

SIFAT KIMIA DAN FISIKA FILM KITOSAN-AKRILAT IRADIASI ION LOGAM Cu MENGGUNAKAN METODE KOLOM

Gatot Trimulyadi Rekso

Pusat Aplikasi Teknologi Isotop dan Radiasi - BATAN
Jl. Lebak Bulus Raya No. 49, Jakarta-Selatan

* Untuk korespondensi: gatot2811@yahoo.com

ABSTRAK

Dalam upaya menaikkan nilai tambah dari polimer alam yang berasal dari limbah kulit udang, telah dilakukan modifikasi kitosan dengan menambahkan monomer asam akrilat untuk mendapatkan suatu bahan membran. Kitosan dengan konsentrasi 5% b/v dicampur dan dihomogenkan dengan asam akrilat pada rentang konsentrasi 0 -5 % v/v dalam air suling pada suhu 50 °C. Selanjutnya bahan dikemas dalam plastik film polipropilen (PP) dan diiradiasi pada dosis 10 kGy menggunakan sinar gamma. Kemudian dibuat film dengan menuangkan larutan kental pada lempengan kaca dengan ketebalan 10 mm dan keringkan dalam oven vacum 50⁰ C. Pengujian film kitosan–asam akrilat meliputi uji fraksi gel (padatan tidak larut) dengan metode ekstraksi soxlet, kekuatan tarik dengan alat *tensile strength* dan analisis gugus fungsi dengan FTIR dan sifat termal dengan DSC. Hasil penelitian menunjukkan penambahan konsentrasi monomer asam akrilat yang optimal adalah 3,5%(v/v). Diperoleh sifat fisik film kitosan yang tertinggi, hasilnya sebagai berikut : fraksi gel sebesar 82,0 %, kekuatan tarik sebesar 173 kg/cm² dan titik leleh sebesar 246,0 °C.

Kata Kunci : *Kitosan, asam akrilat, iradiasi, sifat fisik dan kimia.*

ABSTRACT

To increase the added value of the quality marine natural polymer, modification of chitosan has been carried out by the addition of acrylic acid to prepare new material. Chitosan with the concentrations ranged of 5 % (w/v) was mixed and then homogenized with acrylic acid in the concentration of 0-5 % (v/v) in distilled water at a temperature of 50 °C, respectively and then homogenized. The samples were packed in the polypropylene (PP) plastic film then irradiated by gamma-ray at the doses of 10 kGy. For the preparation of thin-film, the chitosan solution was cast on the flat glass for 10 mm thickness and dry by vacuum oven at 50 °C. After evaluation, it was found that the chemical and physical showed that the best condition for copolymerization of chitosan with acrylic acid was that in the composition of 3,5 % acrylic acid and. The properties of chitosan -acrylic acid film were as follows; gel fraction was 82,0 %, the tensile strength of the film was 173 Kg/cm² and the melting point was 246⁰ C.

Keyword: *Chitosan, acrylic acid, irradiation, physical and chemical properties*

PENDAHULUAN

Pemanfaatan energi radiasi pada modifikasi polimer telah banyak diteliti dan diaplikasikan. Kemampuan radiasi pengion untuk memproduksi radikal bebas telah menjadikan radiasi pengion sebagai bagian penting dalam modifikasi polimer alam

maupun sintetis [1]. Untuk mendapatkan polimer jenis baru dengan gugus fungsi tertentu dapat dengan menambahkan monomer kekerangka polimer yang akan dimodifikasi pada penelitian ini kerangka polimer digunakan adalah kitosan dan monomer yang digunakan asam akrilat.

Kitosan disebut juga dengan β -1,4-2-amino-dioksi-D-glukosa merupakan turunan dari kitin melalui proses deasetilasi. Proses deasetilasi dilakukan dengan penambahan natrium hidroksida 50% (b/v) yang merupakan basa kuat yang reaktif.

Faktor yang sangat mendorong dilakukannya penelitian menggunakan bahan dasar kitosan, karena kitosan merupakan bahan polimer alam yang sumbernya sangat berlimpah, mudah diperoleh dan bersifat tidak beracun serta mudah terdegradasi. Selain itu aplikasi kitosan juga sangat luas karena bahan ini dapat dikembangkan lebih lanjut sebagai bahan pengkelat, pengemulsi, pengkoagulasi, dan bahan pembentuk film sehingga memiliki prospek yang cerah untuk kebutuhan industri pengganti bahan polimer sintetis [2].

Modifikasi kitosan secara kimia relatif sulit dilakukan karena kelarutan kitosan yang rendah dan untuk mendapatkan hasil yang optimal sistem harus dalam fasa homogen serta diperlukan katalis tertentu yang relatif mahal. Oleh karena itu akan diteliti modifikasi kitosan dengan teknik iradiasi. Modifikasi kitosan menggunakan teknik iradiasi merupakan metode yang paling efisien. Karena daya tembus radiasi yang tinggi memungkinkan pembentukan pusat aktif yang merata di seluruh bagian sehingga produk akan lebih homogen, selain itu prosesnya dapat berlangsung dalam fasa heterogen dan tidak memerlukan bahan tambahan inisiator maupun katalis. [3].

Dengan sifat fisika dan kimia yang dimilikinya, salah satu aplikasi kitosan adalah sebagai membran (lapisan tipis). Kitosan sebagai polimer alam memiliki sifat fisik yang relatif rendah dibandingkan polimer sintetis. Oleh karena itu, penambahan monomer sintetis akan memperkuat sifat fisik film yang terbentuk sehingga dapat diaplikasikan sebagai bahan dasar membran [4]. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh penambahan monomer asam akrilat pada larutan kitosan terhadap sifat fisika dan kimianya serta untuk meningkatkan sifat film kitosan, sehingga diperoleh film kitosan dengan sifat fisik yang kuat, tidak mudah rapuh dan dapat diaplikasikan sebagai bahan dasar membran. Selain itu, dengan melakukan penambahan berbagai variasi konsentrasi asam akrilat pada larutan kitosan yang kemudian diiradiasi dengan sinar gamma, dapat diketahui peningkatan sifat kimia dan fisika membran yang di hasilkan

METODE PENELITIAN

Bahan penelitian

Bahan penelitian yang digunakan adalah limbah kulit udang putih (*Penaeus merquensis*) yang diperoleh dari desa Gebang – Cirebon. Kulit udang dengan bobot lebih kurang 0,5 kg yang telah kering dibersihkan dari kotoran kotoran yang masih melekat, sehingga diperoleh cangkang yang bersih selanjutnya dikeringkan dalam oven vakum pada temperatur 50⁰ C.

Prinsip Penelitian

Penelitian ini dilakukan dua tahap. Pada tahap pertama, Kitin diisolasi dari kulit udang melalui proses deproteinasi dan demineralisasi. Lalu dilanjutkan dengan proses deasetilasi menjadi kitosan. Pada tahap kedua, dilakukan pembuatan film kitosan-asam akrilat yang diiradiasi dengan sinar gamma dari sumber Co-60, dilanjutkan pengeringan dalam oven vakum 50⁰ C. Pada tahap ini dilakukan penambahan berbagai variasi konsentrasi asam akrilat. Pengujian film kitosan-asam akrilat meliputi uji fraksi gel dengan metode ekstraksi soxlet, kekuatan tarik dengan alat *tensile strength* dan analisis gugus fungsi dengan FTIR dan sifat termal dengan DSC.

Pembuatan film kitosan-asam akrilat

Pembuatan film kitosan dengan dengan melarutkan 5 % dalam larutan asam asetat 1%, kemudian dibuat dengan cara pencetakan (*casting*) dalam bentuk lapisan tipis. Dilakukan berbagai variasi konsentrasi asam akrilat yang ditambahkan pada larutan kitosan yaitu 0%; 0,5%; 1,0%; 1,5%; 2,0%; 2,5%; 3,0%; 3,5%; 4,0%; 4,5%; dan 5,0% (v/v), yang kemudian diiradiasi dengan sinar gamma pada dosis 10 kGy. .

Analisa film kitosan-asam akrilat

Fraksi Gel

Ekstraksi dilakukan selama 8 jam, film kitosan-asam akrilat yang telah diekstraksi kemudian dikeringkan dalam oven pada 105 °C, lalu ditimbang.

$$\text{Fraksi gel} = (W_2 / W_1) \times 100\%$$

Dimana:

W_1 = Berat sampel film kitosan-asam akrilat mula-mula (g).

W_2 = Berat sampel film kitosan-asam akrilat setelah ekstraksi (g).

Kekuatan Tarik

Untuk mengukur kekuatan tarik, sampel film kitosan-asam akrilat dicetak terlebih dahulu dengan alat pencetak, kemudian spesimen uji tersebut dijepit pada kedua ujungnya. Salah satu ujung dibuat tetap dan diaplikasikan sebuah beban yang naik sedikit demi sedikit ke ujung lainnya sampai sampel tersebut patah. Jarak perjalanan pendulum setelah sampel patah diambil sebagai ukuran kekuatan impak. Pengujian kekuatan tarik ini menggunakan alat *tensile strength*.

Analisis Termal

Pengujian transisi termal film kitosan-asam akrilat menggunakan alat *Differential Scanning Calorimetry* (DSC). Sampel ditimbang 10 -15 mg, kemudian ditempatkan dalam cangkir aluminium sangat kecil. Sebagai referensinya digunakan cangkir aluminium kosong. Sampel dan referensi keduanya lalu dipanaskan. Energi disuplai untuk menjaga suhu-suhu sampel dan referensi tetap konstan. Perbedaan daya listrik antara sampel dan referensi ($d\Delta Q/dt$) dicatat dalam bentuk termogram

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi kitosan

Hasil kitosan yang diperoleh dikarakterisasi antara lain warna secara visual, kadar air, masa molekul relative dan derajat deasetilasi .

Tabel 1. Karakter kitosan hasil isolasi

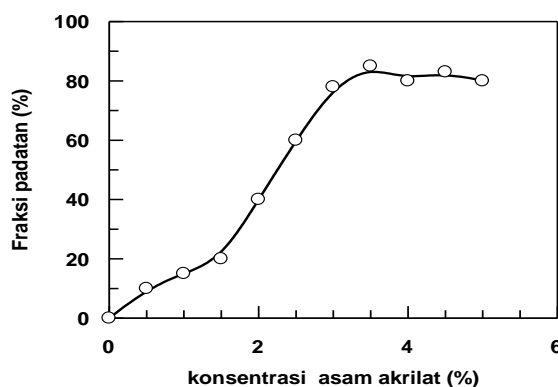
No	Karakter
1	Warna : putih
2	Kadar Air : 12,5 %
3	Masa molekul : $4,8 \cdot 10^4$
4	Derajat deasetilasi : 82,5 %

Kitosan dengan karakter seperti diatas, selanjutnya digunakan sebagai

bahan dasar yang dipergunakan pada penelitian ini .

Fraksi Padatan

Grafik hasil analisis fraksi padatan dengan menggunakan metode ekstraksi soxlet terhadap film kitosan pada berbagai konsentrasi asam akrilat dengan dosis iradiasi 10 kGy dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1 Hubungan antara konsentrasi asam akrilat dengan persentase fraksi gel.

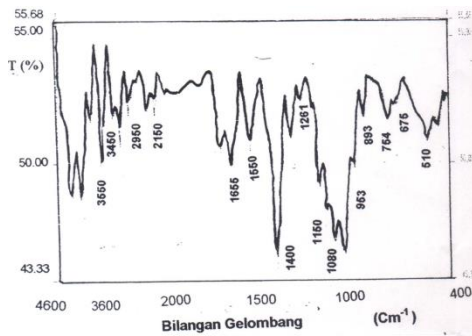
Gambar 1 menunjukkan pengaruh konsentrasi monomer asam akrilat dalam larutan kitosan. Pada kopolimerisasi asam akrilat pada kitosan menunjukkan persen fraksi padatan meningkat dengan bertambahnya konsentrasi asam akrilat. Hal ini dapat dijelaskan bahwa bertambah tinggi konsentrasi monomer asam akrilat, difusi monomer ke dalam matriks kitosan akan meningkat, di samping itu kemungkinan tumbukan antara molekul monomer dengan radikal kitosan yang terbentuk akan meningkat pula [5]. Pada konsentrasi asam akrilat sebesar 3,5 % nilai fraksi padatan 82,0 %. Pada konsentrasi di atas 3,5 % fraksi padatan mulai terjadi penurunan, hal ini karena homopolimer yang terbentuk lebih tinggi

sehingga meningkatkan viskositas larutan yang menyebabkan hambatan difusi monomer ke dalam matriks kitosan.

Pengukuran gugus fungsi dengan FTIR

Untuk mengetahui telah terjadinya polimerisasi pada larutan kitosan dilakukan pengujian sifat-sifat serapan gelombang infra merah dengan *Fourier Transform Infra Red*. Pengujian ini dilakukan pada sampel film kitosan dalam 1% asam asetat yang ditambahkan monomer asam akrilat dengan konsentrasi 3,5 % dan diiradiasi dengan dosis 10 kGy.

Untuk membandingkan serapan infra merah film kitosan tersebut, maka dipelajari perubahan gugus fungsi yang terjadi melalui spektrum FT-IR yang ditunjukkan pada Gambar 2, 3.

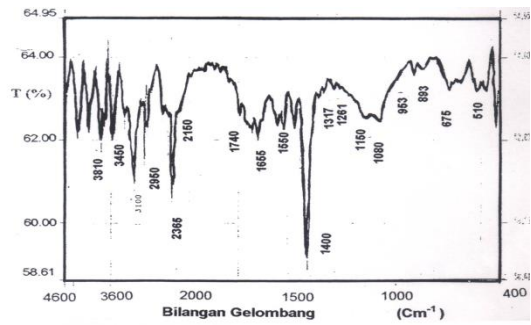


Gambar 2 Spektrum FT-IR film kitosan akrilat

Ciri khas telah terjadi kopolimerisasi asam akrilat pada larutan kitosan, yaitu dengan ditunjukkan oleh perubahan nilai absorbansi gugus fungsi karbonil. Pada 1665 cm^{-1} , menunjukkan perubahan puncak gugus fungsi karbonil akibat penambahan monomer asam akrilat[6].

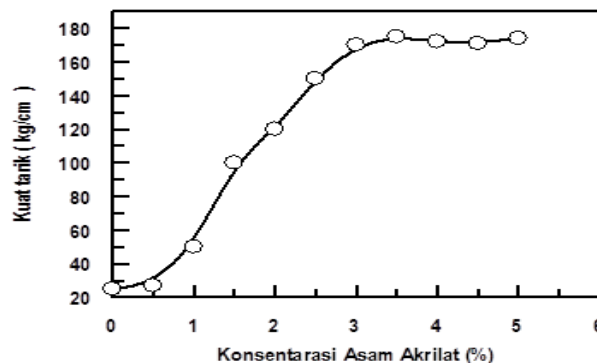
Kekuatan Tarik

Grafik hasil analisis kuat tarik dengan menggunakan alat tensile strength terhadap film kitosan pada berbagai konsentrasi asam akrilat dengan dosis iradiasi 10 kGy dapat dilihat pada Gambar 4. Tegangan putus merupakan salah satu parameter yang penting pada karakteristik



Gambar 3. Kitosan yang ditambahkan asam

polimer yang menunjukkan kekuatan tariknya (tegangan putus). Gambar 4 menyajikan pengaruh iradiasi terhadap tegangan putus film kitosan-asam akrilat. Terlihat bahwa dengan naiknya konsentrasi asam akrilat hingga 3,5 %, tegangan putus meningkat. Hal ini menunjukkan bahwa konsentrasi hingga 3,5 % terjadi reaksi ikatan silang optimum, tetapi pada konsentrasi di atas 3,5 % terjadi penurunan nilai tegangan putus. Hal ini di karenakan terbentuknya pengikatan silang antara kitosan dan asam akrilat terjadi penurunan, sehingga kekuatan tariknya menurun juga [7]



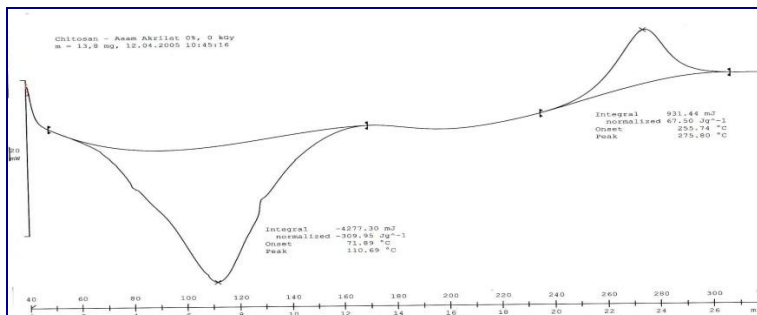
Gambar 4. Hubungan antara konsentrasi asam akrilat dengan kuat tarik

Pengujian Sifat Termal Menggunakan Differential Scanning Calorimetry (DSC)

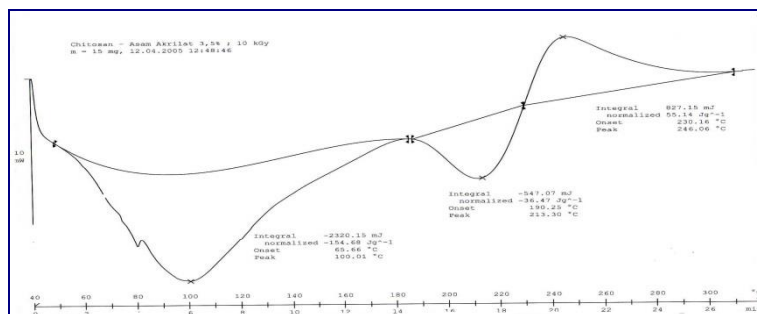
DSC menghasilkan kurva yang menunjukkan hubungan antara perubahan kecepatan aliran energi (mW/mg) terhadap

temperatur ($^{\circ}\text{C}$). Pada penelitian ini, dilakukan pengujian sifat termal pada film kitosan original dan film dari kitosan yang ditambahkan monomer asam akrilat dengan konsentrasi 3,5% dan diiradiasi

pada dosis 10 kGy. Untuk mengetahui perubahan sifat termal yang terjadi pada sampel film kitosan tersebut dapat dilihat pada Gambar 5,6



Gambar 5 Termogram DSC film 5 % kitosan



Gambar 6 Termogram DSC film 5 % kitosan yang ditambahkan 3,5 % monomer asam akrilat

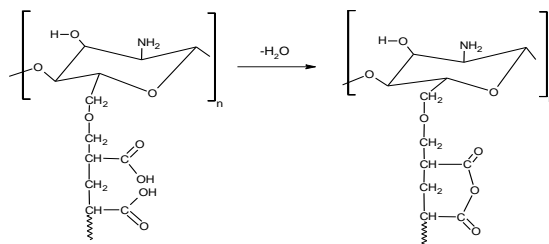
Tabel 2 dibawah ini menunjukkan puncak titik leleh dari film kitosan

No.	Bahan	Titik leleh ($^{\circ}\text{C}$)
1.	Film kitosan tanpa iradiasi	275,80
2.	Film kitosan-asam akrilat 3,5% iradiasi	246,06

Pada Gambar 5 dan 6 muncul puncak endotermis dan eksotermis. Puncak endotermis tersebut kemungkinan merupakan suhu penguapan pelarut kitosan 1% asam asetat dan puncak eksotermis tersebut merupakan titik leleh dari kitosan.

Pada kitosan yang ditambahkan asam akrilat muncul puncak-puncak endotermis baru pada suhu 213,30 $^{\circ}\text{C}$. Puncak endotermis baru tersebut kemungkinan berasal dari reaksi dehidrasi gugus karboksilat yang berdampingan dalam kitosan-asam akrilat [8]. Reaksi dehidrasi

gugus karboksilat akibat pemanasan diperkirakan sebagai berikut



Gambar 7. Reaksi dehidrasi gugus karboksilat akibat pemanasan

Munculnya puncak baru tersebut telah membuktikan bahwa telah terjadi reaksi kopolimerisasi antara asam akrilat dengan kitosan

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian, dapat disimpulkan bahwa :

Penambahan asam akrilat pada larutan kitosan dan iradiasi sinar gamma pada dosis 10 kGy dapat meningkatkan sifat fisik film kitosan dan konsentrasi asam akrilat yang memberikan sifat fisik yang baik adalah pada konsentrasi 3,5 % (v/v).

Dari hasil analisa gugus fungsi dengan FTIR dan sifat termal dengan DSC menunjukkan telah terjadi reaksi polimerisasi antara kitosan dan asam akrilat.

UCAPAN TERIMAKASIH

Terimakasih kami ucapkan kepada rekan-rekan dari Bidang Proses Radiasi dan di Instalasi Fasilitas Iradiasi, Pusat Aplikasi Isotop dan Radiasi yang banyak memberikan kontribusi dan dukungan sehingga penelitian ini dapat berjalan dengan lancar

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Bhattacharya, A. (2000). Radiation and industrial polymers. In *Progress in Polymer Science (Oxford)*. [https://doi.org/10.1016/S0079-6700\(00\)00009-5](https://doi.org/10.1016/S0079-6700(00)00009-5)
- [2] Rekso, G. T. (2014). Kopolimerisasi Cangkok Dan Karakterisasi Lembaran Kitosan Teriradiasi. *Jurnal Kimia Dan Kemasan*, 36(1), 183–190. <https://doi.org/10.24817/jkk.v36i1.1903>
- [3] Casimiro, M. H., Botelho, M. L., Leal, J. P., & Gil, M. H. (2005). Study on chemical, UV and gamma radiation-induced grafting of 2-hydroxyethyl methacrylate onto chitosan. *Radiation Physics and Chemistry*, 72(6), 731–735. <https://doi.org/10.1016/j.radphyschem.2004.04.029>
- [4] Cui, Z., Coletta, C., Rebois, R., Baiz, S., Gervais, M., Goubard, F., Aubert, P. H., Dazzi, A., & Remita, S. (2016). Radiation-induced reduction-polymerization route for the synthesis of PEDOT conducting polymers. *Radiation Physics and Chemistry*. <https://doi.org/10.1016/j.radphyschem.2015.10.011>

- [5] Miretzky, P., & Cirelli, A. F. (2009). Hg(II) removal from water by chitosan and chitosan derivatives: A review. In *Journal of Hazardous Materials*. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2009.01.060>
- [6] Ngah, W. S. W., & Fatinathan, S. (2010). Pb(II) biosorption using chitosan and chitosan derivatives beads: Equilibrium, ion exchange and mechanism studies. *Journal of Environmental Sciences*. [https://doi.org/10.1016/S1001-0742\(09\)60113-3](https://doi.org/10.1016/S1001-0742(09)60113-3)
- [7] Sabharwal, S., Varshney, L., Chaudhari, a D., & Rammani, S. P. (2004). *Radiation processing of polysaccharides*. November, 29–38.
- [8] Ting, T. M., Nasef, M. M., & Ee Ling, A. W. (2019). Kinetics of radiation grafting of glycidyl methacrylate and vinylbenzyl chloride onto polymer fibers. *Journal of Engineering Science and Technology*, 14(2), 646–658

TANYA JAWAB

PEMAKALAH : Gatot Trimulyadi

PENANYA : Dyah Puspitasari

PERTANYAAN :

Bagaimana tingkat kehalusan serta warna kitosan? Apakah asam mempengaruhi warna dari kitosan?.

JAWABAN :

Warna kekuning-kuningan akibat radiasi, kehalusan sama tidak ada perubahan. Asam tidak mempengaruhi warna (hanya dipengaruhi oleh radiasi).

PENANYA : Enderuji

PERTANYAAN :

Bagaimana cara membuat lapis tipis? Berapa konsentrasi kitosan dan pelarut apa yang digunakan? Apakah saat membuat lapis tipis menggunakan oven?

JAWABAN :

Dibuat diatas kaca dengan ketebalan yang diinginkan, berbentuk kotak dan dituangkan pada kaca. Konsentrasi kitosan 2% dan dilarutkan dalam asam asetat. Pada pembuatan lapis tipis hanya diangin-anginkan (tidak menggunakan oven).