

POLIMERISASI AKRILAMIDA DENGAN METODE *MIXED SOLVENT PRECIPITATION* MENGGUNAKAN INISIATOR KALIUM PERSULFAT

Endang Sulistyawati

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri
Universitas Pembangunan Nasional "Veteran",
Jln. SWK 104 Condongcatur, Yogyakarta, Indonesia, 55283.

Abstrak

Poliakrilamida merupakan hasil polimerisasi adisi-radikal bebas menggunakan monomer akrilamida dan inisiator kalium persulfat. Polimerisasi ini meliputi tiga tahap, yaitu : inisiasi, propagasi dan terminasi. Metode yang digunakan adalah *Mixed Solvent Precipitation* dengan campuran pelarut etanol-air. Penelitian bertujuan mengetahui pengaruh suhu dan waktu terhadap konversi, kinetika reaksi dan berat molekul polimer. Penelitian dilakukan dengan mereaksikan monomer akrilamida dengan campuran pelarut etanol dan air (perbandingan 3:1) serta inisiator kalium persulfat. Reaksi dilakukan pada suhu 40 °C, 50 °C, 60 °C, 70 °C dan 75 °C. Dari hasil polimerisasi akrilamida diperoleh persamaan konstanta kecepatan reaksi sebagai fungsi suhu dan pada konsentrasi monomer 20 %, suhu reaksi 70 °C, waktu reaksi 240 menit diperoleh konversi 58,07% dan berat molekul 61580,83 g/mol.

Kata kunci: polimerisasi, poliakrilamida, *mixed solvent precipitation*

1. Pendahuluan

Poliakrilamida merupakan salah satu jenis polimer yang memiliki berbagai kegunaan, antara lain sebagai flokulan dan koagulan pada proses pengolahan limbah; sebagai salah satu komponen zat pelapis pada industri kertas, zat aditif pada industri tekstil, substansi analisis teknis pada *gel permeation chromatography* dan *gel electrophoresis*.

Penelitian ini bertujuan untuk mengamati pengaruh waktu dan suhu terhadap konversi dan mempelajari kinetika laju reaksi polimerisasi akrilamida dengan metode *mixed solvent precipitation* menggunakan inisiator kalium persulfat. Selanjutnya menentukan berat molekul polimer dengan metode viskositas intrinsik.

2. Tinjauan Pustaka

Proses polimerisasi secara umum dapat dibagi menjadi dua macam, yaitu: polimerisasi kondensasi dan polimerisasi adisi. Polimerisasi adisi radikal bebas merupakan reaksi rantai dengan pembawa rantai berupa zat reaktif yang mempunyai satu elektron bebas tidak berpasangan (radikal bebas). Contoh polimer yang terbentuk dari reaksi ini yaitu *polietilena*, *polimetil metakrilat*, dan *polistirena*. (Cowd, 1991) Pada umumnya polimerisasi adisi dilakukan dengan bantuan inisiator. Pada polimerisasi akrilamida untuk menghasilkan poliakrilamida dapat dipakai inisiator kalium persulfat. Radikal bebas dari kalium persulfat ini

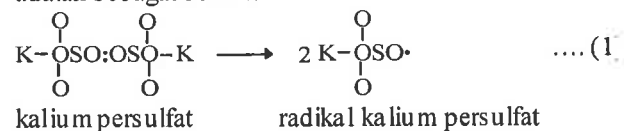
berfungsi sebagai inisiator untuk memicu terjadinya reaksi polimerisasi.

Mekanisme polimerisasi akrilamida secara adisi radikal bebas adalah sebagai berikut :

2.1. Inisiasi

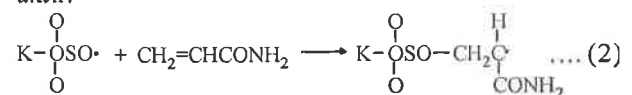
a. Dekomposisi inisiator oleh panas

Terjadi pemecahan senyawa menjadi sepasang radikal bebas yang akan digunakan sebagai inisiator. Dekomposisi yang terjadi pada kalium persulfat adalah sebagai berikut :



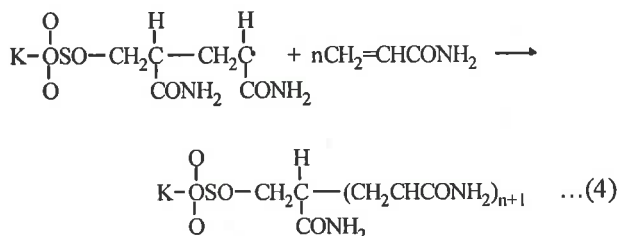
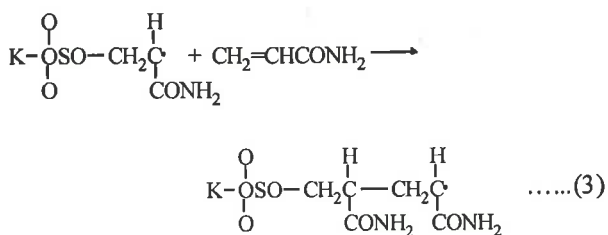
b. Adisi monomer pada radikal bebas

Terjadi adisi radikal bebas kalium persulfat pada monomer akrilamida yang menghasilkan monomer aktif.



2.2. Propagasi

Propagasi merupakan tahap pembentukan rantai aktif, dimana monomer aktif bereaksi dengan molekul monomer lain membentuk rantai aktif yang cukup panjang :

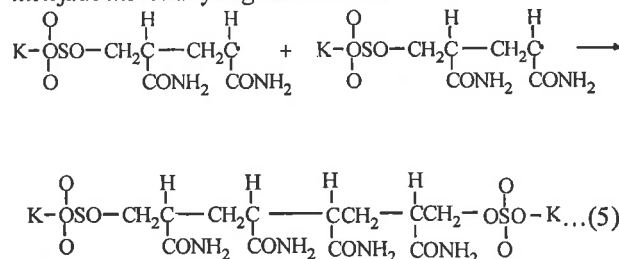


2.3. Terminasi

Terminasi merupakan langkah reaksi yang mengakhiri pertumbuhan polimer hingga terbentuk polimer yang stabil. Proses terminasi ada 2 macam :

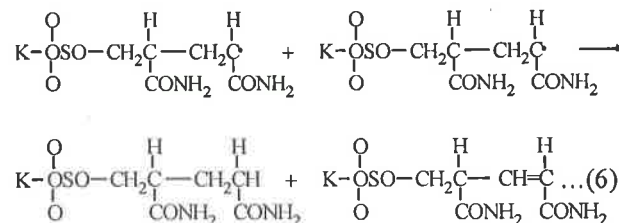
a. Penggabungan (*coupling*)

Merupakan penggabungan dua monomer aktif , menjadi molekul yang lebih besar.



b. Disproporsionasi

Merupakan reaksi dua monomer aktif yang menghasilkan senyawa berikatan jenuh dan tak jenuh.



Laju dan derajat polimerisasi dapat dikendalikan dengan menggunakan zat yang dikenal sebagai penghambat (*inhibitor*). Penghambat bereaksi dengan radikal bebas, begitu radikal bebas itu terbentuk. Segera setelah penghambat habis terpakai, laju polimerisasi mendekati harga yang sama dengan laju polimerisasi tak terhambat. Kuinon dapat bertindak sebagai penghambat bagi banyak sistem polimerisasi

karena kuinon bereaksi dengan radikal bebas yang terbentuk menghasilkan radikal yang mantap. Penggunaan penghambat yang penting adalah sebagai pemantap monomer.

Polimerisasi akrilamida dapat dilakukan dengan 3 cara :

1). Larutan Berair Encer (*Aqueous solution*)

Polimerisasi akrilamida dengan metode *aqueous solution* dilakukan dalam media cair. Media pelarut yang biasa digunakan antara lain air, *formamide*, asam formiat, asam asetat dan dimetil sulfoksida. Inisiator yang digunakan dalam reaksi ini adalah persulfat, sistem redoks dan sinar UV.

Polimerisasi terjadi pada 8-10% larutan encer dari akrilamida dengan kehadiran sistem redoks dalam suasana N₂. Polimerisasi dimulai pada suhu 20-25°C, tetapi pada saat bereaksi suhu meningkat menjadi 35-40°C. Hasil polimerisasi didapatkan dalam bentuk gel.

Produksi polimer akrilamida dalam *aqueous solution* merupakan metode yang bersih untuk lingkungan. Namun, proses pemisahan produk dari pelarut sulit untuk dilakukan karena produk yang dihasilkan berupa gel.

2). *Mixed solvent precipitation*

Polimerisasi akrilamida dilakukan dalam air dan media organik sebagai pelarut monomer dan sebagai bahan pengendap polimer. Pada awal polimerisasi, campuran reaksi bersifat homogen, namun selama proses pengendapan polimer, campuran terjadi pada kondisi heterogen. Pelarut organik yang biasa digunakan sebagai *cosolvent* adalah alkohol rantai lurus dengan berat molekul rendah (metil, etil, isopropil, dan tersier butil), dioksan, aseton, dan asetonitril. Inisiator yang biasa digunakan adalah persulfat, perborat, benzoil peroksida, AIBN (*azobisisobutyronitrile*) atau sinar UV.

Polimerisasi akrilamida dengan metode *mixed solvent precipitation* terjadi pada suhu 40-70°C selama 3-6 jam dengan konsentrasi monomer 10-30% massa. Perbandingan volume antara air dan pelarut organik yang biasa digunakan antara 1:2 sampai 1:4 (www.booksearch/hunkeler.com)

Berat molekul polimer yang dihasilkan dari polimerisasi pengendapan relatif lebih rendah dibandingkan polimerisasi *aqueous solution*, selain itu hasil akhir polimerisasi metode ini berbentuk *cake* sehingga memudahkan proses pemisahannya.

3). *Dispersion polymerization*

Polimerisasi dispersi dibagi menjadi dua jenis, yaitu polimerisasi suspensi dan polimerisasi emulsi. Pada polimerisasi suspensi, proses terjadi pada

larutan monomer terdispersi dalam bentuk droplet dengan diameter 0,1-5 mm dan pengadukan dalam air dan cairan organik yang tidak saling bercampur dengan kehadiran inisiator. Inisiator yang sering digunakan adalah inisiator yang dapat larut dalam air misalnya persulfat, peroksida, senyawa azo, sistem redoks, dll. Pada metode suspensi, digunakan stabilizer untuk meningkatkan kestabilan, mengontrol berat molekul polimer yang terbentuk dan menstabilkan polimer dalam proses pengeringan. Polimer yang dihasilkan berbentuk butiran atau serbuk, tergantung pada konsentrasi stabilizer dan kondisi pengadukannya.

Larutan akrilamida pada polimerisasi emulsi didispersikan dalam larutan organik hidrofobik secara kontinyu, misalnya aromatik, alifatik atau hidrokarbon yang mengandung halogen dengan kehadiran emulsifier *water-in-oil* (misal: sorbitan monooleat, stearat, asam lemak dan alkohol poliatomik). Inisiator yang biasa digunakan adalah inisiator yang larut dalam minyak (*oil soluble-inisiator*) seperti benzoil peroksida, AIBN (*azobisisobutyronitrile*) dan inisiator yang larut dalam air (*water soluble-inisiator*) seperti persulfat, sistem redoks, dll. Polimer yang dihasilkan berupa emulsi koloidal dari partikel polimer hidrofilik yang terdispersi dalam fase organik dengan ukuran 1-10 μm .

Penelitian ini dilakukan dengan cara *mixed solvent precipitation* karena metode ini memiliki kelebihan-kelebihan antara lain transfer panas baik, distribusi berat molekul lebih baik, penanganan kondisi reaksi dan produk akhir lebih mudah.

Faktor-faktor yang berpengaruh pada polimerisasi akrilamida antara lain:

1. Inisiator

Inisiator yang dipakai adalah kalium persulfat. Kehadiran inisiator akan mempercepat laju reaksi polimerisasi. Inisiator yang digunakan berkisar antara 0,01-1% didasarkan pada berat monomer. (Kirk-Othmer, 1993)

2. Suhu Polimerisasi

Polimerisasi akrilamida dalam *mixed solvent precipitation* terjadi pada suhu 40-70 °C. Pada suhu yang semakin tinggi, konversi polimer hasil yang didapatkan akan semakin besar dan konstanta laju reaksinya semakin besar.

3. Waktu Polimerisasi

Semakin lama waktu reaksi, maka semakin bertambah besar pula konversi yang dihasilkan. Waktu reaksi polimerisasi akrilamida berkisar antara 3-6 jam. (Kirk-Othmer, 1993)

4. Konsentrasi Monomer

Polimerisasi akrilamida dilakukan dalam *mixed solvent precipitation* terjadi pada konsentrasi monomer 10-30 % berdasarkan massa, karena konsentrasi yang lebih pekat diperlukan energi aktivasi reaksi dan faktor frekuensi tumbukan yang besar (Kirk-Othmer, 1993). Hal tersebut disebabkan semakin banyaknya partikel-partikel yang harus diaktifkan dan frekuensi tumbukan antar partikel semakin besar.

5. Pengadukan

Pengadukan dimaksudkan untuk memperbesar harga faktor frekuensi tumbukan atau untuk mempercepat kontak antar partikel dalam sistem, karena pada molekul yang bertumbukan akan mempermudah terjadinya transfer massa. Pengadukan dilakukan dengan kecepatan 200 rpm.

3. Landasan Teori

Penentuan laju reaksi gabungan pada tiap-tiap suhu reaksi dilakukan dengan anggapan bahwa mekanisme reaksi polimerisasi akrilamida sesuai dengan mekanisme umum untuk reaksi polimerisasi adisi dengan inisiator radikal bebas seperti telah dijelaskan di depan.

Kinetika polimerisasi adisi radikal bebas poliakrilamida adalah sebagai berikut:

3.1. Inisiasi

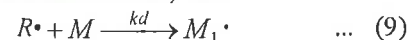
a. Dekomposisi inisiator menjadi sepasang radikal bebas



Laju dekomposisi inisiator dinyatakan dengan persamaan :

$$-\frac{d[I]}{dt} = kd[I] \quad \dots (8)$$

b. Adisi monomer, M dengan radikal primer, R \cdot menghasilkan rantai radikal, RM \cdot



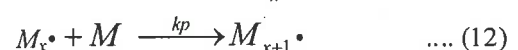
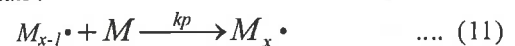
Persamaan kecepatan reaksi inisiasi rantai radikal keseluruhan adalah :

$$r_i = \left(\frac{d[M \cdot]}{dt} \right)_i = 2f \cdot kd \cdot [I] \quad \dots (10)$$

dimana *f* adalah efisiensi inisiator, yakni fraksi dari radikal terbentuk yang berhasil memulai proses inisiasi membentuk rantai.

3.2. Propagasi

Pada tahap ini, terjadi pertumbuhan polimer dari M $_1 \cdot$ hasil reaksi sesuai persamaan (9) menjadi rantai radikal yang lebih panjang dengan penambahan monomer. Reaksi yang terjadi dinyatakan dengan persamaan :



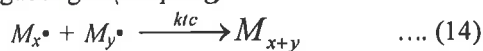
Nilai k_p tetap, karena tidak tergantung dari panjang rantai. Laju reaksi propagasi dinyatakan dengan persamaan :

$$r_p = -\left(\frac{d[M]}{dt}\right)_p = k_p[M][M\bullet] \quad \dots (13)$$

3.3. Terminasi

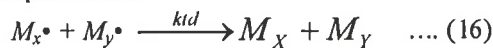
Tahap pemberhentian merupakan langkah reaksi yang mengakhiri pertumbuhan sehingga terbentuk polimer yang stabil. Tahap ini dapat dilakukan dengan 2 cara, yaitu :

a. Penggabungan (*coupling*)



$$r_{tc} = -\left(\frac{d[M\bullet]}{dt}\right)_{tc} = k_{tc}[M\bullet]^2 \quad \dots (15)$$

b. Disproporsionasi



$$r_{td} = -\left(\frac{d[M\bullet]}{dt}\right)_{td} = k_{td}[M\bullet]^2 \quad \dots (17)$$

$$k_t = k_{tc} + k_{td} \quad \dots (18)$$

Laju reaksi terminasi keseluruhan :

$$r_t = -\left(\frac{d[M\bullet]}{dt}\right)_t = 2k_t[M\bullet]^2 \quad \dots (19)$$

Pada keadaan awal kecepatan inisiasi lebih besar dari pada kecepatan reaksi terminasi. Namun semakin lama banyak rantai polimer aktif yang terbentuk mengakibatkan kecepatan reaksi terminasi semakin besar. Pada suatu saat tercapai keadaan setimbang yaitu kecepatan inisiasi sama dengan kecepatan terminasi. Keadaan ini disebut *steady state*. Persamaan (19) untuk kecepatan polimerisasi tidak dapat langsung digunakan secara langsung karena terdapat konsentrasi radikal. Konsentrasi radikal harganya sangat rendah ($\sim 10^{-8}$ M), sehingga sulit diukur. Oleh karena itu, diinginkan untuk mengeliminasi $[M\bullet]$ dari persamaan (19).

$$r_i = r_t \quad \dots (20)$$

$$r_i = 2k_t[M\bullet]^2 \quad \dots (21)$$

$$[M\bullet] = \left(\frac{r_i}{2k_t}\right)^{1/2} \quad \dots (22)$$

Dari persamaan (10) dan (21) diperoleh :

$$[M\bullet] = \left(\frac{fkd[I]}{kt}\right)^{1/2} \quad \dots (23)$$

$$r_p = k_p[M] \left(\frac{fkd[I]}{kt}\right)^{1/2} \quad \dots (24)$$

Karena propagasi melibatkan sejumlah besar molekul-molekul monomer per rantai sedangkan

inisiasi mengkonsumsi hanya satu, maka laju propagasi dianggap sebagai laju polimerisasi.

Dekomposisi inisiator merupakan reaksi orde satu seperti pada persamaan (8) :

$$-\frac{d[I]}{dt} = kd[I]$$

Hasil integrasi persamaan (8) adalah :

$$[I] = [I_0]e^{-kd.t} \quad \dots (25)$$

Persamaan (25) disubstitusikan ke persamaan (23), menghasilkan :

$$[M\bullet] = \left(\frac{f.kd.[I_0]}{kt}e^{-kd.t}\right)^{1/2} \quad \dots (26)$$

Substitusi persamaan (26) ke persamaan (13) dilakukan dengan menganggap laju reaksi propagasi tidak dipengaruhi ukuran polimer aktif, sehingga konstanta laju reaksi propagasi, k_p dapat dianggap tetap dan menghasilkan persamaan :

$$r_p = -\left(\frac{d[M]}{dt}\right)_p = k_p[M] \left(\frac{f.kd.[I_0]}{kt}e^{-kt.t}\right)^{1/2} \quad \dots (27)$$

Hasil integrasi persamaan (27) dengan batas $t=0$ untuk $[M]=[M_0]$, dan $t=t$ untuk $[M]=[M]$. adalah :

$$\ln \frac{[M_0]}{[M]} = 2k_p \left(\frac{f[I_0]}{kt.kd}\right)^{1/2} (1 - e^{-0,5kd.t})$$

... (28)

atau :

$$y = K(1 - e^{-0,5kd.t}) \quad \dots (29)$$

dengan :

$$y = \ln \frac{[M_0]}{[M]} \quad \dots (30)$$

$$K = 2k_p \left(\frac{f[I_0]}{kt.kd}\right)^{1/2} \quad \dots (31)$$

Dimana K adalah perkalian dari konstanta laju reaksi gabungan dengan akar kuadrat inisiator mula-mula. Untuk memperoleh persamaan hubungan y dengan t yang linier, maka persamaan (29) diubah ke bentuk persamaan differensial sebagai berikut :

$$K = y + \frac{2}{kd} \frac{dy}{dt} \quad \dots (32)$$

Persamaan (32) diselesaikan dengan transformasi Laplace, menghasilkan :

$$y(s) = \frac{K}{s\left(\frac{2}{kd}s + 1\right)}$$

atau :

$$\frac{1}{y(s)} = \frac{2}{K.kd} s^2 + \frac{s}{K} \quad \dots (33)$$

Inversi dari persamaan (33) dilakukan sebagai berikut :

$$\frac{1}{s^2} = t \quad \dots (34)$$

Sehingga diperoleh persamaan :

$$\frac{1}{y} = \frac{2}{K.kd} \frac{1}{t} + \frac{1}{K} \quad \dots (35)$$

Jika diketahui : $[M] = [M_o](1-x)$, maka harga y dapat dinyatakan dengan:

$$y = \ln \frac{[M_o]}{[M_o](1-x)} \quad \dots (36)$$

Atau :

$$\frac{1}{y} = -\frac{1}{\ln(1-x)} \quad \dots (37)$$

Persamaan (35) merupakan persamaan garis lurus dengan slope $\frac{2}{K.kd}$

Dari persamaan (31) didapatkan :

$$\frac{2}{K.kd} = \frac{1}{kp} \left(\frac{kt}{f.kd[I_o]} \right)^{1/2} \quad \dots (38)$$

atau :

$$K' = kp \left(\frac{f.kd}{kt} \right)^{1/2} = \frac{1}{(slope)[I_o]^{1/2}} \quad \dots (38)$$

sehingga persamaan (35) dapat dinyatakan sebagai berikut :

$$-\frac{1}{\ln(1-x)} = \frac{1}{K'[I_o]^{1/2}} \frac{1}{t} + \frac{1}{K} \quad \dots (39)$$

Dengan dimisalkan $k' = K'[I_o]^{1/2}$, dimana k' merupakan konstanta laju reaksi gabungan, sehingga persamaan (34) dapat dinyatakan sebagai berikut :

$$-\frac{1}{\ln(1-x)} = \left(\frac{1}{k'} \right) \frac{1}{t} + \frac{1}{K} \quad \dots (40)$$

Hubungan antara suhu dan konstanta kecepatan reaksi dapat dinyatakan dengan persamaan Arrhenius, yaitu :

$$k = A \exp \left(-\frac{E}{R \times T} \right) \quad \dots (41)$$

Pada penelitian ini ditentukan pula berat molekul polimer yang terbentuk pada hasil yang relatif baik. Penentuan berat molekul dilakukan dengan memanfaatkan hubungan antara viskositas polimer dalam suatu sistem pelarut dengan berat molekul polimer sesuai dengan persamaan Mark-Houwink-Sakurada, yaitu :

$$[\eta] = \lim_{c \rightarrow 0} \frac{\eta_{sp}}{c} = \lim_{c \rightarrow 0} \frac{\eta - \eta_o}{\eta_o \cdot c} = \frac{t - t_o}{t_o \cdot c} \quad \dots (42)$$

$$[\eta] = K_M \cdot M^a \quad \dots (43)$$

K_M dan a ditentukan secara eksperimental dengan menggunakan fraksi polimer monodispersi. Harga dari eksponen cenderung bervariasi dari 0,5 hingga 0,8 untuk pelarut yang baik, meskipun kesatuan harga berlebih telah diukur untuk rantai polimer secara luas. Ketika viskositas intrinsik dihubungkan dengan berat molekul, kita juga dapat menggunakan data-data eksperimental untuk menghubungkan viskositas relatif pada konsentrasi yang telah ditentukan dengan berat molekul. Hubungan antara viskositas intrinsik dengan berat molekul biasanya digunakan dalam praktek industri, dan secara signifikan dapat mengurangi kerja yang dibutuhkan untuk uji eksperimental. (Billmeyer, 1984) Untuk poliakrilamida pada $T = 30^\circ\text{C}$ dalam pelarut air dan berat molekul 20.000-500.000, nilai $K_M = 6,31 \cdot 10^{-3}$ dan $a = 0,8$. (Brandrup and Immergut, 1975)

4. Metodologi

Bahan

Akrilamida

Berupa padatan kristal, tidak berwarna, berat molekul 71,08; titik didih pada 0,67 kPa adalah 103°C , berat jenis pada 30°C adalah 1,122 g/ml dan kelarutan (g/100 pada 30°C) pada air adalah 215,5 ; pada metanol adalah 155,0 ; dan pada etanol adalah 86,2. Kemurnian 99%. Bahan ini diperoleh dari toko kimia di Jl. C Simanjuntak, Yogyakarta.

Kalium persulfat

Bahan ini berbentuk kristal putih, tidak berwarna dan tidak berbau, bersifat stabil, oksidator kuat, densitas uap 9,3 dan kemurnian 99%. Bahan ini diperoleh dari Laboratorium Teknologi Polimer Tinggi, Jurusan Teknik Kimia, UGM.

Etanol

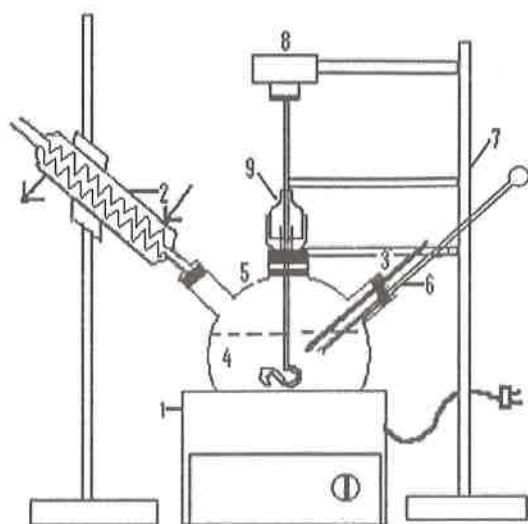
Pada keadaan atmosfer berbentuk cairan yang ringan, tidak berwarna, mudah menguap dan mudah terbakar. Berat molekul 46,07; specific gravity 0,789 pada suhu 20°C ; titik leleh -112°C dan titik didih $78,4^\circ\text{C}$. Kemurnian 99,8%. Bahan ini diperoleh dari toko kimia di Jl. C Simanjuntak, Yogyakarta.

Hidrokuinon

Bahan ini berupa kristal padat menyerupai jarum, berwarna coklat dengan berat molekul 110,11 dan titik didih 285°C serta specific gravity 1,332. Bahan ini diperoleh dari toko kimia di Jl. C Simanjuntak, Yogyakarta

Alat

Dalam pelaksanaan penelitian ini digunakan rangkaian alat sebagai berikut:



Keterangan:

- | | |
|-------------------|---------------------|
| 1 Water bath | 5. pengambil sampel |
| 2 Pendingin balik | 6. statif |
| 3 Termometer | 7. motor pengaduk |
| 4 Sampel | 8. pengaduk merkuri |
| 5 Labu leher tiga | |

Gambar 1. Rangkaian alat polimerisasi akrilamida

Cara Penelitian

Penelitian diawali dengan menyiapkan monomer akrilamida dengan berat 23,5456 gram dan campuran pelarut etanol 150 ml dan air 50 ml (perbandingan 3:1) serta inisiator kalium persulfat 235,456 mg. Campuran pelarut etanol-air dan monomer akrilamida dimasukkan dalam labu leher tiga yang dilanjutkan dengan pemanasan larutan hingga mencapai suhu yang diinginkan (40°C, 50°C, 60°C, 70°C dan 75°C). Setelah suhu reaksi tercapai, inisiator kalium persulfat secara cepat dimasukkan ke dalam campuran reaksi yang dilanjutkan dengan menghidupkan pengaduk merkuri pada putaran 200 rpm. Waktu reaksi polimerisasi dimulai pada saat inisiator kalium persulfat masuk ke dalam sistem. Pengambilan sampel sebanyak 5 ml dilakukan setiap 30 menit selama 4 jam. Sampel kemudian distabilkan dengan hidroquinon 2% sebanyak 5 tetes untuk kemudian dilakukan analisa. Analisa hasil dilakukan dengan metode gravimetri dan analisa berat molekul dilakukan dengan metode viskositas intrinsik.

Analisis Hasil

Penentuan konversi akrilamida dengan metode gravimetri:

Sampel ditimbang kemudian distabilkan dengan larutan hidroquinon 2% (C). Kemudian sampel

dikeringkan dalam oven pada suhu $\pm 110^\circ\text{C}$ selama 1 jam. Hasil sampel kering yang telah dingin kemudian ditimbang dengan asumsi bahwa semua pelarut dan monomer sisa telah teruapkan (PC).

Konversi poliakrilamida dihitung dengan persamaan sebagai berikut :

$$x = \frac{PC \times TS}{C \times M} \times 100\%$$

dimana :

C = berat sampel

PC = berat polimer

TS = berat sistem awal = berat monomer mula-mula + berat inisiator + berat pelarut

M = berat monomer awal

Analisis berat molekul dengan metode viskositas

Perhitungan berat molekul dilakukan dengan metode viskositas intrinsik dengan menggunakan viskometer Ostwald. Prinsip dasar viskometer Ostwald adalah mengukur waktu yang diperlukan pelarut atau larutan polimer untuk mengalir di antara dua tanda, x dan y.

Perhitungan untuk mengukur viskositas adalah sebagai berikut :

a. Menghitung viskositas spesifik

$$\eta_{sp} = \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0} = \frac{t - t_0}{t_0}$$

dimana : $\eta = t$ = Viskositas larutan poliakrilamida

$\eta = t_0$ = Viskositas pelarut murni

η_{sp} = Viskositas spesifik

Dilakukan pendekatan dengan perhitungan viskositas spesifik untuk menentukan harga viskositas tereduksi.

b. Menghitung viskositas tereduksi

$$\frac{\eta_{sp}}{c} = \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0 \cdot c} = \frac{t - t_0}{t_0 \cdot c}$$

Persamaan ini menggambarkan peningkatan viskositas yang disebabkan oleh polimerisasi. (c) adalah konsentrasi larutan polimer, sedangkan hasil yang didapat dari persamaan (η_{sp}/c) disebut viskositas tereduksi.

c. Menghitung viskositas intrinsik

$$\lim_{c \rightarrow 0} \frac{\eta_{sp}}{c} = [\eta]$$

Harga η_{sp}/c pada pelarutan tak terbatas disebut viskositas intrinsik dan diberi lambang $[\eta]$.

Selanjutnya, dibuat grafik hubungan antara η_{sp}/c dan konsentrasi (c). Ekstrapolasi ke konsentrasi nol menghasilkan harga $[\eta]$.

- d. Menghitung berat molekul poliakrilamida
 Persamaan yang digunakan untuk menghitung berat molekul poliakrilamida adalah persamaan Mark & Houwink-Sakurada.

$$[\eta] = K_M \cdot M^a$$

Dimana M adalah massa molekul nisbi sedangkan K_M dan a adalah tetapan yang khas untuk sistem polimer-pelarut tertentu. Untuk poliakrilamida pada $T = 30^\circ\text{C}$ dalam pelarut air dan berat molekul 20.000-500.000, nilai $K_M =$

$6,31 \cdot 10^{-3}$ dan $a = 0,8$. (Brandrup and Immergut, 1975)

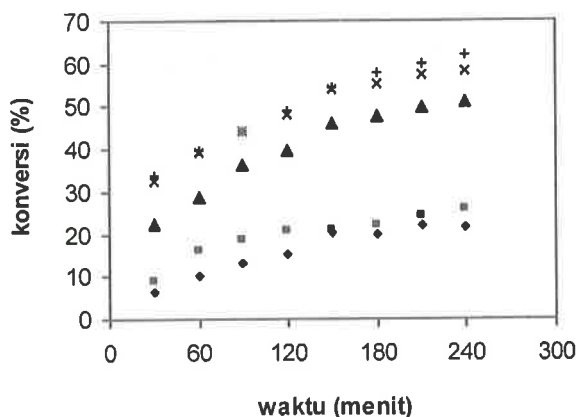
5. Hasil Penelitian

5.1 Pengaruh Waktu dan Suhu

Pengaruh waktu reaksi terhadap konversi pada berbagai suhu reaksi dapat dilihat pada Tabel 1 dan Gambar 2.

Tabel 1. Hubungan waktu reaksi terhadap konversi pada konsentrasi akrilamida 20 % dan inisiator potassium persulfat 1% pada berbagai suhu reaksi.

t (menit)	Konversi (X) %				
	Berat monomer 23,5456 gram				
	40 °C	50 °C	60 °C	70 °C	75 °C
30	6,43	8,72	22,40	32,60	33,70
60	10,23	15,93	28,57	39,04	39,70
90	13,20	18,45	36,47	44,14	44,24
120	15,24	20,77	39,54	48,02	49,01
150	20,16	20,64	46,14	53,81	54,56
180	19,80	21,92	47,50	55,41	57,70
210	21,73	24,10	49,69	57,46	59,94
240	21,46	25,86	50,88	58,07	61,80



Gambar 2. Hubungan antara waktu reaksi terhadap konversi pada berbagai suhu ($^\circ\text{C}$): (◆), 40; (■), 50; (▲), 60; (×), 70; (+), 75.

Dari Tabel 1 dan Gambar 2 dapat dilihat bahwa pada suhu 40°C sampai 75°C , konversi yang dihasilkan semakin meningkat. Hal ini disebabkan karena semakin tinggi suhu polimerisasi, kecepatan reaksi polimerisasi menjadi semakin tinggi yang berakibat pada meningkatnya konversi. Untuk waktu reaksi yang tetap dan suhu semakin tinggi, konversi juga semakin meningkat karena energi kinetik yang dimiliki oleh molekul-molekul semakin meningkat

sehingga tumbukan yang menghasilkan reaksi kimia semakin banyak. Hal ini sesuai dengan persamaan Arrhenius. (Odiari, 1991).

Pada awal reaksi, kenaikan konversi relatif kecil terutama pada waktu 30 menit. Hal ini menunjukkan bahwa pada awal reaksi, dekomposisi inisiator berjalan lambat. Sedangkan pada waktu 60-180 menit, laju dekomposisi berjalan lebih cepat seperti terlihat pada kenaikan konversi yang cukup signifikan. Pada waktu 210 – 240 menit, laju reaksi pembentukan rantai berjalan lambat. Hal ini dikarenakan sistem mulai kehabisan monomer yang bereaksi dengan inisiator sehingga tingkat kenaikan konversi juga semakin menurun. (Billmeyer, 1994)

5.2 Konstanta Laju Reaksi Gabungan sebagai Fungsi Suhu (k')

Harga k' didapat dari hubungan $-\ln(1-x)$ terhadap $1/t$ seperti pada persamaan (40). Diperoleh harga konstanta kecepatan reaksi gabungan (k') sebagaimana pada Tabel 2.

Dari data pada Tabel 2, apabila dibuat grafik hubungan antara $1/T$ terhadap $\ln k'$ maka diperoleh besarnya harga frekuensi tumbukan (A) = $2,5 \times 10^6$ dan energi aktivasi (E) = 12907,7507. Sehingga harga konstanta kecepatan reaksi gabungan (k') sebagai fungsi suhu pada konsentrasi monomer 20% dapat dinyatakan dengan persamaan:

$$k' = 2,58 \times 10^6 \exp\left(\frac{12907,7507}{T}\right)$$

digunakan adalah poliakrilamida hasil reaksi pada suhu 70 °C, waktu reaksi 240 menit dengan konversi 58,07%. Berat molekul rerata poliakrilamida ditentukan dengan persamaan Mark & Houwink-Sakurada dengan harga $K_M = 6,31 \times 10^{-3}$ dan harga $a = 0,8$. (Brandrup-Immergut, 1977) Hasil analisis berat molekul poliakrilamida diperoleh sebesar 61.580,83 g/mol. Dengan demikian harga ini masuk kisaran berat molekul poliakrilamida yaitu 20.000 – 500.000 g/mol.

Tabel 2. Konstanta laju reaksi gabungan (k') sebagai fungsi suhu

Suhu (°C)	k' (menit ⁻¹)	waktu untuk memperoleh konversi 50% (menit)
40	0,0026	-
50	0,004	-
60	0,0112	210
70	0,0206	135
75	0,0209	120

5. Kesimpulan

Dari hasil percobaan dan perhitungan yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut : Polimerisasi monomer akrilamida menjadi poliakrilamida dapat dilakukan dengan metode *mixed-solvent precipitation* menggunakan campuran pelarut etanol-air dan inisiator kalium persulfat. Konversi polimerisasi akan meningkat sebanding dengan kenaikan suhu dan waktu polimerisasi. Kondisi polimerisasi akrilamida relatif baik pada waktu polimerisasi 240 menit, suhu 70 °C dimana didapat konversi sebesar 58,07% dan berat molekul rata-rata poliakrilamida sebesar 61.580,83 g/mol. Konstanta laju reaksi gabungan sebagai fungsi suhu polimerisasi adalah $k' = 2,58 \times 10^6 \exp\left(\frac{12907,7507}{T}\right)$.

5.3 Penentuan Berat Molekul Poliakrilamida

Penentuan berat molekul rerata dilakukan dengan mengukur waktu alir larutan poliakrilamida dengan viskometer Ostwald. Poliakrilamida hasil yang reaksi mengikuti orde 1 terhadap konsentrasi monomer.

Ucapan Terimakasih

Ucapan terimakasih disampaikan kepada Rina Nur Ismawati dan Vetti Adinitya D. yang telah membantu dalam pengambilan data.

Daftar Pustaka

- Billmeyer, JR., Fred, W., 1994, *Textbook Of Polymer Science*, 3rd ed., John Wiley and Sons, New York.
- Brandrup, J.,E.H., Immergut, 1975. *Polymer Handbook*, 2nd ed., Interscience Publiser, John Wiley and Sons, New York
- Braun.D, Cherdon.H. 2004. *Polymer Sinthesis : Theory and Practice*, 4th ed, Springer Berlin, Heidelberg, New York.
- Cowd, M.A., 1991. *Kimia Polimer*, Penerbit ITB, Bandung
- Mc Ketta, J.J., 1993. *Chemistry Proccesing Handbook*, Marcell Dekker Inc, New York
- Odian, G., 1970. *Principle of Polymerization*, 3rd ed., Mc Graw-Hill Book Company, New York.
- Othmer, Kirk., 1960, *Encycopedia of Chemical Technology*, 3rd ed., vol.1, Interscience Willey, New York.
- Perry, R. H., and Chilton, C. H.; 1997, *Chemical Engineers Handbook*, 7th ed., McGraw-Hill Book Company, New York.
- www.booksearch/cheremisinooff.com
- www.booksearch/flory.com
- www.booksearch/hunkeler.com
- www.booksearch/kurenkov.com
- www.mst.edu/~wl/synthesis/pacrylamide