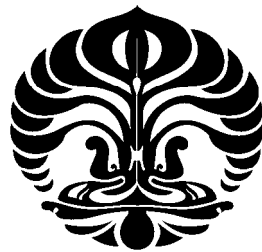


**IKAT SILANG SELULOSA DENGAN N,N'-METILENDIAKRILAMIDA (NBA)
SEBAGAI MATRIKS PENCANGKOKKAN MONOMER AKRILAMIDA
(AAm) DAN GLISIDIL METAKRILAT-ASAM IMINODIASETAT (GMA-IDA)
DENGAN TEKNIK OZONASI**

Dina Auliya Husni

0303030185



**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA & ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS INDONESIA
DEPOK
2008**

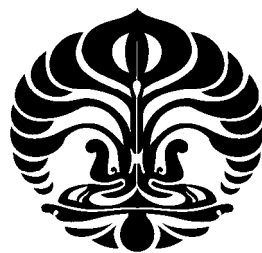
**IKAT SILANG SELULOSA DENGAN N,N'-METILENDIAKRILAMIDA (NBA)
SEBAGAI MATRIKS PENCANGKOKKAN MONOMER AKRILAMIDA
(AAm) DAN GLISIDIL METAKRILAT-ASAM IMINODIASETAT (GMA-IDA)
DENGAN TEKNIK OZONASI**

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

Oleh:

Dina Auliya Husni

0303030185



**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA & ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS INDONESIA
DEPOK
2008**

HALAMAN PENGESAHAN

**SKRIPSI : IKAT SILANG SELULOSA DENGAN N,N'-
METILENDIAKRILAMIDA (NBA) SEBAGAI MATRIKS
PENCANGKOKKAN AKRILAMIDA (AAm) DAN GLISIDIL
METAKRILAT- ASAM IMINO DIASETAT (GMA-IDA)
DENGAN TEKNIK OZONASI**

NAMA : DINA AULIYA HUSNI

NPM : 0303030185

SKRIPSI INI TELAH DIPERIKSA DAN DISETUJUI

DEPOK, 17 JULI 2008

Prof. Dr. ENDANG ASIJATI, M.Sc

PEMBIMBING

Tanggal lulus Ujian Sidang Sarjana:

Penguji I : Dr. Herry Cahyana

Penguji II : Dra. Helmiyati, M.Si

Penguji III : Dr. Jarnuzi Gunlazuardi



“.....Karena sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan.

Sesungguhnya sesudah kesulitan ada kemudahan.

Maka apabila kamu telah selesai (urusan dunia), bersungguh-

sungguhlah (dalam beribadah).

Dan hanya kepada Tuhanmulah kamu berharap.”

(Q. S. Al-Insyirah: 5-8)

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada ALLAH SWT atas berkah dan rahmat-Nya dari awal hingga selesainya skripsi yang berjudul: “Ikat Silang Selulosa Dengan N,N’-Metilendiakrilamida Sebagai Matriks Pencangkokkan Akrilamida (AAm) dan Glisidil Metakrilat-Asam Iminodiasetat (GMA-IDA) Dengan Teknik Ozonasi”.

Penulis sadar bahwa skripsi ini tidak akan selesai tanpa dukungan baik materiil maupun moril dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis ingin mengucapkan banyak terima kasih kepada Ibu Prof. Dr. Endang Asijati, M.Sc selaku pembimbing penelitian yang dengan sabar membimbing, memberi saran, dan bantuan selama penelitian berlangsung hingga tersusunnya skripsi ini. Penulis juga berterima kasih kepada Bapak Dr. Ridla Bakri, M.Phil selaku Ketua Departemen, Ibu Dra. Tresye Utari, M.Si selaku pembimbing akademik, dan seluruh dosen yang telah memberikan bekal ilmu dan masukannya.

Tidak lupa pula penulis ingin mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada Kedua Orang Tua (Papa dan Mama), serta adik-adikku Ayu dan Hilma yang selalu memberikan dukungan, pengertian, dan kesabaran.

Kepada sahabat-sahabatku tersayang: Nia, Hydrine, Yuni, Verli, Intan, Uphi, Gusri, A’yuni, serta Mbak Sevni dengan Azzam dan Fatihnya atas dukungan dan perhatiannya, serta persahabatan yang tulus. Juga kepada

sahabat-sahabat lama dari SD (Gitta), SMP (BC dan Iswi), maupun SMA (Lita, Reny, Uilly, Netti, Neria, Endah, Lina, Ratna, dll), serta seluruh kru IPA 4 SMUN 99 yang tetap kompak sampai sekarang (kalian semua membuat kehidupanku lebih indah dan berwarna).

Penulis juga ingin mengucapkan terima kasih banyak kepada Bu Tuti dan Bu Nana yang berperan besar dalam kelulusan ini. Makasih banyak ya bu.

Kepada Krisnu yang berperan sebagai mentor dan penasehat penelitian, sekaligus sebagai 'pembimbing kedua', terima kasih banyak atas segala bantuan, diskusi, dan saran-sarannya. Komplotan kalong: Vena, Santi, Mbak Isti, Lani, dan Natalia (sebagai anggota tidak tetap), sebagai teman suka dan duka sewaktu mengingap (kerja....kerja...!! bukan ketawa....!!!). Juga teman-teman penelitian di lantai 3 (Nur, Opik, Bernat, Farida, Hamim, Ratna, Atul, dan Basit), terima kasih atas pinjam meminjamnya dan juga atas sharingnya.

Kepada seluruh anak-anak Kimia 03 seperjuangan: Vena, Ela, Vera, Dewi, Riki, Wawan, Farid, Hudan, Lukman, Redy, dan Andi Su. Kita berjuang bersama, lulus bersama, yang belum lulus tetep semangat ya. Tak lupa juga untuk anak-anak Kimia 03 lainnya yang tak bisa disebutkan satu persatu yang telah banyak membantu dan memberi support.

Untuk Pak Hedi, Mbak Ina, dan Mbak Cucu, terima kasih atas pinjaman alat-alat lab dan bahan-bahannya. Untuk kru TU: Pak Marji, Pak Edi, Mas Hadi, Mas Pri, makasih karena telah banyak membantu dalam

kelancaran kelulusan. Juga untuk Pak Kiri, Pak Amin, Pak Wito, Pak Mul, dan Pak Soleh, terima kasih karena telah banyak membantu dalam hal penginapan (maaf banyak merepotkan). Tidak lupa untuk Pak Tris 'perpus' yang selalu baik hati meminjamkan buku dan internet, yang suka menyapa dan menanyakan kabar.

Untuk semua adik kelas angkatan 2004 dan 2005 yang rajin menyapa, bertukar pikiran, dan berdiskusi. Kepada seluruh teman-teman yang pernah terlibat satu organisasi dalam SALAM, SENAT, dan MII, terima kasih karena selalu menyemangati dan memberi support. Untuk semua sepupu-sepupu: Cerly, Uni Ika, Niken, Indi, Uni Rani, Irna, Rian, Arin, Abang Yudi, Abang Andi, dll yang selalu menanyakan 'kapan lulus?' dan saling menyemangati walaupun lebih sering berinteraksi dalam dunia maya, makasih ya. Tak lupa untuk kucing-kucing kesayanganku Unya dan Inya yang selalu membuatku terhibur, tersenyum, dan tertawa karena tingkah lakunya. Untuk Lia dan Tia, tempat sharing dan diskusi, serta Mbak Yayuk dari Bea Cukai yang telah baik hati membantu kelancaran penelitian ini. Dan terakhir kepada seluruh pihak yang tidak bisa disebutkan satu persatu yang turut berperan dalam kelancaran penelitian dan penulisan skripsi ini. Terima kasih banyak atas semua bantuannya.

Penulis

2008

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk menghasilkan serat rayon terikat silang yang memiliki ketahanan terhadap kondisi asam dan basa dengan gugus fungsional Akrilamida (AAm) dan Glisidil Metakrilat-Asam Iminodiasetat (GMA-IDA). Percobaan ini menggunakan teknik ozonasi dalam udara untuk menghasilkan gugus peroksida dan hidroperoksida yang dapat menginisiasi reaksi kopolimerisasi cangkok. Serat rayon terozonasi dicangkok dengan agen pengikat silang N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) dalam media gas N₂ dengan berbagai variasi laju alir ozon, lama ozonasi, konsentrasi monomer, dan suhu reaksi untuk mengetahui kondisi optimal pencangkokkan NBA pada serat selulosa. Serat yang telah terikat silang melalui pencangkokkan NBA kemudian diuji ketahanannya dalam asam dan basa. Ozonasi selanjutnya pada serat yang telah terikat silang digunakan untuk mencangkokkan monomer. Pada pencangkokkan monomer AAm, didapatkan bahwa lama ozonasi pada pencangkokkan NBA untuk menghasilkan serat terikat silang, berpengaruh pada kadar pencangkokkan AAm. Makin lama ozonasi untuk NBA, maka kadar pencangkokkan AAm menjadi berkurang. Pada pencangkokkan GMA, didapatkan bahwa konsentrasi optimum GMA yang bisa tercangkok pada serat terikat silang adalah sebesar 30% GMA dengan suhu 60°C. Selanjutnya GMA yang sudah tercangkok pada serat terikat silang direaksikan dengan IDA menghasilkan R-co-NBA-g-(GMA-IDA).

Spektrum FT-IR menunjukkan telah tercangkoknya monomer-monomer pada serat melalui pengamatan gugus fungsi yang ada.

Kata kunci: serat, *grafting*, pengikatan silang (*crosslinking*), ozonasi, GMA-IDA

xvii+96 hlm; gbr.;lamp.;tab.

Bibliografi: 35 (1982-2007)



DAFTAR ISI

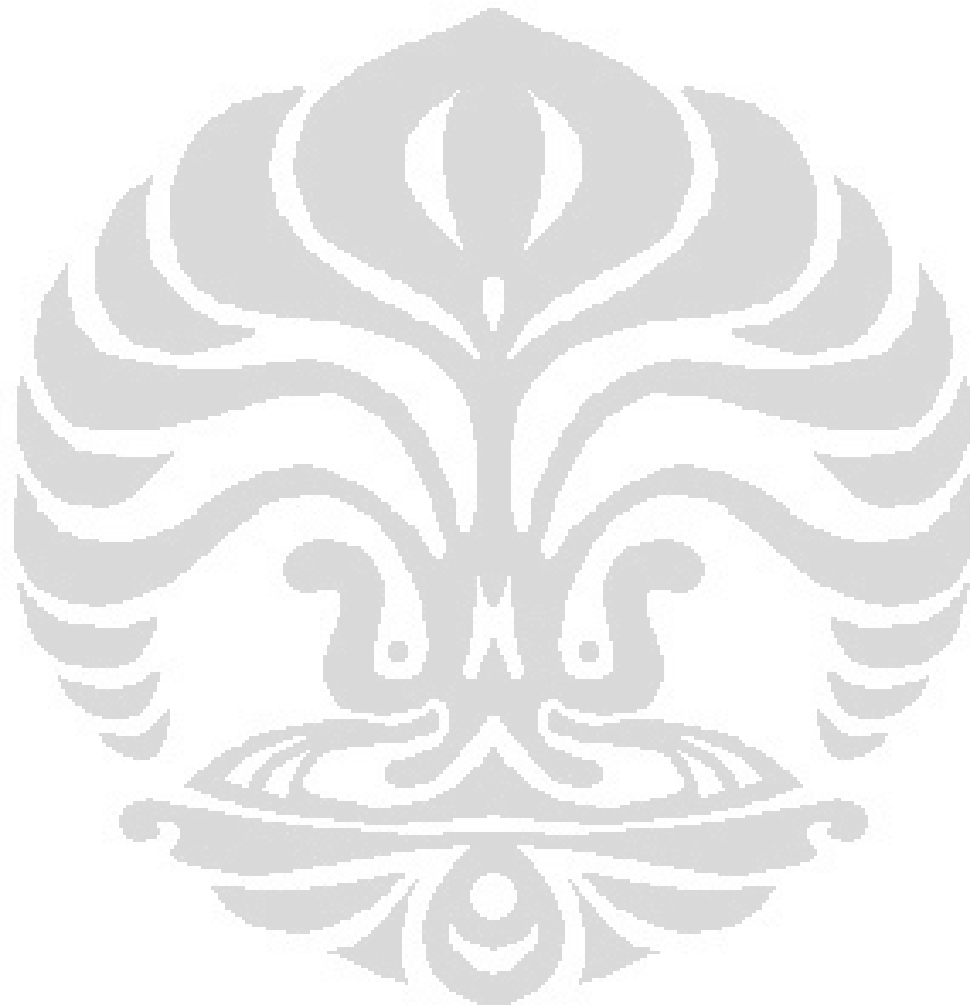
	Halaman
KATA PENGANTAR	i
ABSTRAK	iv
DAFTAR ISI	vi
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
BAB I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar belakang masalah	1
1.2 Tujuan penelitian	4
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1. Serat Rayon.....	6
2.2. Polimer dan Polimerisasi.....	7
2.2.1.Mekanisme Reaksi Polimerisasi Kondensasi.....	9
2.2.2.Mekanisme Reaksi Polimerisasi Adisi.....	9
2.2.2.1. Mekanisme Reaksi Polimerisasi Ionik.....	10
2.2.2.2. Mekanisme Reaksi Polimerisasi Radikal Bebas.....	10

2.3. Kopolimerisasi Cangkok (<i>Grafting</i>).....	12
2.4. Ozon dan Ozonasi.....	15
2.5. Pengikatan Silang (<i>Crosslinking</i>).....	17
2.6. Monomer.....	19
2.6.1. Akrilamida (AAm).....	19
2.6.2. Glisidil Metakrilat (GMA).....	19
2.7. Asam Iminodiasetat (IDA).....	21
2.8. <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....	22
2.9. <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	24
2.10. TGA/DTA.....	27
BAB III. METODE PENELITIAN.....	29
3.1. Bahan.....	30
3.2. Peralatan.....	31
3.3. Prosedur Percobaan.....	31
3.3.1. Pembuatan Larutan Monomer.....	31
3.3.2. Penyiapan Serat Rayon.....	32
3.3.3. Kalibrasi Ozonisator.....	33
3.3.4. Pengujian Efisiensi Penyerapan Ozon.....	33
3.3.5. Teknik Kopolimerisasi Cangkok.....	34
3.3.6. Homogenitas Ozonasi.....	35
3.3.7. Optimasi Pencangkakan N,N'-Metilendiakrilamida (NBA).....	35

3.3.7.1. Pengaruh Variasi Konsentrasi.....	35
3.3.7.2. Pengaruh Variasi Laju Alir dan Konsentrasi.....	36
3.3.7.3. Pengaruh Variasi Suhu dan Konsentrasi.....	36
3.3.8. Uji Ketahanan Serat Terikat Silang Terhadap Asam dan Basa.....	37
3.3.9. Pengujian Pencangkokan Monomer Pada Serat Terikat Silang.....	37
3.3.9.1. Pencangkokan Akrilamida (AAm) Pada Serat Terikat Silang.....	37
3.3.9.2. Pencangkokan Glisidil Metakrilat (GMA) Pada Serat Terikat Silang.....	38
3.3.9.3. Reaksi Asam Iminodoasetat (IDA) Dengan GMA Tercangkok Pada Serat Terikat Silang.....	38
3.3.10. Karakterisasi.....	39
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	40
4.1. Kalibrasi Ozonisator.....	42
4.1.1. Penentuan Kadar Ozon Melalui Titration Iodometri.....	42

4.1.2. Penentuan Jumlah Ozon Total.....	43
4.2. Pengujian Efisiensi Penyerapan Ozon.....	46
4.3. Teknik Kopolimerisasi Cangkok.....	48
4.4. Homogenitas Ozonasi	49
4.5. Optimasi Pencangkakan N,N'-Metilendiakrilamida (NBA)...	50
4.5.1. Pengaruh Variasi Konsentrasi.....	50
4.5.2. Pengaruh Variasi Laju Alir dan Konsentrasi.....	53
4.5.3. Pengaruh Variasi Suhu dan Konsentrasi	54
4.6. Uji Ketahanan Serat Terikat Silang Terhadap Asam dan Basa.....	58
4.7. Pengujian Pencangkakan Monomer Pada Serat Terikat Silang.....	60
4.7.1. Pencangkakan Akrilamida (AAm) Pada Serat Terikat Silang.....	61
4.7.2. Pencangkakan Glisidil Metakrilat (GMA) Pada Serat Terikat Silang.....	63
4.7.3. Reaksi Asam Iminodoasetat (IDA) Dengan GMA Tercangkok Pada Serat Terikat Terikat Silang.....	66
4.8. Karakterisasi.....	68
4.8.1. Analisis FT-IR.....	69
4.8.2. Analisis TGA.....	73
4.8.3. Analisis SEM.....	75

BAB V. KESIMPULAN.....	78
DAFTAR PUSTAKA	80
LAMPIRAN	85



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Struktur Kimia Selulosa.....	6
Gambar 2.2. Macam-macam jenis kopolimer.....	8
Gambar 2.3. Mekanisme Kopolimerisasi <i>Grafting</i> Melalui Radikal.....	14
Gambar 2.5. Struktur N,N'-Metilendiakrilamida (NBA).....	18
Gambar 2.6.1. Struktur Akrilamida.....	19
Gambar 2.6.2.1. Gambar Reaksi Adisi Nukleofilik dari Epoksida.....	20
Gambar 2.6.2.2. Struktur GMA.....	20
Gambar 2.7. Struktur IDA.....	22
Gambar 2.9. Skema alat SEM.....	27
Gambar 4.1.2. Grafik Hubungan Antara <i>Flow Rate</i> Ozon dan Waktu Ozonasi Terhadap Berat O ₃ Total yang Dihasilkan.....	44
Gambar 4.2. Grafik Hubungan Jumlah Ozon Terserap Dengan Waktu Ozonasi dan Kecepatan Alir Ozon.....	48
Gambar 4.5.1. Grafik Pengaruh Konsentrasi Terhadap %G yang Divariasikan Pada 1, 3, 5, dan 7% (%w/v) NBA	51
Gambar 4.5.2. Grafik Pengaruh Laju Alir (<i>Flow Rate</i>) Ozon dan Konsentrasi NBA Terhadap %G.....	53
Gambar 4.5.3.(a) Grafik Pengaruh Suhu dan Konsentrasi NBA Terhadap %G. Waktu ozonasi yang digunakan adalah	

selama 1 jam.....	55
Gambar 4.5.3.(b) Grafik Pengaruh Suhu dan Konsentrasi NBA Terhadap %G. Waktu ozonasi yang digunakan adalah selama 2 jam.....	55
Gambar 4.6.(a) Grafik Ketahanan Serat Terhadap Asam Dengan Variasi Konsentrasi 3 dan 5% NBA dan Waktu Ozonasi Selama 1 Jam dan 2 Jam.....	58
Gambar 4.6.(b) Grafik Ketahanan Serat Terhadap Basa Dengan Variasi Konsentrasi 3% dan 5% NBA dan Waktu Ozonasi Selama 1 Jam dan 2 Jam.....	59
Gambar 4.7.1. Kadar Pencangkokkan AAm Pada Serat Terikat Silang dengan Waktu Ozonasi Pencangkokkan NBA Selama 1 Jam dan 2 Jam.....	63
Gambar 4.7.2. Pengujian Pencangkokkan Glisidil Metakrilat (GMA) Pada Serat Terikat Silang. Suhu yang digunakan adalah 50 dan 60°C.....	64
Gambar 4.7.3.(a) Reaksi antara GMA dengan IDA-2Na ⁺	66
Gambar 4.7.3.(b) Reaksi Asam Iminodiasetat (IDA) dengan Glisidil Metakrilat (GMA) Pada Serat Terikat Silang. Suhu yang digunakan adalah 50 dan 60°C.....	67
Gambar 4.8.1.(a) Spektrum Inframerah Serat Rayon Asli.....	70
Gambar 4.8.1.(b) Spektrum Inframerah Serat Rayon-co-NBA	71

Gambar 4.8.3.(c) Spektrum Inframerah	
Serat Rayon- <i>co</i> -NBA- <i>graft</i> -AAM.....	71
Gambar 4.8.1.(d) Spektrum Inframerah	
Serat Rayon- <i>co</i> -NBA- <i>graft</i> -GMA.....	72
Gambar 4.8.1.(e) Spektrum Inframerah	
Serat Rayon- <i>co</i> -NBA- <i>graft</i> -(GMA-IDA).....	72
Gambar 4.8.2.(a) TGA Serat Rayon Asli.....	74
Gambar 4.8.2.(b) TGA Serat Rayon- <i>co</i> -NBA.....	74
Gambar 4.8.2.(c) TGA Serat Rayon- <i>co</i> -NBA- <i>graft</i> -AAM.....	74
Gambar 4.8.2.(d) TGA Serat Rayon- <i>co</i> -NBA- <i>graft</i> -GMA.....	74
Gambar 4.8.2.(e) TGA Serat Rayon- <i>co</i> -NBA- <i>graft</i> -(GMA-IDA).....	75
Gambar 4.8.3.(a) SEM Serat Rayon Asli.....	76
Gambar 4.8.3.(b) SEM Serat Rayon- <i>co</i> -NBA.....	76
Gambar 4.8.3.(c) SEM Serat Rayon- <i>co</i> -NBA- <i>graft</i> -AAM.....	76
Gambar 4.8.3.(d) SEM Serat Rayon- <i>co</i> -NBA- <i>graft</i> -GMA.....	76
Gambar 4.8.3.(e) SEM Serat Rayon- <i>co</i> -NBA- <i>graft</i> -(GMA-IDA).....	77

DAFTAR TABEL

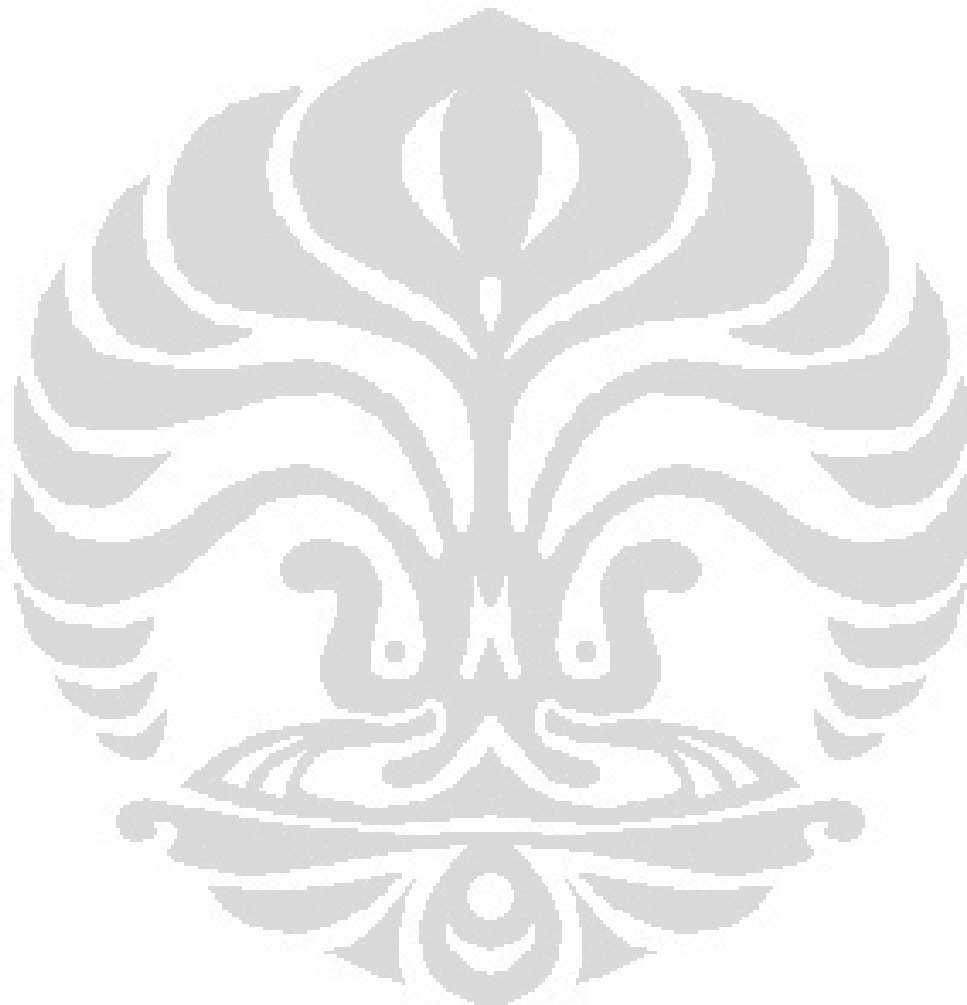
Tabel.4.2. Hubungan Jumlah Ozon Terserap Dengan Lama Ozonasi dan Kecepatan Alir Ozon.....	48
Tabel 4.7.1.(a) Kadar Pencangkokkan AAm Pada Serat Terikat Silang Dengan Konsentrasi NBA 5% dan Lama Ozonasi 1 jam.....	61
Tabel 4.7.1.(b) Kadar Pencangkokkan AAm Pada Serat Terikat Silang Dengan Konsentrasi NBA 5% dan Lama Ozonasi 2 jam	62

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Spesifikasi serat rayon.....	85
Lampiran 2. Peralatan percangkokkan.....	86
Lampiran 3. Sistematika Kerja.....	87
Lampiran 4. Gambaran reaksi percangkokkan.....	88
Lampiran 5. Tabel Hubungan Antara <i>Flow Rate</i> Ozon dan Lama Ozonasi Terhadap Berat O ₃ Total.....	89
Lampiran 6. Tabel Hubungan Antara <i>Flow Rate</i> Ozon dan Lama Ozonasi Terhadap Berat O ₃ yang Diserap.....	90
Lampiran 7. Tabel Homogenitas Ozonasi.....	90
Lampiran 8. Tabel Hubungan Antara Konsentrasi dan %G yang Divariasikan Pada 1, 3, 5, dan 7% (%w/v) NBA.....	91
Lampiran 9. Tabel Hubungan Antara Laju Alir (<i>Flow Rate</i>) Ozon dan Konsentrasi NBA Terhadap %G.....	91
Lampiran 10. Tabel Hubungan Antara Suhu dan Konsentrasi NBA Terhadap %G. Waktu ozonasi yang digunakan adalah Selama 1 jam.....	92
Lampiran 11. Tabel Hubungan Antara Suhu dan Konsentrasi NBA Terhadap %G. Waktu ozonasi yang digunakan adalah Selama 2 jam.....	92

Lampiran 12. Tabel Ketahanan Serat Terhadap Asam (HCl 2 N). Hubungan Antara Suhu Reaksi dan Konsentrasi NBA Terhadap Ketahanan Serat. Dengan Waktu Ozonasi Selama 2 Jam.....	93
Lampiran 13. Tabel Ketahanan Serat Terhadap Asam (HCl 2 N). Hubungan Antara Suhu Reaksi dan Konsentrasi NBA Terhadap Ketahanan Serat. Dengan Waktu Ozonasi Selama 1 Jam.....	93
Lampiran 14. Tabel Ketahanan Serat Terhadap Basa (NaOH 2 N). Hubungan Antara Suhu Reaksi dan Konsentrasi NBA Terhadap Ketahanan Serat. Dengan Waktu Ozonasi Selama 2 Jam.....	94
Lampiran 15. Tabel Ketahanan Serat Terhadap Basa (NaOH 2 N). Hubungan Antara Suhu Reaksi dan Konsentrasi NBA Terhadap Ketahanan Serat. Dengan Waktu Ozonasi Selama 1 Jam.....	94
Lampiran 16. Tabel Kadar Pencangkokkan Glisidil Metakrilat (GMA) Pada Serat Terikat Silang dengan Suhu Reaksi 50°C.....	95
Lampiran 17. Tabel Kadar Pencangkokkan Glisidil Metakrilat (GMA) Pada Serat Terikat Silang dengan Suhu Reaksi 60°C.....	95
Lampiran 18. Tabel Kadar Pencangkokkan Asam Iminodiasetat (IDA) Pada Serat Termodifikasi Glisidil Metakrilat (GMA) dengan Suhu Reaksi 50°C.....	96

Lampiran 19. Tabel Kadar Pencangkokkan Asam Iminodiasetat (IDA)
Pada Serat Termodifikasi Glisidil Metakrilat (GMA) dengan
Suhu Reaksi 60°C..... 96



BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Permasalahan utama lingkungan adalah pencemaran akibat kegiatan industri dan penambangan seperti adanya ion-ion logam berat dan zat warna. Untuk mengurangi/menurunkan kadar pencemar tersebut dari limbah industri, diperlukan suatu adsorben yang dapat menyerap zat-zat tersebut dari larutan limbah. Oleh karena itu, dikembangkanlah resin dengan kemampuan adsorpsi ion-ion logam yang tinggi dan selektivitas yang baik¹. Salah satu adsorben yang cukup efektif untuk menyerap zat-zat tersebut adalah berupa resin penukar ion. Resin yang ada sekarang umumnya adalah resin sintesis yang berbentuk granular. Resin sintesis ini memiliki berbagai keunggulan sehingga memungkinkan digunakan untuk berbagai aplikasi^{2,3}. Akan tetapi resin ini tidak ramah lingkungan karena sulit terdegradasi di alam.

Sebagai pengganti resin sintesis, telah dikembangkan resin penukar ion berupa serat yang memiliki kapasitas tinggi dan kecepatan adsorpsi-desorpsi yang lebih tinggi dibandingkan dengan penukar ion sintesis granular. Sifat-sifat ini disebabkan oleh daerah permukaan spesifik serat yang lebih luas, serta dapat divariasikan sesuai aplikasinya^{4,5}. Selain itu, substrat serat khususnya serat selulosa merupakan substrat yang dapat didegradasi sehingga ramah lingkungan.

Dengan berkembangnya teknik polimerisasi cangkok (*graft copolymerization*) untuk memodifikasi polimer, berbagai monomer tidak jenuh dapat dicangkokkan pada berbagai matriks untuk tujuan tertentu.

Pencangkokan polimer secara umum adalah reaksi radikal yang dapat diinisiasi secara kimia⁶, termal⁷, maupun radiasi⁸. Teknik ini memberi peluang untuk mencangkok berbagai gugus fungsi pada berbagai bentuk polimer seperti butiran, tepung, film, maupun serat⁹.

Suatu adsorben penukar ion yang baik mempunyai karakteristik kapasitas, kinetika pertukaran ion yang tinggi, serta kestabilan fisik dan kimia yang baik. Adsorben berbentuk serat memiliki luas permukaan yang besar, sehingga selain mempunyai kinetika dan kapasitas pertukaran efektif yang tinggi, aplikasinya juga lebih mudah. Selektivitas pertukaran dipengaruhi oleh gugus fungsi yang dicangkokkan. Pencangkokan yang dilakukan dengan menggunakan monomer-monomer vinil dipertimbangkan akan sangat efektif dalam menciptakan perubahan sifat serat selulosa yang diinginkan¹⁰. Melalui proses pencangkokan berbagai monomer dengan gugus fungsi tertentu diharapkan dapat diperoleh suatu serat penukar ion yang dapat memenuhi persyaratan tersebut.

Pada penelitian sebelumnya, pencangkokan Glisidil Metakrilat (GMA) dengan teknik iradiasi yang diikuti reaksinya dengan asam fosfat memperlihatkan sebagian serat rayon terhidrolisis. Selain itu, penelitian tersebut juga menunjukkan bahwa kerapatan monomer/homopolimer tercangkok dapat diatur melalui dosis iradiasi, dan panjangnya rantai

tercangkok dapat diatur melalui konsentrasi monomer dan lamanya waktu pencangkokan¹¹. Pencangkokan Metakrilamida dengan N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) dengan teknik ozonasi memberikan serat penukar ion terikat silang yang dapat menyerap ion-ion logam berat dan stabil terhadap asam dan basa¹². Pencangkokan asam akrilat, akrilamida, dan derivatnya telah banyak diteliti baik sebagai penukar ion maupun karakterisasi fisiknya. Glisidil metakrilat misalnya, telah dikopolimerisasikan pada katun selulosa menggunakan inisiasi kimia dengan bermacam-macam inisiator. Optimasi berbagai parameter pencangkokan dilakukan pada berbagai waktu, suhu, inisiator, dan konsentrasi monomer. Glisidil metakrilat yang dicangkokkan pada serat *polypropylene* yang dilapisi dengan *polyethylene* dengan teknik iradiasi menggunakan berkas elektron memungkinkan memasukkan gugus asam fosfat sehingga dapat digunakan untuk menyerap ion-ion logam berat dengan cepat¹³.

Asam Iminodiasetat (IDA) merupakan ligan yang dapat berfungsi sebagai pengkelat logam. Untuk memfungsionalkan serat dengan gugus IDA, perlu dicangkokkan suatu gugus vinil (dalam hal ini GMA) yang selanjutnya dapat berikatan dengan IDA. Fungsionalisasi serat dengan gugus IDA diharapkan dapat dihasilkan serat pengkelat untuk ion-ion logam.

Pada penelitian ini, kopolimerisasi cangkok pada serat selulosa dilakukan dengan menggunakan teknik ozonasi. Teknik ozonasi, termasuk teknik inisiasi termal, dipilih untuk memodifikasi polimer karena belum banyak dikembangkan dan diteliti seperti teknik-teknik lainnya, walaupun teknik ini

lebih sederhana, bebas inisiator, dan kondisi pencangkokkan mudah dikontrol. Pada teknik ini memungkinkan dilakukannya pengontrolan kerapatan gugus aktif melalui pengaturan kondisi ozonasi. Penelitian ini dilakukan dengan terlebih dahulu memperkuat serat melalui pencangkokkan dengan NBA sehingga diperoleh serat terikat silang yang tahan terhadap asam dan basa. Serat terikat silang tersebut kemudian dimodifikasi dengan monomer-monomer dengan gugus fungsi yang berbeda yaitu Akrilamida (AAm) dan Glisidil Metakrilat-Asam Iminodiasetat (GMA-IDA) yang sebelumnya telah diozonasi kembali. Percobaan dilakukan dengan memvariasikan *flow rate* ozon, lama ozonasi, lama reaksi kopolimerisasi, suhu kopolimerisasi, konsentrasi pengikat silang, dan konsentrasi monomer. Terhadap kopolimerisasi cangkok yang dihasilkan lebih lanjut dilakukan karakterisasi gugus fungsi, serta ketahanan serat terikat silang terhadap kondisi asam dan basa.

1.2. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk menghasilkan serat rayon termodifikasi GMA-IDA yang tahan terhadap kondisi asam dan basa melalui teknik ozonasi dalam udara. Teknik ini dipilih selain mudah diaplikasikan dalam skala industri kecil maupun besar, juga bebas dari inisiator yang berbahaya untuk lingkungan. Secara spesifik penelitian ini bertujuan untuk:

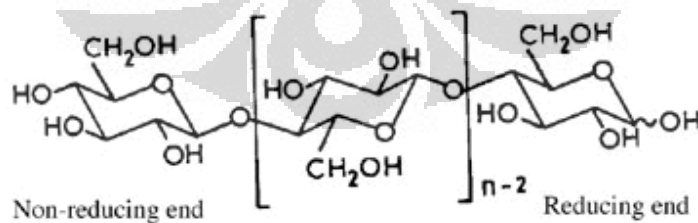
1. Memperoleh serat terikat silang yang tahan terhadap asam dan basa melalui optimasi pencangkokkan *cross-linker* N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) dengan teknik ozonasi.
2. Memperoleh gambaran pencangkokkan Akrilamida (AAm) pada serat terikat silang yang telah diozonasi kembali.
3. Optimasi pencangkokkan Glisidil Metakrilat (GMA) pada serat terikat silang yang telah diozonasi kembali.
4. Optimasi reaksi antara Asam Iminodiasetat (IDA) dengan GMA pada serat terikat silang.
5. Menghasilkan serat termodifikasi yang tahan terhadap asam dan basa yang diharapkan untuk ke depan dapat diaplikasikan untuk penyerapan ion-ion logam berat dan dapat diregenerasi untuk digunakan kembali.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Serat Rayon

Serat rayon dibuat dari hasil regenerasi selulosa yang merupakan komponen utama dinding sel tumbuhan. Selulosa mempunyai sifat tidak larut dalam air, tidak berasa, dan merupakan karbohidrat yang tidak mereduksi. Selulosa merupakan homopolisakarida yang tersusun atas unit-unit 1,4'- β -D-glukosa. Polimer ini merupakan rantai-rantai atau mikrofibril yang mengandung unit D-glukosa sampai sebanyak 14.000 satuan. Rantai-rantai selulosa ini terdapat sebagai berkas-berkas terpuntir mirip tali, yang terikat satu sama lain oleh ikatan hidrogen. Serat selulosa adalah suatu adsorben yang mempunyai luas permukaan besar dan derajat pengembangan dalam air yang tinggi¹⁴.



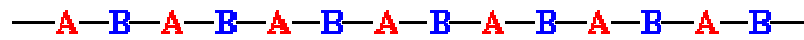
Gambar 2.1. Struktur Kimia Selulosa

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 149°C , dan terdekomposisi pada 177°C sampai 204°C . Larutan asam encer yang panas dapat merusak rayon sedangkan larutan basa secara signifikan tidak merusak rayon. Kerusakan rayon dalam larutan asam merupakan reaksi degradasi rantai selulosa¹⁵.

2.2. Polimer dan 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.

Polimer dibedakan menjadi dua, yaitu homopolimer dan kopolimer. Homopolimer adalah polimer yang tersusun dari satu jenis monomer, dan prosesnya disebut sebagai homopolimerisasi. Kopolimer adalah polimer yang terbentuk dari dua atau lebih monomer. Berdasarkan susunan monomernya maka kopolimer dapat dibedakan menjadi empat macam, yaitu kopolimer acak, kopolimer selang-seling, kopolimer blok, dan kopolimer cangkok.



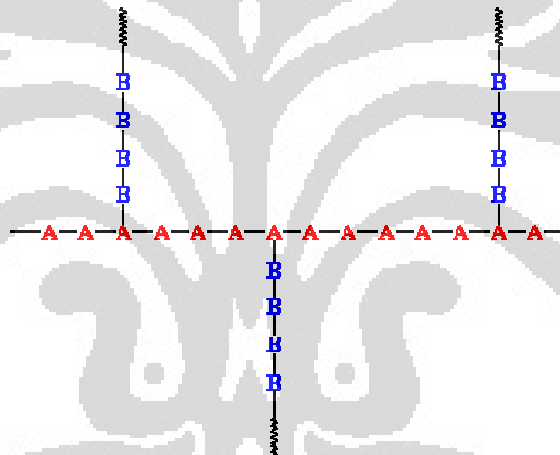
alternating copolymer



random copolymer



block copolymer



graft copolymer

Gambar 2.2. Macam-macam jenis kopolimer¹⁶

Kopolimer cangkok adalah salah satu jenis kopolimer yang dapat menghasilkan fungsi spesifik tertentu dan dapat ditempatkan pada *backbone* suatu makromolekul lain dengan reaksi kimia. Adanya ikatan kovalen antara rantai cangkok dengan polimer utamalah yang menjamin sifat permanen

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

2.2.1. Mekanisme Reaksi Polimerisasi Kondensasi¹⁷

Reaksi ini disebut juga reaksi bertahap. Polimerisasi kondensasi berlangsung antara molekul polifungsional yaitu molekul yang mengandung dua atau lebih gugus fungsional yang reaktif. Polimer ini akan menghasilkan satu molekul besar bergugus fungsional yang banyak dan diikuti pembebasan molekul kecil (seperti air, gas, atau garam).

2.2.2. Mekanisme Reaksi Polimerisasi Adisi¹⁷

Pada umumnya reaksi polimerisasi adisi terjadi pada monomer yang mempunyai struktur siklik dan monomer jenis etilen. Berbeda dengan reaksi polimerisasi kondensasi, reaksi ini tidak melepaskan atom-atom dari monomernya. Polimerisasi disebut juga dengan reaksi berantai karena pada prosesnya terjadi rangkaian reaksi yang terus berulang sampai salah satu atau kedua pereaksi habis terpakai. Pembawa rantai dapat berupa spesi reaktif yang mengandung radikal bebas maupun ion.

Polimerisasi adisi dapat digolongkan ke dalam dua golongan, yaitu polimerisasi ionik dan polimerisasi radikal bebas.

2.2.2.1. Mekanisme Reaksi Polimerisasi Ionik¹⁷

Polimerisasi ionik berlangsung melalui tiga tahap yang sama seperti polimerisasi radikal bebas, yaitu inisiasi, propagasi, dan terminasi. Berdasarkan jenis inisiatornya, digolongkan menjadi polimerisasi anionik dan kationik. Pada polimerisasi anionik, elektron pada ikatan π cenderung berikatan satu sama lain daripada terpisah. Ujung rantai polimer menyerang pasangan elektron pada monomer non radikal, sehingga menghasilkan ikatan baru. Reaksi berlangsung terus menerus sehingga seperti pasangan elektron dari ikatan π bergerak dan menghasilkan anion di ujung rantai.

Pada polimerisasi kationik, elektron bergerak meninggalkan muatan positif di ujung rantai, dan mengalami reaksi berantai selanjutnya.

2.2.2.2. Mekanisme Reaksi Polimerisasi Radikal Bebas¹⁷

Metode yang paling umum dilakukan dalam polimerisasi adisi adalah polimerisasi radikal bebas. Radikal bebas adalah molekul sederhana dengan satu elektron yang tidak berpasangan. Radikal bebas memiliki kecenderungan memperoleh tambahan elektron untuk membentuk sepasang elektron sehingga menjadi sangat reaktif dan dapat memutuskan ikatan yang ada pada molekul lain.

Kestabilan radikal dilihat dari kecenderungannya untuk bereaksi dengan senyawa lain. Radikal yang tidak stabil dengan cepat dapat

bergabung dengan molekul lain yang berbeda. Sedangkan radikal yang stabil tidak akan dengan mudah berinteraksi dengan molekul lain.

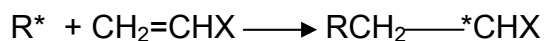
Active center adalah tempat dari elektron yang tidak berpasangan pada radikal dan disinilah reaksi berlangsung. Pada polimerisasi radikal bebas, radikal menyerang monomer yang lain lagi, dan proses ini berlangsung terus. Ada tiga tahapan reaksi pada polimerisasi adisi radikal bebas, yaitu inisiasi (*birth*), propagasi (*growth*), dan terminasi (*death*).

A. Inisiasi

Tahap awal dalam menghasilkan polimer dengan polimerisasi radikal bebas adalah inisiasi. Langkah ini dimulai ketika inisiator terdekomposisi menjadi radikal bebas. Ketidakstabilan ikatan rangkap C=C pada monomer membuatnya mudah bereaksi dengan elektron tidak berpasangan pada radikal. Pada reaksi ini pusat aktif dari radikal mengambil satu elektron dari ikatan rangkap (ikatan π) monomer dan meninggalkan elektron yang tidak berpasangan, yang terlihat sebagai pusat aktif baru pada akhir rantai.



inisiator radikal bebas



radikal bebas monomer radikal monomer

B. Propagasi

Tahap propagasi merupakan proses perpanjangan rantai polimer. Radikal monomer akan menyerang unit monomer lainnya sehingga pada tahap ini berat molekul polimer menjadi besar.

C. Terminasi

Tahap ini adalah proses penghentian rantai polimer dengan cara penggabungan dua rantai polimer yang masih mengandung radikal. Proses terminasi dapat melalui cara kombinasi dan disproporsionasi.

Kombinasi terjadi ketika pertumbuhan polimer dihentikan oleh elektron bebas yang berasal dari dua rantai yang tumbuh yang bergabung dan membentuk rantai tunggal.

Disproporsionasi menghentikan reaksi propagasi ketika radikal bebas mengambil atom hidrogen dari rantai aktif. Ikatan rangkap C=C menggantikan tempat yang ditinggalkan hidrogen.

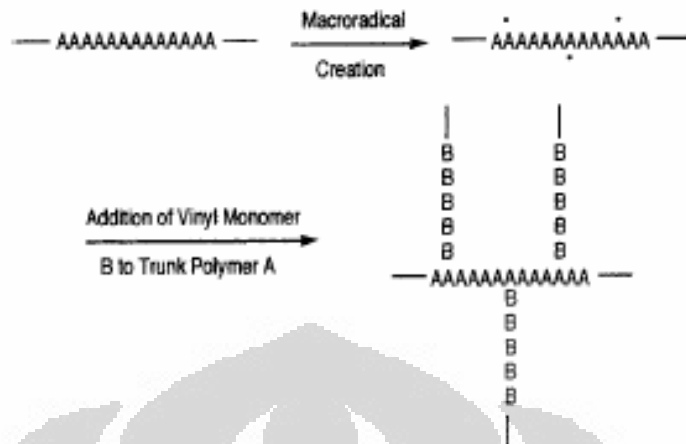
2.3. Kopolimerisasi Cangkok (*Grafting*)

Kopolimerisasi cangkok monomer vinil untuk modifikasi sifat permukaan serat rayon telah banyak dilakukan untuk mendapatkan gugus-gugus fungsi tertentu dan memberikan kekuatan mekanik yang baik. Secara umum, 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. Radikal yang terbentuk dari inisiator dapat bereaksi dengan senyawa-senyawa yang lebih reaktif. 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 (UV atau sinar gamma)¹⁸, kelemahannya adalah sistem membutuhkan biaya yang relatif mahal dan metode terbatas pada polimer yang memiliki gugus-gugus kromofor saja. 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 *grafting* dengan monomer vinil, kelebihan inisiator dan letak pusat aktif radikal relatif lebih dapat dikontrol.



Gambar 2.3. Mekanisme Kopolimerisasi *Grafting* Melalui Radikal¹⁹

Mekanisme kopolimerisasi cangkok ditunjukkan pada Gambar 2.3. Pembentukan homopolimer adalah reaksi samping dari proses *grafting*. Pembentukan homopolimer dalam setiap metode *grafting* tidak dapat dihindari. Pemisahan antara polimer tercangkok dengan homopolimer relatif sulit, jika pembentukan homopolimer terlalu banyak, purifikasi polimer tercangkok menjadi sulit. Secara umum, pembentukan homopolimer terjadi jika radikal terbentuk tidak pada permukaan polimer dasar tetapi pada monomer vinil.

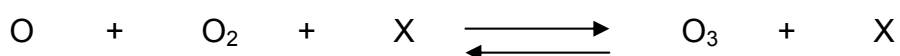
Modifikasi permukaan serat rayon/selulosa untuk pembuatan penukar ion dilakukan melalui derivatisasi dengan memasukkan gugus-gugus fungsi. Bentuk serat mempunyai keuntungan disamping luas permukaannya yang tinggi, bisa berada dalam bentuk filamen, rajut, keset sehingga mudah diaplikasikan¹⁰. Berkembangnya teknik pencangkokkan memungkinkan melakukan modifikasi permukaan serat rayon/selulosa dengan

mencangkokkan gugus-gugus fungsional tertentu untuk berbagai aplikasi^{2,3}. Aplikasi ini diantaranya adalah sebagai penukar ion, adsorben logam-logam berat, dan perbaikan sifat fisik dan kimia dalam bidang tekstil^{5,6}.

2.4. Ozon dan Ozonasi

Ozon adalah gas yang tidak stabil, mendidih pada temperatur -112°C pada tekanan atmosfer. Pada konsentrasi kurang dari 1 ppm di udara mempunyai bau menusuk yang khas seperti belerang dioksida, bawang putih (*garlic*) dan klorin. Ozon merupakan gas toksik yang pada konsentrasi lebih dari 2 ppm dapat menyebabkan iritasi pada saluran pernafasan dan dapat menyebabkan kerusakan jaringan, memiliki potensial oksidasi 2,07 volt dalam suasana alkali sehingga dapat digunakan sebagai oksidator kuat yang dapat mengoksidasi berbagai macam bahan organik termasuk jaringan tubuh manusia. Dalam larutan, ozon relatif tidak stabil. Pada suhu 20°C ozon mempunyai waktu paruh 20-30 menit jika dilarutkan dalam air suling. Ozon lebih stabil di udara daripada di dalam air terutama dalam udara kering²⁰.

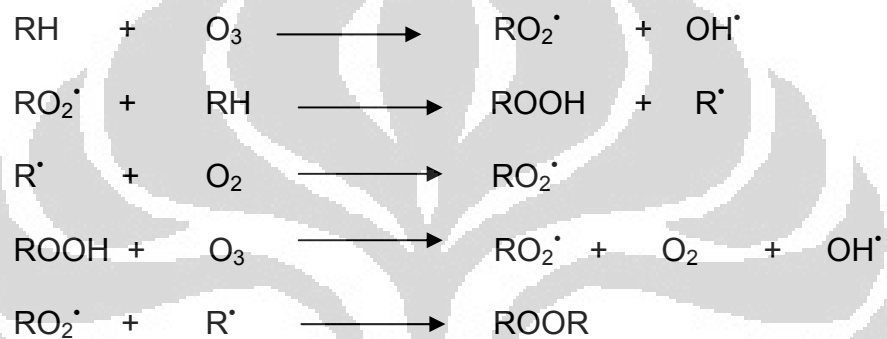
Ozon dapat terbentuk melalui tumbukan tiga molekul²¹, yaitu antara intermediet atom oksigen, molekul oksigen, dan X, molekul ketiga. Reaksinya dapat dinyatakan sebagai berikut:



Molekul ketiga, X adalah molekul gas lain ataupun suatu katalis aktif permukaan. Dari reaksi dapat diperkirakan bahwa jumlah ozon yang

terbentuk bergantung dari tekanan gas. Pada tekanan atmosfer, atom-atom oksigen akan mengalami kira-kira satu juta tumbukan tiga-atom tiap satu detik, dan mengakibatkan terbentuknya ozon.

Setiap molekul ozon yang diserap menghasilkan suatu molekul peroksi. Selanjutnya radikal peroksi akan menginisiasi proses degradasi makromolekul²². Mekanisme ozonisasi permukaan serat rayon yaitu:



Ozonasi pada selulosa akan menyebabkan terbentuknya radikal bebas pada selulosa. Letak radikal bebas yang terbentuk dalam selulosa kemungkinan besar terletak pada atom C1 dan C4 dari glukosa. Hal ini disebabkan karena pada atom C1 dan C4 terdapat ikatan β -glukosida. Ikatan ini merupakan ikatan terlemah yang terdapat dalam rantai selulosa. Terbentuknya radikal bebas pada atom C1 dan C4 inilah yang menyebabkan terjadinya depolimerisasi molekul selulosa sehingga jumlah rantainya berkurang.

2.5. Pengikatan Silang (*Crosslinking*)

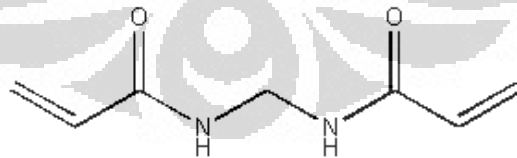
Sifat fisik khususnya kekuatan mekanik polimer rantai panjang tidak semata-mata bergantung pada struktur kimia dan mobilitas rantai yang dipengaruhi oleh temperatur, tetapi juga hubungan antara molekul-molekul yang berdekatan. Hubungan ini dapat diperoleh dari kristalinitas, rigiditas, belitan-belitan rantai, ikatan hidrogen, dll. Bentuk ikatan intermolekular yang paling penting adalah adanya ikatan silang, yang menyebabkan terdapatnya ikatan kimia yang permanen antara 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. Adanya ikatan dan distribusinya berpengaruh pada densitas, struktur kimia, ikatan individualnya, mobilitas serta morfologinya.

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 menggunakan istilah *curing*²³. Pada dasarnya pembentukan ikatan silang dapat berlangsung melalui:

1. Pemakaian monomer-monomer polifungsi.
2. Tahapan proses yang terpisah setelah polimer linear atau bercabang terbentuk.

Material terikat silang biasanya mengembang (*swelled*) oleh pelarut, namun mereka tidak terlarut. Bahkan ketidaklarutan ini dapat digunakan sebagai kriteria adanya struktur terikat silang. Sebenarnya, derajat pengembangan polimer bergantung pada densitas pengikatan silang; semakin banyak terdapat pengikat silang, semakin kecil jumlah pengembangan.

Salah satu monomer yang berfungsi sebagai agen pengikat silang adalah N,N'-Metilendiakrilamida (NBA). N,N'-Metilendiakrilamida banyak digunakan sebagai agen pengikat silang dalam proses *grafting*. Agen pengikat silang dapat dikenali dari dua atau lebih gugus yang dapat dipolimerisasi dalam setiap molekulnya. NBA juga merupakan monomer polifungsional yang mempunyai dua gugus fungsi yang dapat dipolimerisasikan sehingga dapat digunakan sebagai agen pengikat silang. NBA larut baik dalam campuran air:metanol (9:1). NBA banyak digunakan sebagai agen pengikat silang gel akrilamid untuk elektroforesis protein.

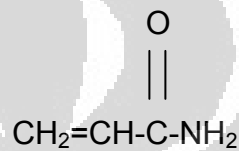


Gambar 2.5. Struktur N,N'-Metilendiakrilamid (NBA)

2.6. Monomer

2.6.1. Akrilamida (AAm)²⁴

Akrilamida merupakan monomer dengan kelarutan yang sangat baik dalam air. Akrilamida memiliki gugus amida (-CONH₂) yang dapat berfungsi sebagai penukar anion basa lemah dan sebagai donor ligan bagi ion logam.



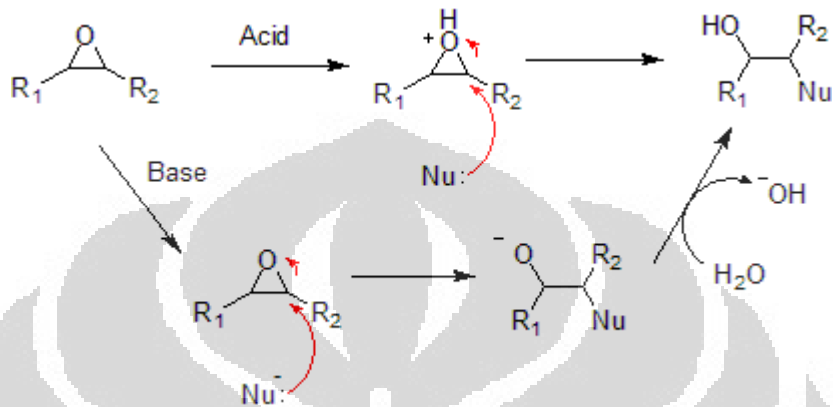
Gambar 2.6.1. Struktur Akrilamida

2.6.2 Glisidil Metakrilat (GMA)

Monomer Glisidil Metakrilat (GMA) mengandung dua gugus sekaligus, yaitu gugus epoksi dan gugus vinil. Adanya kedua gugus ini dapat memberikan kebebasan dan keluwesan pada penggunaan GMA dalam mendesain polimer, khususnya untuk aplikasi resin.

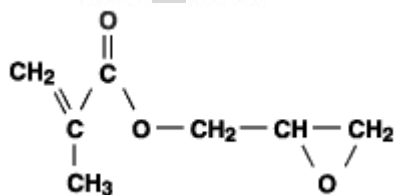
Epoksida merupakan senyawa eter cincin tiga. Suatu cincin epoksida tidak memiliki sudut ikatan sp³ sebesar 109° tetapi memiliki sudut antar inti sebesar 60° sesuai dengan persyaratan cincin tiga. Orbital yang membentuk ikatan cincin tidak dapat mencapai tumpang tindih maksimal, oleh karena itu cincin epoksida menderita tegangan (*strained*). Polaritas ikatan-ikatan C-O

bersama-sama tegangan cincin ini mengakibatkan reaktivitas epoksida yang tinggi dibandingkan reaktivitas eter lainnya.



Gambar 2.6.2. (a) Gambar Reaksi Adisi Nukleofilik dari Epoksida²⁵

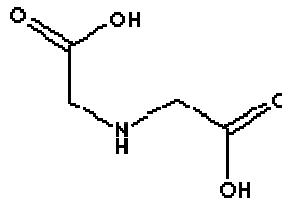
Gugus vinil dan epoksi dalam GMA dapat difungsionalisasi, ini berarti kedua gugus tersebut dapat bereaksi dengan berbagai macam monomer dan molekul fungsional. Fungsionalisasi kedua gugus ini dapat memberikan karakteristik tambahan pada GMA. Secara umum, fungsionalisasi gugus vinil dapat memberikan manfaat tambahan berupa peningkatan kekuatan terhadap oksidasi, sedangkan reaksi pada gugus epoksi dapat meningkatkan ketahanan terhadap asam²⁶.



Gambar 2.6.2.(b) Struktur GMA

2.7. Asam Iminodiasetat²⁷

Imida merupakan derivat senyawa ammonia, dimana dua atom hidrogen digantikan oleh asam bivalen atau dua asam monovalen. Senyawa imida terdiri dari radikal divalen $-\text{CONHCO}-$. Asam Iminodiasetat (IDA) memiliki atom nitrogen dan rantai karboksilat pendek yang digunakan sebagai intermediet untuk pembentukan agen pengkelat. Pengkelatan adalah kombinasi kimia logam dalam kompleks dimana logamnya merupakan bagian dari cincin kelat tersebut. Ligan organik disebut juga sebagai kelator atau agen pengkelat dan kelat merupakan kompleks logam. Semakin besar kerapatan cincin dengan atom logam maka semakin stabil senyawa tersebut. Fenomena ini disebut juga efek kelat, umumnya berhubungan dengan kenaikan kuantitas termodinamik yang disebut entropi. Kestabilan kelat juga berhubungan dengan banyaknya atom dalam cincin kelat. Ligan monodentat yang hanya memiliki satu atom koordinasi mudah hancur oleh proses kimia lainnya, sedangkan pengkelat polidentat yang menyumbangkan banyak ikatan kepada ion logam membentuk kompleks yang lebih stabil.



Gambar 2.7. Struktur IDA

Resin dengan gugus Iminodiacetat merupakan resin pengkelat yang memiliki gugus fungsional yang dapat membentuk kompleks atau kelat dengan ion logam yang akan dipertukarkan. Resin pengkelat menunjukkan sifat-sifat yang mirip dengan resin asam lemah, tetapi memberikan derajat spesifikasi yang tinggi terhadap ion logam tertentu. Ini berarti resin dapat mengabsorpsi ion logam tersebut dari larutannya dengan berbagai macam kondisi pH larutan.

2.8. ***Fourier Transform Infrared (FTIR)***²⁸

Spektroskopi inframerah adalah salah satu cara yang digunakan untuk mengidentifikasi senyawa berdasarkan serapan pada daerah panjang gelombang inframerah. Spektrum serapan inframerah suatu senyawa mempunyai gambaran yang khas untuk senyawa yang bersangkutan, sehingga dapat digunakan untuk identifikasi. Spektrofotometer yang digunakan meliputi bilangan gelombang 4000 cm^{-1} sampai 400 cm^{-1} .

Fourier transform infrared merupakan pengembangan dari spektrofotometri inframerah yang dilengkapi dengan interferometer.

Interferometer merupakan instrumen yang berfungsi untuk memisahkan dua berkas sinar yang saling berinteraksi di dalam ruang. Interferometer terdiri dari dua buah cermin datar yang saling tegak lurus. Di antara dua cermin dipasang pembagi berkas yang berasal dari luar. Berkas tersebut sebagian direfleksikan menuju cermin tetap dan sebagian lainnya diteruskan menuju cermin bergerak. Setiap berkas kemudian direfleksikan kembali ke arah pembagi berkas, mereka yang telah kembali sebagian dan sebagian lagi diteruskan. Sehingga bagian berkas yang telah melewati baik cermin tetap maupun bergerak mencapai detektor, sementara itu bagian lainnya dilewatkan kembali ke sumber sinar. Berkas sinar yang dilewatkan tegak lurus terhadap sinar masuk itulah yang biasanya diukur.

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

Alat spektrofotometer IR terdiri dari lima komponen pokok, yaitu sumber sinar (*Nernst Glower*, *glowbar* dari silikon karbida dan kawat nikrom), tempat sampel, monokromator (menggunakan kisi pendispersi atau prisma yang dibuat dari NaCl, KBr, CsBr, dan LiF), detektor, dan rekorder .

2.9. Scanning Electron Microscopy (SEM)²⁹

Scanning Electron Microscopy (SEM) adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang mampu memproduksi gambar dari sebuah permukaan sampel dengan resolusi tinggi. Disebabkan cara dimana gambar dibuat, gambar SEM memiliki karakteristik kualitas 3 dimensi dan berguna untuk memperkirakan struktur permukaan dari suatu sampel.

Proses Scanning

Dalam konfigurasi SEM yang khas, elektron secara termionik (memerlukan kalor) teremisi dari filamen katoda tungsten atau lanthanum heksaboride LaB_6 menuju anoda, elektron lainnya teremisi melalui medan emisi. Sinar elektron, yang khas memiliki energi dari keV yang rendah sampai 50 keV, yang difokuskan oleh dua lensa kondensor berturut-turut, menuju sinar dengan ukuran spot yang baik ($\sim 5 \text{ nm}$). Sinar lalu dilewatkan melalui lensa objektif, dimana pasangan *scanning coil* membelokkan sinar secara linier atau dalam penampilan *raster* melewati daerah persegi panjang dari permukaan sampel. Sebagai elektron utama yang menumbuk permukaan mereka dihamburkan secara inelastis oleh atom dalam sampel. Melalui peristiwa penghamburan ini, sinar utama menyebar secara efektif dan menempati volum berukuran kecil, dikenal dengan nama volum interaksi, memperluas permukaan dari $1 \mu\text{m}$ sampai $5 \mu\text{m}$. Interaksi dalam daerah ini berperan dalam emisi berikutnya dari elektron yang kemudian dideteksi

untuk menghasilkan gambar sinar X, yang juga dihasilkan oleh interaksi elektron dengan sampel, yang mungkin juga dapat dideteksi dalam SEM yang dilengkapi untuk spektroskopi energi dispersi sinar X.

Deteksi Elektron Sekunder

Metode penggambaran umumnya menangkap elektron sekunder dengan energi rendah (<50 eV). Karena energinya yang rendah, elektron ini harus berasal dari jarak yang pendek dari permukaan. Elektron dideteksi oleh alat *scintillator-photomultiplier*, dan menghasilkan sinyal untuk mengatur intensitas CRT (*catode ray tube*) yang diraster dalam sambungan dengan sinar utama *raster scanned*. Karena elektron sekunder berasal dari daerah yang dekat permukaan, terangnya sinyal tergantung pada daerah permukaan yang ditampakkan untuk sinar utama. Daerah permukaan ini relatif kecil untuk permukaan yang datar, tetapi lebih besar untuk permukaan yang bertingkat. Jadi permukaan yang bertingkat dan bertepi (jurang) cenderung lebih terang daripada permukaan yang datar menghasilkan gambar dengan kontras tiga dimensi yang bagus. Dengan teknik ini, memungkinkan resolusi yang diharapkan 5 nm.

Deteksi Dari Elektron Yang Dihamburkan Balik (*Backscattered Electron*)

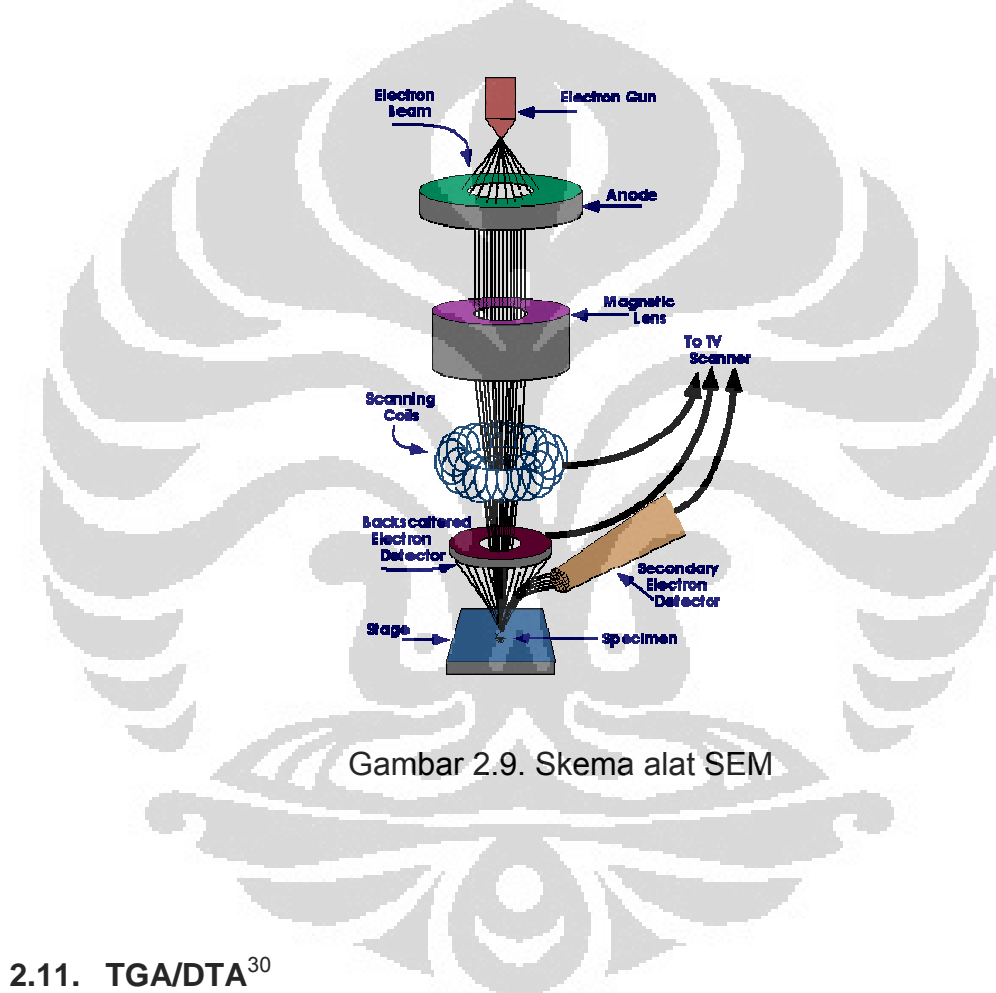
Sebagai tambahan untuk elektron sekunder, elektron yang dihamburkan balik (pada dasarnya elektron utama yang dihamburkan secara elastis) dapat juga dideteksi. Elektron yang dihamburkan balik dapat

digunakan untuk mendeteksi detail dari topologi dan komposisi, meskipun energinya yang lebih tinggi (kira-kira sama dengan sinar utama) elektron ini mungkin dihamburkan dari bagian yang dalam dari sampel. Ini menghasilkan perbedaan topologi yang lebih rendah daripada elektron sekunder. Tetapi, peluang dari penghamburan balik merupakan fungsi dari nomor atom, jadi beberapa perbedaan antara daerah dengan perbedaan komposisi kimia dapat diamati khususnya ketika nomor atom rata-rata dari daerah yang berbeda juga berbeda.

Resolusi SEM

Resolusi ruang dari SEM tergantung dari ukuran spot elektron yang kemudian tergantung pada sistem optik elektron magnetik yang menghasilkan sinar *scanning*. Resolusi juga dibatasi oleh ukuran volum interaksi, atau luas material yang berinteraksi dengan sinar elektron. Ukuran spot dan volum interaksi keduanya lebih besar dibanding jarak antar atom, jadi resolusi dari SEM tidak cukup tinggi untuk menggambarkan skala atom, yang mungkin dilakukan dengan *transmission electron microscope* (TEM). TEM adalah teknik penggambaran untuk sinar elektron yang difokuskan di atas spesimen yang menyebabkan versi yang diperluas untuk menampilkan layar fluoresen atau lapisan film fotografi, atau dapat dideteksi oleh kamera CCD. SEM memiliki keuntungan yang mengimbangi kerugian yaitu kemampuan untuk menggambarkan daerah yang luas dari spesimen,

kemampuan untuk menggambarkan material yang memiliki bagian terbesar (tidak hanya film tipis atau *foil*), dan berbagai mode analisis yang cocok untuk menentukan komposisi dan sifat dasar spesimen. Umumnya, gambar SEM lebih mudah diinterpretasikan daripada gambar TEM, dan kebanyakan gambar SEM benar-benar bagus, jauh dari nilai ilmiahnya.



Gambar 2.9. Skema alat SEM

2.11. TGA/DTA³⁰

Analisa termal merupakan metode analisis dimana beberapa sifat sampel secara kontinu diukur sebagai fungsi temperatur. Data selalu berhubungan dengan kurva kenaikan suhu sampel (sumbu x) dan perubahan yang diamati (sumbu y). Pada analisis ini dikenal berbagai cara, yaitu:

1. *Thermogravimetry Analysis* (TGA)

Analisis ini mengukur perubahan berat selama sampel dipanaskan.

Pada TGA, perubahan berat menandakan adanya reaksi dekomposisi dari sampel. Seringkali selama pemanasan, suatu sampel mengalami dekomposisi berkali-kali.

2. *Differential Thermal Analysis* (DTA)

Analisis ini mengukur perubahan energi selama sampel dipanaskan.

DTA merupakan teknik selisih suhu antara sampel dengan standar yang berupa senyawa *inert*. Baik sampel maupun senyawa standar dipanaskan secara bersamaan terhadap waktu. Pada analisis ini, akan terdapat selisih temperatur (yaitu nol) antara sampel dengan senyawa standar, bila sampel tidak mengalami perubahan fisika/kimia.

3. *Thermomechanical Analysis* (TMA)

Analisis ini mengukur perubahan mekanik selama sampel dipanaskan.

4. *Electrothermal Analysis* (ETA)

Analisis ini mengukur perubahan hantaran listrik selama sampel dipanaskan.

BAB III

METODE PENELITIAN

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

1. Penyiapan serat rayon.
2. Melakukan kalibrasi ozonisator dengan variasi laju alir dan waktu ozonasi.
3. Optimasi efisiensi penyerapan ozon (O_3) oleh serat rayon untuk mendapatkan hubungan lama ozonasi dan kecepatan alir dengan ozon yang dihasilkan.
4. Optimasi pencangkokkan agen pengikat silang melalui variasi laju alir, suhu, lama ozonasi, dan konsentrasi untuk menghasilkan serat yang tahan asam dan basa.
5. Pengujian ketahanan serat terikat silang terhadap asam dan basa.
6. Pengujian pencangkokkan monomer Akrilamida (AAm) pada serat terikat silang yang telah diozonasi kembali.
7. Pengujian pencangkokkan monomer Glisidil Metakrilat (GMA) pada serat terikat silang yang telah diozonasi pada berbagai suhu dan konsentrasi.

8. Mereaksikan Asam Iminodiasetat (IDA) dengan GMA yang tercangkok pada serat terikat silang.
9. Melakukan karakterisasi serat tercangkok/termodifikasi dengan menentukan %*grafting* (cangkok) dan melakukan pengamatan melalui:
 - a. Spektrofotometer FT-IR (untuk menentukan gugus fungsi).
 - b. *Scanning Electron Microscope*/SEM (untuk menentukan perubahan morfologi serat).
 - c. *Thermogravimetri Analysis*/DTA (untuk menentukan kestabilan termal)

3.3. Bahan

Serat yang digunakan pada penelitian ini adalah serat rayon (*regular quality*) produksi PT. Indo-Bharat Rayon.

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut: Monomer Glisidil Metakrilat (GMA), Asam Iminodiasetat (IDA), Monomer Akrilamida (AAm), N,N'-Metilendiakrilamida (NBA), n-Heksana, Metanol, 1,4-Dioxane, Natrium Thiosulfat, KI dan KIO₃, HCl pekat, dan NaOH berkualitas pro analitis produksi Merck. Air demineral, dan Gas nitrogen *pure* dengan kemurnian 90%

3.4. Peralatan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini terdiri dari peralatan laboratorium, peralatan *grafting*, dan peralatan pengujian. Peralatan laboratorium yang digunakan adalah peralatan gelas yang biasa dipakai di laboratorium.

Peralatan *grafting* yang digunakan pada percobaan antara lain: ozonisator, tabung *impinger* yang dibuat khusus sebanyak 5 buah, pipa kaca pembagi gas N₂, penangas air, termometer, dan lima buah statip. Ozonisator yang digunakan pada penelitian ini adalah Ozonisator Resonansi produksi Korea dengan kapasitas pembentukan ozon 0,25 gram ozon per jam. Kalibrasi alat dilakukan dengan memvariasikan laju alir dan lama ozonasi.

Peralatan pengujian yang dipakai pada penelitian ini adalah *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *Scanning Electron Microscope* (SEM), dan *Thermogravimetri Analysis* (TGA).

3.3. Prosedur Percobaan

3.3.1. Pembuatan Larutan Monomer

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

Larutan Akrilamida (AAm) (%w/v) dibuat dengan cara melarutkan sejumlah tertentu padatan Akrilamida dalam campuran pelarut metanol : air (1: 9) sampai volume tertentu.

Larutan Glisidil Metakrilat (GMA) (%v/v) dibuat dengan cara melarutkan larutan GMA dalam pelarut 1,4-Dioxane sampai volume tertentu.

Larutan Asam Iminodiasetat (IDA) dibuat dengan cara melarutkan sejumlah tertentu padatan IDA dalam larutan NaOH sehingga dihasilkan garam IDA-2Na^+ yang akan digunakan untuk bereaksi dengan serat yang telah dimodifikasi.

3.3.2. Penyiapan Serat Rayon

Serat rayon dibersihkan dalam pengestrak soxlet menggunakan pelarut n-heksana selama 3 jam. Serat selanjutnya dikeringkan dalam oven vakum dengan suhu $60-70^{\circ}\text{C}$ selama 4 jam.

Serat rayon (*regular quality*) yang digunakan pada penelitian ini merupakan produksi dari PT. Indo-Bharat Rayon. Untuk menghasilkan serat rayon yang siap dipakai untuk reaksi kopolimerisasi cangkok, terlebih dahulu serat disoxlet dengan pelarut metanol dan diuapkan pada titik didihnya (sekitar 70°C) yang bertujuan untuk membersihkan serat dari pengotor-pengotor organik. Kemudian serat tersebut dioven pada suhu titik didih pelarut metanol dan didinginkan di desikator. Serat yang telah bersih ini merupakan serat yang sudah siap digunakan untuk reaksi kopolimerisasi.

3.3.3. Kalibrasi Ozonisator

Ozonisator terlebih dahulu dikalibrasi dengan tujuan untuk melihat kinerja dan efisiensi pembentukan ozon oleh alat tersebut. Kalibrasi dilakukan dengan memvariasikan lama ozonasi pada kecepatan alir yang berbeda-beda untuk memperoleh jumlah ozon total yang dihasilkan.

Ozon dialirkan dengan variasi lama ozonasi 30, 60, dan 120 menit pada kecepatan alir yang berbeda-beda (0,1; 0,5; dan 1,0 L/menit) ke dalam dua buah Erlenmeyer yang masing-masing berisi 25 mL larutan KI 0,5 N yang saling dihubungkan dengan pipa kaca. Ozon yang dihasilkan ditangkap oleh KI menghasilkan I₂ yang ditentukan melalui titrasi dengan Natrium Thiosulfat (Na₂S₂O₃) 0,5 M yang sebelumnya telah distandarisasi dengan KIO₃. Efisiensi pembentukan ozon dapat diketahui dengan membandingkan jumlah ozon yang didapatkan pada berbagai kecepatan alir dan lama ozonasi melalui titrasi dengan kapasitas alat.

3.3.4. Pengujian Efisiensi Penyerapan Ozon

Ozonasi serat rayon dilakukan dengan cara mengalirkan ozon ke dalam tabung *impinger* yang telah berisi serat rayon. Ozon dialirkan pada kecepatan alir yang berbeda (0,1 dan 0,5 L/min) ke dalam tabung *impinger* yang berisi serat rayon sebanyak 4 gram dengan variasi lama ozonasi 30, 60, 90, dan 120 menit. Sistem dihubungkan dengan dua buah Erlenmeyer yang

masing-masing berisi larutan KI 0,5 M sebanyak 25 mL untuk menangkap ozon yang tidak diserap. Kemudian I₂ yang terbentuk ditentukan melalui titrasi dengan Natrium Thiosulfat 0,5 M, yang sebelumnya telah distandarisasi dengan KIO₃. Jumlah I₂ yang dihasilkan ekuivalen dengan jumlah ozon yang tidak bereaksi/diserap oleh serat rayon. Jumlah ozon yang diserap serat rayon dapat ditentukan dengan mengurangi jumlah ozon total dengan jumlah ozon sisa yang tidak diserap.

3.3.5. Teknik Kopolimerisasi Cangkok

Sejumlah berat tertentu serat dimasukkan ke dalam tabung *impinger* untuk diozonasi pada lama ozonasi tertentu dengan laju alir (*flow rate*) 0,1 L/min. Serat yang telah diozonasi kemudian ditambahkan larutan monomer dengan konsentrasi tertentu. Gas N₂ dialirkan ke dalam tabung *impinger* untuk menghilangkan oksigen terlarut. Selanjutnya tabung dipanaskan di dalam penangas air pada suhu tertentu selama waktu tertentu dengan tetap dialiri gas N₂. Kopolimer yang terbentuk dicuci beberapa kali dengan akuades panas dan dingin secara bergantian sampai larutan pencuci jernih. Setelah itu kopolimer diekstraksi soxlet dengan pelarut masing-masing monomer selama 2 jam untuk memisahkan homopolimer atau monomer yang tersisa. Terakhir, kopolimer cangkok yang dihasilkan tersebut dikeringkan dalam oven sampai berat konstan. Persen cangkok (%G) dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

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

W = berat serat kopolimer *grafting*

W₀ = berat serat awal

3.3.6. Homogenitas Ozonasi

Percobaan ini diamati dengan membandingkan kadar pencangkokkan NBA pada serat. Sebanyak 4 gram serat rayon diozonasi dengan kecepatan alir 0,1 L/min dan lama ozonasi 2 jam. Kemudian serat rayon yang terozonasi diambil secara sistematis dari atas ke bawah masing-masing sebanyak 1 gram. Serat yang belum digunakan untuk pencangkokkan segera disimpan dalam *freezer*. Selanjutnya homogenitas ozonasi dipelajari dengan mencangkokkan monomer NBA pada serat rayon. Percobaan ini dilakukan dengan tujuan melihat homogenitas/distribusi radikal yang terbentuk pada berbagai posisi serat dalam tabung *impinger*.

3.3.7. Optimasi Pencangkokan N,N'-Metilendiakrilamida (NBA)

3.3.7.1. Pengaruh Variasi Konsentrasi

Pengaruh konsentrasi NBA dipelajari dengan menggunakan 1 gram serat terozonasi yang diperoleh dengan cara mengalirkan ozon pada *flow rate* 0,1 L/min dan lama ozonasi 2 jam. Konsentrasi monomer NBA divariasikan pada 1, 3, 5, dan 7% (%w/v) dalam pelarut metanol : air (1 : 9) . Pencangkokkan NBA dilakukan dengan cara mereaksikan larutan NBA dengan serat terozonasi pada suhu 70°C dan lama reaksi 1 jam.

3.3.7.2. Pengaruh Variasi Laju Alir dan Konsentrasi

Pengaruh laju alir dan konsentrasi NBA dipelajari dengan menggunakan 1 gram serat yang diozonasi selama 2 jam dengan laju alir ozon yang divariasikan pada 0,1; 0,5; dan 1,0 L/min. Konsentrasi NBA divariasikan pada 1, 3, dan 5% (%w/v) dengan lama reaksi 1 jam dan suhu 70°C.

3.3.7.3. Pengaruh Variasi Suhu dan Konsentrasi

Pengaruh suhu dan konsentrasi NBA dipelajari dengan menggunakan 1 gram serat terozonasi yang diperoleh dengan *flow rate* ozon 0,1 L/min serta waktu ozonasi selama 1 jam dan 2 jam. Konsentrasi NBA divariasikan pada 3

dan 5% (%w/v). Suhu yang digunakan divariasikan pada 50, 60, 70, 80, dan 90°C dengan waktu reaksi kopolimerisasi selama 1 jam.

3.3.8. Uji Ketahanan Serat Terikat Silang Terhadap Asam dan Basa

Serat rayon-co-NBA dan serat rayon awal diuji ketahanannya terhadap kondisi asam dan basa dengan cara merendam serat dalam larutan HCl 2 N dan NaOH 2 N selama 1 jam pada suhu ruang. Perubahan berat antara berat awal dan berat akhir diamati.

3.3.9. Pengujian Pencangkokan Monomer Pada Serat Terikat Silang

Pencangkokkan monomer dilakukan pada serat terikat silang yang telah diozonasi lagi selama waktu tertentu dengan flow rate ozon 0,1 L/min.

3.3.9.1. Pencangkokkan Akrilamida (AAm) Pada Serat Terikat Silang

Pengujian pencangkokkan monomer Akrilamida (AAm) dilakukan pada serat terikat silang yang dibuat dengan lama ozonasi 1 jam dan 2 jam dan konsentrasi NBA 5% (%w/v). Sebelum monomer AAm dicangkokkan, serat terikat silang diozonasi kembali selama 2 jam dengan *flow rate* ozon 0,1 L/min. Konsentrasi Akrilamida yang digunakan sebanyak 10% (%w/v) dalam

pelarut metanol : air (1 : 9). Suhu yang digunakan divariasikan pada 50, 60, 70, 80, dan 90°C dengan waktu reaksi pencangkokkan selama 1 jam.

3.3.9.2. Pencangkokan Glisidil Metakrilat (GMA) Pada Serat Terikat

Silang

Pengujian pencangkokkan monomer Glisidil Metakrilat (GMA) dilakukan pada serat terikat silang dengan konsentrasi NBA 5% (%w/v) dan waktu ozonasi selama 2 jam. Sebelum monomer dicangkokkan, serat terikat silang diozonasi kembali selama 2 jam dengan *flow rate* ozon 0,1 L/min. Konsentrasi GMA divariasikan pada 10, 20, 30, dan 40% (%v/v) larutan GMA dalam pelarut 1,4-Dioxane. Suhu yang digunakan adalah 50 dan 60°C dengan waktu reaksi pencangkokkan selama 1 jam.

3.3.9.3. Reaksi Asam Iminodoasetat (IDA) Dengan GMA Tercangkok Pada Serat Terikat Silang

Sebelum direaksikan dengan serat yang telah dimodifikasi dengan GMA, IDA direaksikan terlebih dahulu dengan larutan NaOH sesuai stoikiometri. Sebanyak 4 gram NaOH dilarutkan dengan air dalam labu 100 mL sehingga dihasilkan larutan NaOH 1 M. Kepada larutan NaOH tersebut ditambahkan padatan Asam Iminodiasetat sebanyak 6,65 gram sehingga

didapatkan perbandingan mol IDA : NaOH (1 : 2) sesuai stoikiometri. Reaksi ini akan menghasilkan garam IDA-2Na⁺ yang selanjutnya digunakan untuk bereaksi dengan serat termodifikasi. Garam IDA-2Na⁺ yang diperlukan pada percobaan ini adalah sebanyak 10% (%v/v) dalam pelarut 1,4-Dioxane. Suhu reaksi yang digunakan adalah 50 dan 60°C dengan waktu reaksi selama 1 jam.

3.3.10. Karakterisasi

Karakterisasi dilakukan dengan pengamatan menggunakan FT-IR untuk menentukan gugus fungsi, SEM untuk menentukan perubahan morfologi serat, dan TGA untuk menentukan kestabilan termal.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pencangkokan pada penelitian ini dilakukan dalam sistem heterogen, dimana polimer utamanya berupa substrat serat yang padat dan monomer-monomer yang dicangkokkan ada dalam bentuk larutan. Kristalinitas dan kekakuan rantai pada rayon, yang merupakan polimer semikristalin, menyebabkan terbatasnya kemampuan monomer untuk berdifusi mencapai radikal dalam serat. Kemampuan monomer berdifusi mencapai radikal pada antar permukaan kristal-amorf dapat ditingkatkan melalui pengembangan substrat polimer semikristalin dalam larutan monomer yang dicangkok atau media pengembangan yang sesuai. Oleh karena itu, pelarut untuk larutan pencangkok harus merupakan pelarut yang baik bagi monomer-monomer dan aditif lainnya, dan merupakan *swelling agent* yang baik bagi polimer yang akan dicangkok agar monomer dapat berdifusi ke dalam matriks polimer dan mencapai radikal yang ada dalam serat. Dari penelitian yang telah dilakukan sebelumnya, pelarut yang sesuai untuk pencangkokkan NBA sebagai *cross-linker* dan AAm sebagai monomer yang dicangkokkan, pelarut yang sesuai adalah metanol : air (1 : 9)¹³. Sedangkan pencangkokkan GMA harus memperhitungkan kereaktifan gugus epoksi. Oleh karena itu digunakan

pelarut 1,4-Dioxane walaupun *swelling*nya lebih rendah daripada dalam metanol : air (1 : 9).

Pada penelitian ini, digunakan teknik ozonasi pada serat rayon untuk menghasilkan peroksida yang selanjutnya direaksikan dengan monomer menghasilkan serat tercangkok. Modifikasi serat rayon didahului dengan kopolimerisasi cangkok menggunakan N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) sebagai *cross-linker* dengan tujuan untuk merapatkan dan menguatkan terlebih dahulu serat rayon. Serat rayon yang sudah diperkuat dengan NBA selanjutnya dimodifikasi dengan monomer lain yang mempunyai gugus fungsi berbeda. Monomer Akrilamida (AAm) digunakan untuk menguji apakah monomer kedua dapat dicangkokkan ke dalam serat rayon yang telah diperkuat dengan merujuk kondisi yang telah dilakukan sebelumnya, yaitu dengan mencangkokkan sekaligus campuran NBA dan AAm. Dari hasil yang diperoleh, dicoba dicangkokkan GMA yang molekulnya lebih besar dari AAm. Selanjutnya, GMA yang sudah tercangkok direaksikan dengan IDA sehingga diperoleh serat termodifikasi Rayon-co-NBA-graft-(GMA-IDA).

Metode pencangkokkan dengan teknik ozonasi pada serat rayon menghasilkan peroksida yang selanjutnya dengan pemanasan dan reaksinya dengan monomer menghasilkan polimer tercangkok. Melalui variasi laju alir (*flow rate*) ozon dan lama ozonasi, konsentrasi dan kerapatan radikal pada serat dapat dikontrol. Melalui variasi konsentrasi monomer, suhu reaksi, dan lama reaksi kopolimerisasi, diharapkan dapat diperoleh kondisi optimum. Untuk pencangkokkan monomer berikutnya setelah pencangkokkan NBA

untuk memperkuat serat, dilakukan ozonasi kembali untuk menyediakan peroksida sebagai inisiator pencangkokkan monomer berikutnya. Parameter yang digunakan untuk mengetahui kondisi mana yang dipilih, didasarkan pada %G dan ketahanan serat termodifikasi dalam kondisi asam maupun basa.

4.1. Kalibrasi Ozonisator

Ozonisator perlu dikalibrasi terlebih dahulu dengan tujuan untuk melihat apakah alat bekerja dengan baik atau tidak dengan menentukan jumlah ozon yang dapat dikeluarkan pada selang waktu dan kecepatan alir tertentu.

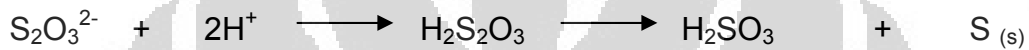
4.1.1. Penentuan Kadar Ozon Melalui Titrasi Iodometri

Asumsi awal, alat berfungsi dengan baik dan jumlah ozon yang dikeluarkan sesuai label dengan yang tertera pada alat. Jumlah ozon ditentukan secara tidak langsung melalui titrasi iodometri. Penentuan jumlah ozon didasari oleh reaksi I^- dengan O_3 yang menghasilkan I_2 pada kondisi sedikit asam. Selanjutnya jumlah ekuivalen I_2 ditentukan melalui titrasi dengan Natrium Thiosulfat yang sebelumnya sudah distandarisasi dengan Kalium Iodat. Jumlah ekuivalen KI yang kira-kira digunakan untuk menampung ozon ditentukan berdasarkan nilai teoritis ini. Konsentrasi I^-

harus sedikit berlebih agar menambah kelarutan I_2 dalam air, sehingga kemungkinan I_2 yang hilang dapat diperkecil. Larutan KI harus dalam kondisi sedikit asam, biasanya dengan penambahan HCl atau H_2SO_4 dengan konsentrasi tertentu.

Pada kondisi asam, ozon mudah bereaksi dengan I^- membentuk I_2 .

Thiosulfat diuraikan lambat dalam larutan asam dengan membentuk belerang sebagai endapan mirip susu. Reaksinya adalah sebagai berikut:

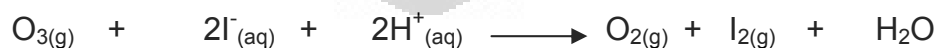


Reaksi diatas tidak akan mengganggu bila titrasi dilakukan dengan cepat dan larutan diaduk dengan baik. Reaksi antara Iod dan Thiosulfat berlangsung lebih cepat daripada reaksi penguraiannya³¹.

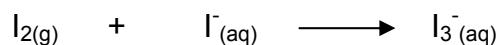
4.1.2. Penentuan Jumlah Ozon Total

Ozon dialirkan ke dalam Erlenmeyer tertutup yang berisi larutan KI dengan konsentrasi tertentu, Erlenmeyer lain yang berisi larutan KI dengan konsentrasi yang sama juga dihubungkan dengan Erlenmeyer awal.

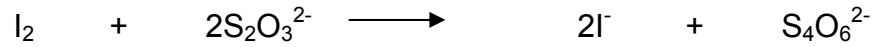
Persamaan reaksi kimianya:



Untuk menghindari I_2 yang terlepas, kelarutan I_2 dalam air dapat diperbesar dengan sedikit kelebihan I^- dalam larutan.

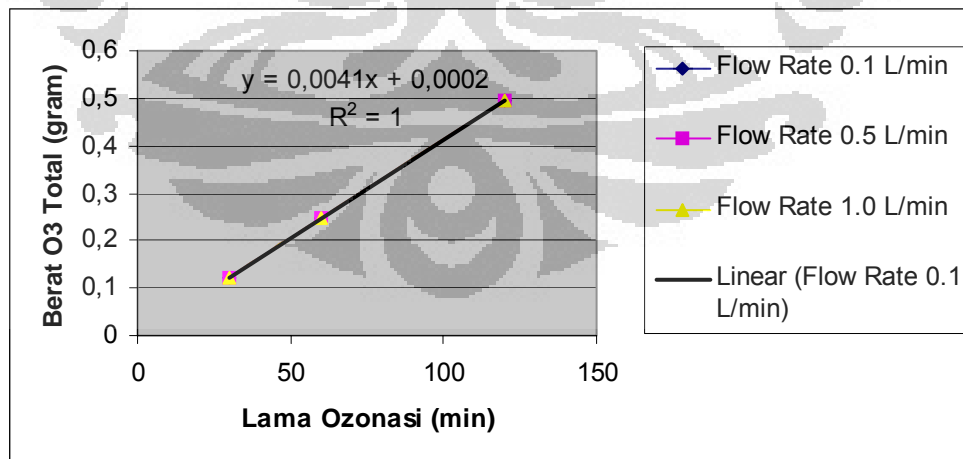


Selanjutnya Natrium Thiosulfat yang sudah distandarisasi digunakan sebagai titran untuk penentuan I_2 yang terbentuk.



Kadar ozon yang didapat adalah jumlah ozon total yang dapat dikeluarkan alat pada kecepatan alir dan selang waktu tertentu. Dengan membandingkan berat ozon yang didapat melalui titrasi dengan nilai teoritisnya maka didapatkan % efisiensi pembentukan ozon, contoh perhitungan terdapat pada Lampiran 5.

Selanjutnya, % efisiensi dihubungkan dengan berbagai kecepatan alir dan lama pengaliran ozon. Variasi dilakukan pada kecepatan alir ozon 0,1; 0,5; dan 1.0 L/menit dengan lama pengaliran ozon 30, 60, dan 120 menit. Hubungan kecepatan alir dan lama pengaliran ozon terhadap % efisiensi dapat dilihat pada Lampiran 5. Kinerja alat cukup baik dengan % efisiensi pembentukan ozon rata-rata 98%.



Gambar 4.1.2. Grafik Hubungan Antara *Flow Rate* Ozon dan Lama Ozonasi Terhadap Berat O_3 Total yang Dihasilkan

Gambar 4.1.2 menunjukkan hubungan jumlah ozon yang dihasilkan dengan lama pengaliran ozon dan kecepatan alir ozon. Pada gambar diatas, hubungan jumlah ozon dengan lama pengaliran adalah linear, walaupun pada kecepatan alir atau *flow rate* ozon yang berbeda. Penurunan nilai % efisiensi diamati pada kecepatan aliran ozon yang semakin tinggi. Hal ini kemungkinan disebabkan karena adanya I_2 yang terlepas atau ozon yang tidak sempat bereaksi dengan KI sehingga tidak terhitung. Semakin lama waktu pengaliran ozon, makin besar kemungkinan I_2 terlepas keluar, hal ini yang menyebabkan % efisiensi turun. Oleh karena itu sistem harus terus dijaga jangan sampai ada kebocoran yang memungkinkan perhitungan tidak kuantitatif. Persen efisiensi hanya menunjukan perbandingan nilai yang sebenarnya dengan nilai teoritis.

Lampiran 5 menunjukkan bahwa efisiensi pembentukan ozon tidak berbeda secara signifikan pada berbagai kecepatan aliran ozon dengan lama pengaliran yang sama. Berapapun kecepatan aliran ozon yang digunakan, jumlah ozon yang dihasilkan alat ozonisator tidak berbeda pada selang waktu pengaliran ozon yang sama. Hal ini menunjukkan bahwa jumlah ozon yang dihasilkan hanya merupakan fungsi dari lama pengaliran saja. Jadi untuk mendapatkan jumlah ozon tertentu, variabel yang perlu diperhatikan adalah lama pengaliran ozon bukan kecepatan aliran, karena berapapun kecepatan alirannya pada selang waktu yang sama jumlah ozon yang terbentuk hampir

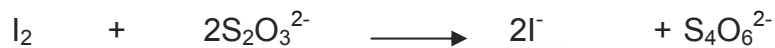
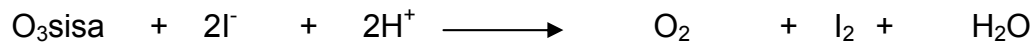
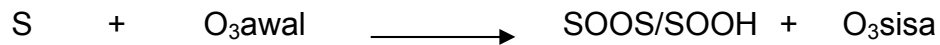
sama. Proses pembentukan ozon adalah reaksi kesetimbangan $3\text{O}_2 \leftrightarrow 2\text{O}_3$, reaksi tersebut berlangsung cepat dan pereaksi pembatasnya adalah jumlah O_3 bukan jumlah O_2 . Jumlah ozon yang terbentuk terbatas pada cukup atau tidak cukupnya energi potensial yang digunakan untuk merubah O_2 menjadi O_3 , bukan pada banyaknya O_2 yang masuk ke sistem alat ozonisator.

4.2. Pengujian Efisiensi Penyerapan Ozon

Efisiensi penyerapan ozon oleh serat ditentukan dari banyaknya ozon yang dihasilkan dalam waktu tertentu dikurangi dengan ozon yang tidak diserap. Penentuan jumlah ozon yang diserap/bereaksi dengan substrat (dalam hal ini serat rayon) didasarkan pada selisih jumlah ozon total/awal dengan jumlah ozon sisa. Pengaruh laju alir dan lama ozonasi terhadap efisiensi penyerapan ozon oleh serat rayon dipelajari untuk menentukan laju alir yang paling efisien.

Serat rayon seberat 4 gram dimasukkan ke dalam tabung *impinger* yang dihubungkan dengan Erlenmeyer yang berisi larutan KI 25 mL dengan konsentrasi 0,5 M pada kondisi sedikit asam (dengan penambahan HCl sesuai stoikiometri). Ozon dialirkan melalui tabung *impinger* kemudian ke Erlenmeyer. Ozon akan bereaksi dengan serat rayon menghasilkan gugus peroksida dan hidropersida, sisa ozon bereaksi dengan larutan KI. Ozon sisa akan mengoksidasi I^- menjadi I_2 . Jumlah I_2 dapat ditentukan melalui

titrasi iodometri. Jika diketahui jumlah ozon awal dan jumlah ozon sisa, maka jumlah ozon yang bereaksi dengan substrat dapat ditentukan. Reaksinya:



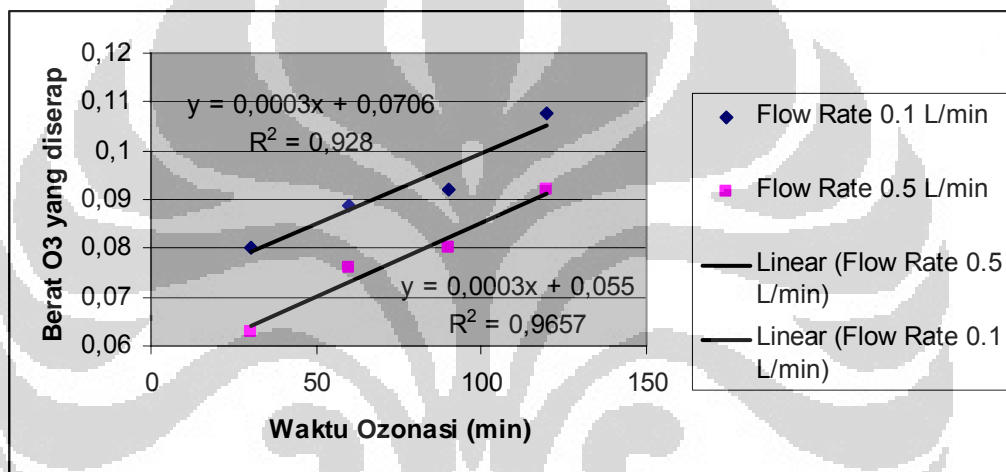
Keterangan: S adalah serat rayon.

Variasi dilakukan dengan 4 gram serat rayon, *flow rate* 0,1 dan 0,5 L/min, dan pada lama ozonasi 30, 60, 90, dan 120 menit. Hubungan lama ozonasi, *flow rate* ozon dengan jumlah ozon yang diserap serat terdapat pada Tabel 4.2. dan Gambar 4.2.

Dari Gambar.4.2. terlihat bahwa pada lama ozonasi yang sama, *flow rate* ozon yang rendah, memberikan waktu kontak ozon dengan serat rayon yang lebih lama, sehingga banyaknya ozon yang terserap semakin banyak. Banyaknya ozon yang terserap ekuivalen dengan banyaknya gugus peroksida dan hidroperoksida yang terbentuk pada permukaan serat, menurut Kafeli et. al (1990)³², satu molekul ozon akan menghasilkan satu molekul peroksi. Pada *flow rate* yang lebih rendah diharapkan efisiensi pembentukan gugus peroksida dan hidroperoksida dapat lebih tinggi.

Tabel.4.2. Hubungan Jumlah Ozon Terserap Dengan Lama Ozonasi dan Kecepatan Alir Ozon

Jumlah Ozon yang Diserap (gram)	Flow Rate (L/min)	
	0.1	0.5
Lama Ozonasi (min)		
30	0.080	0.063
60	0.0889	0.076
90	0.092	0.080
120	0.1078	0.092



Gambar .4.2. Grafik Hubungan Jumlah Ozon Terserap Dengan Lama Ozonasi dan Kecepatan Alir Ozon

4.4. Teknik Kopolimerisasi Cangkok

Kopolimerisasi cangkok pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan teknik ozonasi dimana serat rayon diozonasi terlebih dahulu dalam udara tanpa adanya monomer untuk menghasilkan gugus-gugus aktif peroksida dan hidroperoksida pada serat rayon. Kemudian baru dilakukan reaksi kopolimerisasi dengan cara mencampurkan serat yang telah diozonasi

dengan monomer disertai dengan pemanasan pada suhu tertentu sambil dialirkan gas N₂. Adanya panas menyebabkan terjadinya pemecahan homolitik yang akan menghasilkan radikal peroksi. Radikal peroksi inilah yang akan menginisiasi pembentukan radikal bebas pada monomer dan memulai reaksi pencangkokkan. Pencangkokkan dilakukan dalam media gas N₂ untuk mengusir adanya oksigen terlarut yang dapat bertindak sebagai *electron scavenger*³³.

4.4. Homogenitas Ozonasi

Pada percobaan ini ingin diteliti apakah pembentukan dan penyebaran gugus peroksida dan hidroperoksida pada permukaan serat pada berbagai posisi dalam tabung *impinger* homogen atau tidak. Dengan kondisi tertentu, homogenitas pembentukan gugus peroksida dan hidroperoksida dapat ditentukan melalui pengamatan kadar pencangkokkan (%G).

Serat rayon sebanyak 4 gram dimasukkan ke dalam tabung *impinger* yang kemudian diozonasi selama 2 jam dengan laju alir ozon yang paling rendah yaitu pada 0,1 L/min. Kemudian secara berurutan, diambil serat terozonasi sebanyak kurang lebih 1 gram mulai dari yang paling atas ke bawah. Ke empat bagian serat terozonasi dari masing-masing populasi tersebut dimasukkan ke dalam 4 tabung *impinger* yang berbeda. Setelah itu dilakukan proses *grafting* pada suhu 70°C selama 1 jam dengan masing-masing tabung ditambahkan 5% (%w/v) NBA.

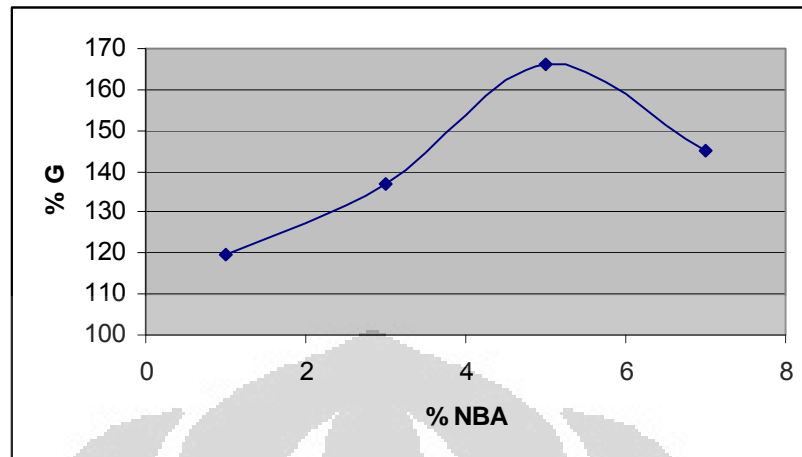
Dapat dilihat pada Lampiran 7 bahwa homogenitas pencangkokkan NBA cukup baik karena tidak ada perbedaan % G yang terlalu besar (signifikan). Hal ini menunjukkan bahwa distribusi pembentukan radikal peroksida dan hidroperoksida pada serat yang terozonasi cukup seragam pada permukaan serat rayon pada berbagai posisi dalam tabung *impinger*.

4.5. Optimasi Pencangkokkan N,N'-Metilendiakrilamida (NBA)

Untuk mengetahui kondisi optimum pencangkokkan N,N'-Metilendiakrilamida sebagai agen pengikat silang, perlu dipelajari beberapa parameter pencangkokkannya. Oleh karena itu pada percobaan ini dilakukan variasi konsentrasi, laju alir, dan suhu reaksi untuk mendapatkan kondisi optimum dari pencangkokkan NBA.

4.5.2. Pengaruh Variasi Konsentrasi

Pengaruh variasi konsentrasi NBA dipelajari pada konsentrasi NBA 1, 3, 5, dan 7% (%w/v). Laju alir ozon yang digunakan adalah 0,1 L/min dengan waktu ozonasi selama 2 jam. Serat terozonasi kemudian ditambahkan monomer NBA dengan konsentrasi tertentu untuk selanjutnya dilakukan reaksi pencangkokkan selama 1 jam dengan suhu reaksi 70°C.



Gambar 4.5.1. Grafik Pengaruh Konsentrasi Terhadap %G yang Divariasikan Pada 1, 3, 5, dan 7% (%w/v) NBA

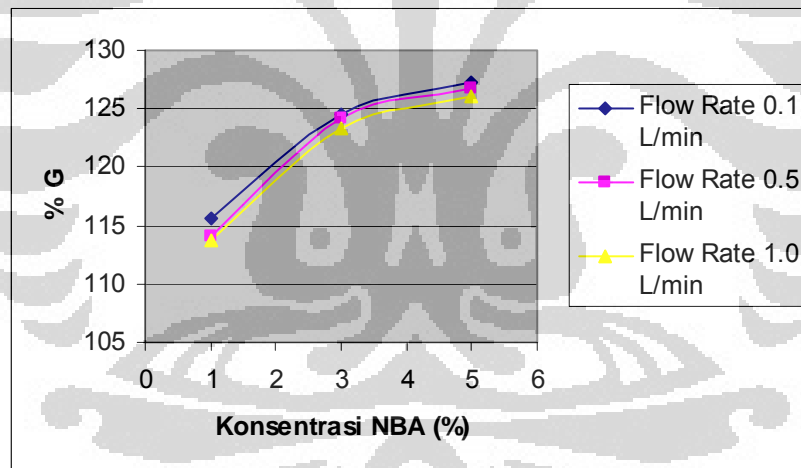
Monomer NBA larut baik dalam air, sehingga diharapkan mampu berdifusi masuk ke dalam serat dan mengadakan ikatan silang langsung antar serat. Dari Gambar 4.5.1. dapat dilihat bahwa semakin tinggi konsentrasi NBA yang direaksikan untuk membentuk kopolimer dengan *backbone* serat rayon, maka kadar pencangkokkannya (% G) cenderung naik. Dengan lama ozonasi dan laju alir ozon yang sama, yang berarti kerapatan pusat aktif sama, kenaikan konsentrasi monomer akan meningkatkan derajat ikat silang oleh NBA pada serat rayon. Oleh karena itu, tersedianya monomer NBA sebanyak 5% akan memberikan banyak kesempatan monomer untuk bereaksi dengan pusat aktif serat yang kemudian saling ikatan silang antara serat dengan NBA. Semakin tinggi konsentrasi NBA yang dicangkokkan juga mengakibatkan % *swelling* yang lebih kecil dalam air. Hal tersebut dapat dilihat dari pengamatan secara fisik

pengembangan serat tercangkok NBA dengan berbagai kadar pencangkokkan. Serat yang memiliki kadar pencangkokkan yang besar menunjukkan derajat pengembangan yang lebih kecil karena banyaknya NBA yang tercangkok yang berfungsi sebagai pengikat silang. Banyaknya kadar NBA yang tercangkok dalam serat akan mengakibatkan struktur serat menjadi lebih rapat sehingga derajat pengembangannya dalam air lebih kecil.

Kadar pencangkokkan menurun pada saat konsentrasi NBA yang direaksikan sebanyak 7%. Hal ini dapat disebabkan karena pada konsentrasi yang lebih pekat (dalam hal ini 7%), NBA tersebut akan membentuk homopolimer karena NBA tercangkok yang mengadakan ikatan silang pada serat rayon sudah mencapai maksimum pada konsentrasi NBA 5%. Hal ini dapat dilihat dari larutan cangkok yang berbentuk gel yang diperkirakan sebagai homopolimer yang terbentuk selama reaksi pencangkokkan. Homopolimer ini dapat terbentuk melalui reaksi pemindahan pusat aktif dari rayon pada monomer. Monomer yang mengandung pusat aktif ini selanjutnya bereaksi dengan molekul monomer lainnya dan membentuk homopolimer. Makin tinggi konsentrasi monomer yang tersedia maka semakin banyak tumbukan antar molekul NBA yang dihasilkan. Kondisi ini meningkatkan kemudahan reaksi antara monomer untuk membentuk homopolimer.

4.5.2. Pengaruh Variasi Laju Alir dan Konsentrasi

Percobaan ini bertujuan untuk memperoleh gambaran pengaruh konsentrasi radikal bebas (pusat aktif) pada serat dan konsentrasi monomer pada berbagai konsentrasi monomer NBA. Masing-masing sebanyak 1 gram serat rayon divariasikan laju alir (*flow rate*) ozon pada 0,1 ; 0,5 ; dan 1,0 L/min dengan waktu ozonasi selama 2 jam. Kemudian pada serat terozonasi dilakukan reaksi kopolimerisasi dengan variasi konsentrasi NBA sebanyak 1, 3, dan 5% (%w/v). Reaksi ini dilakukan pada suhu 70°C dan waktu reaksi kopolimerisasi selama 2 jam.



Gambar 4.5.2. Grafik Pengaruh Laju Alir (*Flow Rate*) Ozon dan Konsentrasi NBA Terhadap %G

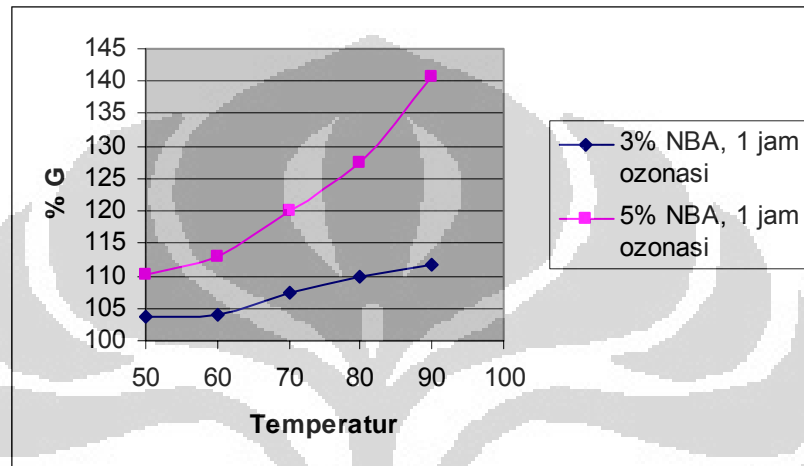
Dari Gambar 4.5.2. dapat dilihat bahwa semakin tinggi konsentrasi NBA yang direaksikan untuk pencangkokkan, maka semakin tinggi pula kadar pencangkokkan yang dihasilkan. Hal ini disebabkan oleh semakin banyaknya

konsentrasi NBA yang digunakan untuk bereaksi akan memberikan banyak monomer NBA yang dapat digunakan untuk berikatan silang dengan serat. Sebaliknya dengan variasi laju alir, walaupun perbedaannya tidak signifikan, semakin tinggi/cepat laju alir ozon yang diberikan, maka kadar pencangkokkannya akan semakin turun. Ketika aliran ozon cepat, waktu kontak antara O_3 dengan serat rayon kecil sehingga pembentukan gugus peroksida dan hidroperoksida kecil. Jumlah gugus peroksida dan hidroperoksida akan menentukan jumlah radikal yang aktif dalam reaksi poliadisi gugus vinil. Semakin sedikit radikal yang terbentuk maka semakin sedikit kadar pencangkokkannya. Penggunaan laju alir ozon yang lebih rendah selain meningkatkan konsentrasi radikal, juga dapat mengurangi kristalinitas rayon sehingga meningkatkan kecepatan difusi monomer. Oleh karena itu pada pengaliran ozon yang lebih rendah, dihasilkan radikal yang lebih banyak dan lebih rapat sehingga monomer yang tercangkok pada serat rayon akan lebih banyak.

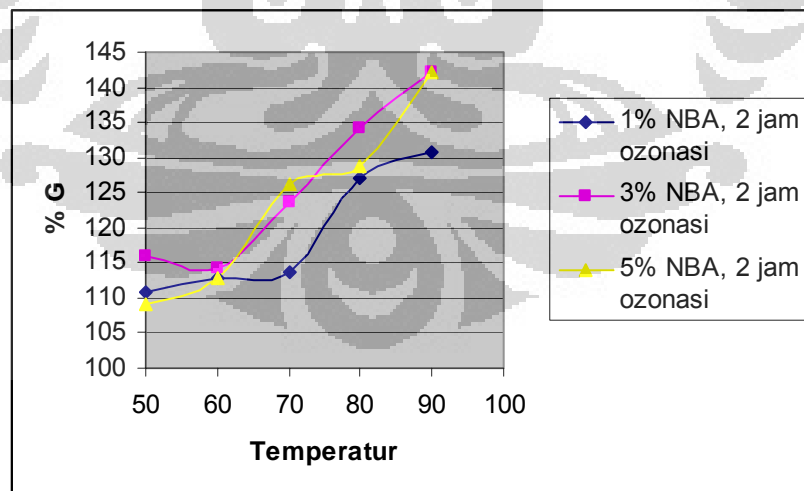
4.5.3. Pengaruh Variasi Suhu dan Konsentrasi

Ozon dilalirkan terlebih dahulu dalam tabung *impinger* yang berisi serat rayon untuk menghasilkan gugus peroksida. Kecepatan alir ozon dibuat tetap yaitu pada 0,1 L/min dengan waktu ozonasi selama 1 jam dan 2 jam. Dengan menggunakan serat rayon sebanyak 1 gram ditambahkan larutan NBA sebanyak 3 dan 5% (%w/v) untuk lama ozonasi 1 jam, serta 1, 3, dan

5% (%w/v) untuk lama ozonasi 2 jam. Kemudian seluruh tabung *impinger* yang telah berisi serat terozonasi dan larutan NBA direaksikan pada berbagai suhu, yaitu pada 50, 60, 70, 80, dan 90°C dengan waktu reaksi selama 1 jam. (Tabel dapat dilihat pada Lampiran 10 dan 11).



Gambar 4.5.3. (a) Grafik Pengaruh Suhu dan Konsentrasi NBA Terhadap %G. Waktu ozonasi yang digunakan adalah selama 1 jam.



Gambar 4.5.3. (b) Grafik Pengaruh Suhu dan Konsentrasi NBA Terhadap %G. Waktu ozonasi yang digunakan adalah selama 2 jam.

Pada Gambar 4.5.3.(a) dan 4.5.3.(b) terlihat bahwa pada suhu yang dibawah 70°C, kenaikan kadar pencangkokkan cenderung sedikit. Titik didih metanol sekitar 70°C pada tekanan atmosfer. Kenaikan yang sedikit ini diperkirakan terjadi karena metanol yang digunakan sebagai pelarut NBA adalah pelarut organik yang merupakan donor hidrogen yang baik, sehingga radikal yang terbentuk pada permukaan serat rayon dapat ditransfer ke larutan *bulk*³⁴. Proses ini menyebabkan berkurangnya jumlah radikal pada permukaan serta sehingga kesempatan tercangkoknya monomer vinil pada permukaan serat menjadi berkurang. Selain itu, yang mempengaruhi kecilnya kenaikan kadar pencangkokkan pada suhu dibawah 70°C disebabkan oleh kurangnya laju inisiasi dan *swelling* serat pada suhu tersebut. Kurangnya *swelling* serat rayon pada suhu dibawah 70°C menyebabkan laju difusi monomer-monomer vinil dari fase larutan ke permukaan serat selulosa menjadi terhambat dan tidak maksimal, sehingga probabilitas tercangkoknya monomer vinil pada pusat aktif radikal menjadi lebih kecil.

Seperti yang telah disebutkan sebelumnya, peningkatan kadar pencangkokkan pada suhu yang relatif tinggi disebabkan oleh peningkatan laju difusi monomer vinil dari fase larutan ke permukaan serat, peningkatan laju inisiasi dan propagasi dari pertumbuhan rantai cangkok, dan *swelling* serat selulosa yang meningkat pada suhu tinggi. Pada suhu yang semakin tinggi, makin banyak gugus-gugus peroksida dan hidroperoksida yang terputus membentuk radikal pada permukaan serat. Radikal pada permukaan

serat akan menginisiasi reaksi pencangkokkan dengan melakukan poliadisi gugus vinil pada monomer-monomer. Oleh karena itu, peningkatan suhu berbanding lurus dengan jumlah pusat aktif radikal pada permukaan dan kadar pencangkokkan.

Pada 5% (%w/v) NBA dan 1 jam ozonasi, kadar pencangkokkan yang dihasilkan berkisar antara 103,75-111,64%. Kenaikan kadar pencangkokkan yang lambat ini disebabkan jumlah peroksida yang terbentuk pada rayon sedikit. Diperkirakan pada kondisi ini pencangkokkan hanya terjadi di permukaan rayon dengan kerapatan rantai tercangkok yang rendah. Pencangkokkan hanya terjadi di permukaan rayon karena monomer tidak dapat berdifusi ke dalam matriks rayon akibat struktur kristalinitas rayon yang tidak berubah.

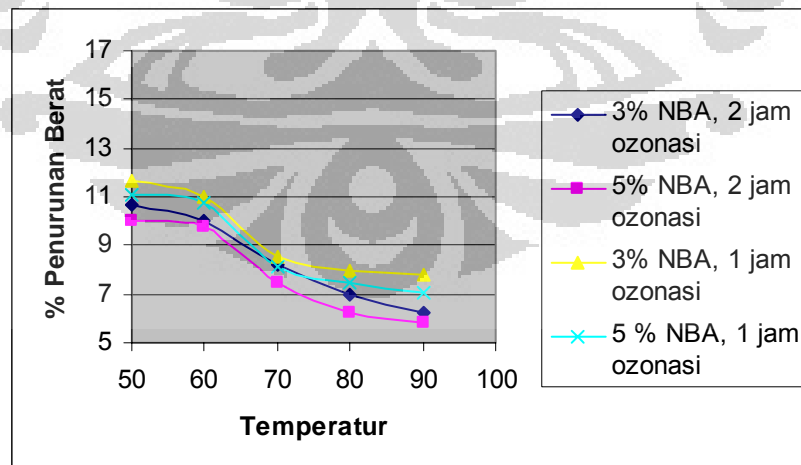
Kadar pencangkokkan pada konsentrasi NBA 3% (%w/v) cenderung lebih sedikit daripada 5% (%w/v) NBA karena suplai monomer yang lebih sedikit mengurangi jumlah monomer yang bereaksi dengan sisi aktif rayon.

Dengan membandingkan Lampiran 10 dan Lampiran 11 dapat dilihat bahwa waktu ozonasi yang lebih lama yaitu selama 2 jam akan mengalami kadar pencangkokkan yang lebih baik dari waktu ozonasi selama 1 jam, tetapi perbedaan ini tidaklah signifikan. Ini menunjukkan bahwa semakin lama waktu ozonasi yang dilakukan menyebabkan semakin banyaknya gugus peroksida yang terbentuk. Dan apabila serat rayon yang mengandung peroksida dipanaskan, maka peroksida akan terurai menghasilkan radikal bebas. Dengan semakin banyaknya radikal yang terbentuk, maka makin

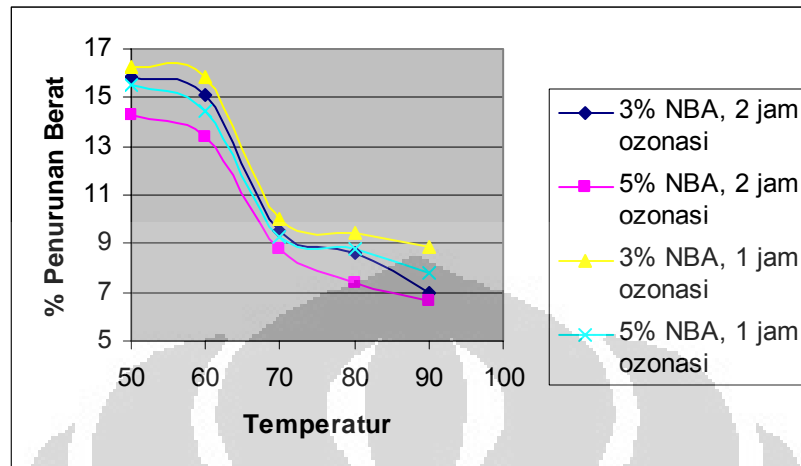
banyak pula inisiasi yang berlangsung sehingga kadar pencangkokkannya menjadi lebih baik.

4.6. Uji Ketahanan Serat Terikat Silang Terhadap Asam dan Basa

Percobaan ini bertujuan untuk menguji ketahanan serat rayon yang tercangkok dengan NBA dalam kondisi asam dan basa. Serat rayon-co-NBA dan serat rayon awal (sebagai blanko) diuji ketahanannya terhadap kondisi asam dan basa dengan cara merendam serat dalam larutan HCl 2 N dan NaOH 2 N selama 1 jam pada suhu ruang. Serat yang dipakai untuk pengujian ini adalah serat dengan konsentrasi NBA 3 dan 5% dengan lama ozonasi 1 jam dan 2 jam. Perubahan berat yang terjadi antara berat awal dan berat akhir diamati.



Gambar 4.6.(a) Grafik Ketahanan Serat Terhadap Asam Dengan Variasi Konsentrasi 3 dan 5% NBA dan Waktu Ozonasi Selama 1 Jam dan 2 Jam.



Gambar 4.6.(b) Grafik Ketahanan Serat Terhadap Basa Dengan Variasi Konsentrasi 3 dan 5% NBA dan Waktu Ozonasi Selama 1 Jam dan 2 Jam.

Kerusakan serat rayon dalam larutan asam merupakan reaksi degradasi rantai selulosa. Reaksi ini dimulai dengan protonasi oksigen pada ikatan glikosidik selulosa, diikuti dengan solvolisis dan regenerasi katalis asam. Sedangkan degradasi selulosa dalam suasana basa terjadi di ujung rantai molekul selulosa. Degradasi ini terjadi melalui reaksi β -eliminasi. Reaksi ini akan menghasilkan asam D-glukoisosakarinat.

Dari Gambar 4.6.(a) dan Gambar 4.6.(b) dapat dilihat bahwa serat dengan ketahanan yang paling baik adalah serat terikat silang dengan konsentrasi NBA 5% (%w/v) dengan waktu ozonasi selama 2 jam. Banyaknya *cross-linker* NBA yang tercangkok pada serat menyebabkan semakin baiknya ketahanan serat terhadap asam maupun basa. Ketahanan terhadap asam dan basa ini diperkirakan terjadi karena adanya halangan sterik terhadap

penyerangan asam dan basa akibat terjadinya pengikatan silang oleh NBA. Ini disebabkan karena adanya struktur ikat silang akan menurunkan laju difusi larutan ke dalam polimer, sehingga dapat meningkatkan kekuatan dan ketahanan polimer.

4.7. Pengujian Pencangkokan Monomer Pada Serat Terikat Silang

Percobaan ini bertujuan untuk menguji apakah serat rayon yang telah dicangkok dengan monomer sebelumnya yaitu *cross-linker* NBA dapat kembali dicangkok dengan monomer lain. Dengan asumsi serat tercangkok NBA tersebut belum jenuh dan masih bisa diozonasi kembali menghasilkan peroksida, diharapkan monomer selanjutnya berhasil tercangkok pada serat terikat silang. Berdasarkan hasil ketahanan serat dalam asam dan basa yang telah didapatkan, maka dipilihlah serat terikat silang dengan 5% (%w/v) NBA dengan suhu reaksi 70°C yang telah teruji ketahanannya sebagai media pencangkokkan selanjutnya. Kondisi ini dipilih karena kadar pencangkokkan yang didapat tidak terlalu sedikit dan juga tidak terlalu banyak. Apabila diambil kadar pencangkokkan NBA yang lebih tinggi, dikhawatirkan pada permukaan serat menjadi lebih sulit untuk pencangkokkan dengan monomer selanjutnya.

4.7.1. Pencangkokan Akrilamida (AAm) Pada Serat Terikat Silang

Serat terikat silang yang dipakai untuk pengujian pencangkokkan pada monomer Akrilamida adalah serat dengan laju alir ozon 0,1 L/min dengan lama ozonasi masing-masing selama 1 jam dan 2 jam. Konsentrasi NBA yang digunakan adalah 5% dengan suhu reaksi 70°C. Serat yang telah terikat silang tersebut kemudian diozonasi kembali selama 2 jam dengan laju alir ozon 0,1 L/min untuk menghasilkan gugus peroksida. Kemudian sebanyak 10% (%w/v) Akrilamida ditambahkan pada serat terozonasi untuk direaksikan pada suhu 70°C selama 1 jam. Pengaruh lama ozonasi pada pencangkokkan NBA terhadap pencangkokkan dapat dilihat pada Gambar 4.7.1.

Tabel 4.7.1.(a) Pengaruh Waktu Ozonasi NBA Selama 1 Jam Dengan Konsentrasi 5% Terhadap Kadar Pencangkokkan AAm

T reaksi kopolimerisasi NBA (°C)	%G NBA	t ozonasi untuk AAm	t reaksi R-co-PNBA dgn AAm	%G AAm
50	110.03	2 jam	1 jam	150.79
60	112.98			159.84
70	120.98			165.71
80	127.50			178.80
90	140.72			182.16

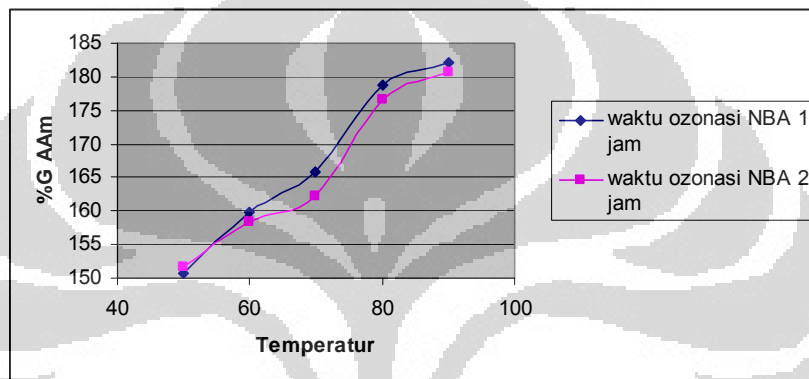
Tabel 4.7.1.(b) Pengaruh Waktu Ozonasi NBA Selama 2 Jam Dengan Konsentrasi 5% Terhadap Kadar Pencangkokkan AAm

T reaksi kopolimerisasi NBA (°C)	%G NBA	t ozonasi untuk AAm	t reaksi R-co-PNBA dgn AAm	%G AAm
50	109.19	2 jam	1 jam	151.70
60	112.79			158.43
70	126.29			162.22
80	128.75			176.58
90	142.20			180.76

Dapat dilihat dari Tabel 4.7.1.(a) dan Tabel 4.7.1.(b) perbedaan kadar pencangkokkan NBA pada suhu reaksi 50 dan 60°C dengan waktu ozonasi 1 jam dan 2 jam tidaklah signifikan. Seperti yang telah dijelaskan sebelumnya bahwa sebelum suhu mencapai 70°C, laju inisiasi dan difusi monomer ke dalam serat sangat kecil sehingga tidak memberikan perbedaan kadar pencangkokkan yang cukup berarti.

Pada Gambar 4.7.1. terlihat bahwa kadar pencangkokkan AAm dengan lama ozonasi pencangkokkan NBA 1 jam lebih besar dibandingkan dengan serat dengan lama ozonasi pencangkokkan NBA 2 jam, sehingga dapat disimpulkan kadar pencangkokkan NBA berbanding terbalik dengan kadar pencangkokkan AAm yang tercangkok pada serat terikat silang. Hal tersebut disebabkan karena semakin banyak monomer pertama yang tercangkok (dalam hal ini NBA), maka prosentase monomer kedua untuk tercangkok pada serat akan lebih kecil. Banyaknya monomer pertama yang tercangkok pada serat akan mengurangi tempat untuk tercangkoknya

monomer kedua. Terlebih lagi lama ozonasi yang digunakan untuk ozonasi pertama lebih sedikit waktunya (hanya 1 jam), sehingga pada ozonasi kedua masih banyak tempat bagi terbentuknya peroksida pada permukaan serat yang kemudian menjadi radikal pada saat pemanasan. Radikal yang banyak terbentuk akan menghasilkan kadar pencangkokkan yang banyak pula.

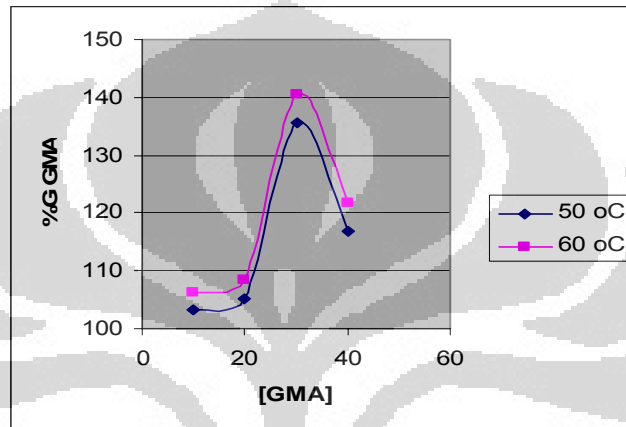


Gambar 4.7.1. Pengaruh Waktu Ozonasi NBA Terhadap Kadar Pencangkokkan AAm Pada Serat Terikat Silang

4.7.3. Pencangkokkan Glisidil Metakrilat (GMA) Pada Serat Terikat Silang

Serat terikat silang yang dipakai pada percobaan ini adalah serat dengan 5% (%w/v) konsentrasi NBA dengan pengaliran ozon pada 0,1 L/min selama 2 jam. Reaksi kopolimerisasi NBA dengan serat dilakukan pada 70°C selama 1 jam. Serat terikat silang ini kemudian diozonasi kembali pada 0,1 L/min selama 2 jam untuk menghasilkan gugus peroksida. Pada serat terozonasi masing-masing ditambahkan dengan variasi konsentrasi 10, 20, 30, dan 40% (%w/v) GMA. Selanjutnya campuran monomer dan serat

tersebut direaksikan pada 50 dan 60°C selama 1 jam. Pemilihan suhu reaksi pada 50 dan 60°C didasarkan pada kereaktifan cincin epoksi dari GMA. Dikhawatirkan apabila suhu reaksi terlalu tinggi, akan dapat membuka cincin epoksi tersebut.



Grafik 4.7.2. Pengujian Pencangkokkan Glisidil Metakrilat (GMA) Pada Serat Terikat Silang. Suhu yang digunakan adalah 50 dan 60°C.

Hasil percobaan menunjukkan persen pencangkokkan meningkat dengan naiknya konsentrasi GMA sampai 30%. Tersedianya monomer sebanyak 30% akan memberikan banyak monomer GMA yang dapat digunakan untuk pencangkokkan. Sebaliknya jika monomer yang tersedia sedikit maka proses pencangkokkan akan berlangsung lebih lambat. Dari gambar tersebut dapat disimpulkan bahwa dengan lama ozonasi dan laju alir ozon yang sama, yang berarti kerapatan pusat aktif sama, kenaikan konsentrasi monomer akan memperpanjang rantai cangkok pada pusat aktif. Pada 10-20% kadar pencangkokkan cenderung GMA konstan. Hal ini

disebabkan rendahnya konsentrasi monomer GMA sehingga jumlah tumbukan efektif antara monomer dan sisi aktif PGMA berkurang, akibatnya kadar pencangkokkan naik dengan lambat.

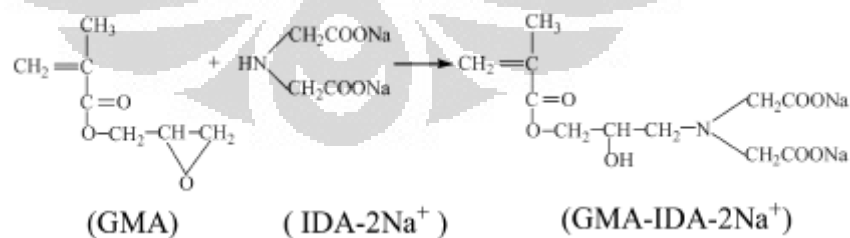
Pada Gambar 4.7.2. dapat dilihat bahwa kenaikan konsentrasi GMA untuk dicangkokkan pada serat terikat silang, maka kadar pencangkokkan GMA akan mengalami kenaikan sampai 30% (%v/v), dan kemudian menurun cukup signifikan pada penambahan 40%. Diperkirakan pada awal reaksi, pencangkokkan hanya terjadi di permukaan serat rayon melalui reaksi antara monomer dengan radikal bebas yang terdapat pada permukaan serat rayon. Selanjutnya reaksi pencangkokkan terjadi melalui proses difusi monomer ke dalam matriks rayon untuk mencapai radikal bebas yang terbentuk di dalam matriks rayon. Difusi monomer yang berjalan lambat ditandai dengan kadar pencangkokkan yang semakin kecil pada konsentrasi GMA 40%. Hal ini disebabkan pada awal reaksi, permukaan rayon telah tertutup oleh monomer tercangkok, akibatnya difusi selanjutnya dari monomer GMA akan terhambat. Selain itu, struktur GMA yang sterik akibat adanya gugus epoksida semakin mempersulit proses difusi tersebut.

Kadar pencangkokkan yang berkurang pada saat penambahan GMA sebanyak 40% kemungkinan juga disebabkan oleh pembentukan homopolimer. Kesimpulan ini adalah berdasarkan kenyataan bahwa pada akhir proses pencangkokkan, masih banyak GMA yang tersisa di dalam filtrat dan membentuk lapisan terpisah. Lapisan yang terpisah ini diperkirakan merupakan homopolimer yang terbentuk selama reaksi pencangkokkan.

Homopolimer dapat terbentuk antara lain melalui reaksi pemindahan pusat aktif dari rayon pada monomer. Monomer yang mengandung pusat aktif ini selanjutnya bereaksi dengan molekul monomer lainnya dan membentuk homopolimer. Makin tinggi konsentrasi monomer yang tersedia maka semakin banyak tumbukan antar molekul GMA yang dihasilkan. Kondisi ini meningkatkan kemudahan reaksi antar monomer untuk membentuk homopolimer.

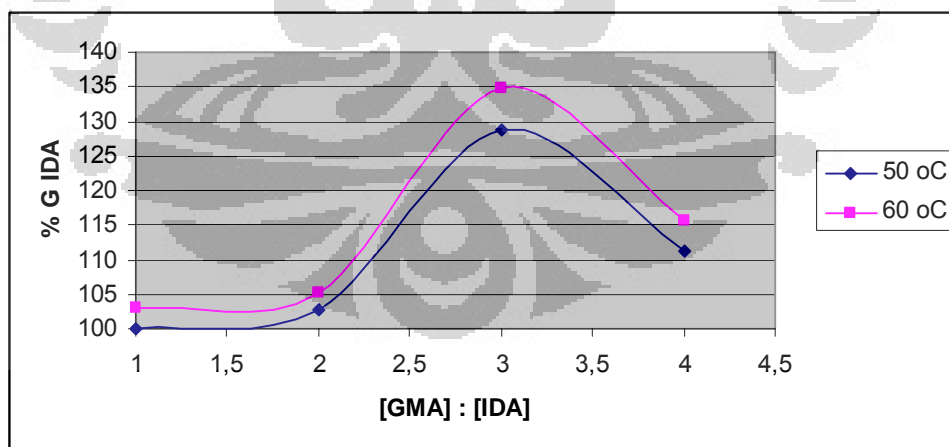
4.7.4. Reaksi Asam Iminodoasetat (IDA) Dengan GMA Tercangkok Pada Serat Terikat Terikat Silang

Hasil modifikasi serat pada percobaan 4.7.2. kemudian dilanjutkan dengan mereaksikan serat termodifikasi GMA dengan garam Natrium Iminodiasetat (IDA-2Na^+) sebanyak 10%. Dari percobaan ini, diharapkan IDA-2Na^+ mampu membuka cincin epoksi dari GMA tercangkok untuk kemudian mengadakan ikatan menghasilkan serat *Rayon-co-NBA-graft-(GMA-IDA)*.



Gambar 4.7.3.(a) Reaksi antara GMA dengan IDA-2Na^+

Monomer Glisidil Metakrilat (GMA) memiliki 2 gugus fungsi yaitu vinil dan epoksi, dimana gugus vinil nantinya akan bereaksi dengan radikal pada serat terikat silang yang telah terozonasi dan gugus epoksinya akan bereaksi dengan garam Natrium Iminodiasetat (IDA-2Na^+)³⁵. Penambahan asam pada serat selulosa menyebabkan terjadinya degradasi serat menghasilkan rantai-rantai selulosa yang lebih pendek. Oleh karena itu Asam Iminodiasetat (IDA) tidak boleh langsung direaksikan dengan GMA karena nanti gugus asamnya yang justru akan bereaksi dengan epoksi GMA, bukan gugus iminonya, oleh karena itu IDA harus direaksikan dahulu dengan NaOH sehingga terbentuklah garam IDA-2Na^+ . Garam dengan ujung Na^+ inilah yang nantinya diharapkan dapat menjadi penukar kation dalam aplikasinya dengan logam-logam berat. Adapun reaksi antara GMA dan IDA-2Na^+ digambarkan pada Gambar 4.7.3.(a).



Gambar 4.7.3.(b) Reaksi Asam Iminodiasetat (IDA) dengan Glisidil Metakrilat (GMA) Pada Serat Terikat Silang. Suhu yang digunakan adalah 50 dan 60°C.

Berdasarkan Gambar 4.7.3.(b), kadar pencangkokkan IDA pada serat termodifikasi berbanding lurus dengan kadar pencangkokkan GMA. Hal ini disebabkan karena 1 molekul GMA akan bereaksi dengan 1 molekul IDA- 2Na^+ . Oleh karena itu semakin tinggi kadar pencangkokkan GMA pada serat terikat silang akan mengakibatkan semakin banyak pula IDA yang bereaksi dengan GMA yang tercangkok pada serat.

4.8. Karakterisasi

Pada penelitian ini digunakan 3 macam karakterisasi yaitu *Fourier Transform Infrared* (FTIR) untuk menentukan gugus fungsi, *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk menentukan perubahan morfologi serat, dan *Thermogravimetri Analysis* (TGA) untuk menentukan kestabilan termal.

4.8.4. Analisis FT-IR

Analisis serapan inframerah ini digunakan untuk menentukan gugus fungsi guna memastikan terjadinya kopolimerisasi cangkok dan reaksi pengikatan silang. Analisis serapan gelombang inframerah dengan spektrometer FT-IR dilakukan terhadap serat rayon asli, Rayon-co-NBA, Rayon-co-NBA-graft-AAm, Rayon-co-NBA-graft-GMA, dan Rayon-co-NBA-graft-(GMA-IDA).

Pada serat rayon asli, terdapat puncak serapan pada $1300-1475\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi tekuk dari C-H. Puncak juga ditunjukkan pada 1264.26 cm^{-1} yang dihasilkan oleh vibrasi OH dari >CH-OH yang terdapat pada C2 dan C3 molekul glukosa.

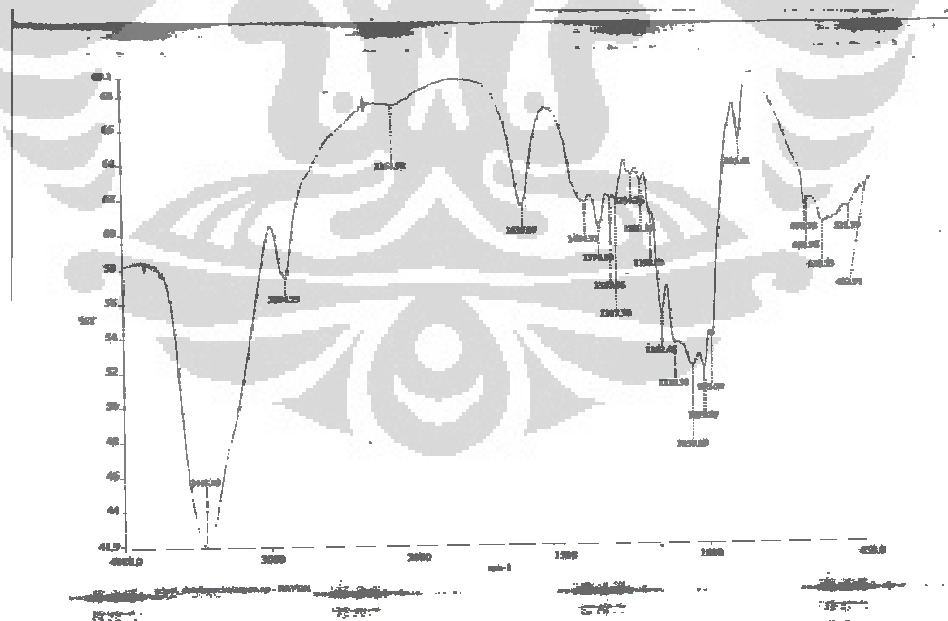
Perbedaan yang mencolok antara spektrum serat rayon asli dengan Rayon-co-NBA adalah pada spektrum gelombang $1533,07\text{ cm}^{-1}$ yang tidak terdapat pada serat rayon asli. Spektrum ini menunjukkan adanya gugus amida sekunder pada NBA yang biasanya terdapat pada panjang gelombang $1550-1510\text{ cm}^{-1}$.

Sama seperti spektrum pada serat rayon asli dan Rayon-co-NBA, pada Rayon-co-NBA-graft-AAm juga terdapat puncak yang sangat melebar pada panjang gelombang $3500-3000\text{ cm}^{-1}$. Spektrum ini menandakan adanya ikatan hidrogen yang kuat antara gugus amida dengan gugus hidroksi dari selulosa. Tidak ada perbedaan yang mencolok antara spektrum Rayon-co-NBA dengan Rayon-co-NBA-graft-AAm karena gugus-gugus fungsinya yang hampir sama. Sedikit perbedaan yang terjadi pada spektrum Rayon-co-NBA-graft-AAm yaitu terjadinya puncak-puncak pada $1423, 1278, \text{ dan } 1264\text{ cm}^{-1}$. Puncak-puncak serapan tersebut adalah vibrasi deformasi gugus metil, dan vibrasi tekuk -C-H. Adanya intensitas vibrasi metil dan metilen menunjukkan adanya ikatan silang dari NBA.

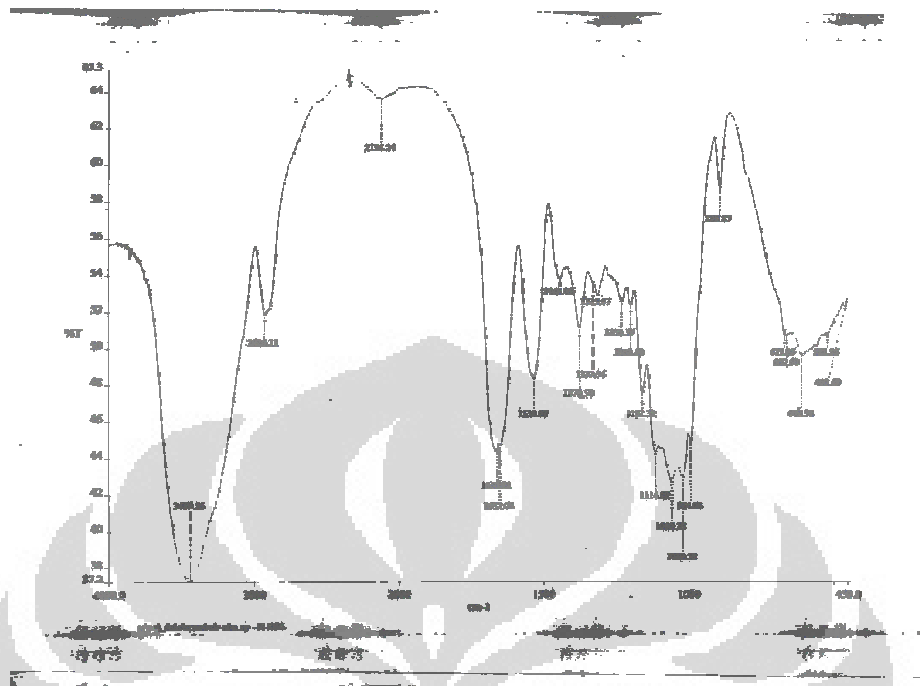
Spektrum Rayon-co-NBA-graft-GMA mengandung puncak serapan Rayon-co-NBA. Jika spektrum serapan Rayon-co-NBA-graft-PGMA dibandingkan dengan spektrum serapan Rayon-co-NBA, maka terlihat

munculnya puncak serapan baru pada daerah $1196,19 \text{ cm}^{-1}$. Puncak serapan tersebut menunjukkan adanya gugus epoksida pada serat rayon. Ini berarti bahwa monomer GMA telah tercangkok pada serat rayon.

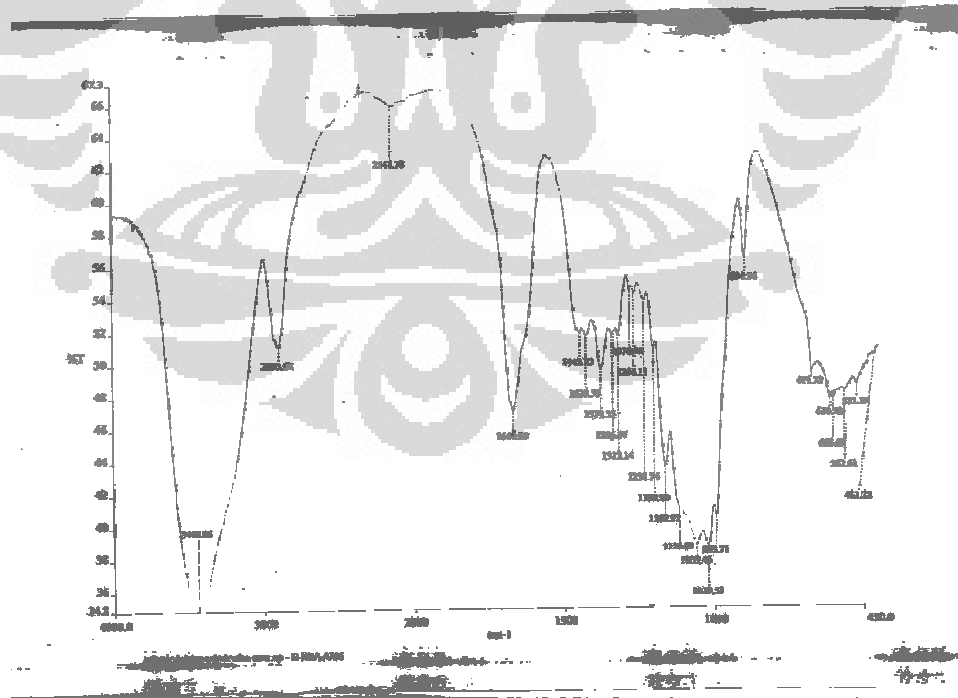
Apabila dibandingkan spektrum serapan Rayon-co-NBA-graft-(GMA-IDA) dengan spektrum serapan Rayon-co-NBA-graft-GMA, maka dapat dilihat hilangnya serapan pada panjang gelombang $1196,19 \text{ cm}^{-1}$ yang terdapat pada Rayon-co-NBA-graft-GMA. Hal ini menandakan hilangnya gugus epoksi dari GMA karena sudah bereaksi dengan IDA. Selain itu juga terdapat serapan baru pada $1404,12 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya gugus amina sekunder. Ini berarti bahwa monomer IDA telah berhasil bereaksi dengan GMA pada Rayon-co-NBA-graft-(GMA-IDA).



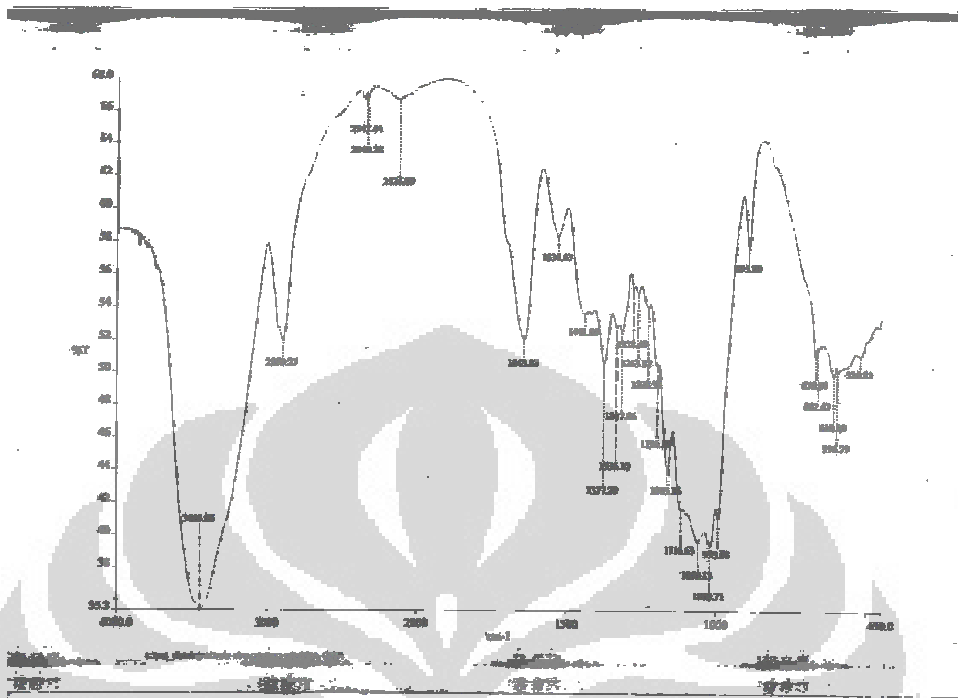
Gambar 4.8.1.(a) Spektrum Inframerah Serat Rayon Asli



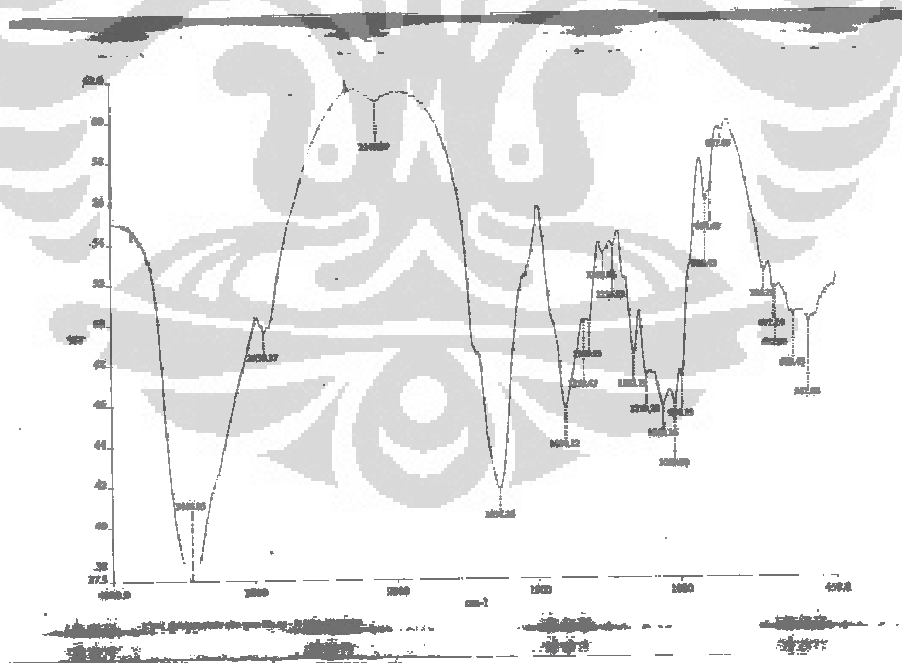
Gambar 4.8.1.(b) Spektrum Inframerah Serat Rayon-co-NBA



Gambar 4.8.3.(c) Spektrum Inframerah Serat Rayon-co-NBA-g-AAm



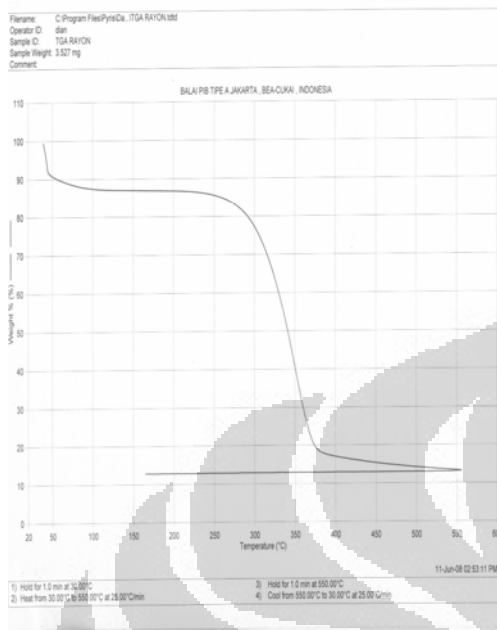
Gambar 4.8.1.(d) Spektrum Inframerah Serat Rayon-co-NBA-g-GMA



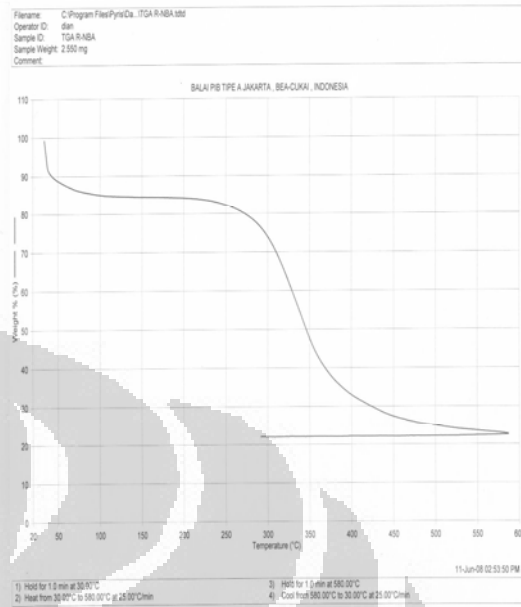
Gambar 4.8.1.(e) Spektrum Inframerah Serat Rayon-co-NBA-g-(GMA-IDA)

4.8.2. Analisis TGA

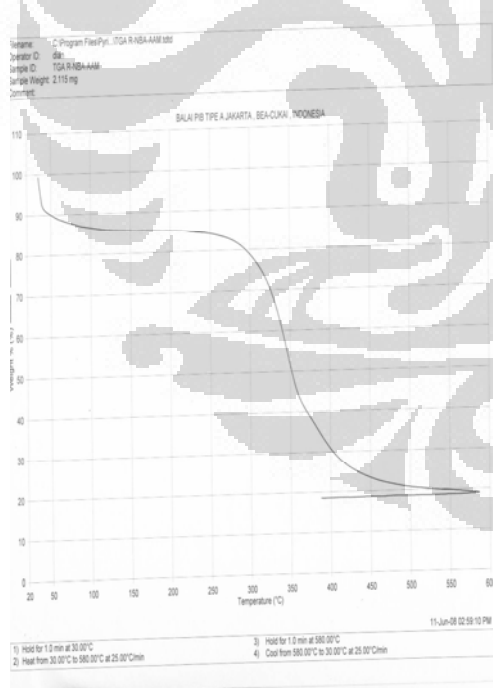
Analisis ini mengukur perubahan berat selama sampel dipanaskan. Pada TGA, perubahan berat menandakan adanya reaksi dekomposisi dari sampel. Seringkali selama pemanasan, suatu sampel mengalami dekomposisi berkali-kali. Data berhubungan dengan kurva kenaikan suhu sampel (sumbu x) dan perubahan berat (sumbu y). Dengan membandingkan Gambar 4.8.2.(a) dengan Gambar 4.8.2.(b), dapat dilihat bahwa berat akhir serat rayon asli lebih kecil daripada Serat Rayon-co-NBA. Ini menandakan bahwa serat rayon yang terikat silang NBA lebih tahan terhadap dekomposisi pada suhu tinggi. Pada Gambar 4.8.2.(c) yaitu Rayon-co-NBA-*graft*-AAM, berat akhir hasil dekomposisinya hampir sama dengan Rayon-co-NBA, sedangkan pada Gambar 4.8.2.(d) terlihat bahwa berat akhir sampel lebih sedikit disebabkan oleh adanya gugus epoksi yang tercangkok pada serat, dan gugus epoksi merupakan gugus yang sangat reaktif terhadap suhu yang tinggi. Kemudian pada Gambar 4.8.2.(e) terdapat perbaikan ketahanan serat terhadap dekomposisi pada suhu tinggi karena gugus epoksi yang sangat reaktif pada GMA telah bereaksi dengan IDA membentuk senyawa yang lebih stabil.



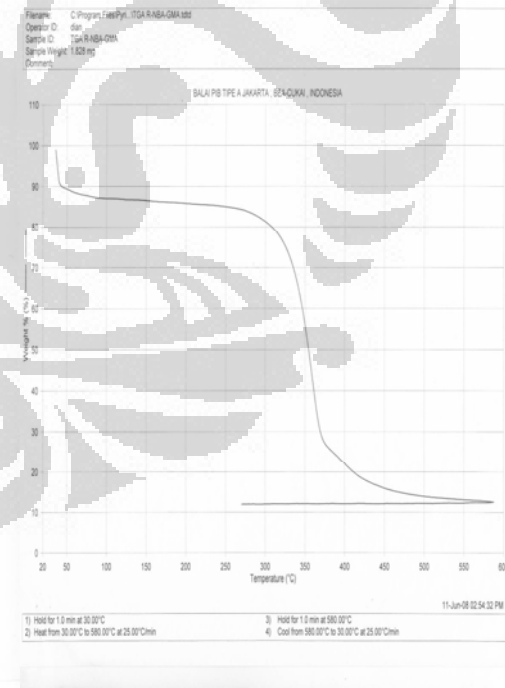
4.8.2.(a) TGA Serat Rayon Asli



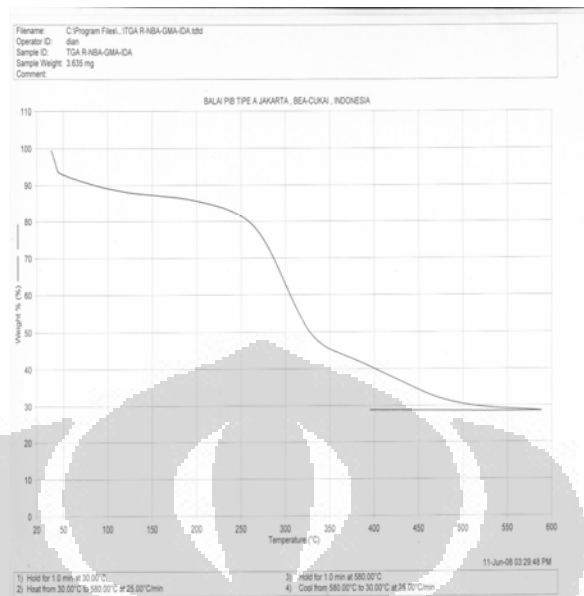
4.8.2.(b) TGA Serat Rayon-co-NBA



4.8.2.(c) TGA Rayon-co-NBA-g-AA



4.8.2.(d) TGA Rayon-co-NBA-g-GMA



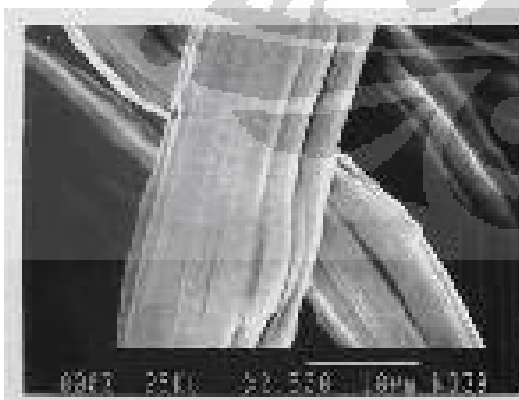
4.8.2.(e) TGA Rayon-co-NBA-g-(GMA-IDA)

4.8.3. Analisis SEM

Untuk melihat benda berukuran di bawah 200 nanometer, diperlukan mikroskop dengan panjang gelombang pendek. SEM bekerja berdasarkan prinsip *scan* sinar elektron pada permukaan sampel, yang selanjutnya informasi yang didapatkan diubah menjadi gambar. Imajinasi mudahnya gambar yang didapat mirip sebagaimana gambar pada televisi. Pada SEM, gambar dibuat berdasarkan deteksi elektron baru (elektron sekunder) atau elektron pantul yang muncul dari permukaan sampel ketika permukaan sampel tersebut *discan* dengan sinar elektron. Elektron sekunder atau elektron pantul yang terdeteksi selanjutnya diperkuat sinyalnya, kemudian besar amplitudonya ditampilkan dalam gradasi gelap-terang pada layar

monitor CRT (*cathode ray tube*). Di layar CRT inilah gambar struktur obyek yang sudah diperbesar bisa dilihat. Pada proses operasinya, SEM tidak memerlukan sampel yang ditipiskan, sehingga bisa digunakan untuk melihat obyek dari sudut pandang 3 dimensi²⁹.

Dengan perbesaran 2500 kali, dapat dilihat dengan jelas morfologi serat rayon asli dengan serat yang telah dimodifikasi. Pada Gambar 4.8.3.(a), permukaan serat rayon masih bersih karena belum dicangkokkan dengan monomer. Pada Gambar 4.8.3.(b), dapat dilihat serat rayon yang telah terikat silang dengan NBA. Sedangkan pada Gambar 4.8.3.(c), Gambar 4.8.3.(d), dan Gambar 4.8.3.(e), selain terdapat ikatan silang serat oleh NBA, juga terlihat permukaan serat rayon yang kasar (butiran-butiran yang menempel pada permukaan serat). Ini membuktikan bahwa monomer-monomer fungsional (AAm, GMA, dan GMA-IDA) telah tercangkok pada permukaan serat.



4.8.3.(a) SEM Serat Rayon Asli



4.8.3.(b) SEM Serat Rayon-co-NBA



4.8.3.(c) SEM Rayon-co-NBA-g-AAm 4.8.3.(d) SEM Rayon-co-NBA-g-GMA



4.8.3.(e) SEM Rayon-co-NBA-g-(GMA-IDA)

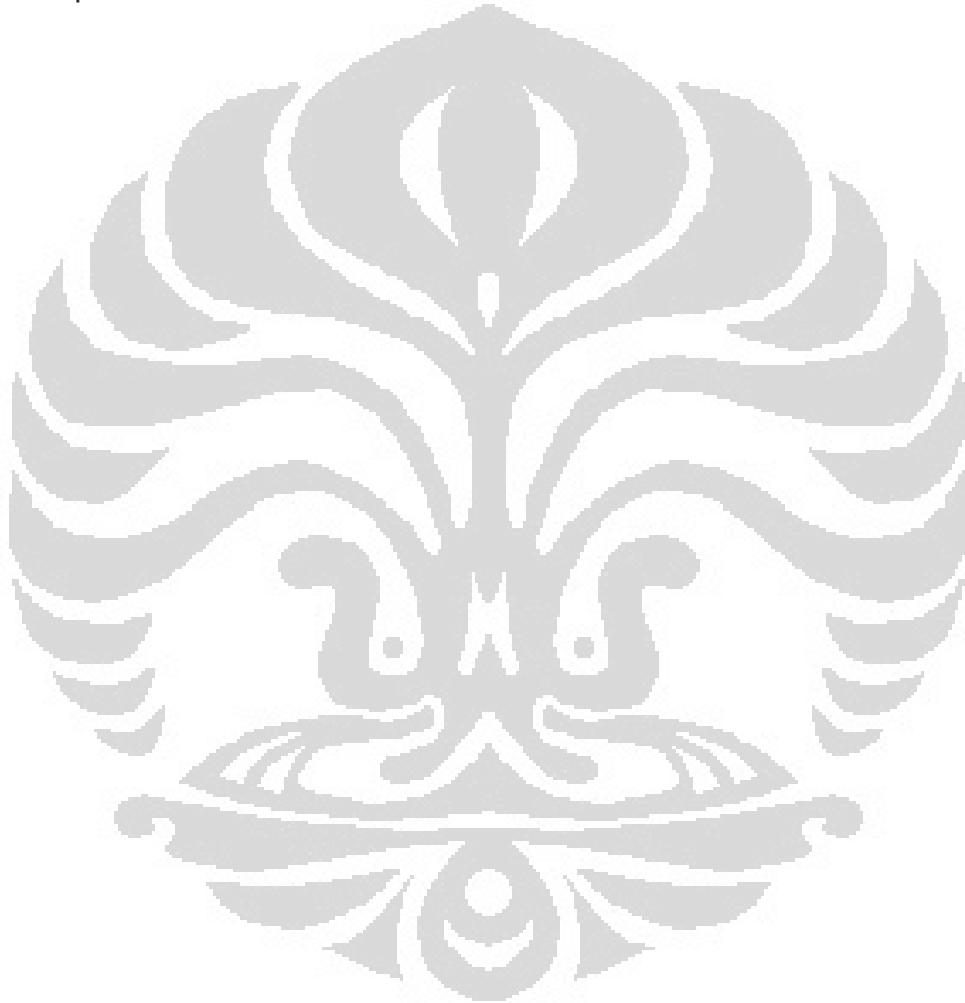
BAB V

KESIMPULAN

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan serat terikat silang yang memiliki ketahanan yang tinggi dalam kondisi asam dan basa melalui teknik ozonasi dalam udara. Serat terikat silang tersebut kemudian dicangkokkan kembali dengan monomer yaitu Akrilamida (AAM) dan Glisidil Metakrilat-Asam Iminodiasetat (GMA-IDA) yang memiliki gugus fungsi. Hasil dari percobaan ini adalah Serat Rayon-*co*-NBA, Serat Rayon-*co*-NBA-*graft*-AAM, Serat Rayon-*co*-NBA-*graft*-GMA, dan Serat Rayon-*co*-NBA-*graft*-(GMA-IDA). Kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini adalah:

1. Ozon dapat bereaksi dengan serat rayon membentuk gugus-gugus peroksida dan hidroperoksida. Gugus-gugus tersebut merupakan inisiator termal yang dapat menginisiasi reaksi kopolimerisasi *grafting* pada permukaan serat rayon.
2. Serat Rayon-*co*-NBA yang memiliki ketahanan serat yang paling tinggi didapatkan pada serat rayon yang diozonasi selama 2 jam dengan laju alir ozon 0,1 L/min dan konsentrasi monomer NBA sebanyak 5%.
3. Pada pencangkokkan monomer AAM, didapatkan bahwa semakin lama waktu ozonasi untuk pencangkokkan NBA menghasilkan serat terikat silang, maka kadar pencangkokkan AAM pada serat terikat silang tersebut menjadi berkurang.

4. Pada pencangkokkan GMA-IDA, didapatkan bahwa konsentrasi optimum yang bisa tercangkok pada serat terikat silang adalah sebesar 30% GMA. Pada suhu reaksi 60°C kadar pencangkokkan GMA-IDA lebih baik dibandingkan dengan suhu reaksi kopolimerisasi pada 50°C.




DAFTAR PUSTAKA

1. Egawa, H., Nonaka, T. 1985. *Studies on Selective Adsorption Resins: Preparation and Properties of Macroreticular Chelating Ion Exchange Resins Containing Phosphoric Acid*. J. Appl. Polym Sci. 30: 3239-3247.
2. Oscik, J. 1982. *Adsorption*. New York: John Wiley & Sons.
3. Salmon, J. E, PHD. F. R. I. C. 1959. *Ion Exchange-A Laboratory Manual*. New York: CRT Press, Lewis Publisher, Inc.
4. Marsentiani, Selva. 2002. *Pengaruh Gugus Amida Terhadap Sifat-Sifat Pertukaran Ion Serat Rayon Yang Dimodifikasi Dengan Gugus Karboksilat*. Depok: Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Indonesia.
5. Basuki, Fatmuanis. 2000. *Sintesis dan Karakterisasi Kopolimer Grafting Radiasi Asam Akrilat, Akrilamida, dan Campurannya Pada Serat Rayon Sebagai Penukar Ion*. Depok: Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Indonesia.
6. Karakisla, M, et al. 1998. *Grafting of Ethyl Acrylate onto Monofilament Polyester Fibers Using Benzoyl Peroxide*. J. Appl. Polym. Sci. 70: 1701-1705.

7. Suryana, M., 2004. *Pengaruh Agen Pengikat Silang Pada Proses Modifikasi Serat Rayon Dengan Asam Metakrilat*, FMIPA, Universitas Indonesia, Depok.
8. He, Chengcheng., Gu, Zhenya. 2003. *Studies on Acrylic Acid-Grafted Polyester Fabrics by Electron Beam Preirradiation Method. I. Effects of Process Parameters on Graft Ratio and Characterization of Grafting Products*. J. Appl. Polym. Sci. 89: 3931-3938.
9. Ginting, Irwan. S, Shin-ichi, K., Hitoshi, K, Takashi, K. 2002. *Photografting of Methacrylic Acid on Polyethylene Film; Effect of Mixed Solvents Consisting of Water and Organic Sovent*. J. Appl. Polym. Sci. 83: 2454-2461.
10. Istianah, Romlah. 2001. *Uji Aplikasi Grafting Serat Rayon-Akriolat (R-g-AA) dan Serat Rayon-Akriolamida (R-g-AAM) Sebagai Penukar Ion Dalam Kemampuannya Menyerap Logam Kromium*. Depok: Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Indonesia,.
11. Lansi, Dieni. 2004. *Resin Asam Fosfat Dari Serat Rayon Yang Dicangkok Dengan Poli(Glisidil Metakrilat), Sintesis dan Karakterisasi*. Depok: Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Indonesia.
12. Prabowo, N.K. 2007. *Modifikasi Serat Rayon Sebagai Adsorben Ion Logam Berat: Pencangkokan Metakrilamida dan Agen Pengikat Silang N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) Dengan Teknik Ozonasi*. Depok: Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Indonesia.

13. Jyo, A., Matsufune, S., Ono, H., Egawa, H. 1997. *Preparation of Phosphoric Acid Resin with Large Cation Exchange Capacities from Macroreticular Poly(Glycidyl Methacrylate-co-divinylbenzene) Beads and Their Behaviour in Uptake of Metal Ion*. J. Appl. Polym. Sci. 63: 1327-1334.
14. <http://www.fibersource.com/f-tutor/cellulose.htm>
15. <http://www.chemistryland.com/ElementarySchool/BuildingBlocks/BuildingOrganic.htm>
16. pscl.ws/macrog/copoly.htm
17. Crowd, M.A. 1991. *Kimia Polimer*. Trans. Dr. Ir. Harry Firman. Bandung: Institut Teknologi Bandung.
18. El. Sayed. M., Abdel-Bary., and El-Nesr. M., 1996. *Characterization and Application of Grafted Acrylamide Onto LDPE, EVA, and LDPE/EVA Film Using Gamma Radiation*. Radiant. Phys. Chem, Vol.48, No. 5. p. 689-693.
19. Jenkins, David W., Samuel M. Hudson. 2001. *Review of Vinyl Graft Copolymerization featuring Recent Advances toward Controlled Radical-based Reactions and Illustrated with Chitin/Chitosan Trunk Polimers*. American Chemical Society Journal. Chem. Rev..vol. 101: 3245-3273.
20. Hellborn, S.I., 1965. *Thrope's Dictionary of Applied Chemistry: Ozone*, Forth Edition, vol. IX, New Impression, Longman, 192-197.

21. Rice, R.G., M.E. Browning, 1981. *Ozone Treatment of Industrial waste Water*, Pollution Technology Review no. 84, Noyes Data Corporation, p.14-38.
22. Dasgupta, S. 1990. *Surface Modification of Polyolefins for Hydrophilicity and Dondability : Ozonization and Grafting Hydrophilic Monomer on Ozonized Polyolefins*. Journal of Applied Polymer Science, Vol. 41, p.223-248.
23. Stevens, M.P. 2001. *Kimia Polimer*. Trans. Dr. Ir. Iis Sopyan, M. Eng. Jakarta: Pradnya Paramita.
24. employees.csbsju.edu/.../acrylamide.gif
25. <http://en.wikipedia.org/wiki/Epoxide>
26. www.dow.com/functionalmonomers/prod/funct.htm
27. <http://chemicaland21.com/specialtychem/finechem/IMINODIACETIC%20ACID.htm>
28. Roy, A.K., Bag, S.C., Basak, M.K., dan Sen, S.K. 1992. *Infrared Spectra of Jute Stick Treated with white-rot Fungus*. J. Appl Polym Sci. 44: 1607-1613.
29. [http://www.beritaiptek.com/zberita-beritaiptek-2006-04-05-Mikroskop-dan-Teknologi-Nano-\(1\).shtml](http://www.beritaiptek.com/zberita-beritaiptek-2006-04-05-Mikroskop-dan-Teknologi-Nano-(1).shtml)
30. <http://202.185.33.70/instrimen/TGA-SB.PDF>
31. Day, R.A. Jr., and A.L. 1996. *Underwood. Analisis Kimia Kuantitatif*. Edisi ke-5. Terj, Aloysius Hadyana P., Ph. D. Bandung: Penerbit Erlangga. Halaman 303-304.

- 
32. Dasgupta, S. 1990. *Surface Modification of Polyolefins for Hydrophilicity and Dondability : Ozonization and Grafting Hydrophilic Monomer on Ozonized Polyolefins*. Journal of Applied Polymer Science, Vol. 41, p.223-248.
33. Chapiro, A.M., 1962. *Radiation Chemistry of Polymeric Systems*. New York: John Wiley & Sons.
34. Saefumillah, A. 1999. *Membran Penukar Ion: Sintesis dan Karakterisasi Kopolimer Cangkok Asam Akrilat pada Film Polietilen Kerapatan Rendah (LDPE) dengan Menggunakan Metode Ozonosasi*. Depok: Tesis Magister Sains Ilmu Kimia, UI.
35. Ma, Z.Y., Guan, Y.P., Liu, X.Q. 2005. *Synthesis of Magnetic Chelator for High-Capacity Immobilized Metal Affinity Adsorption of Protein by Cerium Initiated Graft Polymerization*. Langmuir, 21, 6987-6994. American Chemical Society.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Spesifikasi serat rayon

Produk P.T. INDO-BHARAT RAYON

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

TECHNICAL SPECIFICATION

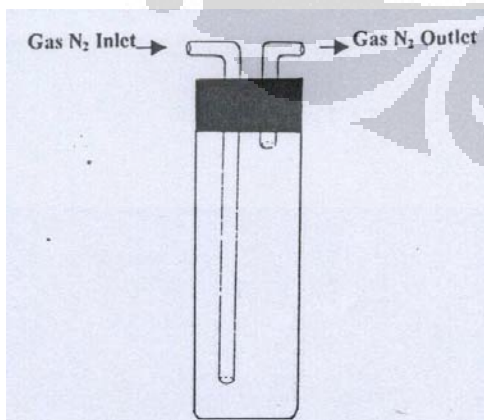
VISCOSE RAYON STAPLE FIBRE (REGULAR QUALITY)

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

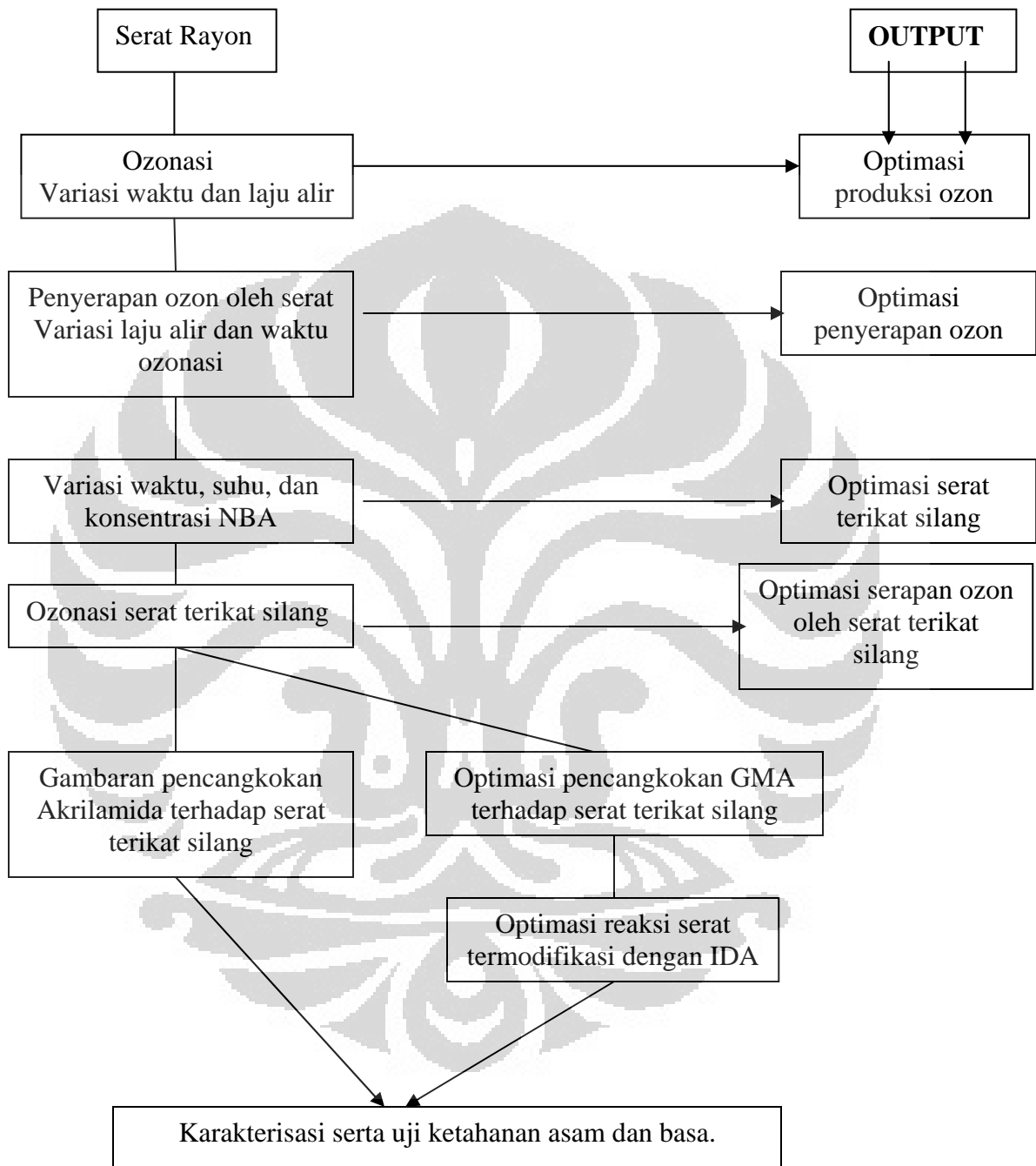
Lampiran 2. Peralatan percangkokkan



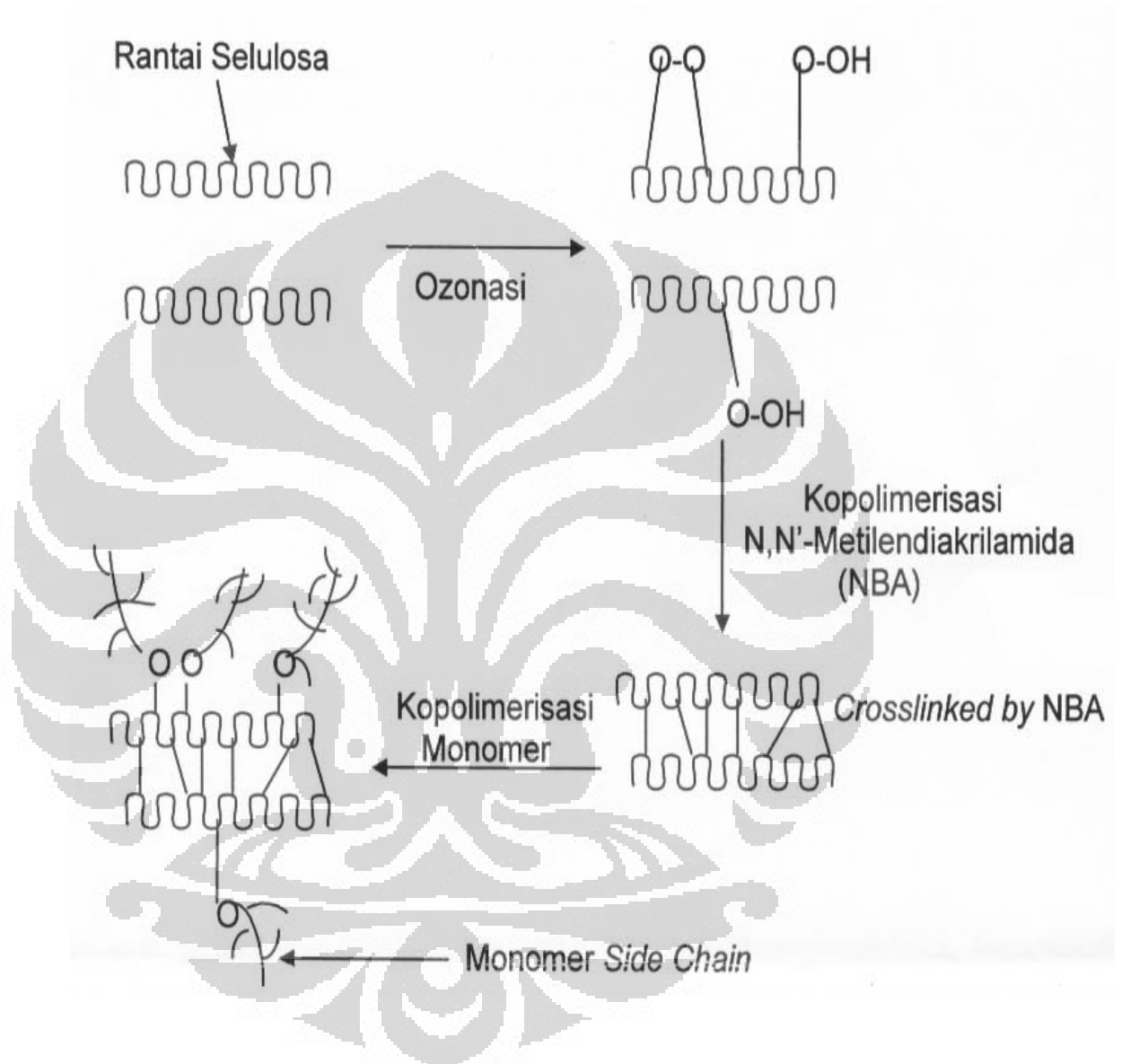
Tabung impinger digunakan pada saat ozonasi serat rayon dan reaksi kopolimerisasi cangkok.



Lampiran 3. Sistematika Kerja



Lampiran 4. Gambaran reaksi pencangkokkan



Lampiran 5. Tabel Hubungan Antara *Flow Rate* Ozon dan Lama Ozonasi Terhadap Berat O₃ Total

Lama Ozonasi (min)	Laju Alir (L/min)	V Thiosulfat rata-rata	Berat O3 Total	Berat O3 Teoritis	% Efisiensi Pembentukan Ozon
30	0.1	10.98	0.1235	0.125	98.80
	0.5	10.99	0.12354		98.83
	1	10.989	0.12351		98.81
60	0.1	21.962	0.24684	0.25	98.74
	0.5	21.954	0.24675		98.70
	1	21.954	0.24675		98.70
120	0.1	43.903	0.4935	0.5	98.70
	0.5	43.903	0.4935		98.70
	1	43.89	0.4933		98.66

(Molaritas thiosulfat 0.478 M)

Dengan membandingkan berat ozon yang didapat melalui titrasi iodometri dengan berat ozon teoritisnya maka didapatkan % Efisiensi pembentukan ozon, contoh perhitungan:

Pada label di alat tertera kapasitas pengeluaran ozon 0.25 gram O₃/jam, pada selang waktu 30 menit, secara teori jumlah ozon yang dikeluarkan alat 0.125 gram. Melalui titrasi iodometri diketahui bahwa alat mengeluarkan 0.1200 gram ozon dengan selang waktu 30 menit, maka

$$\%E = \frac{0.1200 \text{ gram ozon}}{0.1250 \text{ gram ozon}} \times 100\% = 96.00\%$$

Lampiran 6. Tabel Hubungan Antara *Flow Rate* Ozon dan Lama Ozonasi Terhadap Berat O₃ yang Diserap

Jumlah Ozon yang Diserap (gram)	Flow Rate (L/min)	
	0.1	0.5
Lama Ozonasi (min)		
30	0.080	0.063
60	0.0889	0.076
90	0.092	0.080
120	0.1078	0.092

Lampiran 7. Tabel Homogenitas Ozonasi

Skala F R (L/min)	[NBA] (%)	Suhu (°C)	t Ozonasi	% G NBA
0.1	5	70	2 jam	132.02
				130.81
				128.25
				129.16
				132.65
				136.01
				134.51
				129.89
				133.57
				132.67
				130.52
				129.87
				132.41
				132.95
131.82				
134.72				

Lampiran 8. Tabel Hubungan Antara Konsentrasi dan %G yang Divariasikan Pada 1, 3, 5, dan 7% (%w/v) NBA

Konsentrasi NBA (%)	% G NBA
1	119.71
3	136.72
5	165.96
7	145.01

Lampiran 9. Tabel Hubungan Antara Laju Alir (*Flow Rate*) Ozon dan Konsentrasi NBA Terhadap %G

% G NBA	Konsentrasi NBA (%)		
	1	3	5
Laju Alir (L/min)			
0.1	115.62	124.53	127.30
0.5	114.16	124.12	126.72
1.0	113.81	123.24	126.11

Lampiran 10. Tabel Hubungan Antara Suhu dan Konsentrasi NBA Terhadap %G. Waktu ozonasi yang digunakan adalah selama 1 jam.

% G NBA	Konsentrasi NBA (%)	
Suhu (°C)	3	5
50	103.75	110.03
60	104.12	112.98
70	107.33	120.11
80	109.91	127.50
90	111.64	140.72

Lampiran 11. Tabel Hubungan Antara Suhu dan Konsentrasi NBA Terhadap %G. Waktu ozonasi yang digunakan adalah selama 2 jam.

% G NBA	Konsentrasi NBA (%)		
Suhu (°C)	1	3	5
50	110.91	115.90	109.19
60	112.94	114.13	112.79
70	113.66	123.53	126.29
80	127.04	134.27	128.75
90	130.67	142.27	142.20

Lampiran 12. Tabel Ketahanan Serat Terhadap Asam (HCl 2 N). Hubungan Antara Suhu Reaksi dan Konsentrasi NBA Terhadap Ketahanan Serat. dengan Waktu Ozonasi Selama 2 Jam.

% Penurunan Berat	Konsentrasi NBA (%)		
Suhu (°C)	0 (blanko)	3	5
50		10.64	10.04
60		10.05	9.79
70		8.20	7.48
80		6.98	6.22
90		6.26	5.79
Ruang	10.37		

Lampiran 13. Tabel Ketahanan Serat Terhadap Asam (HCl 2 N). Hubungan Antara Suhu Reaksi dan Konsentrasi NBA Terhadap Ketahanan Serat. dengan Waktu Ozonasi Selama 1 Jam.

% Penurunan Berat	Konsentrasi NBA (%)		
Suhu (°C)	0 (blanko)	3	5
50		11.63	11.10
60		11.00	10.77
70		8.52	8.15
80		8.00	7.47
90		7.77	7.05
Ruang	10.37		

Lampiran 14. Tabel Ketahanan Serat Terhadap Basa (NaOH 2 N). Hubungan Antara Suhu Reaksi dan Konsentrasi NBA Terhadap Ketahanan Serat. dengan Waktu Ozonasi Selama 2 Jam.

% Penurunan Berat	Konsentrasi NBA (%)		
Suhu (°C)	0 (blanko)	3	5
50		15.83	14.31
60		15.14	13.35
70		9.50	8.80
80		8.62	7.38
90		7.01	6.65
Ruang	17.14		

Lampiran 15. Tabel Ketahanan Serat Terhadap Basa (NaOH 2 N). Hubungan Antara Suhu Reaksi dan Konsentrasi NBA Terhadap Ketahanan Serat. dengan Waktu Ozonasi Selama 1 Jam.

% Penurunan Berat	Konsentrasi NBA (%)		
Suhu (°C)	0 (blanko)	3	5
50		16.23	15.48
60		15.84	14.45
70		9.98	9.30
80		9.42	8.77
90		8.83	7.79
Ruang	17.14		

Lampiran 16. Tabel Kadar Pencangkokkan Glisidil Metakrilat (GMA) Pada Serat Terikat Silang dengan Suhu Reaksi 50°C.

[GMA] (%)	% G GMA
10	103.16
20	105.24
30	135.59
40	116.89

Lampiran 17. Tabel Kadar Pencangkokkan Glisidil Metakrilat (GMA) Pada Serat Terikat Silang dengan Suhu Reaksi 60°C.

[GMA] (%)	% G GMA
10	106.16
20	108.54
30	140.51
40	121.73

Lampiran 18. Tabel Kadar Pencangkokkan Asam Iminodiasetat (IDA) Pada Serat Termodifikasi Glisidil Metakrilat (GMA) dengan Suhu Reaksi 50°C.

[GMA] : [IDA]	% G IDA
1	100.05
2	102.85
3	128.70
4	111.16

Lampiran 19. Tabel Kadar Pencangkokkan Asam Iminodiasetat (IDA) Pada Serat Termodifikasi Glisidil Metakrilat (GMA) dengan Suhu Reaksi 60°C.

[GMA] : [IDA]	% G IDA
1	103.11
2	105.22
3	134.85
4	115.71