

ISBN :978-602-73159-0-7

SEMINAR NASIONAL
KIMIA DAN PENDIDIKAN
KIMIA VII



SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA VII
“Penguatan Profesi Bidang Kimia dan Pendidikan Kimia
Melalui Riset dan Evaluasi”

Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan P.MIPA FKIP UNS
Surakarta, 18 April 2015



MAKALAH PENDAMPING

KIMIA ANALITIK

ISBN : 978-602-73159-0-7

FRAKSI PADATAN DAN NILAI SWELLING CAMPURAN CMC-PATI –KITOSAN DENGAN AKRILAMIDA YANG DI IRADIASI DENGAN SINAR GAMMA SEBAGAI BAHAN PELAPIS PUPUK

Gatot Trimulyadi Rekso^{1,*}

¹*Pusat Aplikasi Isotop dan Radiasi, Badan Tenaga Nuklir Nasional, Jakarta, Indonesia*

Fax : 021-7513270, email : gatot2811@yahoo.com

ABSTRAK

Fraksi padatan dan nilai swelling campuran CMC-Pati –Kitosan dengan akrilamida yang di iradiasi dengan sinar gamma sebagai bahan pelapis pupuk. Dalam upaya menaikkan nilai tambah dari polimer alam, telah dilakukan modifikasi CMC-Pati-Kitosan dengan monomer akrilamida mempergunakan sinar gamma, untuk mendapatkan bahan pelapis pupuk NPK yang bersifat menyimpan air dan lepas lambat. CMC dengan konsentrasi 1% (w/v) dan pati 2% (w/v) ditambahkan dengan larutan kitosan 3% (w/v) kemudian direaksikan dengan akrilamida (1%, 2%, 3%, dan 4 % w/v) dan dipanaskan pada temperature 80°C selama 15 menit, selanjutnya di iradiasi dengan sinar gamma pada dosis 25 kGy dengan laju dosis 8 kGy/jam. Hasilnya menunjukkan dengan meningkatnya konsentrasi akrilamida yang ditambahkan, nilai fraksi padatan meningkat dan sebaliknya nilai swelling rasionya menurun. Hasil analisa spektrum inframerah menunjukkan terjadi perubahan gugus fungsi, hal ini kemungkinan telah terjadi proses pengikatan silang.

Kata Kunci : Polimer alam, fraksi padatan, swelling rasio, iradiasi, akrilamida

ABSTRACT

The gel fraction and swelling ratio of CMC- Starch-Chitosan and acrylamide irradiated by gamma ray for fertilizer coating materials. In the purpose to increase the added value of the quality of natural polymer for water absorbent and slow release material, modification of CMC- Starch-Chitosan with monomer acrylamide by irradiation technique has been carried out. A solution of CMC (1% w / v) and Starch (2% w / v) was added to Chitosan solution (3% w / v). Mix evenly and add acrylamide a concentration of 1%, 2%, 3%, and 4% (w / v) and heated at 80°C for 15 minute, subsequent irradiated by gamma ray at the dose of 25 kGy and dose rate was 8 kGy/hr. The measured characteristic consisted of gel fraction, swelling ratio and infra red spectrum. It was found that the addition of acrylamide monomer increasing the gel fraction in the other hand the swelling ratio is decreases. The infra red (FTIR) spectrum showed that the cross linked. was occurs.

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 (1,2). Oleh karena itu akan dilakukan formulasi pembuatan komposit dengan polimer alam yang memiliki tiga fungsi, yaitu sebagai *slow release*, penginduksi pertumbuhan tanaman dan sebagai *water absorbent*. Metode penelitian yang akan dilakukan adalah pupuk kimia di ubah menjadi butiran yang lebih besar dengan melapisinya dengan oligo chitosan sebagai lapisan pertamanya. Penggunaan oligo-chitosan dalam bidang pertanian sudah dikenal sebagai bahan penginduksi pertumbuhan dan anti bakteri serta mampu mengendalikan kecepatan pelepasan unsur unsur nutrient pupuk yang mudah hilang [3,4,5]. Sebagai lapisan kedua dipergunakan campuran chitosan, starch, CMC ditambah akrilamida dan di iradiasi dengan dosis 25 kGy pada fasa gelatin sehingga terbentuk ikatan silang [6,7,8]. Fungsi lapisan kedua adalah sebagai *water absorben*, menjaga kelembaban tanah dan juga pengendalian pelepasan unsur unsur NPK.

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi akrilamida terhadap karakteristik lapisan kedua yang dihasilkan. Pengujian yang dilakukan meliputi fraksi

padatan, nilai *swelling* dan karakterisasi dengan FTIR .

METODOLOGI

Bahan penelitian

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

Isolasi chitin :

Proses isolasi terdiri dari beberapa tahap, yaitu deproteinasi dan demineralisasi.

Proses Deproteinasi : Sebanyak ±500 g sampel kulit udang ditambahkan larutan natrium hidroksida 1 N (1:10 b/v), kemudian diaduk-aduk. Setelah itu dilakukan perendaman selama satu malam. Kulit udang tersebut dicuci menggunakan air bersih sampai pH netral, disaring dan dikeringkan.

Proses Demineralisasi : Kulit udang yang telah kering hasil dari proses deproteinasi ditambahkan asam klorida 1 N (1:10 b/v), kemudian diaduk-aduk. Setelah itu dilakukan perendaman selama satu malam. Kulit udang tersebut dicuci menggunakan air bersih sampai pH netral, disaring dan dikeringkan.

Proses Deasetilasi Chitin

Chitin yang diperoleh dari hasil deproteinasi dan demineralisasi kemudian dideasetilasi untuk mendapatkan chitosan. Chitin dimasukkan ke dalam tangki reaktor deasetilasi, ditambahkan natrium hidroksida

50% (b/v) dengan perbandingan 1:15 b/v, lalu dipanaskan pada temperatur 100 °C selama tiga jam. Setelah itu disaring dan padatan yang diperoleh dicuci dengan aquades sampai pH netral lalu dikeringkan dalam oven pada 105°C.

Pencampuran bahan dan radiasi

Sebanyak 3 % (b/v) chitosan yang dihasilkan dilarutkan dalam asam asetat 1% (v/v) kemudian dicampurkan dengan larutan 1 % (b/v) CMC, 2 % (b/v) starch yang sebelumnya telah dilarutkan dalam Aquadest aduk sampai merata . Hasil campuran kemudian di bagi menjadi 4 bagian dan masing masing tambahkan 1 %, 2 %, 3 % dan 4 % (b/v) akrilamida , aduk dan panaskan pada temperatur 80° C selama 15 menit. Hasil yang diperoleh di masukan dalam kantong plastik dan kemudian di iradiasi dengan dosis 25 kGy sehingga terjadi proses pengikatan silang, Hasil iradiasi kemudian dikeringkan dalam oven vakum pada temperature 50° C selama 24 jam kemufian di potong kecil-kecil untuk dilakukan pengujian lebih lanjut,

Uji karakterisasi

a. *Fraksi padatan (gel)* : Dengan metode gravimetri, gel direndam dalam air dan asam asetat pada suhu 70°C selama 24 jam kemudian gel dikeringkan dalam oven vakum pada suhu 50°C sampai bobot konstant. Fraksi padatan dihitung dengan rumus berikut [9.10]:

$$\text{Fraksi padatan (\%)} = W1/Wo \times 100 \% \quad (1)$$

Wo : bobot awal sebelum perendaman

W1 : bobot kering setelah perendaman

b. *Nilai Swelling* : Nilai *swelling* adalah ukuran banyaknya air atau pelarut lain yang dapat masuk ke- -dalam kerangka jaringan gel. Masing masing gel direndam dalam air suling lalu dilihat pengaruhnya terhadap pengembangan gel pada berbagai suhu dan waktu.

$$\text{Nilai Swelling} = (M-m)/m \times 100 \% \quad (2)$$

M : bobot dalam keadaan basah

m : bobot awal sebelum perendaman

c. *Uji pelapisan pada NPK* : Cairan kental setelah radiasi di coba dilapiskan pada butiran pupuk NPK dengan mempergunakan sprayer dan hasilnya diamati secara visual.

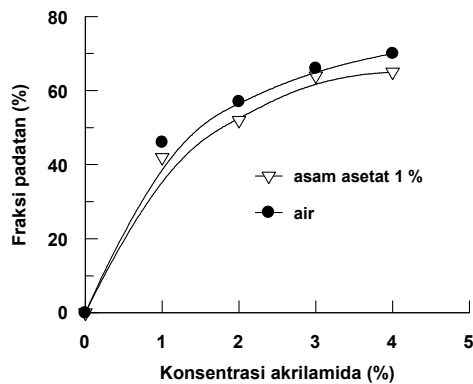
d. *Analisis spektra Infra Merah*: Analisa spektra Infra Merah dilakukan pada formulasi dengan kandungan akrilamida 2 % sebelum dan sesudah iradiasi pada dosis 25 kGy, analisa spektrum Infra Merah dilakukan untuk mendapatkan informasi tentang perubahan yang terjadi akibat iradiasi

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Fraksi padatan

Penetapan fraksi padatan perlu dilakukan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi monomer akrilamida (%b/v) terhadap fraksi padatan (gel) yang tidak larut. Pengujian fraksi padatan pada percobaan ini dilakukan dengan pelarut air dan asam asetat (1%). sebab proses iradiasi tidak semua CMC-starch dan chitosan berikatan silang [11,12]. Air digunakan untuk melarutkan CMC dan

starch dan asam asetat untuk melarutkan chitosan. Nilai Fraksi padatan dalam air dan asam asetat yang diperoleh dari campuran CMC-starch-chitosan dan akrilamida dapat dilihat pada Gambar 1.



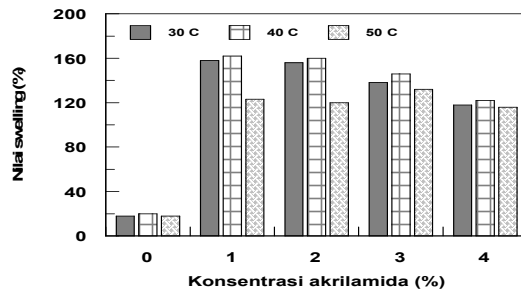
Gambar 1. fraksi padatan campuran CMC-starch-chitosan dan akrilamida dalam pelarut air dan asam asetat

Dari Gambar 1. menunjukkan bertambah besarnya konsentrasi akrilamida nilai fraksi padatannya juga meningkat, Hal yang serupa juga terjadi bila pelarut yang digunakan adalah asam asetat 1% . Hal ini menunjukkan semakin besar konsentrasi akrilamida maka ikatan silang yang terbentuk akan meningkat, sehingga fraksi padatan dari gel bertambah besar. Tanpa penambahan akrilamida, nilai fraksi padatannya 0 %, tetapi dengan adanya akrilamida ada nilai fraksi padatannya, pada penambahan sebanyak 4 %, nilai fraksi padatan yang didapat 70,5 %. Meningkatnya ikatan silang yang terbentuk maka semakin sedikit pula sisa polimer yang larut air atau asam asetat dengan kata lain fraksi padatan akan meningkat. Dari Gambar 1 dapat dilihat juga bahwa, nilai fraksi padatan dalam asetat 1% hasilnya lebih rendah dibandingkan dengan pelarut air.

2. Nilai swelling

Uji pengaruh suhu.

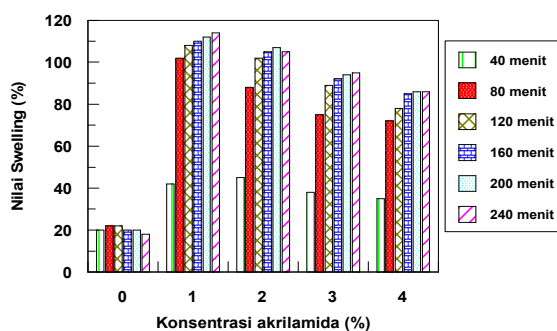
Uji pengaruh suhu terhadap nilai *swelling* gel dilakukan untuk mengetahui kestabilan gel terhadap temperatur dengan variasi 30°C, 40°C dan 50°C untuk mengetahui apakah gel yang dihasilkan peka terhadap suhu atau tidak. Hasil pengukuran nilai *swelling* dari padatan campuran CMC-starch-chitosan dan akrilamida di tunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Hasil uji pengaruh suhu terhadap nilai *swelling* gel campuran CMC-starch-chitosan dan akrilamida

Dari Gambar 2. menunjukkan bahwa nilai *swelling* suhu 30°C sampai dengan suhu 40°C, mengalami peningkatan, ini menunjukkan gel lebih banyak menyerap air sedangkan pada suhu 50°C nilai *swelling* menurun. Hal ini disebabkan pada suhu 30°C - 40°C terjadi ikatan hidrogen antar molekul yaitu antara molekul polimer CMC-starch-chitosan dengan air, ikatan ini yang mengontrol absorpsi air sehingga gel mengembang sedangkan pada suhu 50°C kemungkinan ikatan hidrogen antar molekul pecah dan yang terjadi adalah terbentuknya kompleks polimer (CMC-starch-chitosan akrilamida atau akrilamida-akrilamida) yang menyebabkan gel menciut dan mengalami penurunan nilai *swelling* [12,14]. Berarti gel CMC-starch-chitosan-akrilamida hasil iradiasi gamma bersifat peka terhadap suhu, yaitu ketika direndam air pada suhu rendah akan mengembang dan transparan, sebaliknya bila

direndam dalam air pada suhu tinggi akan menciut. *Pengaruh waktu* Tujuan pengukuran pengaruh waktu terhadap nilai *swelling* gel adalah untuk mengukur banyaknya air yang terserap secara maksimum ke dalam gel. Uji nilai *swelling* pengaruh waktu dilakukan dengan perendaman gel pada suhu kamar dengan variasi waktu 40, 80, 120, 160, 200, 240 menit. Hasil pengujian nilai *swelling* gel CMC-starch-chitosan-akrilamida terhadap waktu ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Hasil uji pengaruh waktu terhadap nilai *swelling* gel CMC-starch-chitosan-akrilamida

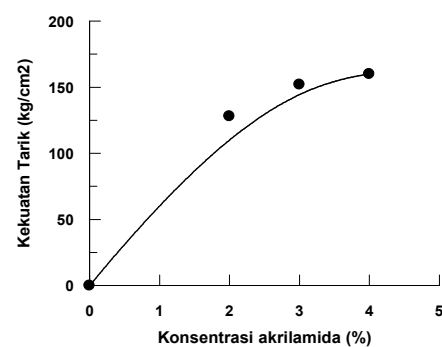
Hasinya menunjukkan nilai *swelling* menurun dengan bertambahnya konsentrasi monomer akrilamida dan setelah waktu perendaman 160 menit bertambahnya nilai *swelling* sangat rendah. Hal ini menunjukkan bahwa gel telah jenuh dengan masuknya air kedalam matriks polimer [15].

3. Kekuatan Tarik

Grafik hasil analisis kuat tarik dengan menggunakan alat *tensile strength* terhadap CMC-starch-chitosan pada berbagai konsentrasi akrilamida dengan dosis iradiasi 25 kGy dapat dilihat pada Gambar 4. Tegangan putus merupakan salah satu parameter yang penting pada karakteristik

polimer yang menunjukkan kekuatan tariknya (tegangan putus) [16,17].

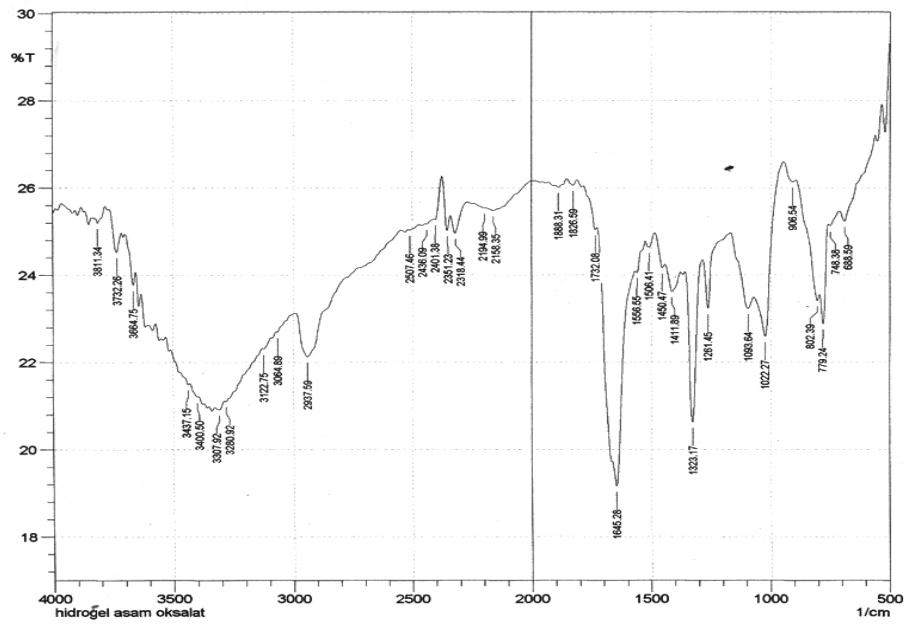
Gambar 4 menyajikan pengaruh konsentrasi asam akrilamida terhadap tegangan putus kopolimer CMC-starch-chitosan-akrilamida. Terlihat bahwa dengan naiknya konsentrasi akrilamida hingga 4 %, tegangan putus meningkat. Hal ini menunjukkan bahwa konsentrasi hingga 4 % terjadi reaksi ikatan silang optimum, tetapi pada konsentrasi antara 3 % dan 4 % nilai tegangan putus kenaikannya rendah. Hal ini di karenakan terbentuknya pengikatan silang anantara pati dan asam akrilat sudah optimal, sehingga kekuatan tariknya kenaikannya kecil.



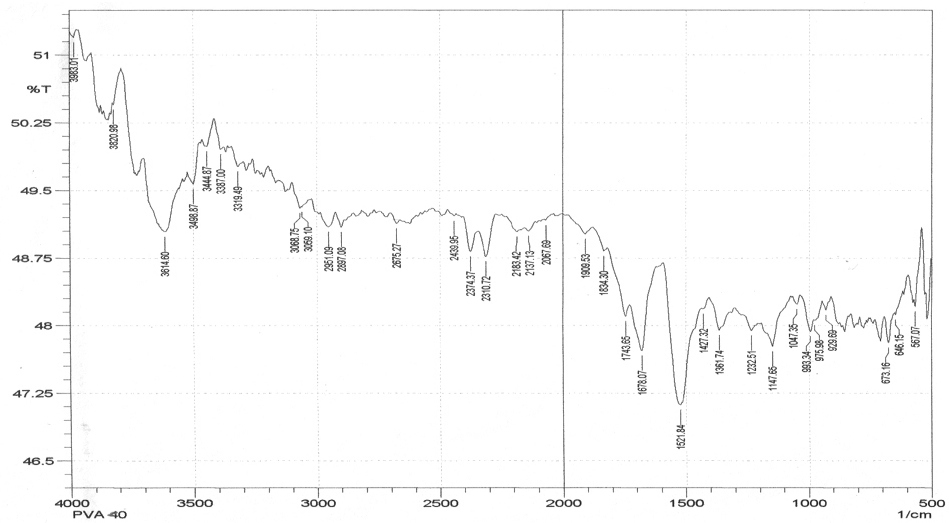
Gambar 4. Hubungan antara konsentrasi akrilamida dengan kuat tarik

4. Karakterisasi dengan FTIR

Untuk mengetahui terjadinya perubahan pada gel CMC-starch-chitosan-akrilamidamaka dilakukan pengujian sifat sebelum iradiasi serapan gelombang Inframerah dengan FTIR. Pengukuran dilakukan pada CMC-starch-chitosan-akrilamida sebelum dan sesudah iradiasi. Spektra CMC-starch-chitosan-akrilamida sebelum dan sesudah iradiasi ditunjukkan pada Gambar 5 dan 6.



Gambar 5. Spektrum gel CMC-starch-chitosan akrilamida(2%) sebelum iradiasi



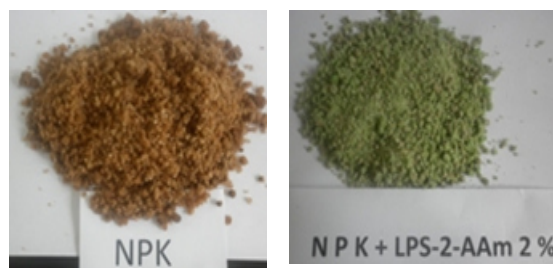
Gambar 6. Spektrum gel CMC-starch-chitosan-akrilamida(2%) sesudah iradiasi

Dari Gambar 5, Pada gel sebelum iradiasi bilangan gelombang $1506,41\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya gugus vinil (C=C regang) dengan intensitas sedang dan pada bilangan gelombang $3664,75\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan gugus -OH dengan intensitas lemah sedangkan, gugus vinil (C=C regang) ditunjukkan pada bilangan gelombang $1521,84\text{ cm}^{-1}$ dengan intensitas kuat dan pada bilangan gelombang 3614 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus -OH dengan intensitas kuat.

Gambar 6. Pada gel setelah iradiasi menunjukkan intensitas pada bilangan gelombang 1510 cm^{-1} dan 1525 cm^{-1} melemah. Hal ini mengidentifikasi terjadi reaksi atau pengikatan pada gugus fungsi tersebut.

4. Uji pelapisan pada NPK

Uji pelapisan dilakukan pada NPK mempergunakan formulasi yang optimal, yaitu CMC-stach-chitosan dengan penambahan akrilamida 2 % (b/v). Hasil pengamatan secara visual memperlihatkan hasil pelapisan yang rata, formulasi dapat dilapiskan ke pupuk NPK dengan menggunakan *sprayer*.



Gambar 7. NPK dan NPK yang telah dilapisin dengan lapisan CMC-stach-AAm

KESIMPULAN

1. Pada gel CMC-starch-chitosan-akrilamida, meningkatnya konsentrasi akrilamida fraksi gel meningkat yang menunjukkan pengikatan silang juga meningkat.
2. Fraksi gel yang diperoleh gel gel CMC-starch-chitosan-akrilamida lebih baik dibandingkan hanya gel CMC-starch-chitosan.
3. Nilai swelling pengaruh suhu dari gel CMC-starch-chitosan-akrilamida mengalami peningkatan pada suhu 28°C - 40°C dan mengalami penurunan pada suhu 50°C .
4. Nilai swelling pengaruh waktu dari gel CMC-starch-chitosan-akrilamida pada pelarut asam asetat lebih besar dibanding dalam air, karena asam asetat yang dipakai untuk melarutkan chitosan mempunyai gugus -OH , sehingga meningkatkan sifat hidrofilik dari gel. Nilai swelling tertinggi dari perlakuan gel dicapai pada konsentrasi 2% dengan waktu perendaman 240 menit.

UCAPAN TERIMAKASIH

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

DAFTAR REFFRENSI

- 1 Chen P, Zhang W, Luo W, Fang,Y., 2004, J. Appl. Polym. Sci, 93, 1748-1755.
- 2 Dafader, N,C., Haque, ME., Akhtar, F., Ahmad, M,U., 2006, Radiat. Phys. Chem, 75, 168-172.
- 3 Fei .B., Wach, R,A., Mitomo H., Yoshii F., Kume, T ., 2000, J. Appl. Polym. Sci. 78, 278–283.
- 4 Wasikiewicz, J. M., Yoshii, F., Nagasawa, N., Wach, R. A., Mitomo, H., Radiat. Phys. Chem, 2005, 73, 287-295.
- 5 Goosen, M.F.A. (1997). Application of Chitin and Chitosan, Technomic Publishing Company, Inc, Lancaster, Pennsylvania, USA.
- 6 Sabharwal S. (2000). Radiation effect on polymers, Risalah Proceeding Meeting Radiation Processing of Polysaccharides, Vietnam Atomic Energy Commission, Vietnam.
- 7 Khroscwitz J. Polymer: Biomaterials and medical application. New York: John Willey and Sons Inc; 1992. hal. 228-48.
- 8 Binh Doan. Research and development activities on radiation processing of chitin/chitosan, alginates and starch in Vietnam. Hochiminh, Vietnam: Research and Development Center for Radiation Technology; 2001. hal. 1-3.
- 9 Rekso GT, Sumarni A, Kadanah, Marlianti I. Pengaruh dosis iradiasi pada pembuatan bahan bioplastik dari limbah kulit udang. Jakarta: 2002. hal. 238
- 10 Wasikiewicz., J. M., Mitomo, H., Nagasawa, N., Yagi, T., Tamada, M., Yoshii, F., 2006, Journal of Applied Polymer Science, 102, 758-767.
- 11 Zhai, M., Yoshii, F., Kume., T., 2003, Carbo-hydrate Polymers, 52, 311-317.
- 12 Nagasawa, N., Yagi, T., Kume, T., Yoshii, F., 2004, Carbohydrate Polymers, 58, 109-113.
- 13 Zhang, J., Wang,Q., Wang, A., 2007, Carbohydrate Polymers, 68, 367-374.
- 14 Saraydin, D., Karadag, E., Isikver, Y., Sahinef, N., Guven, O., 2004, J. Macromol. Sci. A Pure Appl. Chem., A41, 419–431
- 15 Zhan, F,L., Liu, M, Z., Guo ,M,Y., and Wu L., 2004, Journal of Applied Polymer Science, 92, 3417-3421.
- 16 Zhou B., 2003, Journal of the Chemical Fertilizer Industry, 30, 55-56.
- 17 He, X,S., Zhang, F, D., 2005, Plant Nutrition and Fertilizer Science, 11, 334-339.

ISBN :978-602-73159-0-7

TANYA JAWAB

PENANYA : Listiyana Candra Dewi

Pertanyaan :

Bagaimana cara kerja pupuk yang dimodifikasi?

Jawaban :

Pupuk dilapisi bahan komposit polimer yang akan mengembang bila terkena air. Pelepasan / sifat slow release tergantung dari derajat pengikatan silang.

PENANYA : Oktovianus Msiren

Pertanyaan :

Chitosan diperoleh dengan cara sintesis atau sudah jadi?

Jawaban :

Chitosan diisolasi sendiri dari kulit udang putih. Kulit udang- deprotonasi - deminorolasi-chitin - diisolasi - chitosan. Rendemennya sekitar 18 - 20 %.