

## SINTESIS SELULOSA-g-ASAM AKRILAT-STIREN SEBAGAI ADSORBEN ION LOGAM

**Meri Suhartini dan Nunung Nuryanthi**

*Pusat Aplikasi Isotop Radiasi (PAIR) - BATAN*

*Jl. Lebakbulus Raya No. 49 Jakarta*

*E-mail : meri@batan.go.id*

*Diterima: 3 Januari 2017*

*Diperbaiki: 24 Maret 2017*

*Disetujui: 6 April 2017*

### ABSTRAK

#### SINTESIS SELULOSA-g-ASAM AKRILAT-STIREN SEBAGAI ADSORBEN ION LOGAM.

Asam akrilat dan stiren dicangkokkan pada selulosa (Sel-g-AA-St) dengan menggunakan inisiator sinar gamma dari sumber radiasi kobalt-60. Penelitian bertujuan memperbaiki sifat fisik kimia kopolimer cangkok selulosa-asam akrilat (Sel-g-AA) sebagai adsorben ion logam. Hasil menunjukkan bahwa dosis iradiasi optimum untuk proses pencangkokan asam akrilat dan stiren pada selulosa dicapai pada 30 kGy. Pada pencangkokan secara simultan dengan dosis iradiasi 30 kGy, dengan adanya penambahan stiren, terjadi perbaikan derajat pengembangan (%S), %S kopolimer Sel-g-AA yang semula 470% turun menjadi 89%. Pencirian gugus fungsi menggunakan *Fourier Transform InfraRed Spectroscopy (FT-IR)* menunjukkan adanya spektrum baru pada Sel-g-AA-St. Analisis morfologi menggunakan *Scanning Electron Microscope (SEM)* menunjukkan bahwa ukuran serat Sel-g-AA-St menjadi lebih besar 67% dibandingkan selulosa sebelum dimodifikasi. Hasil analisis menggunakan *Energy Dispersive Analysis X-Ray (EDX)* memperlihatkan bahwa ion logam  $Pb^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$  dan  $Ni^{2+}$  dapat terserap oleh kopolimer Sel-g-AA-St. Kemampuan adsorpsi kopolimer tersebut terbaik pada  $Pb^{2+}$ , kemudian  $Ni^{2+}$  dan yang terendah pada  $Mn^{2+}$ .

**Kata kunci** : Selulosa, Asam akrilat, Stirena, Irradiasi gamma, Kobalt-60

### ABSTRACT

#### SYNTHESIS OF CELLULOSE-g-ACRYLIC ACID-STYRENE AS METAL ION ADSORBENT.

Acrylic acid and styrene were grafted onto cellulose by using gamma rays from cobalt-60 as the initiator. The research aims to improve the physical and chemical properties of grafted copolymer of cellulose-acrylic acid (Cell-g-AA) as  $Pb^{2+}$  metal ion adsorbent. The results showed that the optimum irradiation dose for the grafting of acrylic acid and styrene on the cellulose was achieved at 30 kGy. An improvement of the degree of swelling (% S) of Cell-g-AA from 470% to 89% at simultaneously grafting with irradiation dose of 30 kGy. Characterization of functional groups using Fourier Transform InfraRed Spectroscopy (FT-IR) showed the presence of new spectrum at Cell-g-AA-St. Morphological analysis using Scanning Electron Microscope (SEM) showed that the size of the fiber Cell-g-AA-St was 67% higher than that before the grafting. The results using Energy Dispersive X-Ray Analysis (EDX) showed that metal ions  $Pb^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$  dan  $Ni^{2+}$  can be adsorbed by the Cell-g-AA-St copolymer. The adsorption capability of the copolymer is best on  $Pb^{2+}$ , then  $Ni^{2+}$  and the lowest on  $Mn^{2+}$ .

**Keywords** : Cellulose, Styrene, Acrylic acid, Gamma irradiation, Cobalt-60

### PENDAHULUAN

Seiring kemajuan industri, limbah cair sebagai hasil ikutan pada proses produksi secara signifikan juga meningkat. Limbah cair yang berasal dari industri tekstil dan cat, misalnya limbah yang mengandung ion  $Pb^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$  dan  $Ni^{2+}$ , akan berdampak buruk ke lingkungan di

sekitar lokasi industri tersebut apabila limbah cair tersebut tidak diproses terlebih dahulu [1]. Dampak buruk dari limbah cair ion logam sudah ditemukan pada beberapa daerah di Jawa Tengah [2], dimana ion logam ini sudah meresap ke lahan pertanian dan menyebabkan

hasil dari lahan tersebut turut tercemar dan tidak layak lagi dikonsumsi. Timbal tidak memiliki peran secara fisiologi di dalam tubuh, akan tetapi banyak menimbulkan efek berbahaya [3]. Toksisitas ion timbal terjadi dengan cara mengganggu efektivitas enzim-enzim, dikarenakan timbal dapat terikat pada gugus sulfidril (-SH) dimana gugus ini banyak ditemukan pada enzim. Pada bayi dan anak-anak, keracunan timbal dapat menyebabkan ensefalopati, gangguan mental, dan penurunan kecerdasan [4,5]. Mangan termasuk logam berat yang dapat menimbulkan keracunan kronis pada manusia. Efek ion mangan terjadi terutama di saluran pernapasan dan otak. Gejala keracunan mangan adalah halusinasi, pelupa dan kerusakan saraf. Dapat pula menyebabkan gangguan kerongkongan, gangguan tulang, osteoporosis, penyakit, gangguan kardiovaskuler, hati, reproduksi dan perkembangan mental, hipertensi, hepatitis, kegemukan, masalah kulit, kolesterol dan menyebabkan epilepsi. Nikel merupakan salah satu logam berat yang sangat berbahaya karena bersifat karsinogenik dan menyebabkan berbagai penyakit akut dan kronik. Nikel selain sebagai logam esensial, juga berbahaya jika konsentrasi Ni(II) berada di atas standar baku mutu yakni bila berada di atas 0,05 ppm, berbagai penyakit yang akut dan kronik dapat timbul pada manusia seperti kerusakan paru-paru dan gangguan pada ginjal [4].

Limbah logam berat tersebut diatas, sebagian besar dibuang ke perairan oleh pelaku industri. Hal ini karena sulitnya proses pemisahan ion logam tersebut, bila menggunakan proses pengendapan/koagulasi. Limbah tersebut perlu dilakukan pengolahan lebih lanjut dengan menggunakan teknik-teknik lain seperti pertukaran ion dan adsorben [6,7]. Metode adsorpsi memiliki beberapa kelebihan di antaranya adalah prosesnya relatif sederhana, efektifitas dan efisiensinya relatif tinggi serta tidak memberikan efek samping berupa zat beracun

Kopolimerisasi *grafting* atau pencangkokan suatu monomer adalah metode untuk memodifikasi polimer dimana monomer yang berbeda melekat pada polimer yang ada melalui ikatan kovalen *irreversibel* [8]. Proses ini dapat diinisiasi secara kimia, foto kimia dan menggunakan radiasi pengion. Radiasi pengion memiliki keuntungan dibandingkan metode *grafting* kimia atau foto-kimia, karena sederhana, akurat, mudah dikontrol. Selain itu, tidak diperlukan aditif atau katalis dan pemanasan lokal dapat dihindari [9]. Monomer yang dapat dicangkok pada selulosa jerami antara lain monomer asam akrilat, metil metakrilat, glisidil metakrilat, stiren dan lain sebagainya [10,11,12]. Pada penelitian sebelumnya, pencangkokan monomer asam akrilat pada polimer polipropilena yang dilakukan secara simultan, diperoleh optimum dosis pada 45 kGy. Pada dosis yang lebih tinggi akan terjadi kerusakan pada polipropilen, sedangkan pada dosis yang lebih rendah proses pencangkokan tidak sempurna. Hal ini menyebabkan kemampuan adsorben dalam mengadsorpsi logam berat

tidak maksimal [13]. Sedangkan pada pencangkokan asam akrilat pada polipropilen dan polietilen dengan metode pre-iradiasi, juga diperoleh dosis iradiasi optimum sebesar 45 kGy, waktu pencangkokan 120 menit dan konsentrasi asam akrilat 40 % [14]. Selain itu pada pencangkokan monomer asam akrilat pada selulosa menggunakan teknik pra iradiasi, diperoleh optimum dosis pada 30 kGy [15,16].

Sebagai adsorben ion logam, kopolimer sel-*g*-AA memiliki derajat pengembangan yang terlalu besar sehingga mudah pecah dalam penggunaan waktu tertentu, mudah terdegradasi oleh asam dan kemampuan adsorpsi ion logam yang rendah [17]. Untuk memperbaiki sifat fisik tersebut, kopolimer sel-*g*-AA dimodifikasi dengan penambahan stiren. Monomer stiren merupakan monomer hidrofobik, yang dapat menurunkan derajat pengembangan dan meningkatkan kemampuan adsorpsi ion logam [18].

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik kopolimer sel-*g*-AA-St dibandingkan dengan sel-*g*-AA diantaranya pada derajat pengembangan, kekuatan fisik terhadap asam dan kemampuan adsorpsi ion logam Pb<sup>2+</sup>, Mn<sup>2+</sup> dan Ni<sup>2+</sup>. Pada penelitian ini, modifikasi selulosa untuk perbaikan sifat fisik dan kimia dilakukan menggunakan teknik pencangkokan secara iradiasi simultan dengan menggunakan matrik selulosa hasil isolasi dari jerami padi dan campuran monomer asam akrilat (monomer hidrophilik) dan stiren (monomer hidrophobik), dengan inisiator sinar gamma dari sumber kobalt-60. Diharapkan, penambahan monomer stiren dapat memperbaiki sifat fisik dan kimia dari kopolimer sel-*g*-AA khususnya mengurangi derajat pengembangan dan meningkatkan kemampuan adsorpsi ion logam.

Analisis yang dilakukan adalah prosentase pencangkokan, pengembangan dalam air dan degradasi dalam larutan asam. Karakterisasi yang dilakukan meliputi karakterisasi gugus fungsi menggunakan *Fourier Transform InfraRed Spectroscopy (FT-IR)*, karakterisasi morfologi menggunakan *Scanning Electron Microscope (SEM)* dan *Energy Dispersive Analysis X-Ray (EDX)*.

## METODE PERCOBAAN

### Bahan

Bahan yang digunakan adalah selulosa alami dari jerami padi, dimana proses pembuatan mengacu pada paper sebelumnya [18,19]. Asam akrilat (Merck), Stiren (Merck), HCl dengan tingkat kemurnian masing-masing 99%.

### Alat

Alat yang digunakan adalah sumber radiasi gamma: Iradiator IRKA milik PAIR-BATAN dengan sumber kobalt-60, Spektrofotometer Serapan Atom,

Fourier Transform InfraRed Spectroscopy (FT-IR), Scanning Electron Microscope (SEM) dan Energy Dispersive Analysis X-Ray (EDX).

**Cara Kerja**

**Kopolimerisasi**

Selulosa dengan bobot 5 g direndam selama 24 jam dalam campuran asam akrilat-stiren (99 : 1) vol/vol, 100% (formula A), campuran asam akrilat-stiren (99 : 1) 50% (formula B), dan campuran asam akrilat-stiren (99 : 1) 30% (formula C). Formula A, B dan C tersebut diatas, dimasukkan ke dalam plastik polietilen dan diséal. Diiradiasi dengan sinar gamma (sumber kobalt-60) dengan dosis radiasi 10 kGy , 20 kGy , 30 kGy , 40 kGy dengan laju dosis 7 kGy/jam. Kopolimer yang dihasilkan setelah iradiasi, dicuci dengan air suhu 70 °C dan toluen untuk menghilangkan homopolimer yang terbentuk, kemudian disaring dengan saringan *stainless steel* dan dikeringkan dalam oven pada suhu 90 °C sampai bobot konstan.

Selanjutnya dilakukan perhitungan prosentase pencangkokan (%G), yang dihitung menggunakan Persamaan (1) sebagai berikut:

$$\%G = \frac{B_1 - B_0}{B_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

Dimana:

$B_0$  = Bobot selulosa hasil delignifikasi sebelum dicangkok (gram)

$B_1$  = Bobot selulosa hasil delignifikasi tercangkok (gram)

**Analisis Gugus Fungsi Kopolimer dengan FT-IR**

Kopolimer sel-g-AA-St dengan dengan bobot lebih kurang 1-2 mg dihaluskan, lalu dicampur dengan 300-400 mg serbuk kalium bromida dan dimasukkan ke dalam *stainless steel cup*. Selanjutnya diukur transmisi serapan cahaya inframerah pada daerah bilangan gelombang 4000  $cm^{-1}$  sampai 400  $cm^{-1}$ . Spektra IR yang dihasilkan dibandingkan dengan spektra selulosa serbuk jerami sebelum proses kopolimerisasi.

**Penentuan Derajat Pengembangan Dalam Air [6]**

Kopolimer sel-g-AA-St dengan bobot lebih kurang 5 mg (dengan derajat *grafting* tertinggi) dimasukkan ke dalam tabung gelas, ditambahkan 50 mL akuades, kemudian didiamkan selama 24 jam. Setelah perendaman, sampel diangkat dari larutan, dan sisa air pada permukaan film dikeringkan dengan kertas saring. Derajat pengembangan ditentukan dengan Persamaan (2):

$$Daya\ Serap\ Air = \frac{s_1 - s_0}{s_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

Dimana:

$S_0$  = Bobot selulosa sebelum direndam (gram)

$S_1$  = Bobot selulosa setelah direndam (gram)

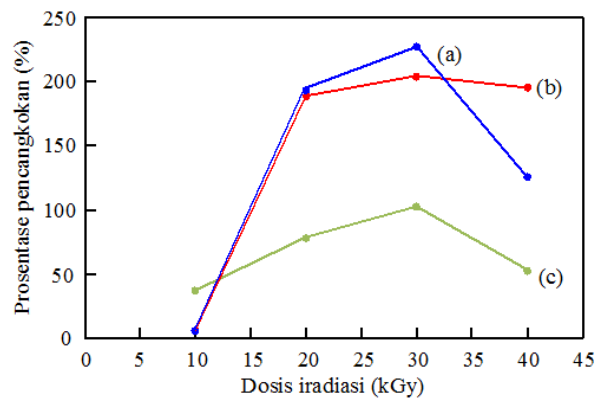
Analisis dengan *Scanning Electron Microscope (SEM)* dan *Energy Dispersive Analysis X-Ray (EDX)*.

Sampel selulosa dan Kopolimer sel-g-AA-St masing-masing dilapisi dengan Au kemudian ditempatkan pada wadah sampel pada alat SEM kemudian ditutup dan dibuat kedap udara. Dianalisis permukaan adsorben yang telah terukur.

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

**Hasil Pencangkokan**

Pengaruh dosis radiasi terhadap prosentase hasil pencangkokan sel-g-AA-St dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Hubungan antara dosis iradiasi terhadap prosentase pencangkokkan monomer asam akrilat dan stirena

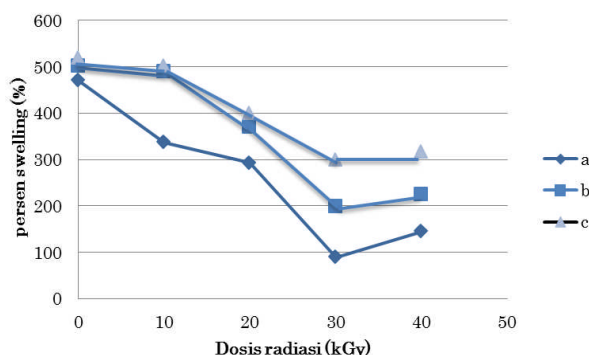
Prosentase pencangkokan (*grafting*) meningkat dengan meningkatnya dosis radiasi. Puncak prosentase pencangkokan terjadi pada dosis 30 kGy untuk semua formulasi, yaitu mencapai 230%, 200% dan 100% untuk formula A, B dan C secara berturut-turut. Kenaikan prosentase pencangkokan pada dosis hingga 30 kGy disebabkan bertambah banyaknya radikal pada selulosa yang terbentuk, yang berarti pula bertambah besar kemungkinan untuk terjadinya reaksi inisiasi. Reaksi ini memicu reaksi kopolimerisasi cangkok [20]. Pada dosis lebih tinggi dari 30 kGy, radikal bebas yang terbentuk semakin banyak sehingga malah mengakibatkan reaksi homopolimerisasi, dimana monomer akan berinteraksi dengan sesama monomer dan menghasilkan homopolimer. Dengan bertambah banyaknya homopolimer yang terbentuk menyebabkan media larutan menjadi kental dan ini menghambat monomer untuk berdifusi menuju tapak aktif [21,22]. Selain itu pada dosis yang tinggi, kristalinitas yang

terdapat pada selulosa mengalami perubahan yang menjurus pada pemutusan rantai polimer sehingga mendegradasi kerangka selulosa. Hal ini mengakibatkan proses pencangkokan menjadi kurang sempurna [23].

Dari Gambar 1 dapat dilihat juga bahwa hasil pencangkokkan kopolimer formula A lebih besar dibandingkan formula B dan C. Hal ini disebabkan karena pada formula A terdapat asam akrilat dan stiren dengan konsentrasi lebih tinggi dibandingkan formula B dan C sehingga lebih banyak monomer berdifusi ke rantai selulosa dan membentuk kopolimer.

### Penentuan Derajat Pengembangan (%S) Dalam Air

Pada Gambar 2 dapat dilihat derajat pengembangan (%S) adsorben sel-g-AA-St dalam air terhadap dosis iradiasi.



Gambar 2. Grafik hubungan derajat pengembangan dengan dosis iradiasi.

Derajat pengembangan tertinggi terjadi pada gel yang murni dari ikatan asam akrilat dan selulosa, dengan penambahan stiren terjadi peningkatan densitas karena stiren mempunyai struktur berbentuk benzen yang meningkatkan densitas. Keberadaan stiren bersama dengan asam akrilat akan meningkatkan kemampuan adsorpsi ion logam [24].

Pada pengujian derajat pengembangan terhadap selulosa-g-AA (dosis iradiasi 0 kGy) didapat prosentase derajat pengembangan sebesar 470%. Besarnya derajat pengembangan pada dosis 0 kGy ini dikarenakan sifat hidrofilik selulosa maupun monomer asam akrilat. Gugus-gugus hidroksil yang terdapat pada selulosa dan asam akrilat dapat mengikat molekul air dan menyebabkan terjadinya pengembangan bila direndam dalam air. derajat pengembangan sel-g-AA-St semakin menurun dengan meningkatnya dosis dan mencapai minimum pada dosis iradiasi 30 kGy yaitu menjadi 89%. Turunnya derajat pengembangan ini dikarenakan stiren yang tercangkok memiliki sifat hidrofobik dan akhirnya menyebabkan hidrofilisitas kopolimer berkurang. Dalam hal ini derajat pengembangan akan berbanding terbalik dengan prosentase pencangkokan. Peningkatan prosentase pencangkokan juga menandakan bahwa

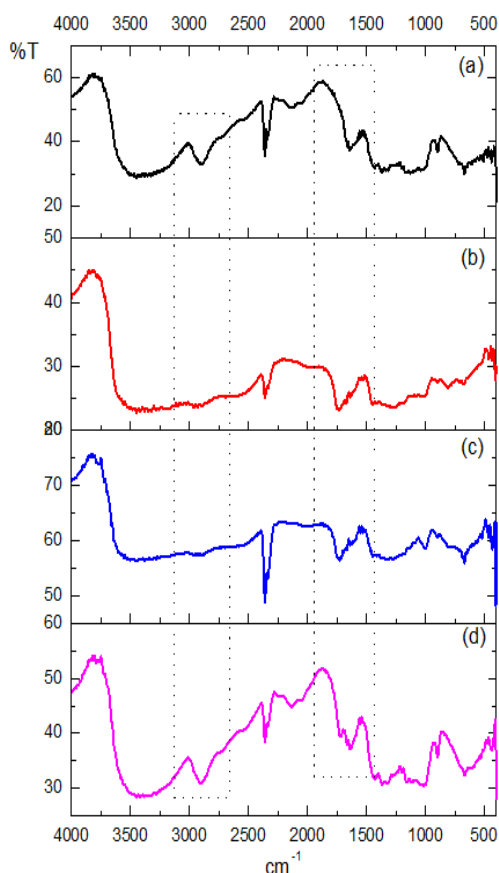
terjadi pengurangan gugus hidroksil pada rantai selulosa. Dengan adanya proses pencangkokan, sebagian besar gugus hidroksil tersubstitusi oleh monomer yang tercangkok.

Dengan adanya monomer stiren maka kerapatan ikatan antar molekul pada kopolimer yang terbentuk meningkat, sehingga menyebabkan absorpsi air menurun. Prosentase pengembangan di atas dosis 30 kGy menunjukkan kenaikan, yang mungkin diakibatkan oleh degradasi rantai polimer yang terjadi pada dosis tersebut lebih besar sehingga hidrofilisitas akan turut meningkat. Pada formula B dan C penurunan derajat pengembangan yang terjadi mempunyai kecenderungan pola yang hampir sama tetapi penurunan derajat pengembangan tidak terlalu signifikan.

Adsorben dengan prosentase pengembangan rendah lebih baik digunakan sebagai adsorben karena dengan rendahnya derajat pengembangan dalam air maka adsorben tidak mudah mengembang dan pecah pada waktu tertentu.

### Identifikasi Gugus Fungsi dengan FT-IR

Untuk mengevaluasi terjadinya pencangkokan pada selulosa menjadi sel-g-AA-St dilakukan pengujian



Gambar 3. Spektrum serapan infra merah (a). selulosa hasil isolasi dari jerami padi, (b). selulosa-g-AA-St (Formula A), (c). Selulosa-g-AA-St (Formula B) dan (d). Selulosa-g-AA-St (Formula C).

sifat-sifat serapan gelombang infra merah dengan *FT-IR*. Pengukuran dilakukan pada sampel selulosa (Gambar 3(a)) dan selulosa yang telah dicangkok dengan asam akrilat dan stiren (Gambar 3(b), 3(c) dan 3(d)).

Identifikasi isolat selulosa jerami padi bertujuan memastikan bahwa isolat yang diperoleh adalah selulosa. Identifikasi dilakukan dengan mengamati data bilangan gelombang gugus fungsi pada spektrum infra merah, dibandingkan dengan data selulosa pada pustaka.[16] Pada spektrum isolat jerami padi terdapat puncak dari gugus fungsi C-O-C dari  $\beta$ -1,4-glikosida pada bilangan gelombang 900  $\text{cm}^{-1}$ , C-O-C asimetris pada 1143  $\text{cm}^{-1}$ , OH intermolekuler pada 3307  $\text{cm}^{-1}$ , serta OH intramolekuler pada 3613  $\text{cm}^{-1}$ . Puncak yang muncul pada spektrum infra merah hasil isolasi jerami padi menunjukkan bilangan gelombang yang tidak jauh berbeda dengan bilangan gelombang selulosa berdasarkan pustaka, sehingga dapat disimpulkan bahwa isolat yang dihasilkan dari jerami padi merupakan selulosa. Kesamaan spektrum serapan infra merah selulosa hasil isolasi dari jerami padi ditampilkan pada Tabel 1.

**Tabel 1.** perubahan intensitas puncak spektrum selulosa dan selulosa berdasarkan pustaka

Gugus fungsi	Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	
	Selulosa menurut pustaka	Isolat jerami padi
C-O-C dari $\beta$ -1,4-glikosida	905-880	897,9
-OH tekuk intermolekuler	3418-3250	3225,12
-OH tekuk intramolekuler	3570-3460	3556,89
-CH <sub>2</sub> ulur	2908	2917,46
Jembatan asimetris C-O-C	1175-1138	1166,98
C-O ulur	1300-1000	1037,75
C-H ulur	2901	2901,06

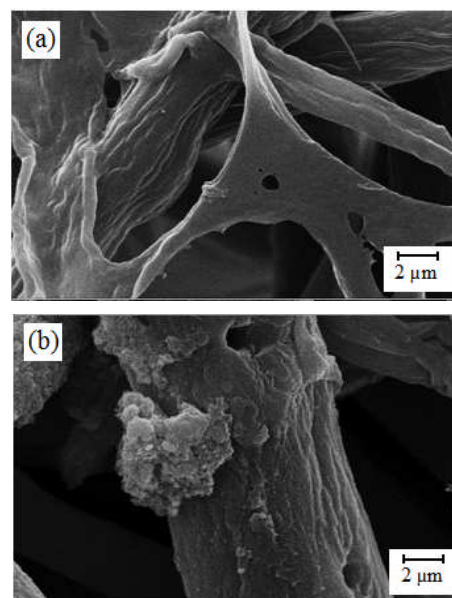
Pengujian gugus fungsi pada kopolimer bertujuan mengamati adanya perubahan gugus fungsi setelah proses kopolimerisasi. Analisis gugus fungsi pada penelitian ini dilakukan pada kopolimer selulosa-AA-St Formula A, B dan C. Terbentuknya kopolimer ditandai dengan hilang dan munculnya puncak (*peak*) baru pada hasil spektra infra merah antara selulosa hasil isolasi jerami padi sebelum dan sesudah proses pencangkokan. Pada gambar 3a, terlihat jelas spektrum pada bilangan gelombang 2854  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan bilangan gelombang untuk gugus fungsi CH<sub>2</sub> simetris ulur. Spektrum ini masih terlihat pada kopolimer sel-g-AA-St formula C (gambar 3d) dan menghilang pada kopolimer sel-g-AA-St formula A dan B (Gambar 3(b) dan 3(c)). Formula C merupakan konsentrasi monomer terendah yang digunakan dalam penelitian ini (30%), sehingga spektrum 2854  $\text{cm}^{-1}$  masih terlihat dikarenakan adanya kemungkinan pro-ses pencangkokan yang tidak sempurna.

Pada formula A dan B, proses pencangkokan lebih besar sehingga gugus fungsi CH<sub>2</sub> simetris ulur ini semakin tidak terlihat dan menghilang dari analisis spektra infra merah. Satu lagi, perubahan spektra yang jelas terlihat adalah pada bilangan gelombang 1640  $\text{cm}^{-1}$

pada selulosa menghilang dan timbul bilangan gelombang baru pada kopolimer sel-g-AA-St yaitu 1718  $\text{cm}^{-1}$ . Bilangan gelombang 1640  $\text{cm}^{-1}$  adalah spektrum untuk vibrasi OH tekuk yang berasal dari selulosa, sedangkan bilangan gelombang 1718  $\text{cm}^{-1}$  adalah spektrum untuk gugus karbonil (C=O) pada asam akrilat [9]. Perubahan spektrum ini menunjukkan terjadinya proses pencangkokan asam akrilat ke dalam selulosa., sedangkan pencangkokan stiren pada sampel Sel-g-AA-St ditunjukkan pada bilangan gelombang 667-706  $\text{cm}^{-1}$ .

### Analisis Morfologi Permukaan dengan SEM

Pengujian dengan SEM dimaksudkan untuk mempelajari efek pencangkokan pada bentuk morfologi selulosa dan selulosa-g-AA-St. Gambar 4 menunjukkan foto SEM pada pembesaran 5000x pada permukaan selulosa dan selulosa yang telah dicangkokkan dengan asam akrilat dan stiren.



**Gambar 4.** Permukaan kopolimer dan polimer selulosa dengan SEM untuk (a). Selulosa alami dan (b). Selulosa-g-AA-St

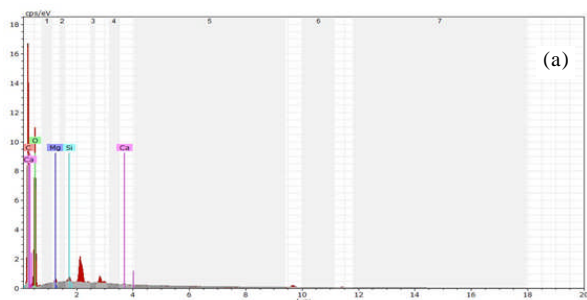
Permukaan selulosa pada foto SEM menunjukkan bahwa serat selulosa sebelum dicangkok berbentuk lebih kurus dibandingkan selulosa yang telah dicangkok, selulosa yang telah dicangkok memiliki bentuk serat yang lebih tebal/gemuk dan permukaan yang lebih rapat terlihat, seolah terdapat lapisan yang menutupi serat asli dari selulosa.

Selulosa yang telah dicangkok dengan monomer asam akrilat dan stiren (Formula A) kemungkinan mempunyai kapasitas adsorpsi ion logam Pb<sup>2+</sup>, Mn<sup>2+</sup> dan Ni<sup>2+</sup>, lebih tinggi bila dibandingkan dengan selulosa murni dan adsorben yang lain. Hal ini karena pada sel-g-AA-St (Formula A) terdapat gugus fungsi karboksilat yang lebih banyak yang berfungsi sebagai penukar ion.

## Analisis Keberadaan Unsur Logam dengan EDX

Analisis EDX berguna untuk mengevaluasi secara kualitatif komposisi ion logam yang terikat pada adsorben yang dianalisis. Dari Gambar 5 menunjukkan EDX adsorben sebelum dan setelah mengadsorpsi ion logam  $Pb^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$  dan  $Ni^{2+}$ . Pada Gambar 5(c) hingga 5(e) terlihat adanya spektrum ion logam  $Pb^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$  dan  $Ni^{2+}$ , pada adsorben sel-g-AA-St. Gambar tersebut menunjukkan persentase ion logam  $Pb^{2+}$  yang teradsorpsi lebih besar dibandingkan ion logam  $Ni^{2+}$  dan  $Mn^{2+}$ , sebesar 34,41%; 4,88% dan 26,89%, karena teradsorpsi oleh kopolimer secara *chelating* atau secara fisika.

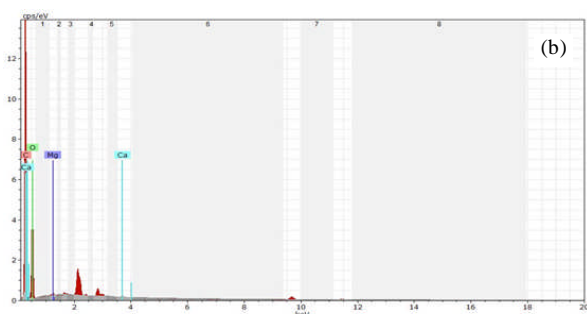
Pada Gambar 5, terlihat komponen yang terdapat pada selulosa sebagian besar adalah atom karbon dan oksigen, hal ini karena selulosa berantai utama atom karbon dan oksigen dan selain kedua atom tersebut selulosa memiliki komponen lain yaitu mineral-mineral dan logam berat seperti kalsium, magnesium, silikon, arsenik, palladium, dan aurum. Keberadaan ion logam palladium, dan aurum berasal dari bahan penyalut dalam proses *coating* sebelum proses EDX agar gambar yang dihasilkan lebih jelas.



Spectrum: Acquisition

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
Carbon	K-series	48.99	48.99	56.28	5.76
Oxygen	K-series	50.28	50.28	43.36	6.08
Magnesium	K-series	0.31	0.31	0.18	0.05
Silicon	K-series	0.27	0.27	0.13	0.04
Calcium	K-series	0.14	0.14	0.05	0.03

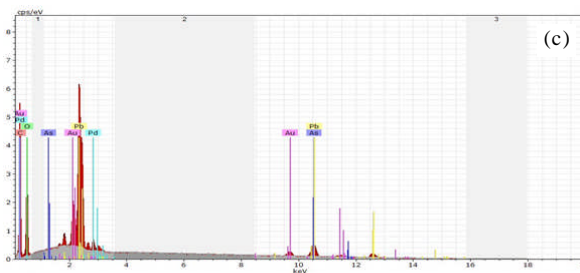
Total: 100.00 100.00 100.00



Spectrum: Acquisition

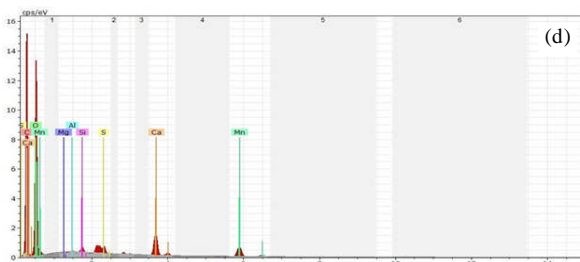
Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
Carbon	K-series	58.50	58.50	65.32	6.76
Oxygen	K-series	41.19	41.19	34.53	5.17
Magnesium	K-series	0.19	0.19	0.10	0.04
Calcium	K-series	0.13	0.13	0.04	0.03

Total: 100.00 100.00 100.00



Spectrum: Acquisition

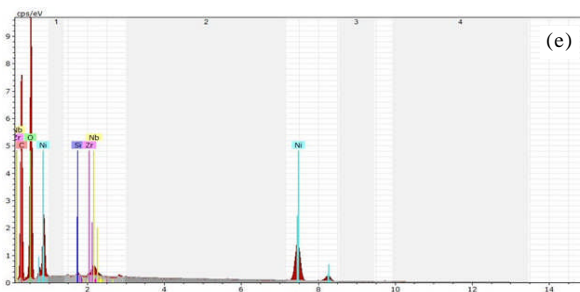
Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
Carbon	K-series	14.77	24.25	54.11	2.06
Oxygen	K-series	13.61	22.35	37.44	1.93
Arsenic	K-series	2.68	4.40	1.57	0.14
Palladium	L-series	2.35	3.86	0.97	0.11
Gold	L-series	6.53	10.72	1.46	0.27
Lead	L-series	20.96	34.41	4.45	0.74



Spectrum: Acquisition

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
Carbon	K-series	37.10	40.77	50.77	4.35
Oxygen	K-series	44.55	48.96	45.77	5.24
Magnesium	K-series	0.03	0.03	0.02	0.00
Aluminium	K-series	0.04	0.05	0.03	0.00
Silicon	K-series	0.32	0.36	0.19	0.04
Sulfur	K-series	0.59	0.65	0.30	0.05
Calcium	K-series	3.92	4.31	1.61	0.15
Manganese	K-series	4.44	4.88	1.33	0.17

Total: 90.98 100.00 100.00



Spectrum: Acquisition

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
Carbon	K-series	23.69	34.42	51.19	2.90
Oxygen	K-series	24.64	35.80	39.97	2.94
Silicon	K-series	0.17	0.24	0.15	0.04
Nickel	K-series	18.51	26.89	8.18	0.61
Zirconium	L-series	0.42	0.61	0.12	0.05
Niobium	L-series	1.40	2.04	0.39	0.08

Total: 68.83 100.00 100.00

Gambar 5. Spektrum EDX; (a). selulosa sebelum dimodifikasi, (b). sel-g-AA-St dan (c). sel-g-AA-St yang telah menyerap ion  $Pb^{2+}$  (d). sel-g-AA-St yang telah menyerap ion  $Mn^{2+}$  (e). sel-g-AA-St yang telah menyerap ion  $Ni^{2+}$ .

## KESIMPULAN

Keberadaan stirena dalam kopolimer cangkok selulosa-asam akrilat meningkatkan *performance* adsorpsi ion  $Pb^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$  dan  $Ni^{2+}$ . Sifat fisik adsorben menjadi lebih baik yang ditunjukkan dengan penurunan

derajat pengembangan. Terjadinya pencangkakan ditunjukkan dengan puncak-puncak yang khas untuk gugus fungsi karboksilat dan gugus -CH=CH-. Ion Pb<sup>2+</sup>, Mn<sup>2+</sup> dan Ni<sup>2+</sup>, dapat terdeteksi oleh EDX yang menandakan bahwa ion tersebut teradsorpsi oleh kopolimer sel-g-AA-St.

## UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Sdr. Cahyono staf Balai Iradiasi, PATIR-BATAN atas bantuannya meng-iradiasi sampel untuk penelitian ini.

## DAFTAR ACUAN

- [1]. G. Salihoglu and N. K. Salihoglu. "A Review on Paint Sludge from Automotive Industries: Generation, Characteristics and Management." *J. Environ. Manage.*, vol. 169, pp. 223-235, 2016.
- [2]. Mulyadi. "Logam Berat Pb pada Tanah Sawah dan Gabah di Sub-Das Juwana Jawa Tengah." *Agrologia*, vol. 2, no. 2, pp. 95-101, 2013.
- [3]. Y. Su, J. Liu, Q. Yue, Q. Li and B. Gao. "Adsorption of Lead and Nickel Ions by Semi-interpenetrating Network Hydrogel Based on Wheat Straw Cellulose: Kinetics, Equilibrium, and Thermodynamics," *J. Soft Material*, vol. 13, no. 4, pp. 225, 2015.
- [4]. M. Sabine and G. Wendy. "Human Health Effects of Heavy Metals." *Environmental Science and Technology Briefs for Citizens*, vol. 15, 2009.
- [5]. M. S. Abdullahi. "Toxic Effects of Lead in Humans: An Overview." *Glo. Adv. Res. J. Environ. Sci. Toxicol.*, vol. 2, no. 6, pp. 157-162, 2013.
- [6]. A. A. Alswat, M. Bin Ahmad and T A. Saleh. "Zeolite Modified with Copper Oxide and Iron Oxide for Lead and Arsenic Adsorption from Aqueous Solutions." *J. Water Supply: Research and Technology-AQUA*, vol. 65, no. 6, pp. 465-479, 2016.
- [7]. L. Fan, C. Luo, M. Sun, X. Li and H. Qiu. "Highly Selective Adsorption of Lead Ions by Water-Dispersible Magnetic Chitosan/Graphene Oxide Composites." *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, vol. 103, pp. 523-529, 2013.
- [8]. G. Desmet and Taka. "Cellulose Functionalization via High-Energy Irradiation-Initiated Grafting of Glycidylmethacrylate and Cyclodextrin Mobilization." *Radiation Physics and Chemistry*, vol. 80, pp. 1358-1362, 2011.
- [9]. S. Kalia and M. W. Saha. "Polysaccharide Based Graft Copolymers". Berlin Heidelberg: Chapter 2, 2013.
- [10]. J. Liu, Q. Li, Y. Su, Q. Yue, B. Gao and R. Wan. "Synthesis of Wheat Straw Cellulose-g-poly (potassium acrylate)/PVA Semi-IPNs Superabsorbent Resin." *Carbohydrate Polymers*, vol. 94, no. 1, p. 539, 2013.
- [11]. S. Kalia, S. Boufi, A. Celli and S. Kango. "Nanofibrillated cellulose: surface modification and potential applications." *Colloid and Polymer Science*, vol. 292, no. 1, p. 5, 2014.
- [12]. D. Swantomo, Rochmadi, K.T. Basuki and R. Sudiyo. "Synthesis and Characterization of Graft Copolymer Rice Straw Cellulose-Acrylamide Hydrogels Using Gamma Radiation." *Atom Indonesia*, vol. 39, no. 2, p. 57, 2013.
- [13]. J. Hendri, I. G. Suka, W. Simanjuntak, Anissa dan G. T. Rekso. "Karakteristik Film Polietilen Tergrafting Asam Akrilat Diperoleh dengan Metode Radiasi Gamma." *Prosiding Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Isotop dan Radiasi BATAN P3TIR*, 2007.
- [14]. M. Rifaid, B. Pratomo and Sastrowardoyo. "Penyediaan Membran untuk Pengolahan Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun Cair dengan Metode Pencangkakan Asam Akrilat pada Polipropilen dan Polietilen Pasca Iradiasi Sinar Gamma." *Prosiding Pusat Teknologi Limbah Radioaktif*, 2005.
- [15]. Rahmawati, M. Suhartini, E. Budianto. "Radiation Graft Copolymerization of Acrylic Acid onto Rice Straw Cellulose." *Macromolecular Symposia Journal*, vol. 353, pp. 231-239, 2015.
- [16]. H. Kang, R. Liu and Y. Huang, "Graft Modification of Cellulose: Methods. Properties and Applications." *Polymer*, vol. 70, pp. A1-A16, 2015.
- [17]. S. Hokkanen, A. Bhatnagar and M. Sillanpaa. "A Review on Modification Methods to Cellulose-Based Adsorbents to Improve Adsorption Capacity." *Water Research*, vol. 91, pp. 156-173, 2016.
- [18]. M. Suhartini. "Pencangkakan Secara Radiasi Asam Akrilat pada Selulosa dengan Keberadaan Metil Metakrilat." *Jurnal Iptek Nuklir Ganendra*, vol. 19, no. 1, pp. 15-25, 2016.
- [19]. G. Fan, M. Wang, C. Liao, T. Fang, J. Li and R. Zhou. "Isolation of Cellulose from Rice Straw and Its Conversion into Cellulose Acetate Catalyzed by Phosphotungstic Acid." *Carbohydrate Polymers*, vol. 94, no. 1, pp. 71-76, 2013.
- [20]. T. Yamaki. "Quantum-beam Technology A Versatile Tool for Developing Polymer Electrolyte Fuel-Cell Membranes." *J. Power Sources*, vol. 195, p. 5848, 2010.
- [21]. J. M. Nolle, S. Primpke, K. Mullen, P. Vana and D. Woll. "Diffusion of Single Molecular and Macromolecular Probes during the Free Radical Bulk Polymerization of MMA - Towards a Better Understanding of the Trommsdorff Effect on a Molecular Level." *Polymer Chemistry*, vol. 7, pp. 4100-4105, 2016.

- [22]. D. K. Garg, C. A. Serra, Y. Hoarau, D. Parida, M. Bouquey, and R. Muller. "Analytical Solution of Free Radical Polymerization: Applications-Implementing Gel Effect Using CCS Model." *Macromolecules*, vol. 47, no. 23, pp. 8178-8189, 2014.
- [23]. P. Lu and Y-Lo Hsieh. "Preparation and Characterization of Cellulose Nanocrystals from Rice Straw." *Carbohydrate Polymers*, vol. 87, no. 1, pp. 564-573, 2012.
- [24]. Y. Bhardwaj, M. Tamada, Y. C. Nho, M. Nasef and O. Guven. "Harmonized Protocol for Radiation-Induced Grafting." *Workshop on Harmonized Radiation Graft Protocol*, 2014.
- [25]. J. Heath and N. Taylor. *Energy Dispersive Spectroscopy*. West Sussex: John Wiley & Sons Ltd, 2015, vol. 2.