



UNIVERSITAS INDONESIA

**MODIFIKASI SERAT RAYON DENGAN TEKNIK RADIASI
SEBAGAI ADSORBEN URANIUM**

TESIS

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar magister kimia

ASEP SETIAWAN

1006734413

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

PROGRAM MAGISTER ILMU KIMIA

KEKHUSUSAN NON HAYATI

DEPOK

JULI 2012

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Asep Setiawan, S.Si

NPM : 1006734413

Tanda Tangan : 

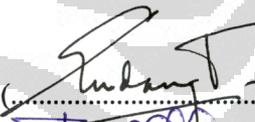
Tanggal : 2 Juli 2012

HALAMAN PENGESAHAN

Tesis ini diajukan oleh :
Nama : Asep Setiawan, S.Si
NPM : 1006734413
Program Studi : Kimia Non Hayati (Anorganik)
Judul Tesis : Modifikasi Serat Rayon dengan Teknik Radiasi
sebagai Adsorben Uranium

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

DEWAN PENGUJI

| | | |
|------------|--------------------------------------|--|
| Pembimbing | : Prof. Dr. Endang Asijati W., M.Sc. | () |
| Pembimbing | : Prof. Ir. Zainus Salimin, MSc. | () |
| Penguji | : Dr. Asep Saefumillah | () |
| Penguji | : Dr. Jarnuzi Gunlazuardi | () |
| Penguji | : Dr. Helmiyati | () |
| Penguji | : Dr. Rahmat Wibowo | () |

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 2 Juli 2012

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur saya panjatkan kepada Allah SWT, karena atas berkat dan rahmat-Nya, saya dapat menyelesaikan tesis ini. Penulisan tesis ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai kelulusan Program Magister Ilmu Kimia Pascasarjana Departemen Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

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

- (1) Ibu Prof. Dr. Endang Asijati W., M.Sc. dan Bapak Prof (Ris) Ir. Zainus Salimin, M.Sc. selaku pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran untuk mengarahkan saya dalam penyusunan tesis ini;
- (2) KEMENRISTEK yang telah memberikan beasiswa serta BATAN khususnya PTKMR dan PUSDIKLAT yang telah memberikan izin untuk program magister ini;
- (3) Dr. Ridla Bakri, M.Phil selaku ketua Departemen Kimia FMIPA UI dan Dr. Endang Saepudin selaku Koordinator Program Pasca Sarjana beserta seluruh Staf Dosen dan Staf Karyawan;
- (4) orang tua, istriku Suharni dan putraku Azha serta keluarga besar saya yang telah memberikan bantuan dukungan material dan moral; dan
- (5) rekan-rekan seperjuangan S2 dan rekan-rekan di laboratorium PTKMR BATAN serta semua pihak yang tidak dapat saya sebut satu persatu yang telah banyak membantu saya dalam menyelesaikan tesis ini.

Akhir kata, saya berharap Allah SWT berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga tesis ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu.

Penulis

2012

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

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

Nama : Asep Setiawan
NPM : 1006734413
Program Studi : Kimia Non Hayati
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Tesis

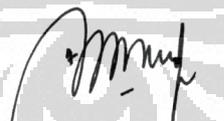
demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :

Modifikasi Serat Rayon dengan Teknik Radiasi sebagai Adsorben Uranium

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

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok
Pada tanggal : 2 Juli 2012
Yang menyatakan



(Asep Setiawan)

ABSTRAK

Nama : Asep Setiawan
Program Studi : Kimia
Judul : Modifikasi Serat Rayon dengan Teknik Radiasi
sebagai Adsorben Uranium

Modifikasi serat rayon menggunakan teknik radiasi sebagai adsorben uranium telah dilakukan. Modifikasi dilakukan dengan cara kopolimerisasi cangkok dengan teknik radiasi secara simultan menggunakan monomer N,N'-metilendiakrilamid (NBA), monomer glycidil metacrylate (GMA), serta campuran NBA dan GMA yang dicangkokkan pada serat rayon, juga dilakukan pengikatan asam sitrat sebagai ligan pada serat tercangkok monomer, sehingga diperoleh kopolimer cangkok Rayon-g-NBA, Rayon-g-NBA-CA, Rayon-g-GMA, Rayon-g-GMA-CA, Rayon-g-NBA-GMA, dan Rayon-g-NBA-GMA-CA. Penelitian ini bertujuan untuk membuat serat penukar ion yang dapat mengadsorpsi uranium dengan kapasitas tukar ionnya yang baik. Parameter yang dipelajari adalah pengaruh dosis serap, volume monomer, konsentrasi monomer, dan rasio volume larutan. Serat yang telah dimodifikasi dikarakterisasi sifat fisiknya diantaranya ditentukan persen cangkok, topologi, sifat termal, kristalinitas, serta kapasitas tukar ionnya. Hasil yang diperoleh adalah kondisi optimum untuk memodifikasi serat rayon. Dosis radiasi yang digunakan 0,5 kGy untuk R-g-NBA dan R-g-GMA; 0,75 kGy R-g-NBA-CA, R-g-GMA-CA, dan R-g-NBA-GMA; dan 1 kGy untuk R-g-NBA-GMA-CA. Volume monomer optimum untuk semua serat termodifikasi dengan berat serat 100 mg adalah 10 mL, konsentrasi optimum adalah 5%, rasio volume larutan adalah 8:2 untuk R-g-NBA-CA, 5:5 untuk R-g-GMA-CA, dan R-g-NBA-GMA, dan 4:2:4 untuk R-g-NBA-GMA-CA. Dari karakterisasi yang dilakukan terlihat bahwa pencangkokan berhasil dilakukan dengan melihat persen grafting, spektra IR, sifat panas, diameter, dan kristalinitas dari serat termodifikasi dibandingkan dengan serat asli. Serat termodifikasi dengan GMA dan asam sitrat (R-g-GMA-CA) memberikan hasil terbaik dengan kapasitas adsorpsi terhadap uranium terbesar yaitu 0,3 meq/g serat.

Kata Kunci : rayon, iradiasi, kopolimerisasi cangkok, adsorben uranium.
xii+ 77 halaman : 61 gambar; 11 tabel
Daftar Pustaka : 33 (1984 – 2010)

ABSTRACT

Name : Asep Setiawan
Program Study : Chemistry
Title : Modification of Rayon Fiber using Radiation Techniques as Uranium Adsorbent

Rayon fiber modification using radiation techniques for uranium metal adsorbent has been conducted. Modifications conducted by grafting copolymerization with simultaneous radiation technique using the monomer N, N'-metilendiakrilamid (NBA), glycidil metacrylate monomer (GMA), as well as a mixture of NBA and GMA is grafted on a rayon fiber, also made of citric acid as a ligand binding to the grafted fiber monomer, in order to obtain a graft copolymer Rayon -g-NBA, Rayon-g-NBA-CA, Rayon-g-GMA, Rayon-g-GMA-CA, Rayon-g-GMA-NBA, and Rayon-g-NBA-GMA-CA. The study aims to create an ion exchange fibers which can adsorb uranium with a fine ion exchange capacity. Parameters studied are, respectively, the influence of absorbed doses, the volume of monomers, monomer concentrations, and the ratio of solution volumes. Modified fibers were characterized physical properties of which are determined percentage of, respectively, percent grafts, topologies, thermal properties, crystallinities, and ion exchange capacities. The results obtained are optimum conditions for modifying the rayon fiber. Dose of 0.5 kGy of radiation used for R-g-NBA and R-g-GMA; 0.75 kGy for R-g-NBA-CA, R-g-GMA-CA and R-g-NBA-GMA, and 1 kGy for R-g-NBA-GMA-CA. Optimum monomer volume for all the fibers modified with fiber weight of 100 mg was 10 mL, the optimum concentration was 5%, the solution volume ratio is 8:2 for the R-g-NBA-CA, 5:5 for R-g-GMA-CA- and R-g-NBA-GMA, and 4:2:4 for the R-g-NBA-GMA-CA. From the characterization performed shows that the transplant has been succeeded by observing at, respectively, the percentage of graftings, IR spectras, thermal properties, diameters, and crystallinities of the fiber-modified compared to its original fiber. Fibers modified with GMA and citric acid (R-g-GMA-CA) provided the best results with the adsorption capacity of the largest uranium metal is 0.3 meq / g fiber.

Keywords : rayon, irradiation, graft copolymerization, uranium adsorbent.
xii+77 pages : 61 pictures; 11 tables
Bibliography : 33 (1984-2010)

DAFTAR ISI

| | |
|---|-----------|
| HALAMAN JUDUL | i |
| HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS | ii |
| HALAMAN PENGESAHAN | iii |
| KATA PENGANTAR | iv |
| LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH | v |
| ABSTRAK | vi |
| DAFTAR ISI | viii |
| DAFTAR TABEL | x |
| DAFTAR GAMBAR | xi |
| DAFTAR LAMPIRAN | xii |
| 1. PENDAHULUAN | 1 |
| 1.1 Latar Belakang | 1 |
| 1.2 Perumusan Masalah | 3 |
| 1.3 Tujuan Penelitian | 3 |
| 1.4 Hipotesis Penelitian | 4 |
| 1.5 Ruang Lingkup Penelitian | 4 |
| 2. TINJAUAN PUSTAKA | 5 |
| 2.1 Serat Selulosa | 5 |
| 2.1.1 Serat Rayon | 6 |
| 2.2 Modifikasi Serat Rayon | 6 |
| 2.3 Polimerisasi | 7 |
| 2.3.1 Kopolimerisasi dan Struktur Kopolimer..... | 8 |
| 2.3.2 Mekanisme Kopolimerisasi Cangkok Pada Permukaan Serat Selulosa | 9 |
| 2.4 Kopolimerisasi Cangkok dengan Induksi Radiasi..... | 10 |
| 2.4.1 Pencangkokkan Secara Pra- Iradiasi | 11 |
| 2.4.2 Pencangkokkan Simultan..... | 12 |
| 2.5 Ikat Silang | 13 |
| 2.6 Kopolimerisasi Cangkok GMA | 14 |
| 2.7 Asam Sitrat | 15 |
| 2.8 Penukar Ion | 15 |
| 2.9 Uranium | 17 |
| 3. METODE PENELITIAN | 19 |
| 3.1 Bahan | 20 |
| 3.2 Peralatan | 20 |
| 3.3 Prosedur Percobaan | 21 |
| 3.3.1 Persiapan Awal | 21 |
| 3.3.1.1 Pencucian Serat | 21 |
| 3.3.1.2 Pembuatan Larutan Monomer | 21 |
| 3.3.2 Uji Pendahuluan | 21 |
| 3.3.3 Proses Pencangkokkan Secara Simultan..... | 22 |

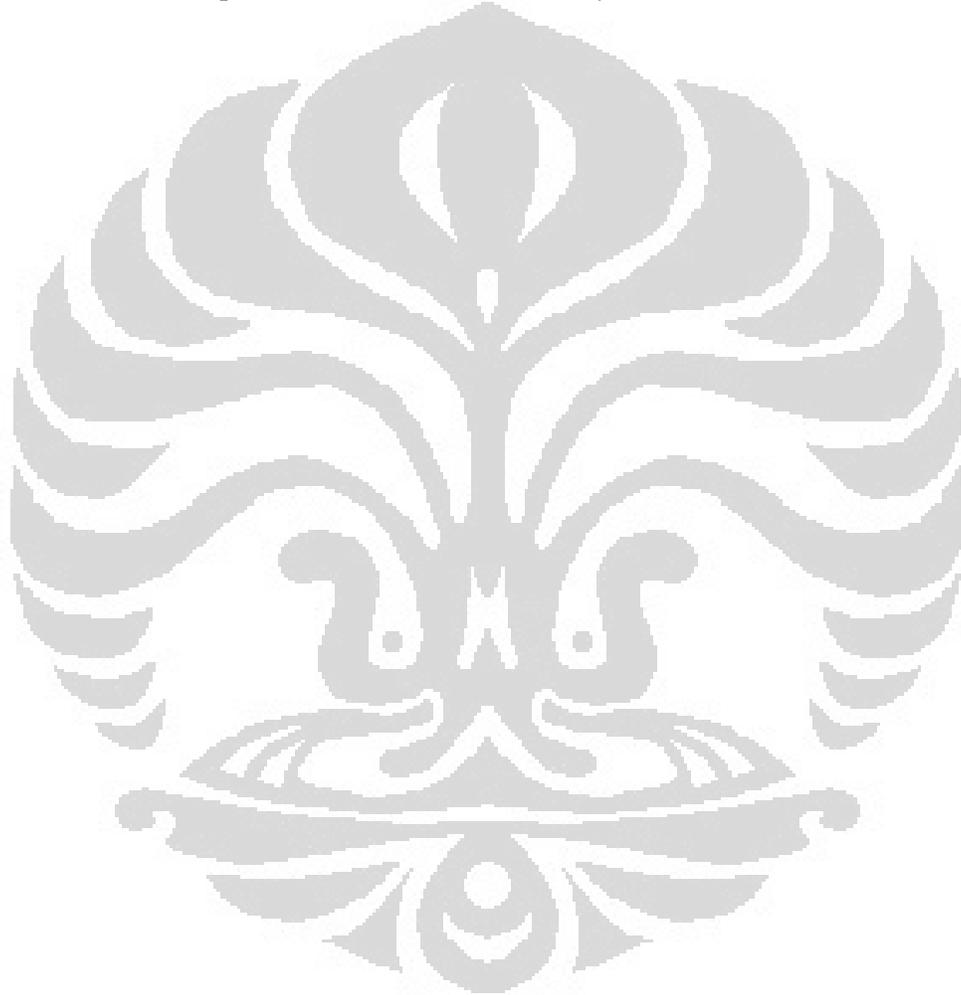
| | | |
|-----------|--|-----------|
| 3.3.4 | Parameter Penelitian..... | 22 |
| 3.3.4.1 | Variasi Dosis Serap | 22 |
| 3.3.4.2 | Variasi Volume Monomer | 22 |
| 3.3.4.3 | Variasi Konsentrasi Monomer..... | 22 |
| 3.3.4.4 | Variasi Rasio Monomer | 23 |
| 3.3.5 | Karakterisasi Serat..... | 23 |
| 3.3.5.1 | Penentuan Kadar Pencangkokkan..... | 23 |
| 3.3.5.2 | Karakterisasi Gugus Fungsi (FTIR) | 23 |
| 3.3.5.3 | Karakterisasi Kristalinitas (XRD) | 23 |
| 3.3.5.4 | Karakterisasi Sifat Termal (TGA)... .. | 24 |
| 3.3.5.5 | Karakterisasi SEM | 24 |
| 3.3.5.6 | Pengujian Kapasitas dan Regenerasi Serat | 24 |
| 3.4 | Diagram Alir Pengujian..... | 24 |
| 4. | HASIL DAN PEMBAHASAN | 27 |
| 4.1 | Uji Pendahuluan | 28 |
| 4.2 | Penentuan Kondisi Modifikasi Serat..... | 30 |
| 4.2.1 | Pengaruh Dosis Radiasi..... | 30 |
| 4.2.2 | Pengaruh Volume Larutan Monomer..... | 31 |
| 4.2.3 | Pengaruh Konsentrasi Monomer | 33 |
| 4.2.4 | Pengaruh Rasio Monomer | 34 |
| 4.2.5 | <i>Scale-up</i> | 36 |
| 4.3 | Karakterisasi Serat Termodifikasi..... | 37 |
| 4.3.1 | Karakterisasi SEM | 37 |
| 4.3.2 | Karakterisasi FTIR | 39 |
| 4.3.3 | Karakterisasi XRD | 41 |
| 4.3.4 | Karakterisasi TGA | 42 |
| 4.3.5 | Pengujian Kapasitas dan Regenerasi serat..... | 44 |
| 5. | KESIMPULAN DAN SARAN | 46 |
| 5.1 | Kesimpulan | 46 |
| 5.2 | Saran | 46 |
| | DAFTAR PUSTAKA | 47 |
| | LAMPIRAN | 51 |

DAFTAR GAMBAR

| | | |
|------------|--|----|
| Gambar 2.1 | Struktur Kimia Selulosa | 6 |
| Gambar 2.2 | Jenis-jenis Kopolimer | 8 |
| Gambar 2.3 | Mekanisme Kopolimerisasi Cangkok Melalui Radikal | 10 |
| Gambar 2.4 | Struktur N,N'-Metilendiakrilamid (NBA)..... | 13 |
| Gambar 2.5 | Struktur Glisidil Metakrilat (GMA)..... | 14 |
| Gambar 2.6 | Struktur Asam Sitrat..... | 15 |
| Gambar 2.7 | Peluruhan Uranium-238..... | 18 |
| Gambar 3.1 | Bagan Uji Pendahuluan | 24 |
| Gambar 3.2 | Diagram Alir Penelitian Modifikasi Serat..... | 25 |
| Gambar 3.3 | Diagram Alir Uji Kapasitas Serat | 25 |
| Gambar 3.4 | Diagram Alir Regenerasi Serat | 26 |
| Gambar 4.1 | Grafik Uji Pendahuluan | 28 |
| Gambar 4.2 | Pengaruh Dosis Radiasi terhadap Persen Grafting | 30 |
| Gambar 4.3 | Pengaruh Konsentrasi Monomer terhadap Persen Grafting ... | 32 |
| Gambar 4.4 | Pengaruh Dosis Radiasi terhadap Persen Grafting | 33 |
| Gambar 4.5 | Photograf SEM Serat Termodifikasi | 38 |
| Gambar 4.6 | Spektra IR dari Serat Rayon Asli dan Serat termodifikasi | 40 |
| Gambar 4.7 | Difraktogram Serat Rayon Asli dan Serat Termodifikasi | 41 |
| Gambar 4.8 | Termogram Serat Rayon Asli dan Serat Termodifikasi | 43 |

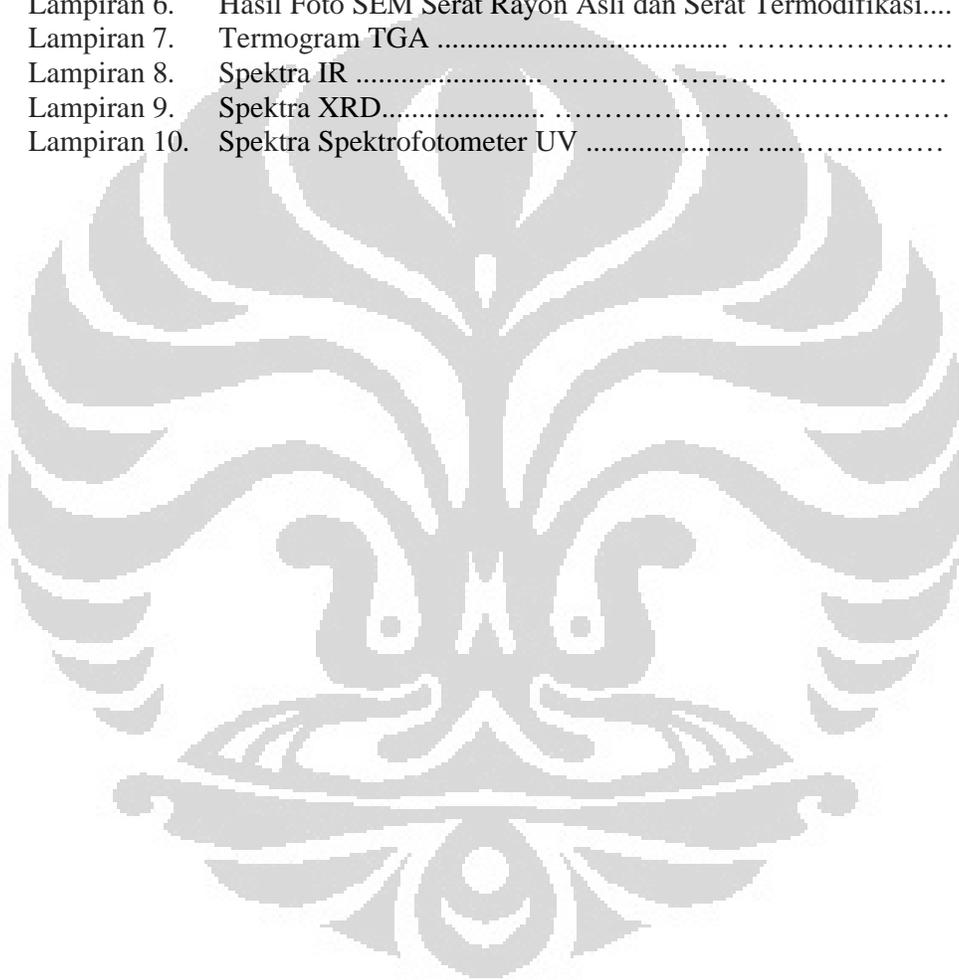
DAFTAR TABEL

| | | |
|-----------|---|----|
| Tabel 4.1 | Dosis Optimal Modifikasi Serat Rayon dengan Teknik Radiasi... | 31 |
| Tabel 4.2 | Pengaruh Rasio Volume Monomer terhadap Persen Grafting | 35 |
| Tabel 4.3 | Hasil <i>Scale-up</i> Serat Rayon Termodifikasi.... | 36 |
| Tabel 4.4 | Diameter Serat Rayon Asli dan Serat Rayon Termodifikasi | 38 |
| Tabel 4.5 | Persen Kristalinitas Serat Asli dan Serat Termodifikasi | 42 |
| Tabel 4.6 | Termogram Serat Rayon Asli dan Serat Rayon Termodifikasi ... | 43 |
| Tabel 4.7 | Kapasitas Pertukaran Ion Serat Rayon Termodifikasi | 45 |



DAFTAR LAMPIRAN

| | | |
|--------------|--|----|
| Lampiran 1. | Data Pengaruh Dosis terhadap Persen Grafting..... | 51 |
| Lampiran 2. | Data Pengaruh Volume Monomer terhadap Persen Grafting .. | 51 |
| Lampiran 3. | Data Pengaruh Konsentrasi Monomer terhadap Persen Grafting | 52 |
| Lampiran 4. | Data Kapasitas Tukar Ion dan Regenerasi | 52 |
| Lampiran 5. | Grafik Pengaruh Rasio Volume Monomer terhadap Persen Cangkok | 53 |
| Lampiran 6. | Hasil Foto SEM Serat Rayon Asli dan Serat Termodifikasi.... | 55 |
| Lampiran 7. | Termogram TGA | 59 |
| Lampiran 8. | Spektra IR | 66 |
| Lampiran 9. | Spektra XRD..... | 71 |
| Lampiran 10. | Spektra Spektrofotometer UV | 74 |



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Sejak banyaknya industri menggunakan bahan alam yang berasal dari perut bumi, maka terdapat kemungkinan bahwa beberapa produk yang dihasilkan baik produk utama ataupun produk sampingnya dapat mengandung radionuklida termasuk salah satunya adalah logam uranium dalam jumlah yang cukup. Uranium adalah suatu unsur radioaktif alami yang banyak terdapat pada lapisan kulit bumi dan hampir semua sumber air, khususnya air tanah mengandung uranium.

Isotop uranium ada yang alami (^{234}U , ^{235}U , dan ^{238}U) dan ada yang buatan (^{232}U , ^{233}U , dan ^{236}U). Semua isotop uranium bersifat radioaktif dengan memancarkan partikel alpha yang disertai dengan radiasi gamma yang lemah. Isotop yang dominan, ^{238}U , membentuk rantai peluruhan yang panjang dan hasil peluruhannya mengandung radionuklida radium-226 dan radium-222. Risiko yang paling besar dari penyerapan uranium dalam jumlah yang besar adalah kerusakan ginjal, karena bersifat sebagai logam beracun. Paparan uranium juga dapat meningkatkan risiko untuk terkena kanker berdasarkan radioaktivitasnya. Radium-226 diketahui sebagai salah satu radionuklida yang paling beracun bagi manusia apabila masuk ke dalam tubuh dengan memancarkan radiasi alpha ke jaringan tubuh dan dapat terakumulasi pada tulang dan jaringan lain yang banyak mengandung kalsium (Anonim, 2003).

Sifat uranium atau luruhannya yang dapat membahayakan tubuh inilah yang menyebabkan adanya peraturan yang mengatur tentang batasan kandungan radionuklida di lingkungan. Ambang batas kandungan radionuklida di lingkungan diatur dengan Keputusan Kepala Badan Pengawas Tenaga Nuklir (BAPETEN) No 02/Ka-BAPETEN/V-99 tentang Baku Tingkat Radioaktivitas di Lingkungan. Selain itu pada Tahun 2010 Departemen Kesehatan RI telah mengeluarkan Peraturan Menteri Kesehatan No. 492/MENKES/PER/IV/2010 tentang Persyaratan Kualitas Air Minum, yang salah satu isinya adalah adanya

pencantuman logam uranium sebagai logam tambahan untuk analisis air minum dengan nilai ambang batasnya sebesar 0,015 mg/L.

Nilai ambang batas ini digunakan sebagai dasar untuk mengurangi kandungan uranium dalam sampel lingkungan, agar aman bagi manusia. Pengurangan kandungan uranium dalam sampel larutan dapat dilakukan dengan berbagai cara, salah satunya adalah dengan menggunakan suatu adsorben yang secara spesifik dapat menyerap uranium. Adsorben yang banyak digunakan untuk menyerap berbagai logam termasuk uranium adalah adsorben yang berupa penukar ion. Penukar ion yang baik memiliki kapasitas dan selektifitas yang tinggi, stabil terhadap panas, mekanik, dan kimia (Dofner, 1991). Kapasitas ditentukan oleh konsentrasi gugus fungsi, sedangkan selektivitas bergantung pada sifat ion yang dipertukarkan dan jenis gugus fungsi yang terdapat dalam penukar ion serta derajat *swelling*-nya. Penukar ion dengan syarat-syarat tersebut dapat dibuat dengan berbagai cara, salah satunya adalah dengan metode kopolimerisasi cangkok (*graft copolymerization*) yang telah banyak dikembangkan dalam industri polimer dengan jalan memodifikasi sifat permukaan polimernya. Pembuatan serat penukar ion dengan teknik kopolimerisasi cangkok telah dilakukan dengan menggunakan monomer vinil yang memiliki gugus fungsi tertentu seperti karboksilat (COOH) dan amida (CONH₂) ke dalam matriks polimer dengan berbagai bentuk seperti butiran, film atau serat, sehingga dapat bersifat sebagai penukar ion (O'Connel, et al., 2008).

Kopolimerisasi cangkok pada permukaan polimer dapat dilakukan dengan beberapa cara seperti kimia, fotokimia, enzimatis, induksi plasma atau induksi radiasi energi tinggi. Teknik kopolimerisasi cangkok yang banyak berkembang adalah dengan menggunakan fotoinisiator, dimana radikal dapat dibuat spesifik pada ikatan tertentu dengan energi foton yaitu sinar UV atau sinar gamma (O'Connel, et al., 2008). Keuntungan menggunakan metode radiasi adalah bahwa polimer akan homogen dan bebas dari pengotor, karena tidak ada bahan kimia aditif yang digunakan dalam inisiasi dibandingkan dengan metode kimia atau enzimatis. Pencangkokan dengan radiasi telah digunakan secara luas dalam ilmu serat untuk mengurangi hidrofilitas dan *stainability*, untuk menjaga sterilitas pakaian medis, untuk meningkatkan *flame retardantion*, *dye ability*,

impermeabilitas air, ketahanan abrasi, atau untuk meningkatkan sifat adsorpsi dengan meningkatkan sifat permukaan yang spesifik. Kelemahannya adalah sistem membutuhkan biaya yang relatif mahal dan metode terbatas pada polimer yang memiliki gugus-gugus kromofor saja (Roy, et al., 2009).

Penelitian untuk membuat suatu adsorben atau penukar ion berbentuk serat telah banyak dilakukan dengan menggunakan polimer utamanya selulosa. Serat selulosa telah banyak digunakan sebagai polimer utama pencangkokkan untuk memodifikasi permukaan polimer dan aplikasinya sebagai penukar ion. Sokker (2009) membuat adsorben penukar ion dengan gugus fungsi asam sulfonat dan amina melalui kopolimerisasi cangkok GMA pada selulosa dengan inisiasi induksi-radiasi. Arinudhan (2010) melakukan pencangkokkan poli asam metakrilat pada *TiO₂-densified cellulose (TDC)* untuk ekstraksi uranium dalam larutan.

1.2 Perumusan Masalah

Pada penelitian ini akan dilakukan modifikasi serat rayon menjadi penukar ion dengan cara kopolimerisasi cangkok dengan teknik radiasi menggunakan monomer N,N'-metilendiakrilamid (NBA), monomer glicidil metakrilat (GMA), serta campuran NBA dan GMA yang dicangkokkan pada serat rayon. Pengikatan asam sitrat sebagai ligan dilakukan pada serat tercangkok monomer, sehingga diperoleh kopolimer cangkok Rayon-g-NBA, Rayon-g-NBA-CA, Rayon-g-GMA, Rayon-g-GMA-CA, Rayon-g-NBA-GMA, dan Rayon-g-NBA-GMA-CA.

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk membuat serat penukar ion yang dapat mengadsorpsi logam uranium dengan kapasitas tukar ionnya yang baik, sehingga penukar ion ini akan dapat digunakan untuk proses pemekatan ataupun pemisahan logam uranium dengan kelebihan-kelebihannya yaitu selektif, stabil terhadap panas dan proses mekanik, murah, dan mudah terurai.

1.4 Hipotesis Penelitian

Monomer GMA dan NBA dapat berfungsi sebagai pengikat silang karena pada masing-masing monomer mempunyai dua sisi aktif yang dapat diikatkan pada serat. NBA mempunyai dua ikatan rangkap yang simetris pada kedua sisinya, sedangkan GMA mempunyai satu ikatan rangkap dan satu cincin epoksida. Kedua monomer tersebut juga dapat berfungsi sebagai donor ligan bagi kation logam karena NBA mempunyai gugus amida dan GMA mempunyai cincin epoksida (Takács, et al., 2005). Pencangkokan campuran antara NBA dan GMA diharapkan diperoleh suatu penukar ion yang lebih mudah menyerap ion logam. Dengan tujuan meningkatkan kapasitas adsorpsi logam pada serat yang termodifikasi NBA, GMA, atau campuran keduanya, maka dicangkokkan asam sitrat sebagai ligan. Asam sitrat dipilih karena mempunyai 4 sisi aktif yang terdiri dari 3 gugus karboksilat dan satu gugus hidroksi (Poh, et al., 2008; Lackovic, et al., 2004; Lan, et al., 2008) yang dapat bereaksi dengan NBA dan GMA yang tercangkok pada serat membentuk suatu penukar ion yang dapat menyerap ion-ion logam termasuk uranium.

1.5 Ruang Lingkup Penelitian

Modifikasi serat rayon yang dilakukan menggunakan teknik iradiasi secara mutual/simultan dalam atmosfer nitrogen dengan sumber radiasi Cobalt-60 sebagai sumber radiasi gamma. Ruang lingkup penelitian ini adalah mempelajari pengaruh dosis serap, volume monomer, konsentrasi monomer, dan rasio monomer. Serat yang telah dimodifikasi dikarakterisasi sifat fisiknya diantaranya ditentukan persen cangkok, topologi, sifat termal, kristalinitas, dan kapasitas tukar ionnya.

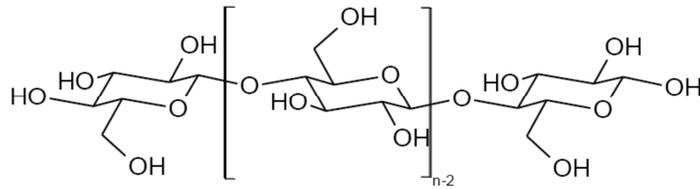
BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Serat Selulosa

Selulosa adalah salah satu sumber daya alam yang melimpah, dapat diperbaharui, dan polimer alam yang murah, serta dapat diproduksi dalam beberapa bentuk seperti benang, kertas, kain, serat dan sebagainya. Selulosa memiliki banyak gugus hidroksil yang dapat dimodifikasi menjadi bermacam produk dan membuatnya berguna secara ekonomis untuk beberapa aplikasi. Penggunaan selulosa dalam aplikasi membutuhkan modifikasi pada sifat kimia dan fisiknya.

Serat dicirikan oleh modulus dan kekuatannya yang tinggi, elongasi (daya rentang) yang baik, *spinabilitas* (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 (Mark, 2004). Sifat-sifat serat lainnya yang dapat dimasukkan adalah daya celup (*dyeability*), resistensinya terhadap bahan kimia, serangga dan jamur, kekusutan, dan *luster*. Serat dikelompokkan menjadi dua, yaitu serat alam dan serat sintetis. Serat alam yang utama ada dua yaitu kapas yang merupakan selulosa polisakarida dan wol yang merupakan suatu protein. Selulosa tidak larut dalam air, tidak berasa, dan bukan merupakan karbohidrat pereduksi. Jika dihidrolisis dalam suasana asam akan menghasilkan banyak molekul D-Glukosa. Selulosa mempunyai ikatan β pada unit-unit monosakaridanya, dan merupakan Poli-D-glukopiranososa (Meyer, 1984).

Selulosa sebagai polimer karbohidrat mempunyai struktur molekular yang merupakan pengulangan unit β -D-glukopiranososa yang terikat secara kovalen antara gugus OH pada atom karbon C4 dan C1 (β -1,4-*glucan*). Polimer ini merupakan rantai-rantai atau mikrofibril yang mengandung sampai sebanyak 14.000 satuan unit D-Glukosa. Unit-unit ini terdapat sebagai berkas-berkas terpuntir mirip tali, yang terikat satu sama lain oleh ikatan hidrogen. Serat selulosa adalah suatu adsorben yang mempunyai luas permukaan besar, derajat pengembangan dalam air yang tinggi (Bandrup, et al., 1989).



Gambar 2.1. Struktur Kimia Selulosa

2.1.1. Serat Rayon

Serat rayon dikenal sebagai serat buatan komersial yang tertua. Serat ini adalah turunan dari selulosa yang merupakan komponen utama pada dinding sel tumbuhan. Serat rayon merupakan suatu serat regenerasi selulosa yang dibuat dari *pulp* kayu cemara dan sejenisnya yang melalui serangkaian proses serta pemintalan basah sehingga dapat terbentuklah suatu serat (Höcker, 2002). Karena bahan dasarnya berupa selulosa maka serat tersebut masih bersifat hidrofil. Selulosa regenerasi berbeda dengan selulosa natif, karena telah terjadi degradasi selama proses pelarutan selulosa natif dan produk akhir yang dihasilkan menjadi berkurang derajat kristalinitasnya. 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 bila 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 (Meyer, 1984).

2.2. Modifikasi Serat Selulosa

Serat selulosa yang belum dimodifikasi memiliki kemampuan adsorpsi logam berat yang rendah. Oleh karena itu, pada beberapa dekade terakhir ini telah banyak dilakukan penelitian untuk memodifikasi serat selulosa sebagai matriks yang memiliki kemampuan adsorpsi ion logam berat dalam larutan dengan modifikasi pada gugus fungsionalnya.

Prinsip yang digunakan dalam modifikasi selulosa secara langsung antara lain dengan esterifikasi, eterifikasi, halogenasi, dan oksidasi (O'Connel, et al., 2008). Modifikasi gugus fungsi pada selulosa dilakukan dengan cara melakukan derivatisasi gugus-gugus hidroksil pada posisi 2, 3, dan 6 dari selulosa. Namun, proses tersebut menghasilkan produk yang kurang selektif bila digunakan sebagai penukar ion. Hal ini dapat dipahami, karena jumlah gugus aktif penukaran ionnya sedikit dan tidak semua gugus hidroksil dapat diderivatisasikan karena alasan sterik dan reaktivitas.

Metode yang sampai sekarang masih berkembang adalah metode pencangkokkan. Selulosa dicangkok dengan suatu monomer yang dapat dijadikan sebagai anion untuk mengikat kation dan sebagai pengkelat ion logam, atau dengan mengfungsionalisasikan kembali monomer yang telah tercangkok tersebut dengan monomer lain yang dijadikan sebagai pengkelat ion logam sehingga kapasitas dan selektivitas pertukaran ionnya dapat ditingkatkan (Chauhan, et al., 2005; Sokker, et al., 2009). Pencangkokkan dilakukan untuk mendapatkan serat selulosa termodifikasi yang sesuai bagi aplikasinya. Aplikasi ini diantaranya adalah sebagai penukar ion, adsorben logam-logam berat, dan perbaikan sifat fisik dan kimia dalam bidang tekstil (Roy, et al., 2009).

2.3. Polimerisasi

Polimer adalah suatu molekul besar atau makromolekul yang tersusun secara berulang-ulang oleh unit-unit molekul sederhana yang disebut monomer. Sedangkan polimerisasi adalah proses pembentukan senyawa dengan berat molekul tinggi (polimer) dari unit-unit monomer yang berat molekulnya rendah. Proses polimerisasi dapat dibagi menjadi dua jenis, yaitu polimerisasi adisi dan polimerisasi kondensasi. Polimerisasi adisi melibatkan reaksi rantai yang disebabkan oleh radikal bebas atau ion dan terjadi pada senyawa yang memiliki ikatan rangkap dua atau tiga. Sedangkan polimerisasi kondensasi melibatkan reaksi kondensasi antara dua molekul dengan melepaskan satu molekul kecil seperti air (Crowd, 1991).

Polimerisasi adisi digolongkan menjadi dua, yaitu polimerisasi radikal bebas dan polimerisasi ion. Polimerisasi kondensasi hampir sama dengan reaksi

2.3.2. Mekanisme Kopolimerisasi Cangkok pada Permukaan Serat Selulosa

Kopolimerisasi cangkok monomer vinil untuk modifikasi sifat permukaan serat selulosa telah banyak dilakukan untuk mendapatkan gugus-gugus fungsi tertentu dan memberikan kekuatan mekanik yang baik. Hasil kopolimerisasi cangkok telah banyak digunakan sebagai penukar ion, biomaterial, biosensor, katalis polimer, dan sebagai adsorben protein dan zat warna. Sifat-sifat serat tercangkok seperti kemampuan menyerap air (*wetability*), permeabilitas, dan ketahanan termal sangat dipengaruhi oleh rantai-rantai yang tercangkok pada permukaan serat rayon (Basuki, 2000).

Pencangkokan pada permukaan polimer dapat dilakukan dengan beberapa cara seperti kimia, fotokimia, enzimatik, induksi plasma atau induksi radiasi energi tinggi. Modifikasi permukaan polimer melalui kopolimerisasi cangkok dapat terjadi melalui beberapa mekanisme. Di antaranya melalui mekanisme radikal, mekanisme ionik, mekanisme koordinasi, dan mekanisme kopling. Di antara mekanisme yang ada, mekanisme radikal bebas merupakan mekanisme yang paling banyak digunakan. Pada metode ini, radikal bebas yang terbentuk pada permukaan polimer berasal dari inisiator yang bereaksi dengan senyawa-senyawa yang lebih reaktif. Inisiator yang paling banyak digunakan adalah reagen Fenton (Fe^{2+} , H_2O_2), ion Ce^{+4} , APS (amonium peroksodisulfat), dan benzoil peroksida (Bhattacharya, et al., 2004). Metode yang biasa digunakan adalah metode *bulk*, dimana inisiator, monomer, dan polimer yang ingin dicangkok, dicampur dalam satu sistem yang sama. Hal ini akan menyebabkan reaksi radikal sulit dikontrol dan tidak spesifik. Hampir tidak mungkin untuk membuat radikal hanya terbentuk pada permukaan polimer saja.

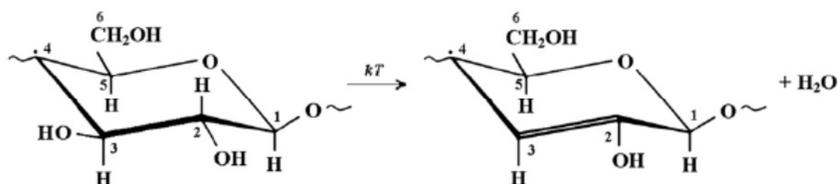
Solusi yang telah banyak berkembang adalah dengan menggunakan fotoinisiator, dimana radikal dapat dibuat spesifik pada ikatan tertentu dengan energi foton yaitu sinar UV atau sinar gamma (O'Connell, et al., 2008). Keuntungan menggunakan metode radiasi adalah bahwa polimer akan homogen dan bebas dari pengotor, karena tidak ada bahan kimia aditif yang digunakan dalam inisiasi dibandingkan dengan metode kimia atau enzimatik polimerisasi. Pencangkokan dengan radiasi telah digunakan secara luas dalam ilmu serat untuk

mengurangi hidrofilisitas dan *stainability*, untuk menjaga sterilitas pakaian medis, untuk meningkatkan *flame retardantion*, *dyeability*, impermeabilitas air, ketahanan abrasi, atau untuk meningkatkan sifat adsorpsi dengan meningkatkan sifat permukaan yang spesifik, kelemahannya adalah sistem membutuhkan biaya yang relatif mahal dan metode terbatas pada polimer yang memiliki gugus-gugus kromofor saja (Roy, et al., 2009). Solusi lain yang dapat dilakukan adalah dengan metode *pre-treatment* ozonasi dimana substrat polimer (dalam hal ini serat rayon) diozonasi terlebih dahulu tanpa adanya monomer. Ozon dapat bereaksi dengan serat rayon membentuk gugus peroksida dan hidroperoksida pada permukaannya. Dengan demikian, pada saat proses cangkok dengan monomer, inisiator dan letak pusat aktif radikal relatif lebih dapat dikontrol (Auliya, 2008).

Pembentukan homopolimer adalah reaksi samping dari proses cangkok. Pembentukan homopolimer dalam setiap metode cangkok tidak dapat dihindari. Pemisahan antara polimer tercangkok dengan homopolimer relatif sulit, jika pembentukan homopolimer terlalu banyak, pemurnian polimer tercangkok menjadi sulit. Secara umum, pembentukan homopolimer terjadi jika radikal terbentuk tidak pada permukaan polimer utama tetapi pada monomer vinil.

2.4. Kopolimerisasi Cangkok dengan Induksi Radiasi

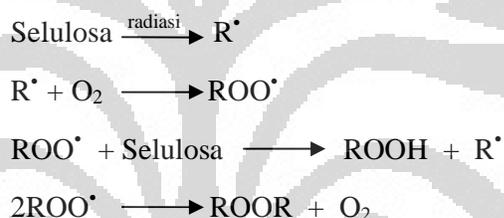
Reaksi yang diinduksi oleh radiasi pada molekul selulosa terjadi pada lokasi yang acak dengan membentuk produk antara, radikal bebas, ion, molekul tereksitasi (Yang, et al., 2008). Beberapa radikal agak lambat meluruh, hal ini teramati oleh EPR spektroskopi. Selama proses iradiasi, radikal pada selulosa yang terbentuk ada pada posisi pada C1 dan C4. Proses paling mungkin terjadi adalah dehidrasi dari radikal dengan pembentukan ikatan rangkap pada cincin selulosa dengan alil radikal (Wojna´rovits, et al., 2010).



Gambar 2.3. Mekanisme Kopolimerisasi Cangkok melalui Radikal

Reaksi pembentukan radikal akibat radiasi pada polimer mengakibatkan degradasi (berat molekul polimer turun) dan pembentukan ikat silang (berat molekul naik). Interaksi radiasi energi tinggi dengan polisakarida seperti selulosa pada akhirnya menghasilkan proses dehidrasi, degradasi dan destruksi pada unit monomer dasar (Yang, et al., 2008).

Selama iradiasi, radikal yang terbentuk pada bagian amorf sangat cepat meluruh, sedangkan pada bagian kristal akan terperangkap sehingga lambat meluruh. Struktur kristal selulosa tidak terpengaruh oleh iradiasi sampai dosis serap ratusan kGy, artinya tidak ada perubahan perbandingan antara bagian kristalin dan amorf (Wojna´rovits, et al., 2010). Ketika selulosa diiradiasi dalam lingkungan udara, radikal akan bereaksi dengan oksigen membentuk radikal peroksi dan selanjutnya dengan waktu akan membentuk hidroperoksida dan peroksida (Takács, et al., 2005), seperti pada reaksi berikut :



Metode kopolimerisasi cangkok dengan radiasi dibedakan menjadi dua yaitu metoda iradiasi awal (*pre-irradiation grafting*) dengan cara polimer diiradiasi terlebih dahulu dan selanjutnya dilakukan proses cangkok, dan metoda iradiasi simultan (*simultaneous grafting*) atau disebut juga metoda langsung dengan cara mengiradiasi polimer dan monomer bersama-sama.

2.4.1. Pencangkokan secara Pra-iradiasi

Teknik pra-iradiasi dapat dilakukan dalam dua kondisi yaitu kondisi dalam atmosfer tanpa oksigen (dalam suasana inert, gas N₂ atau Ar) atau di bawah vakum dan kondisi dalam atmosfer udara atau dalam suasana oksigen. Metode pertama kurang efisien dibandingkan metoda kedua. Radikal akan terbentuk pada bagian amorf sedangkan pada bagian kristal akan sulit terbentuk. Selain itu, sulit untuk memastikan kondisi reaksi yang bebas oksigen, sehingga teknik ini jarang digunakan. Dalam metode kedua pra-iradiasi dilakukan dengan adanya oksigen.

Radikal bebas yang dihasilkan pada polimer akan lebih bereaksi dengan radikal peroksi, dan mereka akan mengubah perlahan-lahan ke arah senyawa peroksi yang lebih stabil yaitu ROOH atau ROOR. Produk-produk peroksi cukup stabil dan dapat disimpan di tempat yang dingin dan gelap untuk beberapa waktu sebelum langkah cangkok yang sebenarnya terjadi, di mana polimer yang telah diiradiasi direndam dalam monomer. Pemanasan sistem ini untuk suhu 40-70°C akan membuat produk peroksi terpecah menjadi radikal alkoksi dan radikal hidroksil, dan selanjutnya terjadi kopolimerisasi cangkok radikal bebas (Bhattacharya, et al., 2004), seperti reaksi berikut:



Keuntungan yang jelas dari pra-iradiasi cangkok adalah tidak ada pembentukan homopolimer, karena tidak ada pembentukan radikal monomer. Kerugian utama adalah degradasi polimer yang lebih tinggi karena secara langsung diiradiasi (Wojna´rovits, et al., 2010).

2.4.2. Pencangkakan Simultan

Pencangkakan simultan biasanya menggunakan larutan monomer. Iradiasi ini menghasilkan radikal bebas dalam pelarut, monomer dan pada substrat (polimer). Karena pelarut lebih banyak, diasumsikan bahwa reaksi berjalan melalui radikal pelarut yang dapat bereaksi dengan monomer dan polimer. Kerugian yang jelas dari teknik ini adalah pembentukan homopolimer, karena radikal monomer juga akan terbentuk. Radikal monomer kemudian dapat bereaksi satu sama lain dan membentuk homopolimer (Wojna´rovits, et al., 2010). Namun, fenomena ini bisa ditekan dengan menggunakan apa yang disebut penekan homopolimer, seperti garam Mohr ($\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (Takács, et al., 2007) atau stirena (Takács, et al., 2010). Keunggulan dari pencangkakan simultan adalah degradasi lebih rendah dari substrat selulosa dan hasil yang lebih tinggi, karena setiap radikal terbentuk memiliki kemungkinan untuk segera melakukan serangkaian reaksi kopolimerisasi cangkok.

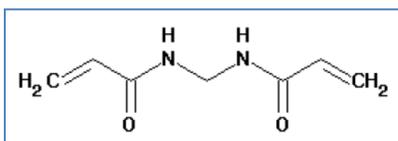
2.5. Ikat Silang (*Crosslinking*)

Kekuatan mekanik polimer rantai panjang tidak hanya bergantung pada struktur kimia dan mobilitas rantai yang dipengaruhi oleh temperatur, tetapi juga hubungan antara molekul-molekul yang berdekatan. Bentuk ikatan intermolekular yang paling penting adalah adanya ikatan silang, yang menyebabkan terdapatnya ikatan kimia yang permanen antar molekul atau rantai-rantai polimer yang sebelumnya terpisah. Ikatan tersebut dapat terjadi langsung dari satu rantai polimer dengan rantai yang lain oleh ikatan C-C, atau secara tidak langsung lewat rantai pendek kimia seperti ikatan dalam vulkanisasi karet (Suryana, 2004).

Polimer terikat silang kimia atau polimer jaringan adalah polimer-polimer yang memiliki ikatan kovalen atau ion antar rantainya untuk membentuk suatu jaringan. Proses pembentukan ikatan silang sering disebut *curing*. Pada dasarnya pembentukan ikatan silang dapat berlangsung melalui pemakaian monomer-monomer polifungsi dan merupakan tahapan proses yang terpisah setelah polimer linier atau bercabang terbentuk.

Material terikat silang biasanya mengembang (*swelled*) oleh pelarut, tetapi tidak terlarut. Ketidaklarutan ini dapat digunakan sebagai kriteria adanya struktur terikat silang. Derajat pengembangan polimer bergantung pada densitas ikat silang, semakin banyak terdapat ikat silang maka semakin kecil kemampuan mengembang.

Agen pengikat silang dapat dikenali dari dua atau lebih gugus yang dapat dipolimerisasi dalam setiap molekulnya. Salah satu agen pengikat silang yang digunakan adalah N,N'-Metilenbisakrilamid (NBA) yang merupakan monomer polifungsional yang mempunyai dua gugus fungsi yang dapat dipolimerisasikan. Polimer yang diikat silang strukturnya akan menjadi lebih kaku. Agen pengikat silang akan meningkatkan derajat polimerisasi dan menurunkan penyerapan air (Anirudhan, et al., 2010). N,N'-Metilenbisakrilamid banyak digunakan sebagai agen pengikat silang gel akrilamid untuk elektroforesis protein.

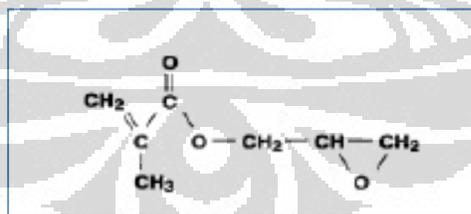


Gambar 2.4. Struktur N,N'-Metilenbisakrilamid (NBA)

2.6. Kopolimerisasi Cangkok GMA

Glisidil metakrilat (GMA) adalah salah satu monomer yang mempunyai cincin epoksida. Epoksida merupakan senyawa eter cincin tiga. Suatu cincin epoksida tidak memiliki sudut ikatan sp^3 sebesar 109° tetapi memiliki sudut antar inti sebesar 60° sesuai dengan persyaratan cincin tiga. Orbital yang membentuk ikatan cincin tidak dapat mencapai tumpang tindih maksimal, oleh karena itu cincin epoksida mengalami tegangan (*strained*). Polaritas ikatan-ikatan C-O bersama-sama tegangan cincin ini mengakibatkan reaktivitas epoksida yang tinggi dibandingkan reaktivitas eter lainnya.

Ester dari asam metakrilat dan 2,3-epoksi-propanol dikenal sebagai 2,3-epoxypropyl metakrilat, atau lebih umum sebagai glisidil metakrilat (GMA) dan rumus kimia $C_7H_{10}O_3$ mempunyai formula struktural seperti pada Gambar 2.5. Monomer Glisidil metakrilat (GMA) mengandung dua gugus, yaitu gugus epoksi dan gugus vinil. Adanya kedua gugus ini dapat memberikan kebebasan pada penggunaan GMA dalam mendesain polimer (difungsionalisasi), ini berarti kedua gugus tersebut dapat bereaksi dengan berbagai macam monomer dan molekul fungsional. Fungsionalisasi kedua gugus ini dapat memberikan karakteristik tambahan pada GMA. Secara umum, fungsionalisasi gugus vinil dapat memberikan manfaat tambahan berupa peningkatan kekuatan terhadap oksidasi, sedangkan reaksi pada gugus epoksi dapat meningkatkan ketahanan terhadap asam (Chauhan, et al., 2005).



Gambar 2.5. Struktur Glisidil metakrilat (GMA)

Kopolimerisasi cangkok GMA pada substrat polimer menguntungkan karena gugus epoksi GMA mudah dimodifikasi sebagai penukar ion. GMA memiliki gugus ester yang dapat dihidrolisis, sehingga dapat dimodifikasi melalui reaksi polimerisasi untuk mendapatkan polimer dengan berbagai gugus fungsi.

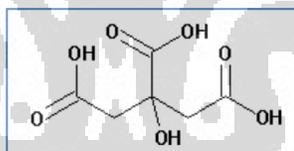
Reaksi kopolimerisasi cangkok GMA diawali dengan pembentukan radikal pada gugus vinil GMA melalui proses radikalisasi dengan inisiator.

2.7. Asam Sitrat

Asam sitrat merupakan salah satu senyawa asam organik lemah.

Keasaman asam sitrat diperoleh dari tiga gugus karboksil COOH yang dapat melepas proton dalam larutan. Jika hal ini terjadi, ion yang dihasilkan adalah ion sitrat. Sitrat sangat baik digunakan dalam larutan penyangga untuk mengendalikan pH larutan. Ion sitrat dapat bereaksi dengan banyak ion logam membentuk garam sitrat. Selain itu, sitrat dapat mengikat ion-ion logam dengan pengkhelatan (Di Palma, et al., 2007).

Asam sitrat dapat digunakan sebagai senyawa organik pengomplek yang mempunyai gugus fungsi karboksil COOH yang apabila dicangkokkan pada kopolimer cangkok GMA dapat berfungsi sebagai penukar ion yang dapat menyerap ion-ion logam termasuk uranium. Asam sitrat dapat bereaksi dengan gugus epoksi GMA melalui mekanisme pembukaan cincin. Melalui mekanisme tersebut, asam sitrat dapat difungsionalisasikan sebagai gugus penukar ion.



Gambar 2.6. Struktur Asam Sitrat

2.8. Penukar Ion

Pertukaran ion adalah salah satu metode pemisahan ion dalam larutan melalui proses pertukaran ion yang terikat pada polimer dengan ion dalam larutan. Penukar ion adalah suatu senyawa polielektrolit tak larut dengan berat molekul tinggi yang dapat mempertukarkan ion-ion yang dimilikinya dengan ion lain. Proses pertukarannya berlangsung secara reversibel dan stoikiometris tanpa menyebabkan perubahan sifat fisik dan strukturnya (Dofner, 1991).

Berdasarkan gugus fungsinya, penukar ion ini dapat dibedakan menjadi penukar kation, anion, dan penukar ion kelat. Penukar kation ada dua yaitu tipe asam kuat dan asam lemah sedangkan penukar anion juga mempunyai dua jenis

tipe yaitu tipe basa kuat dan basa lemah. Penukar kation asam kuat dapat menahan ion positif dalam daerah pH yang luas sedangkan penukar kation asam lemah hanya pada rentang pH yang sempit. Penukar kation maupun penukar anion masing-masing mempunyai dua jenis yaitu, jenis asam/basa kuat dan asam/basa lemah untuk masing-masing penukar kation dan anion. Pertukaran ion resin penukar kation asam lemah terbatas pada rentang pH 5-14 sedangkan penukar kation asam kuat dapat digunakan dari pH 0 sampai pH 12. Penukar anion basa lemah hanya bekerja pada rentang pH 0-9. Dibandingkan penukar anion basa kuat, penukar anion basa lemah memiliki kekurangan-kekurangan, antara lain penggunaannya yang terbatas karena hanya terdisosiasi dalam larutan asam atau garam asam (Vogel, 1985). Resin pengkelat adalah resin penukar ion yang proses pertukarannya melalui mekanisme kelat. Proses ini mempunyai selektivitas yang tinggi.

Parameter untuk mengetahui kemampuan penukar ion dalam menahan ion-ion dalam medium larutan adalah koefisien partisi, kapasitas dan selektivitas penukaran ion. Koefisien partisi yaitu perbandingan antara konsentrasi zat terlarut di dalam fase diam dengan konsentrasinya dalam fasa gerak, dinyatakan dengan K_d , dengan persamaan:

$$K_d = C_s/C_m \quad (2.1)$$

dengan C_s = Konsentrasi zat terlarut dalam *stationary phase*

C_m = Konsentrasi zat terlarut dalam *mobile phase*

Semakin besar nilai K_d , semakin baik kemampuan penukar ion untuk menyerap ion-ion. Selain itu, kemampuan penukar ion juga dilihat dari porositasnya yang berbeda menurut banyaknya ikat silang antar polimer. Terlalu banyak ikat silang akan mengurangi porositas, ukuran pori, dan permeabilitas (Meyer, 1984).

Kapasitas penukar ion adalah banyaknya ion yang dapat ditukar setiap 1 gram berat kering atau 1 mililiter berat basah. Kapasitas penukar ion dinyatakan dalam mek/g berat kering atau mek/mL berat basah. Penukar ion yang ideal adalah bila memiliki kapasitas pertukaran yang tinggi terhadap ion logam yang diinginkan, kinetika pertukaran yang tinggi, dan ketahanan mekanik yang baik. Kapasitas pertukaran bergantung pada konsentrasi gugus fungsi dalam polimernya.

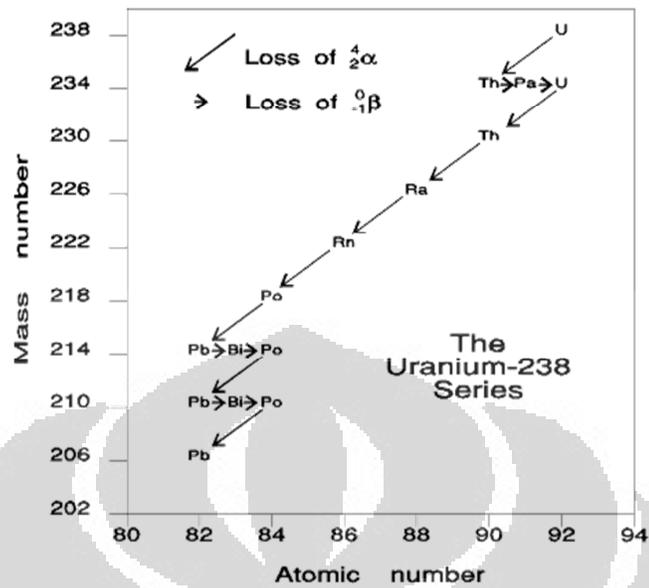
Selektivitas penukar ion menggambarkan kemampuan penukar ion untuk menentukan sejauh mana ion-ion yang satu lebih dipilih daripada yang lain. Selektivitasnya penukar ion bergantung pada sifat ion yang saling dipertukarkan yaitu antara lain muatannya, derajat terhidrasinya, diameter ion baik yang terhidrasi maupun tidak dan jenis gugus fungsi yang terdapat dalam penukar ion serta derajat *swelling*-nya.

2.9. Uranium

Uranium adalah suatu unsur radioaktif dengan nomor atom 92. Secara umum, uranium banyak ditemukan dalam jumlah yang sangat sedikit dalam batu-batuan, tanah, air, tumbuh-tumbuhan, dan binatang serta manusia. Uranium merupakan radioaktif yang lemah dan memberikan kontribusi yang sangat sedikit terhadap paparan radiasi alami dalam lingkungan.

Dalam bentuk murninya, uranium adalah logam berat berwarna perak dengan kerapatan hampir dua kali dari kerapatan timah hitam. Dalam alam, uranium terdapat dalam beberapa isotop, yaitu ^{238}U , ^{235}U , dan ^{234}U dengan berat proporsi masing-masing adalah 99,274%, 0,72% dan 0,006%. 1 μg uranium alami memiliki aktivitas 25,2 mBq (Anonim 2001a). Uranium dapat berada dalam 4 keadaan valensi, yaitu : U^{3+} (III), U^{4+} (IV), UO_2^+ (V), dan UO_2^{2+} (VI). Keadaan valensi yang paling dominan dalam lingkungan adalah U (IV) dan U (VI) (Hancock, et al., 2004).

Semua isotop uranium bersifat radioaktif. Tiga isotop alami yang ditemukan di lingkungan, ^{234}U , ^{235}U , dan ^{238}U , mengalami peluruhan radioaktif dengan memancarkan partikel alpha yang disertai dengan radiasi gamma yang lemah. Waktu paruh ^{238}U adalah 4,5 milyar tahun, yang berarti uranium ini tidak terlalu bersifat radioaktif. Waktu paruh uranium yang sangat panjang inilah yang menyebabkan uranium masih tetap ada di bumi ini. Tiga isotop tambahan, yaitu ^{232}U , ^{233}U , dan ^{236}U tidak terdapat secara alami di bumi ini melainkan dapat dihasilkan melalui transformasi nuklir. Ketiga isotop ini juga meluruh dengan memancarkan partikel alpha.



Gambar 2.7. Peluruhan ^{238}U

Isotop yang dominan, ^{238}U , membentuk rantai peluruhan yang panjang dan hasil peluruhannya mengandung radionuklida kunci radium-226 dan radon-222. Proses peluruhan akan terus berlangsung sampai mencapai kestabilan, yaitu sampai terbentuk hasil peluruhan yang tidak radioaktif. Salah satu hasil peluruhan ^{238}U adalah ^{226}Ra yang diketahui sebagai salah satu radionuklida yang paling beracun. Hal ini disebabkan radium mirip dengan kalsium, karena berada pada grup yang sama pada sistem periodik, keberadaannya dalam tulang akan bertahan lama dan itu dapat menyebabkan paparan radiasi yang berbahaya bagi jaringan (Anonim, 2003).

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

Pada penelitian ini dilakukan modifikasi serat rayon menjadi penukar ion dengan cara kopolimerisasi cangkok dengan teknik radiasi menggunakan monomer N,N'-metilendiakrilamid (NBA), monomer glycidil metacrylate (GMA), serta campuran NBA dan GMA yang dicangkokkan pada serat rayon. Pengikatan asam sitrat sebagai ligan dilakukan pada serat tercangkok monomer, sehingga diperoleh kopolimer cangkok Rayon-g-NBA, Rayon-g-NBA-CA, Rayon-g-GMA, Rayon-g-GMA-CA, Rayon-g-NBA-GMA, dan Rayon-g-NBA-GMA-CA.

Secara garis besar langkah-langkah pelaksanaan penelitian adalah sebagai berikut:

1. Uji pendahuluan
2. Pencangkokan agen pengikat silang NBA melalui variasi dosis serap, konsentrasi dan volume monomer
3. Pencangkokan gugus fungsi pada serat rayon terikat silang NBA melalui variasi dosis serap, konsentrasi dan volume monomer
4. Pencangkokan agen pengikat silang GMA melalui variasi dosis serap, konsentrasi dan volume monomer
5. Pencangkokan gugus fungsi pada serat rayon terikat silang GMA melalui variasi dosis serap, konsentrasi dan volume monomer
6. Pencangkokan monomer GMA pada serat rayon terikat silang NBA melalui variasi dosis serap, konsentrasi dan volume monomer
7. Pencangkokan gugus fungsi pada serat rayon terikat silang NBA dan GMA melalui variasi dosis serap, konsentrasi dan volume monomer
8. Melakukan karakterisasi serat dengan pengamatan melalui:
 - a. Spektrofotometer FT-IR (Prestige-21 Shimadzu)
 - b. X-ray Diffractometer (XRD-7000, Shimadzu)
 - c. Scanning Electron Microscope (SEM, LEO 420)
 - d. Thermogravimetri Analyzer (TGA-Q50, TA Ins.-Water LLC)
9. Pengujian kapasitas dan regenerasi serat

3.1. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah : serat rayon produksi PT. Indo-Bharat Rayon, , N,N'-metilendiakrilamid (NBA) produksi Merck, Glysidyl Metacrylate (GMA) produksi Merck, Asam sitrat produksi Merck p.a., n-heksana teknis, metanol produksi Merck p.a. , HCl, HNO₃ dan NaOH produksi Merck p.a., aquadest, gas nitrogen, dan larutan standar Uranium.

3.2. Peralatan

3.2.1. Fasilitas Iradiasi

Iradiator gamma 4000A dengan sumber Cobalt-60, di Pusat Aplikasi Teknologi Radiasi dan Isotop (PATIR) – Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN), Jakarta.

3.2.2. Peralatan Cangkok

Peralatan untuk cangkok terdiri atas: tabung gelas tempat sampel diiradiasi, tabung gas nitrogen, beker gelas.

3.2.3. Peralatan Laboratorium

Peralatan Soxhlet, neraca analitik, oven, pH meter, desikator, stirer, dan peralatan gelas lainnya.

3.2.4. Peralatan Pengujian

1. Spektrofotometer FT-IR (Prestige-21 Shimadzu)
2. X-ray Diffractometer (XRD-7000, Shimadzu)
3. Scanning Electron Microscope (SEM, LEO 420)
4. Thermogravimetri Analyzer (TGA-Q50, TA Instrument-Water LLC)
5. Spektrofotometer UV-Vis (Spectronic Genesys 2)
6. X-ray Fluorescence (Innov-X Alpha Series XRF Analyzer)

3.3. Prosedur Percobaan

3.3.1. Persiapan Awal

3.3.1.1. Pencucian 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. Disimpan dalam desikator, sehingga serat siap digunakan untuk reaksi kopolimerisasi.

3.3.1.2 Pembuatan Larutan Monomer

a. Larutan N,N'-Metilendiakrilamida (NBA)

Larutan N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) (w/v) dibuat dengan melarutkan sejumlah tertentu padatan NBA dalam campuran pelarut metanol:air (1:9), sehingga diperoleh konsentrasi yang diinginkan.

b. Larutan Glisidil Metakrilat (GMA)

Larutan Glisidil Metakrilat (GMA) (v/v) dibuat dengan melarutkan larutan GMA dalam campuran metanol:air (4:6), sehingga diperoleh konsentrasi yang diinginkan.

c. Larutan Asam Sitrat (CA)

Larutan Asam sitrat (CA) (w/v) dibuat dengan melarutkan sejumlah tertentu padatan CA dalam campuran pelarut air, sehingga diperoleh konsentrasi yang diinginkan.

3.3.2. Uji Pendahuluan

Mempelajari reaksi antara GMA dengan ligan yang digunakan (asam sitrat) : larutan monomer GMA dengan konsentrasi 0,5 ; 1,0; dan 1,5% direaksikan dengan asam sitrat 1,5% dengan perbandingan 1:1 dan dilihat absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV pada λ GMA atau asam sitrat. Mempelajari reaksi ligan dengan uranium (larutan uranil nitrat) : asam sitrat 0,5; 1,0; 1,5 dan 2,0% direaksikan dengan larutan uranil nitrat 50 ppm dengan perbandingan 1:1 dan dilihat absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV pada λ uranil nitrat atau asam sitrat. Reaksi dilakukan pada suhu 60°C, diaduk selama 1 jam.

3.3.3. Proses Pencangkakan secara Simultan

Serat sebanyak 100 mg yang telah siap pakai dimasukkan dalam botol gelas dan ditambahkan kedalamnya masing-masing monomer NBA, NBA dan CA, GMA, GMA dan CA, NBA dan GMA, seta NBA-GMA-CA untuk memodifikasi serat. Selanjutnya dialirkan gas nitrogen selama 5 menit dan ditutup rapat. Botol sampel disusun dalam beker gelas sebelum diiradiasi. Sampel diiradiasi dengan sinar gamma (sumber Cobalt-60) selama waktu tertentu sehingga diperoleh dosis serap yang diinginkan. Laju dosis yang digunakan adalah 0,628 kGy/jam. Serat yang telah dimodifikasi dicuci dengan air suling untuk menghilangkan sisa-sisa monomer dan homopolimernya sampai bersih. Selanjutnya serat tersebut di Soxhlet dengan metanol selama 3 jam. Serat dikeringkan dalam desikator satu malam atau sampai kering.

3.3.4. Parameter Penelitian

3.3.4.1. Variasi Dosis Serap

Pengaruh dosis serap dipelajari dengan mengiradiasi serat dan monomer dengan volume larutan 10 mL pada dosis 0,25; 0,5; 0,75; 1,0; 2,0; 3,0; dan 4,0 kGy dalam kondisi atmosfer nitrogen.

3.3.4.2. Variasi Volume Larutan Monomer

Pengaruh volume larutan monomer dipelajari dengan mengiradiasi serat dengan berat tetap (100 mg) dan monomer pada dosis optimal dengan bervariasi volume monomer atau volume larutan (campuran monomer) yaitu volume 5, 10, dan 15 mL.

3.3.4.3. Variasi Konsentrasi Monomer

Pengaruh konsentrasi monomer dipelajari dengan mengiradiasi serat dan monomer pada dosis optimal dan volume optimal dengan bervariasi konsentrasi monomer yaitu konsentrasi 2,5; 5,0; 7,5; dan 10%.

3.3.4.4. Variasi Rasio Monomer

Pengaruh rasio monomer dipelajari dengan mengiradiasi serat dan campuran monomer pada dosis, volume, dan konsentrasi optimal dengan bervariasi perbandingan volume monomer.

3.3.5. Karakterisasi Serat

3.3.5.1. Penentuan Kadar Pencangkakan

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

$$\text{Persen camgkok} = \frac{W_2 - W_1}{W_1} \times 100\% \quad (3.1)$$

dengan W_2 : berat serat setelah pencangkakan
 W_1 : berat serat mula-mula

3.3.5.2. Karakterisasi Gugus Fungsi menggunakan Spektrofotometer FTIR

Serat rayon dipotong sekecil dan sehalus mungkin dan dicampur dengan KBr dengan perbandingan sekitar 1 :9. Selanjutnya sampel tadi dimasukkan ke dalam wadah dan dilakukan pengukuran serapan pada daerah panjang gelombang infra merah, untuk mengetahui gugus fungsi yang ada pada sampel.

3.3.5.3. Karakterisasi Kristalinitas dengan XRD

Serat rayon dikarakterisasi dengan alat XRD untuk melihat derajat kristalinasinya, baik serat rayon asli maupun yang telah dimodifikasi. Penentuan derajat kristalinitas serat ditentukan dengan persamaan berikut :

$$\text{Persen kristalinitas} = \left(1 - \frac{I_{am}}{I_{200}}\right) \times 100\% \quad (3.2)$$

dengan I_{am} : intensitas pada lembah antara bidang 110 dan 200
 I_{200} : intensitas pada puncak bidang 200

3.3.5.4. Karakterisasi Sifat Termal dengan TGA

Serat rayon dikarakterisasi dengan alat TGA untuk melihat kestabilan serat, baik serat rayon asli maupun yang telah dimodifikasi, terhadap panas yang diberikan. Sifat termal serat diamati pada rentang temperatur 30 – 500°C.

3.3.5.5. Karakterisasi dengan SEM

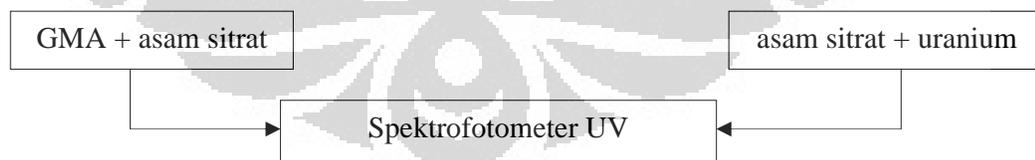
Sebelum diamati sifat morfologi serat, serat dilapisi dulu dengan campuran paladium-emas, lalu diamati menggunakan SEM dengan perbesaran tertentu.

3.3.5.6. Pengujian Kapasitas dan Regenerasi Serat

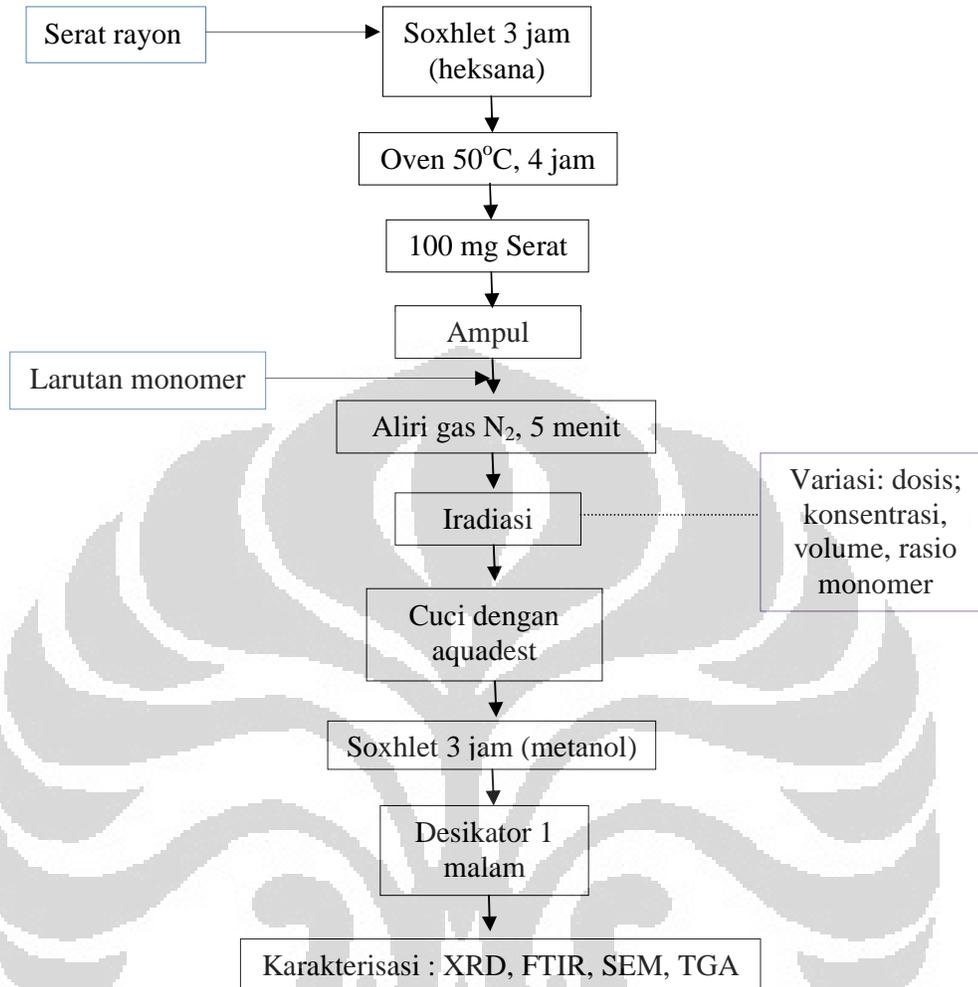
Kapasitas pertukaran ion dipelajari dengan cara memasukkan 100 mg serat ke dalam larutan standar uranium (uranil nitrat) 50 ppm sebanyak 50 mL. Keasaman diatur pada pH 6 dan dilakukan pengadukan selama 1 jam, lalu disaring. Konsentrasi uranium terserap oleh serat termodifikasi ditentukan pada larutan sebelum dan sesudah penyerapan dengan menggunakan XRF.

Regenerasi serat dilakukan dengan memasukkan serat yang telah mengadsorpsi logam U(VI) ke dalam larutan HCl 0,1 N dengan pengadukan selama 1 jam, lalu disaring. Konsentrasi uranium terserap oleh serat termodifikasi ditentukan pada larutan sebelum dan sesudah penyerapan dengan menggunakan XRF.

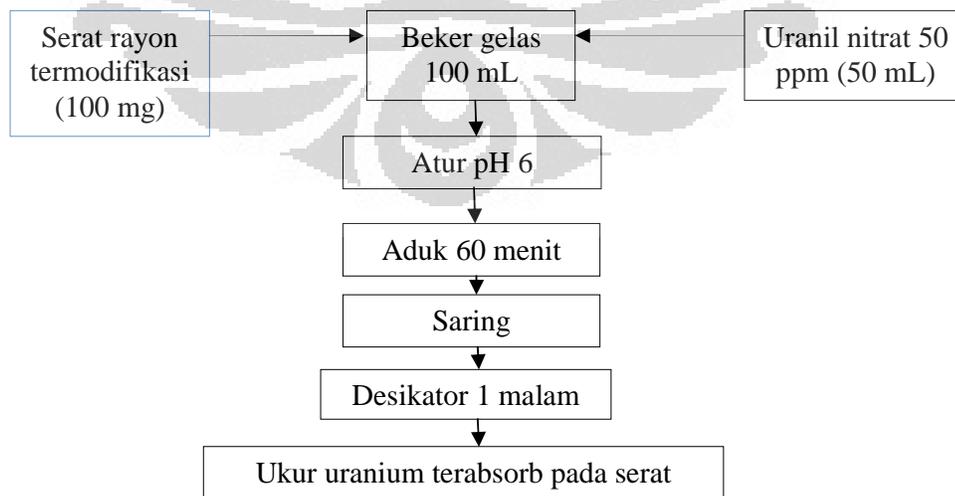
3.4 Diagram Alir Pengujian



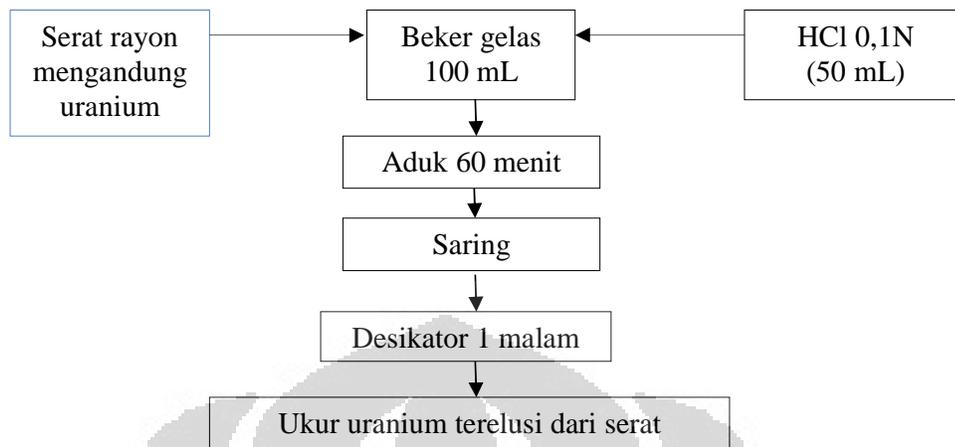
Gambar . 3.1. Bagan Uji Pendahuluan



Gambar 3.2. Diagram Alir Percobaan Modifikasi Serat



Gambar 3.3. Diagram Alir Uji Kapasitas Serat



Gambar 3.4. Diagram Alir Regenerasi Serat

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Modifikasi serat rayon dapat dilakukan dengan metode kopolimerisasi cangkok dengan teknik radiasi simultan yang merupakan salah satu cara untuk memodifikasi gugus-gugus fungsi yang ada pada permukaan serat. Pada penelitian ini, serat rayon digunakan sebagai polimer dasar karena mudah didapatkan dan *biodegradable* (Wojna´rovits, et al., 2010). Modifikasinya serat rayon dilakukan dengan mencangkokkan monomer N,N'-metilendiakrilamid (NBA), glicidil metacrilat (GMA), dan campuran keduanya. Kedua monomer tersebut dapat berfungsi sebagai pengikat silang karena masing-masing mempunyai dua sisi aktif yang dapat dicangkokkan pada serat. NBA mempunyai dua ikatan rangkap yang simetris pada kedua sisinya, sedangkan GMA mempunyai satu ikatan rangkap dan satu cincin epoksida. Kedua monomer tersebut juga dapat berfungsi sebagai donor ligan bagi kation logam karena NBA mempunyai gugus amida dan GMA mempunyai cincin epoksida (Takács, et al., 2005). Dengan tujuan meningkatkan kapasitas adsorpsi logam pada serat yang termodifikasi NBA, GMA, atau campuran keduanya, maka direaksikan dengan asam sitrat sebagai ligan/ gugus fungsi aktif terhadap uranium. Asam sitrat dipilih karena mempunyai 4 sisi aktif yang terdiri dari 3 gugus karboksilat dan satu gugus hidroksi (Lackovic, et al., 2004; Poh, et al., 2008; Lan, et al., 2008).

Kopolimerisasi cangkok ini dilakukan dengan teknik radiasi energi tinggi dengan sumber radiasi gamma dari Cobalt-60 secara simultan. Serat rayon, monomer, dan asam sitrat diradiasi bersama-sama sehingga terbentuk radikal-radikal bebas dan memulai reaksi pencangkokan. Pencangkokan dilakukan dalam media gas N₂, untuk mengusir adanya oksigen terlarut yang dapat bertindak sebagai *radical scavenger* (Takács, et al., 2007; Takács, et al., 2010).

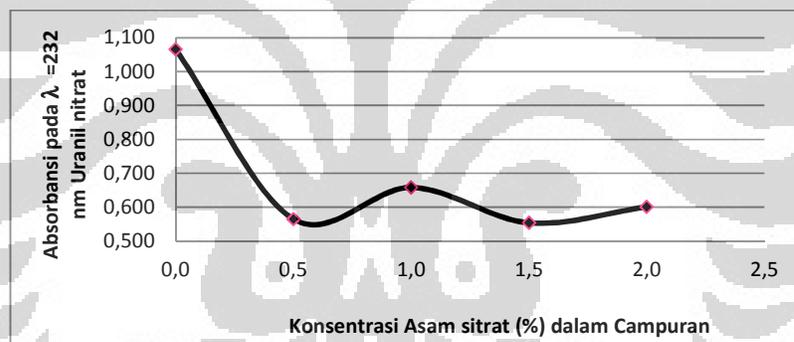
Pencangkokan dengan teknik radiasi ini terjadi pada bagian amorf dari serat rayon. Selama iradiasi, bagian amorf dari serat akan membentuk radikal dan bagian kristalin dari serat sebagian akan berubah menjadi amorf karena adanya radiasi gamma sehingga dapat meningkatkan keberhasilan pencangkokan (Roy, et al., 2009). Pencangkokan ini dilakukan dalam sistem heterogen, dimana polimer

dasarnya berupa substrat serat yang padat dan monomer-monomer yang dicangkakan ada dalam bentuk larutan. Karena sistem ini heterogen, maka pembentukan radikal akan mudah terjadi pada larutan yang mengakitnya banyak terjadinya homopolimer sebelum terjadinya radikal pada permukaan serat (Wojna´rovits, et al., 2010).

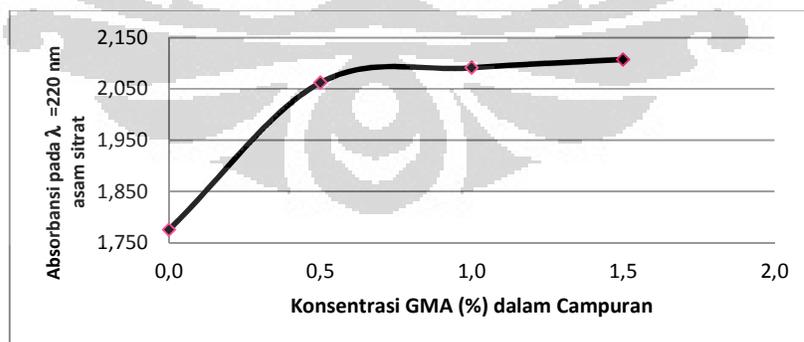
Untuk memperoleh gambaran bahwa interaksi antara ligan (asam sitrat) dengan logam uranium dan interaksi antara ligan dengan GMA dapat berlangsung, maka dilakukan uji pendahuluan.

4.1. Uji Pendahuluan

Pada penelitian ini dilakukan uji pendahuluan untuk melihat apakah terjadi reaksi antara asam sitrat dengan uranium dan monomer GMA dengan asam sitrat. Pengamatan dilihat dari spektrum hasil dari spektrofotometer UV seperti terlihat pada Gambar 4.1.



(a)



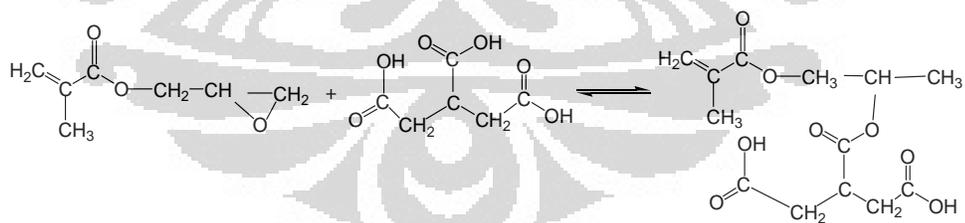
(b)

Gambar 4.1. Grafik uji pendahuluan : pengaruh konsentrasi (a) asam sitrat terhadap absorbansi uranil nitrat pada $\lambda = 232$ nm; (b) GMA terhadap absorbansi asam sitrat pada $\lambda = 220$ nm

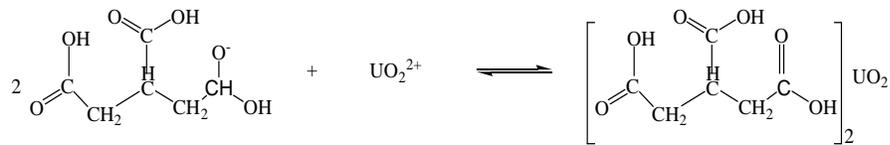
Pada Gambar 4.1(a). terlihat bahwa apabila ada penambahan asam sitrat maka terjadi penurunan absorbansi uranil nitrat pada panjang gelombang yang diamati yaitu pada $\lambda = 232$ nm, sampai diperoleh hasil absorbansi yang relatif tidak berubah dengan adanya penambahan asam sitrat. Hal ini menandakan bahwa uranil nitrat yang ada (50 ppm) telah habis bereaksi dengan asam sitrat.

Sedangkan pada Gambar 4.1(b). terlihat bahwa apabila ada penambahan GMA maka terjadi kenaikan absorbansi asam sitrat pada panjang gelombang yang diamati yaitu pada $\lambda = 220$ nm, sampai diperoleh hasil absorbansi yang relatif tidak berubah dengan adanya penambahan GMA. Hal ini menandakan bahwa asam sitrat yang ada (1,5%) telah habis bereaksi dengan monomer GMA. Spektra asam sitrat, uranil nitrat, GMA dan campurannya dapat dilihat pada Lampiran 10.

Monomer GMA karena mempunyai satu ikatan rangkap dan satu cincin epoksida maka bisa berfungsi sebagai pengikat silang antara serat rayon atau sebagai perantara pencangkokan antara serat dengan asam sitrat sebagai gugus fungsi aktif untuk uranium. Monomer GMA yang mempunyai satu ikatan rangkap dan satu cincin epoksida memungkinkan terjadinya reaksi pembukaan cincin epoksida dengan adanya asam sitrat, dalam hal ini terjadi pemutusan ikatan rangkap dari asam sitrat dan pembukaan cincin epoksida dari GMA sehingga terbentuk ikatan ester antara GMA dan asam sitrat. Reaksi yang mungkin terjadi adalah :



Uranil nitrat sebagai sumber logam uranium dapat terikat pada asam sitrat karena terjadi reaksi antara uranium dengan gugus fungsi karboksilat dari asam sitrat. Asam sitrat berfungsi sebagai ligan dan reaksi yang terjadi adalah reaksi pertukaran ion antara uranium dengan gugus karboksilat dari asam sitrat. Reaksi yang mungkin terjadi adalah :

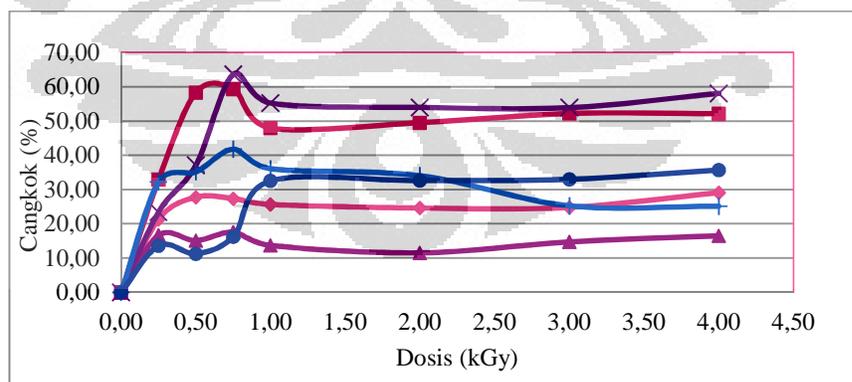


4.2. Penentuan Kondisi Modifikasi Serat

Modifikasi serat rayon menjadi penukar ion dengan cara kopolimerisasi cangkok dengan teknik radiasi dilakukan dengan mencangkokkan monomer N,N'-metilendiakrilamid (NBA), monomer glicidil metacrilat (GMA), serta campuran NBA dan GMA yang dicangkokkan pada serat rayon. Penambahan asam sitrat sebagai ligan pada serat tercangkok monomer, diharapkan diperoleh kopolimer cangkok Rayon-g-NBA, Rayon-g-NBA-CA, Rayon-g-GMA, Rayon-g-GMA-CA, Rayon-g-NBA-GMA, dan Rayon-g-NBA-GMA-CA yang dapat berfungsi sebagai penukar ion khususnya untuk uranium.

4.2.1. Pengaruh Dosis Radiasi

Dosis radiasi berpengaruh pada persen cangkok, seperti terlihat pada Gambar 4.2. Pada Gambar 4.2 terlihat bahwa pada awal radiasi jumlah radikal yang terbentuk pada larutan dan serat akan semakin banyak dengan naiknya dosis, hal ini mengakibatkan persen cangkok yang semakin tinggi. Pada dosis tertentu persen pencangkokan akan relatif tidak berubah. Hasil ini bersesuaian dengan penelitian oleh Takack dkk (2007).



Gambar 4.2. Pengaruh dosis radiasi terhadap persen cangkok rayon-g-NBA (♦), rayon-g-GMA (■), rayon-g-NBA-CA (▲), Rayon-g-GMA-CA (x), rayon-g-NBA-GMA (+), rayon-g-NBA-GMA-CA (●); volume larutan monomer 10 mL, konsentrasi masing-masing monomer/ligan 5%, rasio 1:1 untuk campuran

Semakin tinggi dosis akan mengakibatkan semakin banyaknya bagian amorf pada serat menjadi radikal dan semakin banyak bagian kristalin menjadi amorf, hal ini didukung dengan data dari perhitungan kristalinitas serat dengan pengamatan, menggunakan XRD (X-ray Diffractometer). Selain itu, semakin besar dosis dapat mengakibatkan semakin banyaknya homopolimer yang terbentuk karena kemungkinan terjadinya rekombinasi radikal dari monomer semakin besar. Untuk masing-masing proses cangkok yang dilakukan, diperoleh dosis optimal seperti pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1. Dosis Optimal Modifikasi Serat Rayon dengan Teknik Radiasi

| No. | Serat Termodifikasi | Dosis Optimal (kGy) | Persen Cangkok (%) |
|-----|---------------------|---------------------|--------------------|
| 1 | Rayon-g-NBA | 0,50 | 27,76 |
| 2 | Rayon-g- GMA | 0,50 | 58,28 |
| 3 | Rayon-g- NBA-CA | 0,75 | 17,58 |
| 4 | Rayon-g-GMA-CA | 0,75 | 63,63 |
| 5 | Rayon-g-NBA-GMA | 0,75 | 41,76 |
| 6 | Rayon-g-NBA-GMA-CA | 1,00 | 32,52 |

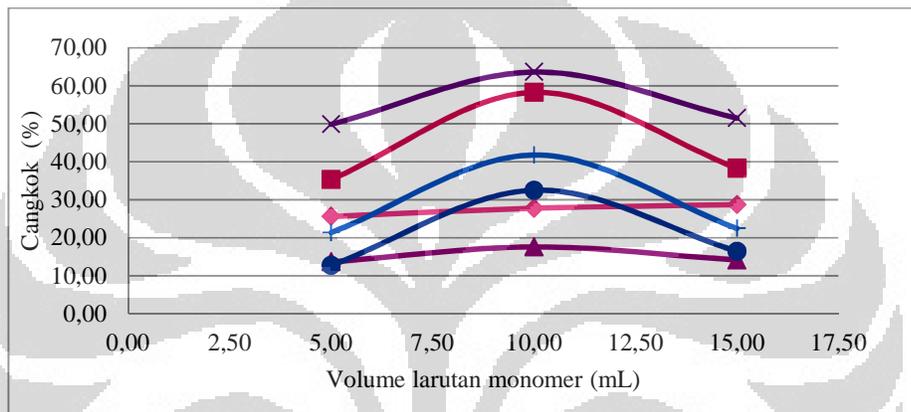
Pada Tabel 4.1. terlihat bahwa apabila serat rayon dicangkok dengan satu monomer maka dosis yang dibutuhkan untuk proses kopolimerisasi cangkok lebih kecil dibandingkan dengan pencangkokan dengan campuran dua monomer ataupun dengan adanya penambahan ligan pada monomer. Hal ini dimungkinkan karena pembentukan radikal pertama kali terjadi pada larutan, lalu pada monomer dan selanjutnya pada serat. Radikal yang terbentuk pada larutan akan semakin sedikit jika jumlah pelarutnya semakin sedikit sehingga dibutuhkan dosis yang lebih besar untuk memproduksi radikal dengan jumlah yang optimal untuk terjadinya suatu proses pencangkokan.

4.2.2. Pengaruh Volume Larutan Monomer

Monomer yang digunakan pada teknik radiasi secara mutual biasanya merupakan suatu larutan. Selama iradiasi, radikal terbentuk pada dekomposisi monomer, polimer dan pelarut. Biasanya jumlah pelarut lebih banyak

dibandingkan dengan monomer dan polimer. Hal ini berarti radikal yang terbentuk pada pelarut berjumlah lebih banyak dibandingkan pada monomer dan polimer. Reaksi selanjutnya berlangsung antara radikal pada pelarut dengan monomer dan polimer (Wojna´rovits, et al., 2010).

Pada penelitian ini dipelajari pengaruh volume total larutan monomer (NBA/GMA), campuran monomer (NBA dan GMA), dan ligan (asam sitrat) pada berat serat yang tetap. Pengaruh volume larutan, terlihat pada Gambar 4.3.

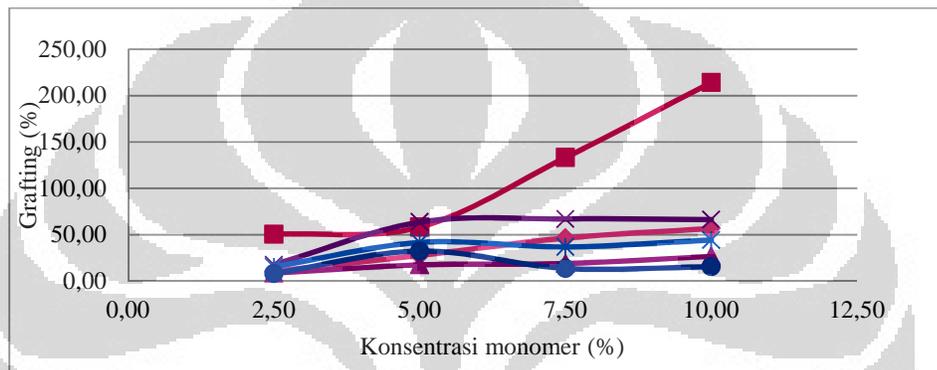


Gambar 4.3. Pengaruh volume monomer terhadap persen cangkok rayon-g-NBA (♦), rayon-g-GMA (■), rayon-g-NBA-CA (▲), Rayon-g-GMA-CA (x), rayon-g-NBA-GMA (+), rayon-g-NBA-GMA-CA (●); dosis R-g-NBA dan R-g-GMA : 0,5 kGy; R-g-NBA-CA, R-g-GMA-CA, dan R-g-NBA-GMA : 0,75 kGy; R-g-NBA-GMA-CA : 1 kGy; konsentrasi masing-masing monomer/ligan 5%

Pada Gambar 4.3. terlihat bahwa ada hubungan antara volume total larutan dengan persen cangkok, yaitu semakin besar volume larutan akan mengakibatkan semakin besarnya persen cangkok dan akan mencapai titik dimana volume larutan akan memberikan persen cangkok yang terbesar, dengan kata lain volumenya sudah optimal. Semakin banyak jumlah larutan mengakibatkan terbentuknya homopolimer yang semakin banyak, sehingga dapat menurunkan persen cangkok. Selain ini dimungkinkan juga karena masih adanya *radical scavenger* yaitu oksigen dalam larutan. Volume optimal pada berbagai komposisi larutan pada penelitian ini adalah 10 mL untuk setiap 100 mg gram serat.

4.2.3. Pengaruh Konsentrasi Monomer

Semakin besar konsentrasi monomer maka persen cangkok akan semakin besar sebagai akibat dari banyaknya radikal yang terbentuk pada polimer yang bereaksi dengan monomer. Akan tetapi dengan semakin besarnya konsentrasi monomer maka pembentukan homopolimer juga semakin banyak. Pada penelitian ini terlihat bahwa semakin besar konsentrasi maka semakin besar pula persen cangkoknya, seperti terlihat pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4. Pengaruh konsentrasi monomer terhadap persen cangkok rayon-g-NBA (◆), rayon-g-GMA (■), rayon-g-NBA-CA (▲), Rayon-g-GMA-CA (x), rayon-g-NBA-GMA (+), rayon-g-NBA-GMA-CA (●); dosis R-g-NBA dan R-g-GMA : 0,5 kGy; R-g-NBA-CA, R-g-GMA-CA, dan R-g-NBA-GMA : 0,75 kGy; R-g-NBA-GMA-CA : 1 kGy; konsentrasi masing-masing monomer/ligan 5%

Pada Gambar 4.4. terlihat bahwa untuk sampel selain rayon-g-GMA, maka kenaikan persen cangkok dengan adanya kenaikan konsentrasi monomer lebih lambat atau hanya sedikit kenaikannya. Pada rayon-g-GMA terlihat perbedaan yang cukup jauh dengan serat lainnya, yaitu persen cangkok sangat dipengaruhi oleh konsentrasi monomer terlihat dari kenaikan persen cangkok yang semakin besar. Hal ini disebabkan karena reaktivitas GMA lebih besar dibandingkan dengan NBA dan kecenderungannya dalam membentuk homopolimer lebih kecil. Jadi GMA lebih bersifat sebagai agen pengikat silang (*crosslinker*).

4.2.4. Pengaruh Rasio Monomer

Penelitian ini juga mempelajari pengaruh dari rasio monomer pada persen cangkok serat termodifikasi karena adanya modifikasi dengan campuran dua monomer atau campuran monomer dengan ligan, seperti terlihat pada Tabel 4.2. Pada Tabel tersebut ditentukan rasio monomer terbaik untuk memodifikasi serat dengan melihat persen cangkoknya yang tinggi dan persen swellingnya yang tinggi pula. Persen swelling menjadi pertimbangan pemilihan rasio monomer ini karena apabila persen swellingnya besar maka proses difusi radikal ataupun proses adsorpsi logam pada serat termodifikasi akan semakin besar (Takács, et al., 2010), seperti pada serat kopolimersiasi campuran NBA dan GMA yang pemilihan rasio optimalnya ditentukan oleh persen swellingnya.

Pada penelitian ini diperoleh rasio optimal monomer dengan monomer atau ligan dengan monomer yaitu untuk serat rayon-g-NBA-CA rasio NBA dan CA optimal adalah 8 : 2, rayon-g-GMA-CA rasio GMA dan CA optimal adalah 5 : 5, rayon-g-NBA-GMA rasio NBA dan GMA optimal adalah 5 : 5, dan rayon-g-NBA-GMA-CA rasio NBA, GMA dan CA optimal adalah 4 : 2 : 4. Rasio optimal ini sangat beragam dilihat dari persen cangkoknya, hal ini dimungkinkan karena terjadi kompetisi antara radikal-radikal dari monomer/ligan yang tercangkok pada serat yang disebabkan perbedaan bobot molekul yang tidak jauh berbeda.

Tabel 4.2. Pengaruh Rasio Volume Monomer terhadap Persen Cangkok

| NO | SAMPEL | RASIO VOLUME | CANGKOK (%) |
|----|----------------|--------------|-------------|
| 1 | R-g-NBA-CA | 2-8 | 13.78 |
| 2 | | 4-6 | 20.79 |
| 3 | | 5-5 | 17.58 |
| 4 | | 6-4 | 17.65 |
| 5 | | 8-2 | 22.85 |
| 6 | | 10-0 | 27.76 |
| 7 | R-g-GMA-CA | 2-8 | 22.74 |
| 8 | | 4-6 | 46.21 |
| 9 | | 5-5 | 63.63 |
| 10 | | 6-4 | 33.15 |
| 11 | | 8-2 | 26.01 |
| 12 | | 10-0 | 58.28 |
| 13 | R-g-NBA-GMA | 2-8 | 57.08 |
| 14 | | 4-6 | 49.43 |
| 15 | | 5-5 | 41.78 |
| 16 | | 6-4 | 54.81 |
| 17 | | 8-2 | 77.96 |
| 18 | | 10-0 | 27.76 |
| 19 | R-g-NBA-GMA-CA | 2-4-4 | 26.21 |
| 20 | | 4-3-3 | 35.24 |
| 21 | | 6-2-2 | 31.56 |
| 22 | | 8-1-1 | 36.20 |
| 23 | | 4-2-4 | 60.44 |
| 24 | | 3-4-3 | 15.66 |
| 25 | | 2-6-2 | 43.39 |
| 26 | | 1-8-1 | 38.02 |
| 27 | | 4-4-2 | 36.98 |
| 28 | | 3-3-4 | 35.79 |
| 29 | | 2-2-6 | 23.09 |
| 30 | | 1-1-8 | 5.93 |

Rayon-g-NBA-CA dengan perbandingan volume optimum antara NBA dan GMA 8 : 2, menandakan bahwa NBA berfungsi sebagai agen pengikat silang sedangkan asam sitrat sebagai ligan. Penambahan CA ternyata menurunkan persen cangkoknya, jadi ada sebagian NBA yang tercangkok digantikan oleh CA.

Apabila NBA disubstitusi dengan GMA ternyata perbandingan monomernya menjadi turun yaitu 5 : 5, hal ini menandakan bahwa GMA bisa berfungsi sebagai pengikat silang atau sebagai perantara antar serat dengan ligan, terbukti dengan naiknya persen cangkok dengan adanya penambahan CA. Rayon-g-NBA-GMA ataupun Rayon-g-NBA-GMA-CA memperlihatkan rasio yang sama dengan Rayon-g-NBA-CA (perbandingan monomer dengan ligan lebih besar monomer), jadi NBA sebagai agen ikat silang dan GMA sebagai perantara pengikatan ligan pada serat tercangkok NBA.

4.2.5. Scale-up

Scale-up dilakukan untuk melihat perubahan yang terjadi apabila jumlah sampel dilipatgandakan dengan kondisi cangkok yang sama dan diperoleh hasil seperti pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3. Hasil *Scale-up* Serat Rayon Termodifikasi

| NO | SAMPEL | DOSIS (kGy) | BERAT SERAT (gram) | MONOMER | | RASIO | BERAT AKHIR (gram) | CANGKOK (%) |
|----|----------------|----------------|--------------------------|--------------|--------------|-------|--------------------------|----------------|
| | | | | VOL. (mL) | KONS. (%) | | | |
| 1 | R-g-NBA | 0,5 | 0,1001 | 10 | 5% | 1:0 | 0,1271 | 26,97 |
| 2 | | | 0,5002 | 50 | | | 0,6948 | 38,90 |
| 3 | R-g-GMA | 0,5 | 0,1000 | 10 | 5% | 1:0 | 0,1610 | 61,00 |
| 4 | | | 0,5005 | 50 | | | 1,0938 | 118,54 |
| 5 | R-g-NBA-CA | 0,75 | 0,1006 | 10 | 5% | 1:1 | 0,1183 | 17,59 |
| 6 | | | 0,5007 | 50 | | | 0,6978 | 39,36 |
| 7 | R-g-GMA-CA | 0,75 | 0,1003 | 10 | 5% | 1:1 | 0,1633 | 62,81 |
| 8 | | | 0,5003 | 50 | | | 0,7890 | 57,71 |
| 9 | R-g-NBA-GMA | 0,75 | 0,1009 | 10 | 5% | 1:1 | 0,1428 | 41,53 |
| 10 | | | 0,5005 | 50 | | | 0,6770 | 35,26 |
| 11 | R-g-NBA-GMA-CA | 1,0 | 0,1006 | 10 | 5% | 1:1:1 | 0,1327 | 31,91 |
| 12 | | | 0,5007 | 50 | | | 0,5330 | 6,45 |

Pada Tabel 4.3. terlihat bahwa apabila jumlah sampel dilipatgandakan sebanyak 5 kali, diharapkan persen cangkoknya bertambah sebanyak 5 kali, tapi pada penelitian ini tidak diperoleh pertambahan persen cangkok sebanyak 5 kali. Hal ini disebabkan adanya pengaruh ketebalan sampel yang diiradiasi atau volume

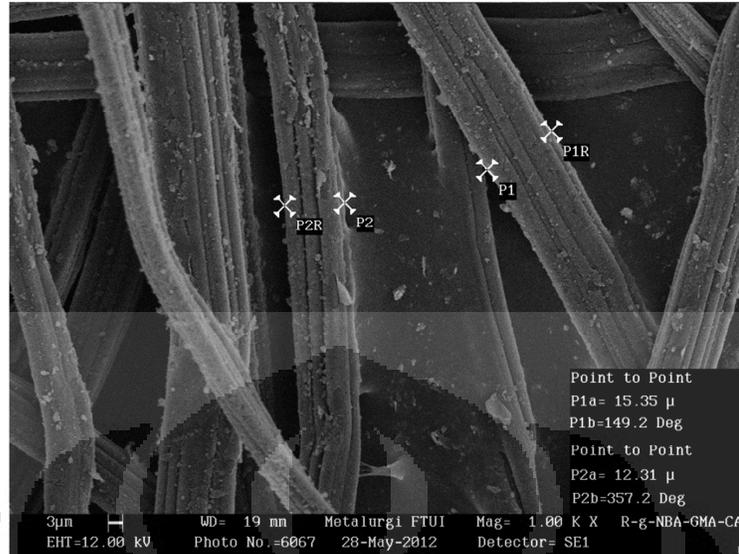
larutan monomer yang naik 5 kali menyebabkan berkurangnya jumlah radikal sebagai akibat berkurangnya dosis yang diberikan karena dosis merupakan fungsi dari ketebalan sampel. Akan tetapi, dengan melihat data di atas bisa disimpulkan bahwa teknik pencangkakan untuk keperluan scale-up akan lebih baik bila dilakukan tanpa adanya ligan. Ligan dapat direaksikan dengan serat tercangkak NBA, GMA, atau campuran NBA dan GMA secara kimia.

4.3. Karakteristik Serat Termodifikasi

Perubahan sifat serat rayon yang terjadi sebelum dan sesudah pencangkakan diamati dengan beberapa peralatan yang digunakan yaitu spektrometer FTIR, XRD, TGA, SEM, dan XRF.

4.3.1. Karakterisasi SEM

Karakterisasi dengan SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi serat sebelum dan sesudah dimodifikasi. Karakterisasi menggunakan SEM memperlihatkan adanya pengotor pada permukaan serat rayon, seperti terlihat pada Lampiran 4. Hal ini disebabkan masih adanya homopolimer yang masih ada pada permukaan serat walaupun telah dicuci menggunakan air suling dan metanol. Homopolimer ini terbentuk secara tidak terkontrol karena radikal yang terbentuk pada larutan akan membentuk suatu poli-monomer (homopolimer) yang akan terakumulasi pada permukaan serat, seperti terlihat pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5. Fotograf SEM dari serat termodifikasi (R-g-NBA-GMA-CA) dengan perbesaran 1000x

Pada pengamatan menggunakan SEM diketahui bahwa semua serat yang dimodifikasi masih memperlihatkan adanya homopolimer yang ada pada permukaan seratnya. Serat yang dimodifikasi menggunakan GMA relatif sedikit mengandung homopolimer. Penelitian ini juga mengamati diameter serat asli dan serat yang telah dimodifikasi, seperti terlihat pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4. Diameter Serat Rayon Asli dan Serat Rayon Termodifikasi

| No | Sampel Serat | Persen Cangkok (%) | Diameter (μm) |
|----|--------------------|--------------------|----------------------------|
| 1 | Serat Rayon asli | 0 | 11,28 |
| 2 | Rayon-g-NBA | 27,76 | 12,55 |
| 3 | Rayon-g-NBA-CA | 58,28 | 12,14 |
| 4 | Rayon-g-GMA | 17,58 | 13,85 |
| 5 | Rayon-g-GMA-CA | 63,63 | 15,14 |
| 6 | Rayon-g-NBA-GMA | 41,76 | 13,69 |
| 7 | Rayon-g-NBA-GMA-CA | 32,52 | 12,70 |

Diameter serat rayon asli relatif lebih kecil dibandingkan dengan serat yang dimodifikasi, walaupun perbedaan diameternya tidak signifikan. Hal ini

berarti kopolimerisasi cangkok monomer terjadi pada permukaan serat, terlihat pada serat termodifikasi terjadi penambahan diameter serat.

4.3.2. Karakterisasi Spektrometer FTIR

Penentuan gugus fungsi pada serat rayon asli dan serat termodifikasi ditentukan dengan analisis serapan inframerah. Analisis ini berguna untuk memastikan terjadinya kopolimerisasi cangkok, dengan melihat perubahan pada spektra masing-masing serat. Analisis serapan gelombang inframerah dengan spektrometer FT-IR dilakukan terhadap serat rayon asli, Rayon-g-NBA, Rayon-g-NBA-CA, Rayon-g-GMA, Rayon-g-GMA-CA, Rayon-g-NBA-GMA, dan Rayon-g-NBA-GMA-CA.

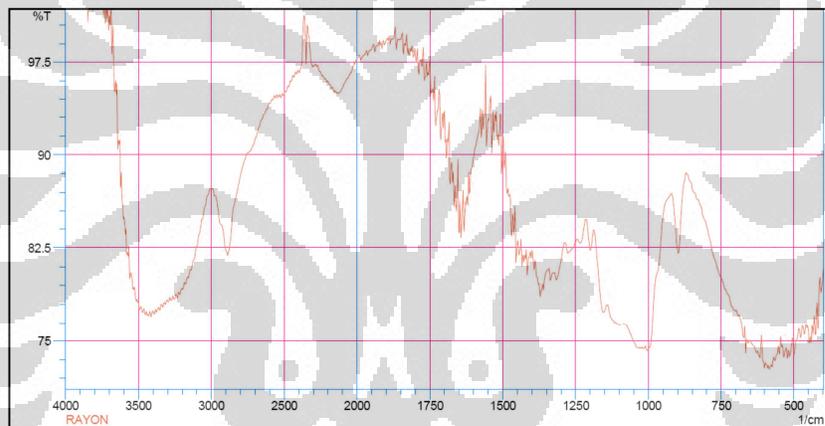
Pada serat rayon asli, terdapat beberapa puncak yang cukup jelas yaitu serapan puncak pada 3460 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi tekuk dari OH, 2890 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi ulur yang simetris dari CH_2 , 1650 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi ulur dari ikatan rangkap alkena, 1371 cm^{-1} yang menunjukkan deformasi ulur dari C-H, 1153 cm^{-1} dan 1199 cm^{-1} yang menunjukkan adanya jembatan C-O-C asimetris, 896 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi ulur jembatan $\text{C}_1\text{-O-C}_4$ asimetris, dan 700 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi tekuk C=C. Data pengamatan di atas bersesuaian dengan penelitian-penelitian sebelumnya oleh Othman dkk (2009), Anirudhan dkk (2010), Benke dkk (2007), dll.

Pada serat rayon termodifikasi NBA (Rayon-g-NBA) terdapat spektrum gelombang pada 1540 cm^{-1} yang tidak terdapat pada serat rayon asli. Spektrum ini menunjukkan adanya gugus amida sekunder pada NBA, selain itu intensitas semua spektrumnya menjadi naik. Sedangkan dengan adanya penambahan ligan asam sitrat pada rayon-g-NBA, ternyata spektra yang ada tidak banyak terlihat perubahan karena gugus fungsi yang ada sama, kecuali pada intensitasnya yang menurun dari serat rayon termodifikasi NBA (Rayon-g-NBA).

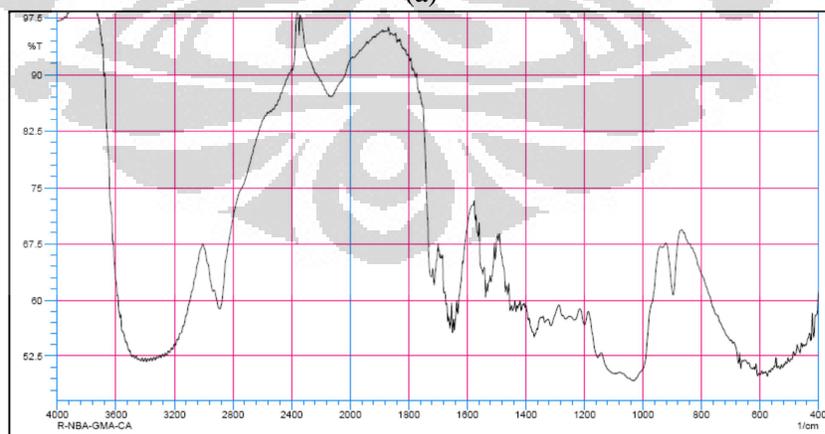
Spektra pada Rayon-g-GMA menunjukkan adanya puncak yang berbeda dari serat rayon asli yaitu pada 1728 cm^{-1} dan 1271 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi ulur C=O dari GMA atau ester, sedangkan pada 842 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi C-O-C asimetris dari GMA atau ester. Sedangkan dengan adanya

penambahan ligan asam sitrat pada rayon-g-GMA menjadi Rayon-g-GMA-CA, ternyata spektranya hampir sama dengan Rayon-g-GMA karena gugus fungsi yang ada sama, kecuali pada intensitasnya yang menurun.

Spektra pada Rayon-g-NBA-GMA menunjukkan adanya puncak yang berbeda dari serat rayon asli yaitu 1728 cm^{-1} dan 1540 cm^{-1} yang menunjukkan adanya vibrasi ulur C=O dari GMA atau ester dan adanya gugus amida sekunder pada NBA. Apabila dibandingkan dengan spektra Rayon-g-NBA maka berbeda pada puncak 1728 cm^{-1} yang menunjukkan adanya vibrasi ulur C=O dari GMA atau ester. Sedangkan dengan adanya penambahan ligan asam sitrat pada rayon-g-NBA-GMA menjadi Rayon-g-NBA-GMA-CA, ternyata spektranya hampir sama dengan Rayon-g-NBA-GMA karena gugus fungsi yang ada sama, kecuali pada intensitasnya yang menurun.



(a)

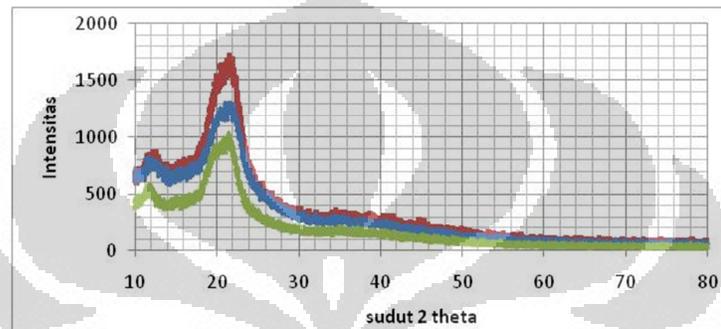


(b)

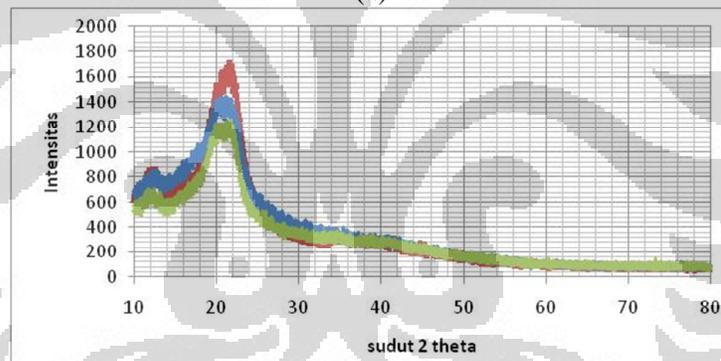
Gambar 4.6. Spektra infra merah dari (a) serat rayon asli dan (b) serat termodifikasi (R-g-NMA-GMA-CA)

4.3.3. Karakterisasi XRD

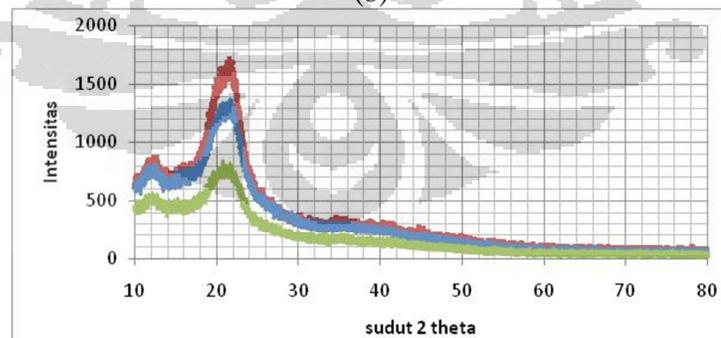
Kopolimerisasi cangkok pada dasarnya tidak merubah difraktogram dari XRD, seperti terlihat pada Gambar 4.7. Akan tetapi setelah kopolimerisasi akan terjadi penambahan berat pada sampel dan persentase bagian amorf akan naik serta turunnya persentase bagian kristalin, sehingga intensitas puncak XRD pada bagian kristalin menurun dan pada bagian amorf sebaliknya, seperti terlihat pada Tabel 4.5. Hal ini bersesuaian dengan penelitian dari Zhao, H. (2007).



(a)



(b)



(c)

Gambar 4.7. Difraktogram dari serat rayon asli dan serat termodifikasi (a) rayon asli (—), rayon-g-NBA (—), rayon-g-NBA-CA (—); (b) rayon asli (—), rayon-g-GMA (—), rayon-g-GMA-CA (—); (c) rayon asli (—), rayon-g-NBA-GMA (—), rayon-g-NBA-GMA-CA (—);

Pada Gambar 4.7. terlihat ada puncak pada sudut $2\theta = 12,4^\circ$ dan sudut $2\theta = 21,5^\circ$ menandakan lattice (110) dan (200) dari selulosa atau selulosa hidarat (Zhao, et al., 2007; Takács, et al., 2005; Wojna´rovits, et al., 2010). Kristalinitas rayon bisa dilihat pada spektrum masing-masing yang intensitasnya cukup tinggi yang menandakan bahwa kristalinitasnya tinggi. Kristalinitas serat rayon yang dimodifikasi akan menurun dibandingkan serat rayon asli. Hal ini disebabkan oleh iradiasi pada serat menyebabkan terbentuknya radikal pada bagian amorf dan merubah bagian kristalin pada serat menjadi amorf, terutama pada permukaan serat, seperti terlihat pada Tabel 4.5.

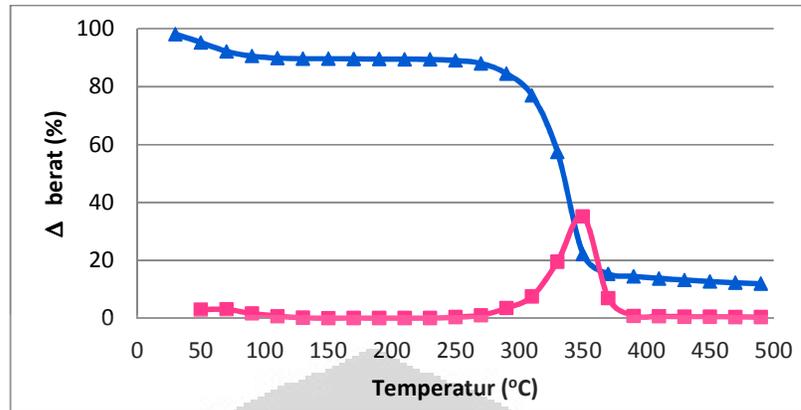
Tabel 4.5. Tabel Persen Kristalinitas Serat Asli dan Serat Termodifikasi

| No | Sampel Serat | Persen Cangkok (%) | Derajat Kristalinitas (%) |
|----|--------------------|--------------------|---------------------------|
| 1 | Serat Rayon asli | 0 | 63,05 |
| 2 | Rayon-g-NBA | 27,76 | 54,89 |
| 3 | Rayon-g-NBA-CA | 58,28 | 62,17 |
| 4 | Rayon-g-GMA | 17,58 | 49,37 |
| 5 | Rayon-g-GMA-CA | 63,63 | 59,13 |
| 6 | Rayon-g-NBA-GMA | 41,76 | 55,36 |
| 7 | Rayon-g-NBA-GMA-CA | 32,52 | 53,45 |

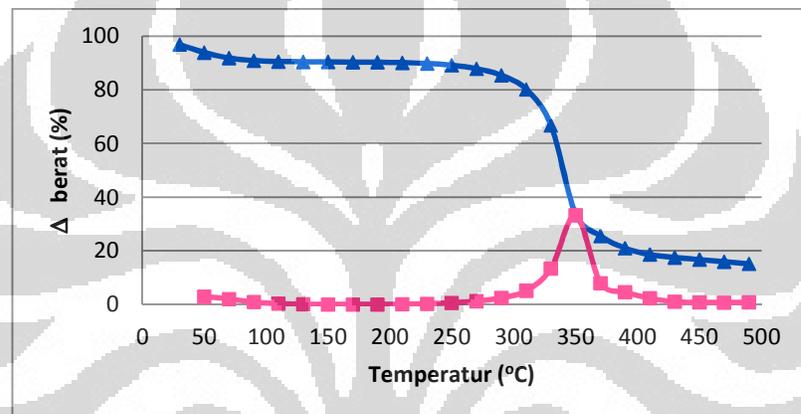
Pada Tabel 4.5. terbukti bahwa semua serat rayon yang termodifikasi mempunyai derajat kristalinitas yang lebih rendah dari serat rayon asli, hal ini sebagai akibat dari adanya radiasi yang merubah bagian dari serat rayon yang kristalin menjadi amorf.

4.3.4. Karakterisasi TGA

Kestabilan serat terhadap panas diamati dengan *thermo gravimetric analysis* (TGA) dalam atmosfer nitrogen pada suhu antara 30 – 500°C dengan laju pemanasan 10°C/menit. Kopolimerisasi cangkok mengakibatkan meningkatnya kestabilan serat terhadap panas, seperti terlihat pada Gambar 4.8 dan Tabel 4.6.



(a)



(b)

Gambar 4.8. Termogram dari (a) serat rayon asli dan (b) serat termodifikasi R-g-NBA-GMA-CA; data TGA (—), data DTA (—)

Tabel 4.6. Tahap Kehilangan Berat Serat dari Termogram TGA

| No | Sampel (Persen Cangkok) | Penurunan Berat pada Tiap Tahap (%) | | | |
|----|-----------------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|--------------------------------------|-------------------------------------|
| | | I ($\pm 100^{\circ}\text{C}$) | II (225-290 $^{\circ}\text{C}$) | III (290-350 $^{\circ}\text{C}$) | IV (350-500 $^{\circ}\text{C}$) |
| 1 | Rayon asli | 9,8 | 15,5 | 78,8 | 88,1 |
| 2 | Rayon-g-NBA (27,76%) | 11,8 | 14,7 | 68,8 | 82,7 |
| 3 | Rayon-g-NBA-CA (58,28%) | 9,0 | 12,5 | 72,5 | 82,8 |
| 4 | Rayon-g-GMA (17,58%) | 7,7 | 14,3 | 65,0 | 94,3 |
| 5 | Rayon-g-GMA-CA (63,63%) | 7,9 | 11,6 | 54,4 | 93,3 |
| 6 | Rayon-g-NBA-GMA (41,76%) | 8,6 | 14,0 | 62,0 | 83,4 |
| 7 | Rayon-g-NBA-GMA-CA (32,52%) | 9,3 | 14,6 | 66,5 | 85,1 |

Gambar 4.8 dan Tabel 4.6. memperlihatkan bahwa secara garis besar serat termodifikasi mempunyai kestabilan terhadap panas yang lebih baik dibandingkan serat asli. Tahapan kehilangan berat serat terdiri dari 4 tahap yaitu : pelepasan air, pirolisis bagian amorf dan pelepasan gugus fungsi, dekomposisi termal, dan dekomposisi lanjutan. Tahapan pertama pelepasan air terjadi pada suhu sekitar 100°C , tahapan ke-2 terjadi pada suhu antara $225 - 290^{\circ}\text{C}$ dengan adanya penurunan berat secara perlahan, tahapan ke-3 terjadi pada suhu sekitar 350°C dan pada tahap ini penurunan berat terbesar terjadi ($>60\%$) terlihat jelas dari termogram data DTanya, serta pada tahapan terakhir pada suhu antara $350 - 500^{\circ}\text{C}$ terjadi penurunan berat yang perlahan. Penelitian ini bersesuaian dengan penelitian Reddy dkk (2005).

4.3.5. Pengujian Kapasitas dan Regenerasi Serat

Kapasitas pertukaran ion dipelajari dengan cara memasukkan 100 mg serat ke dalam larutan standar uranium (uranil nitrat) 50 ppm sebanyak 50 mL. Keasaman diatur pada pH 6 dan dilakukan pengadukan selama 1 jam. Selanjutnya serat disaring dan didiamkan semalam sampai kering (Anirudhan, et al., 2010). Regenerasi serat dilakukan dengan mengaduk serat yang telah mengadsorpsi uranium dalam larutan HCl 0,1 N selama 1 jam. Selanjutnya serat disaring dan didiamkan semalam sampai kering. Konsentrasi uranium yang terserap oleh serat ditentukan dengan X-ray fluorescence (XRF).

Hasil perhitungan kapasitas pertukaran ion untuk serat rayon termodifikasi dapat dilihat pada Tabel 4.7. Kapasitas pertukaran ion berhubungan dengan jumlah gugus-gugus aktif yang ada pada permukaan penukar ion. Semakin banyak jumlah gugus aktifnya maka kapasitas pertukarannya juga bertambah. Kapasitas pertukaran ion berhubungan juga dengan kemudahan proses transfer ion, dari larutan bulk ke permukaan serat rayon dan juga sebaliknya.

Tabel 4.7. Kapasitas Pertukaran Ion Serat Rayon Termodifikasi

| No | Sampel Serat | Persen Cangkok (%) | Kapasitas Tukar Ion (meq/g) | Regenerasi (%) |
|----|--------------------|--------------------|-----------------------------|----------------|
| 1 | Rayon-g-NBA | 27,76 | 0,11 | 33,33 |
| 2 | Rayon-g-NBA-CA | 58,28 | 0,17 | 100,00 |
| 3 | Rayon-g-GMA | 17,58 | 0,14 | 28,57 |
| 4 | Rayon-g-GMA-CA | 63,63 | 0,30 | 50,00 |
| 5 | Rayon-g-NBA-GMA | 41,76 | 0,19 | 100,00 |
| 6 | Rayon-g-NBA-GMA-CA | 32,52 | 0,04 | 100,00 |

Tabel 4.7. memperlihatkan bahwa kapasitas adsorpsi serat rayon termodifikasi masih sangat rendah dengan serat termodifikasi terbesar 0,30 meq/g. Dari data desorpsinya terlihat bahwa dengan serat dapat diregenerasi cukup baik. Regenerasi yang kurang baik bisa ditingkatkan dengan menaikkan konsentrasi pengelusi.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil percobaan pada penelitian ini diambil kesimpulan bahwa :

1. Modifikasi serat rayon dengan teknik radiasi simultan dipengaruhi oleh beberapa hal yaitu dosis radiasi, volume larutan, konsentrasi monomer, dan rasio monomer.
2. Fungsi masing-masing monomer adalah NBA lebih berfungsi sebagai pengikat silang, GMA selain dapat sebagai pengikat silang juga dapat berinteraksi dengan ligan (asam sitrat), fungsi asam sitrat sebagai ligan tidak memberikan hasil yang signifikan.
3. Serat rayon termodifikasi dengan kapasitas adsorpsi tertinggi terhadap uranium adalah rayon tercangkok GMA dan asam sitrat (Rayon-g-GMA-CA) dengan kapasitas sebesar 0,3 meq/g serat.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian, saran yang dapat dikemukakan adalah :

1. Perlu diteliti lebih lanjut untuk serat termodifikasi GMA dan CA dengan menggunakan konsentrasi yang lebih besar.
2. Perlu diteliti lebih lanjut untuk mereaksikan ligan di luar proses iradiasi simultan.

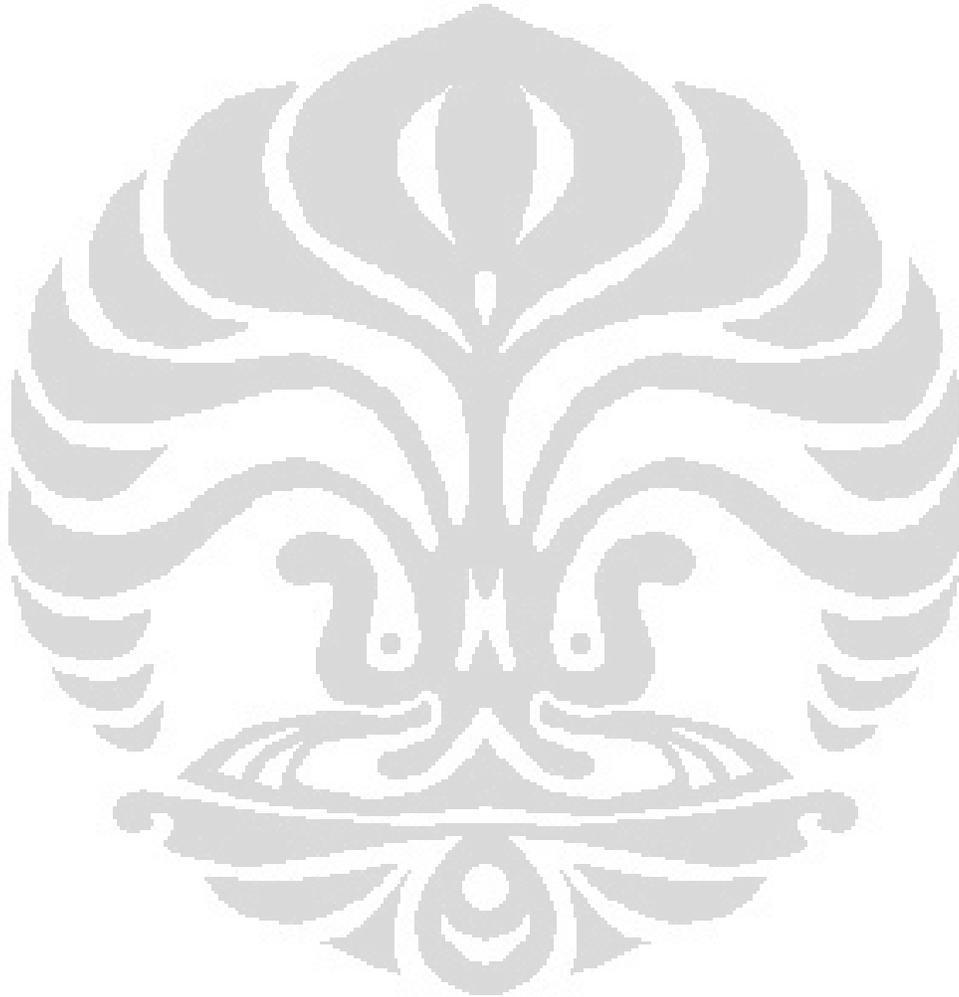
DAFTAR PUSTAKA

- Anirudhan, T., & Sreekumari, S. (2010). Synthesis and characterization of a functionalized graft copolymer of densified cellulose for the extraction of uranium(VI) from aqueous solutions. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 361, 180–186.
- Anonim. (2003). <http://www.ead.anl.gov/pub/doc/uranium.pdf>. Dipetik june 2010
- Auliya, D. (2008). *Ikat Silang Selulosa dengan N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) sebagai Matriks Pencangkakan Monomer Akrilamida (AAM) dan Glisidil Metakrilat-Asam Iminodiasetat (GMA-IDA) dengan Teknik Ozonasi*. . Depok: FMIPA Universitas Indonesia.
- Badan Pengawas Tenaga Nuklir. (1999). *Keputusan Kepala BAPETEN No 02/Ka-BAPETEN/V-99 tentang Baku Tingkat Radioaktivitas di Lingkungan*. Jakarta.
- Bandrup, J., & Immergut, E. (1989). *Polymer Handbook, 3rd ed.* New York: John Wiley & Sons.
- Basuki, F. (2000). *Sintesis dan Karakterisasi Kopolimer Grafting Radiasi Asam Akrilat, Akrilamida, dan Campurannya Pada Serat Rayon Sebagai Penukar Ion*. Depok: FMIPA, Universitas Indonesia.
- Bhattacharya, A., & Misra, B. (2004). Grafting: a versatile means to modify polymers. *Prog. Polym. Sci*, 29, 767–814.
- Chauhan, G. S., Guleria, L., & Sharma, R. (2005). Synthesis, Characterization and Metal Ion Sorption Studies of Graft Copolymers of Cellulose with Glycidyl Methacrylate and Some Comonomers. *Cellulose*, 12, 97-110.
- Crowd, M. (1991). *Kimia Polimer. Trans. Dr. Ir. Harry Firman*. Bandung: Institut Teknologi Bandung.
- Departemen Kesehatan RI. (2010). *Permenkes No.492/MENKES/PER/IV/2010 tentang Persyaratan Kualitas Air Minum*. Jakarta.

- Di Palma, L., & Mecozzi, R. (2007). Heavy metals mobilization from harbour sediments using EDTA and citric acid as chelating agents. *Journal of Hazardous Materials* , 147, 768–775.
- Dofner, K. (1991). *Ion Exchanger*. Berlin – German: Walter de Gruyter.
- Hancock, G., & Martin, P. (2004). *Routine Analysis of Naturally Occuring Radionuclides in Environmental Samples by Alpha Partikel Spektrometry*. Departement of the Environment and Heritage Supervising Scientist, Australia.
- Höcker, H. (2002). Plasma Treatment of Textile Fiber. *Pure Appl. Chem* , 74 (3), 423–427.
- Lackovic, K., Angove, M. J., Wells, J. D., & Johnson, B. B. (2004). Modeling the adsorption of Cd(II) onto goethite in the presence. *Journal of Colloid and Interface Science* , 269, 37–45.
- Lan, Y., Li, C., Mao, J., & Sun, J. (2008). Influence of clay minerals on the reduction of Cr⁶⁺ by citric acid. *Chemosphere* , 71, 781–787.
- Mark, H. (2004). Cellulose, Structure and Properties. *Encyclopedia of Polymer Science and Engineering* , 3, 102-113.
- Meyer, B. F. (1984). *Textbook of Polymer Science*. (3, Penyunt.) New York: John Wiley & Sons.
- N. Benke, E. T. (2007). Pre-irradiation grafting of cellulose and slightly carboxymethylated cellulose (CMC) fibres. *Radiation Physics and Chemistry* , 76, 1355–1359.
- O'Connel, William, D., Birkinshaw, Collin, O'Dwyer, & Francis, T. (2008). Heavy Metal Adsorbents Prepared from The Modification of Cellulose : A Review. *Bioresource Technology* , 99, 6709-6724.
- Othman, S. H., Sohlah, M. A., & Ghoneim, M. M. (2009). The effects of hazardous ions adsorption on the morphological and chemical properties of reactive cloth filter. *Radiation Physics and Chemistry* , 78, 976-985.

- Poh, C. K., Lim, S. H., Lin, J., & Lee, J. Y. (2008). Citric acid functionalized carbon materials for fuel cell applications. *Journal of Power Sources* , 176, 70–75.
- Roy, D., Semsarilar, M., Guthrie, J., & Perrier, S. (2009). Cellulose modification by polymer grafting: a review. *Chemical Society Reviews* , 38, 2046-2064.
- Salomone, J. (1996). *Polymeric Materials Encyclopedia*. New York: CRC Press Inc.
- Sokker, H. H., Badawy, S. M., Zayed, E. M., Eldien, F. A., & Farag, A. M. (2009). Radiation-Induced Grafting of Glycidyl Methacrylate onto Cotton Fabric Waste and Its Modification for Anchoring Hazardous Wastes from Their Solutions.
- Suryana, M. (2004). *Pengaruh Agen Pengikat Silang Pada Proses Modifikasi Serat Rayon Dengan Asam Metakrilat*. Depok: FMIPA, Universitas Indonesia.
- Takács, E., Mirzadeh, H., Wojnárovits, L., Borsa, J., Mirzataheri, M., & Benke, N. (2007). Comparison of simultaneous and pre-irradiation grafting of N-vinylpyrrolidone to cotton-cellulose. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research* , 265, 217–220.
- Takács, E., Wojnárovits, L., Borsa, J., & Rácz, I. (2010). Hydrophilic/hydrophobic character of grafted cellulose. *lulose," Radiation Physics and Chemistry* , 79, 467-470.
- Takács, E., Wojnárovits, L., Borsa, J., Papp, J., Hargittai, P., & Korecz, L. (2005). Modification of cotton-cellulose by preirradiation grafting. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research* , 259-265.
- Vogel, A. (1985). *Buku ajar Vogel: Kimia analisis Kuantitatif Anorganik*. Jakarta: PT.Kalman Media Pustaka.
- Wojnárovits, L., Foldváry, C., & Takács, E. (2010). Radiation-induced grafting of cellulose for adsorption of hazardous water pollutants: A review. *Radiation Physics and Chemistry* , 79, 848–862.

- Yang, C., Shen, Z., Yu, G., & Wang, J. (2008). Effect and aftereffect of gamma radiation pretreatment on enzymatic hydrolysis of wheat straw. *Biores. Technol* , 99, 6240–6245.
- Zhao, H., Kwak, J. H., Zhang, Z. C., Brown, H. M., Arey, B. W., & Holladay, J. E. (2007). Studying cellulose fiber structure by SEM, XRD, NMR and acid hydrolysis. *Carbohydrate Polymers* , 68, 235-241.



Lampiran 1. Data Pengaruh Dosis terhadap Persen Grafting

| No | Dosis (kGy) | Grafting (%) | | | | | |
|----|-------------|--------------|---------|------------|------------|-------------|----------------|
| | | R-g-NBA | R-g-GMA | R-g-NBA-CA | R-g-GMA-CA | R-g-NBA-GMA | R-g-NBA-GMA-CA |
| 1 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 |
| 2 | 0.25 | 21.31 | 32.89 | 16.66 | 23.42 | 32.22 | 13.64 |
| 3 | 0.50 | 27.76 | 58.28 | 15.10 | 37.08 | 35.16 | 11.28 |
| 4 | 0.75 | 27.35 | 59.36 | 17.58 | 63.63 | 41.78 | 16.21 |
| 5 | 1.00 | 25.65 | 47.96 | 13.69 | 55.23 | 36.08 | 32.52 |
| 6 | 2.00 | 24.60 | 49.50 | 11.52 | 53.96 | 34.03 | 32.60 |
| 7 | 3.00 | 24.78 | 52.19 | 14.73 | 53.89 | 25.23 | 33.00 |
| 8 | 4.00 | 29.08 | 52.10 | 16.49 | 58.05 | 25.15 | 35.71 |

Lampiran 2. Data Pengaruh Volume Monomer terhadap Persen Grafting

| No | Volume (mL) | Grafting (%) | | | | | |
|----|-------------|--------------|---------|------------|------------|-------------|----------------|
| | | R-g-NBA | R-g-GMA | R-g-NBA-CA | R-g-GMA-CA | R-g-NBA-GMA | R-g-NBA-GMA-CA |
| 1 | 5.00 | 25.60 | 35.35 | 13.65 | 49.86 | 21.38 | 12.72 |
| 2 | 10.00 | 27.76 | 58.28 | 17.58 | 63.63 | 41.78 | 32.52 |
| 3 | 15.00 | 28.73 | 38.33 | 14.13 | 51.51 | 22.46 | 16.45 |

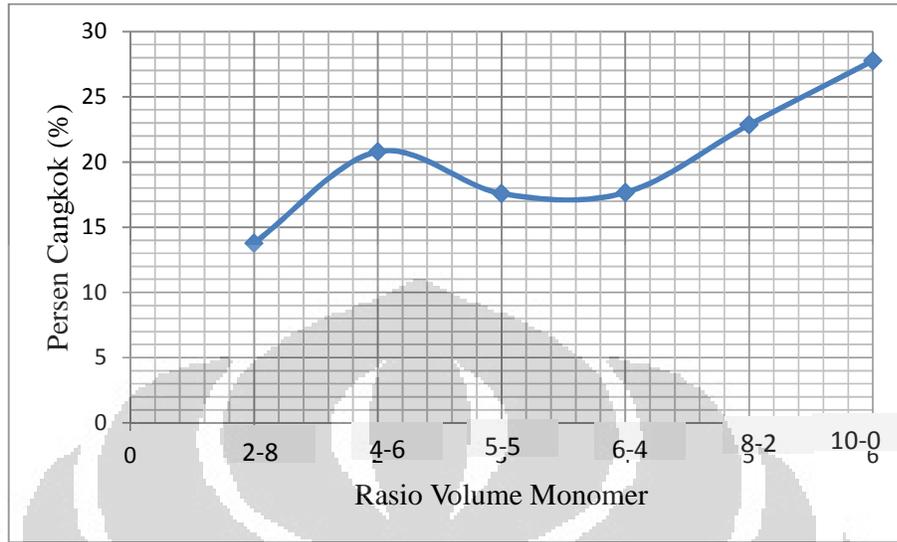
Lampiran 3. Data Pengaruh Konsentrasi Monomer terhadap Persen Grafting

| No | Konsentrasi monomer (%) | Grafting (%) | | | | | |
|----|-------------------------|--------------|---------|------------|------------|-------------|----------------|
| | | R-g-NBA | R-g-GMA | R-g-NBA-CA | R-g-GMA-CA | R-g-NBA-GMA | R-g-NBA-GMA-CA |
| 1 | 2.50 | 10.72 | 50.52 | 8.61 | 17.81 | 15.51 | 8.43 |
| 2 | 5.00 | 27.76 | 58.28 | 17.58 | 63.63 | 41.78 | 32.52 |
| 3 | 7.50 | 46.56 | 133.25 | 19.09 | 67.13 | 37.00 | 13.75 |
| 4 | 10.00 | 56.80 | 214.15 | 26.76 | 66.35 | 44.40 | 15.69 |

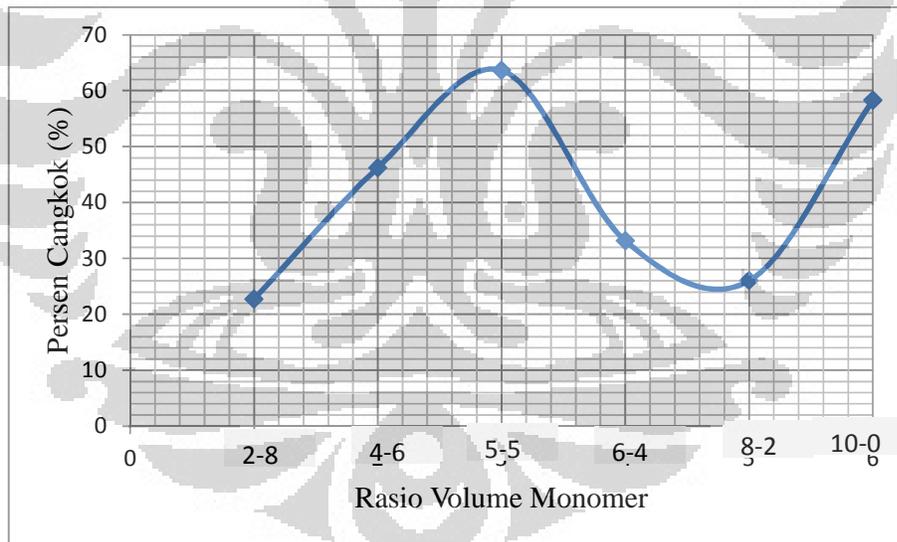
Lampiran 4. Data Penentuan Kapasitas Tukar Ion dan Regenerasi

| No | Sampel Serat | Persen Cangkok (%) | Konsentrasi Uranium (ppm) | | Kapasitas Tukar Ion (meq/g) | Konsentrasi Uranium (ppm) | | Regenerasi (%) |
|----|--------------------|--------------------|---------------------------|-------|-----------------------------|---------------------------|-------|----------------|
| | | | Awal | Akhir | | Awal | Akhir | |
| 1 | Rayon-g-NBA | 27,76 | 50 | 41 | 0,11 | 9 | 3 | 33,33 |
| 2 | Rayon-g-NBA-CA | 58,28 | 50 | 39 | 0,17 | 11 | 11 | 100,00 |
| 3 | Rayon-g-GMA | 17,58 | 50 | 36 | 0,14 | 14 | 4 | 28,57 |
| 4 | Rayon-g-GMA-CA | 63,63 | 50 | 26 | 0,30 | 24 | 12 | 50,00 |
| 5 | Rayon-g-NBA-GMA | 41,76 | 50 | 35 | 0,19 | 15 | 15 | 100,00 |
| 6 | Rayon-g-NBA-GMA-CA | 32,52 | 50 | 47 | 0,04 | 3 | 3 | 100,00 |

Lampiran 5. Grafik Pengaruh Rasio Volume Monomer terhadap Persen Cangkok

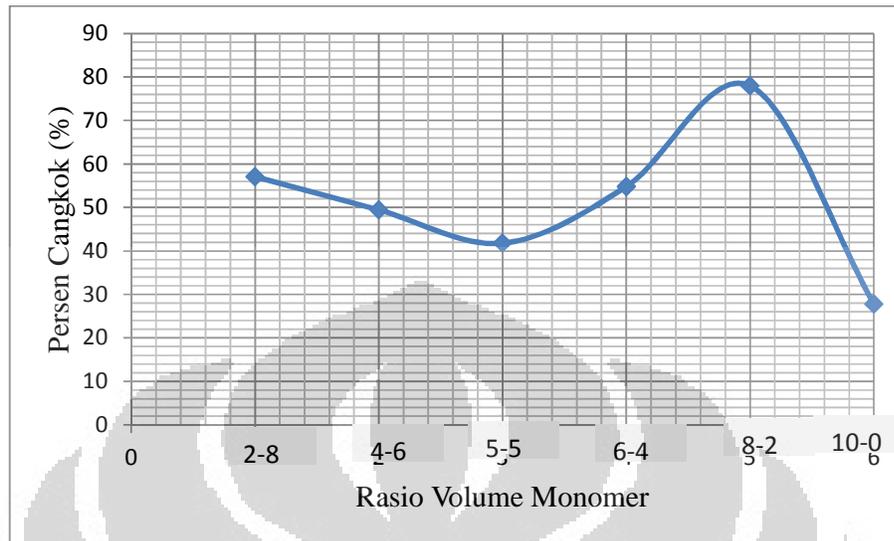


R-g-NBA-CA

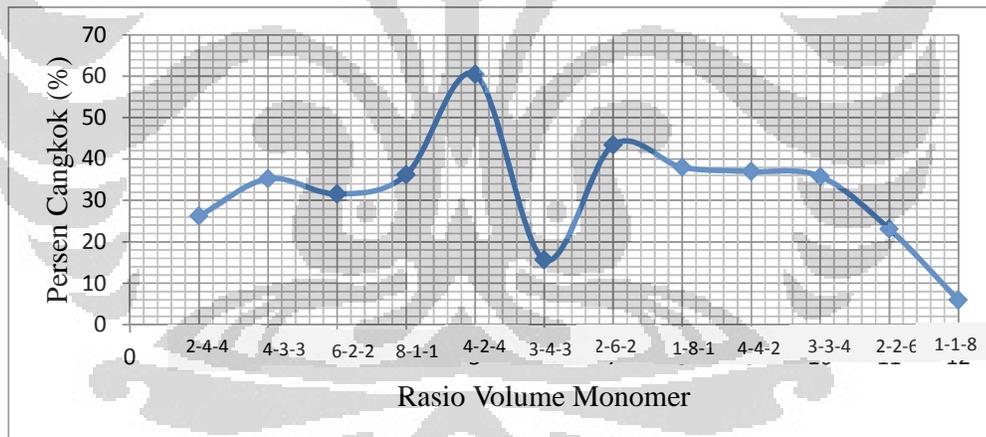


R-g-GMA-CA

(lanjutan)

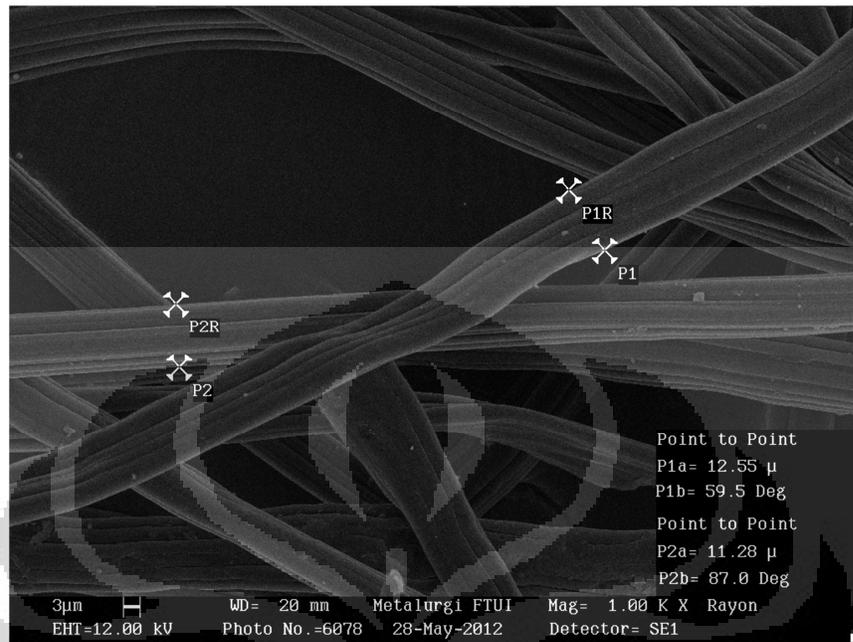


R-g-NBA-GMA



R-g-NBA-GMA-CA

Lampiran 6. Hasil Foto SEM Serat Rayon Asli dan Serat Termodifikasi

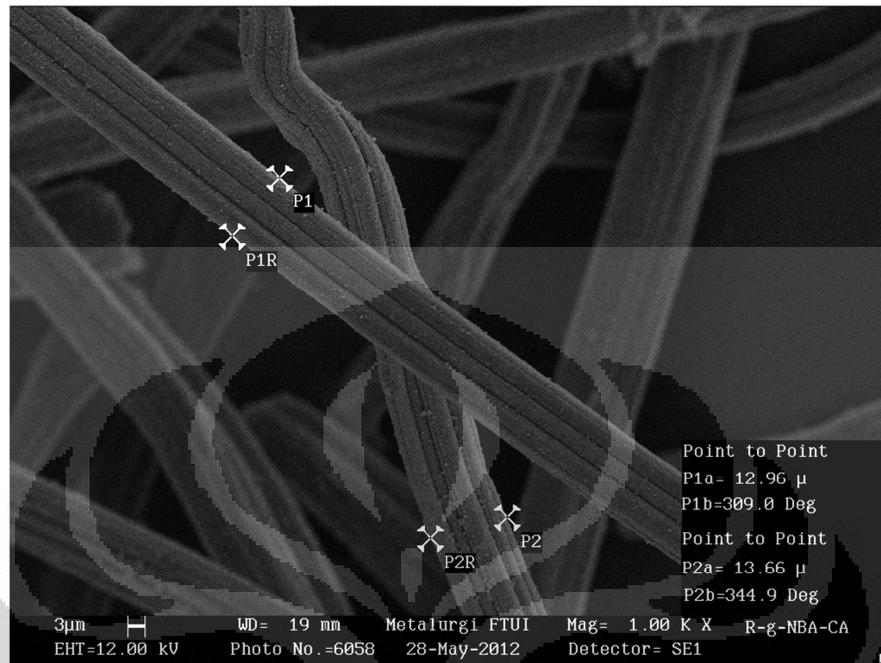


Rayon

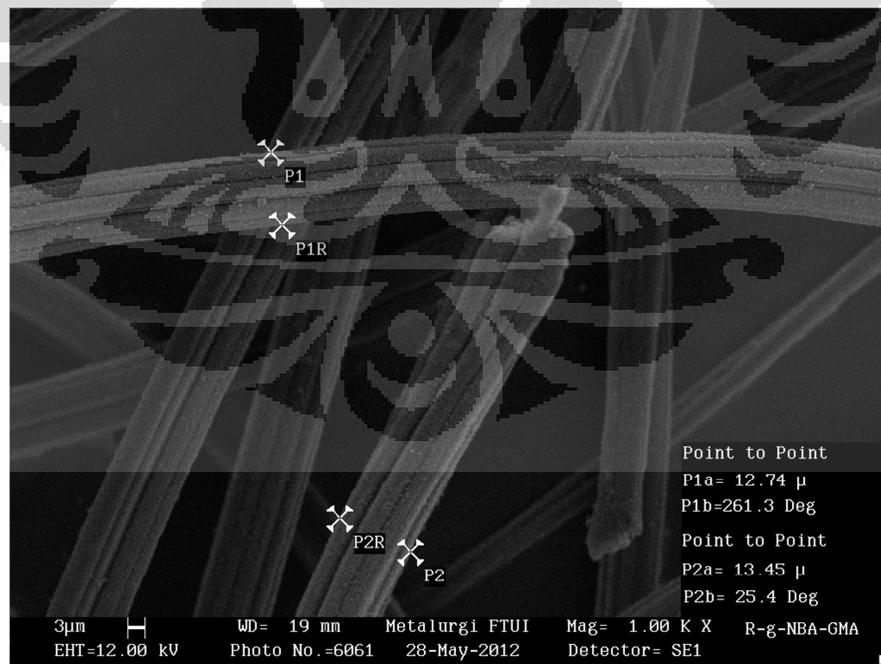


Rayon-g-NBA

(lanjutan)

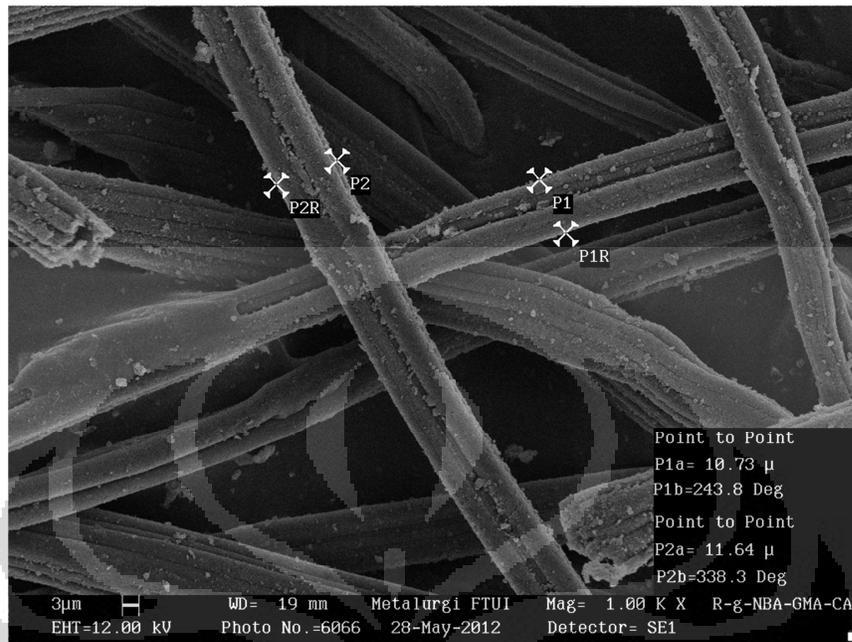


Rayon-g-NBA-CA

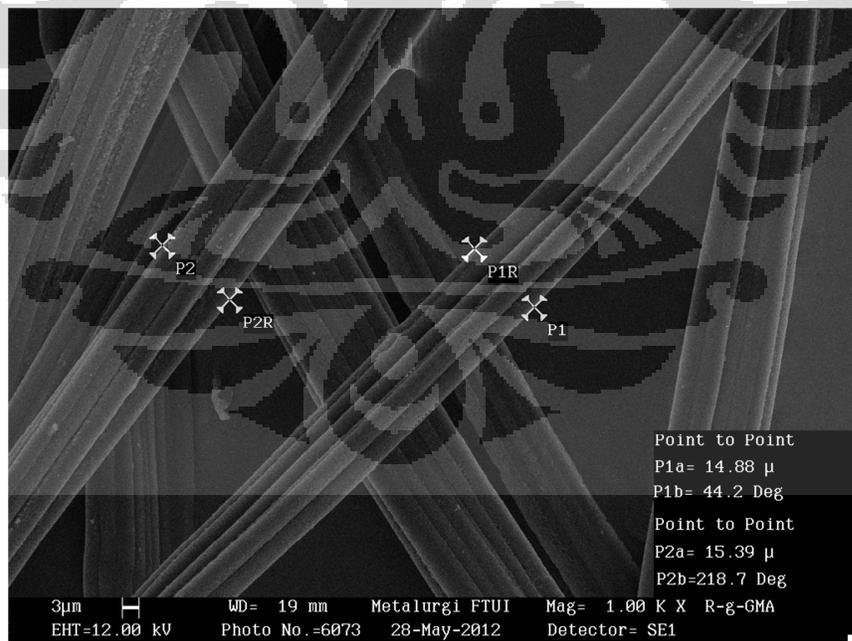


Rayon-g-NBA-GMA

(lanjutan)

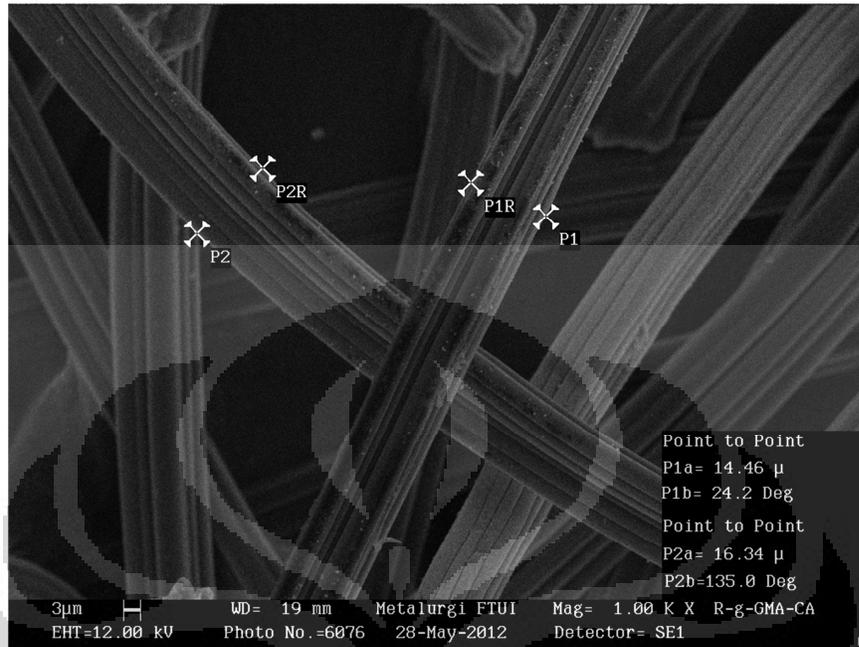


Rayon-g-NBA-GMA-CA



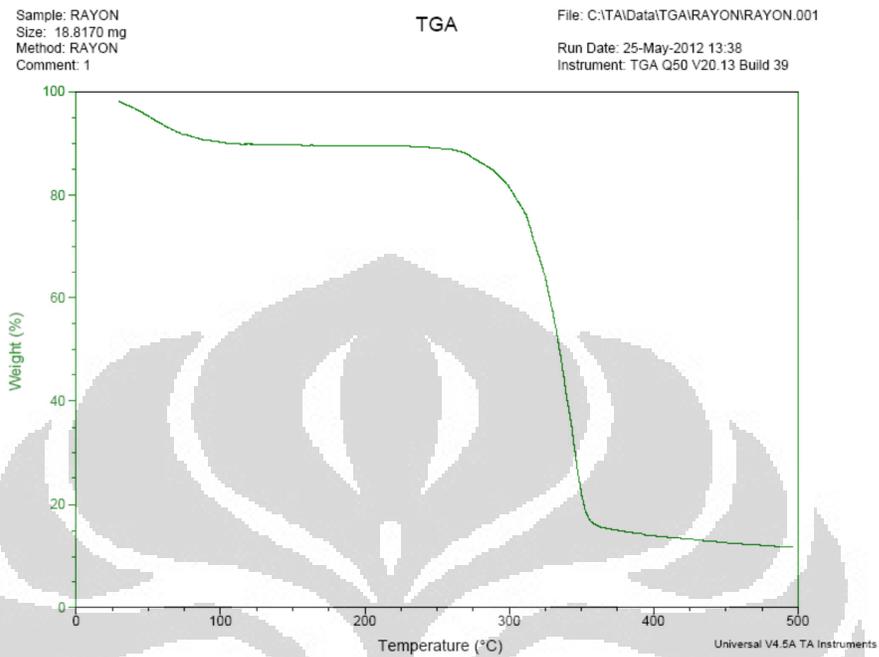
Rayon-g-GMA

(lanjutan)

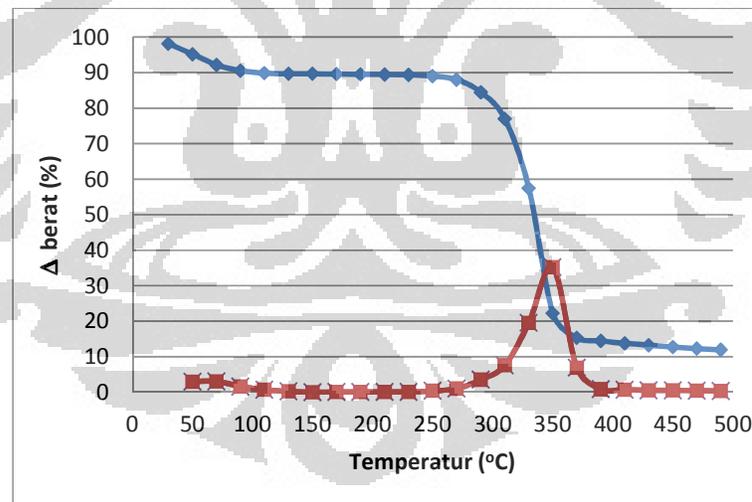


Rayon-g-GMA-CA

Lampiran 7. Termogram TGA

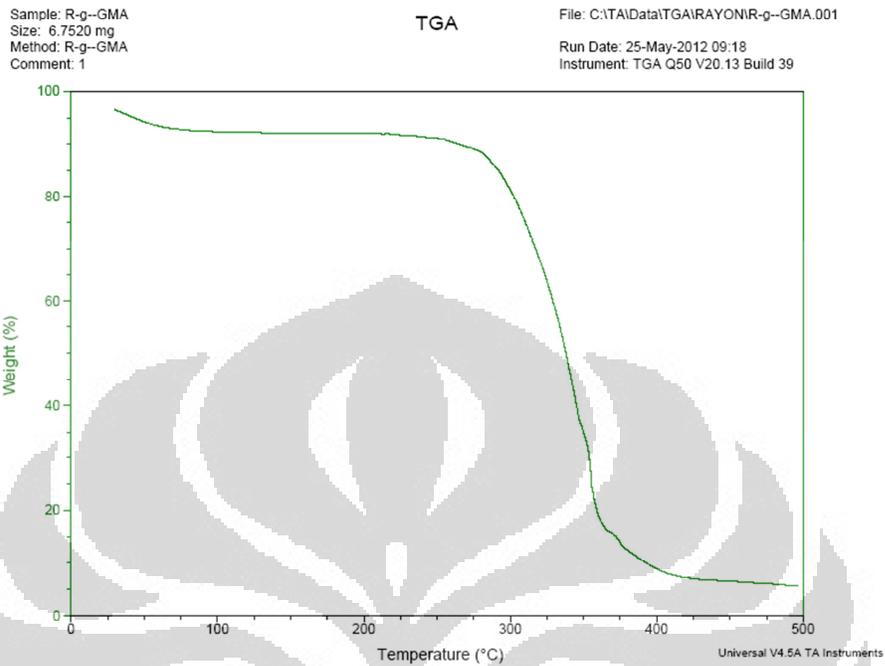


Termogram Rayon

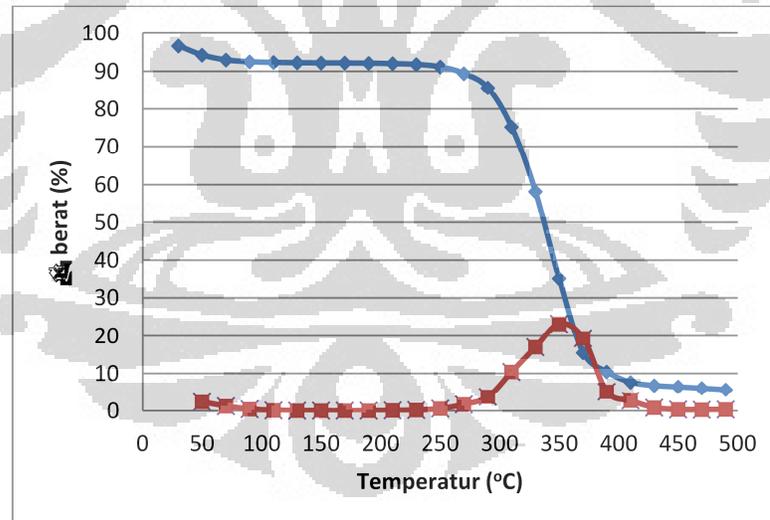


Grafik hubungan perubahan berat Rayon dengan perubahan waktu;
data TGA (—), data DTA (—)

(lanjutan)

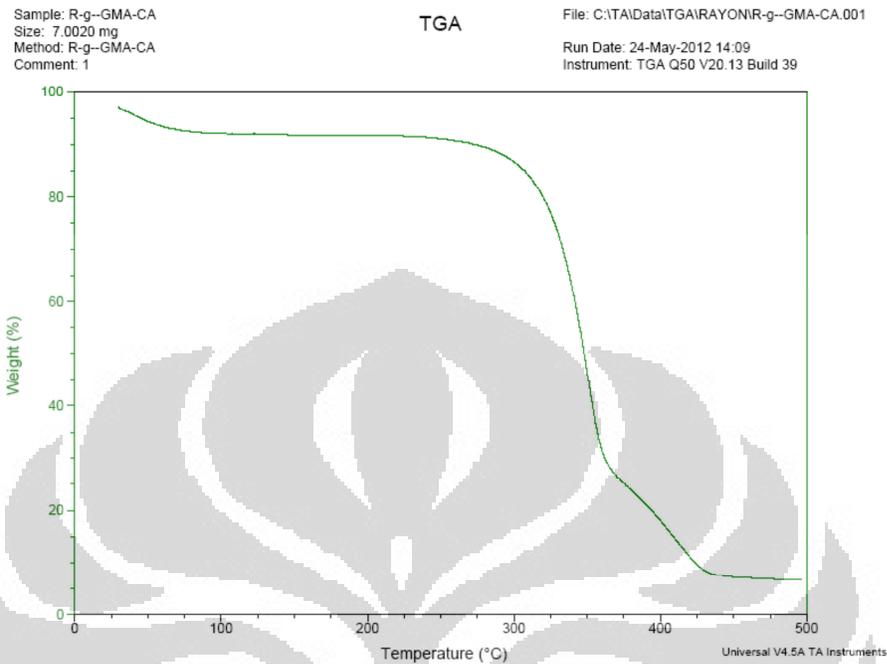


Termogram Rayon-g-GMA

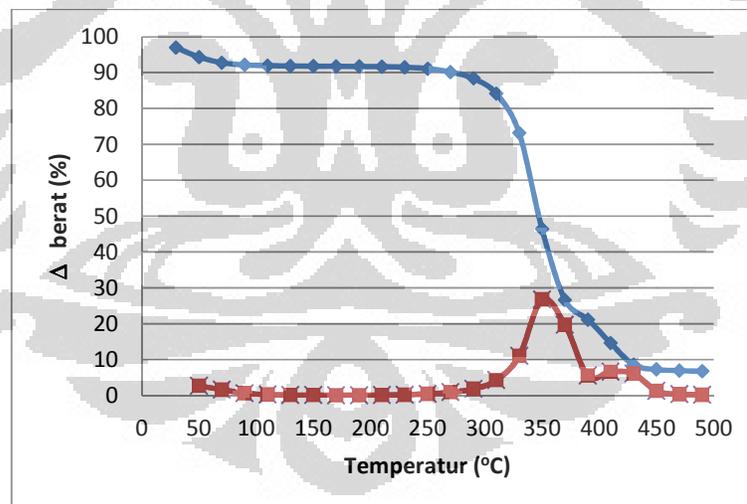


Grafik hubungan perubahan berat Rayon-g-GMA dengan perubahan waktu;
data TGA (—), data DTA (—)

(lanjutan)

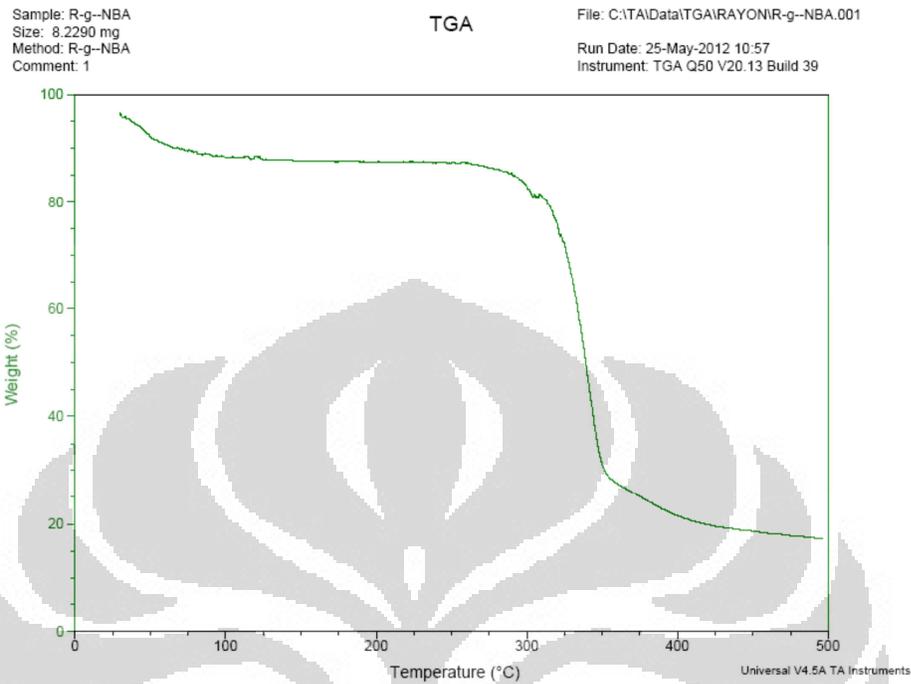


Termogram Rayon-g-GMA-CA

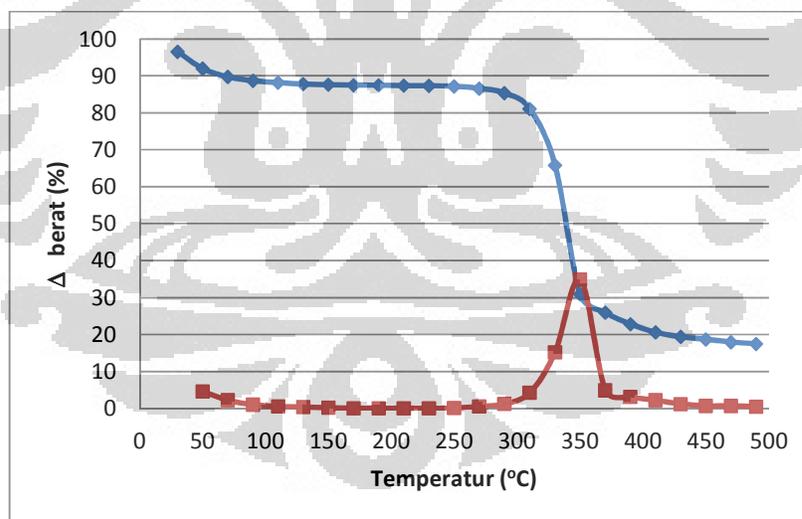


Grafik hubungan perubahan berat Rayon-g-GMA-CA dengan perubahan waktu;
 data TGA (—), data DTA (—)

(lanjutan)

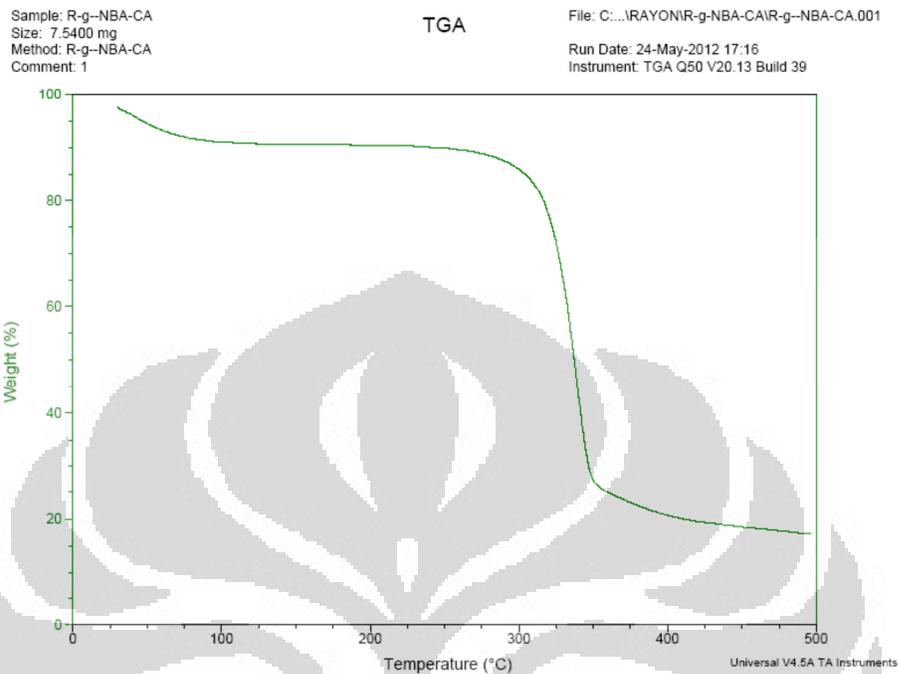


Termogram Rayon-g-NBA

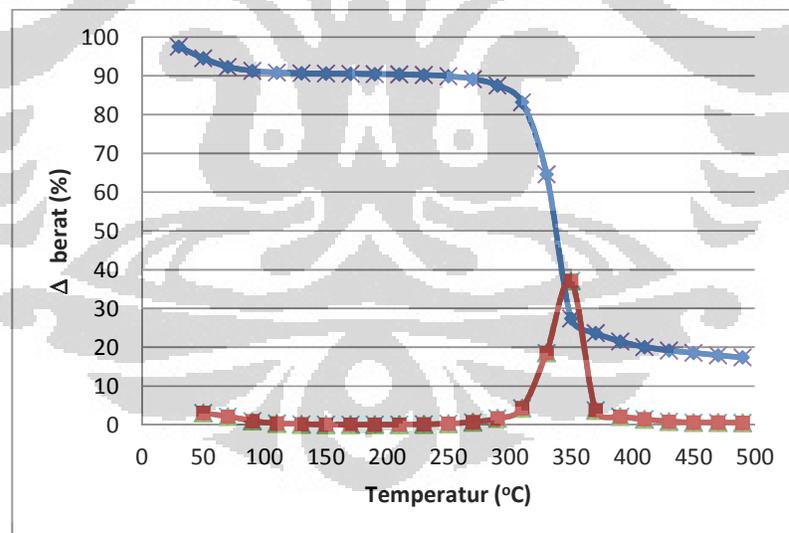


Grafik hubungan perubahan berat Rayon-g-NBA dengan perubahan waktu;
data TGA (—), data DTA (—)

(lanjutan)

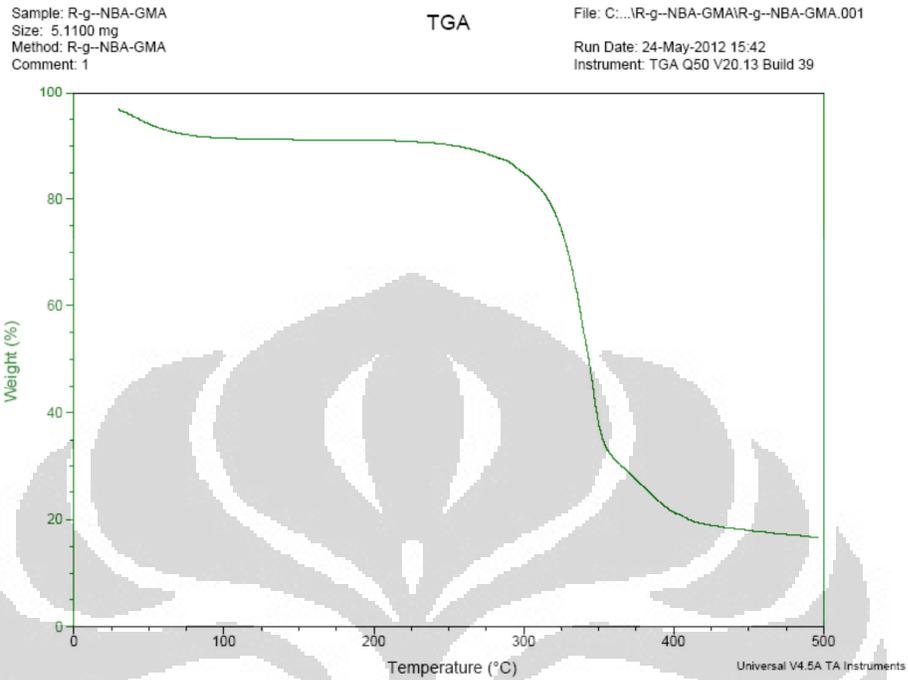


Termogram Rayon-g-NBA-CA

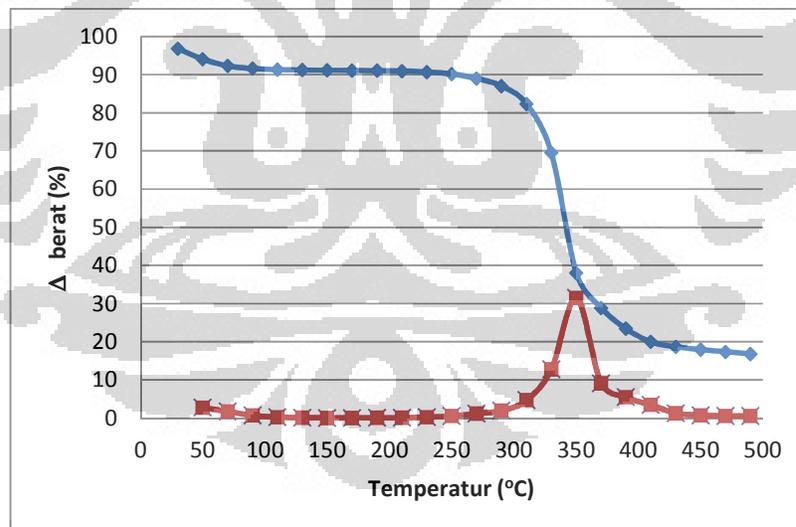


Grafik hubungan perubahan berat Rayon-g-NBA-CA dengan perubahan waktu;
data TGA (—x—), data DTA (—■—)

(lanjutan)



Termogram Rayon-g-NBA-GMA



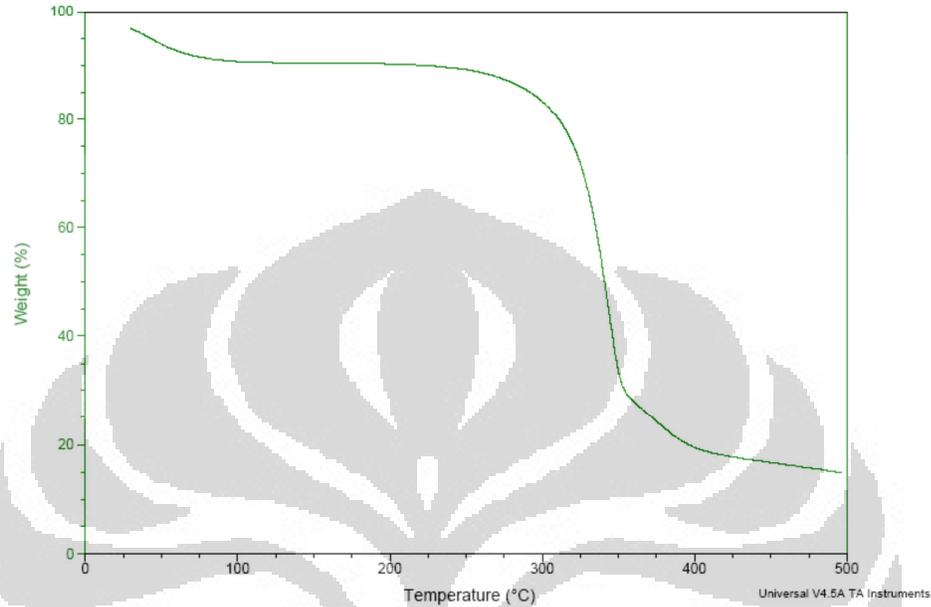
Grafik hubungan perubahan berat Rayon-g-NBA-GMA dengan perubahan waktu;
data TGA (—), data DTA (—)

(lanjutan)

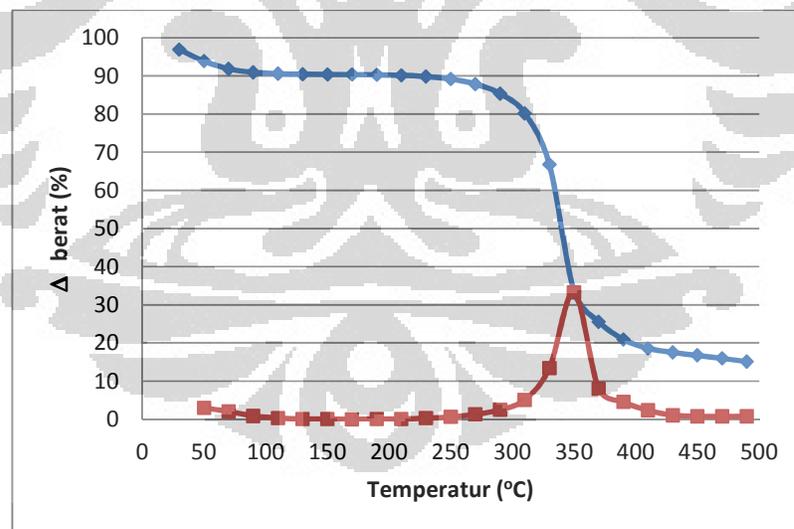
Sample: R-g-NBA-GMA-CA
 Size: 6.6750 mg
 Method: R-g-NBA-GMA-CA
 Comment: 1

TGA

File: C:\...R-g-NBA-GMA-CAIR-g-NBA-GMA-CA.002
 Run Date: 24-May-2012 11:33
 Instrument: TGA Q50 V20.13 Build 39

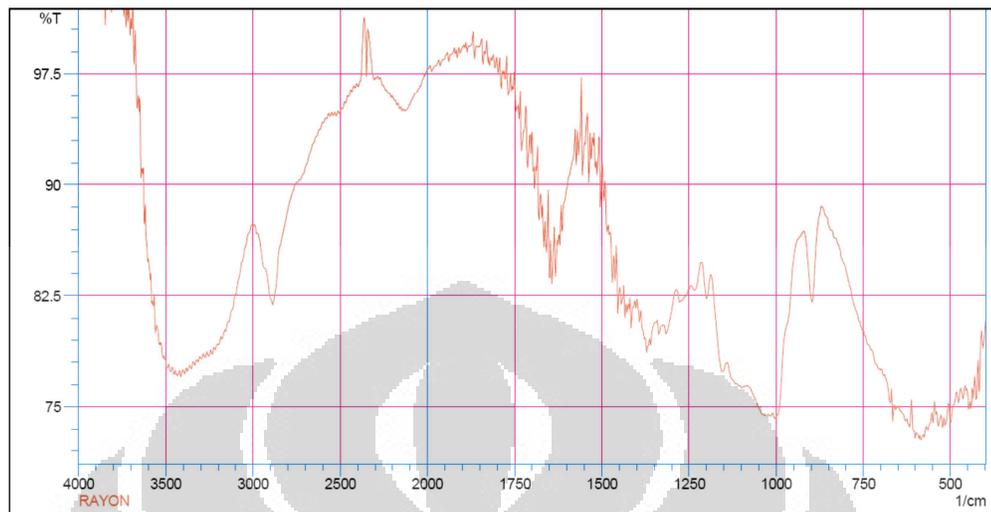


Termogram Rayon-g-NBA-GMA-CA

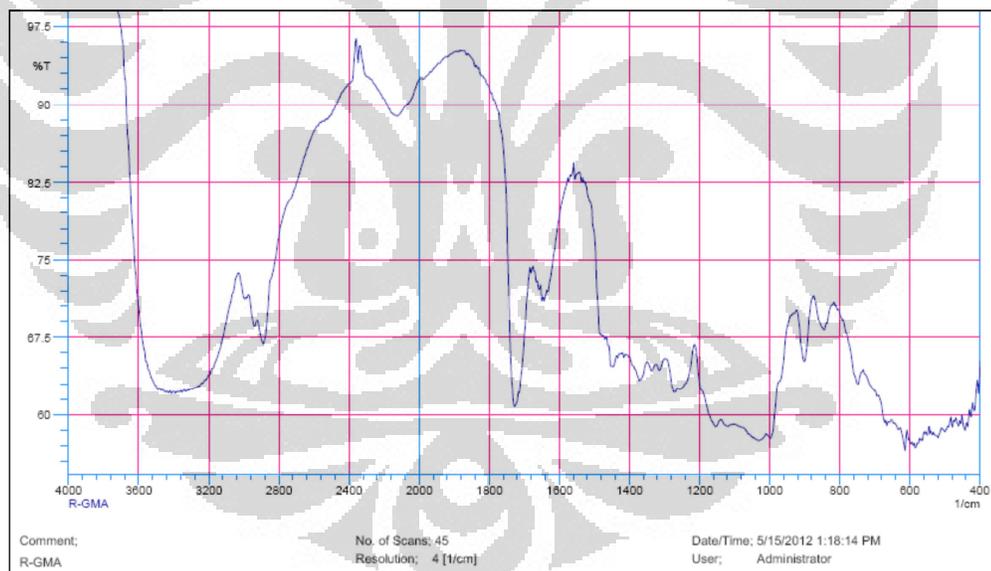


Grafik hubungan perubahan berat Rayon-g-NBA-GMA-CA dengan perubahan waktu; data TGA (—), data DTA (—)

Lampiran 8. Spektra IR

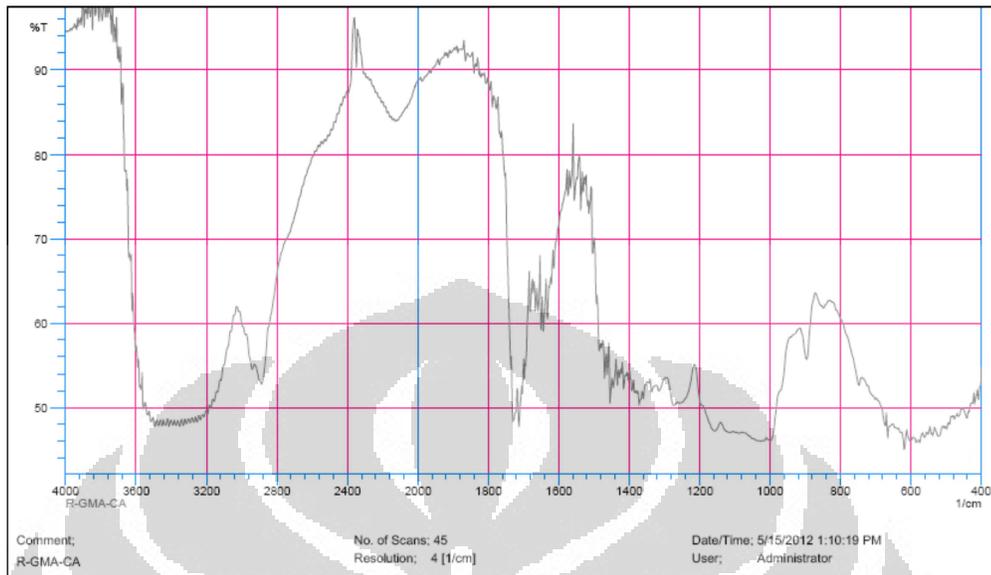


Rayon

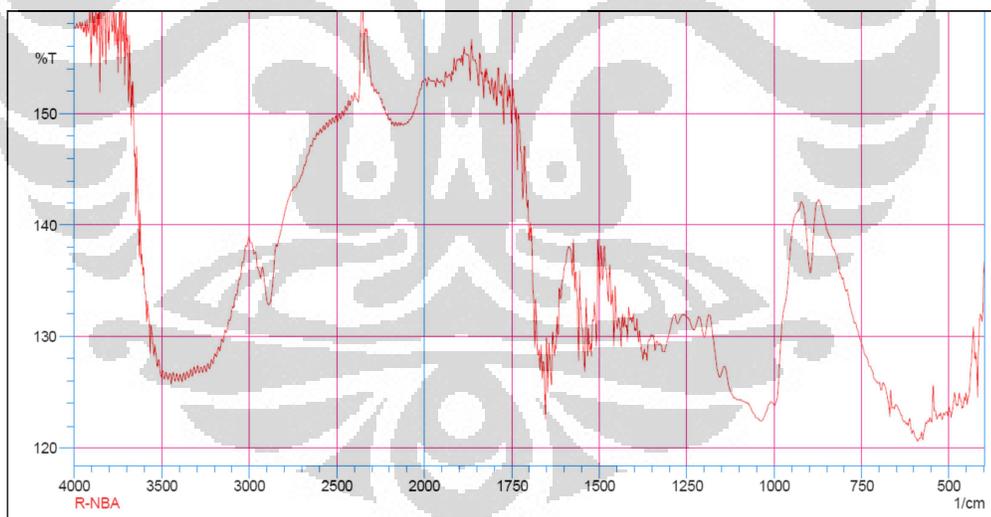


Rayon-g-GMA

(lanjutan)

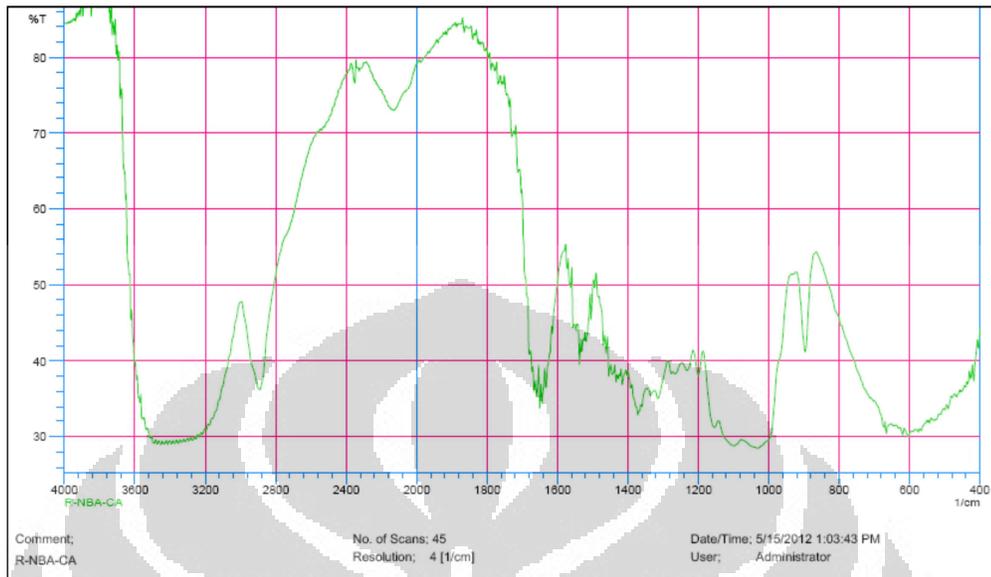


Rayon-g-GMA-CA

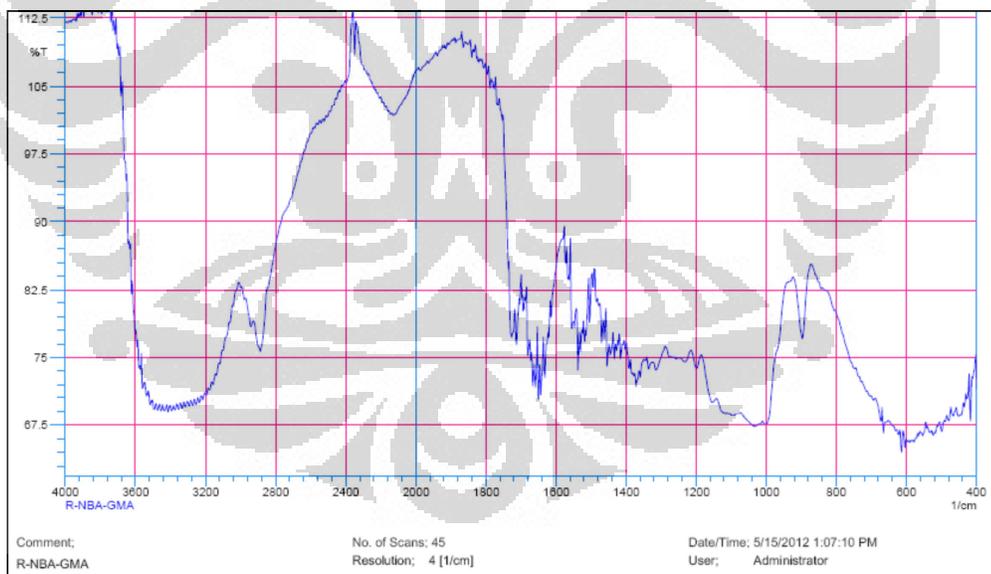


Rayon-g-NBA

(lanjutan)

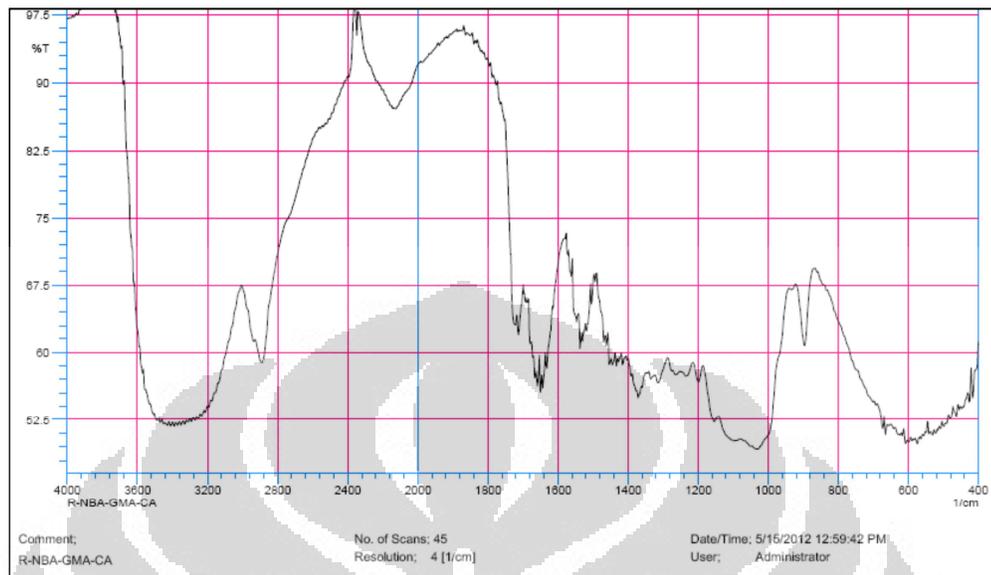


Rayon-g-NBA-CA



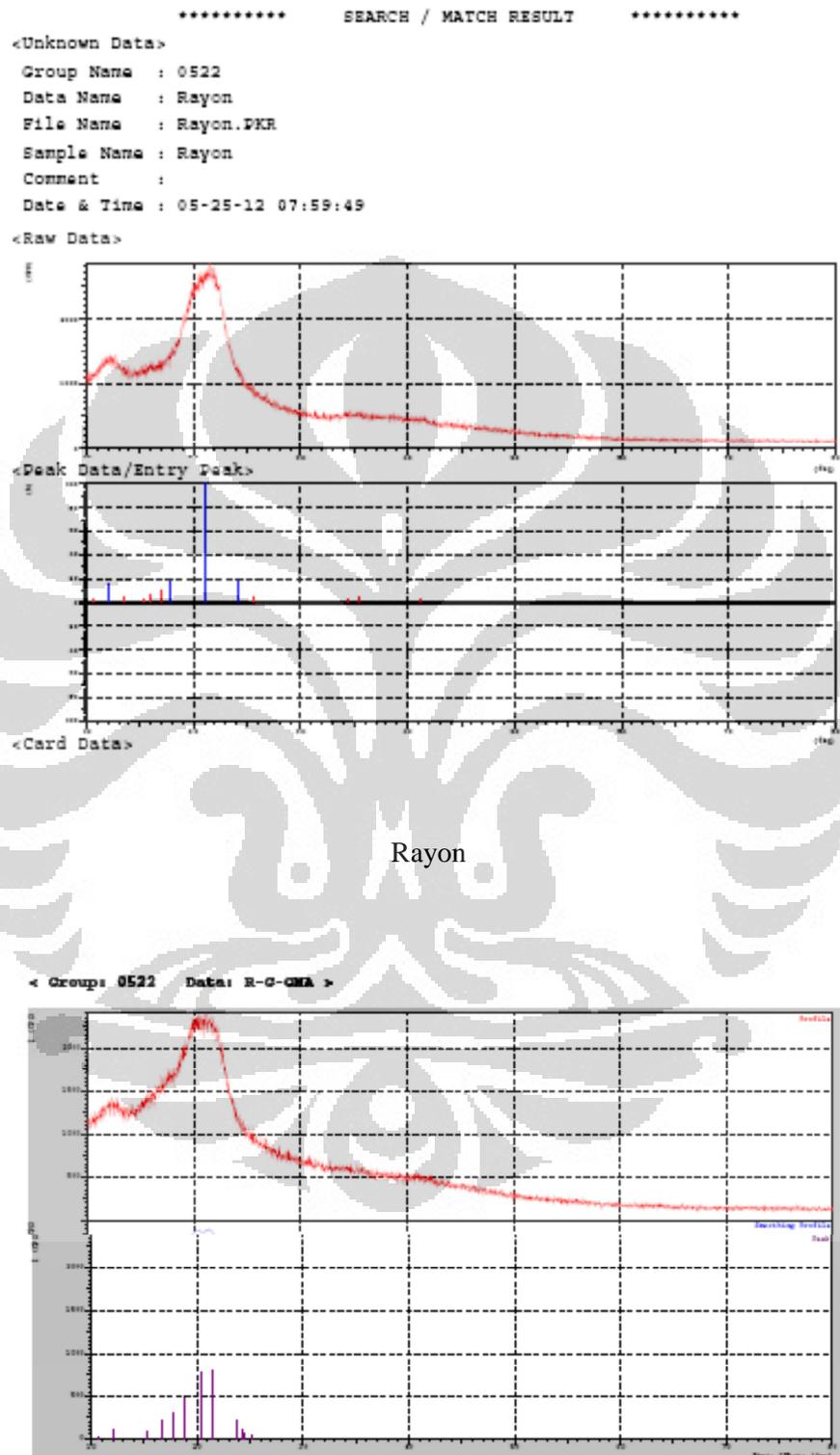
Rayon-g-NBA-GMA

(lanjutan)



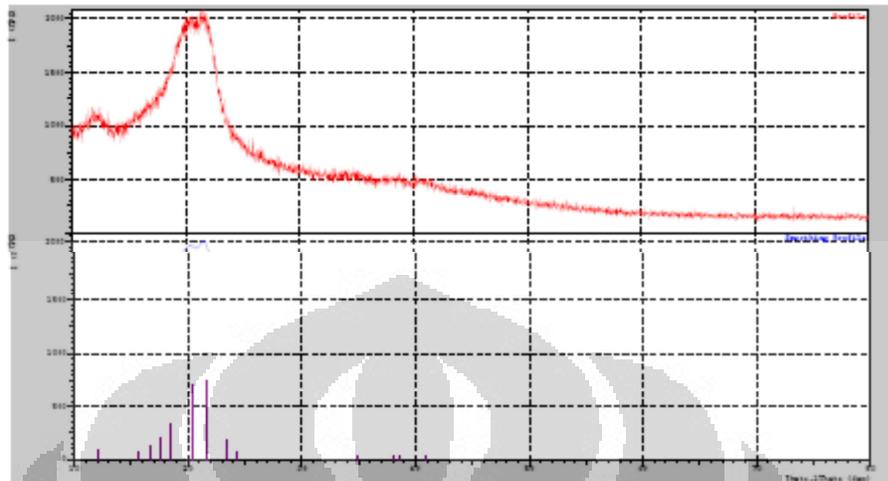
Rayon-g-NBA-GMA-CA

Lampiran 9. Spektra XRD

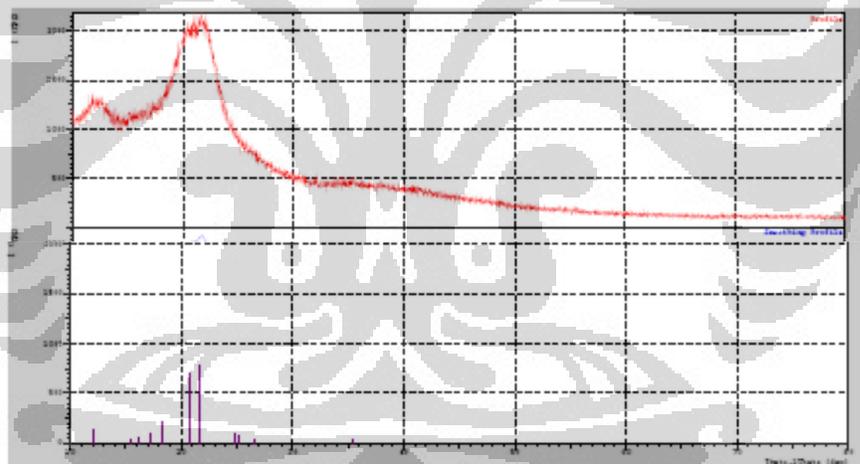


Rayon-g-GMA

(lanjutan)



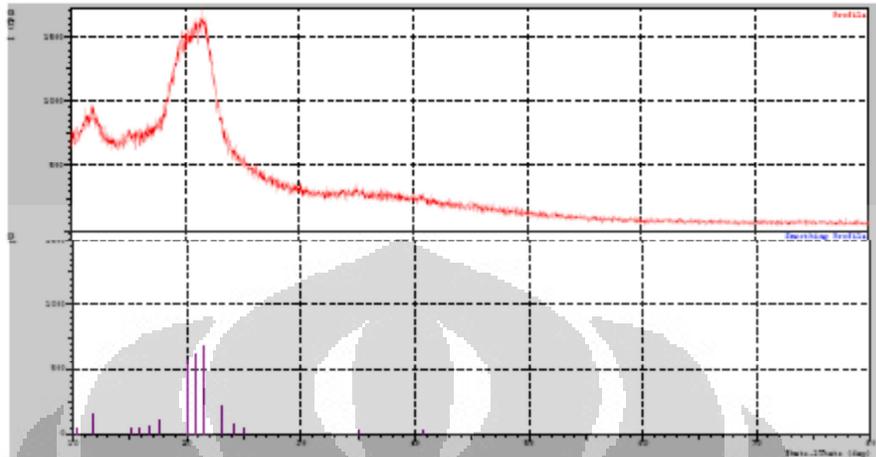
Rayon-g-GMA-CA



Rayon-g-NBA

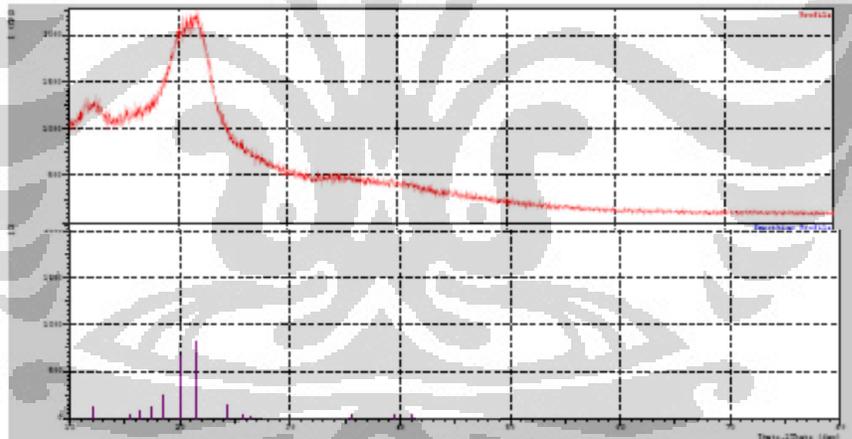
(lanjutan)

< Group: 0522 Data: R-G-NBA-CA >



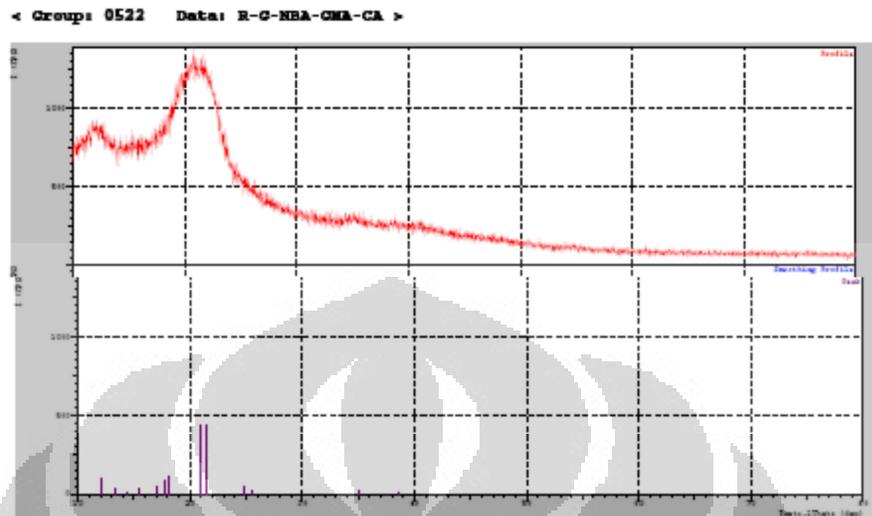
Rayon-g-NBA-CA

< Group: 0522 Data: R-G-NBA-GMA >



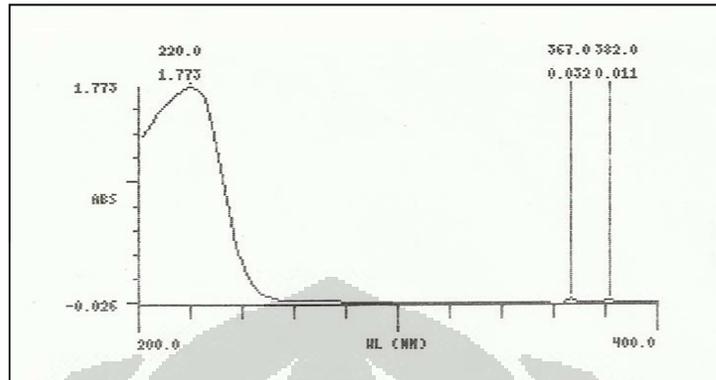
Rayon-g-NBA-GMA

(lanjutan)

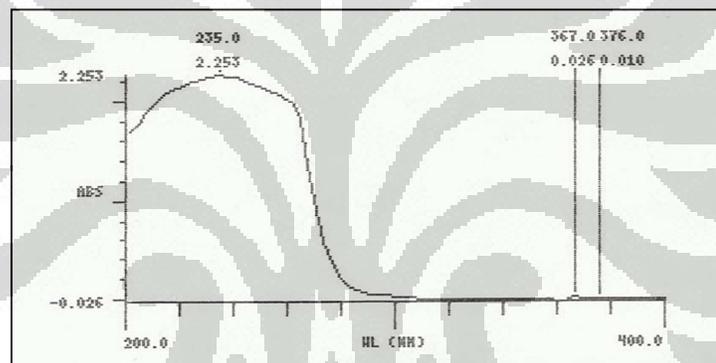


Rayon-g-NBA-GMA-CA

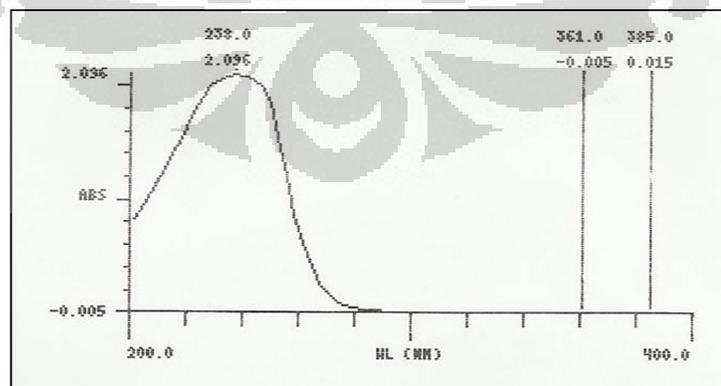
Lampiran 10. Spektra Spektrofotometer UV



Spektra Asam sitrat 1,5%

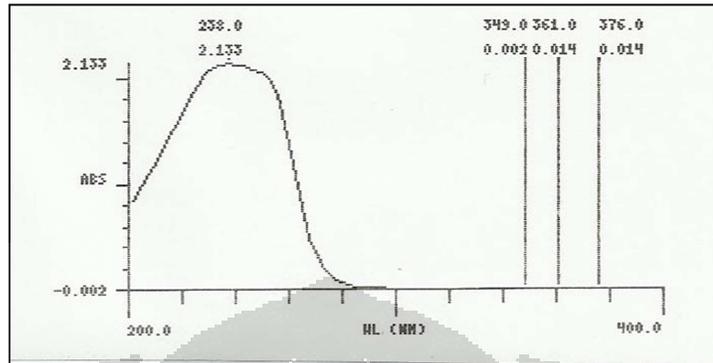


Spektra Campuran GMA 0,5%

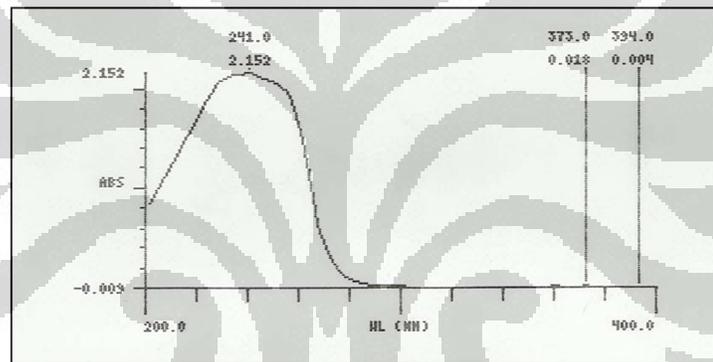


Spektra Campuran GMA 0,5% dengan Asam sitrat 1,5%

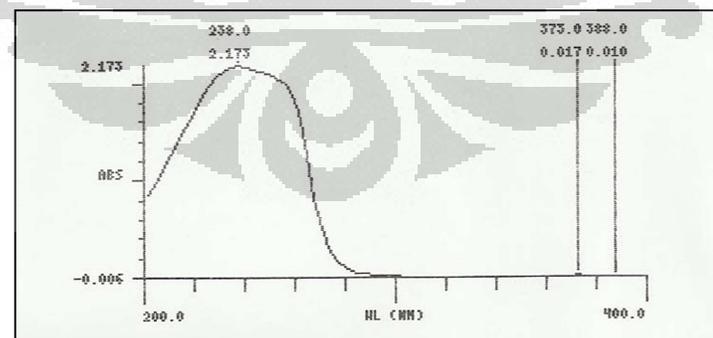
(lanjutan)



Spektra Campuran GMA 1,0% dengan Asam sitrat 1,5%

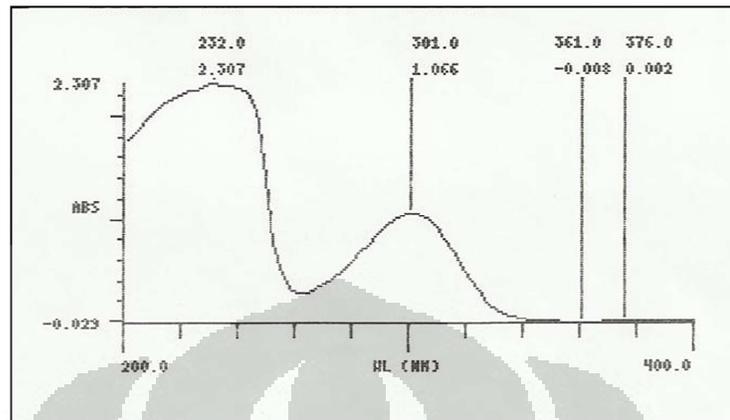


Spektra Campuran GMA 1,5% dengan Asam sitrat 1,5%

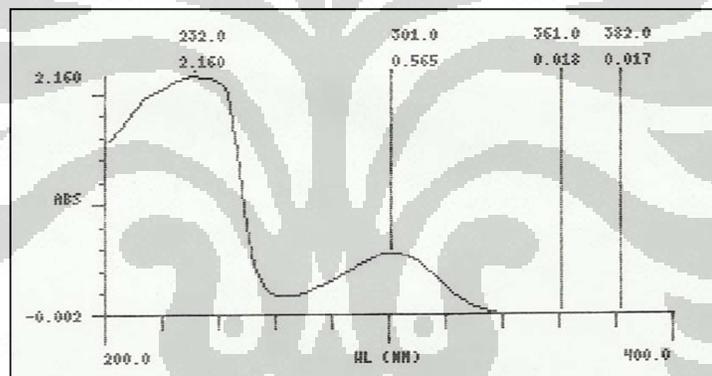


Spektra Campuran GMA 2,0% dengan Asam sitrat 1,5%

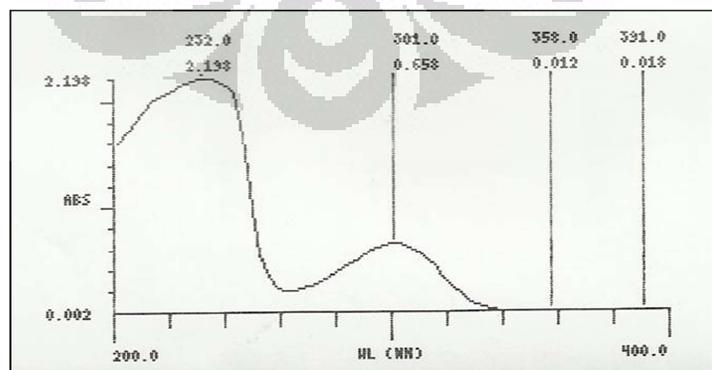
(lanjutan)



Spektra Campuran Uranil nitrat 50 ppm

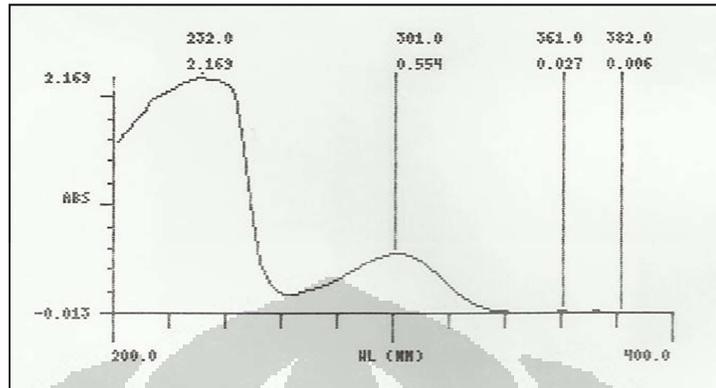


Spektra Campuran Uranil nitrat 50 ppm dengan Asam sitrat 0,5%

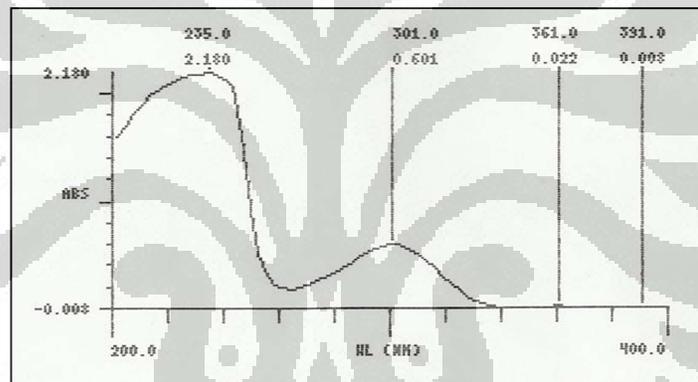


Spektra Campuran Uranil nitrat 50 ppm dengan Asam sitrat 1,0%

(lanjutan)



Spektra Campuran Uranil nitrat 50 ppm dengan Asam sitrat 1,5%



Spektra Campuran Uranil nitrat 50 ppm dengan Asam sitrat 2,0%