikelompokkan menjadi 3 pendekatan, yaitu:

1) Pendekatan “*grafting-to*”

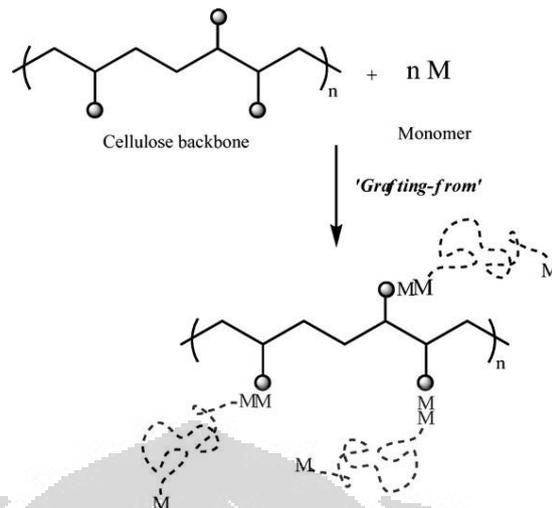
Pada pendekatan “*grafting-to*”, kopolimerisasi cangkok terjadi antara suatu polimer fungsional yang sebelumnya terbentuk dengan gugus fungsi (sisi aktif) yang terletak pada *backbone* selulosa.



Gambar 2.6 (b) Gambaran Skematik dari Pendekatan “*grafting-to*”^[36]

2) Pendekatan “*grafting-from*”

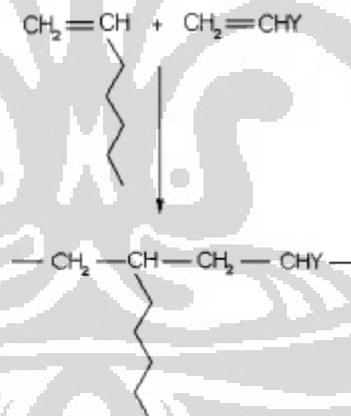
Pada pendekatan “*grafting-from*”, pertumbuhan rantai polimer terjadi pada sisi aktif yang terletak pada *backbone* selulosa. Berbeda dengan pendekatan “*grafting-to*”, pada pendekatan “*grafting-from*” yang tercangkok adalah monomer bukan rantai polimer. Setelah monomer tersebut tercangkok, barulah terjadi pertumbuhan rantai polimer.



Gambar 2.6 (c) Gambaran Skematik dari Pendekatan “grafting-from”^[36]

3) Pendekatan “grafting through”

Pada pendekatan “grafting through”, sebuah makromonomer (biasanya makromonomer vinil pada selulosa) berkopolimerisasi dengan *co-monomer* yang memiliki berat molekul yang lebih rendah.

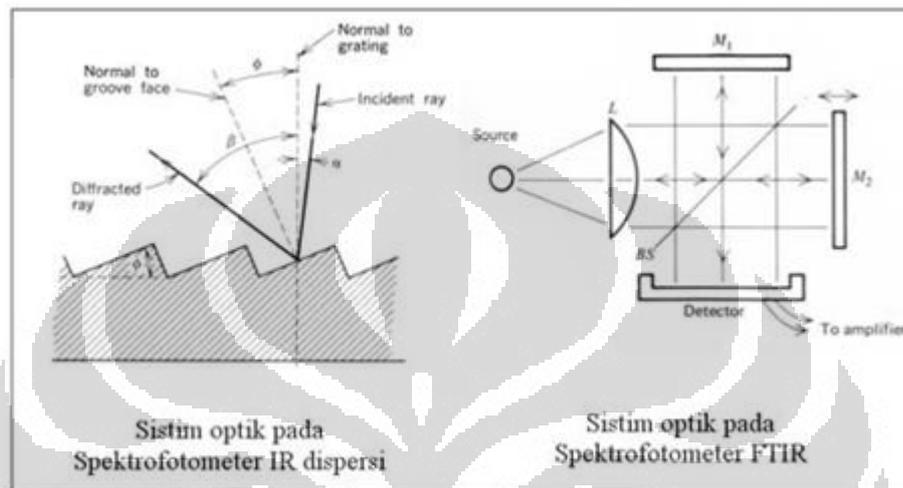


Gambar 2.6 (d) Gambaran Skematik dari Pendekatan “grafting-through”^[36]

2.7 Spektrofotometer *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)^[37,38]

Pada dasarnya prinsip pengukuran Spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) sama dengan Spektrofotometer IR dispersi. Hal yang membedakannya adalah pengembangan pada sistem optik FTIR sebelum berkas sinar infra merah melewati sampel. Pada sistem optik peralatan instrumen FTIR digunakan dasar daerah waktu yang non dispersif. Sebagai contoh aplikasi

pemakaian gelombang radiasi elektromagnetik yang berdasarkan daerah waktu adalah interferometer yang dikemukakan oleh Albert Abraham Michelson (Jerman, 1831). Perbedaan sistem optik Spektrofotometer IR dispersif (*Hadamard Transform*) dan Interferometer Michelson pada Spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform*) tampak pada Gambar 2.7 berikut :



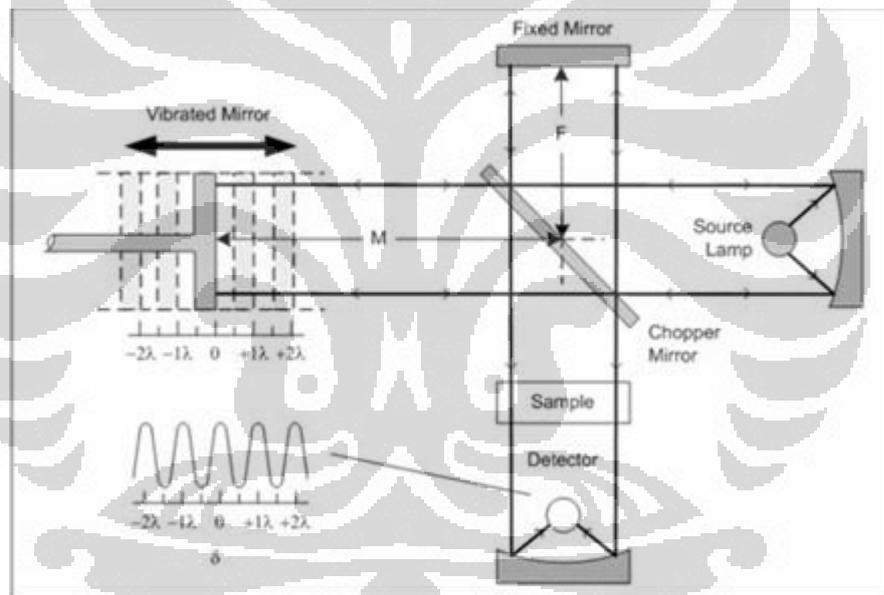
Gambar 2.7 Perbandingan Sistem Optik pada Spektrofotometer IR dan FTIR^[37]

Spektroskopi inframerah adalah salah satu cara yang digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terkandung dalam suatu senyawa berdasarkan serapan pada daerah panjang gelombang inframerah. Penyerapan daerah inframerah terbatas pada daerah transisi dengan perbedaan tingkat energi yang kecil, pada tingkat vibrasi dan rotasi dengan bilangan gelombang $13000\text{-}13\text{ cm}^{-1}$, tetapi bilangan gelombang yang biasa digunakan adalah bilangan gelombang 4000 cm^{-1} sampai 400 cm^{-1} .

2.7.1 Cara Kerja Alat Spektrofotometer FTIR

Sistem optik spektrofotometer FTIR dilengkapi dengan cermin yang bergerak tegak lurus dan cermin yang diam. Dengan demikian radiasi infra merah akan menimbulkan perbedaan jarak yang ditempuh menuju cermin yang bergerak (M) dan jarak cermin yang diam (F). Perbedaan jarak tempuh radiasi tersebut adalah 2 yang selanjutnya disebut sebagai retardasi (δ). Hubungan antara intensitas radiasi IR yang diterima detektor terhadap retardasi disebut sebagai interferogram. Sedangkan sistem optik dari Spektrofotometer IR yang didasarkan

atas bekerjanya interferometer disebut sebagai sistem optik *Fourier Transform Infra Red*. Interferometer adalah sebuah instrumen yang berfungsi untuk memisahkan dua berkas sinar yang saling berinteraksi di dalam ruang. Interferometer terdiri dari dua buah cermin datar yang saling tegak lurus. Diantara dua cermin dipasang pembagi berkas yang berasal dari luar. Berkas tersebut sebagian direfleksikan menuju cermin tetap dan sebagian lainnya diteruskan menuju cermin bergerak. Setiap berkas kemudian direfleksikan kembali ke arah pembagi berkas, mereka yang telah kembali sebagian dan sebagian lagi diteruskan. Sehingga bagian berkas yang telah melewati baik cermin tetap maupun bergerak mencapai detektor, sementara itu bagian lainnya dilewatkan kembali ke sumber sinar. Berkas sinar yang dilewatkan tegak lurus terhadap sinar masuk itulah yang biasanya diukur.



Gambar 2.7.1 Prinsip Kerja Interferometer^[37]

Pada sistem optik FTIR digunakan radiasi LASER (*Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation*) yang berfungsi sebagai radiasi yang diinterferensikan dengan radiasi infra merah agar sinyal radiasi infra merah yang diterima oleh detektor secara utuh dan lebih baik.

Detektor yang digunakan dalam Spektrofotometer FTIR adalah TGS (*Tetra Glycerine Sulphate*) atau MCT (*Mercury Cadmium Telluride*). Detektor MCT lebih banyak digunakan dibandingkan detektor TGS karena memiliki

beberapa kelebihan, yaitu memberikan respon yang lebih baik pada frekuensi modulasi tinggi, lebih sensitif, lebih cepat, tidak dipengaruhi oleh temperatur, dan sangat selektif terhadap energi vibrasi yang diterima dari radiasi infra merah.

Bila suatu molekul menyerap sinar inframerah, akan terjadi perubahan tingkat energi vibrasi atau rotasi, tetapi hanya transisi vibrasi atau rotasi yang dapat menyebabkan perubahan momen dipol yang aktif mengabsorpsi sinar inframerah. Spektrum yang dihasilkan umumnya rumit, mempunyai pita-pita serapan yang sangat sempit dan khas untuk setiap senyawa, sehingga penggunaannya terutama untuk identifikasi senyawa organik (kualitatif). Spektrum inframerah merupakan kurva aluran %T sebagai ordinat dan bilangan gelombang sebagai absis.



BAB 3

METODOLOGI PENELITIAN

Langkah-langkah yang dilakukan pada penelitian ini adalah :

1. Kalibrasi ozonisator dengan memvariasikan waktu ozonasi dan laju alir ozon.
2. Optimasi penyerapan ozon oleh serat rayon dengan memvariasikan waktu ozonasi, laju alir ozon, berat serat dan kerapian pengisian serat dalam tabung impinger.
3. Optimasi pembentukan ikat silang N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) dengan memvariasikan suhu pencangkokan dan konsentrasi monomer N,N'-Metilendiakrilamida (NBA).
4. Pencangkokan monomer asam akrilat dengan memvariasikan waktu ozonasi kembali.
5. Uji karakterisasi serat tercangkok menggunakan FTIR untuk menentukan gugus fungsi, derajat pengembangan serat (%swelling) dalam air serta ketahanan terhadap asam dan basa.

3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Penelitian Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia yang dimulai dari bulan Juli sampai dengan Desember 2011.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini terdiri dari peralatan laboratorium, peralatan grafting dan alat uji. Peralatan laboratorium yang digunakan adalah peralatan gelas yang biasa dipakai di laboratorium. Peralatan grafting yang digunakan antara lain ozonisator DSM aero KX-919, tabung impinger yang dibuat khusus sebanyak 4 buah, selang silikon pembagi gas N₂, penangas air, termometer, dan statip. Alat uji yang digunakan untuk analisa dan karakterisasi adalah spektrofotometer Fourier Transform Infrared (FT-IR).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serat rayon (regular quality) produksi PT. Indo-Bharat Rayon dengan spesifikasi terdapat pada Lampiran 1, n-Heksana Teknis, Potasium Iodida (KI) produksi kimia farma, Kalium Iodat (KIO_3) produksi Merck, Natrium Tiosulfat ($Na_2S_2O_3$) produksi Merck, Metanol p.a produksi Merck, Asam Asetat Glisial p.a produksi Merck, 2-Propanol p.a produksi Merck, Asam Sulfat (H_2SO_4) pekat produksi Merck, Asam Akrilat p.a produksi Merck, N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) p.a produksi Merck, Kanji produksi Ajax Chemicals, Air demineral dan Gas N_2 dengan kemurnian 99,99% produksi PT. Samator.

3.3 Prosedur kerja

3.3.1 Penyiapan Larutan^[39]

Larutan Kalium Iodat (KIO_3) 0,10 N dibuat dengan cara melarutkan 0,3567 gram padatan KIO_3 dalam 100 ml air demineral (aquades).

Larutan Kalium Iodida (KI) 2% dibuat dengan cara melarutkan sejumlah tertentu padatan KI dalam pelarut aquades sampai volume tertentu.

Larutan Natrium Thiosulfat ($Na_2S_2O_3$) 0,10 N dibuat dengan cara melarutkan 2,50 gram padatan $Na_2S_2O_3$ dalam 100 ml air bebas CO_2 .

Larutan Natrium Thiosulfat ($Na_2S_2O_3$) 0,0050 N dibuat dengan cara mengencerkan 12,50 ml larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1 N dalam 250 ml air bebas CO_2 .

Larutan Asam Akrilat (% v/v) dibuat dengan cara melarutkan sejumlah tertentu monomer Asam Akrilat dalam campuran pelarut metanol:air (1:9) sampai volume tertentu.

Larutan N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) (% w/v) dibuat dengan cara melarutkan sejumlah tertentu padatan NBA dalam campuran pelarut metanol:air (1:9) sampai volume tertentu.

3.3.2 Penyiapan Serat Rayon

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

3.3.3 Kalibrasi Ozonisor^[40]

Ozon dialirkan pada kecepatan alir yang berbeda-beda (0,1; 0,3; dan 0,5 L/menit) dengan variasi waktu ozonasi 15, 30, 45, dan 60 menit kedalam dua buah tabung impinger yang masing-masing berisi 200 ml larutan KI 2% yang saling dihubungkan dengan selang silikon. Ozon yang dihasilkan ditangkap oleh KI menghasilkan I₂ yang ditentukan melalui titrasi dengan Natrium Thiosulfat (Na₂S₂O₃) 0,005 N yang sebelumnya telah distandarisasi dengan KIO₃.

3.3.4 Penyerapan Ozon pada Serat Rayon^[18,41]

Ozonasi serat rayon dilakukan dengan cara mengalirkan ozon ke dalam tabung impinger yang telah berisi serat rayon. Sistem dihubungkan dengan sebuah tabung impinger yang masing-masing berisi 200 ml larutan KI 2% untuk menangkap ozon yang tidak diserap. Jumlah ozon yang diserap oleh serat rayon ditentukan dengan menggunakan metode iodometri dalam fasa organik. Modifikasi prosedur dari metode iodometri standar dilakukan agar semua serat dapat terendam dalam campuran larutan. Sebanyak 60 ml larutan 2-propanol (IPA) ditambahkan ke dalam erlenmeyer yang berisi serat terozonasi, diikuti dengan 2,4 ml larutan KI jenuh dan 2,4 ml asam asetat glasial. Campuran tersebut dikocok dan dipanaskan dalam waterbath pada suhu 83°C selama 10 menit. Kemudian, tanpa didinginkan, larutan tersebut dititrasi dengan natrium thiosulfat (Na₂S₂O₃) 0,005 N yang telah distandarisasi dengan KIO₃ sampai berwarna bening. Jumlah I₂ yang dihasilkan ekuivalen dengan jumlah ozon yang diserap oleh serat rayon.

3.3.4.1 Pengaruh Variasi Waktu Ozonasi dan Laju Alir

Ozon dialirkan pada kecepatan alir yang berbeda-beda 0,1; 0,5; dan 1 L/min dengan variasi waktu 15, 30, 45, dan 60 menit kedalam tabung impinger

yang berisi 2,00 gram serat rayon dengan tinggi 8 cm. Peroksida yang terbentuk pada serat ditentukan dengan metode iodometri dalam fasa organik.

3.3.4.2 Pengaruh Variasi Berat Serat

Ozon dialirkan pada kecepatan alir yang 1 L/min dengan waktu ozonasi 30 menit kedalam tabung impinger yang berisi 2,0; 3,0; dan 4,0 gram serat rayon dengan tinggi 8, 12 dan 16 cm. Peroksida yang terbentuk pada serat ditentukan dengan metode iodometri dalam fasa organik.

3.3.4.3 Pengaruh Variasi Kerapatan Serat

Ozon dialirkan pada kecepatan alir yang 1 L/min dengan waktu ozonasi 30 menit kedalam tabung impinger yang berisi 2,00 gram serat rayon yang disusun dengan ketinggian yang berbeda-beda yaitu 8, 12 dan 16 cm. Peroksida yang terbentuk pada serat ditentukan dengan metode iodometri dalam fasa organik.

3.3.5 Proses Pencangkokkan

Sejumlah berat tertentu serat dimasukkan kedalam tabung impinger untuk diozonasi pada lama ozonasi tertentu dengan laju alir tertentu. Serat yang telah diozonasi kemudian ditambahkan larutan monomer dengan konsentrasi tertentu. Gas N₂ dialirkan ke dalam tabung impinger untuk menghilangkan oksigen terlarut. Selanjutnya tabung dipanaskan didalam penangas air pada suhu tertentu selama waktu tertentu dengan tetap dialiri gas N₂. Kopolimer yang terbentuk dicuci beberapa kali dengan akuades panas dan dingin secara bergantian sampai larutan pencuci jernih. Setelah itu kopolimer diekstraksi menggunakan soxlet dengan pelarut masing-masing monomer selama 2 jam untuk memisahkan homopolimer atau momomer yang tersisa. Terakhir, kopolimer cangkok yang dihasilkan tersebut dikeringkan dalam oven sampai berat konstan. Persen cangkok (%G) dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\%G = \frac{W - W_0}{W_0} \times 100\%$$

W = berat serat kopolimer grafting

W₀ = berat serat awal

3.3.6 Optimasi pembentukkan ikat silang N,N'-Metilendiakrilamida (NBA)

Sebanyak 2,0 gram serat dimasukkan kedalam tabung impinger untuk diozonasi selama 30 menit dengan laju alir 1 L/min. Serat yang telah diozonasi kemudian ditambahkan larutan monomer NBA dengan konsentrasi tertentu.

3.3.6.1 Pengaruh Variasi Suhu

Konsentrasi NBA dibuat tetap pada konsentrasi 5% (% w/v) dalam pelarut metanol : air (1:9). Pencangkokkan NBA dilakukan menggunakan serat terozonasi dan mereaksikannya dengan larutan NBA selama 1 jam dengan suhu yang divariasikan pada 60, 70 dan 80°C.

3.3.6.2 Pengaruh Variasi Konsentrasi

Konsentrasi monomer NBA divariasikan pada 3, 5, dan 7% (% w/v) dalam pelarut metanol : air (1:9). Pencangkokkan NBA dilakukan menggunakan serat terozonasi dan mereaksikannya dengan larutan NBA pada suhu 80°C dan lama reaksi 1 jam.

3.3.7 Penyerapan Ozon pada Serat Terikat Silang

Sebanyak 2,00 gram terikat silang dengan tinggi 8,0 cm dalam tabung impinger diozonasi kembali dengan variasi waktu 30, 60, 90 dan 120 menit pada laju alir 1 L/min. Jumlah peroksida yang terbentuk pada serat terikat silang ditentukan dengan metode iodometri dalam fasa organik.

3.3.8 Pencangkokkan Asam Akrilat pada Serat Terikat Silang^[5,42]

3.3.8.1 Pengaruh Variasi Waktu Ozonasi Kembali

Pencangkokkan asam akrilat dilakukan dengan menggunakan 2 gram serat terikat silang yang telah diozonasi kembali pada laju alir 1 L/min dengan variasi waktu ozonasi kembali 30, 60, 90 dan 120 menit. Konsentrasi monomer asam akrilat yang digunakan dibuat tetap pada 20% (% v/v) dalam pelarut metanol : air (1:9). Pencangkokkan asam akrilat dilakukan menggunakan serat terikat silang yang telah diozonasi kembali dan mereaksikannya dengan larutan asam akrilat pada suhu 45°C dan lama reaksi 30 menit.

3.3.8.2 Pengaruh Variasi Konsentrasi

Pengaruh konsentrasi monomer asam akrilat dilakukan dengan menggunakan 4,00 gram serat terozonasi yang diperoleh dengan cara mengalirkan ozon pada laju alir 1,0 L/min dan lama ozonasi 30 menit. Konsentrasi monomer asam akrilat divariasikan pada 10, 15, 20 dan 25 % (%v/v) dalam pelarut methanol : air (1:9). Pencangkokkan asam akrilat dilakukan dengan cara mereaksikan larutan asam akrilat dengan 1,00 gram serat terikat silang yang telah diozonasi kembali selama 90 menit pada suhu 45°C dan lama reaksi 30 menit.

3.3.9 Karakterisasi

Karakterisasi dilakukan dengan pengamatan menggunakan FT-IR untuk menentukan gugus fungsi, penentuan derajat pengembangan (% Swelling) serat rayon dalam air dan ketahanan terhadap asam dan basa.

3.3.9.1 Penentuan Derajat Pengembangan Serat^[43]

Derajat pengembangan serat ditentukan dengan merendam sejumlah tertentu serat termodifikasi ke dalam air demineral selama 1 jam. Kemudian serat disaring dan didiamkan selama 30 menit sampai tidak ada air yang menetes dan ditimbang. *Swelling ratio* dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\text{swelling ratio (\%)} = \frac{W_2 - W_1}{W_1} \times 100\%$$

W_2 = berat serat setelah direndam

W_1 = berat serat sebelum direndam

3.3.9.2 Uji Ketahanan terhadap Asam dan Basa

Serat rayon-*co*-NBA-*graft*-Poliakrilat, serat rayon-*graft*-Poliakrilat dan serat rayon awal diuji ketahanannya terhadap kondisi asam dan basa dengan cara merendam serat dalam larutan HCl 2 N dan NaOH 2N selama 1 jam pada suhu ruang kemudian dikeringkan dalam oven sampai beratnya konstan. Selanjutnya, perubahan berat antara berat awal dan berat akhir serat diamati.

BAB 4

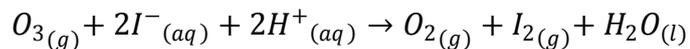
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pemanfaatan serat rayon dengan derajat kristalinitas yang lebih rendah dari selulosa sebagai kerangka pencangkokkan monomer diharapkan dapat meningkatkan laju difusi monomer dan ion-ion ke dalam sisi aktif sehingga dapat diperoleh kadar pencangkokkan yang lebih tinggi dan pertukaran ion yang cepat. Namun dibandingkan dengan kapas, serat rayon mempunyai derajat pengembangan serat yang tinggi dan kestabilan dalam asam basa yang rendah untuk dapat digunakan sebagai matriks pencangkokkan monomer, sehingga serat rayon perlu diperkuat melalui pembentukan ikat silang dengan N,N'-Metilendiakrilamida (NBA). Inisiasi baik untuk pembentukan ikat silang maupun pencangkokkan monomer dilakukan dengan mengalirkan ozon kedalam serat terlebih dahulu untuk membentuk gugus peroksida dan hidroperoksida. Ozonasi serat dapat dilakukan dalam media udara maupun media larutan. Namun, dengan jumlah ozon yang sama, gugus peroksida dan hidroperoksida yang terbentuk oleh ozonasi dalam media udara lebih tinggi dibandingkan dengan media larutan^[18]. Ozon tidak stabil di dalam larutan. Oleh karena itu, proses pembentukan gugus peroksida dan hidroperoksida dalam penelitian ini dilakukan dengan ozonasi dalam udara. Proses ikat silang dan pencangkokkan monomer dilakukan dalam media N₂ untuk menghilangkan oksigen terlarut yang dapat mengganggu berlangsungnya reaksi kopolimerisasi karena bersifat sebagai *electron scavanger*^[42]. Ilustrasi proses pembuatan adsorben berbasis serat rayon dengan gugus fungsi asam akrilat dapat dilihat pada Lampiran 3.

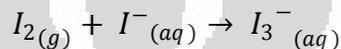
4.1 Penentuan Karakteristik Alat Ozonisator

Penentuan karakteristik alat ozonisator dilakukan untuk mengetahui kapasitas alat ozonisator yang digunakan yaitu jumlah ozon yang dihasilkan oleh alat sebagai fungsi waktu dan laju alir. Percobaan ini dilakukan dengan memvariasikan waktu ozonasi pada laju alir yang berbeda-beda untuk memperoleh jumlah ozon total yang dihasilkan oleh alat. Jumlah ozon yang dihasilkan oleh alat ditentukan secara tidak langsung dengan metode iodometri

dalam fasa air dengan mengalirkan ozon ke dalam larutan KI. Prinsip dari metode ini adalah reaksi oksidasi I⁻ oleh ozon membentuk I₂ pada kondisi sedikit asam. Selanjutnya jumlah ekuivalen I₂ yang terbentuk ditentukan melalui titrasi dengan menggunakan natrium thiosulfat yang sebelumnya telah distandarisasi dengan Kalium Iodat. Persamaan reaksi kimianya:



Jumlah I⁻ yang ditambahkan harus berlebih agar kelarutan I₂ dalam air meningkat melalui pembentukan I₃⁻, sehingga kemungkinan I₂ yang menguap atau hilang dapat diperkecil^[39].



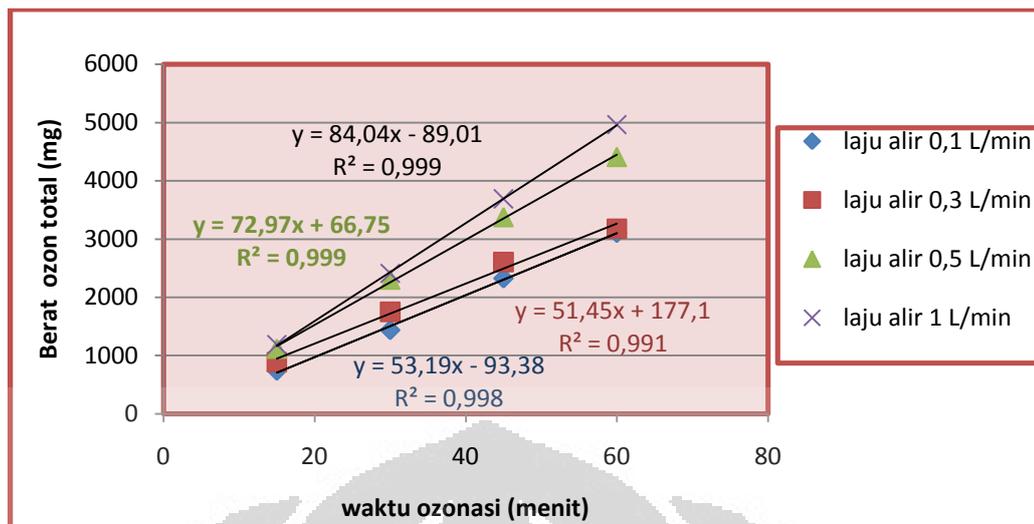
Selain itu, larutan KI yang digunakan juga harus berada dalam kondisi sedikit asam. Hal ini disebabkan karena pada kondisi asam, ozon mudah bereaksi dengan I⁻ membentuk I₂. Pengaturan kondisi larutan biasanya dilakukan dengan penambahan HCl atau H₂SO₄ dengan konsentrasi tertentu^[39].

Pada kondisi asam, thiosulfat diuraikan secara lambat membentuk belerang sebagai endapan mirip susu.



Reaksi di atas tidak akan mengganggu bila titrasi dilakukan dengan cepat dan larutan diaduk dengan baik. Reaksi yang terjadi antara iod dan thiosulfat berlangsung lebih cepat dibandingkan dengan reaksi penguraiannya.^[44]

Ozon dialirkan pada waktu ozonasi dan laju alir yang berbeda-beda ke dalam dua buah tabung impinger yang masing-masing berisi 200 ml larutan KI 2% yang saling dihubungkan dengan selang silikon. Tabung impinger kedua berperan untuk menangkap O₃ yang belum bereaksi dengan Larutan KI pada tabung impinger pertama. Kadar ozon yang didapat merupakan jumlah ozon total yang diperoleh melalui titrasi iodometri pada tabung impinger pertama dan kedua dengan kecepatan alir dan selang waktu tertentu. Contoh perhitungan terdapat pada Lampiran 4. Hasil yang diperoleh dapat dilihat pada Gambar 4.1.

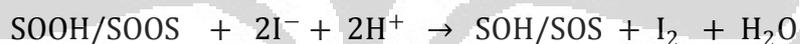


Gambar 4.1 Hubungan antara waktu ozonasi dengan berat O_3 total yang dihasilkan pada berbagai laju alir (kondisi : laju alir 0,1 ; 0,5 dan 1,0 L/min dengan waktu ozonasi 15, 30, 45, dan 60 menit)

Pada Gambar 4.1, dapat dilihat hubungan antara jumlah ozon yang dihasilkan oleh alat dengan waktu ozonasi adalah linear dengan nilai R^2 rata-rata sebesar 0,99 walaupun dilakukan pada kecepatan atau laju alir yang berbeda-beda. Hal ini menunjukkan bahwa jumlah ozon yang dihasilkan merupakan fungsi dari waktu ozonasi dan laju alir ozon. Semakin lama waktu ozonasi yang digunakan maka ozon yang terbentuk dan bereaksi dengan I akan semakin banyak. Begitu juga dengan laju alir, semakin tinggi laju alir yang digunakan maka ozon yang dihasilkan akan semakin banyak. Hal ini dikarenakan dengan semakin tinggi laju alir maka jumlah O_2 yang masuk ke alat ozonisator juga semakin banyak sehingga jumlah ozon yang terbentuk per satuan waktu pun semakin banyak. Proses pembentukan ozon adalah reaksi kesetimbangan $3O_2 \rightleftharpoons 2O_3$. Reaksi tersebut berlangsung cepat dan pereaksi pembatasnya adalah jumlah O_2 yang masuk ke dalam sistem. Jadi untuk mendapatkan ozon dalam jumlah tertentu, variabel yang perlu diperhatikan adalah waktu ozonasi dan kecepatan pengaliran ozon karena semakin lama waktu ozonasi dan semakin tinggi kecepatan pengalirannya ozon yang dihasilkan akan semakin banyak.

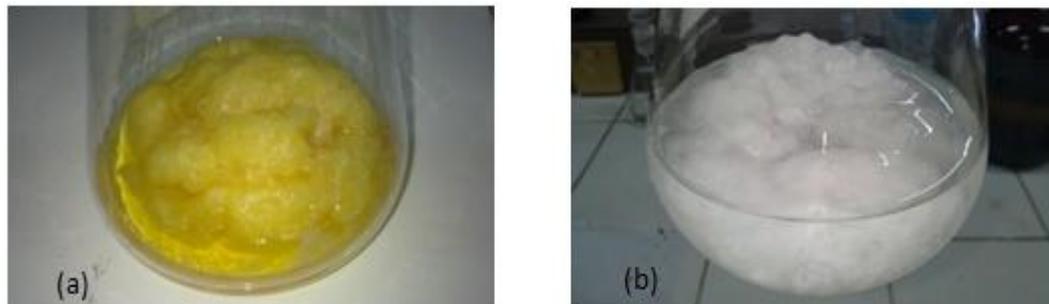
4.2 Penyerapan Ozon pada Serat Rayon

Penyerapan ozon oleh serat rayon dipelajari dengan melakukan variasi waktu ozonasi, laju alir, berat serat dan kerapatan pengisian serat. Sebuah molekul ozon yang bereaksi dengan serat rayon akan membentuk gugus peroksida atau hidroperoksida. Banyaknya gugus peroksida dan hidroperoksida yang terbentuk pada permukaan serat ekuivalen dengan banyaknya jumlah ozon yang terserap oleh serat^[33]. Jumlah peroksida yang terbentuk pada serat ditentukan dengan metode iodometri dalam fasa organik dengan cara menambahkan larutan KI pada serat yang telah diozonasi dalam pelarut 2-propanol. Secara umum, prinsip metode iodometri dalam fasa organik hampir sama dengan prinsip metode iodometri dalam fasa air yaitu jumlah ozon yang diserap oleh serat ekuivalen dengan jumlah I₂ yang terbentuk pada larutan. Reaksi yang terjadi di gambarkan sebagai berikut^[45] :



Keterangan : S adalah Serat Rayon

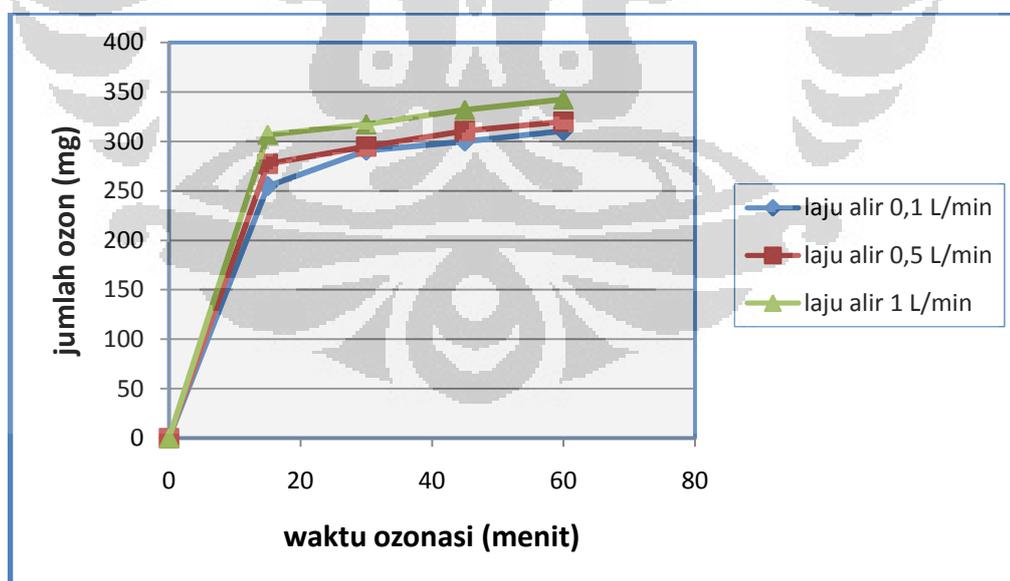
Pemilihan pelarut 2-propanol sebagai medium reaksi didasarkan pada beberapa kelebihan^[41] yaitu, 2-propanol merupakan pelarut yang sangat baik untuk berbagai zat organik dan reaksi yang terjadi antara natrium tiosulfat dengan iodin berlangsung cepat dalam medium ini. Dibandingkan dengan pelarut-pelarut lain seperti metanol, peroksida dalam 2-propanol memiliki waktu paruh yang relatif lebih lama^[45]. Selain itu, kemungkinan I₂ yang hilang selama reaksi dapat diabaikan karena I₂ memiliki kelarutan yang tinggi dalam 2-propanol jika dibandingkan dengan kelarutannya di dalam air. Peroksida dan hidroperoksida baik dalam air dan udara tidak stabil sehingga titrasi harus dilakukan secara cepat. Pada percobaan ini, dilakukan pemanasan pada suhu tinggi (83°C) karena pemecahan homolitik dari gugus peroksida dan hidroperoksida pada serat rayon menjadi radikal berlangsung pada suhu tinggi (80°C). Perubahan warna serat sebelum dan sesudah titrasi terdapat pada gambar 4.2 (a) dan (b).



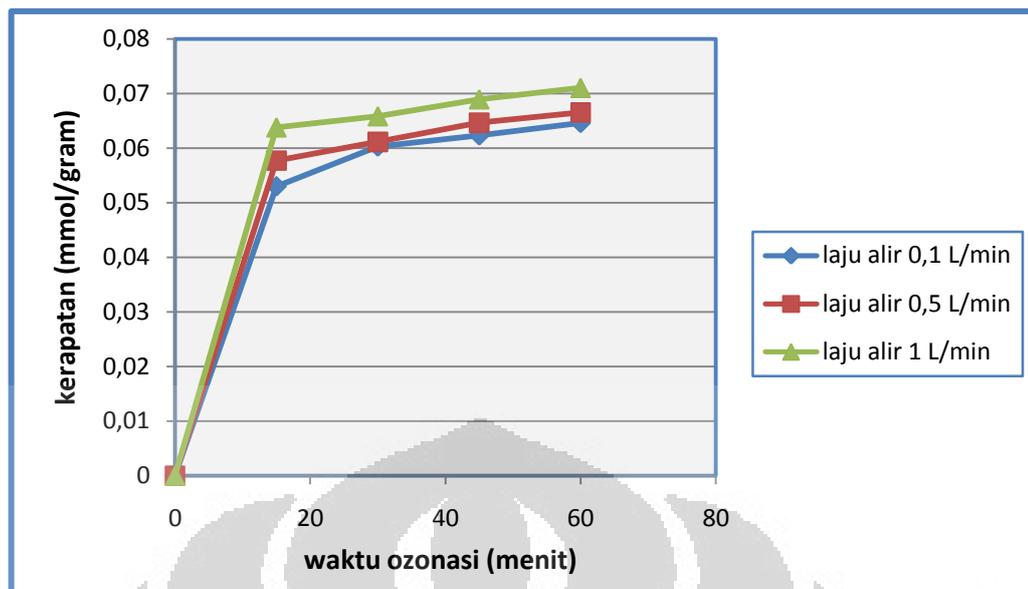
Gambar 4.2 (a) Serat sebelum dititrasi (b) Setelah dititrasi menggunakan $N_2S_2O_3$

4.2.1 Pengaruh Variasi Waktu Ozonasi dan Laju Alir

Pengaruh variasi waktu dan laju alir pada penyerapan ozon oleh serat rayon dipelajari dengan cara mengalirkan ozon ke dalam tabung impinger yang telah berisi 2,00 gram serat rayon pada laju alir dan waktu ozonasi yang berbeda-beda. Sistem dihubungkan dengan tabung impinger yang berisi 200 ml larutan KI 2% untuk menangkap ozon yang tidak diserap. Peroksida yang terbentuk dalam serat ditentukan dengan metode iodometri dalam fasa organik. Hasil yang diperoleh pada percobaan ini terdapat pada Lampiran 5 dan Gambar 4.2.1 (a) dan (b) berikut ini :



Gambar 4.2.1 (a) Hubungan antara waktu ozonasi dengan jumlah ozon yang diserap oleh serat rayon pada berbagai laju alir (kondisi : serat 2,00 gram, laju alir 0,1; 0,5 dan 1,0 L/min, waktu ozonasi 15, 30, 45 dan 60 menit)



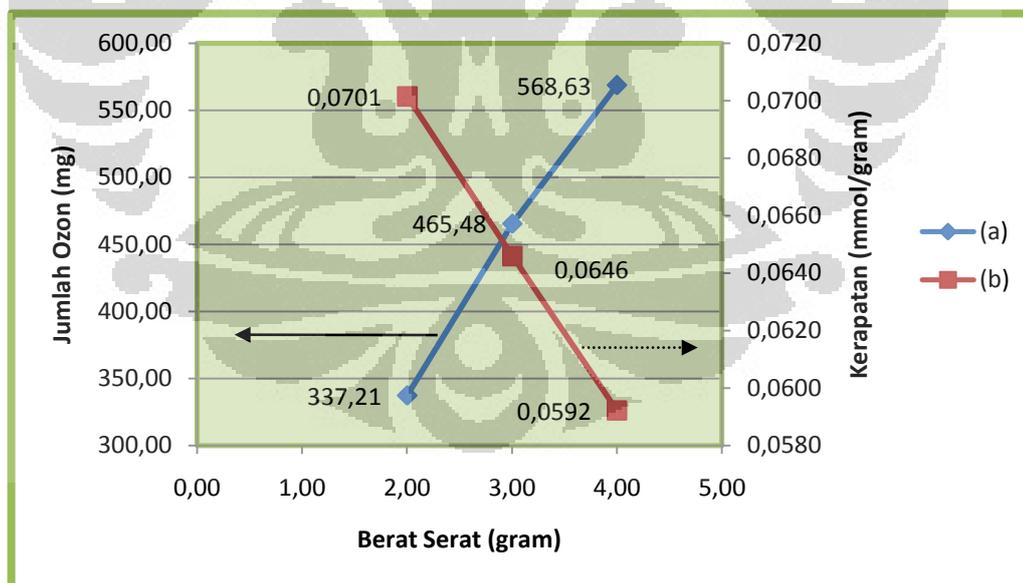
Gambar 4.2.1 (b) Hubungan antara waktu ozonasi dengan kerapatan ozon yang terserap oleh serat rayon pada berbagai laju alir (kondisi : serat 2,00 gram, laju alir 0,1; 0,5 dan 1,0 L/min, waktu ozonasi 15, 30, 45 dan 60 menit)

Gambar 4.2.1 (a) dan (b) menunjukkan bahwa jumlah dan kerapatan ozon yang diserap oleh serat dipengaruhi oleh waktu ozonasi dan laju alir. Jumlah dan kerapatan ozon yang terserap mengalami peningkatan yang tinggi sampai pada waktu ozonasi 15 menit, selanjutnya pada waktu ozonasi yang lebih lama pertambahan jumlah peroksida tidak bertambah secara cepat. Dari hal tersebut, dapat dilihat bahwa semakin lama waktu ozonasi efisiensi penyerapan ozon cenderung stabil karena adanya rintangan dalam pembentukan peroksida akibat sisi aktif serat yang mulai jenuh. Pengaruh laju alir pada penyerapan ozon oleh serat rayon menunjukkan bahwa makin tinggi laju alir yang digunakan maka jumlah ozon yang terserap semakin banyak. Hal ini dapat terjadi karena jumlah ozon yang terbentuk ekuivalen dengan jumlah O_2 yang masuk ke dalam alat, sehingga semakin banyak O_2 yang masuk ke dalam alat semakin banyak pula ozon yang terbentuk dan diserap oleh serat rayon. Oleh karena itu, waktu ozonasi 30 menit dan laju alir 1,0 L/min digunakan untuk percobaan selanjutnya, karena merupakan waktu ozonasi dan laju alir optimal.

Dengan menggunakan laju alir 0,1; 0,5; dan 1 L/min dan waktu ozonasi 30 menit, ozon yang dihasilkan oleh alat sebesar 1437,00; 2304,92; dan 2410,33 mg dan jumlah ozon yang diserap oleh serat adalah 290,66; 294,64 dan 317,38 mg. Hasil ini menunjukkan bahwa dengan menggunakan 2,00 gram serat hanya sebesar 12-20% ozon yang terserap, sehingga efisiensi penyerapan ozon oleh serat dapat dicapai dengan menggunakan jumlah serat yang lebih banyak.

4.2.2 Pengaruh Variasi Berat Serat

Pengaruh variasi berat serat terhadap efisien penyerapan ozon oleh serat rayon dilakukan dengan cara mengalirkan ozon ke dalam tabung impinger yang telah berisi serat rayon. Ozon dialirkan pada laju alir 1,0 L/min dengan waktu ozonasi 30 menit kedalam tabung impinger yang berisi 2,00; 3,00; dan 4,00 gram serat rayon dengan kerapatan yang kurang lebih sama, sistem dihubungkan dengan tabung impinger yang berisi 200 ml larutan KI 2% untuk menangkap ozon yang tidak diserap. Peroksida yang terbentuk ditentukan dengan metode iodometri dalam fasa organik. Hasil yang diperoleh pada percobaan ini terdapat pada Lampiran 6 dan Gambar 4.2.2 (a) dan (b) berikut ini :



Gambar 4.2.2 (a) Hubungan antara berat serat dengan jumlah ozon yang diserap
 (b) Hubungan antara berat serat dengan kerapatan ozon yang diserap (kondisi : berat serat 2,00; 3,00 dan 4,00 gram, laju alir 1,0 L/min dan waktu ozonasi 30 menit)

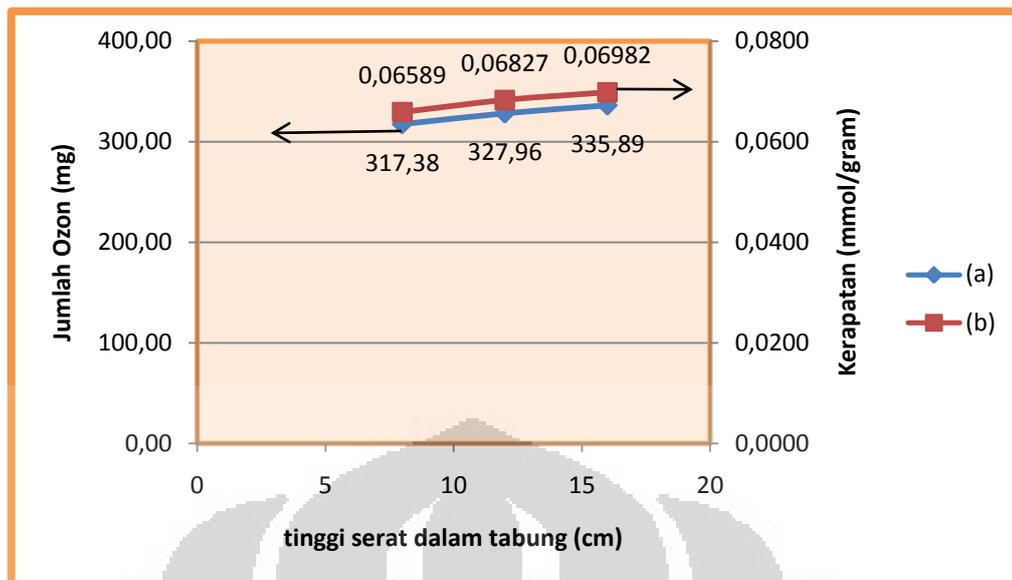
Gambar 4.2.2 (a) menunjukkan bahwa efisiensi penyerapan ozon oleh serat juga dipengaruhi oleh berat serat rayon yang berada pada satu tabung impinger. Semakin banyak serat yang digunakan, maka waktu kontak yang terjadi antara ozon dan serat rayon semakin lama, sehingga jumlah ozon yang terserap juga menjadi semakin tinggi. Namun, dari data pada Lampiran 5 dapat dilihat bahwa kenaikan berat serat sebanyak 2 kali lipat tidak menghasilkan penyerapan jumlah ozon yang sama.

Gambar 4.2.2 (b) menunjukkan bahwa hubungan kerapatan ozon yang diserap oleh serat berbanding terbalik dengan berat serat yang digunakan. Semakin banyak jumlah serat yang digunakan, maka kerapatan ozon yang terserap tiap gram serat menjadi berkurang.

Berdasarkan gambar 4.2.2 (a) dan (b) dapat disimpulkan bahwa jika digunakan jumlah serat yang lebih banyak diperlukan waktu ozonasi yang lebih lama agar didapatkan jumlah yang sama dari ozon terserap atau kerapatan gugus peroksida yang terbentuk pada serat. Penurunan jumlah ozon yang diserap atau penurunan kerapatan ozon yang diserap oleh serat kemungkinan disebabkan karena jumlah radikal yang dihasilkan belum bereaksi sempurna dengan I⁻ dalam larutan 2-propanol. Oleh karena itu dibutuhkan waktu pemanasan yang lebih lama agar reaksi berlangsung sempurna^[41].

4.2.3 Pengaruh Variasi Kerapatan Serat

Pengaruh variasi kerapatan serat terhadap efisiensi penyerapan ozon oleh serat rayon dipelajari dengan cara mengalirkan ozon ke dalam tabung impinger yang telah berisi serat rayon pada kecepatan alir 1,0 L/min dengan waktu ozonasi 30 menit kedalam tabung impinger yang berisi 2,00 gram serat rayon yang disusun dengan ketinggian yang berbeda-beda yaitu 8,0; 12,0 dan 16,0 cm. Sistem dihubungkan dengan tabung impinger yang berisi 200 ml larutan KI 2% untuk menangkap ozon yang tidak diserap. Peroksida yang terbentuk pada serat rayon ditentukan dengan metode iodometri dalam fasa organik. Jumlah I₂ yang dihasilkan ekuivalen dengan jumlah ozon yang diserap oleh serat rayon. Hasil yang diperoleh terdapat pada Lampiran 7 dan Gambar 4.2.3 (a) dan (b) berikut:



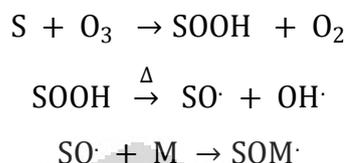
Gambar 4.2.3 (a) Hubungan antara kerapatan serat dengan jumlah ozon yang terserap oleh serat rayon (b) Hubungan antara kerapatan serat dengan kerapatan ozon yang terserap per gram serat rayon (kondisi: berat serat 2,00 gram yang disusun dengan ketinggian 8,0; 12,0 dan 16,0 cm, laju alir 1,0 L/min dan waktu ozonasi 30 menit)

Gambar 4.2.3 (a) dan (b) menunjukkan bahwa kerapatan susunan serat cenderung tidak berpengaruh terhadap efisiensi dan kerapatan penyerapan ozon oleh serat. Hal ini terlihat dari bentuk grafik yang cenderung mendatar terhadap berbagai variasi tinggi serat. Ozon merupakan gas yang mampu berdifusi secara homogen kedalam serat yang berada pada tabung impinger, sehingga perbedaan kerapatan susunan serat cenderung tidak berpengaruh terhadap efisiensi dan kerapatan penyerapan ozon karena luas permukaan dari serat rayon tetap. Dari hal tersebut, dapat disimpulkan bahwa efisiensi dan kerapatan penyerapan oleh ozon oleh serat merupakan fungsi waktu ozonasi, laju alir dan berat serat, bukan fungsi dari kerapatan susunan serat di dalam tabung impinger.

4.3 Optimasi Pencangkokkan N,N'-Metilendiakrilamida (NBA)

Pembentukan ikat silang pada penelitian ini menggunakan teknik ozonasi dimana serat rayon diozonasi terlebih dahulu dalam media udara tanpa adanya monomer untuk menghasilkan gugus-gugus peroksida dan hidroperoksida pada

permukaan serat rayon. Selanjutnya baru dilakukan reaksi ikat silang dengan cara mencampurkan serat terozonasi dengan monomer N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) dengan konsentrasi tertentu disertai dengan pemanasan pada suhu tertentu dan dialirkan gas N₂ secara kontinu. Reaksi yang terjadi digambarkan sebagai berikut.

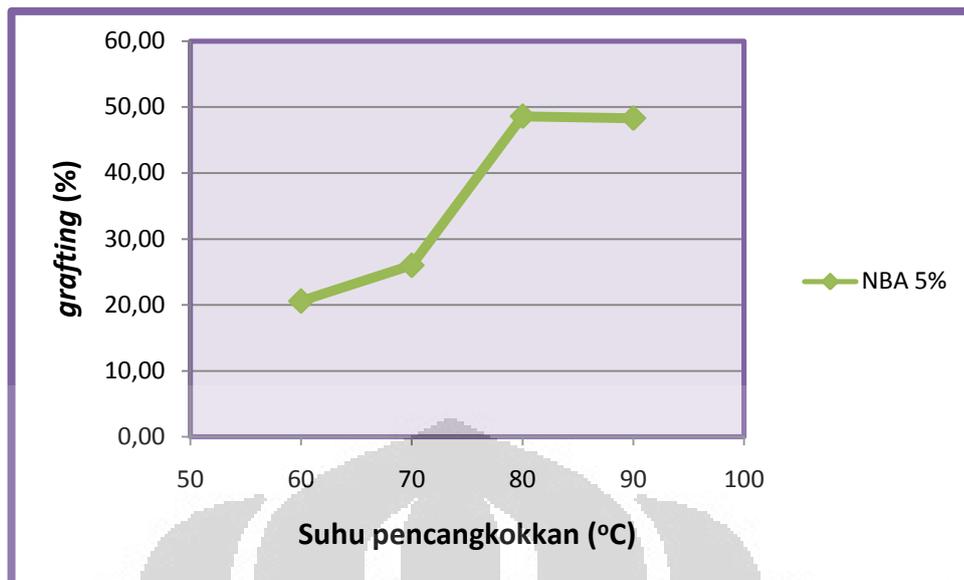


dimana S adalah serat rayon, SOOH adalah hidroperoksida yang terbentuk, dan M adalah monomer NBA.

Untuk mendapatkan kondisi optimum pada reaksi pencangkokan N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) sebagai agen pengikat silang, perlu dipelajari beberapa parameter pencangkokannya. Oleh karena itu, pada penelitian ini dilakukan variasi suhu pencangkokan dan variasi konsentrasi monomer N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) untuk mengetahui kondisi optimum pembentukan ikat silang N,N'-Metilendiakrilamida (NBA).

4.3.1 Pengaruh Variasi Suhu

Percobaan ini bertujuan untuk mengetahui suhu reaksi optimum untuk mereaksikan serat rayon terozonasi dengan agen pengikat silang N,N'-Metilendiakrilamida (NBA). Pengaruh suhu grafting NBA dipelajari dengan menggunakan 2,00 gram serat terozonasi yang diperoleh dengan cara mengalirkan ozon pada laju alir 1,0 L/min dan lama ozonasi selama 30 menit. Konsentrasi NBA dibuat tetap pada konsentrasi 5% (%w/v) dalam pelarut metanol : air (1:9). Pencangkokan NBA dilakukan dengan cara mereaksikan larutan NBA dan serat terozonasi selama 1 jam dengan suhu yang divariasikan pada 60, 70, 80 dan 90°C. Hasil yang didapat pada percobaan ini dapat dilihat pada Lampiran 8 dan Gambar 4.3.1 berikut.



Gambar 4.3.1 Pengaruh suhu pencangkokkan terhadap kadar pencangkokkan N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) (kondisi : serat 2,00 gram, waktu ozonasi 30 menit, laju alir 1,0 L/min, suhu pencangkokkan 60, 70, 80 dan 90°C, lama reaksi pencangkokkan 1 jam dalam media gas N₂, 60 ml monomer NBA 5% w/v dalam pelarut metanol:air (1:9))

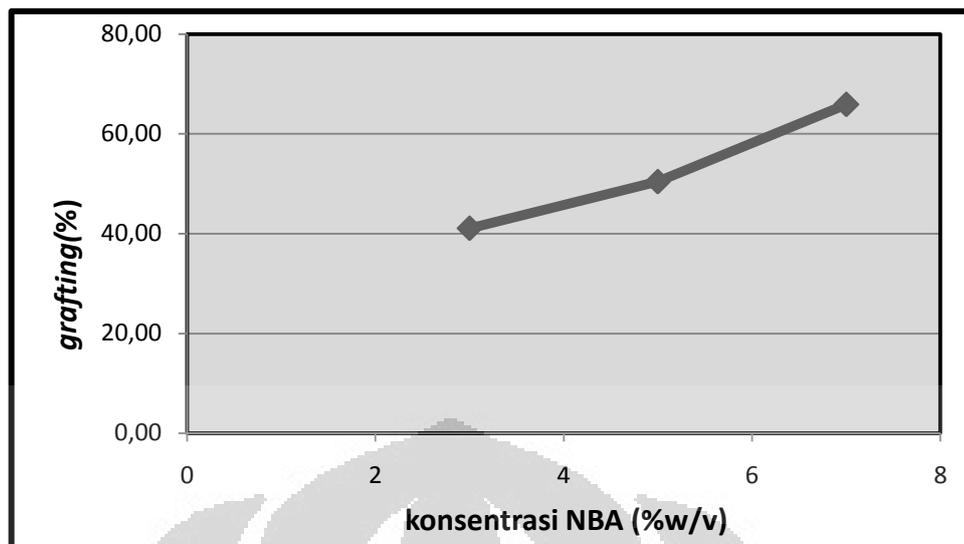
Berdasarkan Gambar 4.3.1, didapatkan suhu optimum untuk mereaksikan serat terozonasi dengan N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) adalah 80°C. Hal ini terlihat dari persen pencangkokkan yang lebih tinggi dibandingkan suhu 60 dan 70 dan 90°C. Dari Gambar 4.3.1 juga dapat dilihat bahwa persen pencangkokkan N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) cenderung tetap pada suhu di atas 80°C. Berdasarkan pengamatan visual, hal ini disebabkan oleh cenderung terbentuknya homopolimer pada suhu di atas 80°C. Secara umum, persen pencangkokkan N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) berbanding lurus dengan suhu pencangkokkan. Semakin tinggi suhu yang digunakan maka persen pencangkokkan yang dihasilkan akan meningkat karena gugus-gugus peroksida dan hidroperoksida yang terputus membentuk radikal pada permukaan serat akan semakin banyak sehingga akan menginisiasi reaksi pencangkokkan dengan melakukan poliadisi gugus vinil pada monomer N,N'-Metilendiakrilamida (NBA). Selain itu, pada suhu yang relatif tinggi juga terjadi peningkatan derajat pengembangan serat rayon yang menyebabkan laju difusi monomer-monomer vinil dari fase larutan ke permukaan serat semakin meningkat. Pemutusan homolitik gugus-gugus

peroksida dan hidroperoksida semakin mudah pada suhu tinggi sehingga akan menyebabkan peningkatan laju inisiasi rantai kopolimer cangkok.

Peningkatan persen pencangkokan yang terjadi antara suhu 60°C dan 80°C kemungkinan disebabkan oleh penggunaan pelarut metanol. Metanol memiliki titik didih 70°C pada tekanan atmosfer. Penguapan pelarut metanol akan meningkatkan kadar pencangkokan karena metanol bersifat sebagai *chain transfer agent*^[46], yaitu suatu senyawa yang dapat mentransfer radikal dari satu rantai ke rantai polimer lainnya, sehingga radikal yang terbentuk pada permukaan serat rayon dapat ditransfer ke dalam larutan *bulk*^[47]. Proses ini menyebabkan berkurangnya jumlah radikal pada permukaan serat sehingga kemungkinan tercangkoknya monomer N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) pada permukaan serat menjadi berkurang. Selain itu, rendahnya nilai persen pencangkokan pada suhu pencangkokan di bawah 70°C disebabkan oleh kurangnya laju inisiasi dan swelling serat rayon pada suhu tersebut. Hal ini menyebabkan laju difusi monomer N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) dari fase larutan ke permukaan serat rayon menjadi terhambat dan tidak maksimal, sehingga kemungkinan tercangkoknya monomer N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) pada pusat aktif radikal menjadi lebih kecil.

4.3.2 Pengaruh Variasi Konsentrasi

Pengaruh konsentrasi NBA dipelajari dengan menggunakan 2,00 gram serat terozonasi yang diperoleh dengan cara mengalirkan ozon pada flow rate 1,0 L/min dan lama ozonasi 30 menit. Konsentrasi monomer NBA divariasikan pada 3, 5, dan 7% (% w/v) dalam pelarut metanol : air (1:9). Pencangkokan NBA dilakukan dengan cara mereaksikan larutan NBA dengan serat terozonasi pada suhu 80°C dan lama reaksi 1 jam. Hasil yang diperoleh dapat dilihat pada Lampiran 9 dan Gambar 4.4.2.



Gambar 4.3.2 Pengaruh konsentrasi NBA terhadap kadar pencangkokkan NBA (kondisi: serat 2,00 gram, waktu ozonasi 30 menit, laju alir 1,0 L/min, 60 ml NBA dengan konsentrasi 3, 5 dan 7% w/v dalam pelarut metanol:air (1:9), lama pencangkokkan 1 jam dalam media gas N₂, suhu pencangkokkan 80°C)

Berdasarkan Gambar 4.3.2 dapat disimpulkan bahwa persen pencangkokkan meningkat seiring dengan bertambahnya konsentrasi monomer N,N'-Metilendiakrilamida (NBA). Hal ini dapat disebabkan karena pada konsentrasi monomer yang semakin tinggi, *probabilitas* (kemungkinan) monomer untuk bereaksi dengan sisi aktif pada serat rayon juga semakin tinggi, sehingga ikat silang yang terbentuk semakin banyak. Semakin tinggi persen pencangkokkan mengindikasikan bahwa semakin banyak ikat silang yang terbentuk. Hal ini dapat dilihat dari perubahan fisik serat yang menjadi semakin kaku. Laju polimerisasi cangkok, atau laju konsumsi monomer dalam proses pencangkokkan, berhubungan dengan konsentrasi monomer dengan persamaan berikut^[4]:

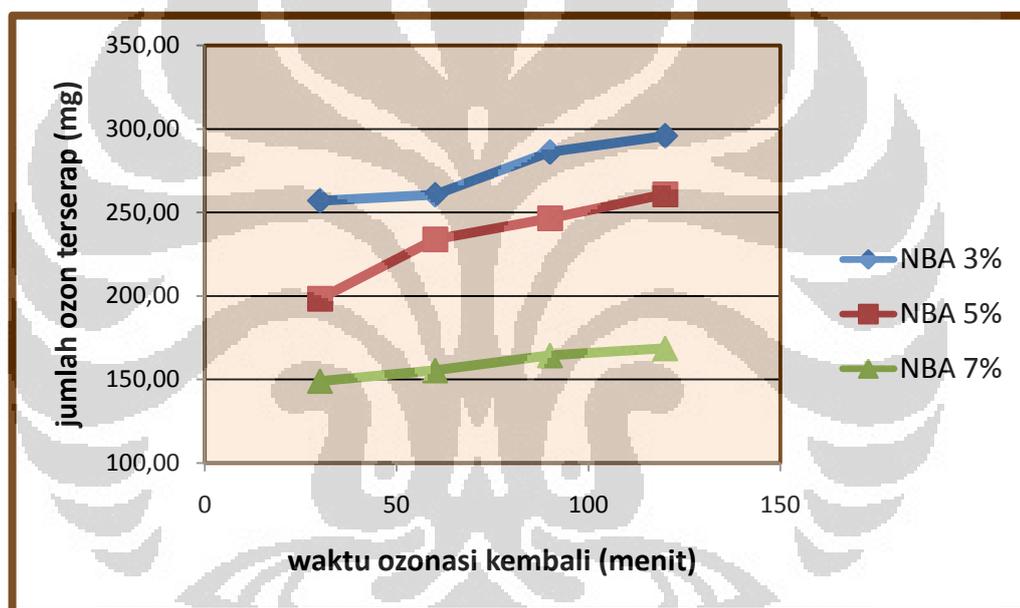
$$R_p = \frac{-dM}{dt} = K_p \left(\frac{R_i}{2K_t} \right)^{1/2} [M]$$

Dimana, K_p dan K_t adalah konstanta laju propagasi dan terminasi bimolekular. R_i adalah jumlah mol radikal bebas yang terbentuk pada serat per detik, yang selanjutnya akan menentukan laju inisiasi. Dengan waktu ozonasi yang sama,

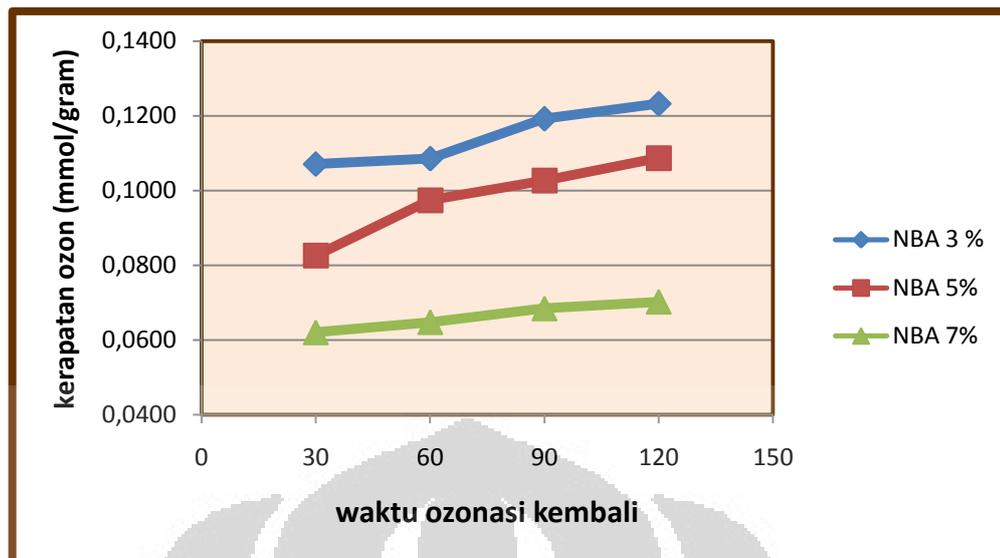
berarti jumlah radikal yang terbentuk (R_i) sama, sehingga kenaikan konsentrasi monomer NBA akan meningkatkan pembentukan ikat silang dalam serat.

4.4 Penyerapan Ozon pada Serat Terikat Silang

Percobaan ini bertujuan untuk menentukan jumlah ozon yang dapat diserap oleh serat terikat silang ketika dilakukan ozonasi kembali. Sebanyak 2,00 gram terikat silang diozonasi kembali dengan variasi waktu 30, 60, 90 dan 120 menit pada laju alir 1 L/min. Jumlah peroksida yang terbentuk pada serat terikat silang ditentukan dengan metode iodometri dalam fasa organik. Hasil yang diperoleh dapat dilihat pada Lampiran 10 dan Gambar 4.4 (a) dan (b) berikut.



Gambar 4.4 (a) Pengaruh waktu ozonasi kembali terhadap jumlah ozon yang diserap oleh serat pada berbagai konsentrasi NBA (kondisi : serat 2,00gram , waktu ozonasi kembali 30, 60, 90 dan 120 menit, laju alir 1,0 L/min, konsentrasi NBA 3, 5, dan 7% w/v)



Gambar 4.4 (b) Pengaruh waktu ozonasi kembali terhadap kerapatan ozon per gram serat pada berbagai konsentrasi NBA (kondisi : serat 2,00 gram, waktu ozonasi kembali 30, 60, 90 dan 120 menit, laju alir 1,0 L/min, konsentrasi NBA 3, 5, dan 7% w/v)

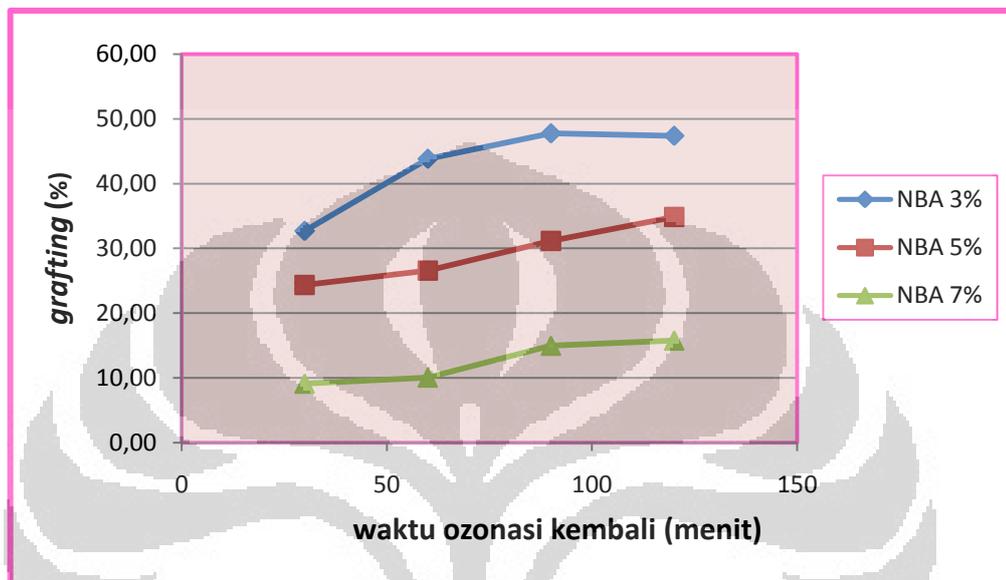
Pada gambar 4.4 (a) dan (b) dapat dilihat bahwa jumlah dan kerapatan ozon yang terserap merupakan fungsi waktu ozonasi dan konsentrasi NBA. Semakin lama waktu ozonasi kembali yang dilakukan maka jumlah dan kerapatan ozon yang terserap akan semakin tinggi. Hal ini dapat terjadi karena jumlah ozon yang terbentuk ekuivalen dengan jumlah O_2 yang masuk ke dalam alat, sehingga semakin banyak O_2 yang masuk ke dalam alat semakin banyak pula ozon yang terbentuk dan diserap oleh serat rayon. Sebaliknya, semakin tinggi konsentrasi NBA yang digunakan maka jumlah dan kerapatan ozon yang terserap akan semakin rendah. Hal ini dapat disebabkan karena sebagian besar sisi aktif serat rayon telah diisi oleh monomer NBA, sehingga *probabilitas* pembentukan gugus hidroperoksida pada serat akan semakin kecil.

4.5 Pencangkokkan Asam Akrilat

4.5.1 Pengaruh Variasi Waktu Ozonasi Kembali

Pencangkokkan asam akrilat dilakukan dengan menggunakan 2,00 gram serat terikat silang yang telah diozonasi kembali pada laju alir 1,0 L/min dengan variasi waktu ozonasi kembali 30, 60, 90 dan 120 menit. Konsentrasi monomer

asam akrilat yang digunakan dibuat tetap pada 20% (%v/v) dalam pelarut metanol : air (1:9). Pencangkokkan asam akrilat dilakukan pada serat yang telah diozonasi kembali dengan cara mereaksikannya larutan asam akrilat dengan pada suhu 45°C dan lama reaksi 30 menit. Hasil yang diperoleh terdapat pada Lampiran 11 dan Gambar 4.5 berikut.



Gambar 4.5.1 Pengaruh waktu ozonasi kembali terhadap kadar pencangkokkan asam akrilat pada berbagai konsentrasi NBA (kondisi : serat 2,00 gram, waktu ozonasi kembali 30, 60, 90 dan 120 menit, laju alir 1,0 L/min, konsentrasi NBA 3, 5, dan 7% w/v, 60 ml asam akrilat 20% v/v dalam pelarut metanol:air (1:9), suhu pencangkokkan 45°C dan lama pencangkokkan 30 menit)

Berdasarkan Gambar 4.5 dapat dilihat bahwa persen pencangkokkan asam akrilat dipengaruhi oleh jumlah ikat silang N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) yang terbentuk dan lamanya waktu ozonasi kembali. Semakin banyak jumlah ikat silang yang terbentuk, maka semakin sulit difusi monomer ke dalam serat sehingga persen pencangkokkan asam akrilat akan semakin kecil. Selain itu, karena sebagian sisi-sisi aktif serat rayon telah terisi oleh monomer N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) mengakibatkan probabilitas monomer asam akrilat untuk tercangkok semakin sulit. Dan sebaliknya, semakin lama waktu ozonasi kembali yang dilakukan pada serat terikat silang, maka persen pencangkokkan asam akrilat akan semakin meningkat. Hal ini terjadi karena semakin lama waktu ozonasi kembali yang dilakukan, gugus-gugus peroksida atau hidroperoksida yang

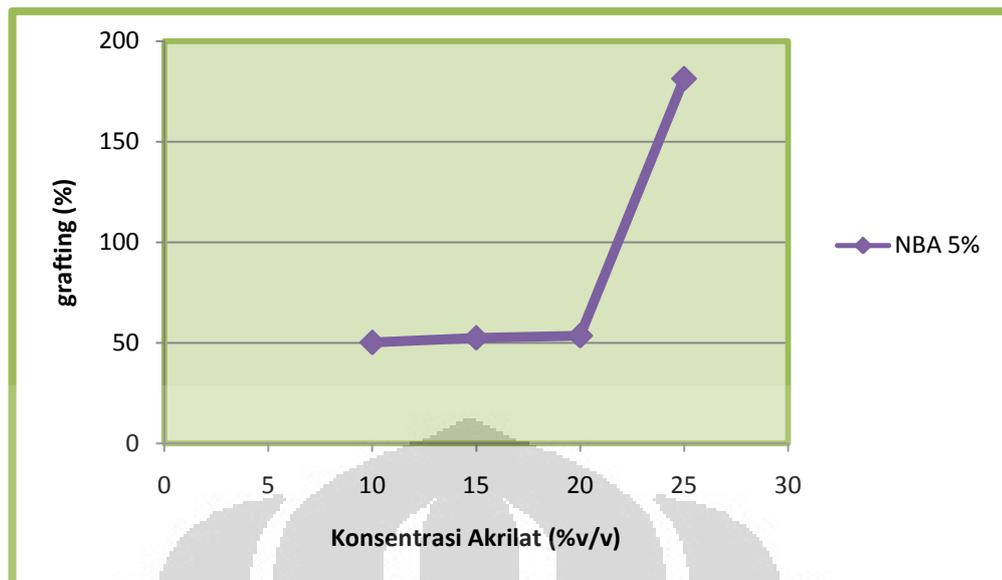
terbentuk pada serat rayon akan semakin banyak, sehingga probabilitas monomer asam akrilat tercangkok pada sisi aktif serat rayon juga semakin tinggi. Persen pencangkokan asam akrilat meningkat secara cepat sampai waktu ozonasi kembali 90 menit kemudian cenderung stabil. Hal ini dapat disebabkan oleh serat rayon yang hampir jenuh, sehingga pembentukan gugus peroksida atau hidroperoksida lebih sulit terjadi.

Pada Lampiran 12 dapat dilihat rasio perbandingan mol ozon yang terserap dengan mol asam akrilat yang tercangkok. Sebagian besar serat termodifikasi memiliki rasio 1:2, sehingga dapat disimpulkan bahwa asam akrilat yang tercangkok merupakan poliakrilat.

Suhu 45°C dan waktu reaksi pencangkokan 30 menit dipilih sebagai suhu dan waktu pencangkokan karena berdasarkan studi literatur yang dilakukan, suhu dan waktu ini merupakan suhu optimum untuk pencangkokan asam akrilat pada serat^[5,42]. Penggunaan suhu yang lebih tinggi akan meningkatkan pembentukan homopolimer yang dapat menurunkan nilai persen pencangkokan. Selain itu, penggunaan waktu reaksi pencangkokan yang lebih lama, tidak akan memberikan persen pencangkokan yang lebih tinggi secara signifikan.

4.5.2 Pengaruh Variasi Konsentrasi

Pengaruh konsentrasi monomer asam akrilat dipelajari dengan menggunakan 4,00 gram serat terozonasi yang diperoleh dengan cara mengalirkan ozon pada laju alir 1,0 L/min dan lama ozonasi 30 menit. Konsentrasi monomer asam akrilat divariasikan pada 10, 15, 20 dan 25 % (%v/v) dalam pelarut metanol : air (1:9). Pencangkokan asam akrilat dilakukan dengan cara mereaksikan larutan asam akrilat dengan 1,00 gram serat terozonasi pada suhu 45°C dan lama reaksi 30 menit. Hasil yang diperoleh dapat dilihat pada Lampiran 13 dan Gambar 4.5.2 berikut :



Gambar 4.5.2 Pengaruh konsentrasi asam akrilat terhadap kadar pencangkokkan asam akrilat (kondisi : serat 1,00 gram, 50 ml asam akrilat dengan konsentrasi 10, 15, 20 dan 25 %v/v dalam pelarut metanol:air (1:9), lama pencangkokkan 30 menit dalam media gas N₂, suhu pencangkokkan 45°C)

Berdasarkan Gambar 4.5.2 dapat dilihat bahwa persen pencangkokkan asam akrilat meningkat seiring dengan bertambahnya konsentrasi monomer asam akrilat. Hal ini dapat disebabkan karena pada konsentrasi monomer yang semakin tinggi, probabilitas monomer untuk bereaksi dengan sisi aktif pada serat rayon juga semakin tinggi, sehingga gugus fungsi yang tercangkok juga dengan banyak. Kenaikan kadar pencangkokkan secara drastis pada konsentrasi asam akrilat 25 % disebabkan oleh semakin banyaknya homopolimer yang terbentuk sehingga serat yang dihasilkan tidak berbentuk serat lagi karena sangat padat dan elastis. Pemisahan homopolimer dari serat tercangkok semakin sulit dilakukan pada konsentrasi monomer diatas 25 %. Konsentrasi monomer yang menghasilkan serat tercangkok dengan karakter serat ideal adalah 20%. Hal ini disimpulkan berdasarkan karakter serat tercangkok yang tidak terlalu memadat dan masih memiliki sifat sebagai serat. Pembentukan homopolimer tidak terlalu signifikan pada konsentrasi 20%, sehingga pemisahan serat tercangkok dengan homopolimer tidak sulit dilakukan.

4.6 Mekanisme Pencangkokkan dengan Metode Ozonasi

Secara umum, mekanisme pembentukan ikat silang dan pencangkokkan monomer fungsional dengan metode ozonasi diawali dengan pembentukan gugus peroksida dan hidroperoksida pada serat rayon. Adanya pemanasan pada suhu tinggi (80°C) akan menyebabkan terjadinya pemecahan homolitik gugus peroksida dan hidroperoksida menghasilkan sejumlah radikal peroksi yang berperan sebagai inisiator termal. Pada pembentukan ikat silang, radikal peroksi yang terbentuk pada serat akan menginisiasi pembentukan radikal bebas pada gugus vinil monomer N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) dan memulai reaksi ikat silang. Mekanisme pembentukan ikat silang dengan NBA cenderung mengikuti mekanisme "*grafting-through*", dimana sebuah makromonomer seperti serat berkolimerisasi dengan *co-monomer* yang memiliki berat molekul lebih rendah. Sebaliknya, mekanisme yang berbeda terjadi pada proses pencangkokkan monomer asam akrilat. Proses pencangkokkan asam akrilat terjadi pada suhu 45°C dimana pemecahan homolitik dari peroksida dan hidroperoksida yang terbentuk pada serat rayon belum terjadi, sehingga dapat disimpulkan bahwa radikal bebas yang terbentuk pada monomer asam akrilat inilah yang akan menginisiasi gugus peroksida dan hidroperoksida pada serat rayon dan memulai reaksi pencangkokkan. Mekanisme pencangkokkan asam akrilat cenderung mengikuti mekanisme "*grafting-to*", dimana radikal bebas terbentuk pada monomer asam akrilat dan tumbuh membentuk suatu polimer yang kemudian tercangkok pada serat.

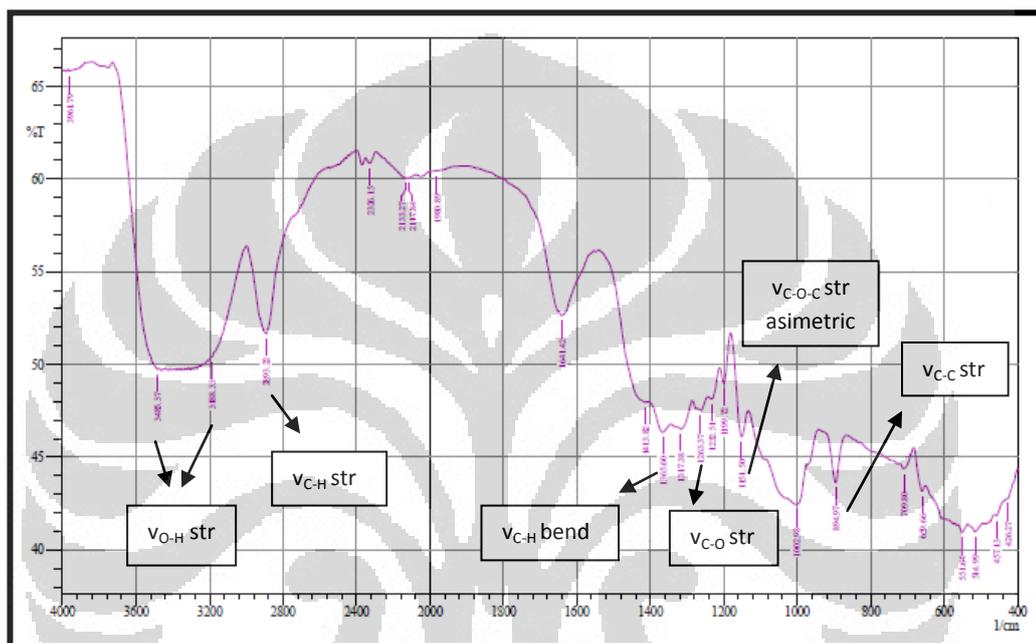
4.7 Karakterisasi

4.7.1 FTIR

Karakterisasi dengan menggunakan spektrofotometer fourier transform inframerah (FTIR) bertujuan untuk menentukan gugus fungsi yang terdapat pada serat. Selain itu, pengujian dengan FTIR ini juga dilakukan untuk memastikan terjadinya reaksi pembentukan ikat silang dan pencangkokkan asam akrilat. Pengukuran dilakukan pada sampel serat rayon asli, serat rayon-co-NBA dan serat rayon-co-NBA-g-Poliakrilat.

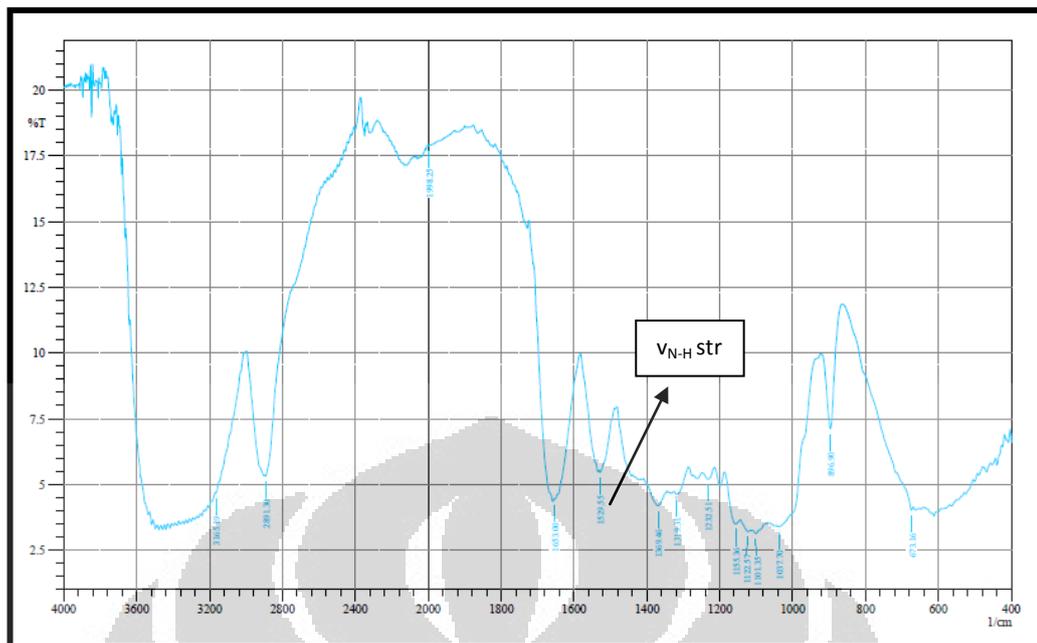
Gambar 4.5.1 (a) menunjukkan spektrum inframerah dari serat rayon asli. Pada gambar terlihat pita serapan yang melebar pada daerah bilangan gelombang

3500-3300 cm^{-1} yang merupakan serapan vibrasi rentangan gugus OH. Serapan pada bilangan gelombang 2893,22 cm^{-1} dan 1365,60 cm^{-1} merupakan serapan vibrasi rentangan dan tekuk gugus C-H. Serapan pada bilangan gelombang 1263,37 cm^{-1} merupakan vibrasi rentangan dari C-O. Serapan pada bilangan gelombang 1151,50 cm^{-1} merupakan serapan vibrasi rentangan asimetri dari gugus C-O-C. Serapan pada bilangan gelombang 894,97 cm^{-1} merupakan serapan vibrasi rentangan dari gugus C-C.



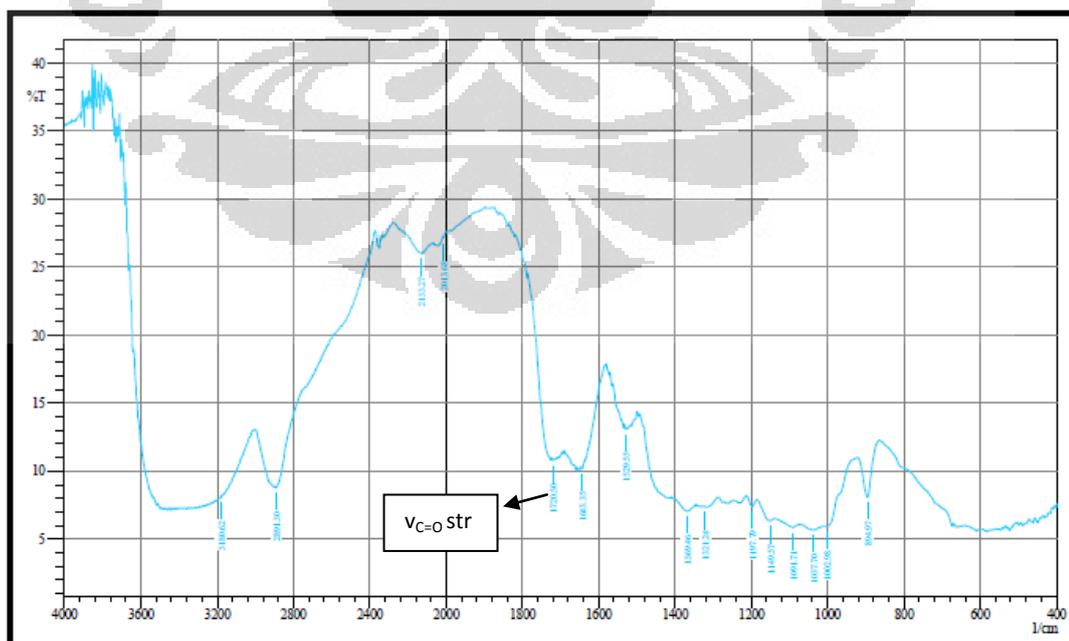
Gambar 4.6.1 (a) Spektrum inframerah serat rayon asli

Gambar 4.5.2 (b) menunjukkan spektrum inframerah dari serat rayon-co-NBA. Perbedaan mencolok antara spektrum serat rayon asli dengan serat rayon-co-NBA terdapat pada bilangan gelombang 1529,55 cm^{-1} yang tidak terdapat pada serat rayon asli. Spektrum ini menunjukkan adanya gugus amida sekunder pada NBA yang biasanya terdapat pada panjang gelombang 1550-1510 cm^{-1} . Hal ini membuktikan bahwa telah terbentuk ikat silang oleh NBA.



Gambar 4.6.1 (b) Spektrum inframerah serat rayon-*co*-NBA

Gambar 4.5.2 (c) menunjukkan spektrum serapan inframerah dari serat rayon-*co*-NBA-*g*-Poliakrilat. Perbedaan paling mencolok dengan spektrum serat rayon-*co*-NBA adalah munculnya puncak baru pada bilangan gelombang $1720,50 \text{ cm}^{-1}$ yang merupakan serapan vibrasi rentangan dari gugus karbonil $\text{C}=\text{O}$, dari asam karboksilat. Hasil ini menunjukkan bahwa pencangkokkan asam akrilat pada serat rayon terikat silang telah berhasil dilakukan.



Gambar 4.6.1 (c) Spektrum inframerah serat rayon-*co*-NBA-*g*-Poliakrilat

4.7.2 Penentuan Derajat Pengembangan Serat

Derajat pengembangan serat dalam air dapat didefinisikan sebagai banyaknya molekul air yang dapat masuk ke dalam matrik serat rayon per gram serat. Derajat pengembangan serat perlu diperhatikan terkait dengan aplikasinya sebagai penukar ion. Jika derajat pengembangan serat terlalu besar, akan menimbulkan efek *blocking* pada kolom, sehingga dapat mengganggu mekanisme pertukaran ionnya. Derajat pengembangan serat dipengaruhi oleh pelarut, suhu dan gugus fungsional yang tercangkok^[5]. Derajat pengembangan serat yang belum dimodifikasi dalam suatu pelarut ditentukan oleh sejauh mana interaksi yang terjadi antara pelarut dengan gugus hidroksil pada serat. Semakin tinggi nilai konstanta dielektrik (ϵ) suatu pelarut, maka kemampuan pelarut tersebut untuk masuk dan membentuk ikatan hidrogen dengan serat akan semakin besar yang mengakibatkan derajat pengembangannya juga akan semakin besar. Semakin tinggi suhu yang digunakan maka derajat pengembangan serat akan semakin kecil. Hal ini disebabkan oleh terputusnya ikatan hidrogen pada suhu tinggi sehingga menurunkan derajat pengembangannya. Jenis gugus fungsi yang tercangkok pada serat juga mempengaruhi derajat pengembangannya. Semakin hidrofil sifat gugus fungsi tersebut, maka derajat pengembangan serat juga akan semakin besar. Untuk membatasi derajat pengembangan serat tercangkok gugus hidrofil dapat dilakukan melalui pembentukan ikat silang menggunakan agen pengikat silang seperti N,N'-Metilendiakrilamida (NBA).

Derajat pengembangan serat rayon asli, serat rayon-g-Poliakrilat dan serat rayon-co-NBA-g-Poliakrilat dalam pelarut air pada suhu ruang dipelajari sebagai fungsi dari persen pencangkokan. Hasil yang diperoleh dapat dilihat pada Lampiran 14 dan Tabel 4.5.2 berikut.

Tabel 4.5.2 Uji pengembangan serat rayon asli, serat rayon-g-Poliakrilat dan serat rayon-co-NBA-g-Poliakrilat (kondisi : serat 0,1 gram, direndam selama 1 jam dalam pelarut aquades, suhu ruang)

[NBA] (%w/v)	waktu ozonasi kembali (menit)	pencangkokkan asam akrilat (%)	swelling(%)	Perbandingan relatif terhadap serat rayon asli
3	30	32,67	336,65	-30,44
	60	43,82	366,83	-24,21
	90	47,77	457,25	-5,52
	120	47,39	417,73	-13,69
5	30	24,33	183,76	-62,03
	60	26,55	224,58	-53,60
	90	31,13	326,60	-32,52
	120	34,82	329,68	-31,88
7	30	9,10	103,00	-78,72
	60	10,04	119,59	-75,29
	90	14,97	133,63	-72,39
	120	15,77	161,37	-66,66
0	30	33,70	501,79	3,68
	60	51,08	673,11	39,08
Serat Rayon Asli			483,99	-

Tabel 4.5.2 menunjukkan bahwa derajat pengembangan serat dalam pelarut air merupakan fungsi dari jumlah gugus akrilat yang tercangkok dan jumlah ikat silang yang terbentuk. Semakin tinggi jumlah gugus akrilat yang tercangkok maka derajat pengembangan serat akan semakin besar. Hal ini terjadi karena semakin tinggi jumlah gugus akrilat yang tercangkok pada serat, maka serat rayon tersebut akan semakin bersifat hidrofil atau suka air. Sebaliknya, semakin tinggi jumlah ikat silang yang terbentuk maka derajat pengembangan serat akan semakin kecil. Hal ini dapat disebabkan oleh struktur rantai selulosa yang semakin rapat sehingga jumlah air yang dapat masuk ke dalam serat semakin kecil. Tingginya derajat pengembangan serat rayon dalam pelarut air terjadi karena serat rayon adalah polimer yang memiliki bagian amorf yang cukup besar dimana gugus hidroksil mudah berinteraksi membentuk ikatan hidrogen dengan molekul air.

4.7.3 Ketahanan Terhadap Asam dan Basa

Pengujian ketahanan terhadap asam dan basa bertujuan untuk membandingkan sifat ketahanan serat rayon asli, serat rayon-g-Poliakrilat dan serat rayon-co-NBA-g-Poliakrilat dalam suasana asam dan basa. Percobaan ini dilakukan dengan cara merendam serat rayon, serat rayon asli, serat rayon-g-Poliakrilat dan serat rayon-co-NBA-g-Poliakrilat dalam larutan HCl 2 N dan NaOH 2 N selama 1 jam pada suhu ruang. Pengurangan berat serat menunjukkan ketahanannya dalam kondisi asam dan basa. Semakin tinggi pengurangan beratnya, maka serat tersebut semakin tidak stabil. Hasil yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 4.5.3 berikut.

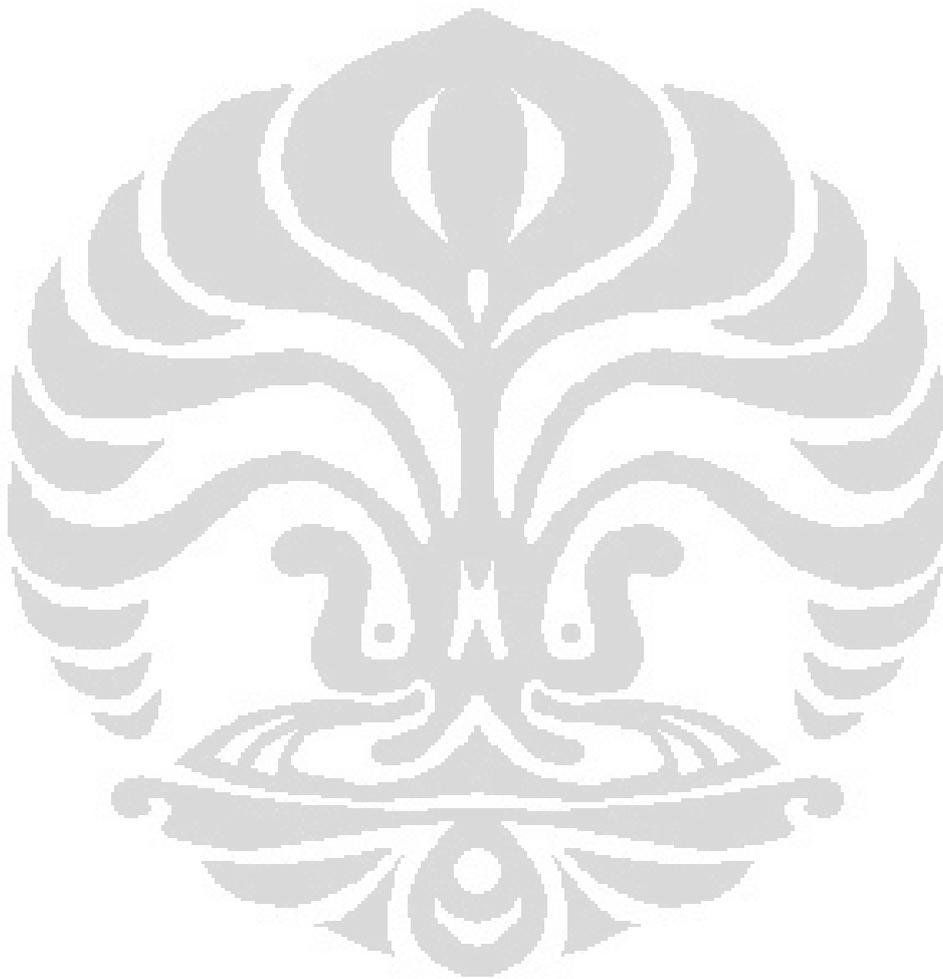
Tabel 4.5.3 Ketahanan serat rayon asli, serat rayon-g-Poliakrilat dan serat rayon-co-NBA-g-Poliakrilat dalam kondisi asam dan basa (kondisi : serat 0,5 gram, waktu perendaman 1 jam, suhu ruang)

Konsentrasi NBA (%w/v)	Waktu Ozonasi Kembali (menit)	%pencangkokkan asam akrilat	%penurunan berat	
			HCl 2 N	NaOH 2N
-	60	51,08	14,27	16,25
3	90	47,77	7,51	8,92
5	90	31,13	5,98	6,06
Serat Rayon			2,73	3,61

Pada Tabel 4.5.3 dapat dilihat bahwa serat hasil modifikasi memiliki ketahanan terhadap kondisi asam dan basa yang lebih rendah dibandingkan serat rayon asli. Hal ini dapat disebabkan karena semakin banyak gugus akrilat yang tercangkok pada serat maka serat akan semakin hidrofil sehingga mudah terhidrolisis dalam asam dan basa. Pada tabel 4.5.3 juga dapat dilihat bahwa ketahanan serat termodifikasi terhadap kondisi asam dan basa meningkat dengan adanya pembentukan ikat silang pada serat. Adanya ikat silang pada serat rayon termodifikasi menyebabkan struktur rantai selulosa yang semakin rapat sehingga terjadi penurunan laju difusi larutan asam atau basa ke dalam serat. Ketahanan serat rayon asli dan serat termodifikasi terhadap kondisi asam lebih baik dibandingkan terhadap kondisi basa. Hal ini terlihat dari penurunan berat serat pada kondisi basa lebih besar dibandingkan pada kondisi asam. Besarnya nilai penurunan berat ini dapat disebabkan oleh tingginya derajat pengembangan serat

rayon asli maupun serat termodifikasi di dalam larutan basa sehingga laju difusi larutan ke dalam serat juga semakin tinggi dan serat semakin mudah terhidrolisis.

Kerusakan serat rayon dalam larutan asam dan basa merupakan reaksi degradasi rantai selulosa^[8]. Degradasi selulosa pada kondisi asam terjadi pada ikatan glikosida pada rantai β -glukosa. Hal ini disebabkan karena ikatan asetal mudah terhidrolisis oleh asam. Degradasi selulosa pada kondisi basa terjadi pada ujung rantai molekul selulosa melalui reaksi β -eliminasi.



BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Penelitian ini bertujuan untuk membuat serat rayon terikat silang N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) sebagai matriks pencangkokkan gugus fungsi asam akrilat (AA) dengan metode ozonasi dalam udara yang memiliki derajat pengembangan dalam air berkisar antara 300-400% serta tahan terhadap asam dan basa. Hasil dari percobaan ini adalah Serat rayon-co-NBA-g-Poliakrilat.

Kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini adalah:

1. Jumlah ozon yang dapat diserap oleh serat rayon merupakan fungsi dari waktu ozonasi, laju alir ozon dan berat serat di dalam tabung impinger. Efisiensi penyerapan ozon oleh serat rayon, dapat diperoleh dengan menggunakan jumlah serat yang lebih banyak dengan laju alir yang lebih tinggi dan waktu ozonasi yang lebih lama.
2. Karakteristik pembentukan ikat silang dengan NBA didapat pada waktu ozonasi 30 menit, laju alir 1,0 L/min, berat serat 2,00 gram, suhu pencangkokkan 80°C dan konsentrasi NBA 5%.
3. Semakin tinggi derajat ikat silang yang terbentuk, maka jumlah asam akrilat yang tercangkok akan semakin kecil. Jumlah asam akrilat yang tercangkok sebanding dengan jumlah ozon yang diserap oleh serat rayon.
4. Kondisi optimum pencangkokkan asam akrilat didapat pada konsentrasi NBA 5%, waktu ozonasi kembali 90 menit dan konsentrasi AA 20%.
5. Semakin banyak gugus karboksilat yang tercangkok maka permukaan serat akan semakin hidrofil sehingga derajat pengembangan serat akan semakin tinggi dan mudah terhidrolisis pada kondisi asam dan basa.
6. Karakterisasi dengan FTIR menunjukkan bahwa pembentukan ikat silang NBA dan pencangkokkan AA pada serat rayon telah berhasil dilakukan.
7. Metode ozonasi dapat digunakan untuk memisahkan, mengontrol dan mengoptimasi pembentukan ikat silang N,N'-Metilendiakrilamida dan pencangkokkan monomer asam akrilat pada serat.

5.2 Saran

1. Serat rayon yang dicangkok asam akrilat memiliki gugus fungsi karboksilat yang dapat berfungsi sebagai penukar kation, maka perlu dilakukan percobaan untuk melihat kapasitas dan selektivitas kationnya.
2. Perlu dipelajari lebih lanjut mengenai kinetika kopolimerisasi cangkok agar diketahui mekanismenya dengan baik
3. Perlu dilakukan karakterisasi dengan TGA (Thermal Gravimetric Analysis) dan NMR (Nuclear Magnetic Resonance) untuk mengetahui ketahanan termal dan struktur serat rayon-co-NBA-g-Poliakrilat.



DAFTAR PUSTAKA

1. Dofner, K. 1991. *Ion Exchanger*. Walter de Gruyter, Berlin-New York.
2. Goto, M., Goto, S. 1987. *Removal and Recovery of Heavy Metals by Ion Exchange Fiber*. J.Chem.1 Engin.Jap, 20 (5).
3. Marinsky, J.A. 1966. *Ion Exchange*. Marcel Dekker, Inc. New York.
4. Sokker et al, 2009. *Radiation-induced grafting of glycidyl methacrylate onto cotton fabric waste and its modification for anchoring hazardous wastes from their solutions*. Journal of Hazardous Materials, 168(9), 137-144.
5. Kaur, Inderjeet, Raj K., Neelam S., 2010. *A comparative study on the graft copolymerization of acrylic acid onto rayon fiber by a ceric ion redox system and a γ -radiation method*. Carbohydrate Research, Vol. 345, p2164-2173.
6. Williams, J. L.; Stannett, V. 1979. *Highly water-absorptive cellulose by postdecrystallization*. Journal of Applied Polymer Science. Vol 23, p1265–1268.
7. Prabowo, N.K. 2007. *Modifikasi Serat Rayon sebagai Adsorben Ion Logam Berat Pencangkokkan Metakrilamida dan Agen Pengikat Silang N,N'-Metilendiakrilamida (NNBA) dengan Teknik Ozonasi*. Depok : Departemen Kimia FMIPA UI.
8. Bill Meyer, F.W. 1984. *Textbook of Polymer Science*, 3rd ed. John Wiley & Sons, New York.
9. Miller, J.M. 1975. *Separation Methods in Chemical Analysis*. John Wiley & Sons, New York.
10. Carlmark, A., & Malmström, E. 2003. *ATRP grafting from cellulose fibres to create block-copolymer grafts*. Biomacromolecules, 4(6), 1740-1745.
11. Gupta, K.C, & Keerti, Khandekar. 2003. *Graft copolymerization of ethyl acrylate onto cellulose using ceric ammonium nitrate as initiator in aqueous medium*. Biomacromolecules, 4(3), 758-765.
12. Gupta, K.C, Sujata, Sahoo, & Keerti, Khandekar. 2002. *Graft copolymerization of ethyl acrylate onto cellulose using ceric ammonium nitrate as initiator in aqueous medium*. Biomacromolecules, 3(5), 1087-1094.
13. Hon, D.N. 1982. *Graft copolymerization of lignocellulosic fibres*. Washington, DC, USA : American Chemical Society.

14. Liu, S., Sun, G. 2008. *Radical graft functional modification of cellulose with allyl monomers chemistry and structure characterization*. Carbohydrate Polymers 71 (4), 614-625.
15. Li et al. 2007. *Photoinduced graft copolymerization of polymer surfactans based on hydroxyethyl cellulose*. Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry 190 (1,5). 9-14.
16. Benke et al, 2007. *Pre-irradiation grafting of cellulose and slightly carboxymethylated cellulose (CMC) fibres*. Radiation Physics and Chemistry 76 (8-9), 1355-1359.
17. Yuan, Y., Zhang, J., Ai, F., Yuan, J., Zhou, J., Shen, J., Lin, S., 2003. *Surface modification of SPEU films by ozone induced graft copolymerization to improve hemocompatibility*. Colloids and Surfaces. B: Biointerfaces 29, 247–256.
18. Gu, H., et al. 2011. *Hydrophobicity modification of polypropylene microfiltration membrane by ozonation*. Chemical Engineering Research Design, doi:10.1016/j.cherd.2011.07.003
19. 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 : Departemen Kimia FMIPA UI.
20. http://www.chem-is-try.org/materi_kimia/kimia-polimer/bentuk-polimer-dalam-kehidupan/bentuk-polimer-serat/. Diakses pada hari Selasa tanggal 22 November 2011 pukul 17.05 WIB.
21. Stevens, P.Malcolm. 2001. *Polymer Chemistry : An Introduction*. Oxford University Press, Inc.
22. <http://id.wikipedia.org/wiki/Serat>. Diakses pada hari Selasa tanggal 22 November 2011 pukul 17.13 WIB.
23. <http://www.scribd.com/doc/51521383/1/A-Klasifikasi-Serat-Tekstil>. Diakses pada hari Selasa tanggal 22 November 2011 pukul 15.00 WIB.
24. Wade. 2003. *Organic Chemistry 5th edition*. United States of America : Prentice Hall
25. Kauffman G.B.1993. *Rayon : The First Semi-Synthetic Fiber Product*. Journal of chemical education Y. Vol. 70, No. 11, p887-893.
26. <http://wapedia.mobi/ms/Selulosa>. Diakses pada hari Jumat tanggal 17 Juni 2011 pukul 16:23 WIB

27. Brandrup, J., Immergut, E.H. 1989. *Polymer Handbook*, 3rd ed. New York: John Wiley & Sons.
28. <http://en.wikipedia.org/wiki/Cross-link>. Diakses pada hari Selasa tanggal 22 November 2011 pukul 19.15 WIB.
29. <http://www.lookchem.com/300w/2010/0617/110-26-9.jpg>. Diakses pada hari Sabtu tanggal 25 Juni 2011 pukul 14:49 WIB.
30. http://en.wikipedia.org/wiki/Acrylic_acid. Diakses pada hari Selasa tanggal 22 November 2011 pukul 20.00 WIB.
31. Hellborn, S.I. 1965. *Thrope's Dictionary of Applied Chemistry: Ozone*, 4th, vol: IX. New Impression, Longman, 192-197.
32. Rice, R.G., M.E. Browning. 1981. *Ozone Treatment of Industrial Waste Water*, Pollution Technology Review no. 84, Noyes Data Corporation, p.14-38.
33. Dasgupta, S. 1990. *Surface Modification of Polyolefins for Hydrophilicity and Dondability : Ozonation and Grafting Hydrophilic Monomer on Ozonized Polyolefins*. Journal of Applied Polymer Science, Vol.41, p.223-248
34. Mc Murry, John., 2004. Organic Chemistry 6th edition. Singapore : Brooks/Cole-Thomson Learning
35. http://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/polymerbasics/co_polymers.php. Diakses pada hari Selasa tanggal 22 November pukul
36. Roy, Debashish., et al. 2009. *Cellulose modification by polymer grafting: a review*. Chemical Society Reviews, Vol 38, p1825-2148
37. http://id.wikipedia.org/wiki/Spektrofotometer_FTIR. Diakses pada hari Senin tanggal 10 Oktober 2011 pukul 11.23 WIB.
38. Roy, A.K., et al. 1992. *Infrared Spectra of Jute Stick Treated with white-rot Fungus*. Journal of Applied Polymer Science, Vol 44, p1607-1613
39. J. Basset, R.C. Denney, G.H. Jeffery, J. Mendham. 1994. *Buku Ajar Vogel Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*. Jakarta : EGC.
40. Greenberg, Arnold E., Lenore S. Clesceri, Andrew D. Eaton. 1992. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. Washington DC: American Public Health Assosiation.
41. Kokatnur, V., Jelling, M., 1941. *Iodometric determination of peroxygen in organic compounds*. J. Am. Chem. Soc. 63, p1432-1433.

42. Basuki, Fatmuanis. 2000. *Sintesis dan Karakterisasi Kopolimer Grafting Radiasi Asam Akrilat, Akrilamida, dan Campurannya pada Serat Rayon sebagai Penukar Ion*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.
43. Dahou, Wassila., Djamil G., Aatika O., Djamel A., 2010. *Preparation and biological characterization of cellulose graft copolymers*. Biochemical Engineering Journal, Vol. 48, p187-194.
44. Day, R.A., A.L Underwood. 1996. *Analisis Kimia Kuantitatif edisi Kelima*. Jakarta : Erlangga
45. Flyunt, Roman., Achim L., Clemens von S., 2003. *Characterisation and quantitative determination of (hydro)peroxides formed in the radiolysis of dioxygen-containing systems and upon ozonolysis*. Radiation Physics Chemistry, Vol 67, p469-473.
46. Nicholson, J. W. 1991. *Principles of Polymerization 3rd edition*. New York: John Wiley and Sons Interscience.
47. Bhattacharya, A., B.N. Misra. 2004. *Grafting: a versatile means to modify polymers technique, factors and applications*. Progress in Polymer Science, Vol. 29, p767-814.
48. Kartini, Tin. 2006. *Modifikasi Serat Rayon dengan Monomer Asam Metakrilat (MA) dan Komonomer N,N'-Bis Akrilamid (NNBA) serta Aplikasinya sebagai Adsorben Zat Warna Basa Tekstil*. Depok : Departemen Kimia FMIPA UI.
49. Toledano et al. 2005. *Characterization of henequen cellulose microfibers treated with an epoxide and grafted with poly(acrylic acid)*. Carbohydrate Polymers, Vol. 62, p67-73.
50. Fujimoto, Keiji., et al. 1993. *Ozone-Induced Graft Polymerization onto Polymer Surface*. Journal of Polymer Science: Part A: Polymer Chemistry, Vol. 31, p1035-1043.
51. Karlsson, J. O., P.Gatenholm. 1997. *Preparation and characterization of cellulose-supported HEMA hydrogels*. Polymer Vol. 38 No 18, p4727-4731.
52. Wojnarovits, L., et al. 2010. *Radiation-induced grafting of cellulose for adsorption of hazardous water pollutants : A review*. Radiation Physics and Chemistry, Vol. 79, p848-862.
53. Karlsson, J. O., et al. 1998. *Swelling behavior of stimuli-responsive cellulose fibers*. Polymer Vol. 39 No. 10, p3589-p3595

LAMPIRAN

Lampiran 1. Spesifikasi serat rayon

PRODUK PT. INDO-BHARAT RAYON

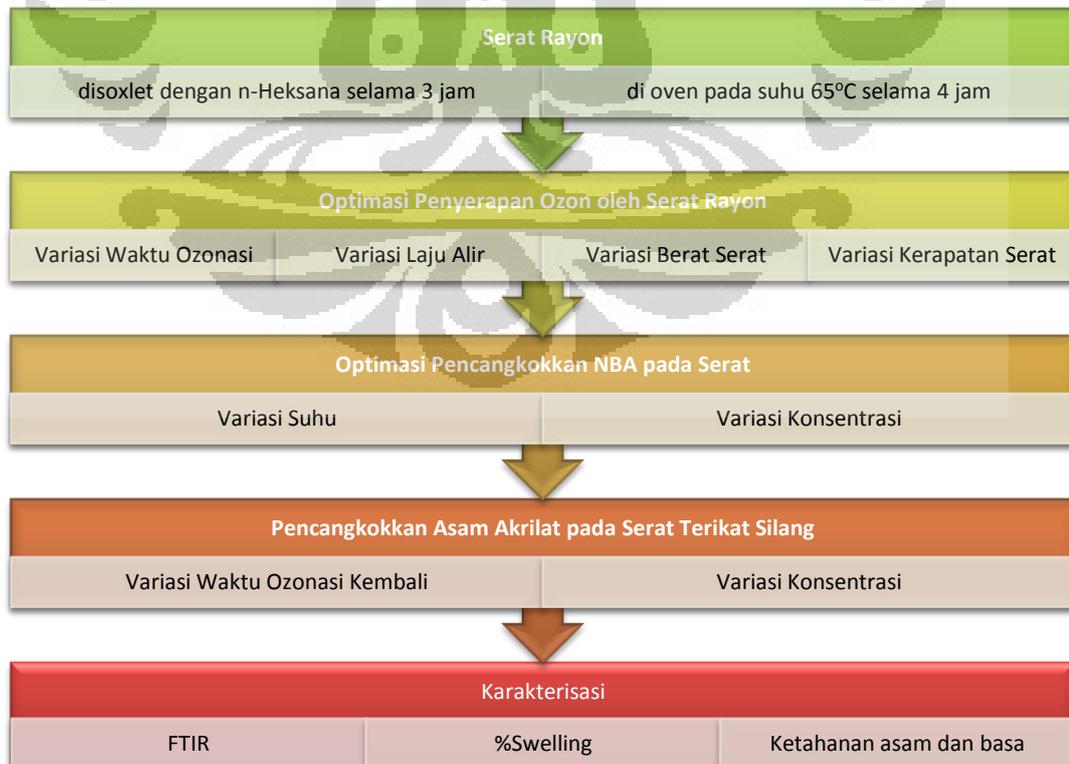
Menara Batavia, 16th Floor, Jl. K.H Mas Mansyur Kav. 126, Jakarta 10220, Indonesia

TECHNICAL SPECIFICATIONS

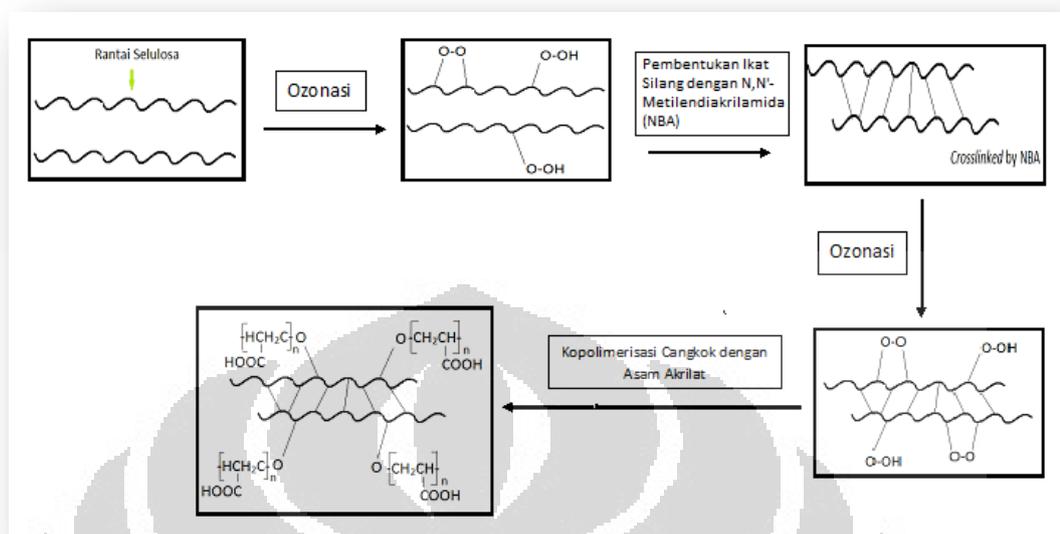
VISCOSE RAYON STAPLE FIBRE (REGULARY QUALITY)

CONTENT	UNIT	STANDARD
Denier 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 2. Sistematisa kerja



Lampiran 3. Ilustrasi proses pembuatan serat rayon terikat silang dengan gugus fungsi asam akrilat



Lampiran 4. Data titrasi iodometri untuk penentuan berat ozon total pada kalibrasi ozonisator.

Laju alir (L/min)	Waktu (menit)	V tiosulfat rerata (ml)	N tiosulfat	Berat O_3 total (mg)	Berat O_3 yg dihasilkan per menit (mg)
0,1	15	7,65	0,00504	740,28	49,35
	30	14,85	0,00504	1437,00	47,90
	45	24,02	0,00504	2324,37	51,65
	60	32,08	0,00504	3104,32	51,74
				rata-rata	50,16
0,3	15	9,27	0,00500	889,92	59,33
	30	18,25	0,00500	1752,00	58,40
	45	27,15	0,00500	2606,40	57,92
	60	33,10	0,00500	3177,60	52,96
				rata-rata	57,15
0,5	15	11,95	0,00488	1119,67	74,64
	30	24,60	0,00488	2304,92	76,83
	45	36,05	0,00488	3377,74	75,06
	60	47,08	0,00488	4410,74	73,51
				rata- rata	75,01
1	15	12,68	0,00488	1187,60	79,17
	30	25,73	0,00488	2410,33	80,34
	45	39,38	0,00488	3689,28	81,98
	60	52,98	0,00488	4963,55	82,73
				rata- rata	81,06

Contoh perhitungan :

$$\text{Berat total O}_3 = V \text{ N}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 8 \times N \text{ N}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 2400$$

Pada laju alir 0,1 L/min dan waktu ozonasi 15 menit, didapat volume $\text{N}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sebesar 7,65 ml. Maka berat ozon total yang dihasilkan alat adalah:

$$\begin{aligned} \text{Berat total O}_3 &= V \text{ N}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 8 \times N \text{ N}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 2400 \\ &= 7,65 \text{ ml} \times 8 \times 0,00504 \times 2400 \\ &= 740,28 \text{ mg} \end{aligned}$$

Lampiran 5. Pengaruh waktu ozonasi dan laju alir terhadap penyerapan ozon pada serat

Laju Alir 0,1 L/min					
Waktu ozonasi (menit)	Berat serat (gram)	Volume $\text{n}_2\text{s}_2\text{o}_3$ (ml)	o_3 diserap (mmol)	Berat o_3 diserap (mg)	Kerapatan (mmol/gram)
15	2,0021	19,2	0,1062	254,82	0,0530
30	2,0076	21,9	0,1211	290,66	0,0603
45	2,0042	22,6	0,1250	299,95	0,0624
60	2,0016	23,4	0,1294	310,56	0,0646

$$N \text{ N}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 0,00553 \text{ N}$$

Laju Alir 0,5 L/min					
Waktu ozonasi (menit)	Berat serat (gram)	Volume $\text{n}_2\text{s}_2\text{o}_3$ (ml)	o_3 diserap (mmol)	Berat o_3 diserap (mg)	Kerapatan (mmol/gram)
15	2,0019	20,9	0,1156	277,38	0,0577
30	2,0076	22,2	0,1228	294,64	0,0612
45	2,0009	23,4	0,1294	310,56	0,0647
60	2,0024	24,1	0,1333	319,86	0,0666

$$N \text{ N}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 0,00553 \text{ N}$$

Laju Alir 1 L/min					
waktu ozonasi (menit)	berat serat (gram)	volume N ₂ S ₂ O ₃ (ml)	O ₃ diserap (mmol)	berat O ₃ diserap (mg)	kerapatan (mmol/gram)
15	2,0022	23,2	0,1278	306,80	0,06385
30	2,0069	24,0	0,1322	317,38	0,06589
45	2,0045	25,1	0,1383	331,92	0,06900
60	2,0074	25,9	0,1427	342,50	0,07109

$$N \text{ N}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 0,00551 \text{ N}$$

Perhitungan :

$$\text{mmol O}_3 \text{ diserap} = V \text{ N}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times N \text{ N}_2\text{S}_2\text{O}_3$$

$$\text{Berat O}_3 \text{ diserap} = \text{mmol O}_3 \text{ diserap} \times 2400$$

$$\text{Kerapatan} = \frac{\text{mmol O}_3 \text{ diserap}}{\text{berat serat}}$$

Lampiran 6. Pengaruh berat serat terhadap penyerapan ozon pada serat

berat serat (gram)	volume N ₂ S ₂ O ₃ (ml)	mmol O ₃ (mmol)	berat O ₃ (mg)	kerapatan (mmol/gram)
2,0030	25,5	0,1405	337,21	0,0701
3,0027	35,2	0,1940	465,48	0,0646
4,0007	43,0	0,2369	568,63	0,0592

N N₂S₂O₃ = 0,00551 N; laju alir 1,0 L/min; waktu ozonasi 30 menit

Lampiran 7. Pengaruh Kerapatan Serat terhadap Penyerapan Ozon pada Serat

berat serat (gram)	tinggi serat (cm)	kerapatan serat (gram/cm)	volume N ₂ S ₂ O ₃ (ml)	mmol O ₃ (mmol)	berat O ₃ (mg)	kerapatan (mmol/gram)
2,0069	8	0,2509	24,0	0,1322	317,38	0,06589
2,0016	12	0,1668	24,8	0,1366	327,96	0,06827
2,0045	16	0,1253	25,4	0,1400	335,89	0,06982

N N₂S₂O₃ = 0,00551 N; laju alir 1,0L/min; waktu ozonasi 30 menit

Lampiran 8. Pengaruh suhu pencangkokkan terhadap kadar pencangkokkan NBA

Suhu grafting (°C)	Berat Serat		%grafting
	Awal	Akhir	
60	2,0107	2,4247	20,59
70	2,0041	2,5253	26,01
80	2,0170	2,9971	48,59
90	2,0077	2,9772	48,29

Lampiran 9. Pengaruh konsentrasi NBA terhadap kadar pencangkokkan NBA

Berat Serat		Konsentrasi NBA	%grafting
Awal	Akhir		
2,0034	2,8301	3	41,26
2,0026	2,8385		41,74
2,0044	2,8078		40,08
2,0005	2,8264		41,28
		rata-rata	41,09
2,0018	3,0002	5	49,88
2,0026	3,0330		51,45
2,0026	3,0257		51,09
2,0034	2,9938		49,44
		rata-rata	50,46
2,0038	3,3655	7	67,96
2,0092	3,2909		63,79
2,0014	3,3095		65,36
2,0073	3,3431		66,55
		rata-rata	65,91

Lampiran 10. Pengaruh konsentrasi NBA dan waktu ozonasi kembali terhadap jumlah dan kerapatan ozon yang terserap pada serat

Konsentrasi NBA (%v/v)	Berat serat (gram)		Grafting (%)	Waktu Ozonasi Kembali (menit)	Volume Na ₂ S ₂ O ₃ (ml)	mmol Ozon Terserap	Jumlah Ozon Terserap (mg)	Kerapatan Ozon Terserap (mmol/gram)
	awal	akhir						
3	2,0199	2,8349	40,35	30	21,90	0,1071	257,02	0,0530
	2,0036	2,7952	39,51	60	22,20	0,1086	260,54	0,0542
	2,0109	2,8212	40,30	90	24,38	0,1192	286,12	0,0593
	2,0054	2,8277	41,00	120	25,20	0,1232	295,75	0,0614
5	2,0169	3,0903	53,22	30	16,90	0,0826	198,34	0,0410
	2,0107	2,9971	49,06	60	19,93	0,0975	233,90	0,0485
	2,0055	3,0674	52,95	90	21,00	0,1027	246,46	0,0512
	2,0030	3,0224	50,89	120	22,23	0,1087	260,89	0,0543
7	2,0175	3,2552	61,35	30	12,70	0,0621	149,05	0,0308
	2,0195	3,3392	65,35	60	13,25	0,0648	155,50	0,0321
	2,0154	3,3446	65,95	90	14,01	0,0685	164,42	0,0340
	2,0134	3,3112	64,46	120	14,37	0,0703	168,65	0,0349

N Na₂S₂O₃ = 0,00489 N

Lampiran 11. Pengaruh konsentrasi NBA dan waktu ozonasi kembali terhadap kadar pencangkokkan asam akrilat

konsentrasi NBA	%Grafting NBA	Berat serat (gram)		Waktu ozonasi kembali (menit)	%grafting asam akrilat
		awal	akhir		
3	40,08	2,0125	2,6700	30	32,67
	41,28	2,0149	2,8979	60	43,82
	41,26	2,0039	2,9611	90	47,77
	41,74	2,005	2,9551	120	47,39
5	51,45	2,0021	2,4892	30	24,33
	49,88	2,0036	2,5356	60	26,55
	51,09	2,0239	2,6540	90	31,13
	49,44	2,0013	2,6982	120	34,82
7	65,36	2,0075	2,1901	30	9,10
	67,96	2,0078	2,2094	60	10,04
	63,79	2,0015	2,3011	90	14,97
	66,55	2,0058	2,3221	120	15,77

Lampiran 12. Perbandingan rasio mol asam akrilat dengan mol ozon yang terserap

mmol ozon	mmol asam akrilat	mmol asam akrilat/mmol ozon
5,3546	9,1243	2
5,4279	12,2537	2
5,9609	13,2834	2
6,1614	13,1848	2
4,1321	6,7596	2
4,8729	7,3827	2
5,1345	8,7441	2
5,4352	9,6711	2
3,1052	2,5340	1
3,2396	2,7977	1
3,4254	4,1579	1
3,5135	4,3894	1

Lampiran 13. Pengaruh variasi konsentrasi asam akrilat terhadap kadar pencangkokkan asam akrilat

[NBA]	grafting (%)	Berat Serat (gram)		waktu ozonasi kembali (menit)	[Asam Akrilat] (%v/v)	grafting (%)
		Awal	Akhir			
5	42,56	1,0044	1,5088	90	10	50,22
		1,0028	1,5292		15	52,49
		1,0067	1,5460		20	53,57
		1,0037	2,8239		25	181,35

Lampiran 14. Uji pengembangan serat rayon asli, serat rayon-g-Poliakrilat dan serat rayon-co-NBA-g-Poliakrilat

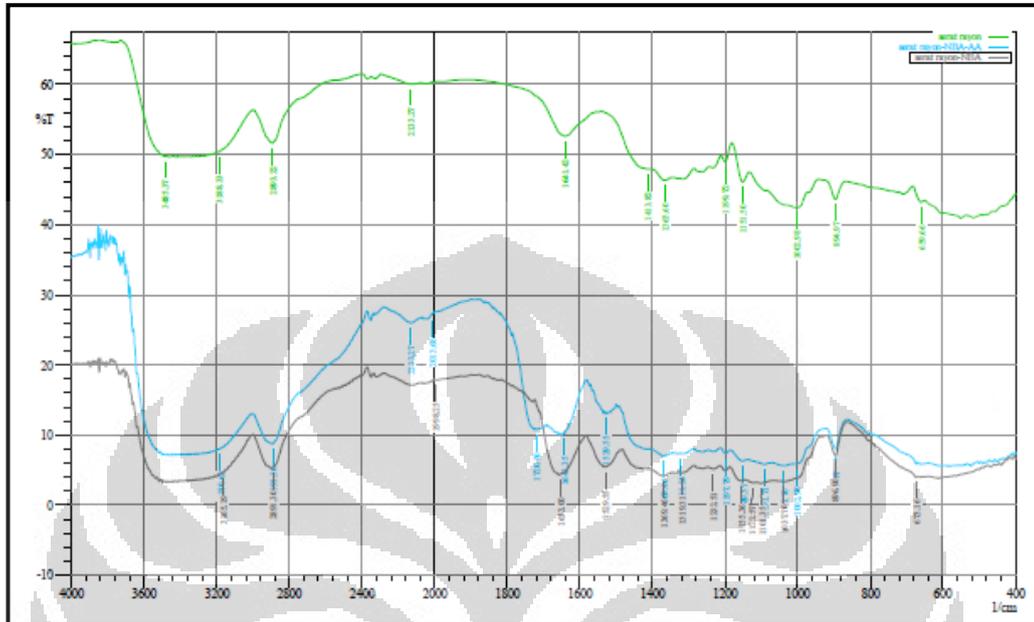
Konsentrasi NBA (%w/v)	waktu ozonasi kembali (menit)	pencangkokkan asam akrilat (%)	swelling(%)		
			I	II	Rerata
3	30	32,67	335,04	338,26	336,65
	60	43,82	366,04	367,62	366,83
	90	47,77	455,39	459,11	457,25
	120	47,39	417,16	418,30	417,73
5	30	24,33	185,33	182,19	183,76
	60	26,55	224,42	224,74	224,58
	90	31,13	326,29	326,91	326,60
	120	34,82	328,46	330,90	329,68
7	30	9,10	102,20	103,80	103,00
	60	10,04	118,02	121,16	119,59
	90	14,97	131,71	135,55	133,63
	120	15,77	159,14	163,60	161,37
0	30	33,70	500,84	502,74	501,79
	60	51,08	672,87	673,35	673,11
Serat Rayon Asli			483,44	484,54	483,99

$$\text{Perbandingan relatif terhadap serat rayon asli} = \frac{S_1 - S}{S} \times 100\%$$

Ket : S = swelling (%) serat rayon asli

S₁ = swelling (%) serat rayon termodifikasi

Lampiran 15. Spektrum FTIR gabungan serat rayon asli, serat rayon-co-NBA dan serat rayon-co-NBA-g-Poliakrilat.



Lampiran 16. Spektrum FTIR gabungan serat rayon asli, serat rayon-co-NBA dan serat rayon-co-NBA-g-Poliakrilat tanpa grafting.

