

PROTOTYPE PRODUK POLIMER IRADIASI

**Meri Suhartini, Darmawan Darwis, Gatot Trimulyadi Rekso,
Ambyah Suliwarno**



**PUSAT APLIKASI ISOTOP DAN RADIASI
BADAN TENAGA NUKLIR NASIONAL
2017**

LAPORAN TEKNIS 2016

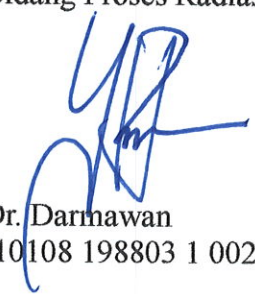
57/AIR 4/OT 02 02/01/2017

PROTOTIPE PRODUK POLIMER IRADIASI

Meri Suhartini, Darmawan Darwis, Gatot Trimulyadi Rekso,
Ambyah Suliwarno

Mengetahui/Menyetujui

Kepala Bidang Proses Radiasi


Dr. Darmawan
NIP. 1910108 198803 1 002

Kepala Pusat Aplikasi Isotop dan Radiasi


Totti Tjiptosumirat
NIP. 19630830 198803 1 002

PROTOTYPE PRODUK POLIMER IRADIASI (Terdiri dari 5 Data Riset)

1. DATA APLIKASI ADSORBEN ION LOGAM BERAT TOKSIK DARI SELULOSA- *GLYCIDYL METHACRYLATE* (GMA)

ABSTRAK

DATA APLIKASI ADSORBEN ION LOGAM BERAT TOKSIK DARI SELULOSA- *GLYCIDYL METHACRYLATE* (GMA). . Adsorben telah dikembangkan untuk mengatasi pencemaran logam berat. Dalam penelitian ini, adsorben merupakan selulosa yang dimodifikasi dengan metode pencangkakan dan penambahan gugus fungsi. Monomer Glisidil metakrilat (GMA) dicangkakkan melalui proses pra iradiasi pada selulosa yang diiradiasi menggunakan berkas elektron dengan dosis radiasi 40 kGy. Sampel selanjutnya dimodifikasi dengan etilendiamin (selulosa glisidil metakrilat-etilendiamin atau SG-E). Keberhasilan dalam mensintesis kopolimer SG-E dapat dilihat dari perubahan gugus fungsi pada spektra FTIR, pengujian TGA dan SEM. Hasil tertinggi prosentase pencangkakan adalah 266% dengan konsentrasi GMA 20%. Kondisi optimum sintesis SG-E berada pada 80°C selama 5 jam dengan konsentrasi etilendiamin 2 N memiliki konversi 12,41%. Hasil sintesis SG-E pada kondisi optimum adalah 2,05 mmol EDA/g. Kondisi proses penjerapan optimum dicapai pada pH 4 dan waktu kontak 150 menit. Proses adsorpsi isoterm langmuir memiliki nilai regresi sebesar 0,98. Adsorpsi kinetik mengikuti laju reaksi orde 1. Modifikasi selulosa melalui pencangkakan dengan GMA dengan gugus etilendiamin dapat memicu penjerapan ion logam.

Kata kunci: selulosa, pencangkakan, Glisidil metakrilat, etilendiamin, penjerap ion logam.

PENDAHULUAN

Logam berat adalah suatu unsur yang memiliki berat molekul tinggi. Logam berat sangat berbahaya bagi lingkungan yang dapat berdampak buruk pada kesehatan manusia. Contoh logam berat yang bersifat toksik adalah Timbal (Pb), Besi (Fe), Chromium (Cr), Nikel (Ni), Merkuri (Hg), Tembaga (Cu) dan Cadmium (Cd). Sumber-sumber logam berat dapat berasal dari komponen alami air, limbah industri, dan makanan. Logam berat dalam tubuh yang tidak diperlukan akan sebagian dibuang dan sebagian akan terakumulasi di bagian tubuh tertentu. Logam berat yang mengkontaminasi tubuh akan membuat daya tahan tubuh menjadi lemas dan mudah terserang penyakit. Kelebihan konsumsi logam berat dalam tubuh dapat menyebabkan iritasi pada usus, nyeri otot, anemia, perubahan warna gigi, anosmia dan kemungkinan perubahan nekrotik pada hati dan ginjal [1].

Beberapa metode seperti pengendapan, ekstraksi larutan, penyaringan ultra, pertukaran ion dan adsorpsi merupakan cara yang dilakukan untuk mengatasi pencemaran logam berat [2-3]. Dari beberapa metode tersebut, adsorpsi merupakan metode yang paling efektif terutama untuk limbah dengan konsentrasi sedang dan rendah. Adsorben konvensional seperti resin penukar kation sintetis pada umumnya tak terbarukan dan *non-biodegradable*. Adsorben alami seperti selulosa bersifat terbarukan, *biodegradable*, tersedia dalam jumlah besar di alam dan bahan mentah dengan biaya murah untuk penggunaannya dalam berbagai polimer fungsional. Namun, pengaplikasian selulosa sebagai pengkelat atau adsorben logam berat kurang memuaskan sehingga selulosa perlu dimodifikasi dengan diberi perlakuan secara kimia

maupun fisika. Selulosa yang dimodifikasi memiliki kemampuan mengikat logam yang lebih baik dengan adanya gugus fungsional baru [4]. Selain itu, penelitian lain tentang penggunaan selulosa sebagai superadsorbent yang ramah lingkungan pun sudah dilakukan oleh sebagian besar peneliti [5].

Modifikasi selulosa dapat dilakukan dengan berbagai metode, salah satunya yaitu pencangkakan. Pencangkakan merupakan teknik menjanjikan untuk menggabungkan selulosa sebagai matriks dengan polimer sintetik dengan gugus fungsi tertentu. Selulosa akan menjadi *backbone* sebagai tempat rantai samping polimer akan menempel. Menurut Cunha dan Gandini, sifat hidrofobik merupakan sifat kopolimer berbasis selulosa yang paling diminati, dibuktikan dengan meningkatnya jumlah studi pada bidang ini.

Glycidyl Methacrylate (GMA) merupakan monomer yang paling diminati karena memiliki gugus vinyl dan gugus epoksi yang sangat reaktif. Gugus vinyl dapat berikatan dengan selulosa sedangkan gugus epoksi tersebut berperan sebagai tangan yang akan berikatan dengan gugus fungsional lainnya. Cincin epoksida akan terbuka dan membentuk gugus fungsi baru untuk pembentukan kelat dengan logam. Studi sintesis dan adsorpsi logam Cr(IV) telah diteliti dengan menggunakan gugus fungsi amonium pada nanokomposit magnetik selulosa [6]. Selain itu, penelitian tentang pencangkakan GMA pada *water hyacinth fiber* dimodifikasi dengan gugus amina untuk menyerap logam Pb^{2+} , Cu^{2+} dan Cr^{3+} .

Etilendiamina (EDA) merupakan ligan dengan gugus amina yang dapat digunakan sebagai pengkelat ion logam. Namun, dibutuhkan GMA untuk memodifikasi selulosa dengan EDA karena EDA tidak dapat dicangkakkan langsung pada selulosa. Hasil kopolimerisasi ini diharapkan mampu menjadi adsorben yang memiliki daya serap tinggi terhadap ion logam berat yang berpotensi sebagai bahan pencemar.

Pada studi ini, akan digunakan metode kopolimerisasi cangkak untuk menggabungkan selulosa dan GMA dengan cara prairadiasi dalam kondisi inert. Kemudian selulosa-GMA akan dikontakkan dengan gugus fungsional EDA yang akan diaplikasikan untuk menyerap logam berat Pb. Hasil modifikasi akan dikarakterisasi menggunakan FT-IR, TGA. Sedangkan untuk menganalisis hasil adsorpsi ion logam oleh adsorben digunakan instrumen SSA.

METODE PERCOBAAN

Bahan dan Alat

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian yaitu Selulosa dari Jerami padi (PAIR BATAN), Glycidyl Methacrylate (GMA), Etilendiamin (EDA) 15M, Metanol teknis, $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$, NaOH p.a (E-Merck), HCl 37% (E-Merck), Surfaktan TWEEN 20, Aquades, HNO_3 (E-Merck), Kertas saring 0,45 μm (E-Merck).

Peralatan yang digunakan dalam penelitian antara lain Mesin Berkas Elektron 2 MeV untuk iradiasi selulosa, wadah untuk reaksi pencangkakan berdiameter 3 cm, tinggi 13 cm dengan sumbat karet yang memiliki dua selang untuk masuknya aliran gas N_2 dan keluarnya udara, pemanas air dengan *thermocouple* sebagai pengatur suhu pencangkakan, tabung gas nitrogen, selang untuk mengalirkan gas nitrogen, termometer, statip, Spektrometer IR Prestige 21 Shimadzu untuk *screening* gugus fungsi, DTG-60 AH Shimadzu, AAS Shimadzu AA 6800 untuk menganalisa konsentrasi ion logam, SEM tipe evo MA 10 Zeiss untuk mengamati struktur mikro, peralatan gelas (beaker glass, pipet ukur, Labu ukur) perkin elmer, pH-meter, Oven dan *shaker*.

Tata Kerja

1. Proses pencangkokan monomer GMA pada Selulosa dengan metode prairadiasi

Sampel selulosa diradiasi dengan berkas elektron dengan dosis radiasi 40 kGy menggunakan mesin berkas elektron 2 MeV PAIR BATAN. Selanjutnya untuk proses pencangkokkan, menyiapkan larutan GMA 5% dengan pelarut yang berbeda yaitu metanol:air (4:1) dan air ditambahkan 5 % TWEEN20. Optimasi pencangkokkan monomer GMA pada selulosa dilakukan dengan mencelupkan selulosa yang telah diiradiasi ke dalam larutan GMA dengan variasi konsentrasi 5%, 15%, 20% dan 25% pada suhu 60°C selama 4 jam sambil dialirkan gas nitrogen. Kemudian selulosa tercangkok GMA (SG) dicuci dengan aquades panas dan direndam dalam larutan metanol selama 40 menit untuk melarutkan homopolimer dan monomer GMA yang tersisa. Kemudian SG dibilas dengan aquades sampai filtrat tidak berwarna. Setelah itu, SG dikeringkan dalam oven dan ditimbang hingga mencapai berat konstan. Hasil prosentase pencangkokkan dihitung menggunakan rumus umum sebagai berikut:

$$\%G = \frac{W-W_0}{W_0} \times 100\% \quad (9)$$

Keterangan :

- %G = prosentase *grafting*
- W = massa selulosa terikat silang
- W₀ = massa selulosa awal

2. Optimasi modifikasi SG dengan etilendiamin

80 mg SG dicelupkan dalam 5 mL larutan etilendiamin. Kemudian SG diaduk dan dipanaskan pada berbagai suhu yang berbeda selama waktu tertentu. Selulosa dicuci dengan aquades kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C hingga diperoleh bobot konstan.

3. Karakterisasi hasil dengan TGA dan FTIR

4. Uji Ketahanan terhadap Asam

Sampel selulosa dan SG dengan berbagai prosentase pencangkokkan direndam dalam larutan HCl 2N selama tiga hari, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 50°C. Kemudian berat akhir ditimbang hingga diperoleh berat konstan.

(10)

5. Derajat Pengembangan

Sampel selulosa dan SG dengan berbagai prosentase pencangkokkan direndam dalam 20 mL aquades selama 1, 5, 10, 15, 20, 30, 40, 60, 90 dan 120 menit kemudian mengeluarkan sampel dari larutan, dikeringkan dan ditimbang.

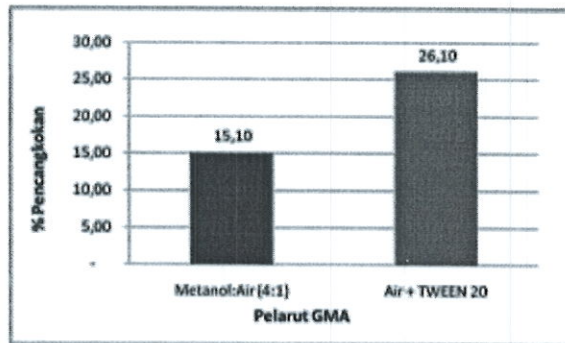
6. Adsorpsi ion logam Pb

Percobaan adsorpsi ion logam Pb dilakukan pada berbagai variasi konsentrasi awal ion logam Pb, waktu kontak dan pH yang berbeda. 60 mg adsorben SG-E direndam dalam larutan ion logam Pb dengan variasi konsentrasi yaitu 1, 3, 5, 7, 10, 15 dan 20 ppm dalam wadah erlenmeyer. Kemudian erlenmeyer diletakkan di atas pengaduk goyang (*shaker*) pada 100 rpm dengan waktu kontak 150 menit pada suhu ruang. Selanjutnya, sampel disaring menggunakan kertas saring dan diambil filtratnya. Setelah itu, filtrat dianalisis menggunakan instrumen SSA untuk mengetahui konsentrasi akhir ion logam Pb dalam larutan. Variasi waktu kontak dilakukan dengan konsentrasi optimum dan pH 3 selama 60 – 150 menit. Untuk variasi pH dilakukan dengan konsentrasi dan waktu optimum dengan rentang pH 3 – 7.

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Hasil Pencangkokan GMA pada Selulosa

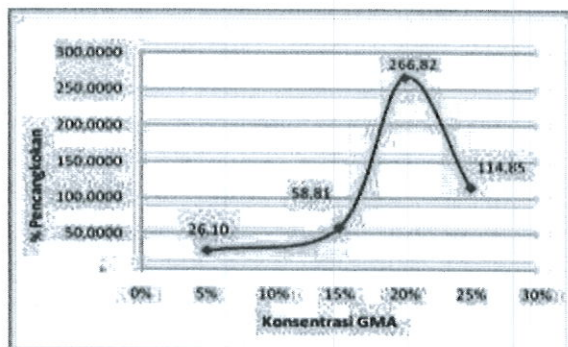
Variasi pelarut GMA bertujuan untuk mencari pelarut yang baik agar prosentase pencangkokan optimum.



Gambar 1. Hasil pencangkokan SG dengan pelarut GMA yang berbeda

Berdasarkan Gambar 1 dapat terlihat bahwa prosentase hasil pencangkokan dengan GMA menggunakan pelarut air dan surfaktan TWEEN 20 lebih tinggi dibandingkan dengan pelarut metanol:air dengan perbandingan 4:1. Hasil prosentase pencangkokkan GMA pada selulosa dengan pelarut metanol:air yaitu 15,10 % sedangkan dengan pelarut air ditambahkan surfaktan TWEEN 20 yaitu 26,10 %.

Berdasarkan Gambar 2 semakin tinggi konsentrasi GMA maka hasil prosentase pencangkokan meningkat. Hasil prosentase pencangkokan tertinggi diperoleh pada konsentrasi GMA 20% yaitu 266%. Hal tersebut terjadi karena pada konsentrasi reaktan yang tinggi maka akan semakin banyak molekul GMA yang bereaksi dengan selulosa sehingga jumlah produk yang dihasilkan akan semakin banyak, hal ini sesuai dengan reaksi kimia pada umumnya [7].

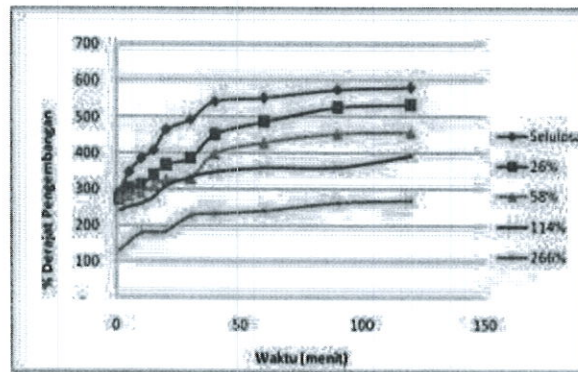


Gambar 2. Hasil prosentase pencangkokkan GMA pada selulosa dengan variasi Konsentrasi GMA

Pada konsentrasi GMA 25 % hasil pencangkokkan mengalami penurunan dengan hasil prosentase pencangkokkan sebesar 114,85% disebabkan konsentrasi GMA yang tinggi memungkinkan terjadinya homopolimerisasi sehingga jumlah GMA yang berinteraksi dengan selulosa akan menurun. Selain itu, viskositas larutan menjadi bertambah sehingga pengembangan selulosa akan berkurang dan difusi GMA pada selulosa menjadi lebih sedikit.

2. Derajat Pengembangan

Derajat pengembangan merupakan suatu ukuran banyaknya molekul air yang dapat masuk ke suatu sampel. Penjerapan air dapat dipengaruhi oleh gugus fungsi bebas yang terdapat pada sampel yaitu gugus hidroksil pada selulosa.

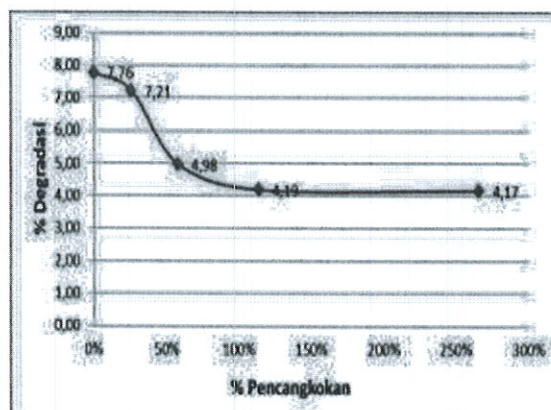


Gambar 3. Derajat Pengembangan

Pada Gambar 3 terlihat bahwa semakin besar prosentase pencangkakan nilai prosentase derajat pengembangan semakin menurun. Hal ini disebabkan gugus hidroksil berkurang karena GMA terikat pada gugus hidroksil di C-6 selulosa. Hal tersebut menyebabkan penjerapan air oleh selulosa tercangkok GMA berkurang. Pada Gambar 3 terlihat bahwa hasil derajat pengembangan mulai mencapai kesetimbangan pada waktu 40 menit. Hasil derajat pengembangan tertinggi diperoleh prosentase pencangkokkan 26 % yaitu 453% derajat pengembangan.

3. Uji Ketahanan Asam

Pada Gambar 4 dapat diperoleh informasi sbahwa setelah direndam dalam HCl, selulosa mengalami kehilangan berat atau prosentase degradasi sebesar 7,761%. Sedangkan selulosa tercangkok dengan prosentase pencangkokkan yang berbeda memiliki prosentase degradasi yang lebih rendah.

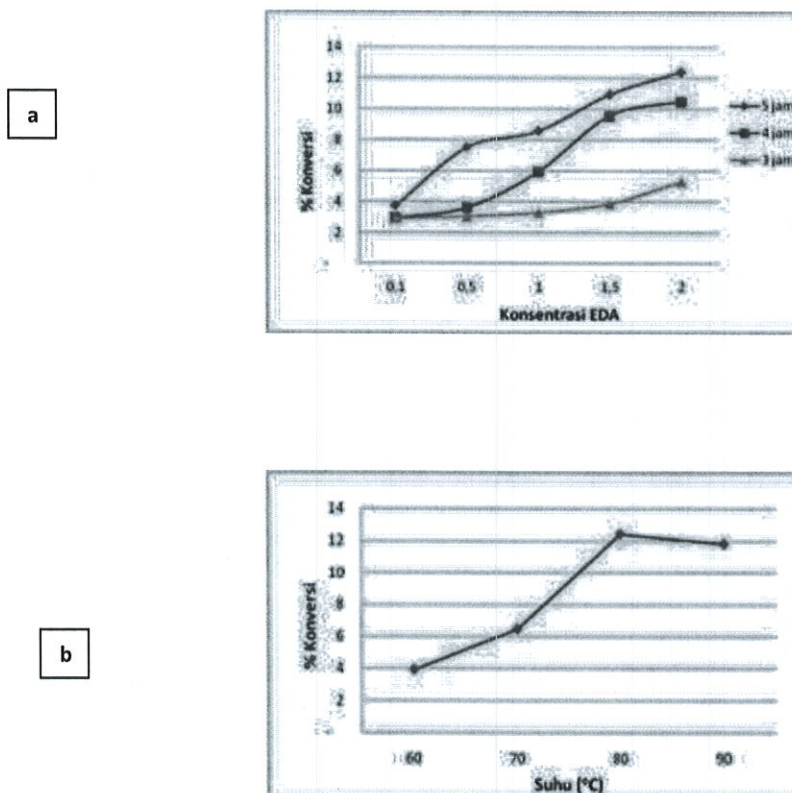


Gambar 4. Pengaruh prosentase pencangkakan terhadap prosentase degradasi

Dengan kata lain, semakin tinggi prosentase pencangkokan menyebabkan nilai prosentase degradasi semakin turun Degradasi selulosa oleh asam terjadi pada ikatan β -1,4-glikosida yaitu merupakan reaksi hidrolisis yang akan membentuk monomer D-glukosa karena ikatan asetal tidak stabil dalam kondisi asam.[6] Pada selulosa tercangkok, asam berinteraksi terlebih dahulu dengan GMA sehingga menghalangi penyerangan terhadap ikatan β -1,4-glikosida. Hal ini membuat selulosa tercangkok lebih tahan terhadap asam dibandingkan dengan selulosa murni.

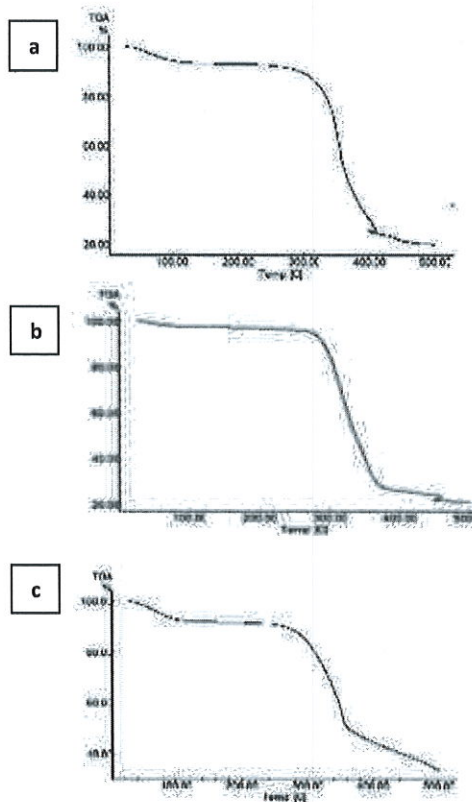
4. Optimasi modifikasi SG dengan Etilendiamin

Berdasarkan Gambar 5 (a) dapat disimpulkan bahwa dengan bertambahnya waktu reaksi maka prosentase konversi semakin meningkat yang menandakan bahwa jumlah mmol EDA yang bereaksi dengan cincin epoksi pada GMA bertambah. Hal ini dikarenakan semakin lama waktu reaksi maka peluang gugus amina untuk bereaksi dengan cincin epoksi GMA akan meningkat.



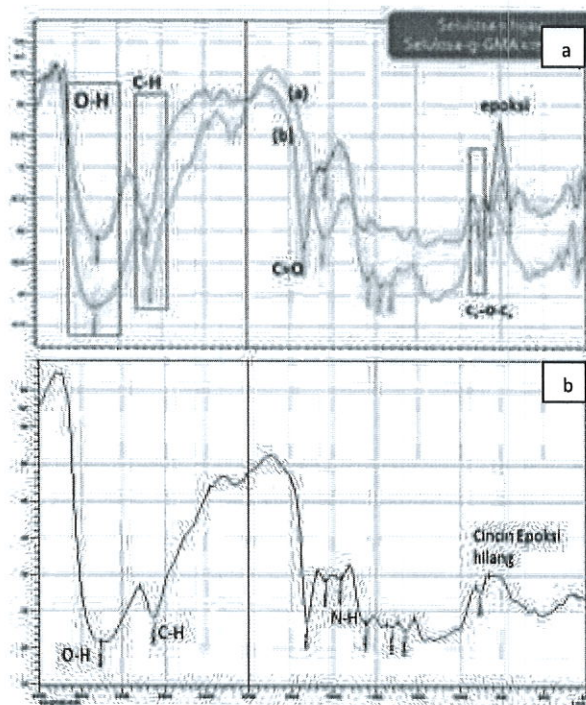
Gambar 5. (a) Pengaruh Konsentrasi dan Waktu terhadap prosentase konversi (b) Pengaruh suhu terhadap prosentase konversi

5. Karakterisasi dengan TGA dan FTIR



Gambar 6. Hasil Analisis TGA: (a) Selulosa (b) Selulosa tercangkok GMA(SG) dan (c) SG dengan Etilendiamin(SG-E)

Pada Gambar 6 menunjukkan bahwa selulosa dan SG memiliki pola yang sama sedangkan pola SG-E terdapat sedikit perbedaan. Pada suhu dibawah 100°C terjadi penurunan massa pertama karena hilangnya air yaitu sebesar 7 % (selulosa), 3 % (SG) dan 7% (SG-E). Kemudian terjadi penurunan massa yang signifikan yang merupakan tahap dekomposisi termal yaitu dekarboksilasi dan dekarbonisasi. Tahap dekomposisi termal terjadi pada suhu 290°C - 400°C untuk selulosa dengan pengurangan massa sebesar 68%, 270°C - 370°C untuk SG dan SG-E dengan pengurangan massa masing-masing sebesar 70% dan 45%. Diatas suhu 370°C terjadi dekomposisi senyawa polimer dan matriks membentuk residu karbon. Kurva TGA menunjukkan bahwa selulosa memiliki sifat lebih tahan terhadap dekomposisi termal dibandingkan SG namun dengan modifikasi SG dengan etilendiamin terjadi peningkatan ketahanan termal berdasarkan prosentase pengurangan.

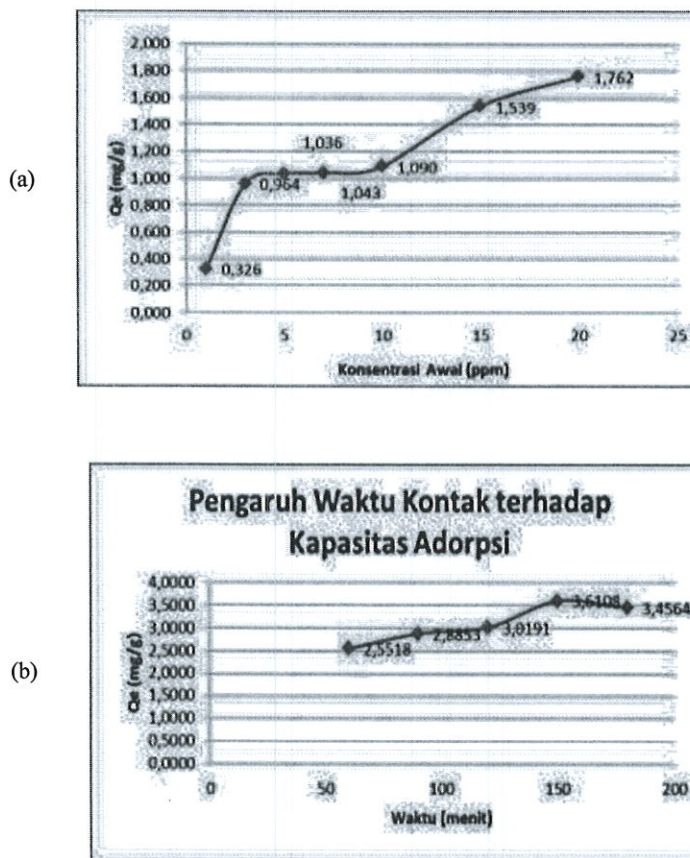


Gambar 7. Hasil Analisis FTIR: (a) Spektra Selulosa dan SG (b) Spektrum SG-E

Pencangkakan GMA dapat terlihat dari Gambar 7 (a) yaitu munculnya serapan pada bilangan gelombang 1712 cm^{-1} yang merupakan gugus fungsi $\text{C}=\text{O}$ ester dari GMA dan serapan pada bilangan gelombang 848 cm^{-1} dan 755 cm^{-1} yang merupakan karakter dari gugus fungsi eter epoksi serta intensitas serapan gugus $\text{O}-\text{H}$ pada bilangan gelombang 3392 cm^{-1} mengalami pengurangan dari selulosa murni yang menandakan bahwa GMA berinteraksi dengan radikal bebas yang terbentuk pada gugus $\text{O}-\text{H}$ selulosa. Pada kedua spektrum muncul serapan pada bilangan gelombang 904 cm^{-1} dan 898 cm^{-1} yang merupakan karakteristik ikatan β -1,4-glikosida ($\text{C}_1-\text{O}-\text{C}_4$) pada selulosa. Sedangkan pada Gambar 7 (b) terlihat keberhasilan penambahan Etilendiamin terlihat dari gugus fungsi eter epoksi yang menghilang karena gugus amina membuka cincin epoksi pada GMA dan muncul serapan pada bilangan gelombang 1567 cm^{-1} yang merupakan gugus fungsi $\text{N}-\text{H}$.

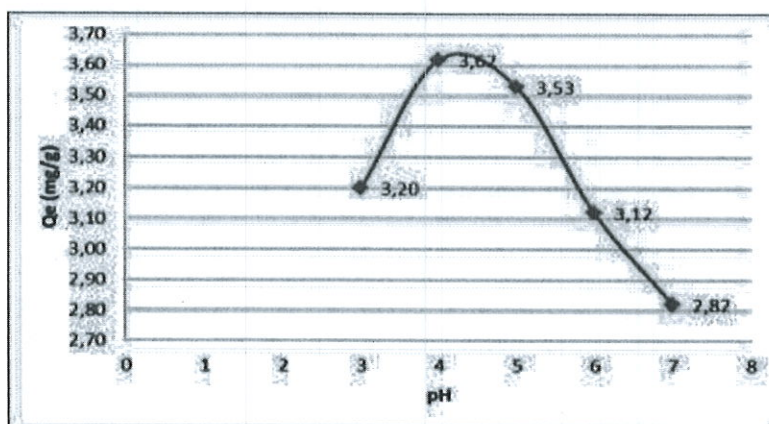
6. Adsorpsi Ion Logam Pb

Proses adsorpsi suatu ion logam oleh adsorben dipengaruhi oleh beberapa faktor. Faktor-faktor yang mempengaruhi suatu proses adsorpsi yaitu jenis adsorben, jenis zat yang diserap, luas permukaan adsorben, konsentrasi awal zat yang diadsorpsi, suhu, pH dan waktu kontak. Menganalisis filtrat menggunakan SSA dengan perhitungan konsentrasi ion Pb dalam larutan menggunakan persamaan regresi dari kurva kalibrasi yaitu $y = 0,01813x + 0,00349$ dengan harga $R^2 = 0,9992$. Pada Gambar 8 (a) semakin meningkatnya konsentrasi awal ion logam, kapasitas adsorpsi adsorben SG-E semakin meningkat. Kapasitas adsorpsi meningkat karena pada konsentrasi yang semakin tinggi jumlah ion logam dalam larutan semakin banyak sehingga ion logam yang berinteraksi dengan sisi aktif adsorben meningkat sedangkan pada konsentrasi yang terlampaui tinggi adsorben akan mengalami kejenuhan karena sisi aktif pada adsorben telah tertutup oleh ion logam sehingga adsorben tidak dapat menyerap ion logam lagi. Kapasitas adsorpsi meningkat seiring dengan peningkatan konsentrasi sorbent.



Gambar 8. (a) Pengaruh Konsentrasi Awal terhadap Kapasitas Adsorpsi dan (b) Pengaruh Waktu Kontak terhadap Kapasitas Adsorpsi

Berdasarkan Gambar 8 (b) diperoleh informasi bahwa adsorpsi ion logam Pb(II) oleh adsorben SGE meningkat seiring dengan meningkatnya waktu kontak. Kapasitas adsorpsi ion logam Pb^{2+} oleh adsorben SGE mencapai optimum pada waktu kontak 150 menit yaitu 3,6108 mg/g. Semakin lama waktu kontak, kapasitas adsorpsi adsorben akan semakin besar karena adsorben akan semakin mengembang sehingga memperbanyak daerah kontak [8]. Selain itu, bertambahnya waktu kontak juga meningkatkan peluang interaksi logam dengan sisi aktif adsorben yang telah mengembang sehingga jumlah ion logam yang terserap akan semakin banyak. Pada waktu kontak yang lebih lama seharusnya kapasitas adsorpsi adsorben konstan karena adsorben mulai jenuh yaitu telah penuhnya sisi aktif oleh ion logam Pb(II), namun pada penelitian ini terjadi penurunan. Selain itu terjadi perbedaan kapasitas adsorpsi yang cukup jauh dari variasi konsentrasi awal. Kedua hal tersebut dapat disebabkan karena kemungkinan kopolimerisasi cangkok yang kurang homogen sehingga jumlah mmol etilendiamin juga tidak homogen. Sehingga kapasitas adsorpsi mengalami perbedaan yang jauh.



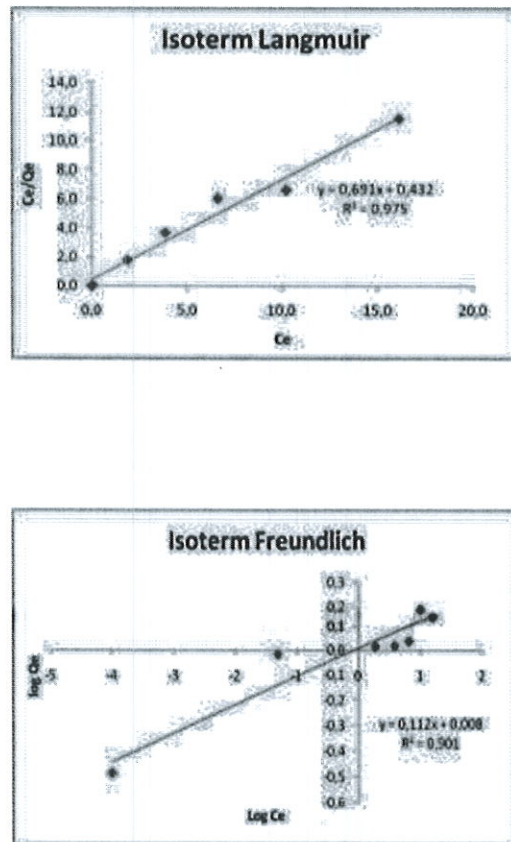
Gambar 9. Pengaruh pH terhadap Kapasitas Adsorpsi

Berdasarkan Gambar 9 diperoleh informasi bahwa kondisi optimum diperoleh pada pH 4 dengan kapasitas adsorpsi sebesar 3,6179 mg/g. Pada pH rendah (3, 4, 5) tidak terjadi perubahan kapasitas adsorpsi yang terlalu signifikan yang menandakan bahwa adsorben SGE dapat digunakan pada pH rendah. Pada pH yang rendah ion logam akan terionisasi, sehingga kemampuan adsorben dalam menyerap ion logam akan meningkat. Namun, pada pH yang terlalu rendah, konsentrasi $[H^+]$ terlalu tinggi sehingga sebagian besar etilendiamin akan terprotonasi. Hal ini menyebabkan terjadinya tolakan elektrostatis antara muatan positif ion logam dalam larutan dengan adsorben sehingga penjerapan ion logam menurun [9]. Pada pH tinggi kapasitas adsorpsi logam Pb(II) oleh adsorben menurun karena Pb kurang terionisasi dari $Pb(CH_3COO)_2$. Larutan $Pb(CH_3COO)_2$ sangat larut sehingga pada pH yang lebih tinggi Pb akan sulit terionisasi sehingga penjerapan adsorben terhadap ion logam Pb menurun.

Berdasarkan variasi konsentrasi awal, variasi waktu kontak dan variasi pH diperoleh kondisi optimum adsorpsi ion logam Pb oleh adsorben SG-E yaitu pada konsentrasi awal 15 ppm dengan waktu kontak selama 150 menit dan pH 4. Uji peningkatan kapasitas adsorpsi adsorben SG-E dibandingkan dengan kapasitas adsorpsi selulosa murni dilakukan pada kondisi optimum tersebut. Diperoleh kapasitas adsorpsi selulosa murni sebesar 1,090 mg/g. Hal ini menunjukkan bahwa modifikasi selulosa dengan etilendiamin meningkatkan kapasitas adsorpsi sebesar tiga kali lebih besar yaitu menjadi 3,6179 mg/g.

7. Isoterm Adsorpsi

Pada Gambar 10 (a) dan (b) diperoleh informasi bahwa hasil regresi untuk persamaan isoterm Langmuir sebesar 0,974 dan 0,899 untuk isoterm Freundlich. Model Isoterm Freundlich mengasumsikan bahwa proses penjerapan logam terjadi secara heterogen. Isoterm Langmuir mengasumsikan dua poin utama dalam proses penjerapan. Pertama, adsorpsi terjadi pada situs spesifik adsorpsi homogen adsorben. Kedua, adsorpsi satu lapis dan adsorpsi maksimum terjadi ketika molekul terserap membentuk lapisan jenuh pada permukaan adsorben [10].



Gambar 10. Isoterm Adsorpsi Langmuir dan Freundlich

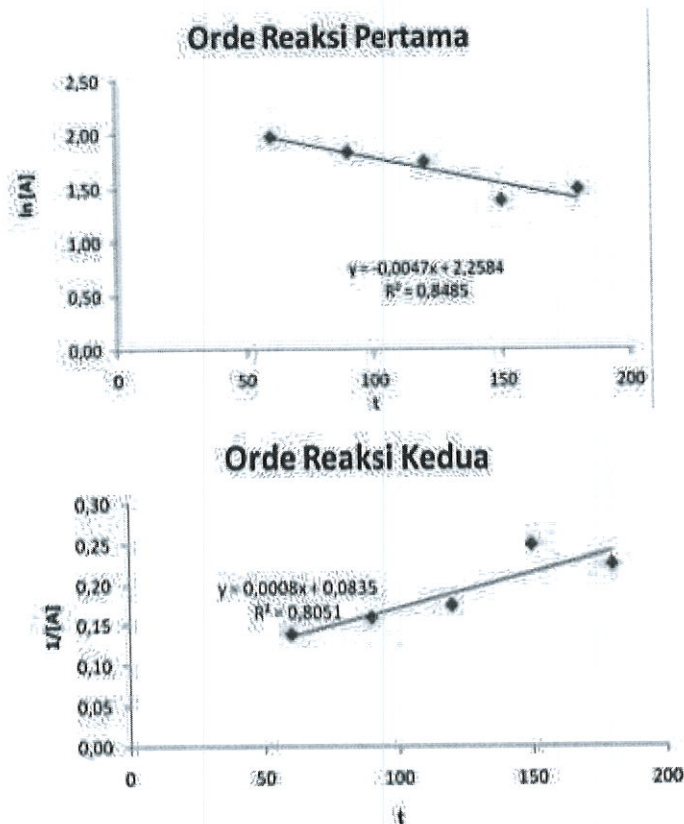
Berdasarkan harga regresi untuk persamaan isoterm Langmuir lebih mendekati satu sehingga dapat disimpulkan bahwa distribusi ion logam Pb^{2+} pada adsorben SGE mengikuti model isoterm Langmuir. Berdasarkan hukum Isoterm Langmuir potensial pengikatan logam oleh adsorben SG-E sama pada setiap sisi aktifnya. Persamaan isoterm Langmuir yang diperoleh yaitu $y = 0,691x + 0,440$ sehingga berdasarkan persamaan Langmuir berikut :

$$\frac{C_s}{q_s} = \frac{1}{q_{max}k_l} + \frac{C_s}{q_{max}}$$

diperoleh nilai k_l yaitu 1,571 dan nilai q_{max} yaitu 1,447 mg/g. Ion logam Pb membentuk lapisan monolayer pada permukaan adsorben SG-E yang sifatnya homogen. Berdasarkan perhitungan diperoleh kapasitas adsorpsi maksimum adsorben SG-E terhadap ion logam Pb sebesar 1,447 mg/g.

8. Kinetika Adsorpsi

Kinetika reaksi perlu dilakukan untuk melihat perubahan laju reaksi terhadap waktu [11]. Adapun data orde reaksi 1 dan 2 adalah sebagai berikut:



Gambar 11. Kinetika Adsorpsi

Pada Gambar 11 (a) diperoleh persamaan linear untuk orde reaksi satu adalah $y = -0,0047x + 2,2584$ dengan nilai regresi sebesar 0,8485. Persamaan linear tersebut diperoleh dengan memplotkan $\ln [Pb]$ terhadap t (menit). Dengan menggunakan persamaan orde satu berikut:

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

dapat diperoleh nilai k (konstanta laju) yaitu $0,0047 \text{ menit}^{-1}$. $[Pb]$ adalah konsentrasi waktu t , $[Pb_0]$ adalah konsentrasi awal dan t adalah waktu dalam menit.

Pada Gambar 12 diperoleh persamaan linear untuk orde dua yaitu $y = 0,0008x + 0,0835$ dengan nilai regresi sebesar 0,8051. Persamaan linear tersebut diperoleh dengan memplotkan $1/[Pb]$ terhadap t (menit). Persamaan orde dua adalah sebagai berikut:

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

sehingga dapat diperoleh nilai konstanta laju k yaitu $0,0008 \text{ L mol}^{-1} \text{ menit}^{-1}$.

Hasil nilai regresi orde satu lebih tinggi sehingga kinetika laju adsorben dalam menyerap ion logam Pb mengikuti kinetika orde satu [12] dengan nilai konstanta laju $0,0047 \text{ menit}^{-1}$ dan nilai regresi 0,8485 sehingga diperoleh laju adsorpsi untuk konsentrasi ion Pb 15 ppm :

$$V = k [Pb]$$

$$V = 0,0047 \text{ menit}^{-1} \times 15 \text{ ppm}$$

$$V = 0,0705 \text{ ppm menit}^{-1}$$

KESIMPULAN

Pada proses pencangkokan konsentrasi GMA yang memberikan hasil optimum adalah GMA 20% dengan prosentase pencangkokan sebesar 266, 82%. Kopolimer cangkok selulosa dengan GMA dapat dimodifikasi dengan gugus fungsional etilendiamin. Kondisi optimum modifikasi kopolimer cangkok selulosa GMA dengan gugus fungsional etilendiamin (SG-E) yaitu pada temperatur 80°C selama 5 jam reaksi dengan konsentrasi EDA 2N. Hasil karakterisasi dengan TGA menunjukkan bahwa kopolimerisasi cangkok GMA dengan selulosa memiliki sifat ketahanan termal yang lebih rendah sedangkan setelah dimodifikasi dengan etilendiamin sifat ketahanan termal bertambah. Analisis morfologi dengan instrumen SEM memperlihatkan keberhasilan pencangkokan GMA pada selulosa dengan bertambah besarnya ukuran selulosa dan permukaan selulosa yang menjadi kasar. Kondisi optimum penjerapan logam oleh adsorben kopolimer cangkok selulosa GMA termodifikasi etilendiamin yaitu pada [10] pH larutan 4 dan 150 menit waktu kontak. Prinsip adsorpsi adsorben SG-E mengikuti isoterm Langmuir dengan nilai regresi sebesar 0,974. Kinetika adsorpsi pada proses penjerapan adsorben SG-E terhadap adsorbat mengikuti orde reaksi pertama dengan konstanta laju (k) sebesar 0,0047 menit⁻¹ dan nilai regresi sebesar 0,8485. Modifikasi selulosa dengan etilendiamin meningkatkan kapasitas adsorpsi terhadap logam Pb pada kondisi optimum yaitu sebesar tiga kali lebih besar yaitu menjadi 3,6179 mg/g dengan kapasitas adsorpsi selulosa murni sebesar 1,090 mg/g.

DAFTAR ACUAN

- [1] Donia, A.M., *et al.* "Preparation and Characterization of Nano-magnetic Cellulose with Fast Kinetic Properties Towards the Adsorption of Some Metal Ions". *Chemical Engineering Journal*. 191, 22-30. 2012
- [2] Anirudan, T.S, Divya. "Adsorption of chromium (VI) from aqueous solutions by glycidylmethacrylate-grafted-densified cellulose with quaternary ammonium groups". *Journal Applied Surface Science*. 2013.
- [3] Gurgel, L. V. A., Karnitz Júnior, O., Gil, R. P. F., & Gil, L. F. "Adsorption of Cu(II), Cd(II), and Pb(II) from aqueous single metal solutions by cellulose and mercerized cellulose chemically modified with succinic anhydride". *Bioresource Technology*, 99(8), 3077–308. 2008.
- [4] Kang, Hongliang *et al.* "Graft modification of cellulose: Methods, properties and applications". *Polymer* 70, A1eA16. 2015.
- [5] Tangio S, Juhlim. "Adsorpsi Logam Timbal (Pb) Dengan Menggunakan Biomassa Enceng Gondok (Eichhorniacrassipes)". FMIPA Universitas Negeri Gorontalo. 2013.
- [6] Sun, Xitong, *et al.* "Amino-functionalized magnetic cellulose nanocomposite as adsorbent for removal of Cr(VI): Synthesis and adsorption studies". *Chemical Engineering Journal* 241: 175–183. 2014.
- [7] Wojna rovits, L., Cs.M.F"oldva' ry, Taka' cs, E. "Radiation-induced grafting of cellulose for adsorption of hazardous water pollutants: A review". *Radiation Physics and Chemistry* 79: 848–862. 2010.
- [8] Sadeek, *et al.* "Metal adsorption by agricultural biosorbents: Adsorption isotherm, kinetic and biosorbents chemical structures". *International Journal of Biological Macromolecules*. 81,400–409. 2015.
- [9] Madrid, J.F., Guillermo, M.Nuesca., LucilleV.Abad. "Amine functionalized radiation-induced grafted water hyacinth fibers for Pb²⁺, Cu²⁺ and Cr³⁺ uptake". *Radiation Physics and Chemistry* 97: 246–252. 2014

- [10] Z. Aksu. "Determination of the equilibrium, kinetic and thermodynamic parameters of the batch biosorption of nickel (II) ions onto *Chlorella vulgaris*". *Process Biochem.* 38: 89–99. 2002.
- [11] Rachmawati, Dwi Endah. "Pencangkakan Glisidil Metakrilat pada Serat Rayon Terikat Silang N,N'-Metilenbisakrilamida dengan Teknik Ozonisasi: Studi Kinetika dan Modifikasinya dengan Ligan Etilendiamin". FMIPA Universitas Indonesia, Depok, 2013.
- [12] Shaaban, A.F. "Synthesis of a new chelating resin bearing amidoxime group for adsorption of Cu(II), Ni(II) and Pb(II) by batch and fixed-bed column methods". *Journal of Environmental Chemical Engineering* 2: 632–641. 2014.

2. SINTESIS ADSORBENT Pb^{2+} BERBASIS MINERAL ALAM ZEOLIT

ABSTRAK

SINTESIS ADSORBENT Pb^{2+} BERBASIS MINERAL ALAM ZEOLIT. Kontaminasi ion logam berat seperti Pb^{2+} dalam perairan yang berasal dari air limbah industri merupakan masalah besar dan serius karena ion logam berat tidak dapat terdegradasi dan cenderung terakumulasi di dalam organ tubuh manusia dan menyebabkan masalah kesehatan yang serius. Proses adsorpsi menggunakan zeolit sebagai adsorben merupakan salah satu proses yang ekonomis, efektif dan efisien untuk menghilangkan atau mengurangi konsentrasi ion logam berat di dalam sistem perairan. Untuk meningkatkan sifat fisik, kimia dan kapasitas adsorpsi zeolit maka pada penelitian ini dilakukan pembuatan adsorben zeolit termodifikasi (ZLS-AMO). Modifikasi zeolit alam dengan poliakrilonitril dilakukan dengan cara polimerisasi in situ monomer akrilonitril (AN) dengan konsentrasi AN sebesar 30% dalam emulsi air dan mencangkokkannya pada zeolit dengan menggunakan teknik radiasi gamma pada dosis 100 kGy dan laju dosis 2kGy/j. Selanjutnya kopolimer difungsionalisasi melalui proses amidoximasi pada suhu 80°C selama 3 jam sehingga dihasilkan adsorben hibrid ZLS-AMO. Selain itu, pengujian kesetimbangan isoterm dan kinetika terhadap ZLS-AMO juga dilakukan. Hasil sintesis menunjukkan bahwa kadar pencangkakan PAN dalam zeolit sebesar 20% dan densitas amidoxime yang dihasilkan rata-rata sebesar 5,04 mmol/g. Uji kapasitas adsorpsi ZLS-AMO terhadap ion Pb^{2+} menunjukkan kapasitas adsorpsi dan efisiensi ZLS-AMO lebih tinggi daripada zeolit tanpa modifikasi (ZLS) pada konsentrasi tinggi. Dari persamaan garis yang dihasilkan dapat disimpulkan bahwa proses adsorpsi ion logam Pb^{2+} pada zeolit Lampung Selatan mengikuti kesetimbangan Isoterm Langmuir dan Freundlich dan kinetika reaksi mengikuti reaksi pseudo orde kedua dimana difusi adsorbat terjadi melalui bidang batas permukaan adsorben (film diffusion)..

PENDAHULUAN

Kontaminasi ion logam berat seperti Pb^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , Cr^{6+} , Ni^{2+} , Zn^{2+} , Co^{2+} dan Mn^{2+} dalam perairan yang berasal dari air limbah industri merupakan masalah besar dan serius karena ion logam berat tidak dapat terdegradasi dan cenderung terakumulasi di dalam organ tubuh manusia dan menyebabkan masalah kesehatan [Gotoh, 2004; P.S. Kumar, 2009; G. Gyananath, 2012]. Berbagai macam metoda dan teknologi pengolahan air limbah industri yang sudah umum diaplikasikan

sebagai upaya untuk menghilangkan atau mengurangi konsentrasi ion logam berat di dalam sistim perairan adalah proses presipitasi, membran dan adsorben [S.E Bailey, 1999].

Diantara berbagai macam jenis adsorben, zeolit merupakan material yang banyak digunakan sebagai adsorben kation yang banyak mencemari lingkungan perairan [Widiastuti, 2008]. Zeolit merupakan senyawa tetrahedra dari SiO_4 dan AlO_4 yang memiliki struktur kerangka tiga dimensi seperti sangkar dan memiliki sifat penukar ion yang tinggi. Sifat ini diakibatkan oleh karena adanya pergantian isomorf dari Si^{4+} oleh Al^{3+} sehingga kisinya bermuatan negatif. Untuk mencapai senyawa yang stabil, total muatan negatif ini selalu dinetralkan oleh kation yang bermuatan positif seperti: Na^+ , K^+ , Ca^{2+} dan Mg^{2+} melalui ikatan elektrostatik yang lemah di dalam pori-pori permukaan zeolit. Kation-kation ini yang selanjutnya dapat dipertukarkan dengan mudah dengan kation-kation yang menjadi cemaran di perairan seperti: NH_4^+ , Cs^+ , Sr^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , Cr^{6+} , Ni^{2+} , Zn^{2+} , Co^{2+} [Dyer, 1988, R.S. Bowman, N.].

Peningkatan performa zeolit sebagai adsorben dapat dilakukan dengan meningkatkan sifat fisik dan juga kapasitas adsorpsi ionnya. Salah satu cara yang dilakukan yaitu dengan memodifikasi zeolit dengan bahan polimer. Berbeda dengan zeolit yang memiliki kestabilan terhadap asam yang rendah tapi stabil terhadap termal, polimer resin memiliki kestabilan terhadap asam yang cukup tinggi, tetapi memiliki stabilitas termal yang rendah [Towsend, 1984]. Hal ini dikarenakan resin polimer memiliki struktur ikatan silang (crosslink) tiga dimensi antar molekul polimernya. Salah satu resin yang digunakan sebagai komposit dengan zeolit adalah PAN karena sangat porous dan kemampuannya memuat bahan penukar ion sangat tinggi (5 – 95% berat) [Mann, 2002].

Pada penelitian ini dilakukan pembuatan adsorben hybrid zeolit-PAN-AMO untuk menguji reproducibilitas hasilnya. Pengujian adsorpsi serta kesetimbangan isotherm dan kinetika adsorpsi terhadap ion Pb^{2+} dari adsorben hibrid zeolit-PAN-AMO dan zeolit alam Lampung Selatan sebagai kontrol (ZLS) juga dilakukan.

METODOLOGI

Bahan dan alat

Bahan-bahan yang digunakan adalah zeolit alam Lampung Selatan, monomer akrilonitril (Merck), KOH, methanol, air trides, $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$, Dimethyl Formamida, Tween 80, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$. Semua bahan kimia yang digunakan berkualitas pro analisis (Pa).

Metode

Proses Sintesis Adsorben Hibrid Zeolit - PAN teramidoximasi (ZLS-AMO)

Proses sintesis zeolit - PAN dilakukan pada kondisi optimal untuk pengujian kapasitas adsorpsinya. Sebanyak 100 g sampel zeolit dipecah masing-masing menjadi @ 10 g. Konsentrasi monomer akrilonitril dibuat sebesar 30% dengan menggunakan pelarut emulsi air. Sampel dikemas dalam plastik dan diseal. Iradiasi dilakukan pada dosis radiasi sebesar 100 kGy dengan laju dosis 2 kGy/j. Selanjutnya kopolimer dicuci dengan pelarut dimetil formamida (DMF) pada suhu 80 °C dengan menggunakan soxhlet selama 24 jam. Besarnya derajat pencangkakan (%) dihitung secara gravimetri dari penambahan berat zeolit setelah perlakuan. Proses selanjutnya adalah fungsionalisasi sample zeolit - PAN melalui reaksi amidoximasi untuk merubah gugus $[C\equiv N]$ pada PAN menjadi amidoxim $[-C(NH_2)=NOH]$. Reaksi ini dilakukan dengan menggunakan larutan NH_2OH 6%. Senyawa hidroksilamina dibuat dengan melarutkan senyawa hidroksilamina hidroklorida ($NH_2OH.HCl$) menggunakan pelarut air-methanol (1:1) yang selanjutnya dinetralkan dengan KOH sampai pH 7. Proses amidoximasi dilakukan pada suhu 80°C selama 3 jam. Besarnya densitas amidoxime (AMO) dihitung dari persamaan berikut ini:

$$\text{Densitas AMO (mmol/g)} = \frac{1000(W_t - W_1)}{33 \times W_1}$$

Dimana W_t dan W_1 , masing-masing adalah berat zeolit teramidoximasi dan zeolit sebelum diamidoximasi.

Pengujian Kapasitas Adsorpsi adsorben hibrid zeolit-PAN teramidoximasi (ZLS-AMO)

Pengujian kapasitas adsorpsi ion Pb^{2+} pada adsorben zeolit yang sudah teramidoximasi (ZLS-AMO) dilakukan pada variasi berat adsorben dan konsentrasi larutan Pb^{2+} . Variasi berat adsorben yang digunakan adalah 0,025 – 1,5 g. Sedangkan konsentrasi larutan Pb^{2+} yang digunakan adalah 100, 150 dan 200 ppm. Waktu kontak selama 24 jam dan pH 5,9. Kapasitas adsorpsi dari zeolit Lampung Selatan yang tidak dimodifikasi (ZLS) terhadap larutan Pb^{2+} juga diuji untuk digunakan sebagai kontrol.

Kapasitas adsorpsi (q) ion logam Pb^{2+} dihitung dengan rumus:

$$q \text{ (mg/g)} = \frac{C_0 \text{ (ppm)} - C_t \text{ (ppm)} \times V \text{ (L)}}{W_0 \text{ (gram)}}$$

Dimana :

C_0 = Konsentrasi awal larutan ion logam Pb^{2+}

C_t = konsentrasi akhir larutan ion logam Pb^{2+}

V = Volume ion logam Pb^{2+}

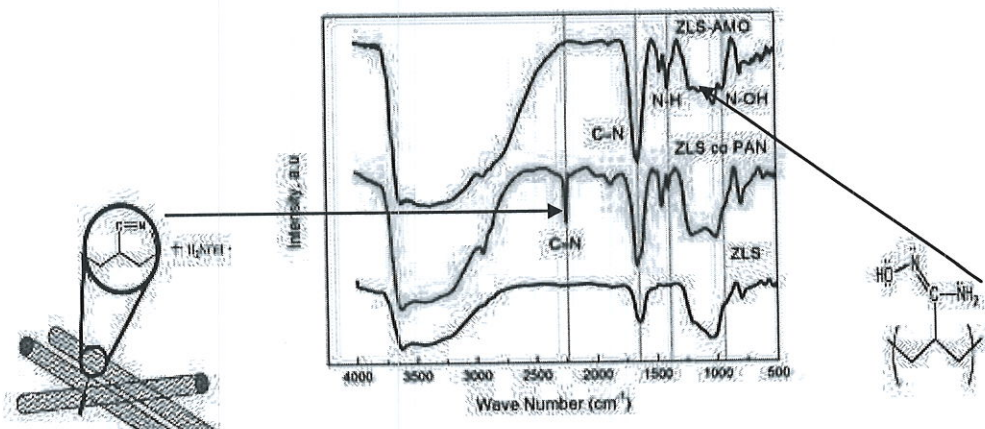
W_0 = Berat adsorben

Isoterm dan kinetika adsorpsi larutan Pb^{2+} pada adsorben hibrid zeolit-PAN teramidoximasi (ZLS-AMO)

Untuk mempelajari isotherm adsorpsi dan kinetika adsorpsi terhadap ion Pb^{2+} dari adsorben hibrid zeolit-PAN teramidoximasi (ZLS-AMO) digunakan kondisi optimum yaitu berat zeolit sebesar 0,5 g dan waktu kontak yang digunakan adalah 24 jam serta pH 5,9 dengan variasi konsentrasi larutan ion Pb^{2+} pada range 100 – 1000 ppm. Sedangkan kinetika proses adsorpsi dipelajari pada rentang waktu kontak 5 menit sampai dengan 3 hari, konsentrasi ion Pb^{2+} sebesar 500 ppm, berat zeolit 0,5 g dan pH 5,9. Isoterm dan kinetika zeolit Lampung Selatan yang tidak dimodifikasi (ZLS) juga dihitung untuk digunakan sebagai kontrol.

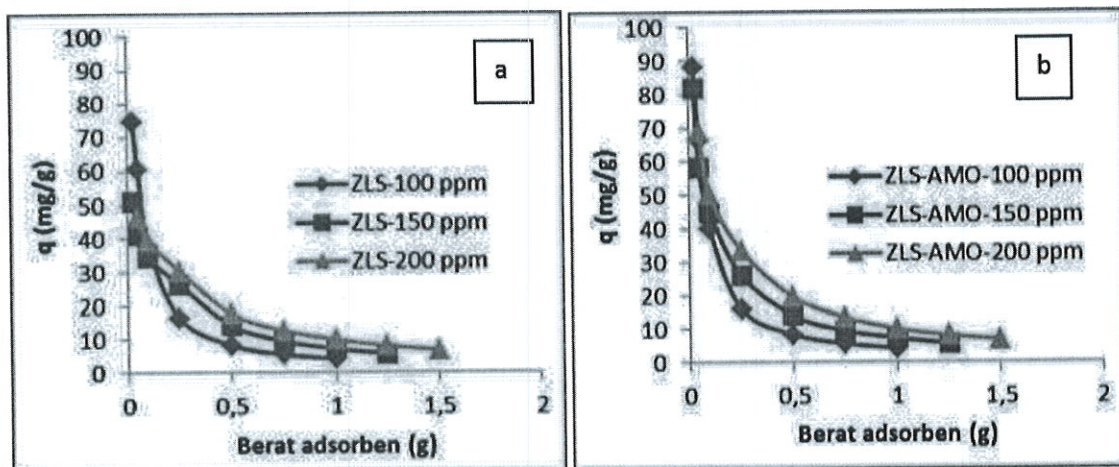
HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil proses sintesis menunjukkan konsistensi nilai derajat pencangkakan yaitu rata-rata 20%. Selain itu perhitungan densitas amidoxime juga menunjukkan hasil yang *reproducible* yaitu rata-rata sebesar 5 mmol/g. Spektrum FTIR ditunjukkan pada Gambar 1. Setelah proses amidoximasi tampak puncak pada bilangan gelombang 2200 cm^{-1} hilang dan naiknya puncak pada bilangan gelombang 1400 cm^{-1} yang menandakan bahwa gugus $C\equiv N$ sudah bertransformasi menjadi gugus $[-C(NH_2)=NOH]$.

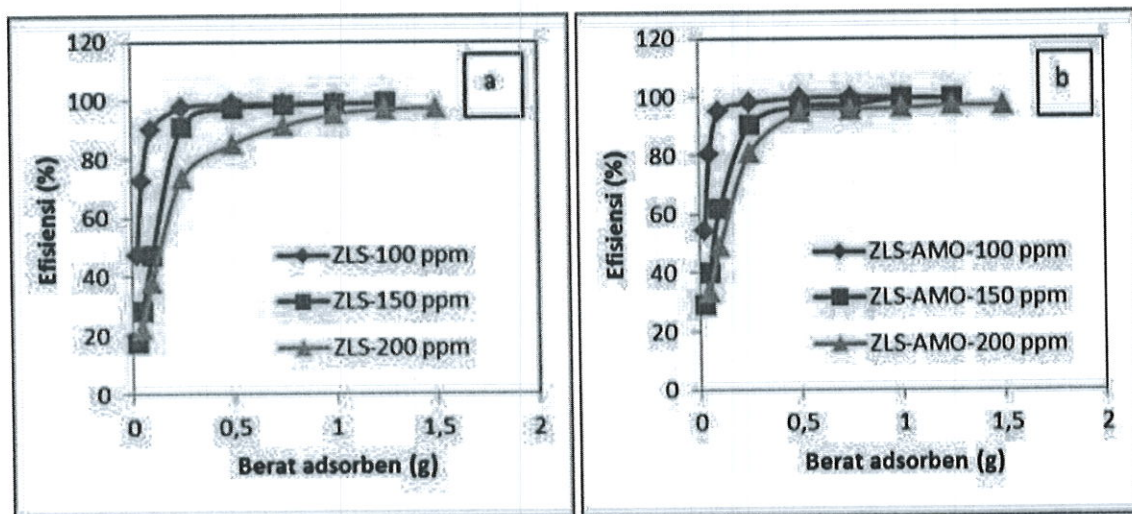


Gambar 1. Spektrum FTIR sample Zeolit (ZLS), zeolit hasil kopolimerisasi (ZLS - PAN), dan zeolit - PAN setelah proses amidoximasi (ZLS-AMO)

Pengaruh berat adsorben zeolit yang belum termodifikasi (ZLS) dan sudah termodifikasi (ZLS-AMO) terhadap kapasitas adsorpsinya pada larutan Pb^{2+} ditunjukkan oleh Gambar 2. Hasilnya menunjukkan kalau kapasitas adsorpsi ZLS-AMO lebih besar pada berat adsorben yang sangat kecil. Selanjutnya dengan naiknya berat adsorben, kapasitas adsorpsinya tidak terlalu menunjukkan perbedaan. Gambar 3. Menunjukkan pengaruh berat adsorben zeolit yang belum termodifikasi (ZLS) dan sudah termodifikasi (ZLS-AMO) terhadap efisiensi adsorpsinya pada larutan Pb^{2+} . Plot berat adsorben vs efisiensi pada berbagai variasi konsentrasi larutan Pb^{2+} menunjukkan kalau zeolit termodifikasi lebih efisien dibandingkan zeolit kontrol, dimana efisiensi mendekati 100% pada konsentrasi 200 ppm diperoleh pada berat zeolit 0,5 g sedangkan pada zeolit kontrol dibutuhkan berat sebesar 1g. Sehingga dapat diambil kesimpulan bahwa pada konsentrasi yang relatif tinggi, efisiensi zeolit termodifikasi lebih besar dibandingkan zeolit kontrol kemungkinan disebabkan oleh adanya gugus aktif tambahan yang berasal dari gugus NH_2 dan NOH dari gugus amidoxime (Konversi gugus nitril [$C\equiv N$] pada PAN menjadi amidoxim [$-C(NH_2)=NOH$] dapat mengkelat ion Pb^{2+}).



Gambar 1 Pengaruh Berat Adsorben terhadap Kapasitas Adsorpsi ZLS (a) dan ZLS-AMO (b) pada larutan Pb^{2+}

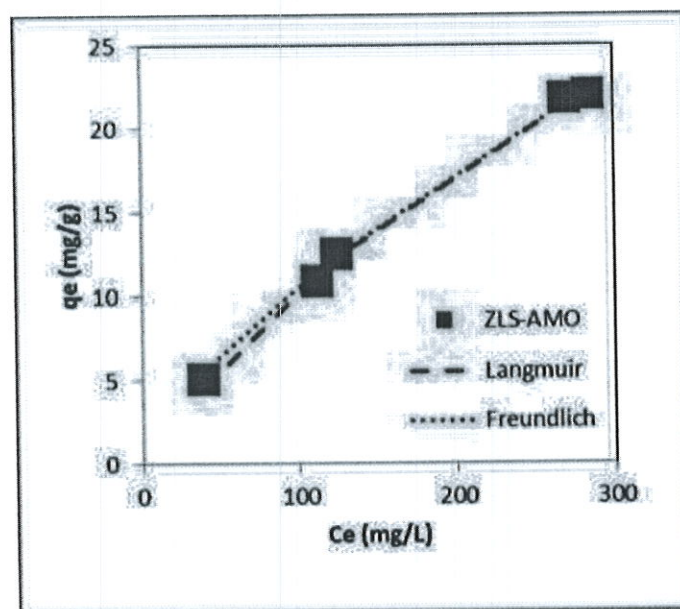


Gambar 2. Pengaruh Berat Adsorben terhadap Efisiensi Adsorpsi ZLS (a) dan ZLS-AMO (b) pada larutan Pb^{2+}

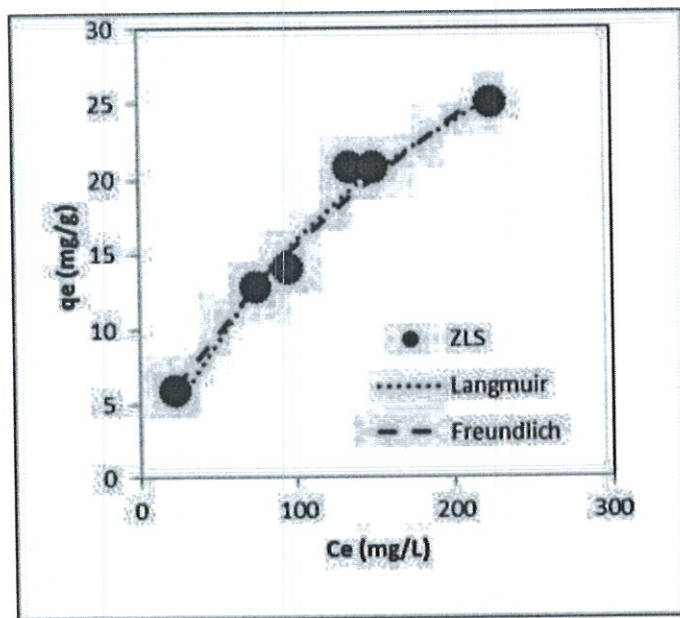
Isoterm dan kinetika adsorpsi larutan Pb^{2+} pada adsorben hibrid zeolit-PAN teramidoximasi (ZLS-AMO)

Gambar 1 dan 2 menunjukkan Plot C_e dan q_e dari persamaan non linier untuk isotherm Langmuir dan Freundlich, masing-masing untuk ZLS-AMO dan ZLS. Hasil perhitungan kapasitas adsorpsi (q_m) yang maksimal pada adsorben hibrid dapat mencapai 58,56 mg/g, lebih besar dibandingkan dengan zeolit kontrol yang hanya mencapai 47,65 mg/g (Tabel 1). Hal ini membuktikan bahwa

proses modifikasi pada zeolit dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi terhadap ion Pb^{2+} karena pada zeolit yang teramidoximasi, ion Pb^{2+} terserap bukan hanya di pori zeolit tapi juga dikhelat oleh gugus fungsi amidoxim.



Gambar 1. Isoterm Adsorpsi Adsorben Hibrid Zeolit-PAN teramidoximasi (ZLS-AMO)



Gambar 2. Isoterm Adsorpsi Adsorben Zeolit kontrol (ZLS)

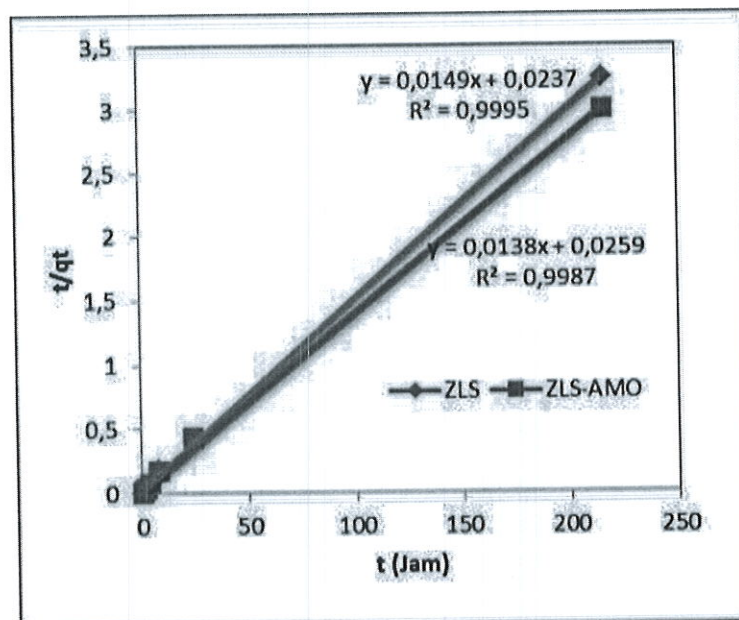
Tabel 1. Parameter Isoterm Langmuir dan Freundlich dari Adsorben

Sampel	Parameter Isoterm Langmuir		Parameter Isoterm Freundlich	
	qm	Kl	n	Kf
ZLS	47.648812	0.0050372	1.596	0.87
ZLS-AMO	58.556421	0.0021361	1.427	0.424

Kesetimbangan adsorpsi adalah suatu keadaan dinamis yang tercapai ketika laju partikel yang teradsorpsi ke permukaan sama dengan laju desorpsinya. Model kesetimbangan yang paling

banyak dikenal untuk memahami sistem adsorpsi adalah persamaan isoterm Langmuir dan Freundlich.

Untuk mempelajari kinetika adsorpsi yang berlangsung, data adsorpsi pada berbagai waktu interaksi diolah dengan berbagai model kinetika. Plot t terhadap t/q_t yang diperlihatkan pada Gambar 3 menunjukkan model kinetika yang paling sesuai pada proses adsorpsi zeolit termodifikasi adalah pseudo orde 2. Kinetika reaksi yang mengikuti reaksi pseudo orde kedua adalah difusi adsorbat yang terjadi melalui bidang batas permukaan adsorben (film diffusion).



Gambar 3. Kinetika Adsorpsi Pseudo Orde 2 Adsorben ZLS-PAN teramidoximasi (ZLS-AMO) dan Zeolit

KESIMPULAN

Sintesis adsorben hibrid zeolit termodifikasi akrilonitril berhasil dilakukan. Hasil proses pencangkakan akrilonitril (AN) pada zeolit alam pada konsentrasi AN sebesar 30 % dengan dosis radiasi sebesar 100 kGy dan laju dosis 2 kGy/j adalah 20%. Fungsionalisasi dengan larutan hidrosilamina menghasilkan rata-rata densitas amidoxime sebesar 5,04 mmol/g. Uji kapasitas adsorpsi ZLS-AMO terhadap ion Pb^{2+} menunjukkan kapasitas adsorpsi dan efisiensi ZLS-AMO lebih tinggi daripada zeolit

tanpa modifikasi (ZLS) pada konsentrasi tinggi. Dari persamaan garis yang dihasilkan dapat disimpulkan bahwa proses adsorpsi ion logam Pb^{2+} pada ZLS-AMO mengikuti kesetimbangan Isoterm Langmuir dan Freundlich dan kinetika reaksi mengikuti reaksi pseudo orde kedua dimana difusi adsorbat terjadi melalui bidang batas permukaan adsorben (film diffusion).

DAFTAR PUSTAKA

- [1] G. Gyananath and D.K. Balhal, *Cellulose Chem. Technol.* **2012**, 46, 121.
- [2] T. Gotoh, K. Matsushima, K.I. Kikuchi, *Chemosphere* **2004**, 55 135.
- [3] P.S. Kumar, K. Kirthika, *Journal of Eng. Sci. and Tech.* **2009**, 4(4), 351.
- [4] S.E Bailey, T.J Olin, R.M. Bricka, D.D Adrian, *Water Res.* **1999**, 33, 2469.
- [5] A. Dyer, An introduction to zeolite molecular sieves, John Wiley & Sons Ltd, Great Britain. **1988**
- [6] P. Payra, P.K. Dutta, Zeolite: A Primer dalam *Hand book of zeolite science and technology*. **2003**
- [7] H. Faghihian, S.N. Farsani, *Polish Journal of Chemical Technology*, **2013**, 151,1-6

3. APLIKASI OLIGOKHITOSAN SEBAGAI ZPT DAN PLANT ELICITOR PADA PERBENIHAN TANAMAN LADA

ABSTRAK

APLIKASI OLIGOKHITOSAN SEBAGAI ZPT DAN PLANT ELICITOR PADA PERBENIHAN TANAMAN LADA. Kitosa iradiasi (oligokitosa) hasil isolasi dari deasetilasi kitin yang berasal dari kulit udang telah digunakan pada bibit tanaman lada untuk mempercepat pertumbuhan bibit, mencegah dari penyakit. Pada penelitian ini digunakan beberapa konsentrasi kitosa yaitu 50, 100 dan 200 ppm dan kombinasi kitosa dengan pupuk bioorganik. Pada penelitian ini digunakan 6 kombinasi perlakuan dengan masing-masing 50 tanaman dimana masing-masing perlakuan mempunyai 10 tanaman sampel. Kitosa digunakan dengan cara disemprotkan pada seluruh stek dan daun batang lada. Sedangkan pupuk bioorganik digunakan dengan cara dicampur dengan tanah. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa penggunaan kitosa 100 ppm dapat mempercepat pertumbuhan bibit tanaman dibandingkan kontrol sebagaimana ditunjukkan dengan tinggi sulur panjat. Sedangkan efek kombinasi kitosa dan pupuk bioorganik memberikan pertumbuhan yang lebih baik dibandingkan dengan penggunaan kitosa tunggal atau pupuk bioorganik tunggal

dan kontrol. Kombinasi kitosan 50 ppm dan pupuk bioorganik memberikan jumlah sulur buah/cabang produksi yang terbanyak diantara perlakuan yang digunakan. Demikian juga jumlah tanaman yang mati (mortaliti indek) pada kombinasi perlakuan kitosan 50 ppm dan pupuk bioorganik adalah yang terkecil yaitu 10% sedangkan tanaman kontrol mencapai mortalitas 40%. Selain itu kombinasi perlakuan kitosan 50 ppm dan pupuk bioorganik dapat menekan penyakit BPB pada bibit tanaman lada. Dapat disimpulkan bahwa penggunaan kitosan 50 ppm dan pupuk bioorganik 5 gram per tanaman memberikan hasil terbaik diantara perlakuan yang digunakan. Perlakuan kitosan dan pupuk bioorganik menunjukkan efek sinergis terhadap pertumbuhan tanaman, jumlah cabang produksi, menurunkan mortalitas dan menekan penyakit BPB.

Kata Kunci: kitosan iradiasi (oligokitosan), tanaman lada (*piper nigrum*), pupuk bioorganik,

PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara kepulauan yang sangat luas dengan total lautan sekitar 70% luas daratan dan banyak menyimpan sumber daya hasil laut terutama ikan, udang, kepiting dan lain-lain [1]. Kulit udang mengandung senyawa kitin yang apabila dilakukan proses deasetilasi menghasilkan senyawa kitosan yang mempunyai banyak manfaat [2]. Salah satu manfaat kitosan dalam bidang pertanian adalah sebagai zat pemercepat tumbuh tanaman, membasmi penyakit pada tanaman, melindungi tanaman dari serangan penyakit yang pada akhirnya dapat meningkatkan produksi [3]. Kitosan mempunyai keterbatasan yaitu mempunyai berat molekul yang sangat besar ($2-4 \times 10^5$ Da) yang menyebabkannya sukar larut dalam pelarut sehingga efektifitas dan aplikasinya menjadi terbatas. Iradiasi gamma menyebabkan pemutusan ikatan glikosidik pada rantai utama kitosan sehingga dihasilkan kitosan dengan berat molekul (BM) yang rendah atau disebut oligokitosan [4-5]. Kitosan dengan BM rendah akan mudah larut dan efektifitasnya bertambah. PAIR BATAN telah berhasil membuat kitosan dengan BM rendah melalui tahapan proses dan iradiasi. Aplikasi kitosan telah dilakukan pada tanaman hortikulture seperti cabe, bawang merah, paprika dengan hasil peningkatan produksi yang signifikan [6].

Tanaman lada (*piper nigrum*) merupakan tanaman perkebunan yang bernilai ekonomis tinggi Beberapa daerah diIndonesia sebagai penghasil lada yaitu Lampung, Bangka-Belitung, Sulawesi dan Kalimantan Timur dan Kalimantan Barat [7,8] .

Pada tahun 2000 Indonesia menjadi negara pengeksport pada urutan pertama dunia, namun pada tahun 2014 turun menjadi urutan ke tiga setelah Vietnam dan Brazil. Penurunan produksi lada disebabkan oleh beberapa faktor seperti pola budi daya yang kurang tepat sehingga menyebabkan timbulnya OPT dan penyakit seperti BPB (Busuk Pangkal Batang) oleh jamur *Phytophthora capsici*, penyakit kuning (Nematoda dan *J. Fusarium spp*) dan penyakit kerdil atau penyakit keriting, penyakit ini menyerang seluruh bagian tanaman lada, dan terjadi pada semua kondisi tanaman mulai dari pembibitan sampai tanaman menjadi dewasa. Penularan patogen dapat melalui stek yg digunakan sbg sumber bahan tanam, melalui serangga vektor dan melalui angin, air dan tanah [8].

Untuk mengatasi hal tersebut maka diperlukan budi daya tanaman lada sejak dari pembibitan sehingga diperoleh bibit yang sehat, berkualitas yang pada akhirnya akan menghasilkan tanaman lada yang sehat, tahan terhadap penyakit dan OPT serta dapat memberikan hasil panen yang berkualitas baik dan maksimal. Kitosan iradiasi (oligokitosan) hasil teknologi BATAN telah terbukti dapat mempercepat pertumbuhan, mencegah penyakit, meningkatkan imunitas tanaman, membasmi penyakit dan memberikan hasil produksi yang tinggi pada beberapa tanaman hortikultur seperti cabai. Selain itu penggunaan pupuk bioorganik dapat menekan adanya bakteri penyebab penyakit pada tanaman. Oleh karena itu diperlukan perlakuan kombinasi antara kitosan dan pupuk bioorganik untuk memperoleh efek sinergi pada tanaman lada.

Pada tahun ini akan dilakukan penelitian efek kitosan dan pupuk bioorganik pada bibit tanaman lada di Provinsi Bangka Belitung. Tujuan penelitian adalah untuk mendapatkan konsentrasi kitosan dan pupuk bioorganik pada pembibitan tanaman lada sehingga menghasilkan bibit lada yang tahan penyakit, mempunyai imunitas tinggi dan sehat.

BAHAN DAN METODE

Bahan

Bahan yang digunakan adalah kitosan iradiasi atau oligokitosan (fitosan) produksi PAIR BATAN, pupuk bioorganik Superbios produksi PT. Sitosu Agro Cemerlang Jakarta, stek tanaman lada, pupuk kandang, media tanah, sekam padi, kantong plastik polibag, alkohol, saprodi dan alat2 kerja lainnya seperti gunting, pisau cutter

Metode Penelitian

Penelitian dilakukan dengan metode RAL 3 ulangan. konsentrasi kitosan yang digunakan adalah 0, 50, 100, 200 dan 300 ppm. Populasi tanaman masing-masing perlakuan adalah 50 tanaman dengan 10 tanaman sampel. Kitosan diberikan dengan cara disemprotkan ke stek tanaman sedangkan pupuk bioorganik dengan konsentrasi 50 gram per tanaman diberikan pada awal tanam. Parameter uji yang dilakukan adalah tinggi sulur panjat, (cm) jumlah sulur panjat (sulur), jumlah cabang produksi (cabang), indek penyakit dan mortalitas. Pengamatan dilakukan setiap 15 hari hingga tanaman siap dipindah ke lahan sekitar 3 bulan setelah tanam. Pada penelitian ini terdapat 6 perlakuan dengan masing-masing perlakuan terdapat 50 tanaman diman 10 tanaman digunakan sebagai tanaman sampel. Tabel 1 menunjukkan perlakuan dalam penelitian ini.

Tabel 1. Perlakuan

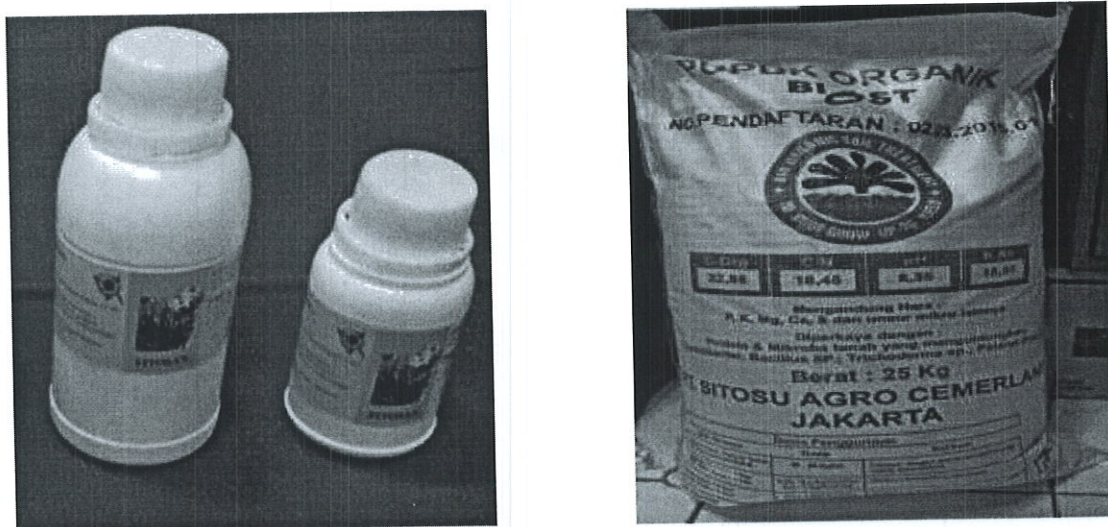
NO	PERLAKUAN	Jumlah populasi tanaman
1.	Kontrol Negatif (tanpa penambahan kitosan dan superbios	50 batang
2.	Kontrol kitosan 100 ppm	50 batang

3.	Kontrol superbios 5 g/tanaman	50 batang
4.	Konsentrasi fitosan 50 ppm+ superbios 5 g/tanaman	50 batang
5.	Konsentrasi fitosan 100 ppm + superbios 5 g/tanaman	50 batang
6.	Konsentrasi fitosan 200 ppm +superbios 5 g/tanaman	50 batang

Langkah percobaan adalah sebagai berikut:

1. Mengisi polybag dengan media campuran tanah top soil, pupuk kandang, sekam padi (2 : 1 : 1) 700 polybag. Setelah itu 10-15 hari berikutnya (sampai tumbuh gulma),
2. Pencampuran media dengan biofertilizer “superbios” (4-5 g biofertilizer / polibag ukuran 1 kg tanah), 3 hari sebelum stek ditanam.
3. Pemotongan stek dari kebun perbanyakan;
4. Perendaman stek lada dengan larutan Fitosan untuk masing-masing konsentrasi selama 15 menit.
5. Persemaian bibit pada polybag yang telah disiapkan;
6. Penyemprotan Fitosan pada bibit di hari ke 15, dan dilanjutkan setiap 15 hari berikutnya secara kontinyu.
7. Melakukan pengamatan parameter

Gambar dibawah menunjukkan bebara bahan yang digunakan pada penelitian ini.



Gambar 1. Kitosan (Fitosan) produk PAIR BATAN dan pupuk bioorganik (Bios)

Perhitungan parameter uji dilakukan dengan cara:

1. Tinggi sulur panjat: diukur dari tanah sampai dengan bagian ujung sulur panjat
2. Jumlah cabang: dihitung jumlah cabang masing-masing tanaman sampel. Pengamatan dilakukan setiap 2 minggu sekali
3. Mortalitas tanaman: mortalitas adalah jumlah tanaman sampel yang mati. Penghitungan mortalitas tanaman dilakukan setiap 2 minggu sekali.
$$\text{Persentase stek hidup (PSH)} = (X/T) \times 100\%$$
$$X = \text{jml stek hidup per perlakuan}$$
$$T = \text{Jumlah ulangan dalam perlakuan (3)}$$
$$\text{Mortalitas tanaman} = 100\% - \text{PSH}$$
4. Indeks penyakit
$$\text{Indeks penyakit} = n/N \times 100\%$$
$$n = \text{jumlah tanaman yang terserang penyakit kuning;}$$
$$N = \text{jumlah tanaman yang diamati}$$

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian aplikasi kitosan iradiasi (oligokitosan) hasil litbang Batan sebagai plant growth promoter dan elicitor pada pembibitan tanaman lada dimaksudkan untuk mendapatkan bibit lada yang sehat, berkualitas baik dan mempunyai imunitas yang tinggi terhadap penyakit serta dapat mempersingkat masa pembibitan tanaman lada. Sulur panjat adalah sulur yang memiliki akar lekat, tumbuh keatas dan melekat pada tiang panjat. Tabel 2 adalah hasil tinggi sulur panjat bibit tanaman lada pada berbagai perlakuan dan umur tanaman. Dari hasil yang diperoleh terlihat bahwa perlakuan kitosan 50 ppm dan pupuk bioorganik super bios menunjukkan pertumbuhan tinggi sulur panjat yang tercepat dibandingkan dengan lainnya. Pada minggu ke 20 setelah tanam, tinggi sulur panjat bibit tanaman lada yang diperlakukan dengan kitosan 50 ppm dan superbios adalah 41,9 cm. Sedangkan bibit tanaman lada tanpa pemberian kitosan dan pupuk bioorganik superbios adalah 26,5. Sementara itu perlakuan kitosan 100ppm memberikan pertumbuhan sulur panjat no 2 setelah kitosan 50 ppm dan superbios dimana pada 20 minggu setelah tanaman tinggi sulur panjat adalah 32,1 cm sebagaimana terlihat pada Tabel 2. Dari hasil ini dapat dikatakan bahwa perlakuan kitosan dan pupuk bioorganik mempercepat pertumbuhan bibit tanaman lada.

Tabel 2. Tinggi sulur panjat bibit tanaman lada dipersemaian dengan berbagai perlakuan dan umur tanaman

Perlakuan	Minggu setelah tanam									
	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20
Kontrol Negatif	2,2	5,3	10,0	9,9	12,7	14,5	19,3	20,3	24,4	26,5
Kontrol Fitosan 100 ppm	0,3	5,2	13,1	14,6	17,4	22,7	24,2	26,0	28,9	32,1
Kontrol Superbios 5 gr/tan	0,3	3,6	9,6	11,2	13,6	15,5	17,8	18,8	19,2	23,4
Kitosan (50ppm)+ Superbios 5 g	0,7	7,1	13,9	15,6	18,0	22,4	24,9	26,7	34,7	41,1
kitosan (100 ppm) + Superbios 5 g	0,2	1,6	7,6	7,6	12,1	16,8	20,1	23,5	28,3	29,5
kitosan 200 ppm + Superbios 5 g	0,4	6,5	9,4	9,2	10,8	14,1	14,9	17,1	20,9	22,2

Jumlah rata-rata sulur panjat bibit tanaman lada dengan berbagai perlakuan diperlihatkan pada Tabel 3.. Terlihat bahwa tidak ada perbedaan perlakuan kitosan maupun kombinasi kitosan dan pupuk superbios terhadap jumlah sulur panjat .

Tabel 3. Jumlah sulur panjat bibit tanaman lada dipersemaian dengan berbagai perlakuan dan umur tanaman

Perlakuan	Minggu setelah tanam									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Kontrol Negatif	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Kontrol Fitosan 100 ppm	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Kontrol Superbios 5 gr/tan	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Kitosan 1 ml/L (50ppm)+ Superbios 5 g	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Kitosan (100 ppm) + Superbios 5 g	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Kitosan 200 ppm + Superbios 5 g	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1

Cabang produksi atau dikenal dengan sulur cabang atau sulur buah (axillary plagotropic fructing branches) adalah cabang tanaman lada yang nantinya akan menghasilkan buah lada. Semakin banyak sulur buah maka akan dihasilkan semakin banyak buah lada. Dari hasil yang diperoleh terlihat bahwa bibit tanaman lada yang diperlakukan dengan kitosan 100 ppm maupun kombinasi kitosan 50 ppm dan pupuk bioorganik superbios memberikan jumlah cabang produksi yang tertinggi 1,9 per tanaman. Sedangkan bibit tanaman lada tanpa perlakuan kitosan maupun pupuk bioorganik mempunyai jumlah cabang produksi yang terendah. 0,8. Selain itu pemberian kitosan maupun superbios secara tunggal dapat meningkatkan jumlah cabang produksi bibit tanaman lada. Dari hasil ini dapat disimpulkan bahwa pemberian kitosan dan atau pupuk bioorganik superbios dapat meningkatkan jumlah cabang produksi sehingga diharapkan hasil panen juga dapat meningkat.

Tabel 4. Jumlah rata-rata cabang produksi bibit tanaman lada dipersemaian dengan berbagai perlakuan dan umur tanaman

Perlakuan	Minggu setelah tanam									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Kontrol Negatif	0	0	0	0,71	0,83	0,83	0,83	0,83	0,83	0,83
Kontrol Fitosan 100 ppm	0	0	0,12	1,37	1,87	1,87	1,87	1,87	1,87	1,87
Kontrol Superbios 5 gr/tan	0	0	0,16	1,0	1,16	1,16	1,16	1,16	1,16	1,16
Kitosan 1 ml/L (50ppm)+ Superbios 5 g	0	0	0,22	1,44	1	1,88	1,88	1,88	1,88	1,88
Kitosan (100 ppm) + Superbios 5 g	0	0	0	0,71	1,5	1,28	1,28	1,28	1,28	1,12
Kitosan 200 ppm + Superbios 5 g	0	0	0,42	0,75	1,26	1,12	1,25	1,5	1,5	1,5

Jumlah bibit tanaman sampel yang mati selama dalam persemaian menunjukkan daya tahan tanaman terhadap faktor luar seperti cuaca dll. Tabel 5 menunjukkan mortalitas dan ketahanan terhadap penyakit bibit tanaman lada selama dalam persemaian. Dari hasil yang diperoleh terlihat bahwa tanaman kontrol adalah yang paling banyak mati yaitu 40% dari total tanaman sampel. Sedangkan tanaman yang paling tahan atau yang mempunyai tingkat

mortalitas terendah adalah bibit tanaman lada dengan perlakuan kitosan 50 ppm dan pupuk bioorganik. Tanaman lada kontrol tidak tahan penyakit keriting dimana 6 % tanaman sampel tersekena penyakit kuning. Sedangkan tanaman yang diperlakukan dengan superbios tahan terhadap ketiga penyakit (BPB, Keriting dan kerdil). Tanaman yang diperlakukan dengan kitosan terkena penyakit BPB sebanyak 10% dan tahan terhadap penyakit keriting dan kerdil. Sedangkan kombinasi perlakuan kitosan dan pupuk superbios dapat menurunkan serangan penyakit. Dimana kombinasi kitosan 50 ppm dan superbios dapat menurunkan penyakit BPB hingga menjadi 1%. Dapat dikatakan bahwa kombinasi perlakuan kitosan dan pupuk bioorganik memberikan efek sinergis terhadap mortalitas bibit tanaman

Tabel 5. Mortalitas bibit tanaman lada dipersemaian dengan berbagai perlakuan dan umur tanaman

Perlakuan	mortalitas	Penyakit (%)		
		BPB	Keriting	kerdil
Kontrol Negatif	40	0	6	0
Kontrol Fitosan 100 ppm	20	7	0	0
Kontrol Superbios 5 gr/tan	30	0	0	0
Kitosan 1 ml/L (50ppm)+ Superbios 5 g	10	1		
Kitosan (100 ppm) + Superbios 5 g	20	2	0	0
Kitosan 200 ppm + Superbios 5 g	20	7	0	0

Tabel 6. Menunjukkan kondisi bibit tanaman lada pada 20 minggu setelah tanam. Dapat dilihat dari tabel bahwa perlakuan kombinasi kitosan 50 ppm dan pupuk bioorganik superbios memberikan nilai terbaik terhadap tinggi sulur panjat, jumlah sulur panjat dan jumlah cabang produksi.

Tabel 6. Kondisi tanaman pada 20 minggu setelah tanam

Perlakuan	Tinggi Sulur Panjat (cm)	Jumlah Sulur Panjat	Jumlah Cabang Produksi
Kontrol Negatif	14,5	1,0	0,6
Kontrol Fitosan 100 ppm	18,4	1,0	1,3
Kontrol Superbios 5 gr/tan	13,3	1,0	0,8
Kitosan 1 ml/L (50ppm)+ Superbios 5 g	20,5	1,0	1,2
Kitosan (100 ppm) + Superbios 5 g	14,7	1,0	0,8
Kitosan 200 ppm + Superbios 5 g	12,6	1,0	0,9

KESIMPULAN

Dari penelitian yang dilakukan dapat disimpulkan bahwa kombinasi perlakuan kitosan 50 ppm dan pupuk superbios 5 gram pertanaman memberikan nilai tertinggi dalam hal tinggi sulur panjat, jumlah cabang produksi, ketahanan terhadap penyakit dan nilai mortalitas yang rendah diantara perlakuan yang digunakan

DAFTAR PUSTAKA

1. Pusaka Indonesia, <http://www.pusakaindonesia.org/potensi-laut-indonesia-senilai-rp-7-200-triliun/>
2. Md. Monarul Islama, Shah Md. Masumb, M. Mahbubur Rahmana, Md. Ashraful Islam Mollab, A. A. Shaikhc, S.K. Roya, Preparation of Chitosan from Shrimp Shell and Investigation of Its Properties, International Journal of Basic & Applied Sciences IJBAS-IJENS Vol: 11 No: 01
3. Deepmala KatiyarA, Hemantaranjan, Bharti Singh and A Nishant Bhanu, A Future Perspective in Crop Protection: Chitosan and its Oligosaccharide, Adv Plants Agric Res 2014, 1(1)
4. U. Grizcka, D. Dondi, A.G. Chemielewski, W. Migdal, A. Butafava, A. Faucitano, The Mechanism of Chitosan by gamma and e-beam irradiation, Radiation Physics and Chemistry 78 (2009) 543–548
5. Rangrong Yoksan,a Mitsuru Akashi,b Mikiji Miyatac and Suwabun Chirachanchaia, Optimal g-Ray Dose and Irradiation Conditions for Producing Low-Molecular-Weight Chitosan that Retains its Chemical Structure, RADIATION RESEARCH 161, 471–480 (2004)
6. cc D. Darwis, T. Puspitasari, D. Iramani, Sri Susilowati, D.D. Pangerteni, Preparation Of Low Molecular Weight Chitosan By Radiation And Its Application For Plant Growth Promoter, IAEA-TECDOC-1745, International Atomic Energy Agency Vienna, 2014
7. Dyah Manohara, Dono Wahyuno, Pedoman Budidaya Merica, Balai Penelitian Tanaman Rempah Dan Obat (BALITTRO) bekerja sama dengan AGFOR Sulawesi, 2013
8. Balai Besar Pengkajian dan Pengembangan Teknologi Pertanian, Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian, Teknologi Budidaya Lada, Seri Buku Inovasi: BUN16/2008

4. TEKNOLOGI PEMBUATAN BAHAN SLOW RELEASE MULTI FUNGSI UNTUK PUPUK UREA BERBASIS POLIMER ALAM CHITOSAN DENGAN TEKNIK RADIASI

ABSTRAK

Pupuk lepas lambat merupakan salah satu metode untuk mengurangi tingkat kehilangan pupuk dari tanah akibat pencucian oleh air hujan atau air irigasi. Salah satu agen yang dapat digunakan untuk pupuk lepas lambat adalah bahan polimer yang dilapiskan pada pupuk NPK. Bahan polimer pelapis pupuk NPK yang dipergunakan adalah campuran pati, akrilamida, PVA dan kitosan yang diformulasikan dan diiradiasi pada dosis 20 kGy. Tujuan penelitian ini adalah mendapatkan perbandingan terbaik bahan pelapis dan pupuk NPK yang dibuat dengan mesin peletizer. Pupuk NPK dihaluskan dan dicampur dengan bahan pelapis polimer dengan perbandingan bahan pelapis/pupuk NPK ; 1/9, 2/8 dan 3/7. Hasil yang diperoleh menunjukkan kapasitas hasil pellet yang terbesar mempergunakan perbandingan bahan pelapis dan pupuk NPK dengan perbandingan 1/9 sebesar 4,28 g/menit dan nilai durabilitas terbesar pada perbandingan 3/7 dengan nilai 87,1 %. NPK yang dilepaskan pada pupuk NPK yang dilapisi dengan pelapis bahan polimer dan pupuk dengan perbandingan 1/9, 2/8 dan 3/7 menghasilkan pelepasan NPK dengan perbedaan tidak terlalu besar

Kata kunci : pati, polimerisasi, bahan pelapis, pupuk NPK, lepas lambat

PENDAHULUAN

Salah satu upaya meningkatkan efektivitas dan efisiensi pemupukan adalah dengan memodifikasinya menjadi pupuk lepas lambat/ *slow release fertilizer* (SRF) dengan bahan dasar yang mendukung dan ramah lingkungan. Masalah utama penggunaan pupuk kimia seperti urea atau NPK pada lahan pertanian adalah efisiensi yang rendah karena kelarutannya yang tinggi dan hilang akibat larut terbawa oleh air, penguapan, dan proses denitrifikasi terhadap pupuk itu sendiri. Oleh karena itu akan dilakukan formulasi pembuatan bahan pelapis dengan polimer alam berbasis polimer alam yang memiliki 3 fungsi (multi fungsi) yaitu sebagai *slow release*, penginduksi pertumbuhan tanaman dan sebagai *water absorbent*. Pupuk lepas lambat (*Slow Release Fertilizer*=SRF) merupakan pupuk dengan mekanisme pelepasan unsur hara secara berkala mengikuti pola penyerapan unsur hara oleh tanaman. Beberapa mekanisme yang dapat diterapkan dalam produksi SRF yaitu mekanisme pelapisan pupuk dengan membran semipermeabel, serta mekanisme pelepasan zat hara pupuk dalam suatu matriks. Prinsip utama dari kedua mekanisme tersebut adalah dengan membuat suatu hambatan berupa interaksi molekuler sehingga zat hara dalam butiran pupuk tidak mudah lepas ke lingkungan *Controlled-release fertilizer* (CRF) merupakan salah satu metode untuk mengurangi tingkat kehilangan pupuk dari tanah akibat pencucian oleh air hujan atau air irigasi, mempertahankan persediaan air atau mineral untuk waktu yang cukup lama hingga pemulihan lahan kering. Salah satu agen yang dapat digunakan untuk CRF ini adalah bahan polimer alam(1,2). Dengan menggunakan bahan polimer yang berfungsi sebagai hidrogel, pelepasan air dan nutrisi dapat diperlambat atau bahkan dapat dikontrol, sehingga tanaman dapat menyerap nutrisi dan air lebih banyak tanpa terbuang percuma (3,4). Dengan demikian, hidrogel controlled release fertilizer dapat meningkatkan efisiensi aplikasi unsur hara, meningkatkan pertumbuhan tanaman sekaligus mengurangi dampak lingkungan ekologi (5).

Pada penelitian yang kan dilakukan adalah mendapatkan perbandingan optimum bahan pelapis dan pupuk urea dalam bentuk pellet. Parameter meliputi perbandingan bahan pelapis dan berat pupuk dan kecepatan putaran alat. Karakterisasi meliputi bulk density, durabilitas, daya serap air dan kekerasan.

TATA KERJA DAN PROSEDUR

Bahan

Bahan yang digunakan adalah pati, polivinil alkohol, akrilamida, kalium dihidrogen fosfat, natrium hidroksida (NaOH), asam sulfat, asam nitrat, ammonium vanadat, ammonium molibdat. Sementara bahan pelarutnya adalah aquadest. Kemudian untuk pengujian pelepasan lambat fosfat, digunakan pupuk fosfat jenis NPK (10:55:10).

Pembuatan Kopolimer bahan pelapis - pati-PVA-AAm-oligo-kitosan

Petama-tama, pati ditambahkan ke dalam larutan akrilamida sedikit demi sedikit sambil diaduk. Kemudian campuran larutan tersebut ditambahkan larutan polivinil alkohol (PVA), akrilamida dan kitosan diaduk dan dipanaskan pada suhu 90°C selama 1 jam. Adapun komposisi bahan pelapis adalah sebagai berikut : 5% Pati , 50% PVA (10%), 40% Akrilamida (3%) dan kitosan (2%) sebanyak 5%.

Iradiasi Kopolimer bahan pelapis dengan Sinar Gamma

Hasil campuran polimer disinari sinar gamma dari ⁶⁰Co dalam media udara pada suhu ruang agar terjadi polimerisasi yang diinginkan. Dalam proses iradiasi ini dilakukan penyinaran terhadap sampel dengan dosis iradiasi 20 kGy.

Proses pembuatan pellet

Proses pembuatan pellet yang dimaksud adalah pembentukan campuran dalam bentuk pellet. Pertama kali NPK dihaluskan dan di campurkan dengan bahan kopolimer pada perbanding bahan pelapis/ pupuk NPK = 1/9, 2/8 dan 3/7 sampai rata. Alat yang digunakan mesin peletizer dengan kapasitas kerja maksimum 50 kg/jam dan putaran kerja mesin 60 rpm.

Pengujian

- a. Kapasitas hasil material pellet dilakukan dengan membagi berat pellet yang dicetak terhadap waktu yang dibutuhkan untuk mencetak pellet.

$$KH = \frac{BC}{T}$$

Dimana :

KH = Kapasitas hasil (g/menit), BC = Berat hasil cetakan (g), T = Waktu (menit)

- b. Durabilitas. Uji durabilitas digunakan untuk mengetahui kualitas fisik pellet yaitu mengetahui persentase jumlah pellet yang masih utuh setelah melalui perlakuan fisik dengan alat mekanik. Langkah langkah dalam pengujian ini yaitu menyiapkan sampel pupuk NPK yang telah dilapisi sebanyak 500 gram. Kemudian Lalu memasukan sampel yang ditimbang tersebut ke alat mesin getar (*shaker*) dan dinyalakan selama 10menit. Setelah 10menit, kemudian alatmesin dimatikan dan ditimbang sampel yang masih utuh/tidak pecah. Nilai durabilitas dihitung dengan persamaan:

$$\% \text{ Durabilitas} = \frac{M_o}{M_i} \times 100\%$$

dimana: M_o =massa sampel yang utuh (g), M_i =massa sampel sebelum uji (g)

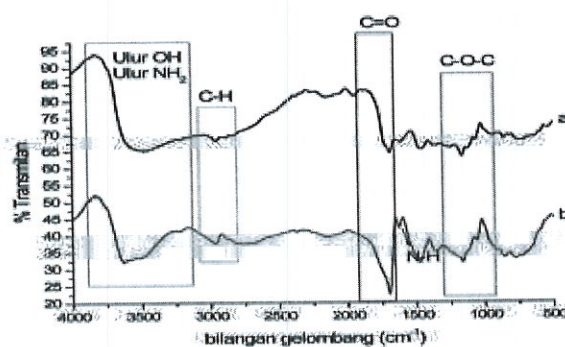
- c. Penentuan Pelepasan Lambat unsur Posfat -Pupuk NPK .

Polimer yang telah ditimbang sebanyak 0.1 g dan dikontakkan dengan larutan pupuk diukur sifat pelepasan lambatnya dalam air. Setiap jangka waktu tertentu, air rendaman dipipet sebanyak 10 mL dan kemudian ditambahkan kembali 10 mL aquadest ke dalam wadah rendaman. Untuk melihat sifat pelepasan lambat dari polimer tersebut, perendaman dilakukan dengan jangka waktu 10, 20, 30, 40, 50, 60, 120, 180, 240, 300 dan 360 menit. Air rendaman tersebut di ukur kadar fosfatnya dengan metode molibdat-vanadat pada spektrofotometer UV-VIS. Kemudian hasil pengukuran kadar fosfat pada air dibandingkan dengan waktu perendaman..

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi polimer bahan pelapis pupuk NPK dengan FTIR

Pada Gambar 1. Menunjukkan adanya perbedaan spektra FTIR antara kopolimer sebelum dan setelah radiasi pada sampel pati-PVA- akrilamida-kitosan.



Gambar 1. Spektra IR Formula bahan pelapis pada a) 0 kGy dan b) pada 20 kGy

Adanya spektra yang menyempit dari $3400 - 3654 \text{ cm}^{-1}$ yang diduga akibat berkurangnya gugus fungsi $-OH$ bebas akibat terkopolimerisasi. Dalam hal ini menunjukkan adanya ikatan hidrogen yang terjadi antara N-H yang berasal dari akrilamida dengan $-OH$ yang berasal dari pati dan juga PVA satu sama

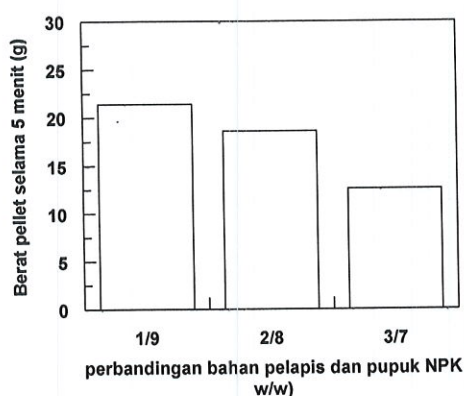
lain. Selain itu dapat juga menunjukkan -OH stretching dari ikatan hidrogen intra dan intermolekular antara pati dengan PVA atau juga dari -NH bebas pada akrilamida dan -OH bebas pada PVA dan pati [13]. Kemudian terjadi pergeseran bilangan gelombang $1611,59\text{ cm}^{-1}$ menjadi $1626,06\text{ cm}^{-1}$ dan naiknya intensitas pada bilangan gelombang $1626,06\text{ cm}^{-1}$. Pergeseran yang terjadi tersebut mungkin terjadi akibat adanya inter dan intra molekular antara PVA dengan akrilamida melalui ikatan hidrogen intermolekular.

Dengan bertambah banyaknya interaksi tersebut, maka akan terlihat spektra yang bertambah kuat intensitasnya dan juga tajam [7]. Pada bilangan gelombang $1699,36\text{ cm}^{-1}$ terlihat pergeseran dan bentuk puncak yang semakin kuat dan tajam jika dibandingkan dengan bilangan gelombang $1688,75\text{ cm}^{-1}$. Pergeseran dan semakin tajamnya bentuk puncak tersebut diduga karena adanya ikatan C=O uluran dari pati yang muncul selain dari akrilamida pada kopolimer. Pada bilangan gelombang $1699,36\text{ cm}^{-1}$, $1626,06\text{ cm}^{-1}$, dan $1354,09\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya C=O uluran, N-H tekuk, dan C-N uluran secara berturut-turut dan mengindikasikan gugus -CONH_2 [13]. Pada spektrum di bilangan gelombang sekitar 900 cm^{-1} dan 1050 cm^{-1} terlihat adanya pengurangan antara yang sebelum radiasi dengan sesudah radiasi. Hal tersebut diduga karena pada C-O-C dan C-OH terjadi kopolimerisasi dengan monomer atau polimer dalam campuran bahan.

Kapasitas hasil material pellet

Untuk mengetahui kapasitas hasil material pellet dihitung dengan cara berat pellet yang dihasilkan dalam satuan waktu tertentu. Pada penelitian ini dilakukan selama 5 menit, setelah 5 menit material pellet yang dihasilkan di timbang dalam satuan gram, sehingga didapat produksi pellet dalam waktu 5 menit.

Berat material pellet dengan variasi bahan pelapis (polimer) dan pupuk NPK selama 5 menit ditunjukkan pada Gambar 2.



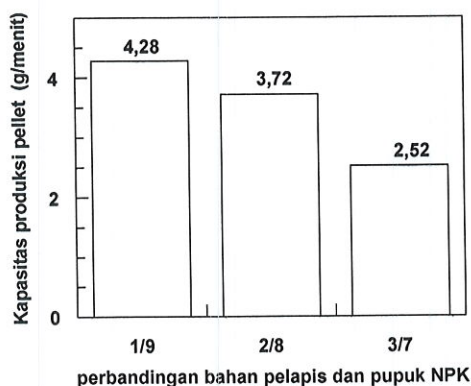
Gambar 2. Pengaruh variasi komposisi bahan pelapis (polimer) dan NPK terhadap berat material pellet selama 5 menit

Pada Gambar 2 menunjukkan bahwa perbandingan bahan pelapis dan pupuk NPK sebesar 1/9 menghasilkan material pellet yang paling banyak 21,4 g dan bertambah besar perbandingan bahan pelapis pada pupuk NPK, yaitu pada perbandingan 2/8 dihasilkan 18,6 g dan 3/7 sebesar 12,62 g. Penyebab menurunnya jumlah pellet yang dihasilkan karena campuran pupuk dengan bahan pelapis

yang lebih banyak menjadi lebih lunak dan lengket sehingga waktu di buat dalam mesin peletizer akan terjadi penyumbatan pada lubang pengeluaran dan lengket pada peralatan.

Pengaruh komposisi bahan pelapis (polimer) dan NPK terhadap kapasitas hasil material pellet ditunjukkan oleh Gambar 3. Kapasitas produksi pada perbandingan bahan pelapis dan pupuk : 1/9, 2/8 dan 3/7 menunjukkan nilai sebesar 4,28 g/menit, 3,72 g/menit dan 2,52 g/menit. Besarnya kapasitas hasil material pellet (g/menit) dipengaruhi oleh perbandingan bahan pelapis dengan NPK.

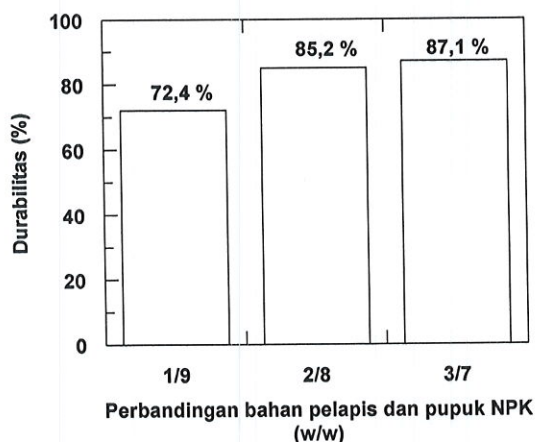
Perbandingan bahan pelapis dan pupuk yang lebih rendah menghasilkan kapasitas hasil yang lebih tinggi dibandingkan dengan perbandingan yang lebih besar (2/8 dan 3/7). Hal ini dikarenakan dengan bertambah besarnya bahan pelapis yang di tambahkan pada pupuk adonan pupuk pellet yang dihasilkan pada jangka waktu tertentu lebih rendah. Ini disebabkan adonan lebih lunak dan lengket di dalam rongga alat peletizer dan menyumbat lobang pengeluaran peralatan peletizer, sehingga kapasitas produksinya menurun.



Gambar 3. Pengaruh komposisi bahan pelapis (polimer) terhadap kapasitas hasil pellet (g/menit).

Uji Durabilitas

Durabilitas pellet adalah ketahanan partikel pellet yang dirumuskan sebagai persentase dari banyaknya pupuk pellet utuh setelah melalui perlakuan fisik dalam alat uji . Durabilitas terkait dengan berbagai proses dalam pemanfaatan pelet seperti proses transportasi (pengangkutan), serta pendistribusian pelet yang dihasilkan, oleh karena itu pengukuran durability pelet penting dilakukan. Pengaruh komposisi bahan pelapis (polimer) dan NPK terhadap durabilitas (%) ditunjukkan oleh Gambar 4.



Gambar 4. Pengaruh komposisi bahan pelapis (polimer) pada pupuk terhadap sifat durabilitas (%).

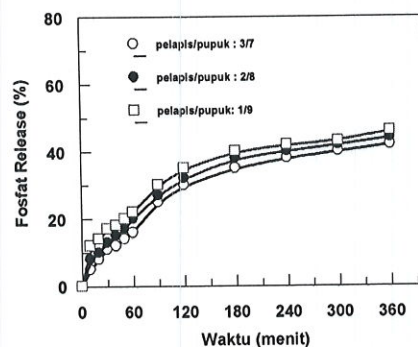
Pellet yang baik adalah pellet yang memiliki durabilitas yang baik sehingga dalam proses penanganan dan transportasi pellet tidak mengalami kerusakan secara fisik, tetap kompak, kokoh dan tidak mudah rapuh. Dozier (2001) menyatakan bahwa standar spesifikasi pellet durabilitas minimum adalah 80%. Daya tahan pellet dipengaruhi oleh komposisi kimiawi bahan yaitu bahan polimer pelapis dan komposisi bahan polimer serta pupuk NPK dan durabilitas juga dapat dipengaruhi oleh ukuran partikel pellet.

Dari penelitian yang dilakukan nilai durabilitas pada pellet pada perbandingan bahan pelapis dan NPK 1/9 diperoleh sebesar 72,4 %, perbandingan 2/8 diperoleh sebesar 85,2 % dan pada perbandingan 3/7 diperoleh sebesar 87,1 %. Bertambah banyak bahan pelapis yang ditambahkan pada pupuk NPK nilai durabilitasnya meningkat. Hal ini dikarenakan bertambah besar bahan pelapis (polimer) yang diberikan ikatan antar pupuk bertambah besar karena bahan pelapis berfungsi juga sebagai perekat.

Hasil yang ditunjukkan pada Gambar 3. Komposisi bahan pelapis dan pupuk NPK dengan perbandingan 2/8 dan 3/7 Nilai durabilitas di atas 80 %, memenuhi standar nilai durabilitas untuk pellet. Hal ini menunjukkan bahwa pellet yang dihasilkan tidak mudah hancur selama penanganan dan pengangkutan.

Sifat Slow Release NPK yang dilapisi bahan pelapis polimer.

Pengujian sifat *slow release* (pelepasan lambat) pada NPK yang dilapisi dengan polimer dengan variasi perbandingan bahan pelapis dan NPK di tunjukan oleh Gambar 5 yang dilakukan dengan metode absorpsi-desorpsi. Jumlah fosfat yang terserap dan keluar pada kopolimer, diukur secara kimiawi dengan menggunakan metode molibdat-vanadat [10]



Gambar 5. Sifat slow release pupuk NPK yang dilapisi dengan bahan pelapis polimer

Hasil analisis ditunjukkan pada gambar 4. Hasil menunjukan bahwa NPK yang dilepaskan pada pupuk NPK yang dilapisi dengan pelapis bahan polimer dan pupuk dengan perbandingan 1/9, 2/8 dan 3/7 menghasilkan pelapasan NPK dengan perbedaan tidak terlalu besar. Pada perbandingan 1/9 sifat slow release waktunya lebih besar sedikit dibandingkan pupuk dengan komposisi bahan pelapis dan NPK dengan perbandingan 2/8 dan 1/9. Hasil ini disebabkan karena bahan pelapis yang lebih banyak akan lebih mengikat pupuk NPK, karena bahan pelapis mengandung pati yang berfungsi sebagai perekat dan menutup pori pori NPK.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan : Kapasitas hasil pellet yang terbesar mempergunakan perbandingan bahan pelapis dan pupuk NPK dengan perbandingan 1/9 sebesar 4,28 g/menit dan nilai durabilitas terbesar pada perbandingan 3/7 dengan nilai 87,1 %. NPK yang dilepaskan pada pupuk NPK yang dilapisi dengan pelapis bahan polimer dan pupuk dengan perbandingan 1/9, 2/8 dan 3/7 menghasilkan pelepasan NPK dengan perbedaan tidak terlalu besar

DAFTAR PUSTAKA

1. Hoeung, P., Y. Bindar, dan S.P. Senda. 2011. *Development of Granular Urea-Zeolite Slow Release Fertilizer Using Inclined Pan Granular*. Jurnal Teknik Kimia Indonesia Vol. 10 No. 2 Agustus 2011 hal 102-111.
2. Jamilah, dan Nuryulsen, Safridar. 2012. *Pengaruh Dosis Urea, Arang Aktif dan Zeolit terhadap Pertumbuhan dan Hasil Tanaman Padi Sawah (Oryza sativa L.)*. Jurnal : Agrista Vol. 16 No.3, 2012.
3. Suwardi. 2009. *Peningkatan efisiensi pupuk nitrogen melalui rekayasa kelat UREA-zeolit-asam humat*. Pada prosiding seminar hasil-hasil penelitian IPB 2009.
4. Usman. 2012. *Teknik Penetapan Nitrogen Total pada Contoh Tanah Secara Destilasi Titrimetri dan Kolorimetri Menggunakan Autoanalyzer*. Pada buletin Teknik Pertanian Vol.17, No. 1, 2012 : 41-44.
5. Wahyuni, S. Harsanti, dan Ardiwinata. 2011. *Aplikasi Urea Berlapis Arang Aktif pada Lahan Padi*. Balai Penelitian Lingkungan Pertanian.
6. Lu, P., dan Hsieh, Y.L. (2012). Preparation and characterization of cellulose nanocrystals from rice straw. *Carbohydrate Polymer*, 87, 564-573.
7. Ma, Z. *et al.* (2011). Adsorption ammonium and phosphate from water by fertilizer controlled release agent prepared from wheat straw. *Chemical Engineering Journal*, 171, 1209-1217.
8. Nikmatin, S (2012). Bionanokomposit filler nanopartikel serat kulit rotan sebagai material pengganti komposit sintesis fiber glas pada komponen kendaraan bermotor. [Disertasi]. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
9. Pan, S. Dan Ragauskas, A.J. (2012) Preparation of superabsorbent cellulosic hydrogels. *Carbohydrate Polymers*, 87, 1410– 1418.
10. Wu, F., Zhang, Y., Liu, L., Yao, J. (2012). Synthesis and characterization of novel cellulose-g-poly (acrylic acid-co-acrylamide) superabsorbent composite based on flax yarn waste. *Carbohydrate Polymer*, 87, 2519-2525.
11. Xie, L., Liu, M., Ni, B., Zhang, X. Wang, Y. (2011). Slow-release nitrogen and boron fertilizer from a functional superabsorbent formulation based on wheat straw and attapulgite. *Chemical Engineering Journal* 167 (2011), 342–348.
12. Zhang, Y., Wu, F., Liu, J., Yao, J. (2013) Synthesis and urea sustained-release behavior of an eco-friendly superabsorbent based on flax yarn wastes. *Carbohydrate Polymers*, 91, 277– 283.

13. Zhong, K.1, Lin, Z.T, Zheng, X. L., Jiang, G.B., Fang, Y.S., Mao, X.Y., Liao, Z.W., (2013). Starch derivative-based superabsorbent with integration of water-retaining and controlled-release fertilizers. *Carbohydrate Polymers* 92, 1367– 137.
14. Simanjuntak, Maurits Jihar. 2008. Studi Film Polyvinil Alkohol (PVA) Dimodifikasi dengan Acrylamid (AAM) Sebagai Material Sensitif Terhadap Kelembaban. Depok: www.lib.ui.ac.id diakses pada Selasa, 17 November 2015.

5. PEMBUATAN MEMBRAN ELEKTROLIT ETFE-g-St-SO₃H DENGAN METODE SWELLING PADA PROSES KOPOLIMERISASINYA

Abstrak

Telah dilakukan iradiasi film ETFE pada kondisi *swelling* dengan sinar-gamma dengan dosis 25 kGy, yang diikuti kopolimerisasi cangkok (*grafting*) monomer stirena pada suhu 50°C, dengan hasil % grafting antara 42-57%. Film kopolimer cangkok ETFE-g-St kemudian disulfonasi dengan larutan asam klorosulfonat dalam dikloroetan pada suhu 50°C untuk mensintesis membrane elektrolit ETFE-g-St-SO₃H. Sifat morfologi dari foto SEM film ETFE-g-St pada luasan tampang lintang diduga terjadi penetrasi monomer stirena ke dalam matrik film ETFE, sehingga gugus –SO₃H akan mensubstitusi atom H pada stirena baik pada permukaan maupun dalam matrik film. Gugus-gugus –SO₃H dalam matrik akan membentuk *cluster-cluster* ion -OH⁺ sehingga membrane elektrolit ETFE-g-St-SO₃H berdaya hantar ion lebih besar. Karakterisasi dan aplikasi membrane elektrolit ETFE-g-St-SO₃H untuk Fuel Cell sedang dalam proses pengujian pada peralatan *Gas Diffusion Layer* di laboratorium fisika polimer, Pusat Penelitian Fisika-LIPI Bandung.

PENDAHULUAN

Membran ETFE-g-St-SO₃H dari hasil penelitian sebelumnya telah dilakukan uji fungsi dengan cara *rolling* pada *Gas Diffusion Layer* (GDL) yang dilakukan pada laboratorium fisika polimer P2F-LIPI Bandung. Tahapan berikutnya dilakukan pengukuran pada *open circuit*, dan diperoleh voltage sebesar 1,0 volt, yang berarti membrane dalam kondisi yang cukup baik, karena secara teoritis voltasenya 1,2 volt. Kemudian pada saat diberi beban tidak terjadi tegangan, hal ini diduga kurangnya gugus ion aktif (*ionic cluster*) karena proses sulfonasi hanya terjadi pada permukaan film membrane. Untuk itu akan dilakukan proses sulfonasi pada saat film tergrafting *swelling* (mengembang), sehingga gugus-SO₃H dapat masuk ke dalam matrik film ETFE. Menurut Emily M.W. Tsang ^[1], persyaratan membran penukar proton (PEM) untuk aplikasinya di dalam *fuel cell* adalah konduktivitas proton yang tinggi, mempunyai daya tahan terhadap efek kimia, kekuatan fisik yang baik, permeabilitas gas yang rendah, serta bersifat penghantar air yang besar.

METODE PENELITIAN

1. Alat dan Bahan

Peralatan

Pada penelitian ini menggunakan beberapa peralatan yaitu; irradiator sinar gamma IRKA dari sumber Co-60, tabung tertutup dengan diameter 3 cm, botol reagen kapasitas 100 ml, timbangan analitis, lemari asam, penangas air, thermometer, botol reagen 100 ml.

Bahan

Sebagai bahan utama dari percobaan ini adalah film ETFE dengan ketebalan 25 dan 50 μm , monomer stirena, larutan NaOH, asam klorosulfonat, 1,2 dikloroetan, gas nitrogen, air suling, kertas pH universal, kertas tisu dan sebagainya.

2. Pelaksanaan penelitian

a. Lokasi : PAIR-BATAN

Penelitian dimulai dengan penimbangan film ETFE ketebalan 25 dan 50 μm , dengan ukuran $5\text{cm} \times 5\text{cm}$, direndam toluen ($\text{C}_6\text{H}_5\text{-CH}_3$) semalam hingga *swelling* dalam tabung tertutup (Gambar 1), kemudian diradiasi sinar-gamma dari irradiator IRKA dengan dosis 25 kGy. Sampel iradiasi kemudian dilakukan pencangkakan dengan stirena dimediasi dengan gas nitrogen, pada 50°C selama 5 jam (Gambar 2), selanjutnya hasil kopolimer (ETFE-g-St) dihitung derajat kopolimerisasi (*degree of grafting/DOG*).

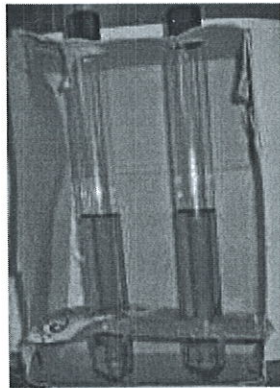
Sampel kopolimer (ETFE-g-St) dilanjutkan dengan proses sulfonasi, yaitu substitusi atom H pada gugus metilen dari stirena dengan gugus $\text{-SO}_3\text{H}$, menggunakan reagen asam klorosulfonat dalam 1,2 dikloroetana (2 : 8 pada v/v) pada suhu 50°C selama 5 jam. Sampel tersulfonasi (ETFE-g-St- SO_3H) yang bersifat elektrolit

b. Lokasi P2F LIPI Puspiptek Serpong.

Sampel kopolimer (ETFE-g-St) dilakukan analisis sifat morfologinya dengan Scanning Electron Microscope untuk melihat struktur tampang lintangnya.

c. Lokasi P2F LIPI, Cisit Bandung.

Samel film membran (ETFE-g-St- SO_3H) dibuat MEA (*membrane electrode assembly*). Permukaan membrane diberi larutan nafion hingga setengah kering seluas area, yang kemudian ditempelkan pada electrode difusi gas (*gas diffusion electrode /GDE*), dan membrane di *roll* pada suhu 120°C dan diukur *open circuit voltage* nya. Setelah pengukuran arus, GDE diberi beban dan diamati fenomena aliran listriknya.



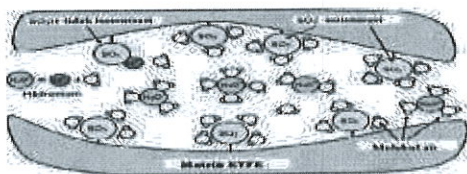
Gambar 1. Sampel film ETFE terendam dalam toluen untuk iradiasi



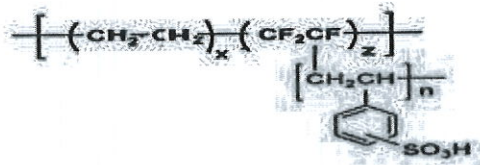
Gambar 2. Sampel film ETFE iradiasi dilakukan kopolimerisasi cangkok dengan stirena

HASIL DAN PEMBAHASAN

Diperoleh persen kopolimerisasi/*degree of grafting* (DOG) dari proses kopolimerisasi stirena pada film ETFE *swelling* antara 42 – 57 %, sementara DOG untuk non-swelling rata-rata berkisar 24-32 %. Hasil ini sesuai dengan apa yang dinyatakan oleh Adriana Napoleão Geraldes,^[2] bahwa pelarut toluen sangat kuat pengaruhnya terhadap reaktivitas film ETFE, sehingga memungkinkan dengan cepat untuk terjadinya kopolimerisasi. Di sisi lain metode grafting iradiasi adalah salah satu pilihan yang tepat untuk modifikasi material yang berbentuk solid misalnya seperti film dan silindris. **Nasef M. Mahout** ^[3], menyatakan bahwa **efek** iradiasi film ETFE akan reaktif terhadap beberapa monomer, sehingga kopolimerisasi cangkok (*backbone side graft*) akan berlangsung secara lancar dan sukses melalui rangkaian tahapan inisiasi, propagasi dan terminasi, sehingga diperoleh DOG yang besar. Adanya pencangkakan stirena dalam matrik ETFE yang tersulfonasi akan mudah membentuk gugus-gugus (*cluster*) $-\text{SO}_3\text{H}$ yang secara bersinambungan yang berfungsi sebagai penghantar atau pelaku pada proses pertukaran kation (H^+), yang diilustrasikan pada Gambar 3a berikut ^[4]. Kapaitas penukar ion (mmol/mg) material merupakan fungsi dari DOG yang tersulfonasi ^[5], yang tergambar pada gambar 3b.

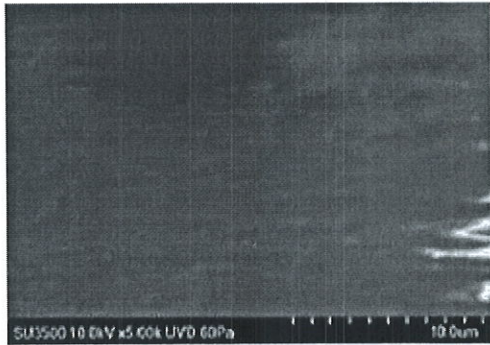


Gambar 3a Ilustrasi mekanisme gugus-gugus $-\text{SO}_3\text{H}$ sebagai penukar ion H^+ , dengan membentuk ion hydronium H_3O^+ , akibat adanya air.



Gambar 3b. Posisi rantai grafting dalam struktur kimia dari ETFE-g-St ^[5].

Dalam Gambar 4b, SEM dari ETFE-g-St terlihat adanya fibril fibril mikro dengan berpori kecil, merupakan bentuk dari gugus stirena, yang lebih dominan akibat pengaruh pelarut toluen, Sementara di sisi lain terlihat adanya kekasaran permukaan yang diduga akibat proses radiasi sinar gamma [4].

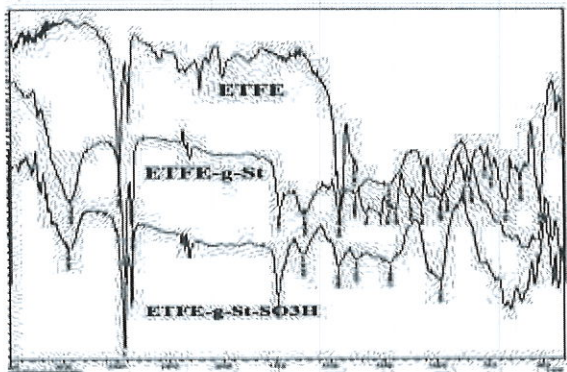


Gambar 4a Fotograp SEM film ETFE



Gambar 4b Fotograp SEM film ETFE-g-St.

Analisis dengan FTIR



Pita ETFE-g-St terlihat secara tajam pada 3063 cm^{-1} yang merupakan serpana gugus C-H aromatic pada styrene, dan pada sekitar 1600 cm^{-1} dari --C=C-- aromatic. Adanya gugus $\text{--SO}_3\text{H--}$ memberikan serapan pada daerah 1200 cm^{-1} , S=O stretch , dan daerah 1130 cm^{-1} dari S=O stretch \nonsimetri.

KESIMPULAN

Proses grafting pada film ETFE swelling yang lebih besar dari pada halnya yang tidak swelling, hal ini diduga polistirena sebagai ranatai cabang telah berpenetrasi ke dalam matrik film. Sementara pada proses sulfonasi akan diperoleh cluster (gugusan) ion-ion SO_3H dalam matrik film ETFE, sehingga membran elektrolit yang diperoleh mempunyai daya hantar yang lebih tinggi.

DAFTAR PUSTAKA

1. Emily M.W. Tsang., et.al., Nanostructure, Morphology, and Properties of Fluorous Copolymers Bearing Ionic Grafts, **Macromolecules**, American Chemical Society, 2009, 42 (2), 9467-9480
2. Adriana Napoleão Geraldes, et.al., Solvent effect on post-irradiation grafting of styrene onto poly(ethylene-alt-tetrafluoroethylene) (ETFE) films, **Radiation Physics and Chemistry**, 2013, 84, 205-209.

3. **Nasef M. Mahout and Hagezy El-Sayed A., Preparation and application of ion exchange membrane: by radiation-induced graft copolymerization of polar monomer onto non-polar films, Progress in Polymers Science, Elsevier, 2004**
4. Roswitha Zeis, Materials and characterization techniques for high-temperature polymer electrolyte membrane fuel cells, **Beilstein J. Nanotechnol.** 2015, 6, 68–83.
- 5 **Suliwarno A., Preparation of Sulfonated Poly (ethylene-co-tetrafluoroethylene-graft-styrene) Based Polymer Electrolyte Membranes for Fuel Cell by using Gamma Irradiation Technique, Atom Indonesia, 2012, 38 (1), 1 - 6**
- 6 **Abdel Hady E. E, et al., Preparation and Characterization of Commercial polyethyleneterephthalate Membrane For Fuel Cells Application, Journal of Membrane Science & Technology. 2013, 3, 2-8.**
- 7 Abdel-Hady E.E, et al. Grafting of Styrene onto Commercial PTFE Membrane and Sulfonation for Possible Use in Fuel Cell, *Journal of Membrane Science & Technology*, 2011, 1,3
- 8 Zhang H., et.al., Enhancement of proton conductivity of polymer electrolyte membrane enable by sulfonation nanotubes, *International Journal of Hydrogen Energy*, Vol.39, 974-986,Elsevier, 2013.