
PEMBUATAN BIOFLOKULAN DARI PATI TALAS (COLOCASIA ESCULENTA L. SCHOOTT) DAN POLYACRILAMIDE DENGAN METODE PENCANGKOKAN (GRAFTING)

Mujtahid Kaavessina*, Trias Ayu Laksanawati, Risma Sappitrie

Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Sebelas Maret

Jl. Ir. Sutami no. 36 A, Surakarta 27126 Telp/fax:0271-632112

*Email: mkaavessina@gmail.com

Abstract: Clean water is the basic needs. One of the way to get clean water is using flocculation process. The flocculant copolymer is the combination of natural polymers and synthetic polymers that is more effective than the straight-chain polymer flocculants. Starch-graft-polyacrylamide (St-g-PAM) is the copolymer flocculant. This flocculant is synthesized by the grafting to separate into two phases. The first stage is the synthesis of non-terminated polyacrylamide (nt-PAM) and then the grafting of the non-terminated polyacrylamide (nt-PAM) on taro starch polymer backbone. This study aims to determine the effect of initiator concentration ratio, the concentration of the terminator, and the termination time of %GE, %GY, intrinsic viscosity and molecular weight. Polymerization was carried out in a glass reactor equipped with a stirrer and isothermal conditions. The resulting products were analyzed by FT-IR. The analysis shows the existence bonds of starch and acrylamide, the presence of these groups proves that St-g-PAM was formed. The increase in the initiator concentration leads to an increase % GY, intrinsic viscosity and molecular weight but subsequently decreased. The increase in the concentration of terminator and the length time of termination cause % GY, intrinsic viscosity and molecular weight decreased. In this study, the concentration of acrylamide is smaller than the concentration of starch, it makes not all of the starch backbone can join the acrylamide chain so %GE can not be calculated. Thus it can not explain the effect of the initiator concentration, the concentration of the terminator, and the termination time of %GE

Keywords: Starch-graft-Polyacrylamide, grafting to, bioflocculant

PENDAHULUAN

Air bersih merupakan kebutuhan pokok untuk masyarakat maupun industri. Untuk mendapatkan air bersih, menggunakan salah satu proses yaitu flokulasi. Flokulasi bertujuan untuk menghilangkan padatan tersuspensi, turbidity, warna, dan mikroorganisme. Penambahan flokulan menyebabkan terjadinya penetralan muatan yang kemudian bergabung bersama membentuk flok sehingga dapat diendapkan. Flokulan berfungsi sebagai pembentuk partikel yang lebih besar / flok. Flokulan komersial dapat diklasifikasikan dalam dua kategori, yaitu organik dan anorganik. Dari kedua flokulan ini flokulan organik lebih efektif (Singh,2000).

Flokulan organik dapat berupa polimer alami dan sintetik. Polyacrylamide merupakan salah satu polimer sintetik yang sangat efektif sebagai flokulan karena mempunyai daya ikat kuat terhadap partikel yang tersuspensi dalam air, akan tetapi tidak tahan terhadap gesekan mekanis dan *unbiodegradable*. Starch merupakan polimer alami yang murah harganya,

mudah didapat, *biodegradable*, dan tahan terhadap gesekan mekanis. Starch merupakan salah satu jenis polisakarida yang terdiri dari beberapa jenis seperti xanthan gum, guar gum, starch, dan sebagainya. Polisakarida terdiri dari amilosa dan amilopektin. Starch dijumpai pada tanaman, seperti jagung, gandum, sagu, kentang, talas, ubi kayu, beras dan lain – lain. Berdasarkan uraian tentang Polyacrylamide dan Starch, memungkinkan untuk digabungkan menjadi suatu material flokulan yang terdegradasi (*biodegradable*) (Rath,1997).

Blending dan kopolimerisasi merupakan metode memodifikasi polimer untuk mendapatkan sifat – sifat baru yang merupakan bagian dari sifat polimer penyusunnya. *Blending* merupakan metode pencampuran dua jenis polimer sintesis yang bisa dilakukan melalui *melt blending* atau *solvent blending*. Secara umum, proses blending ditujukan untuk meningkatkan sifat fisik dari polimer (mekanik dan thermal). Kopolimer merupakan proses yang melibatkan reaksi kimia dengan penambahan gugus fungsional tertentu. Sifat baru yang dihasilkan

umumnya untuk meningkatkan sifat kimia polimer (*hydrophilicity /hydrophobicity, dll*) (Kaavessina,2012). Sehingga untuk mendapatkan bioflokulan dari *starch*, digunakan metode kopolimer yang diharapkan meningkatkan daya flokulasi dari *starch*.

Penelitian sebelumnya telah menggunakan amylopektin dari pati ubi kayu sebagai *backbone* karena amylopectinnya memiliki bentuk amorf sehingga sukar larut serta mudah membentuk gumpalan dan lebih efektif sebagai bahan flokulan. Selain itu pati ubi kayu juga mengandung amylosa yang juga dapat digunakan untuk bahan dasar pembuatan bioflokulan. Namun keefektifan penggunaan dari amylosa dan amylopectin belum diketahui. Ubi kayu di Indonesia sering digunakan sebagai makanan pokok penduduk di daerah – daerah tertentu. Sehingga perlu dilakukan penelitian dengan bahan baku lainnya yang mengandung pati. Pada penelitian ini digunakan pati talas sebagai polimer *backbone* dan acrylamide sebagai *graft*-nya untuk pembuatan flokulan dengan metode pencangkakan/kopolimerisasi larutan.

LANDASAN TEORI

Flokulasi adalah proses penambahan flokulan pada pengadukan lambat untuk meningkatkan saling hubung antar partikel yang goyah sehingga meningkatkan penyatuannya (aglomerasi). Pada proses ini dibutuhkan flokulan yaitu bahan kimia tertentu yang membantu proses pembentukan flok (W. Grosch 1999).

Ada dua jenis yaitu flokulan organik dan nonorganik, flokulan dari bahan organik dapat berupa polimer sintetik dan polimer alami. Flokulan dari polimer sintetik lebih disukai karena tidak perlu mengatur pH media, dapat digunakan hanya dalam jumlah kecil 1-5 ppm, flok yang terbentuk lebih besar, lebih kuat dan pengendapannya lebih baik/ menghasilkan sedikit sludge. Flokulan organik sering menimbulkan masalah baru karena menghasilkan banyak sludge dalam proses flokulasi. Efisiensi flokulasi polimer meningkat seiring dengan meningkatnya berat molekul. Diantara flokulan polimer, polimer sintetik biasa dibuat dengan mengontrol berat molekul, distribusi berat molekul, struktur kimia polimer, dan perbandingan gugus fungsi dari polimer *backbone* (Rath,1997). Kopolimerisasi *graft* merupakan salah satu metode yang paling umum digunakan untuk memodifikasi sifat – sifat kimia dan fisika polimer alami dan sintetik. Pada penelitian ini digunakan metode *grafting to*, pembawa sisi aktif adalah rantai cabang. Metode kopolimerisasi telah digunakan dalam pembuat-

an bioflokulan dari amylopektin ubi kayu sebagai *backbone* dan acrylamide sebagai *graft*-nya (Rath, 1997).

Grafting Efficiency (%GE) merupakan persentase *grafting* terhadap jumlah *starch* awal. Perhitungan dilakukan dengan menggunakan rumus berikut :

$$\%GE = \frac{(W_2 - W_1)}{W_3} \times 100\% \quad (1)$$

dimana W_1 , W_2 , dan W_3 berturut-turut adalah berat *starch*, *starch-g-polyacrylamide*, dan *acrylamide* (Fares,2003).

Grafting Yield (%GY) merupakan persentase antara *starch graft polyacrylamide* dengan *starch* awal yang dijumlah dengan *acrylamide*. Perhitungan dilakukan dengan menggunakan rumus berikut :

$$\%GY = \frac{W_3}{(W_1 + W_2)} \times 100\% \quad (2)$$

dimana W_1 , W_2 , W_3 berturut- turut adalah *starch*, *acrylamide*, *starch graft polyacrylamide* (Qudsieh,1999).

Viskositas intrinsik diketahui dengan mengukur viskositas masing -masing sampel dengan konsentrasi berbeda – beda. Mencatat waktu aliran *s-g-polyacrylamide* dan pelarut, kemudian menghitung viskositas relatif masing-masing dengan cara $\eta_r = t/t_0$ dengan t adalah waktu *starch-graft-polyacrylamide* dalam viskometer dan t_0 adalah waktu pelarut dalam viskometer. Selanjutnya untuk mengetahui viskositas intrinsik (η_i) dilakukan dengan membuat grafik plot $\ln(\eta_r / C)$ vs C dengan cara membuat grafik plot $\ln \eta_r / C$ vs C . Kemudian untuk menentukan berat molekul *starch-graft-polyacrylamide* dengan cara

$$= KMv^a \quad (3)$$

dengan $K = 6,31 \times 10^{-3}$ g/ml dan $a = 0,8$. Diperoleh berat molekul *starch-graft-polyacrylamide* (Qudsieh,1999).

METODE PENELITIAN

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini: Acrylamide (*graft*), Starch (*Backbone*), $K_2S_2O_8$ dan TMEDA (Inisiator), Nitrogen (Purger), Aquadest (Pelarut), Acetone dan Metanol (Presipitan), Hydroquinon (Terminator).

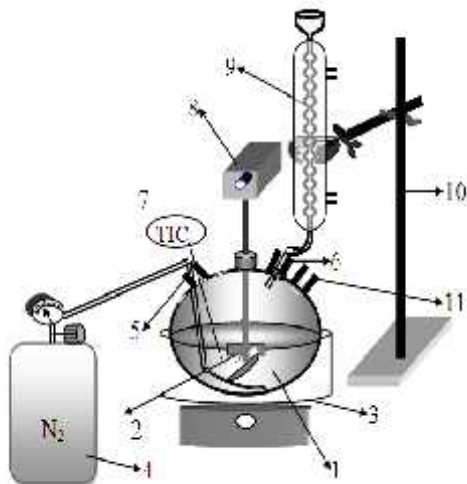
Sintesa nt-PAM

Pertama dengan membuat larutan *acrylamide* dalam reaktor polimerisasi yang diikuti proses *purging* dengan mengalirkan Nitrogen dan pengadukan pada kecepatan konstan. Selanjutnya menginjeksikan larutan

$K_2S_2O_8$ dan TMEDA. Reaksi polimerisasi berlangsung selama 30 menit pada temperatur $30^\circ C$.

Sintesa Starch-g-Polyacrylamide

Pertama dengan membuat larutan *starch* dan mengaduk dengan kecepatan konstan sampai temperatur mencapai $70^\circ C$ sehingga terjadi perubahan warna. Kemudian didinginkan pada suhu $30^\circ C$. Larutan nt-PAM dimasukkan ke dalam reaktor gelas yang berisi larutan *starch* dan dilanjutkan proses polimerisasi dengan melakukan pengadukan pada kecepatan 250 rpm dan reaksi berjalan isothermal pada suhu $50^\circ C$ selama 1,5 jam. Polimer yang dihasilkan dibuat menjadi *slurry* homogen dengan menambahkan aquadest dan dipresipitasi dengan aseton dan metanol sehingga terbentuk St-g-PAM yang berupa padatan putih. Selanjutnya produk dikeringkan dibawah sinar matahari untuk menguapkan sisa – sisa larutan sampai didapatkan berat yang konstan. Untuk skema peralatan dapat dilihat pada gambar dibawah ini :



Gambar 1. Rangkaian Alat Polimerisasi

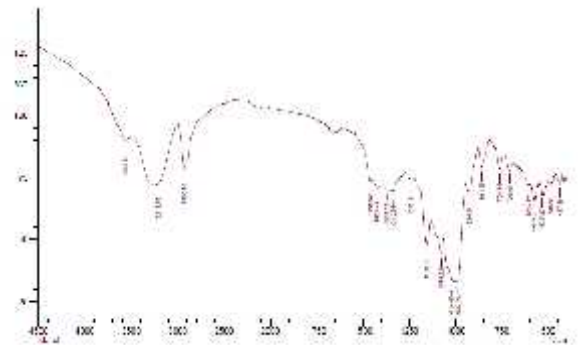
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini *Starch-g-Polyacrylamide* (St-g-PAM) disintesis dengan metode *grafting to*. Sintesis *non-terminated Polyacrylamide* (nt-PAM) dilakukan melalui teknik polimerisasi larutan dengan melakukan variasi pada konsentrasi inisiator, konsentrasi terminator, dan waktu terminasi.

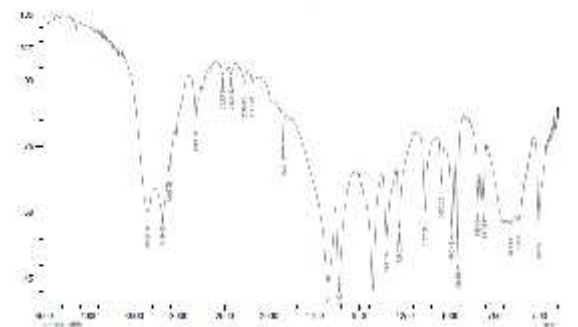
Karakterisasi St-g-PAM

Karakterisasi produk dilakukan untuk membuktikan bahwa telah terbentuk St-g-PAM. Hasil analisis FTIR dari *starch* ditunjukkan pada Gambar 2 Interpretasi dari gambar tersebut

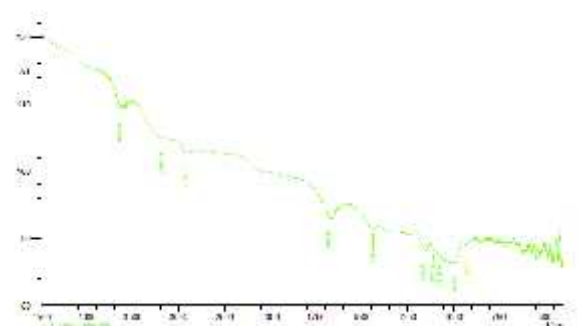
adalah dua *peak* pada $1079,22\text{ cm}^{-1}$ dan $1158,30\text{ cm}^{-1}$ untuk gugus C-O, pada dua *peak* $3567,50\text{ cm}^{-1}$ dan $3212,58\text{ cm}^{-1}$ untuk gugus –OH, pada tiga *peak* $926,84\text{ cm}^{-1}$; $861,25\text{ cm}^{-1}$ dan $764,81\text{ cm}^{-1}$ untuk gugus C-H, pada dua *peak* 1180 cm^{-1} dan $1242,21\text{ cm}^{-1}$ untuk gugus C-N. Hasil interpretasi gugus-gugus sesuai dengan gugus yang dimiliki *starch*. Dan hasil analisis FTIR dari *acrylamide* ditunjukkan pada Gambar 3. Interpretasi dari gambar tersebut menunjukkan pada *peak* $1280,79\text{ cm}^{-1}$ untuk gugus C-O, pada tiga *peak* 841 cm^{-1} ; $961,56\text{ cm}^{-1}$ dan $990,49\text{ cm}^{-1}$ untuk gugus C-H, pada *peak* $1280,79\text{ cm}^{-1}$ untuk gugus C-N, pada dua *peak* $2523,96\text{ cm}^{-1}$ dan $3350,50\text{ cm}^{-1}$ untuk gugus O-H, pada dua *peak* $1613,52\text{ cm}^{-1}$ dan $1672,36\text{ cm}^{-1}$ untuk gugus C=C, pada *peak* $2191,12\text{ cm}^{-1}$ untuk gugus C=C. Hasil intrepetasi ini sesuai dengan karakteristik untuk *acrylamide*.



Gambar 2. Spektrum IR untuk Starch



Gambar 3. Spektrum IR untuk Acrylamide



Gambar 4. Spektrum IR untuk Starch-graft Polyacrylamide

Hasil analisis FTIR St-g-PAM dengan sintesis nt-PAM menggunakan metode *grafting to* menunjukkan adanya gugus-gugus yang dimiliki oleh *starch* dan *acrylamide*. Gambar 4 menunjukkan bahwa hasil analisis FTIR untuk St-g-PAM dengan sintesis nt-PAM menggunakan metode *grafting to* terdapat gugus-gugus dari *starch* yaitu pada dua *peak* 1079,22 cm⁻¹ dan 1158,30 cm⁻¹ untuk gugus C-O, pada dua *peak* 3567,50 cm⁻¹ dan 212,58 cm⁻¹ untuk gugus -OH, pada dua *peak* 926,84 cm⁻¹ dan 861,25 cm⁻¹ untuk gugus C-H, pada dua *peak* 1180 cm⁻¹ dan 1242,21 cm⁻¹ untuk gugus C-N. Adanya gugus-gugus tersebut membuktikan bahwa St-g-PAM telah terbentuk.

Pengaruh Konsentrasi Inisiator

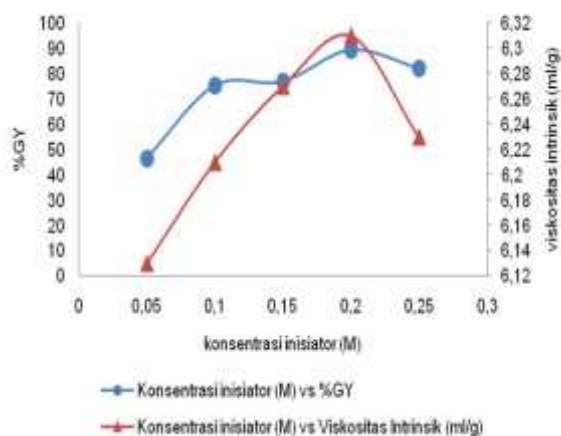
Dari grafik didapat bahwa semakin besar konsentrasi inisiator maka %GY dan viskositas intrinsik cenderung mengalami kenaikan. Inisiator merupakan pemicu terbentuknya radikal aktif pada nt-Polyacrylamide. Semakin besar konsentrasi inisiator, maka akan semakin banyak rantai *acrylamide* yang tersedia untuk membentuk radikal aktif pada *backbone starch*. Semakin banyak radikal aktif yang terbentuk maka akan semakin banyak peluang *acrylamide* untuk tumbuh pada *starch*, sehingga %GY mengalami kenaikan. Pada konsentrasi inisiator 0,2 M diperoleh nilai maksimal pada %GY sebesar 91,51%, pada viskositas intrinsik sebesar 6,31 ml/g, dan berat molekul sebesar 5625 g/mol, kemudian %GY, viskositas intrinsik, dan berat molekul mengalami penurunan.

Hal tersebut terjadi karena adanya pembentukan homopolimer. Inisiator yang berlebihan saat sintesa nt-Polyacrylamide menyebabkan terbentuknya *acrylamide* dengan radikal aktif yang saling bergabung dengan *acrylamide* yang lain membentuk *polyacrylamide* tanpa keberadaan radikal aktif. Hal ini menyebabkan pembentukan homopolimer, sehingga menurunkan nilai %GY yang diikuti penurunan viskositas intrinsik serta berat molekulnya. Pengaruh konsentrasi inisiator dengan %GE tidak dapat dijelaskan. Pada penelitian ini menggunakan konsentrasi *acrylamide* yang lebih kecil dari pada konsentrasi *starch*, sehingga menyebabkan semua *backbone starch* tidak dapat bergabung dengan nt-Polyacrylamide dan %GE tidak dapat dihitung.

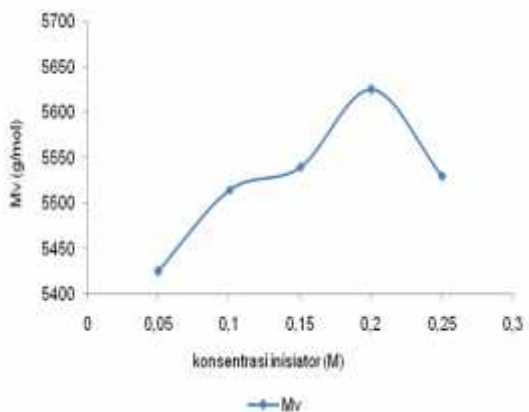
Pengaruh Konsentrasi Terminator

Dari grafik didapat semakin besar konsentrasi terminator maka %GY dan viskositas intrinsik cenderung mengalami penurunan. Pada konsentrasi terminator 1,5x10⁻³ M diperoleh nilai maksimal pada %GY sebesar

89,38%, viskositas intrinsik sebesar 5,81 ml/g, dan berat molekul sebesar 5,07x10³ g/mol, kemudian ketiganya mengalami penurunan.



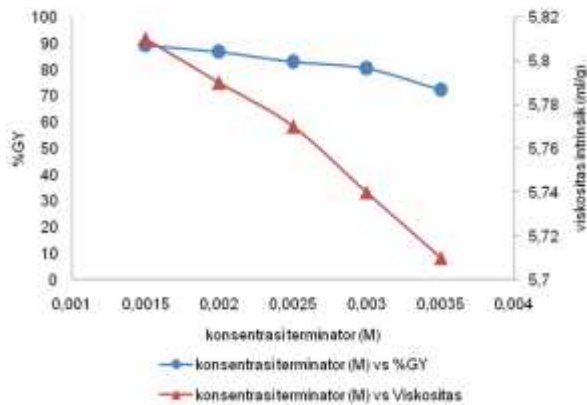
Gambar 5. Grafik Hubungan Konsentrasi Inisiator vs %GY dan Viskositas Intrinsik



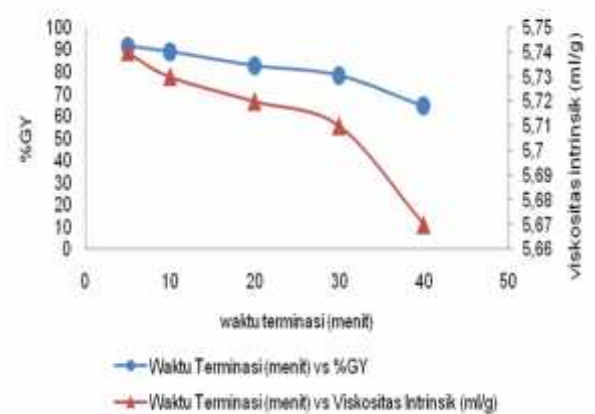
Gambar 6. Grafik Hubungan Konsentrasi Inisiator vs Berat Molekul

Penurunan tersebut sampai pada konsentrasi terminator 3,5x10⁻³ diperoleh nilai pada %GY sebesar 72,30%, viskositas intrinsik sebesar 5,71 ml/g, dan berat molekul sebesar 4,96x10³ g/mol. Hal tersebut terjadi karena terminator berfungsi untuk menterminasi (pemberhenti reaksi) sisa makroradikal *acrylamide* dan radikal bebas dari inisiator yang tidak terlibat pada reaksi polimerisasi. Semakin besar konsentrasi terminator, maka berat molekul semakin turun diikuti pula dengan penurunan %GY dan viskositas intrinsik. Radikal bebas sisa pada reaksi polimerisasi dapat mengakibatkan degradasi molekul - molekul *polyacrylamide* (Caulfield, dkk, 2002).

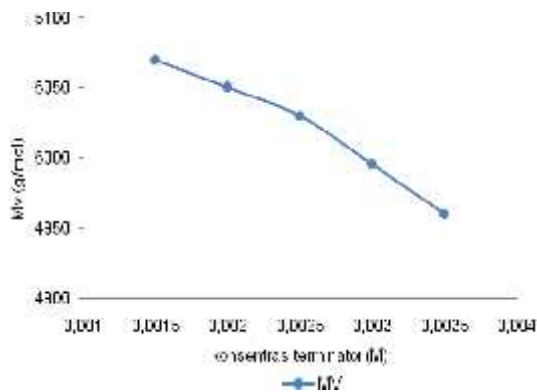
Sedangkan pengaruh konsentrasi terminator terhadap %GE pada penelitian ini tidak dapat dijelaskan seperti halnya pengaruh konsentrasi inisitor.



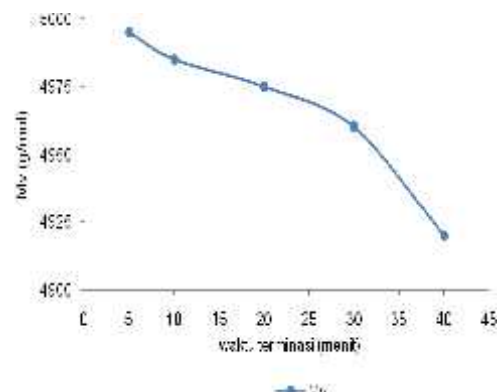
Gambar 7. Grafik Hubungan Konsentrasi Terminator vs %GY dan Viskositas Intrinsik



Gambar 9. Grafik Hubungan Waktu Terminasi vs %GY dan Viskositas Intrinsik



Gambar 8. Grafik Hubungan Konsentrasi Terminator vs Berat Molekul



Gambar 10. Grafik Hubungan Waktu Terminasi vs Berat Molekul

Pengaruh Waktu Terminasi

Dari grafik didapat semakin lama waktu terminasi maka %GY dan viskositas intrinsik cenderung mengalami penurunan. Pada waktu terminasi 5 menit diperoleh nilai maksimal pada %GY sebesar 91,51 %, dengan viskositas intrinsik sebesar 5,74 ml/g, dan berat molekul sebesar $4,99 \times 10^3$ g/mol, kemudian untuk waktu terminasi yang semakin lama nilai %GY, viskositas intrinsik, serta berat molekul mengalami penurunan. Semakin lama waktu terminasi yang dilakukan maka semakin cepat reaksi terminasi yang menyebabkan semakin sedikitnya rantai *nt-Polyacrylamide* yang bergabung dengan *starch*. Hal ini menyebabkan pembentukan *starch graft polyacrylamide* yang semakin sedikit, sehingga menurunkan nilai %GY yang diikuti pula dengan penurunan nilai viskositas intrinsik serta berat molekul.

Sedangkan pengaruh konsentrasi terminator terhadap %GE pada penelitian ini tidak dapat dijelaskan seperti pada pengaruh konsentrasi inisitor dan konsentrasi terminator.

KESIMPULAN

Dari hasil uji FTIR terbukti bahwa *Starch-g-polyacrylamide* dapat disintesa dengan metode *grafting to*. Pada metode *grafting to* diperoleh hasil bahwa semakin besar konsentrasi inisitor menyebabkan kenaikan %GY, viskositas intrinsik, dan berat molekulnya, kemudian ketiganya mengalami penurunan. Semakin besar konsentrasi terminator menyebabkan penurunan %GY, viskositas intrinsik, dan berat molekul. Dan semakin lama waktu terminasi menyebabkan penurunan %GY, viskositas intrinsik, dan berat molekul. Pada ketiga variabel tersebut tidak dapat diketahui pengaruhnya terhadap %GE karena %GE tidak dapat dihitung.

SARAN

Untuk dapat menghitung %GE harus digunakan konsentrasi *acrylamide* yang lebih besar dari pada konsentrasi *starch*, agar semua *backbone starch* dapat bergabung dengan *nt-Polyacrylamide*. Sehingga pengaruh %GE

terhadap konsentrasi inisiator, konsentrasi terminator, dan waktu terminasi dapat diketahui.

Untuk mengetahui %GY, viskositas intrinsik, dan berat molekul yang besar sebaiknya dilakukan penelitian lebih lanjut dengan menambahkan variabel lain dan Melakukan penelitian lebih lanjut mengenai kinerja terhadap bioflokulan yang dihasilkan.

DAFTAR PUSTAKA

- Belitz, H.D. dan W. Grosch. 1999. *Food Chemistry*. Verlag Springer, Berlin.
- Caulfield M.J, 2002, *Some Aspects of the Properties and Degradation of Polyacrylamide*, University of Melbourne, Victoria.
- Fares, M. 2003. Graf Copolymerization onto Starch and Optimization of Starch Graft with N-tert-Butylacrylamide Copolymer and its Hydrogels *Journal of Polymer Research*.
- Kaavessina, M., et al., *Crystallization behavior of poly(lactic acid)/elastomer blends*. *Journal of Polymer Research*, 2012. 19(2): p. 1-12.
- Pomeranz, Y., 1991. *Functional Properties of Food Components*. Academic Press Inc, San Diego.
- Qudsieh Isam, Y. M. Master's Thesis, University of Putra Malaysia, 1999.
- RATH, S.K., and SINGH, R.P., *Flocculation Characteristic of Grafted and Ungrafted Starch, Amylose, and Amylopectin*. *Journal of Polymer Science*, 66, (1997) 721-1729.
- R. P. Singh, T. Tripathy., *Novel biodegradable flocculants based on polysaccharides*. *Journal of Materials Science*, (2000)
- Tahid, 1994, *Spektroskopi Inframerah Transformasi Fourier No II Th VIII*, Bandung : Warta Kimia Analitis
- TRIPATHY, T., SINGH, R.P., *Characterization of Polyacrylamide Grafted Sodium Alginate: a Novel Polymeric Flocculant*, *Journal of Applied Polymer Science*, 81(2001) 3269-3308
- TRIPATHY, T., PANDEY, S.R. KARMAKAR, N.C., BHAGAT, R.P., SINGH, R.P., *Novel Flocculating Agent Based on Sodium Alginate and Acrylamide*, *European Polymer Journal* 35 (1999) 2057-2072
- Wester HJ, Herz M, Weber W, Heiss P, senekowitsch-Schmidtke R, Schwaiger M, Stöcklin G (1999) *Synthesis and radiopharmacology of O-(2-[¹⁸F]fluoroethyl)-L-tyrosine for tumor imaging*. *J Nucl Med* 40:205-212