

**FOTODEGRADASI POLI(TRIMETILEN-SEBASAT)  
MENGUNAKAN SINAR ULTRAVIOLET**

**SKRIPSI**

oleh :

**CHUSNUL CHULUQ  
0510920016-92**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN  
ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2009**

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



**FOTODEGRADASI POLI(TRIMETILEN-SEBASAT)  
MENGUNAKAN SINAR ULTRAVIOLET**

**SKRIPSI**

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh  
gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Oleh :

**CHUSNUL CHULUQ**

**0510920016-92**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA**

**MALANG**

**2009**

**LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI**

**FOTODEGRADASI POLI(TRIMETILEN-SEBASAT)  
MENGUNAKAN SINAR ULTRAVIOLET**

Oleh :  
**CHUSNUL CHULUQ**  
0510920016-92

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji  
pada tanggal .....  
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

**Pembimbing I**

**Pembimbing II**

**Dr. Diah Mardiana, MS**  
NIP. 19630529 199103 2 002

**Drs. Budi Kamulyan, M.Sc**  
NIP. 19630619 199002 1 001

Mengetahui,  
**Ketua Jurusan Kimia**  
**Fakultas MIPA Universitas Brawijaya**

**Dr. Sasangka Prasetyawan, MS**  
NIP. 19630404 198701 1 001

## LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Chusnul Chuluq  
NIM : 0510920016-92  
Jurusan : Kimia  
Penulis skripsi berjudul :

**"Fotodegradasi Poli(trimetilen-sebasat) Menggunakan Sinar Ultraviolet"**

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari tugas akhir yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang tercantum di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam tugas akhir ini.
2. Apabila di kemudian hari ternyata tugas akhir yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Desember 2009  
Yang menyatakan,

(Chusnul Chuluq)  
NIM. 0510920016-92

# FOTODEGRADASI POLI(TRIMETILEN-SEBASAT) MENGUNAKAN SINAR ULTRAVIOLET

## ABSTRAK

Poli(trimetilen-sebasat) hasil sintesis dari sumber monomer minyak jarak kepyar dan gliserol merupakan poliester alifatik linier yang dimungkinkan mengalami fotodegradasi. Tujuan penelitian ini adalah untuk menentukan perubahan karakteristik poli(trimetilen-sebasat) setelah fotodegradasi. Karakteristik poli(trimetilen-sebasat) dianalisis melalui penentuan bilangan asam, derajat kristalinitas dan gugus fungsi berdasarkan spektrum FTIR. Fotodegradasi dilakukan terhadap spesimen pada variasi waktu 1, 2, 3 dan 4 minggu menggunakan sumber sinar dua buah lampu UV 10 watt dengan panjang gelombang 352 nm. Hasil penelitian menunjukkan bahwa fotodegradasi menyebabkan nilai bilangan asam meningkat hingga minggu ketiga dan menurun saat minggu keempat dengan derajat kristalinitas meningkat sebesar 24,3%. Analisis spektrum FTIR menunjukkan bahwa produk fotodegradasi adalah poliester rantai pendek dengan gugus ujung karboksil disertai dengan terbentuknya asam karboksilat dan kemungkinan senyawa aldehid serta gas CO<sub>2</sub>.

Kata kunci : poli(trimetilen-sebasat), fotodegradasi, sinar ultraviolet



# PHOTODEGRADATION OF POLY(TRIMETHYLENE-SEBACATE) BY ULTRAVIOLET IRRADIATION

## ABSTRACT

Poly(trimethylene-sebacate), synthesized from castor oil and glycerol monomers resource, is a linear aliphatic polyester which is considered as photodegradable polymer. The aim of this research was to determine the characteristic of poly(trimethylene-sebacate) after photodegradation. The characteristic of poly(trimethylene-sebacate) was determined through the acid number, crystallinity degree and functional group of FTIR spectrum. Photodegradation of thin specimen at 1, 2, 3 and 4 weeks has been done using two of 10 W UV lamp 352 nm as light source. The result showed that photodegradation has increased the acid number up to third week and decreased afterwards with crystallinity degree increased to 24.3 %. The analysis of FTIR spectrum showed that photodegradation product was a short chain polyester with carboxyl end group followed by the production of carboxylic acid, and also the possibility of aldehyde compound and CO<sub>2</sub> gas.

Keyword : poly(trimethylene-sebacate), photodegradation, ultraviolet irradiation

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas segala rahmat, hidayah dan ridho serta petunjuk-Nya sehingga penyusunan skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik. Shalawat serta salam semoga tetap tercurahkan kepada junjungan Nabi Muhammad SAW beserta seluruh umatnya. Skripsi yang berjudul **“FOTODEGRADASI POLI(TRIMETILEN-SEBASAT) MENGGUNAKAN SINAR ULTRAVIOLET”** ini disusun sebagai salah satu syarat untuk mendapatkan gelar sarjana sains dalam bidang kimia fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan yang diberikan oleh berbagai pihak, maka dalam kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih banyak kepada :

1. Dr. Diah Mardiana, MS dan Drs. Budi Kamulyan, M.Sc, selaku dosen pembimbing I dan II atas segala bimbingan, pengarahan dan kesabaran yang diberikan selama penyusunan skripsi ini.
2. Ir. Bambang Ismuyanto, M.Si, selaku dosen penasehat akademik yang telah memberikan bimbingan selama menempuh studi.
3. Drs. Suratmo, M.Sc, Dr. Barlah Rumhayati, M.Si, Dra. Anna Roosdiana, M.App.Sc, Yuniar Ponco P., S.Si, M.Sc, selaku dosen penguji yang telah memberikan kritik dan saran dalam perbaikan tugas akhir ini.
4. Dr. Sasangka Prasetyawan, MS, selaku Ketua Jurusan Kimia yang telah memberikan fasilitas kepada penulis untuk mengadakan penelitian di seluruh laboratorium kimia.
5. Seluruh dosen dan karyawan Jurusan Kimia Universitas Brawijaya atas segala ilmu dan bantuan yang diberikan.
6. Bapak, Ibu, kakak, ade', terima kasih atas semua doa, semangat, perhatian dan kasih sayangnya selama ini.
7. Sahabat, teman-teman dan semua pihak yang telah membantu penyelesaian tugas akhir ini.

Akhir kata penulis berharap semoga tulisan ini dapat bermanfaat bagi pemerhati Kimia dan pembaca sekalian, khususnya penulis.

Malang, Desember 2009

Penulis



## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	ii
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	iii
<b>ABSTRAK</b> .....	iv
<b>ABSTRACT</b> .....	v
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	vi
<b>DAFTAR ISI</b> .....	vii
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	ix
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	x
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xi
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	3
1.3 Batasan Masalah .....	3
1.4 Tujuan Penelitian .....	3
1.5 Manfaat Penelitian .....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Poliester .....	4
2.2 Fotodegradasi Polimer .....	5
2.3 Karakterisasi .....	7
2.3.1 Bilangan asam .....	7
2.3.2 Penentuan derajat kristalinitas .....	8
2.3.3 Spektroskopi inframerah .....	10
2.4 Hipotesis.....	12
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b>	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian .....	13
3.2 Bahan dan Alat Penelitian .....	13
3.2.1 Sampel penelitian .....	13
3.2.2 Bahan penelitian .....	13
3.2.3 Alat penelitian .....	13
3.3 Tahapan Penelitian .....	13
3.4 Cara Kerja Penelitian	
3.4.1 Degradasi polimer hasil pemurnian .....	14
3.4.1.1 Pembuatan spesimen uji .....	14

3.4.1.2	Fotodegradasi .....	14
3.4.2	Karakterisasi poliester hasil degradasi .....	14
3.4.2.1	Penentuan bilangan asam .....	14
3.4.2.2	Penentuan derajat kristalinitas secara XRD... ..	15
3.4.2.3	Penentuan gugus fungsi secara FTIR .....	15
3.5	Analisis Data .....	16
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>		
4.1	Fotodegradasi Poli(trimetilen-sebasat).....	17
4.2	Penentuan Bilangan Asam.....	17
4.3	Penentuan Derajat Kristalinitas .....	21
4.4	Penentuan Gugus Fungsi .....	22
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b>		
5.1	Kesimpulan .....	24
5.2	Saran .....	24
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>		<b>25</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>		<b>28</b>



## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Reaksi pembentukan poli(trimetilen-sebasat) dari 1,3-propanadiol dan asam sebasat .....	5
Gambar 2.2 Reaksi Norrish tipe I dan II .....	7
Gambar 2.3 Struktur Polimer Semikristalin .....	8
Gambar 2.4 Struktur <i>spherulite</i> .....	8
Gambar 2.5 Hamburan fasa amorf dan kristalin pada difraktogram sinar-x .....	10
Gambar 2.6 Ikatan antara 2 atom.....	11
Gambar 4.1 Bilangan asam poli(trimetilen-sebasat) .....	18
Gambar 4.2 Skema fotooksidasi poli(trimetilen-sebasat).....	19
Gambar 4.3 Reaksi Norrish I poli(trimetilen-sebasat).....	20
Gambar 4.4 Derajat kristalinitas poli(trimetilen-sebasat).....	21
Gambar L.6.1 Difraktogram sebelum fotodegradasi .....	42
Gambar L.6.2 Difraktogram setelah 1 minggu fotodegradasi .....	42
Gambar L.6.3 Difraktogram setelah 2 minggu fotodegradasi .....	43
Gambar L.6.4 Difraktogram setelah 3 minggu fotodegradasi .....	43
Gambar L.6.5 Difraktogram setelah 4 minggu fotodegradasi .....	44
Gambar L.6.5 Fase kristalin dan fase amorf pada difraktogram .....	45
Gambar L.7.1 Spektrum FTIR sebelum fotodegradasi.....	46
Gambar L.7.2 Spektrum FTIR setelah 1 minggu fotodegradasi.....	46
Gambar L.7.3 Spektrum FTIR setelah 2 minggu fotodegradasi.....	47
Gambar L.7.4 Spektrum FTIR setelah 3 minggu fotodegradasi.....	47
Gambar L.7.5 Spektrum FTIR setelah 4 minggu fotodegradasi.....	48
Gambar L.9.1 Alat pencetak spesimen.....	49
Gambar L.9.2 Kotak degradasi tampak bagian luar .....	49
Gambar L.9.3 Kotak degradasi tampak bagian dalam.....	50
Gambar L.9.4 Foto kotak degradasi .....	51

## DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Energi ikat disosiasi pada berbagai ikatan kimia.....	6
Tabel 4 Hasil interpretasi spektrum FTIR Poli(trimetilen-sebasat) .....	23
Tabel L.5.1 Data bilangan asam pada fotodegradasi menggunakan sinar ultraviolet .....	33
Tabel L.5.2 Analisis varian pada fotodegradasi menggunakan sinar ultraviolet .....	34
Tabel L.5.3 Selisih dua nilai rata-rata bilangan asam pada fotodegradasi menggunakan sinar ultraviolet.....	35
Tabel L.5.4 Berat molekul rata-rata jumlah poli(trimetilen-sebasat) ...	36
Tabel L.5.5 Data $M_n$ pada fotodegradasi menggunakan sinar ultraviolet .....	36
Tabel L.5.6 Analisis varian pada fotodegradasi menggunakan sinar ultraviolet .....	37
Tabel L.5.7 Selisih dua nilai rata-rata bilangan asam pada fotodegradasi menggunakan sinar ultraviolet.....	38
Tabel L.5.8 Bilangan Asam.....	39
Tabel L.6 Hasil perhitungan derajat kristalinitas.....	44

## DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 Diagram Alir Penelitian .....	28
Lampiran 2 Diagram Alir Degradasi Poliester .....	29
Lampiran 3 Karakterisasi Poliester Hasil Degradasi .....	30
Lampiran 4 Perhitungan dan Preparasi Larutan .....	32
Lampiran 5 Pengolahan Data Hasil Percobaan .....	33
Lampiran 6 Difraktogram Sinar-X Poli(trimetilen-sebasat).....	42
Lampiran 7 Spektrum FTIR Poli(trimetilen-sebasat).....	46
Lampiran 8 Gambar Alat Pendukung .....	49



UNIVERSITAS BRAWIJAYA





# BAB I PENDAHULUAN

## 1.1 LATAR BELAKANG

Plastik merupakan salah satu material berbahan dasar polimer yang umum digunakan. Bahan plastik secara bertahap telah menggantikan gelas, kayu dan logam. Hal ini disebabkan bahan plastik mempunyai beberapa keunggulan, yaitu : ringan, mudah dibentuk, anti karat, tahan terhadap bahan kimia, dapat dibuat berwarna atau transparan dan biaya proses lebih murah. Namun begitu, daya guna plastik juga terbatas karena kekuatannya yang rendah dan tidak tahan terhadap panas (Mujiarto, 2005).

Bahan atau barang berbasis plastik apabila terkena sinar matahari di alam terbuka (*out door*) dalam waktu relatif lama akan mengalami degradasi. Degradasi semacam ini disebut degradasi oleh cuaca, yang dipicu oleh sinar ultra violet (UV) dari sinar matahari. Suhu dan kelembaban udara juga dapat mempengaruhi proses degradasi. Indonesia berada di daerah tropis dengan intensitas sinar matahari, suhu dan kelembaban yang relatif tinggi. Keadaan ini mudah merusak barang-barang plastik yang karena fungsinya berada di luar bangunan, banyak terpapar oleh sinar matahari dan faktor cuaca yang lain. Dengan kata lain plastik mengalami degradasi oleh cuaca (Subowo, 2003).

Meskipun polimer memiliki sifat-sifat yang menarik, namun kualitas maupun sifat polimer, seperti ketahanan dan daya guna produk dipengaruhi oleh komposisi material juga kondisi lingkungan, dalam hal ini sinar matahari. Beberapa polimer mengandung gugus kromofor seperti karbon ikatan rangkap ( $C=C$ ) dan gugus karbonil ( $C=O$ ) yang memiliki kemampuan untuk menyerap energi UV dari sinar matahari sehingga terjadi proses degradasi yang melibatkan reaksi fotolitik maupun foto-oksidatif (Marston, 2006). Efek utama yang terjadi akibat adanya sinar UV adalah perubahan warna polimer dan komponen pada permukaan. Seringkali bahan menjadi rapuh sehingga akan mempengaruhi nilai atau daya tarik materi serta ketahanan dan daya guna dari produk yang dihasilkan (Zeus, 2005).

Salah satu polimer yang memiliki gugus karbonil adalah poliester. Poliester dapat dibuat melalui polikondensasi suatu senyawa diol dan senyawa dikarboksilat, dan keduanya dapat diperoleh dari sumber-sumber yang dapat diperbaharui, yaitu tanaman. Sintesis

polimer menggunakan monomer asam dikarboksilat yang berasal dari asam lemak dan suatu diol akan menghasilkan suatu poliester dengan struktur linier. Poliester alifatik dengan struktur linier bersifat ramah lingkungan karena ikatan ester yang bersifat mudah dihidrolisis (Steven, 2001). Adapun sebagai sumber monomer, asam dikarboksilat dapat diperoleh dari berbagai jenis asam lemak yang dapat diperoleh dari tumbuhan (Mardiana, 2005). Asam dikarboksilat yang digunakan adalah asam sebasat hasil oksidasi minyak alam, yaitu dari minyak jarak (Hill, 2000). Sedangkan sumber diol yang dipakai adalah 1,3 propanadiol hasil konversi gliserol, sehingga poliester yang dihasilkan adalah poli(trimetilen-sebasat). Poli(trimetilen-sebasat) merupakan salah satu jenis poliester yang belum digunakan secara komersial dikarenakan informasi mengenai sifat bahan tersebut masih terbatas. Oleh karenanya, penelitian dalam rangka memperoleh sifat-sifat poli(trimetilen-sebasat) masih perlu dikaji secara mendalam agar poliester ini dapat dimanfaatkan lebih lanjut.

Radiasi ultraviolet pada polimer secara umum akan menyebabkan putusannya ikatan kimia yang disertai dengan terbentuknya radikal. Radikal bebas dengan adanya oksigen memungkinkan terjadinya proses fotooksidasi lebih lanjut (Cacic *et al*, 2007). Degradasi polimer oleh radiasi UV pada hakekatnya terjadi karena proses fotooksidasi. Pemutusan rantai polimer menyebabkan perubahan struktur rantai sehingga berat molekul juga mengalami perubahan. Perubahan panjang rantai juga cenderung mempengaruhi mobilitas rantai sehingga kekuatan dan kekerasan bahan akan berubah yang berhubungan dengan tingkat keteraturan (kristalinitas) dari struktur polimer (Subowo, 2003).

Perubahan yang terjadi pada polimer baik perubahan fisik maupun kimia saat fotodegradasi bergantung pada energi radiasi sinar ultra violet yang diserap oleh sampel polimer, sehingga dibutuhkan waktu tertentu yang memungkinkan terjadinya fotodegradasi. Pada penelitian ini, fotodegradasi dilakukan dengan menggunakan waktu sebagai tolok ukur terjadinya fotodegradasi. Adapun perubahan sifat polimer yang dianalisis adalah perubahan massa molekul melalui metode volumetri, perubahan gugus fungsi dengan spektrofotometri FTIR dan kristalinitas ditentukan secara difraksi sinar-X, XRD (*X-Ray Diffraction*).

## **1.2 RUMUSAN MASALAH**

Bagaimanakah perubahan bilangan asam dan kristalinitas poli(trimetilen-sebasat) sintetik sesudah fotodegradasi menggunakan sinar ultraviolet?

## **1.3 BATASAN MASALAH**

Dalam penelitian ini, masalah dibatasi pada :

1. Fotodegradasi dilakukan dengan variasi waktu 1, 2, 3, dan 4 minggu dalam kotak tertutup.
2. Sumber sinar UV yang digunakan berasal dari 2 buah lampu UV 10W ; 352 nm.

## **1.4 TUJUAN PENELITIAN**

Adapun tujuan penelitian ini adalah untuk menentukan perubahan bilangan asam dan kristalinitas poli(trimetilen-sebasat) sintetik sesudah fotodegradasi.

## **1.5 MANFAAT PENELITIAN**

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi ilmiah mengenai perubahan sifat yang terjadi pada poli(trimetilen-sebasat) akibat dikenai radiasi ultraviolet.

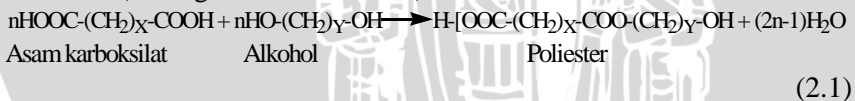
## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1. Poliester

Polimer merupakan senyawa makromolekul yang terbentuk dari susunan ulang molekul kecil atau monomer yang saling berikatan (Azizah, 2004). Berdasarkan strukturnya, polimer dapat dikelompokkan sebagai polimer linier, bercabang, dan jaringan. Polimer linier tidak memiliki cabang. Polimer bercabang biasanya mengandung tiga atau lebih rantai polimer yang berasal dari unit struktur pusat. Polimer jaringan atau ikat silang terjadi ketika rantai-rantai polimer terikat bersama-sama. Terjadinya pengikatan silang menyebabkan polimer jaringan mempunyai stabilitas dimensi yang baik, sulit melebur dan bersifat termoset. Dari ketiga jenis polimer di atas, hanya polimer linier, dalam hal ini jenis poliester, yang bersifat ramah lingkungan (Steven, 2001).

Poliester merupakan makromolekul atau polimer heteroatom yang memiliki gugus fungsi ester karboksilat dalam unit ulang yang terikat pada rantai utama (Sun, 1994). Metode-metode umum untuk mensintesis ester sederhana dapat digunakan untuk menghasilkan poliester, seperti esterifikasi, transesterifikasi, reaksi alkohol dengan asil klorida atau dengan anhidrida (Steven, 2001). Poliester yang digunakan dalam penelitian ini diperoleh dari hasil reaksi esterifikasi secara polikondensasi antara suatu asam dikarboksilat dengan suatu glikol.

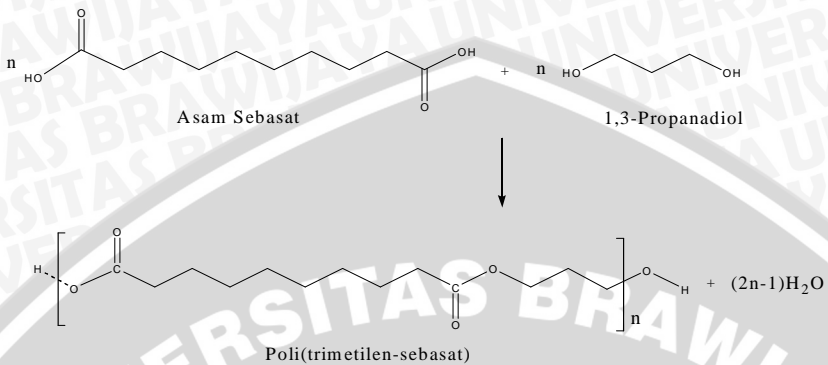
Pembentukan poliester linier sendiri secara umum mengikuti reaksi 2.1 (Young and Lovell, 1991):



x dan y merupakan jumlah gugus metilen.

Poliester yang digunakan dalam penelitian ini adalah poli(trimetilen-sebasat), poliester alifatik linier hasil sintesis asam dikarboksilat dari minyak jarak kepyar dengan 1,3-propanadiol sebagai produk biokonversi gliserol. Reaksi esterifikasi dilakukan dengan bantuan katalis asam, dibutil timah oksida. Reaksi polimerisasi poli(trimetilen-sebasat) dijelaskan pada Gambar 2.1 (Mardiana *dkk.*, 2008).





Gambar 2.1 Reaksi pembentukan poli(trimetilen-sebatat) dari 1,3-propanadiol dan asam sebatat

Poliesterifikasi antara diol dengan asam dikarboksilat merupakan proses reaksi yang bertahap dimana ketika terbentuk ester dengan melepaskan molekul air, reaksi polimerisasi akan terus berlanjut secara bertahap, karena kedua monomer masih memiliki gugus ujung yang reaktif, yaitu hidroksil dan karboksil. Dengan demikian berat molekul poliester sedikit demi sedikit akan bertambah sehingga konsentrasi gugus ujung reaktif akan menurun (Stevens, 2001).

## 2.2. Fotodegradasi Polimer

Fotodegradasi merupakan suatu proses yang diinduksi oleh sinar ultraviolet ataupun sinar tampak yang menghasilkan perubahan struktur kimia material. Degradasi polimer menyebabkan terjadinya perubahan sifat fisik dan sifat kimia suatu polimer yang disebabkan oleh putusannya ikatan dalam polimer. Agar proses fotodegradasi berhasil, sinar harus dapat diserap oleh substrat. Oleh karena itu, keberadaan gugus kromofor di dalam struktur makromolekul polimer sangat diperlukan untuk inisiasi pada reaksi fotokimia (Schnabel, 1981).

Dua aspek penting pada proses fotodegradasi adalah (Schnabel, 1981) :

- a. Interaksi spesifik antara sinar dengan material organik

Serapan sinar pada suatu molekul mengandung *interaksi spesifik* dari gugus kromofor dengan energi foton. Oleh karena itu, absorptivitas kromofor akan menentukan seberapa besar selektivitas proses fotokimianya.

- b. Reaksi fotokimia secara acak pada polimer

Penyerapan sinar dapat terjadi secara acak yaitu di semua tempat pada makromolekul polimer.

Adapun proses kimia pada fotodegradasi meliputi (1) pemutusan rantai atau ikatan silang, dan (2) oksidasi (foto-oksidasi). Putusnya ikatan atau terbentuknya radikal pada proses fotokimia sering diikuti oleh terjadinya ikatan silang. Pada reaksi kedua, terutama adanya oksigen akan menyebabkan terjadinya degradasi lebih lanjut pada polimer. Sifat-sifat mekanik seperti daya rentang, perpanjangan maupun kekuatan polimer itu kemungkinan menurun drastis (Feldman, 1989).

Polimer mengandung ikatan C-C, C-H, C-O, C-N serta C-Cl, dan tidak dapat menyerap sinar pada panjang gelombang lebih dari 190 nm. Namun, polimer yang memiliki gugus kromofor, dapat menyerap sinar dengan panjang gelombang antara 250 – 400 nm atau lebih tinggi. Nilai energi disosiasi ikatan pada berbagai ikatan kimia ditunjukkan pada Tabel 2.1 (Rabek, 1980).

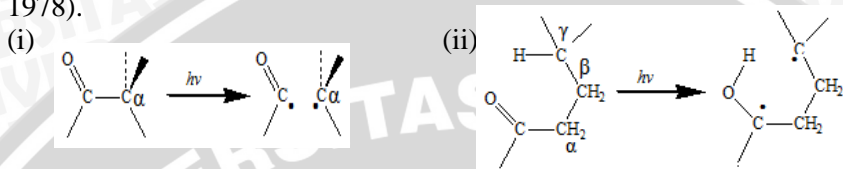
Tabel 2.1. Energi disosiasi ikatan pada berbagai ikatan kimia

<b>Ikatan kimia</b>	<b>Energi disosiasi ikatan (kkal mol<sup>-1</sup>)</b>
C-H (primer)	99
C-H (tersier)	85
C-H (alil)	77
C-C	83
C=C	145
C≡C	191
C-Cl	78
C-N	82
C=N	153
C≡N	191
C-O	93
C=O	186
C-Si	78
Si-H	76
N-O	37
O-O	66

Terdapat dua mekanisme reaksi yang paling umum terjadi pada reaksi fotokimia dimana gugus fungsi karbonil sebagai kromofor yaitu



reaksi Norrish tipe I dan Norrish tipe II yang diilustrasikan pada Gambar 2.2. Pada reaksi Norrish tipe I akan terjadi pemutusan rantai disertai dengan terbentuknya radikal, sedangkan pada reaksi Norrish tipe II terjadi perpindahan intramolekul atom hidrogen pada posisi  $\gamma$  oleh gugus karbonil sehingga menghasilkan suatu 1,4-diradikal (Byrne, 1978).



Gambar 2.2. Reaksi Norrish tipe I (i) dan Reaksi Norrish tipe II (ii)

Berdasarkan proses-proses yang terjadi akibat fotodegradasi yang telah dipaparkan, maka diperlukan analisis lebih lanjut untuk mengetahui dan mendeteksi perubahan-perubahan yang terjadi.

## 2.3. Karakterisasi

### 2.3.1. Bilangan asam

Bilangan asam ditentukan untuk memperkirakan massa molekul relatif polimer, melalui analisis gugus fungsi yang terikat pada ujung polimer. Bilangan asam dapat ditentukan secara volumetri menggunakan basa alkoholis dan indikator warna. Titrasi poliester rantai linier oleh larutan natrium atau kalium hidroksida alkoholis biasa dilakukan dengan terlebih dahulu mendispersikan poliester dalam kloroform, kloroform-metanol, atau metanol-dioksan (Cowie, 1991). Bilangan asam sebanding dengan satu mol gugus asam pada sampel yang dititrasi menggunakan 1 mol KOH (Rabek, 1980). Cara ini terutama dapat digunakan untuk polimer yang memiliki harga  $M_n$  lebih kecil dari 25.000. Hasil akurat dapat diperoleh bila polimer tidak memiliki gugus ujung sebagai cabang. Poli(trimetilen-sebasat) yang digunakan pada penelitian ini memiliki harga  $M_n$  sebesar 14.000 (Mardiana, 2005).

Fotodegradasi polimer dapat menyebabkan harga bilangan asam meningkat. Hal ini disebabkan ikatan pada rantai utama polimer putus sehingga rantai polimer semakin pendek atau berat molekul turun. Oleh karena itu, jumlah mol asam dalam tiap gram polimer yang harus

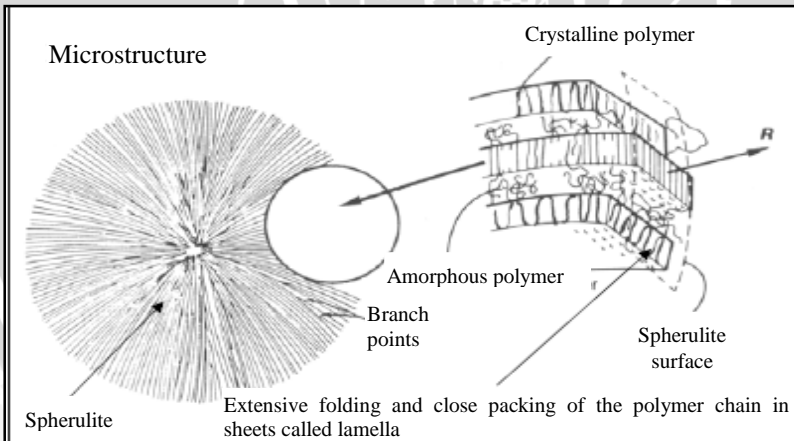
dinetralkan oleh KOH lebih banyak sehingga jumlah mol KOH yang dibutuhkan lebih besar dan bilangan asam naik (Bakar *et al.*, 2006).

### 2.3.2. Penentuan derajat kristalinitas

Kristal adalah padatan yang terbentuk oleh pengulangan pola yang teratur dari atom atau molekul yang terhubung satu sama lain (Campbell and Campbell, 2008). Poliester merupakan polimer semikristalin terdiri dari bagian amorf dan bagian kristalin. Bagian amorf ditandai dengan struktur yang tidak teratur, sedangkan bagian kristalin ditandai dengan struktur yang teratur (Mulder, 1991). Kristalinitas mempengaruhi beberapa sifat polimer diantaranya kekerasan, modulus, daya rentang, kekakuan, kekusutan dan titik leleh. Gambar 2.3 menunjukkan struktur polimer semikristalin (Raghavendra *et al.*, 2008).



Gambar 2.3. Struktur Polimer Semikristalin



Gambar 2.4. Struktur *spherulite*

Berdasarkan hasil analisis kristal poli(trimetilen-sebasat) menggunakan mikroskop polarisasi diperoleh bahwa morfologi dari kristal poli(trimetilen-sebasat) adalah *spherulite* (Mardiana dkk., 2008). Struktur *spherulite* terdiri atas plat-plat kristal *lamellar*, seperti dijelaskan pada Gambar 2.4. Struktur *lamellar* pada *spherulite* terbentuk karena rantai polimer mengalami *folding* (lipatan) akibat ketebalan kristal yang hanya berkisar 100 Å sementara panjang rantai dapat mencapai 10000 Å atau lebih (Sperling, 1985).

Derajat kristalinitas dapat diketahui dengan menggunakan Difraksi Sinar-X yang didasarkan pada persamaan Bragg (Cowie, 1991):

$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad (2.2)$$

Dimana:

$n$  = suatu bilangan bulat (0,1,2,3,...)

$\lambda$  = panjang gelombang radiasi sinar-X

$d$  = jarak antar bidang di dalam kristalit

$\theta$  = sudut difraksi

Posisi  $2\theta$  dari berkas sinar-X suatu kristal tergantung pada jenis unit sel kristal dan panjang gelombang sinar-X. Intensitas berkas sinar-X yang terdifraksi juga ditentukan oleh jenis atom dan kedudukannya dalam suatu sel kristal. Setiap zat mempunyai pola difraksi (difraktogram) yang spesifik sehingga setiap kristal dapat diidentifikasi meskipun berada dalam campuran (Willard *et al*, 1998).

Derajat kristalinitas ( $\chi_c$ ) dapat ditentukan jika hamburan kristalinitas dan amorf pada pola difraksi dapat dipisahkan satu dengan yang lain. Derajat kristalinitas sebanding dengan integral hamburan kristalinitas terhadap total hamburan (kristalin dan amorf), sesuai dengan persamaan 2.3 (Rabek, 1980):

$$\chi_c = \frac{\int_0^\infty S^2 I_{c(s)} ds}{\int_0^\infty S^2 I_{(s)} ds} \quad (2.3)$$

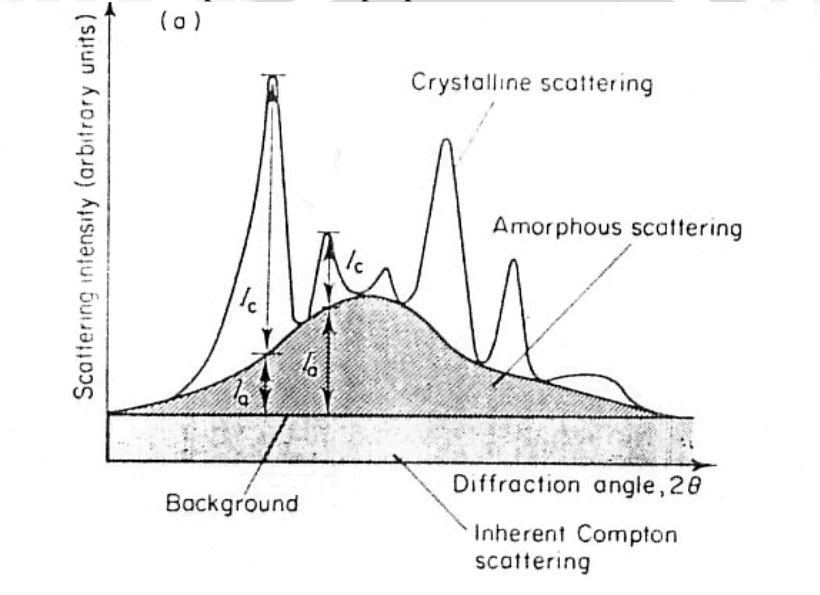
Dimana:

$S = (2 \sin \theta) / \lambda$

$I_{c(s)}$  = intensitas fasa kristalin

$I_{(s)}$  = intensitas total fasa kristalin dan amorf

Secara matematis, integral menyatakan luas kurva hubungan  $2\theta$  dengan intensitas hamburan, sehingga kristalinitas dapat dihitung berdasarkan perbandingan luas fase kristalin dengan fase total. Hamburan fasa amorf dan kristalin suatu polimer terdapat pada Gambar 2.5 (Rabek, 1980).



Gambar 2.5. Hamburan fasa amorf dan kristalin pada difraktogram sinar-x

### 2.3.3. Spektroskopi inframerah

Spektroskopi inframerah digunakan secara luas pada penelitian degradasi polimer sebagai cara untuk menjelaskan struktur dengan mengidentifikasi keberadaan gugus fungsi. Radiasi inframerah menimbulkan tiga pengaruh terhadap ikatan kimianya. Ikatan antara dua atom yang kemungkinan ulur, tekuk, ataupun berotasi ketika menyerap radiasi inframerah pada frekuensi yang tepat. Absorpsi yang dihasilkan pada vibrasi ulur (*stretching*) lebih banyak digunakan dalam penentuan struktur dan terjadi pada bilangan gelombang  $650 - 4000 \text{ cm}^{-1}$  (Bartnikas dan McMahan, 1987).

Frekuensi ulur dari suatu ikatan dapat dihitung berdasarkan hukum Hooke, dimana dua atom dan ikatan yang terhubung diibaratkan seperti osilator harmonik yang tersusun dari 2 massa atom yang dihubungkan dengan pegas seperti pada Gambar 2.6 (Boulder, 2002).





Gambar 2.6. Ikatan antara 2 atom

Berdasarkan hukum Hooke, frekuensi dari vibrasi pegas berhubungan dengan massa dan konstanta gaya pegas,  $k$ , dengan rumus (Boulder, 2002) :

$$\nu = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m}} \quad (2.4)$$

dimana  $k$  = konstanta gaya

$m$  = massa

$\nu$  = frekuensi vibrasi

Pada molekul diatomik, persamaan yang diturunkan dari hukum Hooke (Boulder, 2002) :

$$\bar{\nu} = \frac{1}{2\pi c} \sqrt{\frac{f(m_1 + m_2)}{m_1 m_2}} \quad (2.5)$$

Dimana  $\bar{\nu}$  = bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )

$m_1$  dan  $m_2$  adalah massa atom 1 dan 2 (g)

$c$  = kecepatan cahaya (cm/det)

$f$  = konstanta gaya ikatan (dyne/cm)

Persamaan 2.5 menunjukkan hubungan kuat ikatan dan massa atom terhadap bilangan gelombang saat molekul menyerap radiasi IR. Ketika konstanta gaya meningkat, frekuensi vibrasi (bilangan gelombang) juga meningkat.

Terbentuknya poliester ditandai dengan munculnya vibrasi yang khas yaitu di daerah sekitar  $1720 \text{ cm}^{-1}$  untuk vibrasi ulur gugus fungsi C=O,  $1730 \text{ cm}^{-1}$  untuk gugus karbonil ester sedangkan vibrasi ulur C-O berada di daerah  $1300\text{-}1050 \text{ cm}^{-1}$  (Pavia, *et.al*, 1986). Bila polimer masih mengandung suatu monomer asam, maka akan muncul puncak O-H yang melebar dan overlap pada bilangan gelombang  $2500\text{-}3300 \text{ cm}^{-1}$

Teknik preparasi untuk suatu polimer seringkali dilakukan dengan menggunakan sampel padat, dibuat sebagai pellet KBr atau sebagai film tipis. Preparasi dengan menggunakan sampel larutan seringkali sulit dilakukan karena umumnya pelarut polimer juga dapat mengabsorpsi di daerah inframerah (Hummell, 1971; Rabek, 1980).

## 2.4. Hipotesis

Hipotesis yang diajukan dalam penelitian ini adalah fotodegradasi poli(trimetilen-sebasat) menggunakan sinar ultraviolet menyebabkan bilangan asam dan kristalinitas akan meningkat.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA





## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1. Tempat dan Waktu Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Fisik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya Malang mulai bulan Februari sampai Mei 2009 .

#### **3.2. Bahan dan Alat Penelitian**

##### **3.2.1. Sampel Penelitian**

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah poli(trimetilen-sebasat) sintetik hasil fraksinasi pada temperatur 20-22 °C dalam pelarut kloroform dan non pelarut metanol (1:5), yang memiliki titik leleh 44-52 °C dan derajat kristalinitas (30,52±0,2)% (Wijaya, 2008).

##### **3.2.2. Bahan Penelitian**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah : kloroform, metanol, etanol (teknis), asam oksalat, KOH, indikator fenolftalein, dan akuades. Semua bahan tersebut berkualitas pro analisis (p.a) kecuali disebutkan lain.

##### **3.2.3. Alat Penelitian**

Alat-alat yang digunakan untuk pembuatan spesimen poliester yaitu : 1 pasang plat *stainless steel* ukuran 20 x 20 cm dengan ketebalan 2 mm dan cetakan aluminium (3 x 8 cm) dengan ketebalan 0,5 mm, kompor listrik, transformator tipe RRTS-M9, termometer digital, dan cutter. Alat-alat pendukung lainnya yaitu : kotak degradasi ukuran 40 x 40 x 40 cm, 2 buah lampu UV merek Sankyo 10 W ; 352 nm, seperangkat alat gelas, neraca analitik Mettler tipe AE 50, desikator, bola hisap, botol semprot, kertas minyak, spektrofotometer FTIR merek Shimadzu 8400S, dan instrumen Difraksi Sinar X (XRD) merek Philips tipe X'pert (Laboratorium Sentral, ITS Surabaya).

#### **3.3. Tahapan Penelitian**

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahapan, meliputi :

1. Degradasi polimer hasil pemurnian
  - 1.1. Pembuatan spesimen poliester

- 1.2. Degradasi menggunakan sinar UV
2. Karakterisasi poliester hasil fotodegradasi
  - 2.1. Penentuan bilangan asam
  - 2.2. Penentuan derajat kristalinitas secara XRD
  - 2.3. Penentuan gugus fungsi secara FTIR
3. Analisis Hasil dan Analisa Data

### **3.4. Cara Kerja Penelitian**

#### **3.4.1. Degradasi polimer hasil pemurnian**

##### **3.4.1.1. Pembuatan spesimen uji**

Poli(trimetilen-sebasat) sintetik hasil pemurnian diletakkan pada cetakan aluminium diantara 2 plat *stainless steel*. Setelah itu dipanaskan di atas titik lelehnya (71-85 °C), lalu ditekan dan dibiarkan sekitar 5 menit. Lelehan poli(trimetilen-sebasat) didinginkan dalam cetakan tipis sampai menjadi kering dan keras. Setelah dingin, lempengan polimer diambil dan dipotong-potong dengan ukuran 1 cm x 1 cm. Lempeng yang diperoleh digunakan sebagai spesimen uji.

##### **3.4.1.2. Fotodegradasi**

Masing-masing spesimen ditimbang dengan neraca analitik lalu dikeringkan di dalam desikator. Kemudian masing-masing spesimen dimasukkan ke dalam kotak degradasi. Lama degradasi spesimen divariasikan 1, 2, 3, dan 4 minggu dengan 3 kali ulangan. Untuk spesimen I (lama degradasi 4 minggu) dimasukkan terlebih dahulu ke dalam kotak degradasi, seminggu berikutnya dimasukkan spesimen II (lama degradasi 3 minggu). Hal yang sama juga dilakukan untuk spesimen III dan IV masing-masing untuk lama degradasi 2 minggu dan 1 minggu. Setelah 4 minggu semua sampel diambil untuk dilanjutkan pada tahap karakterisasi.

#### **3.4.2. Karakterisasi poliester hasil degradasi**

##### **3.4.2.1. Penentuan bilangan asam**

Bilangan asam ditentukan secara volumetri. Sejumlah 0,05 g poliester yang telah didegradasi untuk semua variasi waktu dilarutkan dalam 10 mL campuran kloroform-metanol dengan perbandingan volume 1:1. Campuran kemudian dititrasi menggunakan KOH alkoholis 0,0288 M dengan indikator pp. Sebagai blanko, dilakukan titrasi untuk

campuran kloroform-metanol (1:1). Adapun untuk standarisasi larutan KOH dilakukan dengan menggunakan larutan asam oksalat 0,015 M. Bilangan asam ditentukan dengan menggunakan persamaan:

$$\text{Bilangan Asam} = \frac{(V_s - V_b) \times C_{KOH}}{w} \quad (3.1)$$

Dengan:

$V_s$  = volume KOH untuk titrasi sampel polimer (mL)

$V_b$  = volume KOH untuk titrasi blanko (mL)

$w$  = berat sampel polimer (mg)

$C_{KOH}$  = konsentrasi KOH alkoholis (mmol/mL)

### 3.4.2.2. Penentuan derajat kristalinitas secara XRD

Spesimen poliester yang telah difotodegradasi untuk semua variasi waktu ditentukan derajat kristalinitasnya dengan instrumen difraksi sinar-X. Spesimen dimasukkan dalam *sampleholder* dan diletakkan dalam alat XRD. Kemudian dilakukan analisis untuk harga  $2\theta$  mulai  $5^\circ$  hingga  $90^\circ$ .

Data yang diperoleh dianalisis dengan bantuan program Microsoft excel hingga diperoleh difraktogram sinar-X. Daerah fasa kristalin dan amorf pada difraktogram diberi batas, kemudian luas masing-masing daerah dihitung dengan menggunakan AutoCAD. Derajat kristalinitas diperoleh dengan membandingkan luas fasa kristalin terhadap luas total menurut persamaan 3.2.

$$\text{Derajat kristalinitas} = \frac{\text{luas fasa kristalin}}{\text{luas fasa total}} \times 100\% \quad (3.2)$$

Harga derajat kristalinitas dibuat kurva terhadap lama degradasi.

### 3.4.2.3. Penentuan gugus fungsi secara FTIR

Analisis dilakukan dengan terlebih dahulu membuat pellet KBr. Serbuk poliester yang telah didegradasi untuk semua variasi waktu dicampur dengan serbuk KBr. Campuran kemudian dibuat pellet dengan bantuan tekanan hidrolik sebesar 100 psi. Pellet kemudian dimasukkan ke dalam *sample holder* dan diletakkan dalam alat FTIR. Spektrum IR yang diperoleh kemudian diinterpretasikan untuk mengetahui adanya perubahan gugus yang terjadi sesudah fotodegradasi.

### 3.5. Analisis Data

Data penentuan bilangan asam dianalisis dengan uji F menggunakan metode analisis ragam pola rancangan acak lengkap sederhana, dengan derajat  $\alpha = 5\%$ . Apabila terdapat perbedaan di antara perlakuan, diuji lebih lanjut dengan uji beda nyata terkecil.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1. Fotodegradasi Poli(trimetilen-sebasat)

Spesimen poliester dibuat dengan cara meletakkan dan melelehkan sampel poli(trimetilen-sebasat) pada cetakan aluminium di antara 2 plat *stainless steel*, lalu didinginkan sampai mengering sehingga didapatkan spesimen polimer yang telah dipotong-potong dengan ukuran 1 cm x 1 cm.

Spesimen diradiasi menggunakan sinar ultraviolet di dalam kotak degradasi. Sumber sinar yang digunakan berasal dari dua buah lampu UV 10 W ; 352 nm. Radiasi ultraviolet dapat mengakibatkan putusannya ikatan pada rantai polimer disertai terbentuknya radikal (Cakic *et al.*, 2007). Fotodegradasi berlangsung dengan variasi waktu selama 1, 2, 3, dan 4 minggu.

Untuk menentukan karakteristik poli(trimetilen-sebasat) setelah fotodegradasi, maka dilakukan analisis gugus ujung menggunakan penentuan bilangan asam. Analisis pendukung lainnya yaitu derajat kristalinitas untuk mengamati tingkat keteraturan struktur polimer dan perubahan gugus fungsi menggunakan spektrofotometer IR.

### 4.2. Penentuan Bilangan Asam

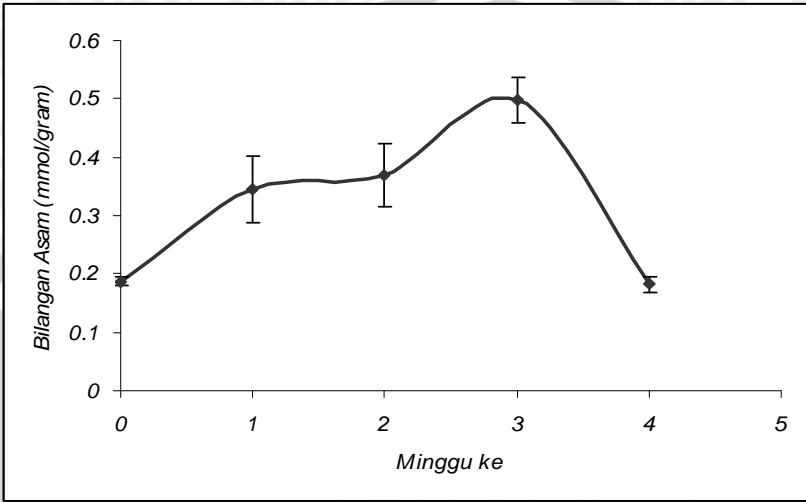
Bilangan asam sebanding dengan satu mol gugus asam pada sampel yang dititrasi menggunakan 1 mol KOH (Rabek, 1980). Bilangan asam menunjukkan karakter gugus asam yang terikat pada ujung rantai poli(trimetilen-sebasat). Hasil bilangan asam poliester setelah fotodegradasi dicantumkan pada Gambar 4.1.

Berdasarkan definisinya, nilai bilangan asam memiliki satuan mg KOH/g sampel, namun bilangan asam pada penelitian ini digunakan untuk memperkirakan harga berat molekul polimer yang memiliki satuan g/mol. Oleh karena itu, satuan bilangan asam hasil percobaan dinyatakan sebagai mol/g.

Kurva pada Gambar 4.1 menunjukkan bahwa fotodegradasi hingga minggu ketiga menyebabkan bilangan asam meningkat kemudian menurun hingga minggu keempat. Hasil analisis BNT (Lampiran 5) pada harga  $\alpha = 0,05$  memberikan perbedaan nyata perlakuan fotodegradasi terhadap bilangan asam minggu pertama tetapi



tidak berbeda dengan minggu kedua. Radiasi lebih lanjut memberikan pengaruh pada saat minggu ketiga dan keempat.



Gambar 4.1. Bilangan asam poli(trimetilen-sebasat)

Karakter gugus asam yang semakin dominan dapat disebabkan oleh semakin pendek rantai atau terjadinya perubahan mikrostruktur poliester (Sun, 1994). Poliester, poli(trimetilen-sebasat), merupakan polimer yang memiliki gugus polar yang memungkinkan adanya ikatan hidrogen antar dan intra molekuler yang cukup kuat (Miller, 1981). Adanya ikatan hidrogen menyebabkan poli(trimetilen-sebasat) mengkristal dalam bentuk *spherulite* (Mardiana *dkk.*, 2008) sehingga polimer mengalami *folding* dan gugus asam pada ujung tidak bereaksi dengan KOH. Hal ini terutama saat poli(trimetilen-sebasat) belum dikenai sinar UV.

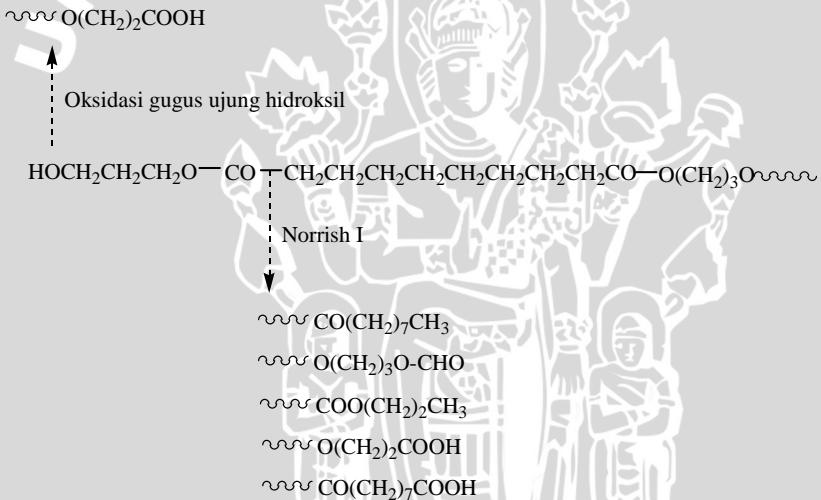
Penyinaran di awal hingga minggu pertama menyebabkan bilangan asam meningkat dengan tajam disebabkan terjadinya pembukaan rantai menjadi tidak berlipat sehingga gugus ujung asam dapat bereaksi dengan KOH. Pembukaan rantai kemungkinan disebabkan oleh adanya peningkatan suhu sistem sebesar 5°C didukung oleh terjadinya fotolisis yang menyebabkan gaya sekunder lebih lemah sehingga lebih mudah putus. Kalor yang terjadi saat fotodegradasi mencapai minggu kedua mulai diserap oleh molekul poli(trimetilen-sebasat) sehingga mulai terjadi pemutusan pada rantai utama. Hingga



minggu kedua belum terbentuk rantai-rantai pendek ditunjukkan dengan bilangan asam yang relatif sama. Sebagai pendukung pada Lampiran 5 diberikan contoh perhitungan konversi bilangan asam menjadi massa molekul relatif rata-rata poli(trimetilen-sebasat).

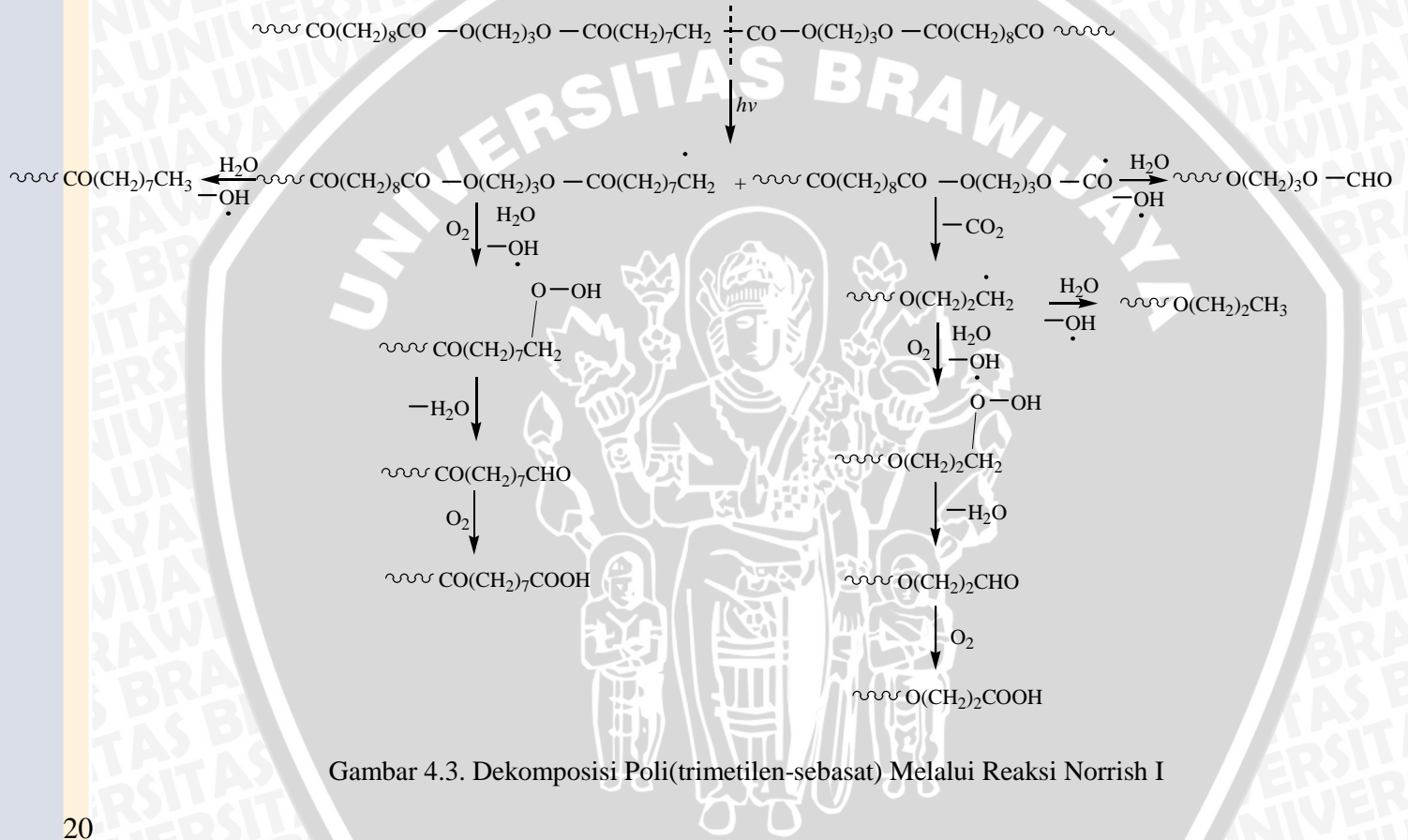
Terbentuknya gugus asam sebagai produk fotodegradasi, terutama setelah minggu kedua, menyebabkan laju pemutusan rantai semakin cepat sehingga bilangan asam meningkat hingga 34,5 %. Bilangan asam menurun pada minggu keempat disebabkan oleh pemutusan rantai berlanjut disertai dengan adanya oksigen menyebabkan terbentuk produk akhir bukan hanya rantai dengan gugus ujung asam, tetapi senyawa lain yang tidak bereaksi dengan KOH.

Diduga reaksi yang terjadi pada fotodegradasi poli(trimetilen-sebasat) menggunakan sinar UV terjadi melalui mekanisme sesuai Gambar 4.2.



Gambar 4.2. Skema Fotooksidasi Poli(trimetilen-sebasat)

Berdasarkan mekanisme pada Gambar 4.2, fotodegradasi poli(trimetilen-sebasat) terjadi melalui dua tahapan proses yaitu oksidasi gugus ujung hidroksil dan dekomposisi poli(trimetilen-sebasat) melalui reaksi Norrish I yang menghasilkan gugus-gugus karboksil sebagai produk akhir. Sebagai pendukung pada Gambar 4.3 diberikan mekanisme dekomposisi poli(trimetilen-sebasat) melalui reaksi Norrish I.

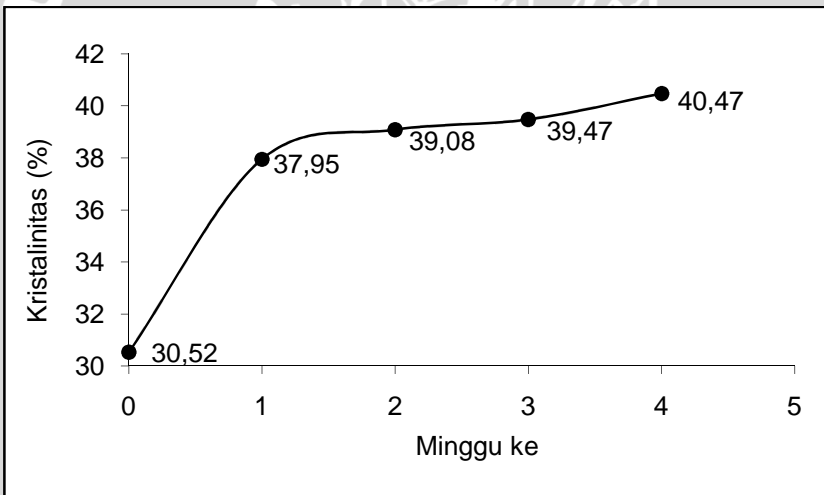


Gambar 4.3. Dekomposisi Poli(trimetilen-sebasat) Melalui Reaksi Norrish I

Terjadinya penurunan bilangan asam kemungkinan sebagai produk akhir terjadi CO<sub>2</sub> hasil dekarboksilasi asam karboksilat yang terlepas ke udara sehingga tidak bereaksi dengan KOH.

### 4.3. Penentuan Derajat Kristalinitas

Poliester sintetik dapat dikategorikan kristalin jika mengandung daerah dengan derajat keteraturan atau orientasi molekul yang tinggi. Keteraturan dapat terbentuk jika terjadi lipatan rantai akibat adanya antaraksi intramolekul. Namun secara umum suatu poliester akan mengandung daerah kristalin dan amorf. Pada kondisi ini derajat kristalinitas dapat dinyatakan sebagai fraksi berat atau fraksi volume suatu bahan kristalin. Pada penelitian ini derajat kristalinitas ditentukan berdasarkan perhitungan luas fasa kristalin pada difraktogram hasil analisis menggunakan XRD. Difraktogram dan hasil perhitungan terdapat pada Lampiran 6.



Gambar 4.4. Derajat kristalinitas poli(trimetilen-sebasat)

Hasil pada Gambar 4.3 menunjukkan derajat kristalinitas meningkat sebesar 24,3% setelah mengalami fotodegradasi. Poli(trimetilen-sebasat) merupakan polimer semikristalin, bagian *folding* pada mikrostruktur *spherulite* akan memberikan fasa kristalin sehingga menyebabkan terjadi difraksi, tetapi ujung bebas membentuk fasa amorf sehingga terjadi hamburan (Mardiana *dkk.*, 2008). Terbentuknya lipatan

menyebabkan rantai lebih linier dan memiliki orientasi yang lebih teratur, sehingga derajat kristalinitas menjadi meningkat. Hal ini juga didukung adanya kenaikan temperatur sehingga akan meningkatkan pergerakan antar rantai baik pada daerah kristal maupun amorf untuk membentuk susunan rantai yang lebih teratur sehingga membentuk daerah kristal yang lebih luas.

Setelah fotodegradasi mulai minggu pertama hingga minggu keempat, peningkatan relatif tidak terlalu besar. Adanya sedikit peningkatan kemungkinan karena antar rantai poliester produk pemutusan, terbentuk ikatan hidrogen antar molekul sehingga terjadi sedikit peningkatan fasa kristalin.

#### 4.4. Penentuan Gugus Fungsi

Sebagai pendukung terhadap mekanisme terjadinya fotodegradasi dan produk akhir yang dimungkinkan terbentuk. Poli(trimetilen-sebasat) dianalisis menggunakan spektrofotometer FTIR dan dibandingkan dengan poli(trimetilen-sebasat) sebelum fotodegradasi. Hasil interpretasi yang diperoleh dirangkum pada Tabel 4.

Poliester, poli(trimetilen-sebasat), ditandai dengan munculnya puncak khas karbonil di daerah  $1725\text{ cm}^{-1}$  berasal dari vibrasi ulur  $\text{C}=\text{O}$  senyawa ester dan overtone di daerah  $3440\text{ cm}^{-1}$ . Terbentuknya gugus karboksil yang lebih dominan juga didukung dengan munculnya puncak di daerah  $3540\text{ cm}^{-1}$  berasal dari vibrasi ulur  $-\text{OH}$  bebas bentuk asam karboksilat, serta lebih dominannya karakter ulur  $-\text{C}-\text{O}$  di daerah  $1174\text{ cm}^{-1}$  yang berasal dari asam karboksilat. Intensitas pada spektra FTIR minggu keempat untuk  $1174\text{ cm}^{-1}$  terlihat lebih kuat dibandingkan minggu sebelumnya, menunjukkan bahwa produk utama adalah asam karboksilat tetapi jika dibandingkan dengan bilangan asam yang semakin turun memperkuat dugaan adanya produk lain yang tidak bereaksi dengan KOH.

Adanya senyawa lain yang terbentuk pada fotodegradasi poli(trimetilen-sebasat) ini juga didukung dengan munculnya puncak pada daerah  $950\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus aldehid yang kemungkinan berasal dari vibrasi tekuk  $\text{C}-\text{H}$  *out of plane* sehingga memperkuat dugaan bahwa produk fotodegradasi juga menghasilkan senyawa aldehid.

Tabel 4. Hasil interpretasi spektrum FTIR Poli(trimetilen-sebasat)

Gugus Fungsi	Bil. Gelombang (cm <sup>-1</sup> )				
	Sebelum	Minggu I	Minggu II	Minggu III	Minggu IV
O-H asam karboksilat <i>stretching</i>	3400 (s)	3444,74 (m)	3442,70 (m)	3442,70 (m)	3443,66 (m)
C-H dari CH <sub>2</sub> <i>stretching</i>	2923,88 (s) dan 2853,49 (m)	2922,92 (s) dan 2851,56 (m)	2924,85 (s) dan 2852,52 (m)	2925,81 (s) dan 2853,49 (m)	2925,81 (s) dan 2852,52 (m)
C=O ester <i>stretching</i>	1725,21 (s); 3430 (overtone)	1725,21 (s); 3545,88 (overtone)	1726,17 (s); 3544,92 (overtone)	1728,10 (s); 3562,28 (overtone)	1728,10 (s); 3549,74 (overtone)
C-O <i>stretching</i>	1177,46 (m)	1175,53 (m)	1175,53 (m)	1174,57 (m)	1173,60 (m)
C-O/O-H Coupled	1052,10 dan 1099,35 (m)	1052,10 dan 1102,24 (m)	1051,13 dan 1101,28 (m)	1049,20 dan 1099,35 (m)	1050,17 dan 1099,35 (m)
C-H aldehyd <i>bending</i> (out of plane)	-	952,77 (w)	950,84 (w)	949,88 (w)	950,84 (w)

Keterangan : s = strong ; m = medium ; w = weak

Oleh karena itu, dapat diperkirakan bahwa produk akhir fotodegradasi merupakan poliester rantai pendek dengan ujung gugus



karboksil disertai dengan terbentuknya asam karboksilat, senyawa aldehyd dan gas CO<sub>2</sub>. Meskipun demikian, hasil ini masih perlu dianalisis lebih lanjut.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA





## **BAB V**

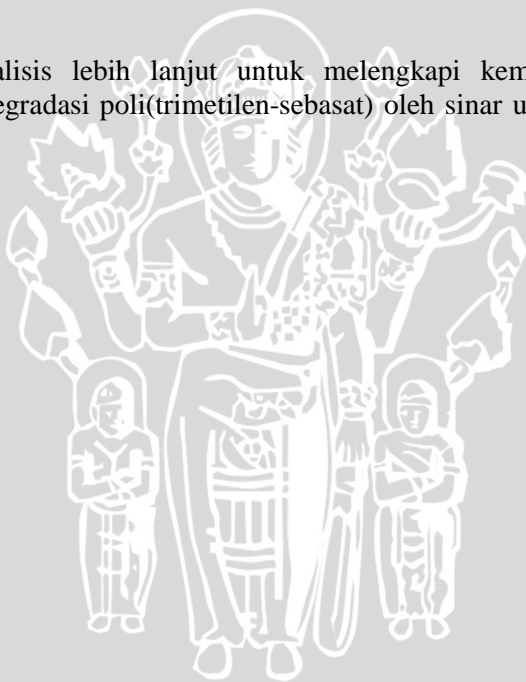
### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1. Kesimpulan**

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa fotodegradasi poli(trimetilen-sebasat) menggunakan sinar ultraviolet menyebabkan bilangan asam meningkat hingga minggu ketiga dan turun pada minggu keempat dengan kenaikan derajat kristalinitas sebesar 24,3%. Sedangkan hasil analisis spektrum FTIR menunjukkan terbentuknya produk akhir berupa poliester rantai pendek dengan gugus ujung karboksil, disertai dengan terbentuknya asam karboksilat dan kemungkinan senyawa aldehid serta gas CO<sub>2</sub>.

#### **5.2. Saran**

Perlu analisis lebih lanjut untuk melengkapi kemungkinan mekanisme fotodegradasi poli(trimetilen-sebasat) oleh sinar ultraviolet.



## K. DAFTAR PUSTAKA

- Al-Zahrani, K.M., 2003, *Determination of Saponification Number in Olive Oil*, Thesis, King Abdul Aziz University, Saudi Arabia, diakses tanggal 16 Agustus 2008
- Azizah, U., 2004, *Polimer*, Departemen Pendidikan Nasional, Jakarta
- Bansal, R.K., 1978, *Organic Reaction Mechanisms*, Tata McGraw-Hill Publishing Company Limited, New Delhi
- Bartnikas, R., E.J. McMahon, 1987, *Electrical Properties of Solids Insulating Materials : Measurement Techniques*, ASTM International, New York
- Boulder, 2002, *Infrared Spectroscopy : Theory*, Department of Chemistry and Biochemistry, University of Colorado
- Byrne, C.A., 1978, *Photodegradation and Biodegradation of Some Polymers Containing Carbonyl Groups*, University Microfilms International, London
- Cakic, S., L. Raskovic, C. Lacnjevac, M. Rajkovic, M. Barac, dan M. Stojanovic, 2007, *Physical-Mechanical Properties of Nitrodopes Affected by Ultra Violet Radiation*, *Sensors*, 7, 2139-2156
- Campbell L.A. and H.A. Campbell, 2008, *What is A Crystal?* [http://www.chemistry.co.nz/crystals\\_defined.htm](http://www.chemistry.co.nz/crystals_defined.htm), diakses tanggal 24 Februari 2009
- Cowie, J.M.G., 1991, *Polymers: Chemistry and Physics of Modern Materials*, Second Edition, Chapman and Hall, Glasgow
- Feldman, D., 1989, *Polymeric Building Materials*, Elsevier Applied Science, New York
- Fessenden, R.J., dan J.S. Fessenden, 1992, *Kimia Organik*, Jilid II, Alih Bahasa A.H. Pudjaatmaka, Edisi III, Erlangga, Jakarta
- Hill, K., 2000, *Fats and Oils as Oleochemical Raw Materials*, *Pure Appl. Chem.*, 72(7), 1255-1264
- Hummell, D.O., 1971, *Infrared Analysis of Polymers, Resin and Additives An Atlas*, Volume I, Wiley-Interscience, New York
- Mardiana, D., S.B. Widjanarko, R. Retnowati, dan A. Roosdiana, 2008, *Pembuatan Bahan Pengemas Makanan Ramah Lingkungan dengan Menggunakan Monomer Minyak Jarak dan Gliserol*. Laporan Penelitian Hibah Bersaing XV-1, Brawijaya, Malang

- Mardiana, D., 2005, *Pengaruh Penambahan Gliserol terhadap Pembentukan Poliester dari Asam Dikarboksilat dan Polihidroksi 1,3-Propanadiol*, Disertasi, ITB, Bandung
- Marston, N.J., 2006, *Effects of UV Radiation on Building Materials*, Branz Ltd., Judgeford, New Zealand
- Miller, E., 1981, *Plastics Products Design Handbook Part A Materials and Components*, Marcel Dekker, Inc., New York
- Mujiarto, I., 2005, *Sifat dan Karakteristik Material Plastik dan Bahan Aditif, Traksi*, Vol. 3, No. 2
- Mulder, M., 1991, *Basic Principles of Membran Technology*, Kluwer Academic Publishers, London
- Pavia, D.I., G.M. Lampman, and G.S. Kriz, 1986, *Introduction to Spectroscopy A Guide for Student of Organic Chemistry*, Second Edition, Harcourt Brace College Publisher, USA
- Rabek, J.F., 1980, *Experimental Method in Polymer Chemistry : Physical Principles and Applications*. John Wiley and Sons, New York
- Rabek, J.F., 1995, *Polymer Photodegradation : Mechanisms and Experimental Methods*, Chapman and Hall, New York
- Raghavendra, R.H., M.G. Kamath., and Atul Dahiya., 2008, *Polymer Crystallinity*,  
<http://web.utk.edu/~mse/Textiles/Polymer%20Crystallinity.htm>.  
Diakses tanggal 29 Desember 2008
- Schnabel, W., 1981, *Polymer Degradation : Principles and Practical Applications*, Macmillan Publishing Co., Inc, New York
- Sperling, L.H., 1985, *Introducing to Physical Polymer Science*, John Wiley & Sons, Inc., New York
- Subowo, W.S., 1998, *Proses Degradasi Polipropilen oleh Iradiasi UV dan Penghambatnya*, Majalah Polimer Indonesia, Vol. 1, No. 2
- Steven, M.P., 2001, *Kimia Polimer*, Cetakan pertama, Diterjemahkan oleh Sopyan L., PT Pradnya Paramita, Jakarta
- Sun, S.F., 1994, *Physical Chemistry of Macromolecules, Basic Principles and Issues*, John Wiley and Sons, Inc., New York
- Wijaya, S.C., 2008, *Karakterisasi Poliester Sintetik dari Hasil Fraksinasi Secara Pelarutan*, Skripsi, Brawijaya, Malang
- Willard, H.H., L.L. Merit, and J.A. Dean, 1998, *Instrumental Method for Analysis*, Wardsworth Inc., New York

Young, P.R., 1996, *Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)*, <http://chipo.chem.uic.edu/web1/ocol/spec/irtable.htm>, diakses 3 Februari 2009

Young, R.J., and P.A. Lovell, 1991, *Introduction to Polymers*, Second Edition, Chapman and Hall, London

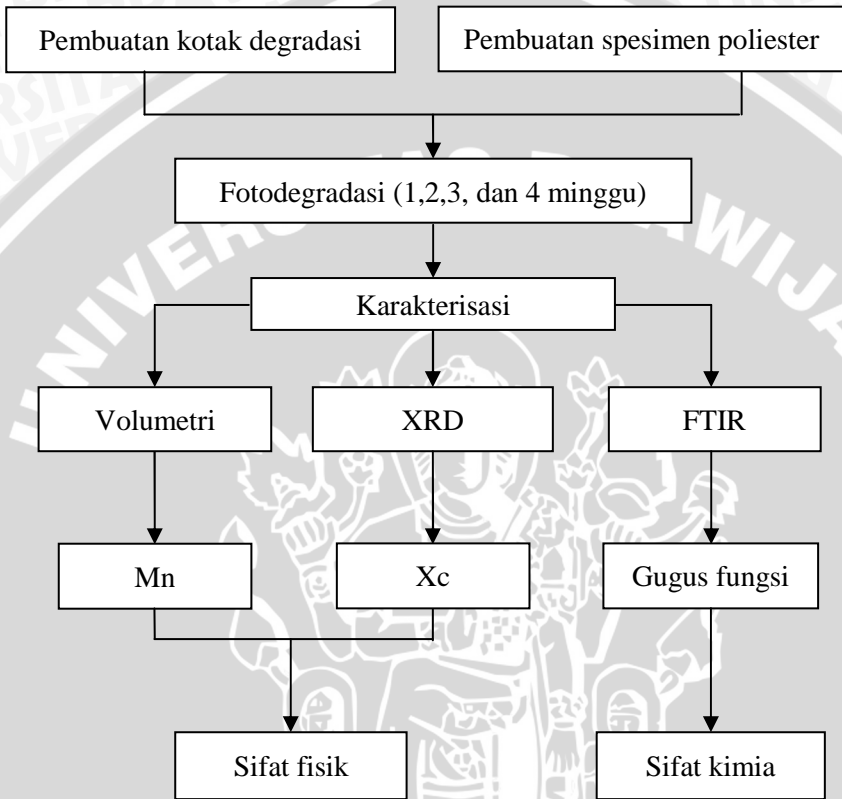
Zeus, 2005, *UV Properties of Plastics : Transmission and Resistance*, <http://www.zeusinc.com>, diakses tanggal 2 Februari 2009

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



## LAMPIRAN

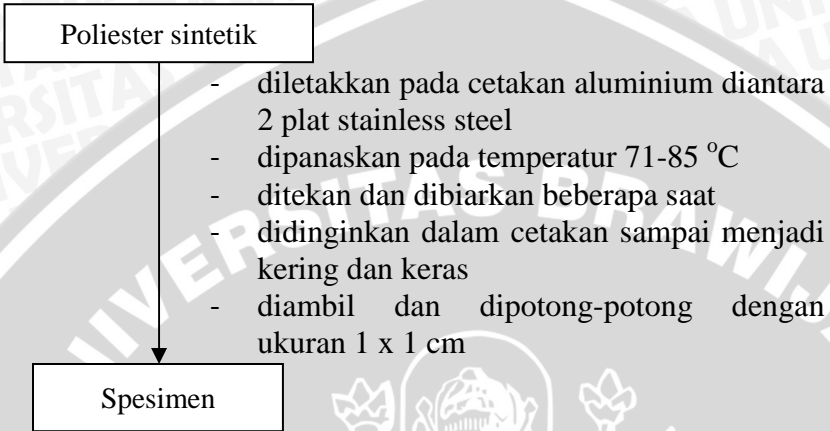
### Lampiran 1. Diagram Alir Penelitian



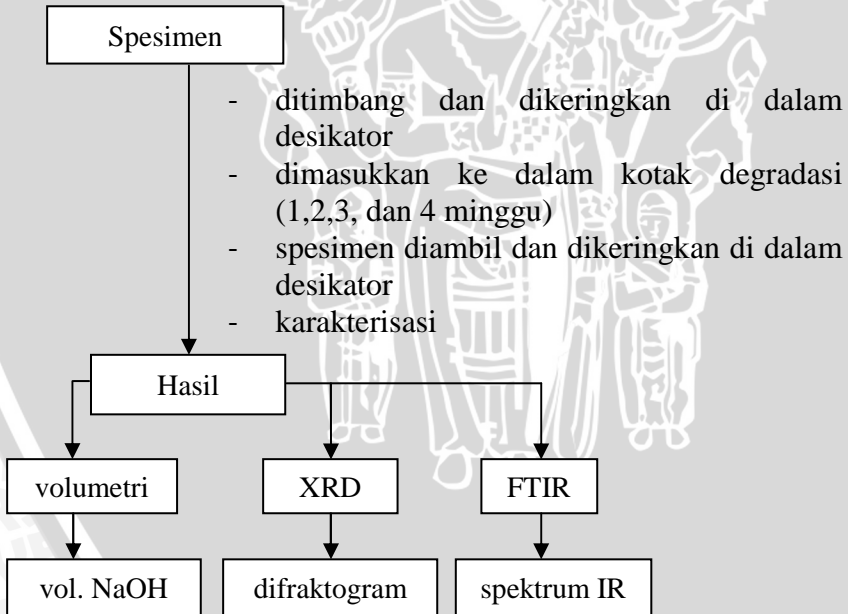


## Lampiran 2. Diagram Alir Degradasi Poliester

### L.2.1. Pembuatan Spesimen Poliester



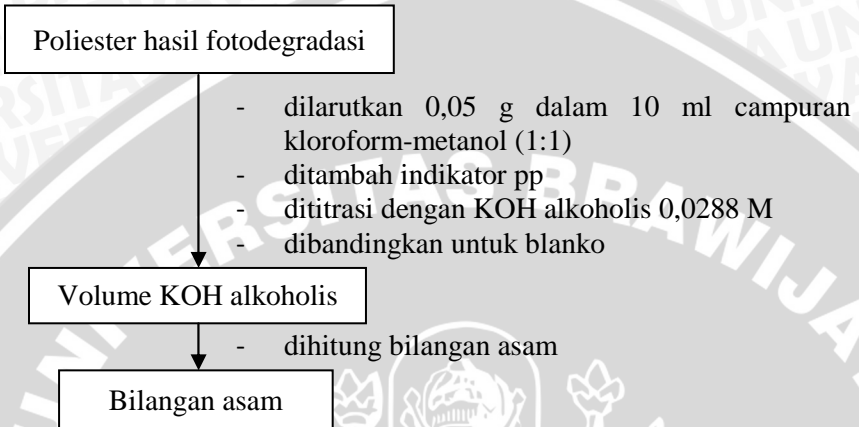
### L.2.2. Fotodegradasi



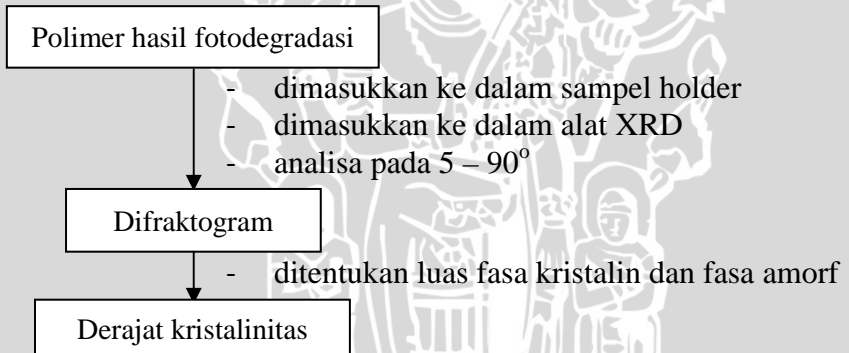


### Lampiran 3. Karakterisasi Poliester Hasil Degradasi

#### L.3.1. Penentuan Bilangan Asam



#### L.3.2. Penentuan Derajat Kristalinitas secara XRD



### L.3.3. Penentuan Struktur Kimia secara FTIR

Poliester hasil fotodegradasi

- dicampur dengan serbuk KBr
- dibuat pellet
- dimasukkan ke dalam sample holder dan diletakkan di alat spektrofotometer FTIR
- analisa

Spektrum IR

- diinterpretasikan

Gugus fungsi



## Lampiran 4. Perhitungan dan Preparasi Larutan

### L.4.1. Preparasi Larutan KOH Alkoholis 0,035 M

Jumlah KOH yang dibutuhkan :

$$\begin{aligned} m &= Mr \text{ KOH} \times M \times V \\ &= 56,1 \text{ g/mol} \times 0,035 \text{ mol/L} \times 0,1 \text{ L} = 0,196 \text{ g} \end{aligned}$$

Larutan KOH 0,035 M dibuat dengan cara menimbang KOH sebanyak 0,196 g, lalu dilarutkan dengan etanol 96% secukupnya dalam gelas beaker. Kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan dengan etanol 96% sampai tanda batas. Sehingga didapat larutan KOH alkoholis dengan konsentrasi 0,035 M.

### L.4.2. Preparasi Larutan Asam Oksalat 0,015 M

Jumlah asam oksalat yang dibutuhkan :

$$\begin{aligned} m &= Mr \text{ asam oksalat} \times M \times V \\ &= 126,7 \text{ g/mol} \times 0,015 \text{ mol/L} \times 0,025 \text{ L} = 0,047 \text{ g} \end{aligned}$$

Jadi, larutan asam oksalat 0,015 M dibuat dengan cara menimbang asam oksalat sebanyak 0,047 g, lalu dilarutkan dengan akuades secukupnya dalam gelas beaker. Kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 25 ml dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Sehingga didapat larutan asam oksalat dengan konsentrasi 0,015 M.

### L.4.3. Pembakuan Larutan KOH Alkoholis 0,0288 M

Sebanyak 5 ml larutan asam oksalat 0,015 M dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan ditambah dengan 3 tetes indikator pp. Kemudian larutan dititrasikan dengan larutan KOH alkoholis hingga terjadi perubahan warna.

$$\begin{aligned} \text{Ekiv asam oksalat} &= \text{Ekiv KOH alkoholis} \\ 2 [\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}] &= [\text{KOH alkoholis}] \\ 2 \times 0,015 \text{ M} \times 5 \text{ ml} &= [\text{KOH alkoholis}] \times 5,2 \text{ ml} \\ [\text{KOH alkoholis}] &= 0,0288 \text{ M} \end{aligned}$$

### L.4.4. Pembakuan Larutan KOH Alkoholis 0,0233 M

Sebanyak 5 ml larutan asam oksalat 0,015 M dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan ditambah dengan 3 tetes indikator pp. Kemudian larutan dititrasikan dengan larutan KOH alkoholis hingga terjadi perubahan warna.

$$\begin{aligned} \text{Ekiv asam oksalat} &= \text{Ekiv KOH alkoholis} \\ 2 [\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}] &= [\text{KOH alkoholis}] \\ 2 \times 0,015 \text{ M} \times 5 \text{ ml} &= [\text{KOH alkoholis}] \times 6,7 \text{ ml} \\ [\text{KOH alkoholis}] &= 0,0233 \text{ M} \end{aligned}$$

## Lampiran 5. Pengolahan Data Hasil Percobaan

### L.5.1. Uji Beda Nyata Bilangan Asam

Untuk mengetahui apakah data bilangan asam berbeda nyata atau tidak, maka dilakukan Uji Statistik Pengaruh Lama Fotodegradasi terhadap Bilangan Asam.

Tabel L.5.1 Data bilangan asam pada fotodegradasi menggunakan sinar ultraviolet

Lama fotodegradasi (minggu)	Bil. Asam (mmol/gram)		Total	Rata-rata	Standar Deviasi
	I	II			
0	0,1920	0,1820	0,3740	0,1870	0,007
1	0,3866	0,3045	0,6911	0,3455	0,058
2	0,4080	0,3310	0,7390	0,3695	0,054
3	0,5247	0,4692	0,9939	0,4969	0,039
4	0,1912	0,1722	0,3634	0,1817	0,013

Untuk mengetahui ada tidaknya pengaruh tiap-tiap perlakuan, maka dilakukan uji F dengan langkah-langkah sebagai berikut :

1. Menghitung faktor koreksi (FK)

$$FK = \frac{[\sum Y_i]^2}{n_i \times k}$$
$$= \frac{(3,1614)^2}{2 \times 5}$$
$$= 0,9994$$

Di mana :  $n_i$  = jumlah pengulangan  
 $k$  = jumlah kelompok  
 $n$  =  $\sum n_i$

2. Menghitung jumlah kuadrat (JK)

$$JK_{\text{Total}} = \sum (Y_{ij}^2) - FK$$
$$= (0,1722^2 + \dots + 0,5247^2) - 0,9994$$
$$= 1,14986 - 0,9994$$

$$= 0,15046$$

$$JK_{\text{Perlakuan}} = \frac{(\sum Y_{ij})^2}{ni} - FK$$

$$= \{(0,3634^2 + \dots + 0,9939^2)/2\} - 0,9994$$

$$= 0,14235$$

$$JK_{\text{Galat}} = JKT - JKP$$

$$= 0,15046 - 0,14235$$

$$= 0,00811$$

3. Menghitung nilai kuadrat tengah tiap sumber keragaman

$$KTP = \frac{JKP}{k-1} = \frac{0,14235}{5-1} = 0,03558$$

$$KTG = \frac{JKG}{n-k} = \frac{0,00811}{10-5} = 0,00162$$

4. Menghitung nilai F

$$F_{\text{Hitung}} = \frac{KTP}{KTG} = \frac{0,03558}{0,00162} = 21,96$$

Untuk mengetahui perbedaan nyata tiap perlakuan, maka dibuat hipotesis nol statistik ( $H_0$ ) dan hipotesis alternatif ( $H_1$ ) sebagai berikut :

$$H_0 : P_1 = P_2 = P_3 = P$$

$$H_1 : P_1 \neq P_2 \neq P_3 \neq P$$

Selanjutnya dibuat Tabel analisis varian satu arah sebagai berikut :

Tabel L.5.2. Analisis varian pada fotodegradasi menggunakan sinar ultraviolet

Sumber Keragaman	Db	Jumlah Kuadrat	Kuadrat Tengah	F <sub>Hitung</sub>	F <sub>Tabel</sub> $\alpha = 0,05$
Perlakuan	4	0,14235	0,03558		
Galat	5	0,00811	0,00162	21,96	5,19
Total	9				

Berdasarkan Tabel L.5.2. diperoleh bahwa  $F_{\text{Hitung}} > F_{\text{Tabel}}$  maka  $H_0$  ditolak, berarti ada perbedaan nyata antar perlakuan, yaitu lima perlakuan lama fotodegradasi pada Tabel L.5.1. berpengaruh terhadap bilangan asam.



Untuk mengetahui perlakuan mana saja yang berpengaruh terhadap bilangan asam dilakukan uji Beda Nyata Terkecil (BNT) dengan  $\alpha = 0,05$

$$\begin{aligned} \text{BNT } (\alpha) &= t_{(\alpha/2;db)} \sqrt{2KTG / ni} \\ &= t_{(0,025;5)} \sqrt{2 * 0,00162 / 2} \\ &= 0,04 \end{aligned}$$

Tabel L.5.3. Selisih dua nilai rata-rata bilangan asam pada fotodegradasi menggunakan sinar ultraviolet

Minggu ke	0	1	2	3	4	
Bilangan Asam	0,1870	0,3455	0,3695	0,4969	0,1817	
0	0,1870	0	0,1585b	0,1825 b	0,2099 b	0,0053 a
1	0,3455	0	0,0240 a	0,1514 b	0,1638 b	
2	0,3695		0	0,1274 b	0,1878 b	
3	0,4969			0	0,3152 b	
4	0,1817				0	

Selanjutnya, selisih dua nilai rata-rata tersebut dibandingkan dengan nilai BNT (5%), jika nilainya lebih besar dari nilai BNT (5%), maka terdapat perbedaan pengaruh yang sangat nyata dari setiap perlakuan. Pada Tabel L.5.3. diberi simbol :

- a = tidak berbeda nyata
- b = berbeda nyata

Hasil analisis fotodegradasi menggunakan sinar ultraviolet menunjukkan bahwa :

- perubahan bilangan asam minggu ke-0 dan ke-1 berbeda nyata
- perubahan bilangan asam minggu ke-1 dan ke-2 tidak berbeda nyata
- perubahan bilangan asam minggu ke-2 dan ke-3 berbeda nyata
- perubahan bilangan asam minggu ke-3 dan ke-4 berbeda nyata

Tabel L.5.4. Berat molekul rata-rata jumlah poli(trimetilen-sebasat)

Ket.	sebelum	M1	M2	M3	M4
Bil. asam	0,1870	0,3455	0,3695	0,4969	0,1817
Mn	10.695	5.789	5.413	4.025	11.007

$$\text{Berat molekul} = \frac{n \times 10^3}{\text{bilangan asam}} \quad (\text{L.5})$$

ket :

n = 2, jumlah gugus ujung yang dapat ditentukan pada tiap 1 makromolekul

### L.5.2 Uji Beda Nyata Berat Molekul Rata-Rata Jumlah ( $M_n$ )

Untuk mengetahui apakah data  $M_n$  berbeda nyata atau tidak, maka dilakukan uji statistik pengaruh lama fotodegradasi terhadap  $M_n$ .

Tabel L.5.5. Data  $M_n$  pada fotodegradasi menggunakan sinar ultraviolet

Lama fotodegradasi	pengulangan		Total	Rata-rata
	I	II		
0	10.416	10.989	21.405	10.702,5
1	5.173	6.568	11.741	5.870,5
2	4.092	6.042	10.134	5.067,0
3	3.812	4.262	8.074	4.037,0
4	10.460	11.614	22.074	11.037,0

Untuk mengetahui ada tidaknya pengaruh tiap-tiap perlakuan, maka dilakukan uji F dengan langkah-langkah sebagai berikut :

1. Menghitung faktor koreksi

$$\begin{aligned} FK &= \frac{[\sum Y_i]^2}{n_i \times k} \\ &= \frac{(73.428)^2}{2 \times 5} \\ &= 539.167.118 \end{aligned}$$

Di mana :  $n_i$  = jumlah pengulangan  
 $k$  = jumlah kelompok  
 $n$  =  $\sum n_i$

2. Menghitung jumlah kuadrat

$$\begin{aligned} JK_{\text{Total}} &= \sum(Y_{ij}^2) - FK \\ &= (3.812^2 + \dots + 11.614^2) - 539.167.118 \\ &= 90.225.424 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} JK_{\text{Perlakuan}} &= \frac{(\sum Y_{ij})^2}{n_i} - FK \\ &= \{(8.074^2 + \dots + 22.074^2) / 2\} - 539.167.118 \\ &= 86.419.889 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} JK_{\text{Galat}} &= JKT - JKP \\ &= 90.225.424 - 86.419.889 \\ &= 3.805.535 \end{aligned}$$

Menghitung nilai kuadrat tengah tiap sumber keragaman

$$KTP = \frac{JKP}{k - 1} = \frac{86.419.889}{5 - 1} = 21.604.972$$

$$KTG = \frac{JKG}{n - k} = \frac{3.805.535}{10 - 5} = 761.107$$

3. Menghitung nilai F

$$F_{\text{Hitung}} = \frac{KTP}{KTG} = \frac{21.604.972,25}{761.107} = 28,38$$

Untuk mengetahui perbedaan nyata tiap perlakuan, maka dibuat hipotesis nol statistik ( $H_0$ ) dan hipotesis alternatif ( $H_1$ ) sebagai berikut :

$$H_0 : P_1 = P_2 = P_3 = P$$

$$H_1 : P_1 \neq P_2 \neq P_3 \neq P$$

Selanjutnya dibuat Tabel analisis varian satu arah sebagai berikut :

Tabel L.5.6. Analisis varian pada fotodegradasi menggunakan sinar ultraviolet.

Sumber Keragaman	Db	Jumlah Kuadrat	Kuadrat Tengah	F <sub>Hitung</sub>	F <sub>Tabel</sub> $\alpha = 0,05$
Perlakuan	4	86.419.889	21.604.972		
Galat	5	3.805.535	761.107	28,38	5,19
Total	9				

Berdasarkan Tabel L.5.6 diperoleh bahwa  $F_{Hitung} > F_{Tabel}$  maka  $H_0$  ditolak, berarti ada perbedaan nyata antar perlakuan, yaitu lima perlakuan lama fotodegradasi pada Tabel L.5.6. berpengaruh terhadap  $M_n$ .

Untuk mengetahui perlakuan mana saja yang berpengaruh terhadap  $M_n$  dilakukan uji Beda Nyata Terkecil (BNT) dengan  $\alpha = 0,05$

$$\begin{aligned} \text{BNT} (\alpha) &= t_{(\alpha/2;db)} \sqrt{2KTG / ni} \\ &= t_{(0,025;5)} \sqrt{2 * 761.107 / 2} \\ &= 872,41 \end{aligned}$$

Tabel L.5.7. Selisih dua nilai rata-rata bilangan asam pada fotodegradasi menggunakan sinar ultraviolet

	Minggu ke	0	1	2	3	4
	Bilangan Asam	10.702	5.870	5.067	4.037	11.037
0	10.702	0	4.832 b	5.635 b	6.665 b	335 a
1	5.870		0	803 a	1.833 b	5.167 b
2	5.067			0	1.030 b	5.970 b
3	4.037				0	7.000 b
4	11.037					0

Selanjutnya, selisih dua nilai rata-rata tersebut dibandingkan dengan nilai BNT (5%), jika nilainya lebih besar dari nilai BNT (5%), maka terdapat perbedaan pengaruh yang sangat nyata dari setiap perlakuan. Pada Tabel L.5.7. diberi simbol :

a = tidak berbeda nyata

b = berbeda nyata

Hasil analisis fotodegradasi menggunakan sinar ultraviolet menunjukkan bahwa :

- perubahan  $M_n$  minggu ke-0 dan ke-1 berbeda nyata
- perubahan  $M_n$  minggu ke-1 dan ke-2 tidak berbeda nyata
- perubahan  $M_n$  minggu ke-2 dan ke-3 berbeda nyata
- perubahan  $M_n$  minggu ke-3 dan ke-4 berbeda nyata

Tabel L.5.8. Bilangan Asam

Keterangan	Minggu I		Minggu II		Minggu III		Minggu IV	
V.KOH <sub>s</sub> (mL)	0,80	0,72	0,84	0,80	1,15	1,02	0,46	0,38
V.KOH <sub>b</sub> (mL)	0,075		0,075		0,075		0,075	
W sampel (g)	0,054	0,061	0,054	0,063	0,059	0,058	0,058	0,051
Bil. Asam (x)	0,386	0,304	0,408	0,331	0,525	0,469	0,191	0,172
$\bar{x}$	0,345		0,369		0,497		0,182	
% perubahan	84,76		97,59		165,72		2,83	

Keterangan : [KOH alkoholis] = 0,0288 M

Keterangan	Sebelum Fotodegradasi	
V.KOH <sub>s</sub> (mL)	0,48	0,482
V.KOH <sub>b</sub> (mL)	0,20	
W sampel (g)	0,033	0,035
Bil. Asam (x)	0,192	0,182
$\bar{x}$	0,187	
% perubahan	0	

Keterangan : [KOH alkoholis] = 0,0223 M

40

Rumus Perhitungan :

$$\text{Bilangan Asam} = \frac{(V_s - V_b) \times C_{\text{KOH}}}{w}$$

Keterangan:

$V_s$  = volume KOH untuk titrasi sampel polimer (mL)

$V_b$  = volume KOH untuk titrasi blanko (mL)

$w$  = berat sampel polimer (mg)

$C_{\text{KOH}}$  = konsentrasi KOH alkoholis (mmol/mL)



### L.5.3. Contoh Perhitungan Bilangan Asam :

- Minggu I (sampel 1)

$$\text{Bilangan Asam} = \frac{(V_s - V_b) \times C_{\text{KOH}} \times M_{\text{rKOH}}}{w}$$

$$\begin{aligned} \text{Bilangan Asam} &= \frac{(0,80 \text{ ml} - 0,075 \text{ ml}) \times 0,0288 \text{ M} \times 56,1 \text{ mg/mmol}}{0,054 \text{ g}} \end{aligned}$$

$$\text{Bilangan Asam} = 21,65 \text{ mg/g}$$

- Minggu I (sampel 2)

$$\text{Bilangan Asam} = \frac{(V_s - V_b) \times C_{\text{KOH}} \times M_{\text{rKOH}}}{w}$$

$$\begin{aligned} \text{Bilangan Asam} &= \frac{(0,72 \text{ ml} - 0,075 \text{ ml}) \times 0,0288 \text{ M} \times 56,1 \text{ mg/mmol}}{0,061 \text{ g}} \end{aligned}$$

$$\text{Bilangan Asam} = 17,05 \text{ mg/g}$$

$$\text{Bilangan Asam } (\bar{x}) = \frac{21,65 + 17,05}{2}$$

$$\text{Bilangan Asam } (\bar{x}) = 19,35 \text{ mg/g}$$

Contoh Perhitungan Bilangan Asam (untuk memperkirakan berat molekul) :

- Minggu I (sampel 1)

$$\text{Bilangan Asam} = \frac{(V_s - V_b) \times C_{\text{KOH}}}{w}$$

$$\text{Bilangan Asam} = \frac{(0,80 \text{ ml} - 0,075 \text{ ml}) \times 0,0288 \text{ M}}{0,054 \text{ g}}$$

*Bilangan Asam* = 0,386 mmol/g

- Minggu I (sampel 2)

$$\text{Bilangan Asam} = \frac{(V_s - V_b) \times C_{\text{KOH}}}{w}$$

$$\text{Bilangan Asam} = \frac{(0,72 \text{ ml} - 0,075 \text{ ml}) \times 0,0288 \text{ M}}{0,061 \text{ g}}$$

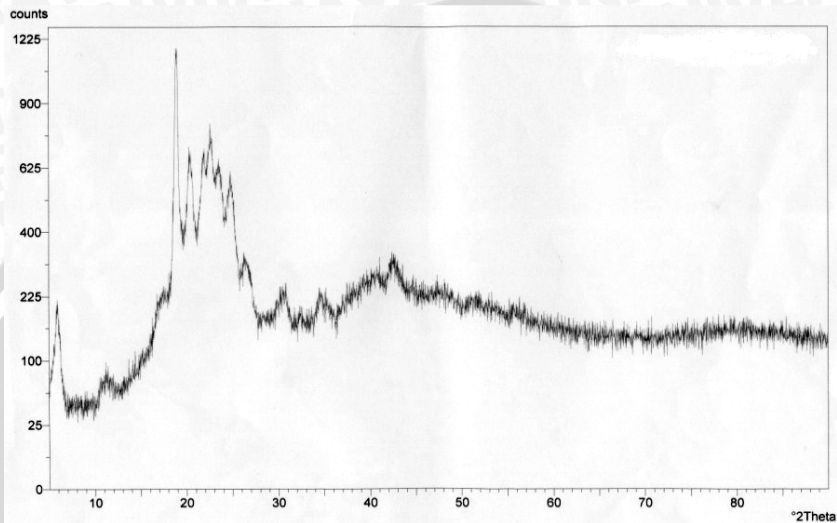
$$\text{Bilangan Asam} = 0,304 \text{ mmol/g}$$

$$\text{Bilangan Asam } (\bar{x}) = \frac{0,386 + 0,304}{2}$$

$$\text{Bilangan Asam } (\bar{x}) = 0,345 \text{ mmol/g}$$

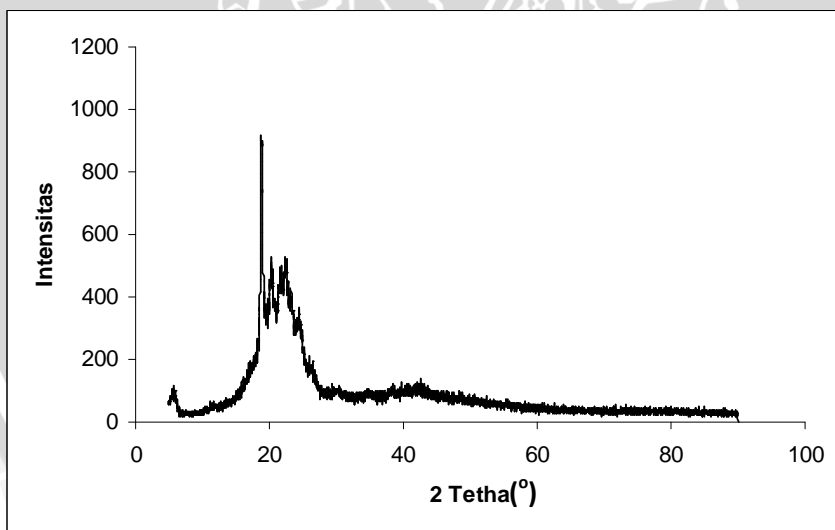


## Lampiran 6. Difraktogram Sinar-X Poli(trimetilen-sebasat)

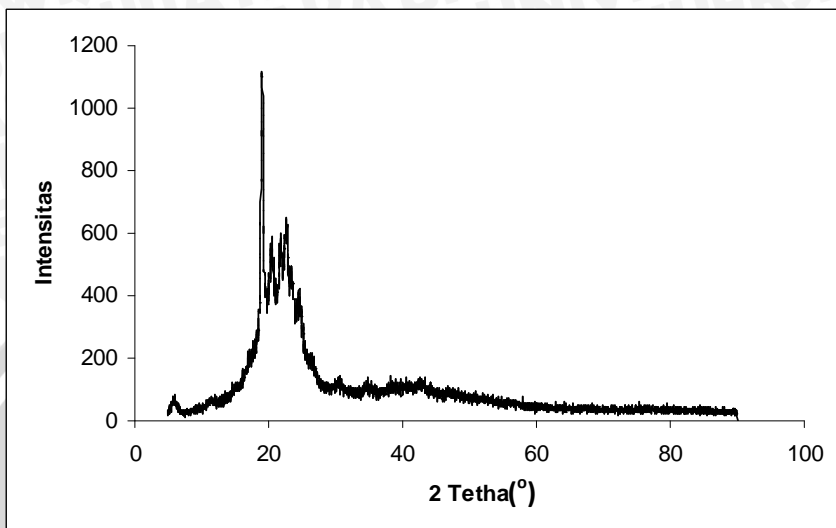


(Wijaya, 2008)

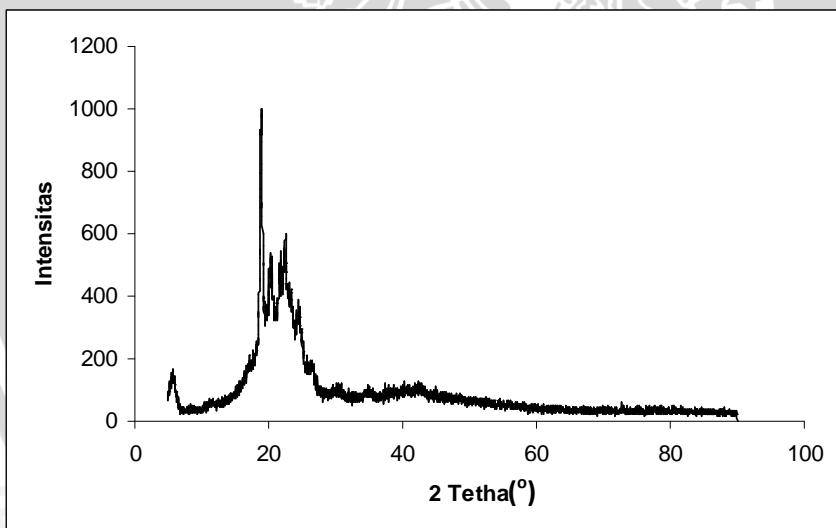
Gambar L.6.1. Difraktogram sebelum fotodegradasi



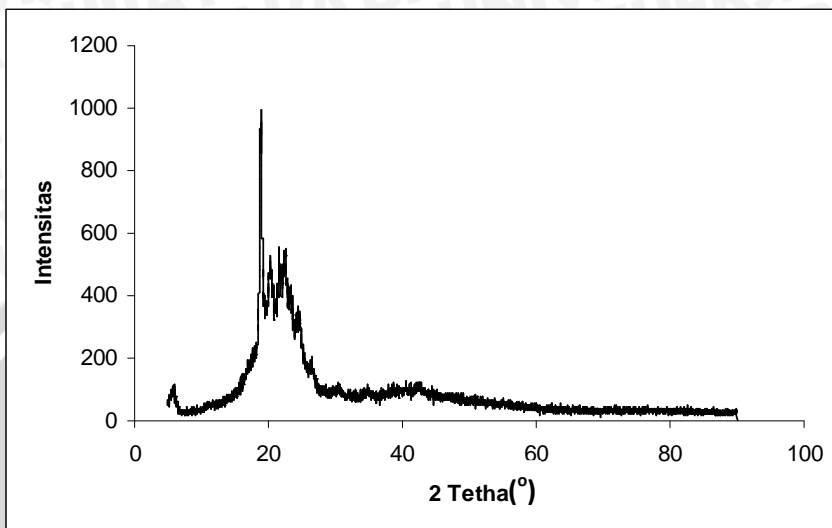
Gambar L.6.2. Difraktogram setelah 1 minggu fotodegradasi



Gambar L.6.3. Difraktogram setelah 2 minggu fotodegradasi



Gambar L.6.4. Difraktogram setelah 3 minggu fotodegradasi

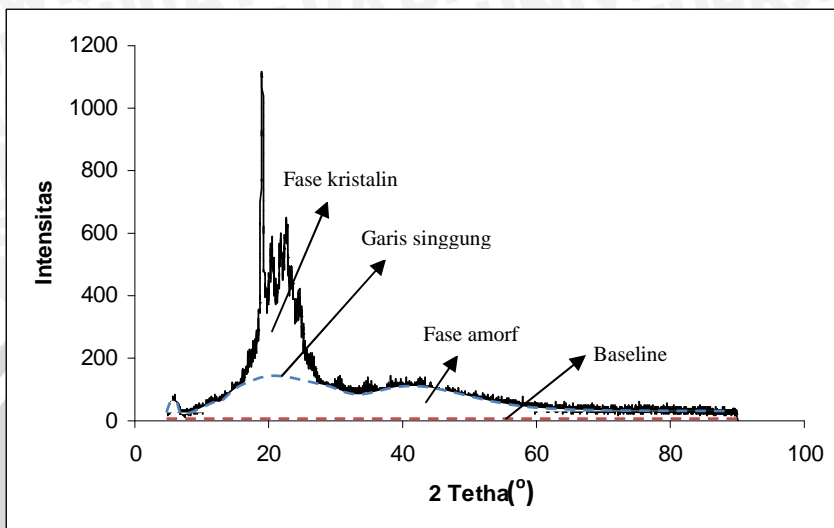


Gambar L.6.5. Difraktogram setelah 4 minggu fotodegradasi

Tabel L.6. Hasil perhitungan derajat kristalinitas

Fotodegradasi oleh sinar UV			
Minggu ke	Luas total difraktogram	Luas fasa kristalin	Derajat kristalinitas, $\chi_c$ (%)
I	314,18	119,25	37,95
II	352,87	137,91	39,08
III	324,19	127,96	39,47
IV	315,83	127,82	40,47

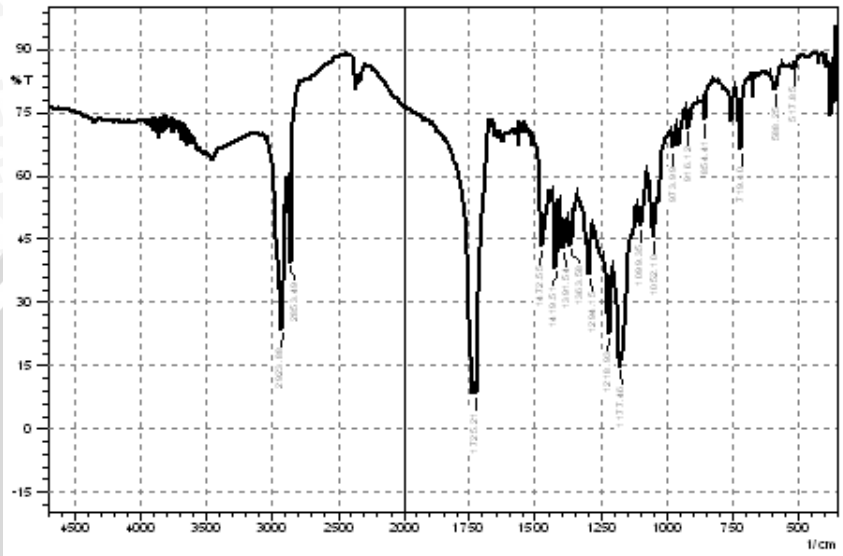




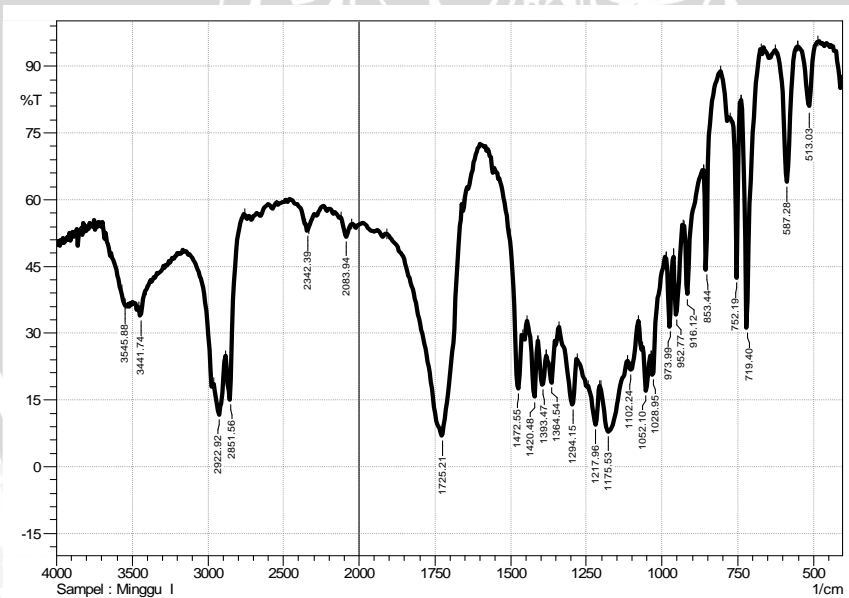
Gambar L.6.6. Fase kristalin dan fase amorf pada difraktogram Rumus Perhitungan :

$$\text{Derajat kristalinitas} = \frac{\text{luas fasa kristalin}}{\text{luas fasa total}} \times 100\%$$

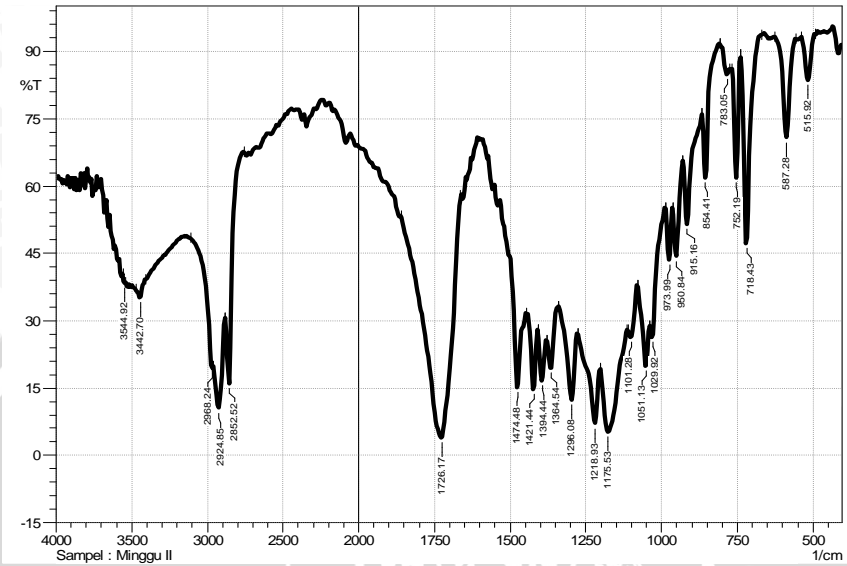
## Lampiran 7. Spektrum FTIR Poli(trimetilen-sebasat)



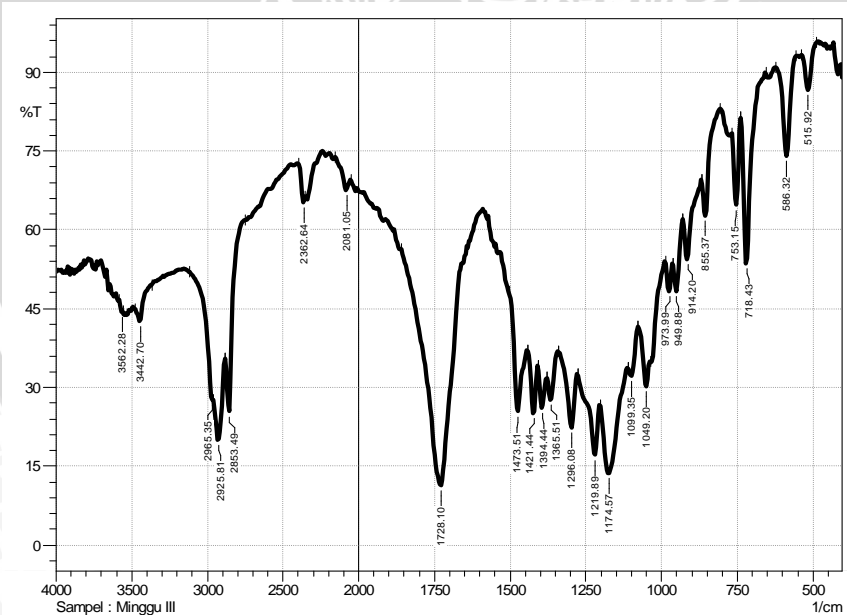
Gambar L.7.1. Spektrum FTIR sebelum fotodegradasi



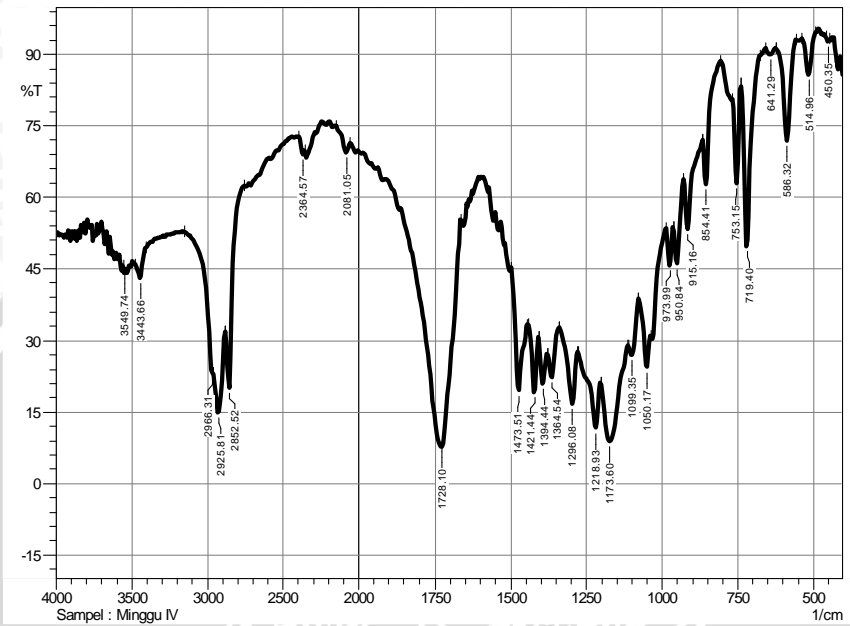
Gambar L.7.2. Spektrum FTIR setelah 1 minggu fotodegradasi



Gambar L.7.3. Spektrum FTIR setelah 2 minggu fotodegradasi



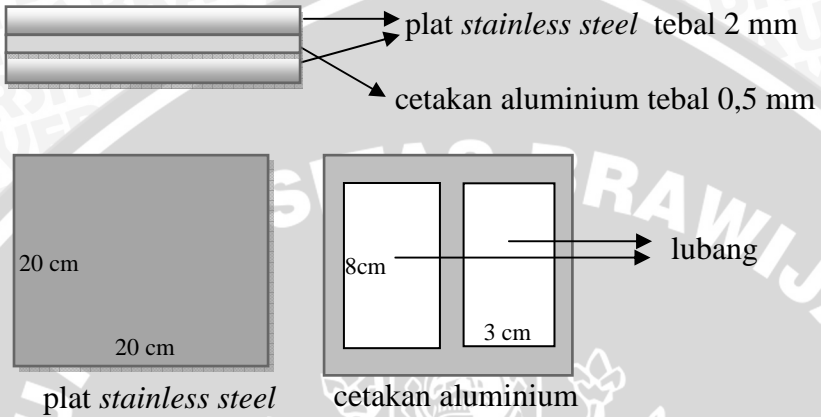
Gambar L.7.4. Spektrum FTIR setelah 3 minggu fotodegradasi



Gambar L.7.5. Spektrum FTIR setelah 4 minggu fotodegradasi

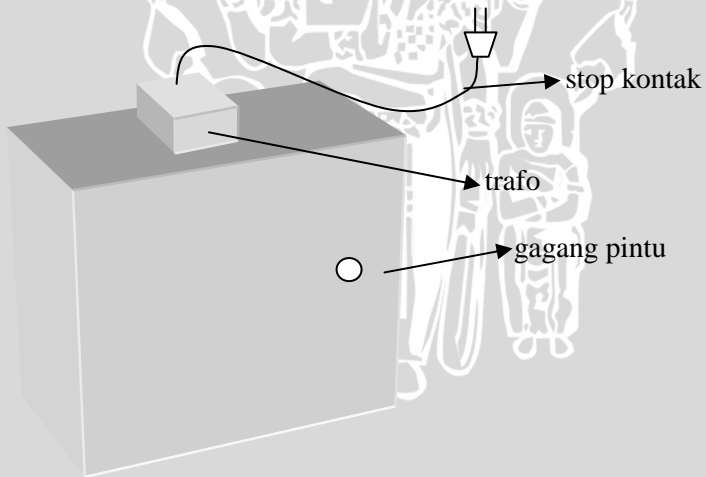
## Lampiran 8. Gambar Alat Pendukung

### L.8.1. Pencetak Spesimen



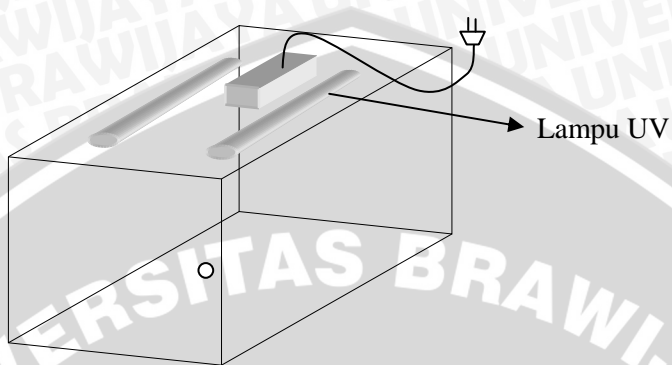
Gambar L.8.1. Alat pencetak spesimen

### L.8.2. Kotak Degradasi



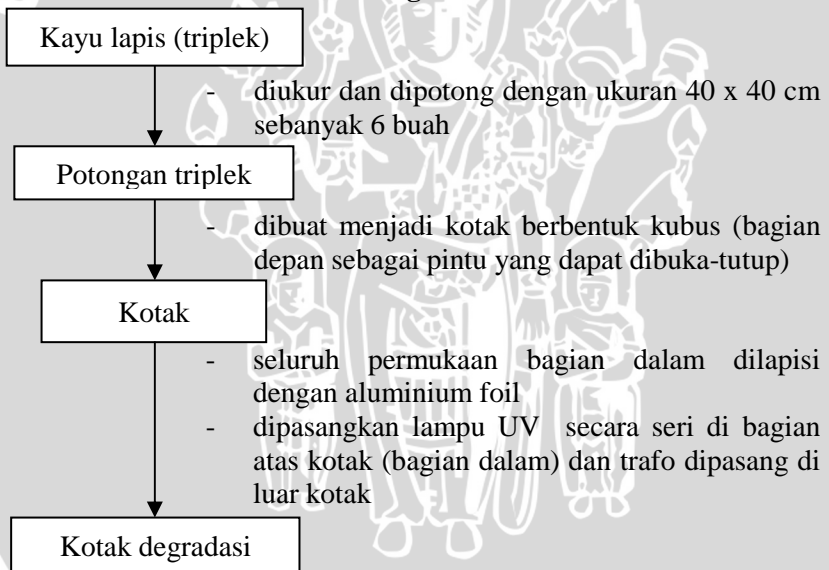
Gambar L.8.2. Kotak degradasi tampak bagian luar





Gambar L.8.3. Kotak degradasi tampak bagian dalam

### L.8.3. Skema Pembuatan Kotak Degradasi



#### L.8.4. Foto Kotak Degradasi



Gambar L.8.4. Foto kotak degradasi