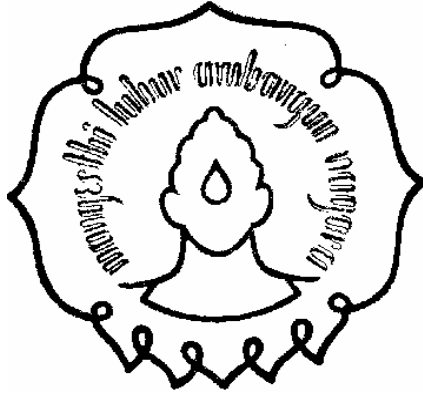


**SINTESIS IONOFOR 5'-KLOORO-2,4,2'-TRIHIDROKSIAZOBENZENA
DAN STUDI IMPREGNASI RESIN KOPOLI(EUGENOL-DVB) DENGAN
IONOFOR**



Oleh :

SANGAYU MUSTIKARINI

M0302039

SKRIPSI

**Ditulis dan diajukan untuk memenuhi sebagian
persyaratan mendapatkan gelar Sarjana Sains Kimia**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS SEBELAS MARET
SURAKARTA**

2007

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini dibimbing oleh :

Pembimbing I

Pembimbing II

Desi Suci Handayani, M.Si
NIP. 132 240 167

Dra. Tri Martini, M.Si
NIP. 131 479 681

Dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi pada:

Hari : Senin

Tanggal : 7 Mei 2007

Anggota Tim Penguji:

1. Soerya Dewi Marliyana, M.Si
NIP. 132 162 561

1.

2. Yuniawan Hidayat, M.Si
NIP. 132 308 802

2.

Disahkan oleh :

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Sebelas Maret Surakarta

Dekan,

Ketua Jurusan Kimia,

Prof. Drs. Sutarno, M.Sc., Ph.D.
NIP. 131 649 948

Drs. Sentot Budi Rahardjo, Ph.D.
NIP. 131 570 162

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul **“SINTESIS IONOFOR 5’-KLOORO-2,4,2’-TRIHIDROKSIAZOBENZENA DAN STUDI IMPREGNASI RESIN KOPOLI(EUGENOL-DVB) DENGAN IONOFOR”** adalah benar-benar hasil penelitian sendiri dan tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan tinggi, dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat kerja atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Surakarta, Mei 2007

SANGAYU MUSTIKARINI
M0302039

ABSTRAK

Sangayu Mustikarini, 2007. SINTESIS IONOFOR 5'-KLOORO-2,4,2'-TRIHIDROKSIAZOBENZENA DAN STUDI IMPREGNASI RESIN KOPOLI(EUGENOL-DVB) DENGAN IONOFOR. Skripsi. Jurusan Kimia. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Sebelas Maret.

Telah dilakukan sintesis ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena dan studi impregnasi resin kopoli(eugenol-DVB) dengan ionofor. Kopoli(eugenol-DVB) terimpregnasi ionofor diharapkan dapat digunakan sebagai bahan resin penukar kation.

Ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena disintesis melalui reaksi diazotasi antara 2-amino-4-klorofenol dan resorsinol. Eugenol dan DVB dikopolimerisasikan secara kationik dengan katalis $\text{BF}_3\text{O}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$ pada temperatur kamar, tanpa media dan dalam atmosfer gas nitrogen. Ionofor diimpregnasikan kedalam resin Kopoli(eugenol-DVB). Analisis pendekatan struktur ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena dilakukan dengan spektroskopi GC, FT-IR, ^1H NMR dan dikarakterisasi dengan SEM, sedangkan analisis Kopoli(eugenol-DVB) dilakukan dengan spektroskopi FT-IR dan SEM, serta penentuan berat molekul relatifnya dengan metode Viskometri Ostwald. Analisis Kopoli(eugenol-DVB) terimpregnasi ionofor menggunakan FT-IR dan SEM.

Sintesis ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena menghasilkan padatan berwarna coklat tua dengan rendemen 75,65 % (b/b) dan kemurnian 91,57 %. Kopolimerisasi Kopoli(eugenol-DVB) menghasilkan padatan berwarna merah bata dengan rendemen 86,086 % (b/b), dan Berat Molekul relatif 63.986 g/mol, serta derajat polimerisasi 432. Impregnasi ionofor terhadap kopoli(eugenol-DVB) menghasilkan serbuk berwarna merah bata dengan rendemen 73,973 % (b/b).

Kata kunci: Kopolimerisasi kationik, eugenol, ionofor, Kopoli(eugenol-DVB), reaksi diazotasi, 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena.

ABSTRACT

Sangayu Mustikarini, 2007. SYNTHESIS OF IONOPHORE 5'-CHLORO-2,4,2'-TRIHIDROXYAZOBENZENE AND STUDY IMPREGNATION OF RESINS COPOLY(EUGENOL-DVB) WITH IONOPHORE. Thesis. Departement of Chemistry. Mathematic and Science Faculty. Sebelas Maret University.

Synthesis of Ionophore 5'-Chloro-2,4,2'-trihydroxyazobenzene and study impregnation of resin Copoly(eugenol-DVB) with Ionophore had been done. Copoly(eugenol-DVB) Impregnated with Ionophore was expected to be useable as a cation exchange resin.

Ionophore 5'-Chloro-2,4,2'-trihydroxyazobenzene was synthesized with diazotisation reaction between 2-amine-4-chlorophenol and resorcinol. Synthesis of Copoly(eugenol-DVB) by cationic copolymerization reaction of eugenol and Divinyl Benzene with $\text{BF}_3\text{O}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$ as catalyst, without media and under Nitrogen atmosphere. Copoly(eugenol-DVB) was impregnated with Ionophore 5'-Chloro-2,4,2'-trihydroxyazobenzene. The analysis structure of Ionophore 5'-Chloro-2,4,2'-trihydroxyiazobenzene was determined with GC, FT-IR, ^1H NMR spectroscopy and was characterized with SEM. Analysis Copoly(eugenol-DVB) was done with FT-IR and SEM, Molecular Weight was determined with Viscometry Ostwald. Analysis Copoly(eugenol-DVB) Impregnated with Ionophore was done with FT-IR and SEM.

Synthesis of Ionophore 5'-Chloro-2,4,2'-trihydroxyazobenzene yields 75.65 % (w/w) solid brown coloured and it had 91.57 % purity. Copolymerization Copoly(eugenol-DVB) yields 86.086 % (w/w) solid red coloured, Relative Molecular Weight 63,986 g/mol and degree of polymerization 432. Copoly(eugenol-DVB) Impregnated with Ionophore yields 73.973 % (w/w) solid red coloured.

Key words: Cationic Copolymerization, eugenol, Copoly(eugenol-DVB), diazotisation reaction, 5'-Chloro-2,4,2'-trihydroxyazobenzene.

MOTTO

Sesungguhnya dibalik kesulitan pasti ada
kemudahan

(Q.S. Al Insyirah : 6)

Never wait until tomorrow what u can do
today, coz if u do that, u will make a
new problem without solving it

(Anonim)

Pengalaman adalah guru yang terbaik, ia
memberikan ujiannya terlebih dahulu baru
pelajarannya setelah itu

(Anonim)

PERSEMBAHAN

Kupersembahkan Karya Kecilku ini untuk:

Ayahanda dan Ibunda,
...Atas doa, kesabaran, dan dukungan.
My Little Sister, Sangrani Annisa Dewi,
Widhiawan Kusumawardhana,
...Yang selalu mengerti dan memahami.
My best friend, Jephiet dan Mony.

KATA PENGANTAR

Puji Syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, karunia, dan ijin-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini untuk memenuhi sebagian persyaratan guna mencapai gelar Sarjana Sains dari Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sebelas Maret Surakarta.

Dalam penyusunan laporan ini, penulis tidak lepas dari bimbingan, pengarahan dan bantuan dari berbagai pihak, maka pada kesempatan ini penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada :

1. Bapak Prof. Drs. Sutarno, M.Sc., Ph.D. selaku Dekan Fakultas MIPA Universitas Sebelas Maret Surakarta.
2. Bapak Drs. Sentot Budi Rahardjo, Ph.D. selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Sebelas Maret Surakarta.
3. Ibu Desi Suci Handayani, M.Si., selaku Pembimbing I dan Ketua Lab. Dasar Kimia FMIPA UNS yang telah memberikan bimbingan dengan penuh kesabaran, terima kasih atas waktu, tenaga, pikiran serta bantuan materiil demi keberhasilan penyusunan skripsi ini.
4. Ibu Dra. Tri Martini, M.Si., selaku Pembimbing Akademis dan Pembimbing II yang juga telah memberikan bimbingan dengan penuh kesabaran, terima kasih atas waktu, tenaga, pikiran serta bantuan materiil demi keberhasilan penyusunan skripsi ini.
5. Bapak Dr. rer. nat. Fajar Rahman Wibowo, M.Si., selaku Ketua Laboratorium Pusat MIPA Sub Laboratorium Kimia Universitas Sebelas Maret dan semua stafnya, terima kasih atas semua bantuannya.
6. Staff Lab. Kimia Dasar FMIPA UNS, Mbak Nanik dan Mas Anang, terima kasih atas bantuannya.
7. Bapak/Ibu Dosen pengajar jurusan kimia, Mbak Asih serta Pak Nardi yang telah memberi saya suatu arti kesabaran.
8. Dan semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu, terima kasih atas semua bantuan dan doa.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan. Untuk itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun demi hasil yang lebih baik lagi. Penulis juga berharap semoga laporan ini dapat bermanfaat dan memberi tambahan ilmu bagi pembaca. Amin.

Surakarta, Mei 2007

Sangayu Mustikarini

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
MOTTO	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xvi
BAB I. PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang Masalah.....	1
B. Perumusan Masalah.....	3
1. Identifikasi Masalah.....	3
2. Batasan Masalah.....	3
3. Rumusan Masalah	4
C. Tujuan Penelitian.....	4
D. Manfaat Penelitian.....	5
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA.....	6
A. Landasan Teori	6
1. Ionofor.....	6
2. Reaksi Diazotasi.....	6
3. Eugenol	7
4. Divinil Benzena (DVB).....	9
5. Polimer dan Kopolimer	10
6. Polimerisasi dan Kopolimerisasi Kationik.....	12
7. Penentuan Berat Molekul.....	17
B. Kerangka Pemikiran	20

C. Hipotesis	21
BAB III. METODOLOGI PENELITIAN	22
A. Metode Penelitian.....	22
B. Tempat dan Waktu Penelitian	22
C. Alat dan Bahan Penelitian	22
1. Alat.....	22
2. Bahan.....	23
D. Prosedur Penelitian.....	23
1. Cara Kerja	23
2. Diagram Alir Percobaan.....	25
E. Teknik Analisa Data	26
F. Penafsiran dan Penyimpulan Hasil	26
BAB IV. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	27
A. Sintesis Ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena	27
1. Analisis Ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena Hasil Sintesis dengan Kromatografi Gas.....	29
2. Analisis Ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena Hasil Sintesis dengan Spektroskopi FT-IR.....	29
3. Analisis Ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena dengan Spektroskopi ¹ H NMR	30
B. Kopolimerisasi Kationik eugenol-divinilbenzena (DVB).....	32
1. Analisis kopoli(eugenol-DVB) dengan Spektroskopi FT-IR.....	34
2. Tahap-Tahap Reaksi Kopolimerisasi(eugenol-DVB)	36
C. Penentuan Berat Molekul Relatif Kopoli(eugenol-DVB)	39
D. Impregnasi Kopoli(eugenol-DVB) dengan Ionofor	41
1. Analisis Kopoli(eugenol-DVB) Terimpregnasi Ionofor menggunakan Spektroskopi FT-IR	42
2. Analisis Kopoli(eugenol-DVB) Terimpregnasi Ionofor menggunakan <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	44
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN.....	46
A. Kesimpulan	46

B. Saran.....	46
DAFTAR PUSTAKA	47
LAMPIRAN - LAMPIRAN.....	51

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Hasil Sintesis Ionofor.....	27
Tabel 2. Analisis Gugus Fungsi Ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazo benzena.....	30
Tabel 3. Hasil Interpretasi Spektra ^1H NMR Hasil Sintesis.....	31
Tabel 4. Hasil Kopolimerisasi(eugenol-DVB).....	34
Tabel 5. Perbandingan Spektra Eugenol dengan Kopoli(eugenol-DVB)	35
Tabel 6. Waktu Alir Rata-rata Larutan Kopolimer dalam Pelarut Kloroform dan Suhu Konstan $\pm 25^0\text{C}$	39
Tabel 7. Nilai $\eta_{\text{sp}}/\text{C}$ untuk Penentuan Berat Molekul Relatif Kopoli(eugenol DVB)	40
Tabel 8. Nilai Berat Molekul Relatif Kopoli(eugenol-DVB)	41
Tabel 9. Perbandingan Spektra FT-IR antara Kopoli(eugenol-DVB), Ionofor, dan Kopoli(eugenol-DVB) Terimpregnasi Ionofor	43

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Reaksi Sintesis Ionofor	6
Gambar 2. Reaksi Pembentukan Garam Diazonium.....	6
Gambar 3. Reaksi Diazotasi.....	7
Gambar 4. Aktivasi Gugus Pendorong Elektron.....	7
Gambar 5. Struktur Eugenol	8
Gambar 6. (a) Reaksi Pembentukan Na-Eugenolat oleh Basa Kuat, NaOH dan b) Pelepasan Kembali Na oleh Penambahan Asam Kuat, HCl.....	9
Gambar 7. Struktur DVB	10
Gambar 8. Susunan Homopolimer dan Kopolimer.....	11
Gambar 9. Inisiasi oleh asam Brownsted.....	13
Gambar 10. Terminasi Olefin terprotonasi	13
Gambar 11. Reaksi autoionisasi asam Lewis.....	14
Gambar 12. Reaksi disosiasi asam Lewis.....	14
Gambar 13. Inisiasi oleh kation hasil disosiasi	14
Gambar 14. Reaksi Propagasi	15
Gambar 15. Bentuk umum reaksi propagasi.....	15
Gambar 16. Rekombinasi anion-kation.....	15
Gambar 17. Pemisahan anion.....	16
Gambar 18. Transfer proton.....	16
Gambar 19. Transfer ion hidrida.....	16
Gambar 20. Pengusiran proton.....	17
Gambar 21. Viskometer kapiler (a) Ostwald dan (b) Ubbelohde	18
Gambar 22. Pembentukan Ion Nitrosonium.....	27
Gambar 23. Perkiraan Reaksi Pembentukan Ionofor 5'-kloro-2,4,2' trihidroksiazobenzena	28
Gambar 24. Kromatogram GC Ionofor Hasil Sintesis.....	29
Gambar 25. Spektra FT-IR Ionofor.....	30
Gambar 26. Spektra ¹ H NMR Ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena.....	31

Gambar 27. Perkiraan Struktur Ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazo benzena.....	32
Gambar 28. Spektra FT-IR Eugenol	33
Gambar 29. Reaksi Hidrolisis Katalis $\text{BF}_3\text{O}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$	34
Gambar 30. Spektra FT-IR Kopoli(eugenol-DVB)	35
Gambar 31. Reaksi Disosiasi $\text{BF}_3\text{O}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$	36
Gambar 32. Reaksi Inisiasi Divinilbenzena.....	37
Gambar 33. Kemungkinan Reaksi Propagasi pada kopolimerisasi (eugenol-DVB).....	38
Gambar 34. Reaksi Terminasi.....	39
Gambar 35. Grafik C versus η_{sp}/C untuk Penentuan Viskositas Intrinsik Kopoli(eugenol-DVB)	40
Gambar 36. Spektra FT-IR Kopoli(eugenol-DVB) Terimpregnasi Ionofor	42
Gambar 37. Perkiraan Reaksi Impregnasi Kopoli(eugenol-DVB) dengan Ionofor.....	43
Gambar 38. Hasil SEM Ionofor (a). Perbesaran 500x (b). Perbesaran 1000x ..	44
Gambar 39. Hasil SEM Kopoli(eugenol-DVB) (a). Perbesaran 500x (b). Perbesaran 1000x.....	44
Gambar 40. Hasil SEM Kopoli(eugenol-DVB) Terimpregnasi Ionofor (a). Perbesaran 500x (b) Perbesaran 1000x.....	45

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Perhitungan Rendemen Ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazo benzena.....	51
Lampiran 2. Perhitungan % Berat Kopoli(eugenol - DVB).....	52
Lampiran 3. Perhitungan Berat Molekul Relatif Kopoli(eugenol-DVB).....	53
Lampiran 4. Perhitungan Derajat Polimerisasi Kopoli(eugenol-DVB)	55
Lampiran 5. Perhitungan Rendemen Berat Kopoli(eugenol-DVB) Terimpregnasi Ionofor	56
Lampiran 6. Diagram Alir Sintesis Ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazo benzena.....	57
Lampiran 7. Diagram Alir Kopolimerisasi Kopoli(eugenol-DVB)	58
Lampiran 8. Diagram Alir Impregnasi Kopoli(eugenol-DVB) dengan Ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena	59

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang Masalah

Tanaman cengkeh (*Eugenia Caryophyllata Thumb*) merupakan salah satu jenis tanaman yang tumbuh subur di Indonesia, penghasil minyak atsiri berupa minyak cengkeh. Minyak cengkeh merupakan salah satu dari minyak atsiri yang dapat diperoleh dari bunga, batang dan daun tumbuhan cengkeh dengan cara destilasi uap atau ekstraksi. Sastrohamidjojo (1981) mengemukakan, komponen utama penyusun minyak cengkeh adalah eugenol (sekitar 80% volume) dan sisanya kariofilena serta seskuiterpen lain.

Eugenol mempunyai struktur mirip dengan stirena yang banyak digunakan sebagai bahan dasar resin. Eugenol mempunyai gugus hidroksi (-OH), gugus metoksi (-OCH₃), dan gugus propenil (-CH₂-CH=CH₂). Polimer dari eugenol dapat dimanfaatkan sebagai resin penukar kation, karena mempunyai gugus hidroksi (-OH) sebagai pusat pertukaran.

Melihat dari struktur eugenol, maka selain dapat dipolimerisasi secara kationik (O dian, 1991), juga dapat disambungsilangkan dengan Divinilbenzena (DVB) secara ionik. Untuk meningkatkan efisiensi pertukaran dilakukan sambungsilang dengan DVB yang membentuk struktur mirip dengan jaring, sehingga ion-ion logam selain tertukar dengan H⁺ pada gugus hidroksi, ion-ion logam yang mempunyai ukuran sesuai dengan ukuran jaring yang terbentuk akan terjebak dalam jaring.

Polimerisasi dengan bahan dasar senyawa bahan alam seperti eugenol dan turunannya telah banyak diteliti. Rastuti (1998) telah melakukan polimerisasi eugenol dengan katalis H₂SO₄ pekat tanpa media, dengan media n-heksana dan dengan media toluena. Hasil yang diperoleh berturut-turut 78,74% ; 54,56% ; dan 14,38%. Handayani (1998) telah melakukan sintesis polieugenol dengan katalis H₂SO₄ pekat dan BF₃O(C₂H₅)₂. Hasil yang diperoleh 69,31% dan 82,76%. Anggraeni (1998) telah mempelajari polimerisasi eugenol tanpa media dan dengan media n-heksana menggunakan inisiator BF₃O(C₂H₅)₂ diperoleh hasil

83,34% dan 73,36%. Dari penelitian-penelitian tersebut maka diketahui bahwa polimerisasi kationik terhadap eugenol tanpa media dengan katalis $\text{BF}_3\text{O}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$ adalah yang terbaik.

Polimer hasil sintesis, baik dari bahan alam maupun non bahan alam dapat diaplikasikan sebagai katalis dan pemisahan yang meliputi membran dan resin. Penelitian polimer sebagai katalis telah dilakukan oleh Handayani (1999) yang mensintesis poli(eugenol sulfonat) dan dimanfaatkan sebagai katalis asam dalam siklisasi sitronelal. Penelitian polimer sebagai membran antara lain sintesis kopoli(eugenol-asam eugenil oksiasetat) yang telah dilakukan oleh Handayani dan Martini (2005) yang diaplikasikan untuk *recovery* logam dengan metode transport membran cair. Penelitian polimer sebagai resin antara lain Andrea (1989) memanfaatkan polistirena yang disulfonasi sebagai resin penukar ion. Van der Maarel (1996) mempelajari penggunaan poli(stirena sulfonat) yang disambungsilangkan dengan DVB sebagai resin penukar ion. Setyowati (1999) mempelajari polimer eugenol yang disambungsilangkan dengan DVB dan sifat pertukaran kationnya. Handayani dan Kusumaningsih (2003) melakukan sintesis Kopoli(eugenol sulfonat) - DVB sebagai resin penukar kation yang diujikan pada ion Ca^{2+} .

Pemisahan dengan teknik ekstraksi kolom (resin) untuk prekonsentrasi ion logam dapat digunakan ligan terimpregnasi yaitu memasukkan suatu inofor tertentu kedalam resin untuk meningkatkan selektivitas resin. Ionofor-ionofor yang diimpregnasi antara lain Lumogallion yang mempunyai gugus o,p,o',trihidroksiazobenzena yang selektif membentuk kompleks dengan ion alumunium. Amiet, *et al* (2001) melakukan sintesis ionofor 4-desiloksi-2-(2-piridilazo)-1-naphtol dari 4-desiloksi-1-naphtol dan natrium piridin diazotat. Lee, *et al* (2003) melakukan sintesis Ionofor Calix[4]arene yang mempunyai gugus fungsi azo sebagai elektroda selektif terhadap ion klorida. Fuse, *et al* (2004) membuat turunan dari lumogallion yang mempunyai gugus n-dodesil (rantai alkil panjang) yaitu 5'-kloro-5-dodesil-2,4,2'-trihidroksiazo benzena (CDTA) melalui reaksi diazotasi untuk prekonsentrasi ion alumunium.

Penelitian ini akan mensintesis suatu ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena melalui reaksi diazotasi dan akan mempelajari ionofor hasil sintesis yang diimpregnasikan kedalam kopoli(eugenol-DVB).

B. Perumusan Masalah

1. Identifikasi Masalah

Eugenol memiliki struktur yang mempunyai kemiripan dengan stirena (feniletena), maka eugenol memiliki potensi untuk dapat dikopolimerisasi dengan DVB seperti halnya kopolimerisasi stirena dengan DVB.

Polimerisasi dapat dilakukan secara anionik maupun kationik. Untuk mempercepat reaksi polimerisasi yang terjadi biasanya digunakan katalis. Katalis yang biasa digunakan adalah H₂SO₄ pekat, BF₃, AlCl₃, AlBr₃, dan asam kuat lainnya dalam pelarut polar.

Resin yang terbentuk dimodifikasi dengan cara impregnasi dengan suatu ionofor untuk memperoleh produk resin yang selektif. Ionofor yang dapat digunakan antara lain 1,4-Butilen Glikol Dibenzoat (Wibowo,2001), (-)-(R,R)-N,N'- Bis-[11- (ethoxycarbonyl) undecyl] -N,N'-4,5- tetramethyl- 3,6- dioxaocta nediamide atau Diethyl- N,N'- [(4R,5R)- 4,5-dimethyl- 1,8- dioxo- 3,6 -dioxaocta methylene] bis (12-methylaminododecanoate) ; meso-Tetraphenyl porphyrin Manganese (III) chloride complex / C₄₄H₂₈ClMnN₄ (www.gfschemicals.com); Aliquat-336 (CH₃N[(CH₂)₇CH₃]Cl) (Edioloegito, 2005) ; N,N'-dibenzil-1,4,10,13- tetraoksa- 7,16- diazosiklo oktadekana (DBA₂18C₆) (Wahab,dkk, 2005) dan 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena.

Sintesis ionofor menggunakan reaksi diazotasi yaitu reaksi antara amina aromatis dengan asam nitrit (HNO₂) dalam suasana asam. Senyawa 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena ini dapat disintesis dari resorsinol dan 2-amino-4-klorofenol.

Analisis pendekatan struktur hasil sintesis 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena dan kopolimer menggunakan GC, ¹H NMR, dan FT-IR, serta penentuan berat molekul dengan Viskometri Ostwald. Sedangkan analisis kopolimer dan hasil impregnasi dengan ¹H NMR, FT-IR dan SEM.

2. Batasan Masalah

Berdasarkan identifikasi masalah tersebut diatas, maka pada penelitian ini diberikan batasan masalah sebagai berikut :

- a. Eugenol yang digunakan diperoleh dari PT. Indesso Aroma Purwokerto Jawa Tengah.
- b. Sintesis ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena dari 2-amino-4-klorofenol dan resorsinol melalui reaksi diazotasi.
- c. Kopolimerisasi eugenol dengan Divinil Benzena (DVB) dilakukan secara kationik dengan katalis $\text{BF}_3\text{O}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$.
- d. Modifikasi resin dengan cara impregnasi kopoli(eugenol-DVB) dengan 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena.
- e. Analisis pendekatan struktur ionofor dilakukan dengan spektroskopi GC, FT-IR, dan ^1H NMR.
- f. Analisis struktur kopoli(eugenol-DVB) dilakukan dengan spektroskopi FT-IR, dikarakterisasi dengan SEM dan penentuan berat molekul dengan metode Viskometri Ostwald.
- g. Karakterisasi kopoli(eugenol-DVB) yang diimpregnasikan dengan ionofor menggunakan FT-IR dan SEM.

3. Rumusan Masalah

Berdasarkan batasan masalah tersebut di atas, maka pada penelitian ini diberikan rumusan masalah sebagai berikut :

- a. Apakah 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena dapat disintesis dari 2-amino-4-klorofenol dan resorsinol melalui reaksi diazotasi?
- b. Apakah kopoli(eugenol-DVB) dapat dimodifikasi dengan cara impregnasi dengan ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena untuk memperoleh suatu resin yang selektif?

C. Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah :

1. Sintesis ionofor, 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena dari 2-amino-4-klorofenol dan resorsinol melalui reaksi diazotasi.
2. Modifikasi kopoli(eugenol-DVB) hasil sintesis dengan cara impregnasi dengan ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena untuk memperoleh resin selektif.

D. Manfaat Penelitian

Manfaat yang diperoleh dari penelitian ini adalah :

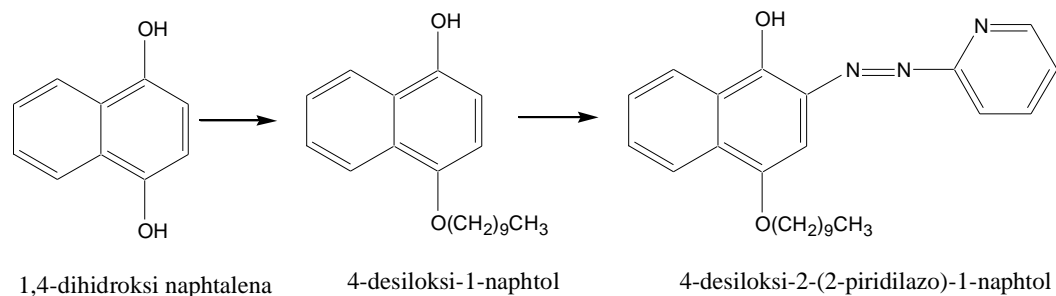
1. Manfaat secara teoritis, diharapkan dapat menambah khasanah ilmu pengetahuan secara umum dan ilmu kimia polimer secara khusus, serta dapat dijadikan referensi bagi penelitian selanjutnya.
2. Secara praktis adalah dapat memperluas pemanfaatan eugenol yang merupakan komponen utama minyak daun cengkeh dan meningkatkan nilai ekonomisnya.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

A. Landasan Teori

1. Ionofor

Desain dan sintesis ligan merupakan bagian yang penting dalam usaha menemukan ligan baru yang selektif untuk pemisahan logam. Salah satu jenis ligan adalah ionofor. Salah satu contoh ionofor adalah 1-(2-piridilazo)-2-naphtol (PAN). Ionofor ini bereaksi cepat dengan logam transisi membentuk kompleks berwarna. Ionofor yang lain adalah 4-desiloksi-2-(2-piridilazo)-1-naphtol. Ionofor ini digunakan sebagai plastisizer pada penggunaan PVC sebagai polimer dalam sensor optik. Ionofor 4-desiloksi-2-(2-piridilazo)-1-naphtol dapat disintesis dari 1,4-Dihidroksinaphtalena yang diubah menjadi 4-desiloksi-1-naphtol dan direaksikan dengan natrium piridin diazotat. Reaksi yang terjadi dapat dilihat seperti pada Gambar 1.

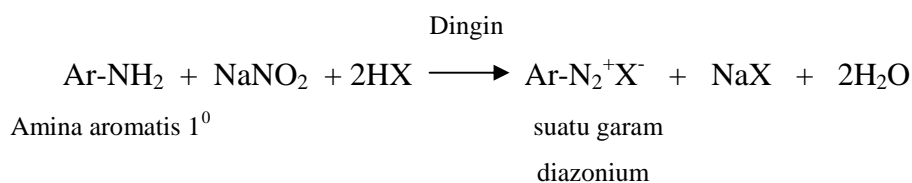


Gambar 1. Reaksi Sintesis Ionofor

(Amiet, et al., 2000)

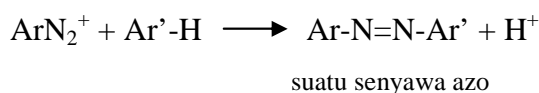
2. Reaksi Diazotasi

Diazotasi merupakan reaksi antara amina aromatis primer dengan asam nitrit yang dibuat dari natrium nitrit dan asam mineral, biasanya asam klorida atau asam sulfat. Reaksi umum seperti pada Gambar 2.



Gambar 2. Reaksi Pembentukan Garam Diazonium

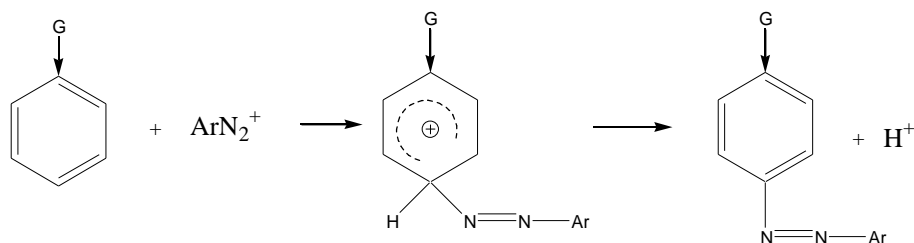
Pada kondisi yang sesuai, garam diazonium bereaksi dengan senyawa aromatik tertentu untuk menghasilkan produk dengan rumus umum $\text{Ar-N=N-Ar}'$, yang biasa disebut dengan senyawa azo. Pada reaksi ini, yang biasa disebut *coupling*, nitrogen dari garam diazonium masih terdapat dalam produk akhir. Reaksinya ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Reaksi Diazotasi

Senyawa aromatik (Ar-H) yang diserang oleh ion diazonium secara umum harus mempunyai gugus pendonor elektron yang kuat, biasanya $-\text{OH}$, $-\text{NR}_2$, $-\text{NHR}$, atau $-\text{NH}_2$. Substitusi biasanya terjadi pada posisi *para* dari grup pengaktivasi.

Aktivasi oleh gugus pendonor elektron (G), mengindikasikan bahwa *coupling* adalah substitusi aromatik elektrofilik yang mana ion diazonium merupakan reagen penyerang seperti ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Aktivasi Gugus Pendonor Elektron

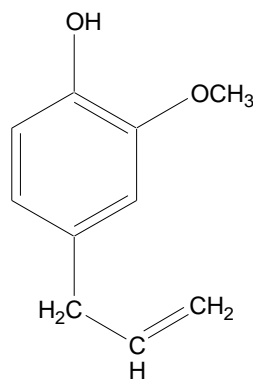
(Morrison, 1997)

3. Eugenol

Eugenol merupakan komponen penyusun utama minyak daun cengkeh. Eugenol merupakan zat yang berwujud cair pada suhu kamar, berwarna kuning pucat atau tidak berwarna, dengan titik didih 225°C , titik leleh $-9,2$ sampai $-9,1^\circ\text{C}$, indeks bias 1,541 dan berat jenis 1,066 g/ml (Sastrohamidjojo, 1981).

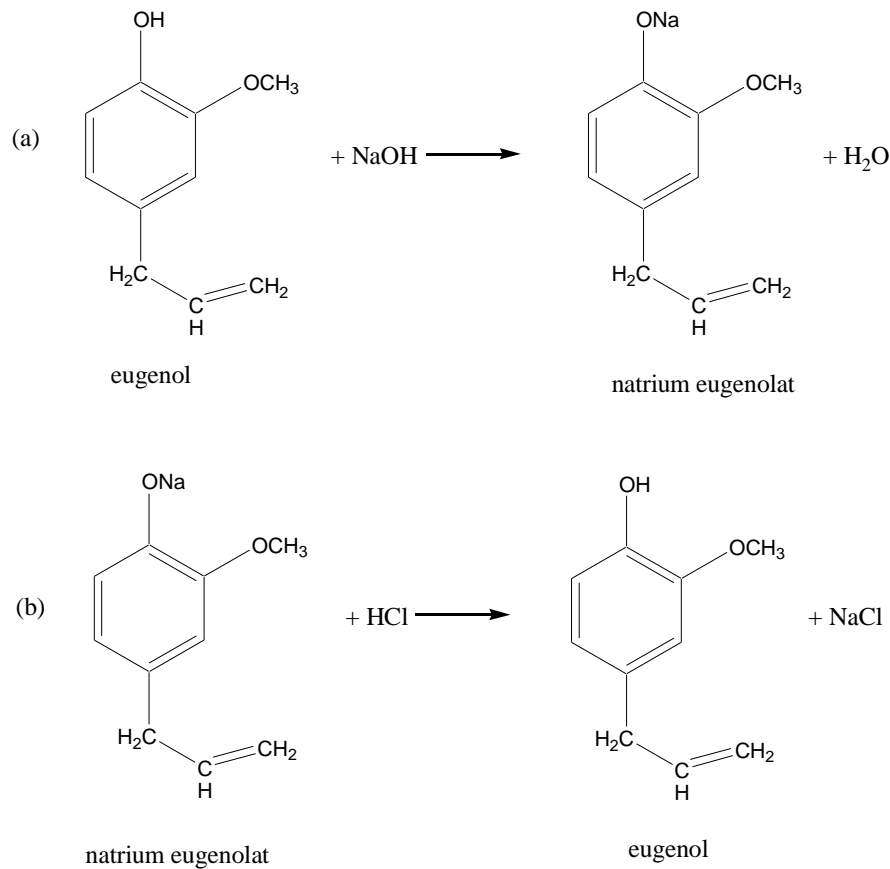
Eugenol memiliki nama-nama lain seperti 2-metoksi-4-(2-propenil)fenol, 4-alil-2-metoksifenol, alilguikol, asam eugenat dan asam kariofilat. Eugenol

memiliki rumus molekul $C_{10}H_{12}O_2$ dengan komposisi C = 74,44 %; H = 7,37 % dan O = 17,49 % serta memiliki massa molekul relatif 164,20 g/mol (Howard and Meylan,1997). Eugenol bersifat asam, pada suhu kamar berwujud cairan, tidak berwarna atau agak kekuningan dan menjadi agak gelap jika dibiarkan di udara terbuka, mudah terbakar dan berbau tajam. Jika terkena kulit seperti terbakar, mempunyai rasa pedas dan sedikit larut dalam air serta larut baik dalam alkohol, kloroform dan eter. Eugenol sering digunakan dalam *dentistry* (ilmu kedokteran gigi) sebagai *analgesic* dan *antiseptic*. Derivat eugenol banyak digunakan untuk *perfumery* dan *flavoring*, sering juga digunakan sebagai alat penstabil dan antioksidan untuk plastik dan karet. Eugenol mempunyai struktur seperti pada Gambar 5 (<http://www.chemicaland21.com>).



Gambar 5. Struktur Eugenol

Struktur tersebut memperlihatkan bahwa eugenol memiliki gugus hidroksi, metoksi dan alil. Adanya ketiga gugus ini memungkinkan eugenol sebagai bahan dasar sintesis berbagai senyawa lain, misalnya sintesis vanilin untuk memenuhi kebutuhan bahan makanan, kosmetik dan cat. Eugenol dapat diperoleh melalui isolasi minyak daun cengkeh dengan cara ekstraksi menggunakan NaOH, dengan ditambahkan larutan basa, maka eugenol akan membentuk garam eugenolat yang dapat dipisahkan dari komponen lain. Pengambilan kembali eugenol dapat dilakukan dengan penambahan larutan asam yang akan mengubah garam natrium eugenolat menjadi eugenol (Sastrohamidjojo, 1981). Reaksi tersebut seperti reaksi yang tercantum pada Gambar 6.



Gambar 6. (a) Reaksi Pembentukan Na-Eugenolat oleh Basa Kuat, NaOH dan
 (b) Pelepasan Kembali Na oleh Penambahan Asam Kuat, HCl.

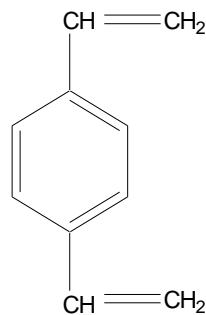
4. Divinil Benzena (DVB)

Divinilbenzena mempunyai berat molekul 130,191 g/mol, titik didih 200⁰C. Kapasitas panas DVB 25⁰C 0,42 cal/g⁰C. Massa jenis 7,65 lb/gal pada temperatur sama. Kelarutan DVB dalam air 0,0052%. Kelarutan air dalam DVB 0,054% pada 25⁰C. Viskositas DVB 1 cps. DVB berwarna kuning pucat (The Dow Chemical Company, 1995). DVB biasa digunakan dalam pembuatan karet sintetis, poliester, dan resin penukar ion (New Jersey Department of Health and Senior Services, 2001).

Divinilbenzena merupakan monomer yang biasa digunakan dalam proses kopolimerisasi dengan stirena, asam akrilat atau asam metakrilat yang membentuk suatu resin penukar ion yang berguna dalam pemurnian air dan industri kimia farmasi. Divinilbenzena mempunyai dua gugus fungsi yaitu gugus vinil sehingga

biasa digunakan sebagai agen sambungsilang (*crosslink*) yang sangat reaktif dalam reaksi kopolimerisasi gugus vinil.

Kopolimerisasi dengan stirena dihasilkan resin dengan pengurangan kelarutan dalam beberapa pelarut, meningkatkan suhu panas distorsi, meningkatkan kekerasan permukaan, dan meningkatkan kekuatan tensil. Divinilbenzena juga digunakan dalam karet stirena-butadiena untuk meningkatkan kelenturan, penyusutan, dan tekanan dari produk. Monomer DVB telah digunakan sebagai agen pendukung komponen pengisi gigi palsu dan penstabil insektisida (Morgan, *et al.*, 1997). Struktur Divinilbenzena seperti Gambar 7.



Gambar 7. Struktur Divinilbenzena

5. Polimer dan Kopolimer

Polimer merupakan molekul besar yang terbentuk dari unit-unit berulang sederhana. Nama polimer diturunkan dari bahasa Yunani *Poly* yang berarti “banyak”, dan *mer* yang berarti “bagian”. Makromolekul merupakan istilah yang sinonim dengan polimer. Polimer disintesis dari molekul-molekul sederhana yang disebut *monomer* (“bagian tunggal”) (Stevens, 2001). Polimer terdapat secara alami maupun sintesis. Polimer alam antara lain karbohidrat, protein, dan DNA. Beberapa contoh polimer sintesis antara lain plastik (polietilena, polistirena), lem (*epoxy glue*), cat (akrilik), dan fiber (poliester, nilon) (Hornback, 1998).

Polimerisasi sering dikelompokkan menjadi dua golongan, yakni polimerisasi adisi dan polimerisasi kondensasi berdasarkan mekanisme umum reaksinya. Polimerisasi adisi terjadi melalui reaksi dari monomer alkena. Pada reaksi ini, beberapa molekul inisiator ditambahkan kedalam salah satu atom

----A-B-A-B-A-B-A-B-A-B----

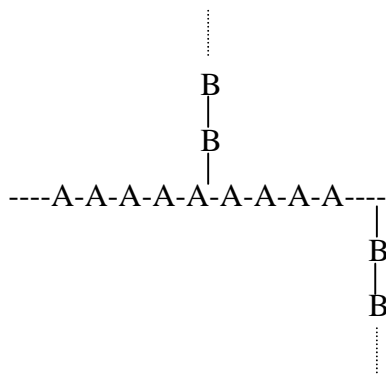
Kopolimer Blok

Kopolimer blok terdiri dari kelompok suatu kesatuan berulang berselang-seling dengan kelompok kesatuan berulang lainnya dalam rantai polimer.

----A-A-A-B-B-B-A-A-A-B-B-B----

Kopolimer Cangkuk

Kopolimer cangkuk tersusun oleh satu macam kesatuan berulang membuat cabang pada rantai tulang punggung (*backbone*) lurus yang mengandung hanya satu macam kesatuan berulang.



(Cowd, 1991)

6. Polimerisasi dan Kopolimerisasi Ionik

Kopolimerisasi merupakan proses polimerisasi yang menghasilkan kopolimer, pada proses kopolimerisasi inilah memungkinkan sintesis berbagai polimer dengan sifat yang berbeda dari monomer yang terbatas. Menurut Ellias (1991), pada polimerisasi ionik kopolimer blok cenderung terbentuk hal ini disebabkan adanya perbedaan nukleofilitas maupun elektrofilitasnya.

Polimerisasi dapat berlangsung dengan mekanisme yang tidak melibatkan radikal bebas, dikenal dengan sebutan polimerisasi ionik. Pada polimerisasi ionik pembawa rantai dapat berupa ion karbonium (polimerisasi kation) atau karbanion (polimerisasi anion) (Stevens, 2001).

a. Polimerisasi Kationik

Kopolimerisasi kationik terbatas untuk monomer dengan substituen pemberi elektron, dimana polarisasi ikatan rangkap menjadikan mereka sensitif

terhadap serangan elektrofilik oleh karbonium (Rempp and Merrill, 1991). Reaksi polimerisasi kationik meliputi tahap inisiasi, propagasi dan terminasi.

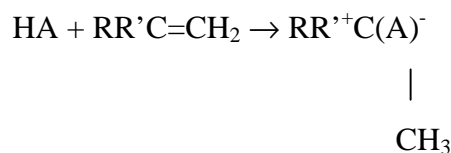
1). Tahap Inisiasi

Pembentukan ion karbonium dari monomer vinil yang mengandung substituen donor elektron dapat melalui dua metode yaitu (1) penambahan kation kedalam monomer (2) pengambilan elektron dari monomer untuk membentuk kation radikal. Sistem inisiasi pertama umumnya asam Lewis kuat (Bovey and Winslow, 1979).

Inisiator yang dapat menyebabkan polimerisasi kationik diantaranya adalah :

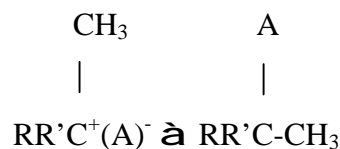
a). Asam Brownsted (Donor Proton)

Asam Brownsted akan menginisiasi polimerisasi kationik dengan memprotonasi olefin. Metodenya bergantung pada penggunaan asam yang cukup kuat dengan konsentrasi yang sesuai agar terjadi protonasi seperti ditunjukkan oleh Gambar 9.



Gambar 9. Inisiasi oleh asam Brownsted

Akan tetapi anion tidak boleh terlalu nukleofilik, atau akan terjadi terminasi olefin terprotonasi dengan cara kombinasi (yaitu dengan pembentukan ikatan kovalen seperti ditunjukkan Gambar 10 (O dian, 1991). Anion juga harus ruah (agar delokalisasi muatan efisien) dan simetris (menghindari splitting anion) (Rempp and Merrill, 1991).

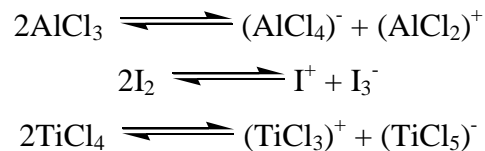


Gambar 10. Terminasi Olefin terprotonasi

b). Asam Lewis

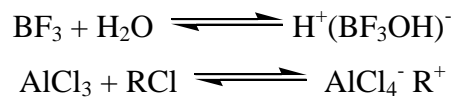
Berbagai asam Lewis juga digunakan untuk menginisiasi polimerisasi kationik, secara umum pada temperatur rendah dengan pembentukan polimer

dengan berat molekul tinggi dan hasil yang tinggi (O dian, 1991). Beberapa asam Lewis mengalami autoionisasi, reaksinya dapat dilihat pada Gambar 11.



Gambar 11. Reaksi autoionisasi asam Lewis

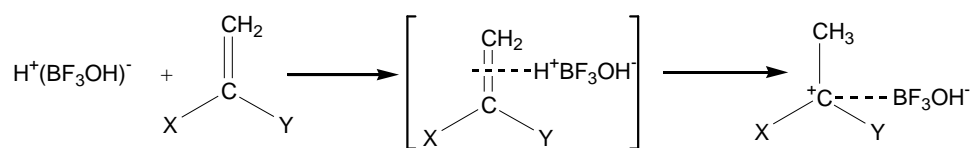
Asam Lewis lain tidak dapat mengalami autoionisasi, ia memerlukan adanya ko-katalis seperti air, asam trikloroasetat, alkil halogenida, eter atau monomer itu sendiri. Dengan ko-katalis ini asam Lewis membentuk senyawa terdissosiasi, reaksi dissosiasinya dapat dilihat pada Gambar 12.



Gambar 12. Reaksi dissosiasi asam Lewis

Kokatalis adalah beberapa material yang dapat memberikan proton apabila bereaksi dengan katalis (misal : H₂O) atau dapat membentuk inisiator ion karbanium (misal : Alkil halida).

Kation yang dihasilkan dari reaksi ditambahkan ke monomer dan memulai reaksi polimerisasi, seperti yang ditunjukkan Gambar 13 (Ellias, 1997).

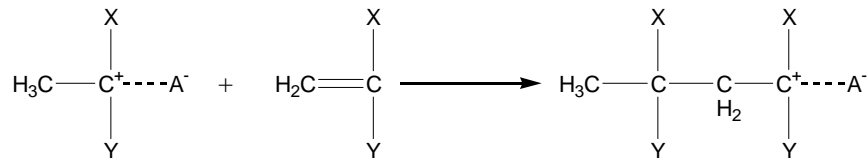


Gambar 13. Inisiasi oleh kation hasil disosiasi

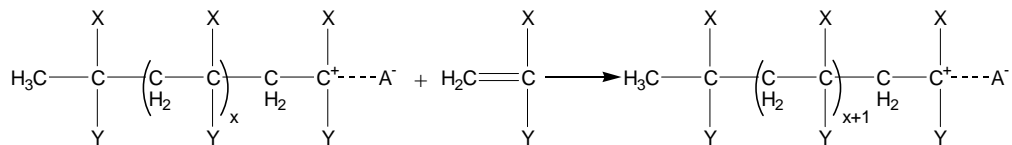
Inisiator lain yang bisa menimbulkan polimerisasi kationik diantaranya adalah senyawa-senyawa yang mampu terionkan seperti trifenilmetil halida, tropilium halida dan yodium (Stevens, 2001).

2). Tahap Propagasi

Reaksi propagasi, seperti ditunjukkan Gambar 14 dan 15, melibatkan insersi berturut-turut molekul monomer kedalam ikatan parsial antara spesies yang mengalami propagasi dan ion lawannya.



Gambar 14. Reaksi Propagasi



Gambar 15. Bentuk umum reaksi propagasi

Spesies propagasi dipengaruhi oleh ion lawan alamiah, polaritas pelarut, dan temperatur (Bovey and Winslow, 1979).

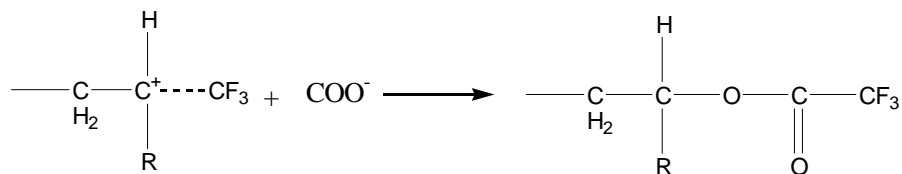
3). Tahap Terminasi

Tahap terminasi merupakan tahap berakhirnya proses polimerisasi. Tahap ini dapat dilakukan dengan berbagai cara, baik dengan reaksi transfer maupun reaksi terminasi.

a). Reaksi terminasi spontan

1). Melalui rekombinasi anion-kation

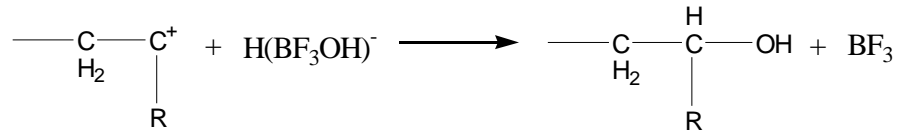
Rekombinasi kation-anion terjadi dengan pembentukan terminal ester. Contoh rekombinasi kation-anion ditunjukkan oleh Gambar 16.



Gambar 16. Rekombinasi anion-kation

2). Melalui reaksi pemisahan anion

Pemisahan anion terjadi melalui serangan ion karbonium kepada ion lawan yang paling lemah. Contoh pemisahan anion ditunjukkan oleh Gambar 17.



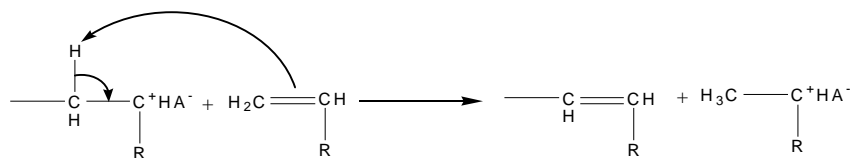
Gambar 17. Pemisahan anion

(Rempp and Merrill, 1991)

b). Reaksi transfer tanpa terminasi rantai kinetik

1). Transfer proton ke monomer

Reaksi terminasi melalui reaksi transfer proton ke monomer ditunjukkan oleh Gambar 18.



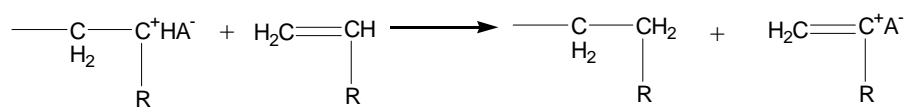
Gambar 18. Transfer proton

(Rempp and Merrill, 1991)

Contoh tersebut melibatkan transfer proton β dari karbokation ke monomer dengan pembentukan terminal tak jenuh dalam molekul polimer (O dian, 1991).

2). Transfer ion hidrida ke monomer

Reaksi terminasi melalui reaksi transfer ion hidrida ditunjukkan oleh Gambar 19.

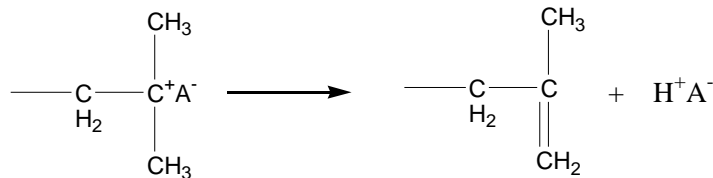


Gambar 19. Transfer ion hidrida

(Rempp and Merrill, 1991)

3). Pengusiran proton

Reaksi terminasi melalui reaksi pengusiran proton ditunjukkan oleh Gambar 20.



Gambar 20. Pengusiran proton

(Rempp and Merrill, 1991)

4). Transfer anion

Menurut Rempp and Merrill (1991), substansi tertentu dapat bereaksi dengan ion karbonium pada ujung rantai untuk menghasilkan spesies kationik dengan reaktifitas lebih rendah dan sering menyebabkan berhentinya pertumbuhan rantai. Reagen yang sangat nukleofilik seperti air, alkohol, amonia dan amida sering digunakan secara berlebihan untuk menghentikan polimerisasi kationik. Ini sering digunakan setelah perubahan selesai untuk menonaktifkan ko-inisiator. Terminasi dengan reagen ini melibatkan transfer anion $-\text{OH}$, $-\text{OR}$, atau RCOO^- ke karbokation (O dian, 1991).

b. Polimerisasi Anionik

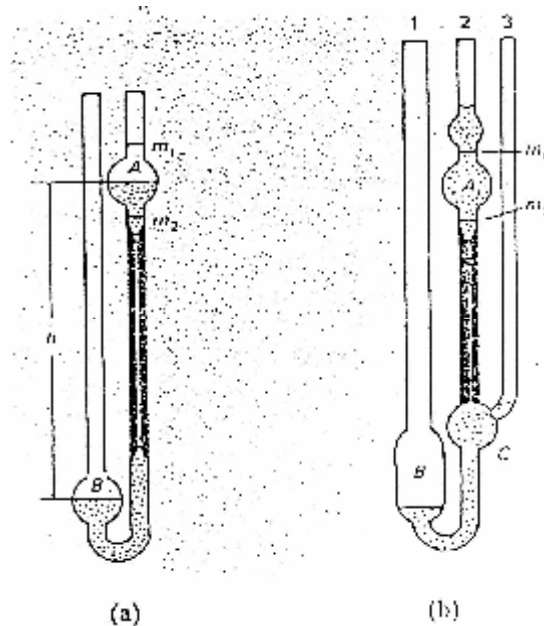
Monomer $\text{CH}_2 = \text{CHX}$ dapat mengalami polimerisasi anion. Pada polimerisasi anion bertindak yang sebagai pembawa rantai adalah ion karbanion. Monomer yang mengandung substituen elektronegatif, misalnya propenitril (akrilonitril), metil 2-metil propenoat (metil metakrilat), dan bahkan feniletena (stirena), tergolong yang dapat mengalami polimerisasi anionik. Seperti halnya dengan pada polimerisasi kation, reaksi polimerisasi anion paling baik berlangsung pada suhu rendah. Katalis yang dapat dipakai meliputi logam alkali, alkil, aril dan amida logam alkali. Salah satu penerapan paling awal dari polimerisasi ini dalam dunia industri adalah pada pembuatan karet sintetik dengan katalis logam alkali (Cowd, 1991).

7. Penentuan Berat Molekul

Perbandingan antara viskositas larutan polimer terhadap viskositas pelarut murni dapat dipakai untuk menentukan massa molekul nisbi polimer. Metode viskositas ini mempunyai kelebihan daripada metode lain, yakni lebih cepat dan

mudah serta perhitungan hasilnya lebih sederhana. Metode yang biasa dipakai untuk mengukur viskositas pelarut dan larutan polimer adalah penggunaan viskometer *Ostwald* atau viskometer *Ubbelohde* (Gambar 21).

Pengukuran berat molekul relatif dengan metode viskometer ini pada dasarnya dilakukan dengan mengukur waktu yang diperlukan pelarut dan larutan polimer untuk mengalir antara dua tanda, m_1 dan m_2 . Dalam viskometer Ostwald (Gambar 21.a), volum cairan harus dibuat tetap karena ketika cairan mengalir ke bawah melalui pipa kapiler A, ia harus mendorong cairan naik ke B. Sehingga jika volum cairan berbeda maka massa cairan yang didorong menaiki tabung B akan berubah pula, dan menghasilkan waktu alir yang tak konsisten. Pada viskometer Ubbelohde (Gambar 21.b), pengukuran tidak bergantung pada volum cairan yang dipakai, karena viskometer dirancang untuk bekerja dengan cairan mengalir melalui kapiler tanpa cairan dibawahnya. Waktu alir diukur untuk pelarut dan untuk larutan polimer pada berbagai konsentrasi (Cowd, 1991).



Gambar 21. Viskometer kapiler (a) Ostwald dan (b) Ubbelohde

Viskositas larutan polimer sangat lebih tinggi dari pelarut murninya. Kenaikan viskositas bergantung pada temperatur pelarut dan polimer, konsentrasi polimer dan ukuran polimer. Ketergantungan yang terakhir memungkinkan

perkiraan berat molekul rata-rata dari viskositas larutan (Rudin, 1999). Viskositas larutan pada dasarnya merupakan ukuran besarnya molekul polimer dalam ruang (Billmeyer, 1984). Waktu alir berhubungan dengan viskositas h dari cairan berdasar persamaan Hagen-Poiseville (Persamaan (1)) :

$$h = \frac{p Pr^4 t}{8Vl} \quad (1)$$

dimana:

- h = viskositas (Nm^{-2}s)
- P = tekanan tetes sepanjang kapiler (Nm^{-2})
- r = jari-jari kapiler (m)
- t = waktu alir cairan (s)
- V = volume cairan yang diukur (m^3)
- l = panjang kapiler (m)

(Sime, R. J., 1990)

Viskositas relatif dari suatu larutan didefinisikan sebagai perbandingan antara viskositas larutan dengan pelarut murninya, jika faktor koreksi energi kinetiknya diabaikan, maka :

$$h_r = \frac{h}{h_o} = \frac{t}{t_o} \quad (2)$$

dimana:

- η_r = viskositas relatif
- η = viskositas polimer terlarut
- η_o = viskositas pelarut murni
- t = waktu alir polimer terlarut dari $m_1 - m_2$
- t_o = waktu alir pelarut murni dari $m_1 - m_2$

Viskositas relatif tersebut nilainya selalu lebih besar daripada satu, karena keberadaan polimer terlarut yang selalu meningkatkan viskositas. Berdasarkan viskositas relatif, dapat ditemukan harga viskositas spesifik, η_{sp} , sebagai kenaikan fraksional dalam viskositas yang disebabkan oleh keberadaan polimer terlarut dalam pelarut, seperti yang ditunjukkan dalam persamaan (3).

$$h_{sp} = \frac{h - h_o}{h_o} = \frac{t - t_o}{t_o} = \eta_r - 1 \quad (3)$$

Dimana :

η_{sp} = viskositas spesifik

(Stevens, 2001)

Data viskositas sebagai fungsi konsentrasi diekstrapolasi pada pelarutan tak hingga berdasar persamaan Huggins (1942) :

$$\frac{h_{sp}}{C} = [h]_i + k'[h]_i^2 C \quad (4)$$

Dimana :

C = konsentrasi

$[\eta]_i$ = viskositas intrinsik

k' = konstanta

atau berdasar persamaan Kraemer (1938) :

$$\ln \eta_r / C = [\eta] + k'' [\eta]^2 C \quad (5)$$

Dimana : $k' - k'' = 1/2$ dan η_r adalah viskositas relatif (Billmeyer, 1984).

Viskositas intrinsik $[\eta]_i$ telah disubstitusi untuk viskositas tereduksi dan telah diakui bahwa proporsionalitas terhadap pangkat berat molekul < 1 . hubungannya diekspresikan oleh persamaan Mark-Houwink-Sakurada :

$$[\eta]_i = k' Mv^a \quad (6)$$

Dimana k' dan a adalah konstanta yang ditentukan dari plot logaritma dobel dari viskositas intrinsik dan berat molekul, sedangkan Mv adalah berat molekul rata-rata viskositas polimer (Stevens, 2001).

B. Kerangka Pemikiran

Eugenol mempunyai struktur yang mirip dengan stirena yang banyak digunakan sebagai bahan dasar resin. Eugenol mempunyai gugus hidroksi (-OH), gugus metoksi (-OCH₃), dan gugus propenil (-CH₂-CH=CH₂). Polimer dari eugenol dapat dimanfaatkan sebagai resin penukar kation, karena mempunyai gugus hidroksi (-OH) sebagai pusat pertukaran.

Ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena disintesis dari 2-amino-4-klorofenol dan resorsinol melalui reaksi diazotasi. Analisis pendekatan struktur

ionofor hasil sintesis dilakukan dengan spektroskopi GC, FT-IR, ^1H NMR dan SEM.

Monomer eugenol disambungsilangkan dengan DVB melalui reaksi kopolimerisasi kationik dengan katalis $\text{BF}_3(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$ membentuk kopoli(eugenol-DVB). Kopolimerisasi dengan DVB bertujuan untuk meningkatkan efektivitas resin. Analisis struktur kopolimer dengan FT-IR dan SEM serta penentuan berat molekul dengan metode Viskometri Ostwald.

Kopoli(eugenol-DVB) diimpregnasi dengan ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena yang diharapkan dapat membentuk resin yang selektif. Karakterisasi kopoli(eugenol-DVB) terimpregnasi ionofor menggunakan FT-IR dan SEM.

C. Hipotesis

Berdasarkan penelusuran literatur, penelitian sebelumnya, landasan teori dan kerangka pemikiran yang telah dipaparkan dimuka, maka disusun hipotesis sebagai berikut:

1. Ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena dapat disintesis dari 2-amino-4-klorofenol dan resorsinol melalui reaksi diazotasi.
2. Kopoli(eugenol-DVB) dapat dimodifikasi dengan cara impregnasi dengan ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena untuk memperoleh suatu resin yang selektif.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

A. Metode Penelitian

Penelitian ini menggunakan metode penelitian eksperimen laboratorium. Dalam penelitian ini dikaji sintesis ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena dari resorsinol dan 2-amino-4-klorofenol melalui reaksi diazotasi, kopolimerisasi kationik antara eugenol dengan DVB, serta modifikasi kopolimer hasil sintesis dengan cara impregnasi dengan ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena.

B. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Pusat MIPA Sub Laboratorium Kimia UNS, Surakarta, Laboratorium Kimia Dasar FMIPA UNS, Surakarta, Laboratorium Kimia Dasar FMIPA Universitas Gajah Mada Yogyakarta, dan Laboratorium Kimia Analisa FMIPA Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta. Penelitian dilakukan mulai bulan Mei sampai Desember 2006.

C. Alat dan Bahan Penelitian

1. Alat

Alat yang digunakan:

- a. Seperangkat alat refluks
- b. Hot plate lengkap dengan magnetik stirer
- c. Seperangkat evaporator Buchi
- d. Desikator
- e. Viskometer Ostwald
- f. Alat-alat gelas
- g. Spektrometer FT-IR (Shimadzu 8201PC)
- h. Spektrometer ¹H NMR (JEOL-MY60)
- i. Gas Chromatography (G-3000 GC)
- j. SEM (JSM-35 C)
- k. pH-meter

- l. Neraca elektrik Sartorius BP 310 S dan Analytical Balance Shimadzu
- m. Melting Point Apparatus

2. Bahan

Bahan yang diperlukan :

- a. Eugenol (PT. Indesso Aroma Purwokerto Jawa Tengah)
- b. Divinil Benzena (DVB) (Aldrich)
- c. $\text{BF}_3\text{O}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$ (Aldrich)
- d. Dietil eter (E. Merck)
- e. CH_3OH (E. Merck)
- f. Na_2SO_4 anhidrat (E. Merck)
- g. Gas N_2 (PT. Samator Gas)
- h. 2-amino-4-klorofenol (Aldrich)
- i. Resorsinol (E. Merck)
- j. HCl (E. Merck)
- k. NaNO_2 (E. Merck)
- l. Etanol (E. Merck)
- m. NaOH (E. Merck)
- n. Akuades (Laboratorium Kimia Pusat MIPA, UNS)
- o. Akuabides (Ikapharmindo)

D. Prosedur Penelitian

1. Cara Kerja

a. Sintesis 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena

Sebanyak 2 gram 2-amino-4-klorofenol (13,9 mmol) dilarutkan dalam larutan HCl 0,5 M kemudian ditambahkan 15 ml larutan NaNO_2 2,9 M pada suhu 5°C sampai warna larutan berubah seluruhnya menjadi kuning. Campuran diaduk pada suhu 5°C selama 30 menit dan kemudian ditambahkan 250 ml larutan etanol - NaOH 1 M (1:1) yang mengandung 1,529 gram resorsinol (13,9 mmol) pada suhu 5°C selama 5 jam dan diasamkan dengan HCl 2 M. Produk yang terbentuk direkrystalisasi dengan etanol-akuades (2:1). Hasil rekrystalisasi dianalisis dengan FT-IR, ^1H NMR, dan GC serta dikarakterisasi dengan SEM.

b. Kopolimerisasi Kopoli(eugenol-DVB)

Eugenol dimasukkan dalam labu leher tiga dan ditambahkan DVB 2% (persen berat eugenol). Selama proses polimerisasi sambil ditambahkan $\text{BF}_3\text{O}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$ 50%. Setelah reaksi berlangsung selama 6 jam, polimerisasi dihentikan dengan menambahkan sejumlah metanol. Hasil polimerisasi dilarutkan dalam dietil eter dan dicuci dengan akuades hingga pH netral. Fasa organik dikeringkan dengan Na_2SO_4 anhidrat, dan pelarutnya diuapkan dengan evaporator Buchi. Residu dikeringkan dalam desikator, selanjutnya polimer dianalisis dengan spektroskopi FT-IR dan SEM, dan ditentukan berat molekulnya.

c. Impregnasi Resin Turunan Eugenol dengan Ionofor

Sebanyak 7 gram resin dimasukkan kedalam beker dan ditambahkan 250ml larutan etanol-NaOH 0,2 M yang mengandung 0,4 gram 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena. Campuran diaduk dengan magnetik stirer dan secara bertahap dinetralkan dengan HCl 1 M. Setelah disaring, resin ionofor direndam dalam HCl 2 M selama \pm 24 jam, kemudian dicuci dengan akuabides dan dikeringkan. Hasilnya dianalisis dengan FT-IR dan SEM.

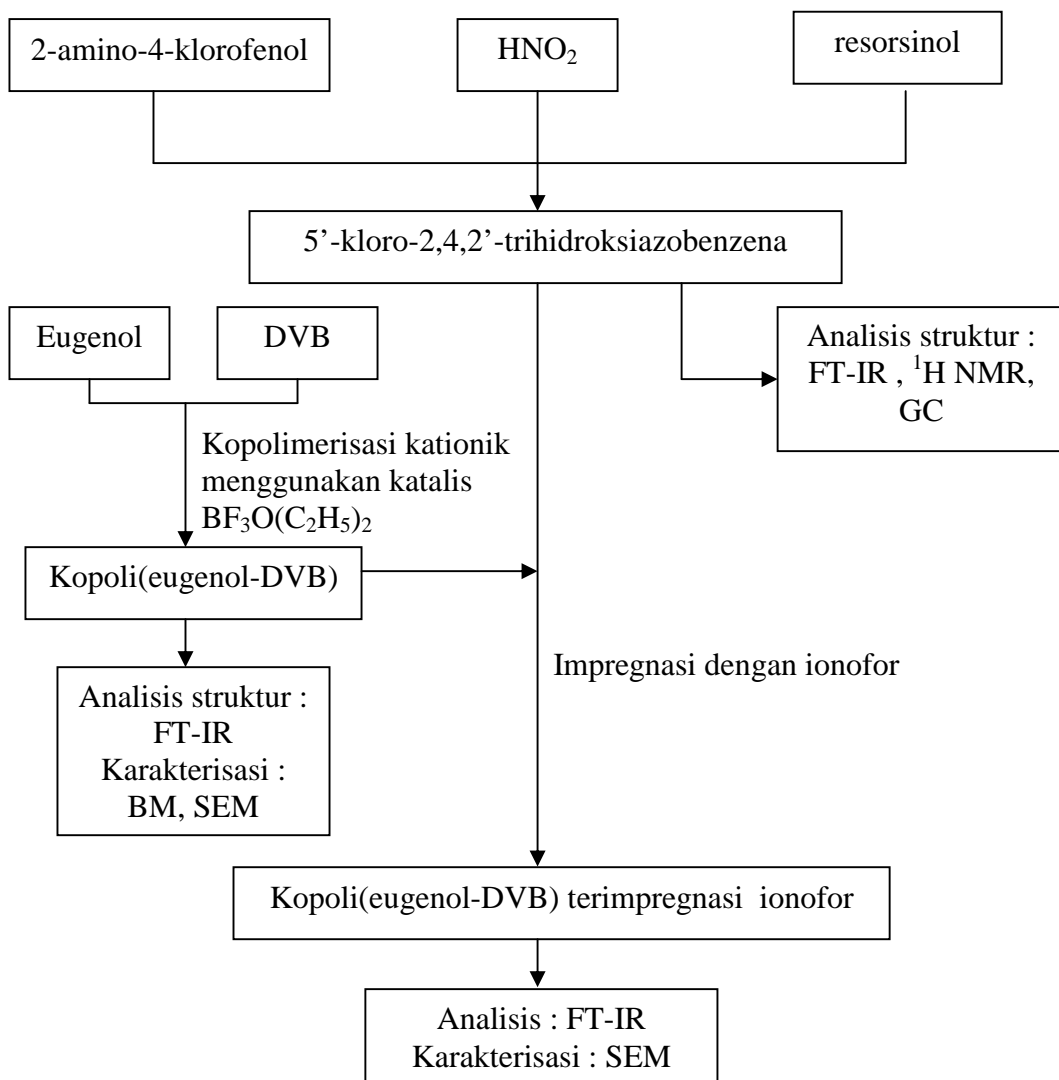
d. Penentuan Berat Molekul Relatif Kopoli(eugenol-DVB) dengan Metode Viskometri

Sebanyak 0,20 gram Kopoli(eugenol-DVB) dimasukkan dalam labu ukur 10 ml dan ditambahkan kloroform hingga batas. Kemudian dibuat variasi konsentrasi larutan kopolimer melalui pengenceran dengan kloroform : 0,01; 0,005; 0,0025 ; 0,00125 dan 0,000625 g/ml. Setelah itu dilakukan pengukuran waktu alir pelarut murni (kloroform) dan masing-masing larutan kopolimer dengan menggunakan Viskometer Ostwald sehingga diperoleh t_0 , t_1 , t_2 , t_3 , t_4 dan t_5 . Melalui perhitungan diperoleh viskositas relatif (η_r) dan viskositas spesifik (η_{sp}). Kemudian dibuat grafik η_{sp}/C versus C untuk memperoleh viskositas intrinsik $[\eta]_i$. Massa molekul relatif dihitung dengan persamaan Mark-Houwink, dengan harga $k' = 11 \times 10^{-3}$ dan $a = 0,725$.

e. Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis dengan Scanning Electron Microscopy (SEM)

Sampel kering dipersiapkan dengan ditempel pada *specimen holder* dengan diameter 8 mm, bebas dari kotoran / debu dan tidak berminyak. Holder dibersihkan dengan *hand blower* atau *ultrasonic cleaner* dengan media aseton untuk menghilangkan debu – debu pengotor. Sampel diberi lapisan tipis (*coating*) dengan gold - paladium (Au: 80% dan Pd: 20%) dengan menggunakan mesin Ion Sputter JFC-1100. Sampel dimasukkan kedalam *specimen chamber* untuk dilakukan pemotretan.

2. Diagram Alir Percobaan



E. Teknik Analisis Data

Penelitian ini menggunakan desain eksperimen dengan bentuk urut sesuai dengan data yang dibutuhkan. Setiap data yang diperoleh mulai dari awal hingga akhir dilakukan untuk menjawab rumusan masalah yang ada dan setiap data yang diperoleh merupakan acuan untuk melakukan langkah berikutnya.

1. Struktur hasil sintesis 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena dianalisis dengan menggunakan FT-IR, ^1H NMR dan GC.
2. Struktur hasil kopolimerisasi kationik dengan katalis $\text{BF}_3\text{O}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$, Kopoli(eugenol-DVB) dianalisis dengan spektrometri FT-IR dan dikarakterisasi dengan SEM serta ditentukan berat molekulnya dengan metode Viskometri Ostwald.
3. Hasil impregnasi kopoli(eugenol-DVB) dengan ionofor dianalisis menggunakan FT-IR dan SEM.

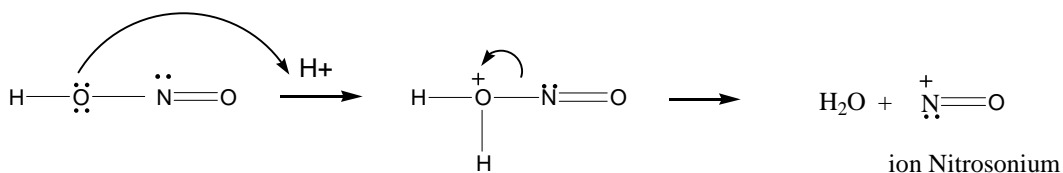
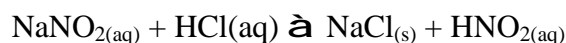
F. Penafsiran dan Penyimpulan Hasil

1. Analisis gugus fungsi dengan FT-IR, ^1H NMR dan GC pada hasil sintesis 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena dapat digunakan untuk mengidentifikasi bahwa 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena telah terbentuk.
2. Perbandingan spektra FT-IR eugenol terhadap Kopoli(eugenol-DVB) akan memberikan perbedaan serapan serta penentuan berat molekul yang tinggi, membuktikan telah terjadinya kopolimerisasi.
3. Perbedaan morfologi dan spektra FT-IR kopoli(eugenol-DVB) sebelum dan sesudah impregnasi dengan ionofor menunjukkan telah terjadi impregnasi.

BAB IV.
HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

A. Sintesis Ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena

Menurut Siswanta dalam Syahputra (2002), ionofor merupakan reseptor untuk membentuk kompleks lipofilik stabil dengan spesies hidrofilik bermuatan seperti Li^+ , Na^+ , Ca^{2+} , atau Pb^{2+} dan mempunyai kemampuan menangkap ion-ion serta mentransfernya melewati medium lipofilik. Sejumlah ionofor mampu membedakan ion-ion berdasarkan ukurannya. Dalam penelitian ini dilakukan sintesis ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena dari resorsinol dan 2-amino-4-klorofenol melalui reaksi diazotasi. Reaksi ini terjadi diawali dengan pembentukan ion Nitrosonium seperti ditunjukkan pada Gambar 22.



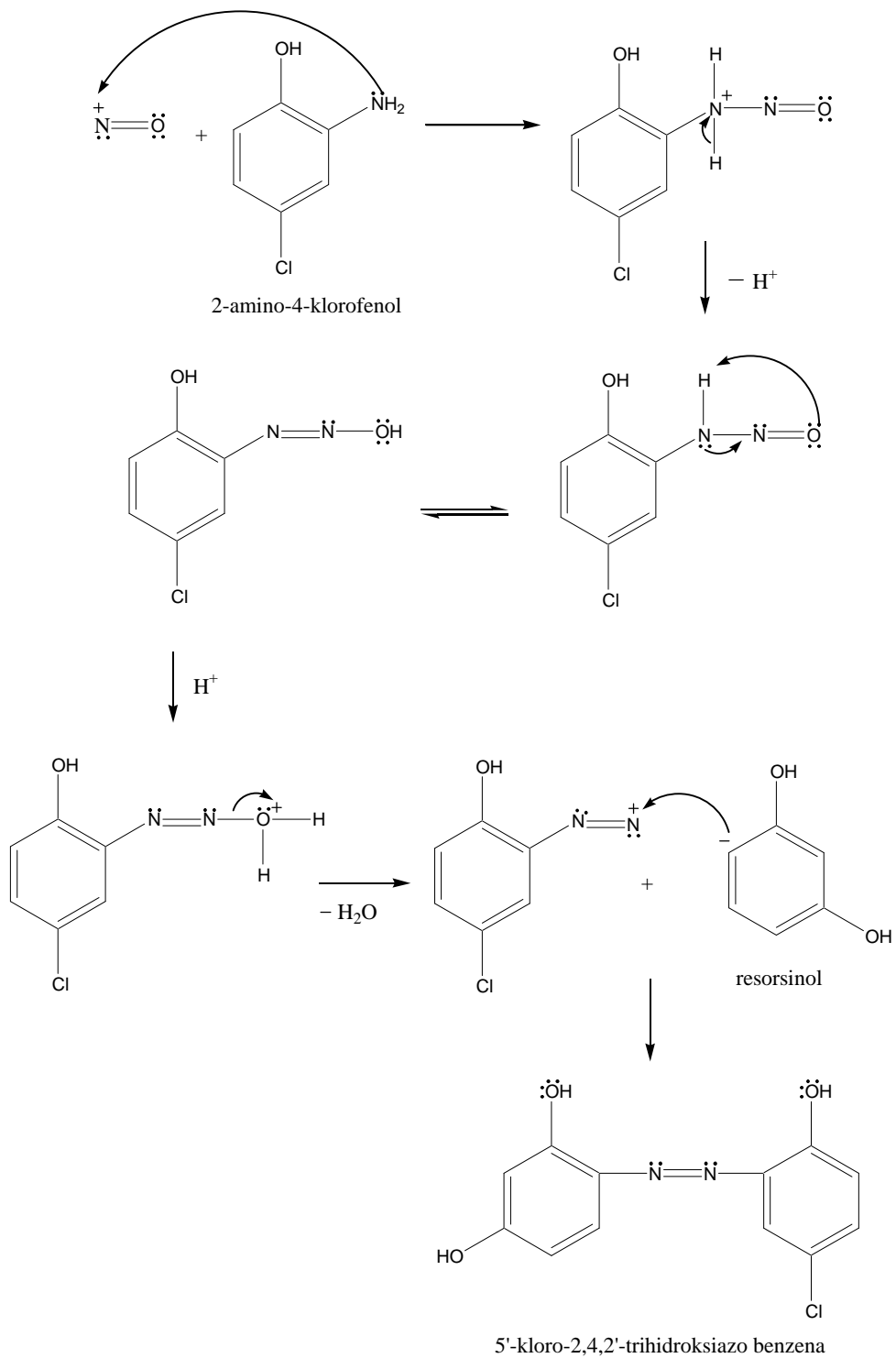
Gambar 22. Pembentukan Ion Nitrosonium

Perkiraan reaksi pembentukan ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena seperti ditunjukkan pada Gambar 23.

Hasil sintesis ionofor disajikan pada Tabel 1. Perhitungan rendemen disajikan pada Lampiran 1.

Tabel 1. Hasil Sintesis Ionofor

Senyawa	2-amino-4-klorofenol	Resorsinol	Ionofor
Sifat Fisik			
Bentuk	Serbuk	Serbuk	Serbuk
Warna	Coklat muda	Putih	Coklat tua
Titik Leleh ($^{\circ}\text{C}$)	-	-	214
Berat (g)	2	1,529	2,8445
Rendemen (berat)	-	-	75,65 %



(www.organic-chemistry.org/reactions)

Gambar 23. Reaksi Pembentukan Ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazo benzena

1. Analisis Ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena Hasil Sintesis dengan Kromatografi Gas (GC)

Analisis ionofor hasil sintesis dengan Kromatografi Gas memberikan kromatogram seperti ditunjukkan pada Gambar 24.



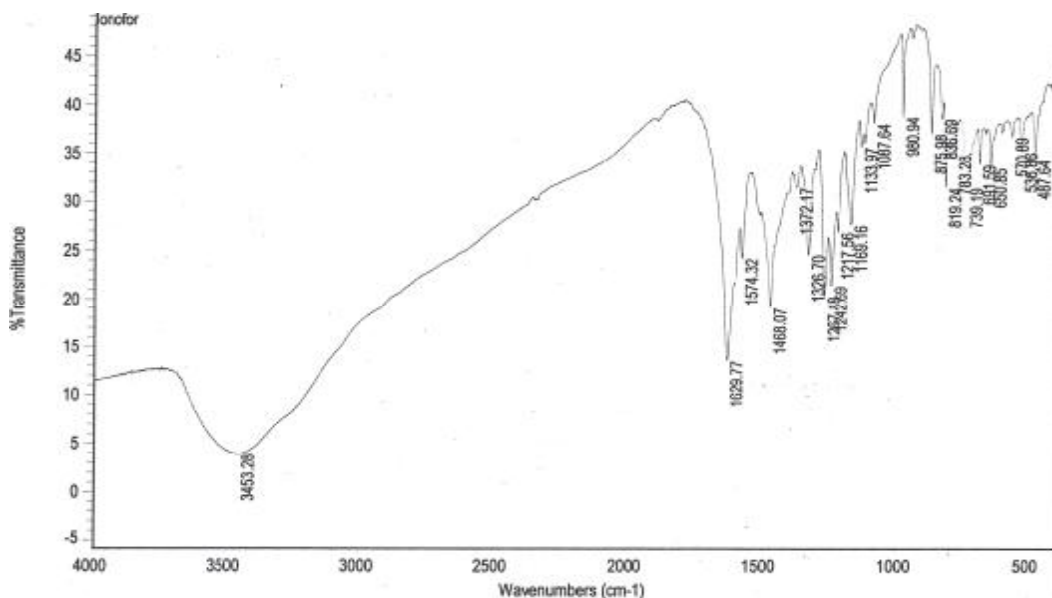
Gambar 24. Kromatogram GC Ionofor Hasil Sintesis

Kromatogram tersebut menunjukkan adanya empat puncak, yaitu puncak pertama pelarut aseton, puncak kedua yang tertinggi diperkirakan sebagai ionofor hasil sintesis dengan waktu retensi 11,046 menit dengan konsentrasi 91,57%, puncak ketiga dan keempat dengan waktu retensi masing-masing 13,224 menit dan 14,526 menit dengan konsentrasi 3,58% dan 4,85% diperkirakan sebagai pengotor.

Untuk mengetahui perkiraan struktur ionofor hasil sintesis maka selanjutnya dianalisis menggunakan spektroskopi FT-IR dan ^1H NMR.

2. Analisis Ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena Hasil Sintesis dengan Spektroskopi FT-IR

Hasil analisis dengan spektroskopi FT-IR memberikan spektra seperti yang ditunjukkan pada Gambar 25.



Gambar 25. Spektra FT-IR Ionofor

Sedangkan analisis gugus fungsi dari Ionofor hasil sintesis disajikan dalam Tabel 2.

Tabel 2. Analisis Gugus Fungsi Ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena

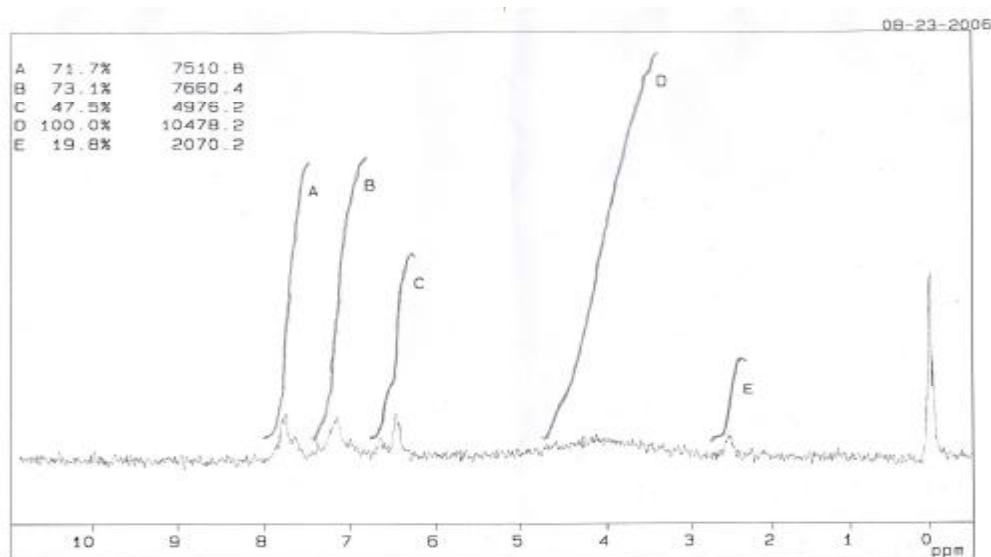
Serapan (cm^{-1})	Jenis Vibrasi	Sumber (cm^{-1}) (Silverstein, 1991)
3453,28	Serapan lebar -OH stretching	3550 – 3200
1629,77 ; 1574,32	Serapan -C=C- aromatis	1650 - 1600
1468,07	Serapan senyawa azo (-N=N-)	~ 1429
1326,7 ; 1267,18	Serapan C-N aromatis	1342 – 1266
836,69 – 570,69	Serapan C-Cl stretching	850 – 550

Serapan -CH aromatis pada daerah 3000 cm^{-1} tidak muncul karena diperkirakan terjadi tumpang tindih dengan serapan -OH yang lebar pada $3453,28 \text{ cm}^{-1}$.

Berdasarkan Gambar 25 dan Tabel 2, dapat diketahui bahwa ionofor hasil sintesis mempunyai gugus aromatis, -OH ; -N=N- ; C-N; dan C-Cl. Selanjutnya ionofor hasil sintesis dianalisis menggunakan ^1H NMR.

3. Analisis Ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena dengan Spektroskopi ^1H NMR

Spektroskopi NMR mempelajari molekul senyawa organik sehingga diperoleh gambaran perbedaan sifat magnet dari berbagai inti yang ada dan untuk menduga letak inti tersebut dalam molekul (Sudjadi,1985). Analisis ini berdasarkan pada lingkungan elektronik masing-masing proton, jumlah proton dari setiap macam proton yang ada dan lingkungan antara proton dengan tetangganya. Hasil analisis dengan spektroskopi ^1H NMR memberikan spektra seperti ditunjukkan pada Gambar 26.



Gambar 26. Spektra ^1H NMR Ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena

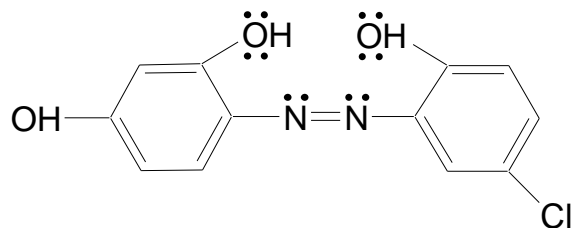
Spektra ^1H NMR terlihat adanya 5 puncak yang menunjukkan adanya 5 kelompok proton dengan lingkungan yang berbeda yang terdapat dalam ionofor. Hasil interpretasi spektra ^1H NMR ditunjukkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil Interpretasi Spektra ^1H NMR Ionofor Hasil Sintesis

Puncak	Pergeseran Kimia (ppm)	Kenampakan	Hasil Integrasi	Keterangan
A,B,C	6,0 – 8,0	Multiplet	6	6 H dari aromatis
D	4,0 – 5,0	Multiplet	3	3 H dari -OH

Puncak E diperkirakan sebagai pengotor karena kemurnian ionofor hasil sintesis sebesar 91,57%.

Berdasarkan analisis menggunakan GC, FT-IR dan ^1H NMR dapat diperkirakan struktur ionofor hasil sintesis seperti ditunjukkan pada Gambar 27.



5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena

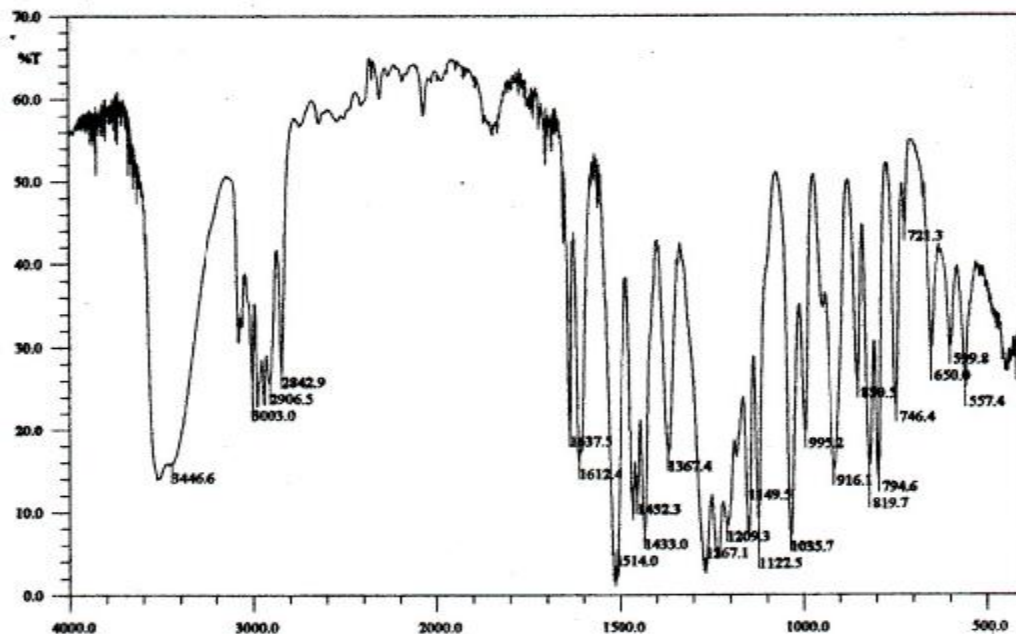
Gambar 27. Perkiraan Struktur Ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena

Berdasarkan Gambar 27, dua atom O dari gugus hidroksi dan 2 atom N yang terdapat pada ionofor diperkirakan dapat membentuk ikatan kompleks selektif dengan ion logam, karena baik atom O maupun atom N merupakan donor pasangan elektron yang baik dalam pembentukan kompleks dengan logam melalui asam basa Lewis. Adanya penghubung 2 atom O yang panjang (4C,2N) akan mengatur keempat atom donor pasangan elektron dalam membentuk kompleks, dengan demikian dapat membentuk kompleks dengan logam dengan cara menjepit logam diantara 2 atom O dan 2 atom N.

B. Kopolimerisasi Kationik eugenol-divinilbenzena (DVB)

Eugenol yang digunakan dalam penelitian ini berasal dari PT. Indesso Aroma Purwokerto dengan kemurnian 99,85 %. Eugenol merupakan cairan yang berwarna kuning jernih dan mempunyai bau khas cengkeh.

Sebelum digunakan sebagai bahan dasar polimer, eugenol dianalisis dengan spektroskopi FT-IR untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsi yang terdapat dalam eugenol. Analisis menggunakan Infra Merah menghasilkan spektra seperti terlihat pada Gambar 28.

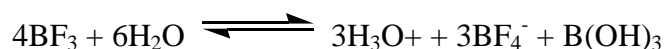


Gambar 28. Spektra FT-IR Eugenol

Kopolimerisasi eugenol dalam penelitian ini dilakukan dengan menambahkan 2% DVB tanpa media pelarut dan menggunakan katalis $\text{BF}_3\text{O}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$. Menurut Nicholson (1997), reaksi polimerisasi tanpa media hanya mengandung inisiator dan agen transfer rantai yang akan mempengaruhi berat molekul polimer, sehingga polimerisasi tanpa media menjadi teknik ideal untuk memperoleh polimer murni dengan berat molekul yang tinggi.

Sintesis kopoli(eugenol-DVB) dilakukan dengan mereaksikan eugenol dengan divinilbenzena (2% dari berat eugenol) menggunakan katalis $\text{BF}_3\text{O}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$ pada temperatur kamar ($\pm 30^\circ\text{C}$). Sintesis ini diharapkan dapat membentuk resin yang efektif. Suatu resin efektif jika mempunyai gugus fungsi $-\text{OH}$, $-\text{COOH}$ atau $-\text{SO}_3\text{H}$. Monomer eugenol mengandung gugus $-\text{OH}$ sehingga bisa digunakan sebagai resin penukar kation. Pada proses kopolimerisasi ini dilakukan sambungsilang antara monomer eugenol dengan DVB untuk membentuk struktur mirip dengan jaring. Apabila kopoli(eugenol-DVB) dimanfaatkan sebagai resin, ion-ion logam akan tertukar dengan H^+ pada gugus hidroksi, selain itu ion-ion logam yang mempunyai ukuran sesuai dengan ukuran jaring yang terbentuk akan terjebak dalam jaring.

Terjadinya reaksi ditandai dengan timbulnya perubahan warna dari kuning jernih menjadi gel merah keunguan. Sistem dibiarkan dalam atmosfer gas N₂ untuk menghilangkan uap air atau gas-gas yang dapat mengganggu reaksi polimerisasi. Adanya air dikhawatirkan dapat memberikan protonnya sehingga menyebabkan terjadinya terminasi. Selain itu adanya air akan menyebabkan reaksi hidrolisis terhadap katalis BF₃O(C₂H₅)₂ sehingga katalis tersebut menjadi inaktif (Odiان,1991) sesuai dengan reaksi pada Gambar 29.



Gambar 29. Reaksi Hidrolisis Katalis BF₃O(C₂H₅)₂

Penambahan katalis dilakukan secara bertahap agar terjadi inisiasi yang berulang-ulang. Reaksi kopolimerisasi dilakukan selama 6 jam hingga terbentuk padatan berwarna merah keunguan. Terminasi dilakukan dengan penambahan metanol. Hasil kopolimerisasi dapat dilihat pada Tabel 4. Perhitungan rendemen disajikan dalam Lampiran 2.

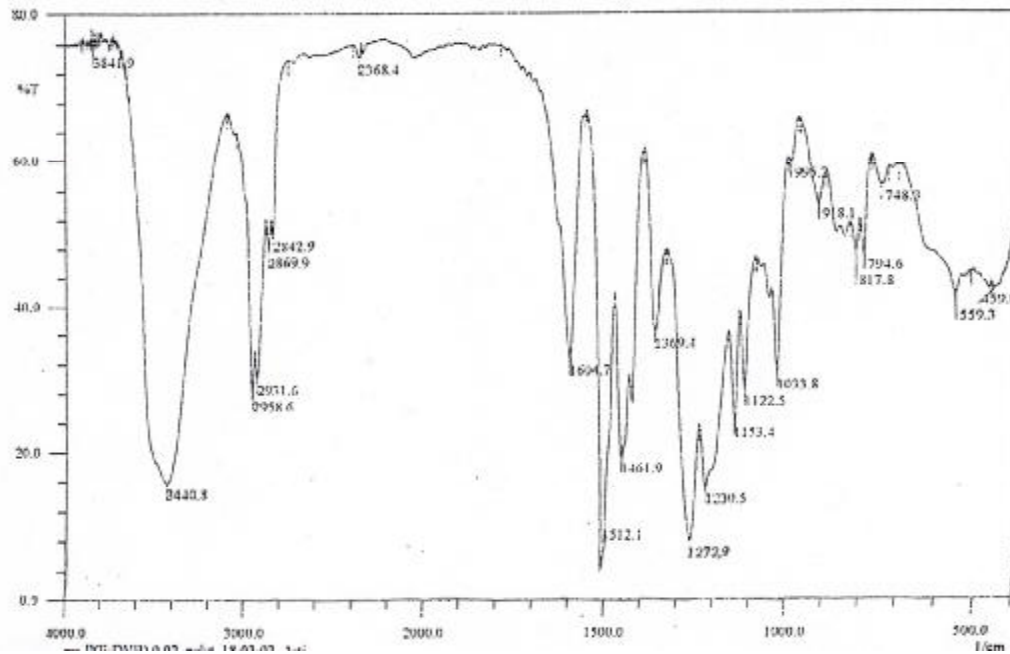
Tabel 4. Hasil Kopolimerisasi(eugenol-DVB)

Senyawa	Eugenol	DVB	Kopoli(eugenol-DVB)
Sifat			
Bentuk	Cair	Gel	Padatan
Warna	Kuning Jernih	Bening	Merah Bata
Berat	10 g	0,2 g	8,779 g
% Rendemen (b/b)	-	-	86,086 %

Analisis kopolimer dilakukan dengan menggunakan spektroskopi FT-IR. Karakterisasi hasil kopolimerisasi dilakukan dengan SEM dan ditentukan berat molekul relatifnya.

1. Analisis kopolimer(eugenol-DVB) dengan Spektroskopi FT-IR

Analisis hasil kopolimerisasi eugenol dengan divinilbenzena menggunakan spektroskopi FT-IR menghasilkan spektra seperti ditunjukkan pada Gambar 30.



Gambar 30. Spektra FT-IR Kopoli(eugenol-DVB)

Spektra eugenol dan kopoli(eugenol-DVB) pada Gambar 24 menunjukkan adanya perbedaan serapan yang disajikan pada Tabel 5.

Tabel 5. Perbandingan Spektra Eugenol dengan Kopoli(eugenol-DVB)

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)		Gugus-gugus Fungsi	Sumber (cm ⁻¹)
Eugenol	Kopoli(eugenol-DVB)		
3446,6	3440,8	Gugus hidroksi (-OH)	3550 – 3200 (Silverstein,1991)
3003,0	2958,6 ; 2931,6	Gugus -CH aromatik (sp ²)	3000 – 2840 (Silverstein,1991)
2906,5 ; 2842,9	2842,9	Gugus -Csp ³ -H stretching	2962 – 2853 (Wade,1999)
1637,5	-	Gugus -C = C- alifatik	~ 1638 (Silverstein,1991)
1514,0 ; 1612,4	1512,1 ; 1604,7	Gugus -C = C- aromatik	1650 – 1600 (Silverstein,1991)
1267,1 ; 1035,7	1272,9 ; 1033,8	Gugus Eter (C-O-C)	1075 – 1020 1275 – 1200 (Silverstein,1991)

Lanjutan Tabel 5.

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)		Gugus-gugus Fungsi	Sumber (cm ⁻¹)
Eugenol	Kopoli(eugenol-DVB)		
995,2; 916,1	-	Gugus vinil (-CH=CH ₂)	995 dan 915 (Wade,1999)
819,7; 850,5	800 – 900	Gugus aromatik tersubstitusi 1,2,4	675 – 900 (Wade,1999)
1122,5	1122,5	Gugus C-O stretching (Ar-OH)	1260 – 1000 (Silverstein,1991)

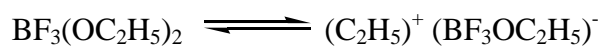
Hilangnya serapan gugus -C=C- alifatik pada serapan 1637,5 cm⁻¹ dan gugus vinil (-CH=CH₂) pada serapan 995,2 cm⁻¹ dan 916,1 cm⁻¹ menunjukkan telah terjadinya reaksi kopolimerisasi antara eugenol dengan divinilbenzena.

2. Tahap-tahap reaksi kopolimerisasi(eugenol-DVB)

Reaksi kopolimerisasi eugenol dengan divinilbenzena terjadi melalui tahap inisiasi, propagasi, dan terminasi.

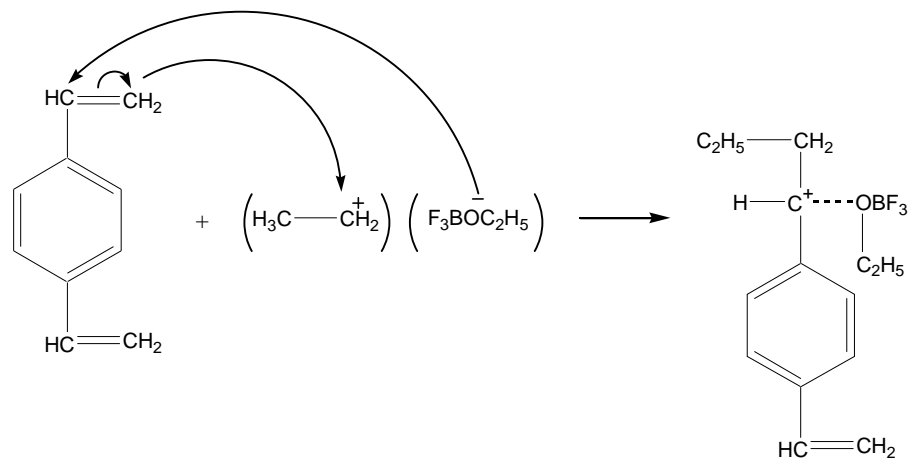
a. Tahap Inisiasi

Reaksi kopolimerisasi diinisiasi oleh senyawa BF₃O(C₂H₅)₂ yang merupakan asam Lewis dengan ko-katalis. BF₃ merupakan asam Lewis dengan ko-katalis dietil eter. Ko-katalis ini diperlukan karena BF₃ tidak dapat mengalami autoionisasi, sehingga dengan adanya dietil eter maka akan terjadi disosiasi berdasarkan reaksi seperti pada Gambar 31.



Gambar 31. Reaksi Disosiasi BF₃O(C₂H₅)₂

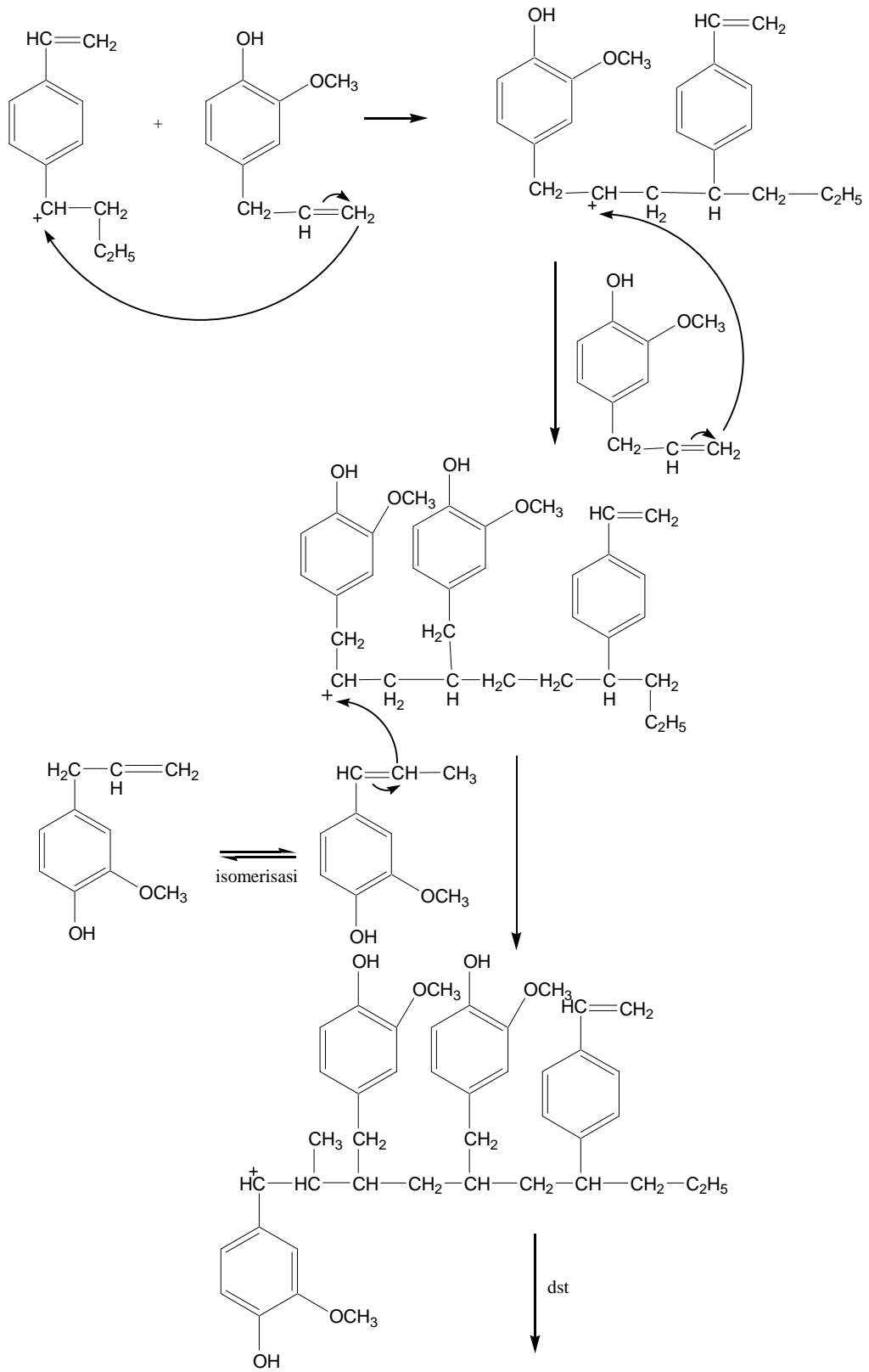
Kation C₂H₅⁺ ditambahkan kedalam monomer untuk memulai reaksi kopolimerisasi seperti ditunjukkan pada Gambar 32. Eugenol dan divinilbenzena keduanya memiliki gugus vinil tetapi gugus vinil pada divinilbenzena lebih reaktif daripada gugus vinil pada eugenol, sehingga memungkinkan reaksi inisiasi terlebih dulu terjadi pada divinilbenzena.



Gambar 32. Reaksi Inisiasi Divinilbenzena

b. Tahap Propagasi

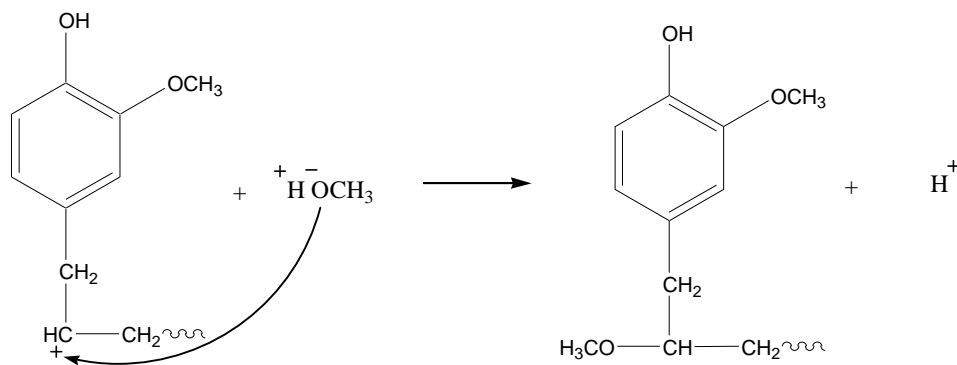
Tahap propagasi merupakan tahap addisi monomer pada ion karbonium yang telah dihasilkan pada tahap inisiasi. Propagasi akan berlangsung terus menerus melalui pengikatan monomer sehingga diperoleh rantai polimer yang semakin panjang. Pada sistem ini terdapat dua monomer yaitu eugenol dan divinilbenzena yang masing-masing memiliki gugus vinil sehingga dapat mendonorkan elektronnya untuk membentuk rantai polimer. Perpanjangan rantai kemungkinan terjadi secara acak yaitu antara gugus vinil eugenol dan divinilbenzena yang belum bereaksi maupun gugus vinil divinilbenzena yang salah satu gugus vinilnya sudah bereaksi, hal inilah yang menyebabkan terjadinya proses polimerisasi. Tahap propagasi seperti ditunjukkan pada Gambar 33.



Gambar 33. Kemungkinan Reaksi Propagasi pada kopolimerisasi(eugenol-DVB)

c. Tahap Terminasi

Terminasi merupakan tahap penghentian pertumbuhan rantai pada proses polimerisasi. Pada penelitian ini tahap terminasi dilakukan dengan penambahan metanol sehingga reaksi yang terjadi adalah transfer anion. Ion karbonium pada polimer akan bereaksi dengan anion $^-OCH_3$ dari metanol sehingga proses polimerisasi berhenti. Reaksi terminasi dapat dilihat pada Gambar 34.



Gambar 34. Reaksi Terminasi

C. Penentuan Berat Molekul Relatif Kopoli(eugenol-DVB)

Penentuan berat molekul relatif kopoli(eugenol-DVB) dilakukan berdasarkan perhitungan viskositasnya. Viskositas kopoli(eugenol-DVB) diukur menggunakan Viskometri Ostwald. Untuk menentukan viskositas polimer sebelumnya diukur waktu alir polimer pada berbagai konsentrasi. Pengukuran waktu alir polimer dilakukan pada suhu konstan yaitu $\pm 25^{\circ}C$.

Hasil pengamatan waktu alir kopoli(eugenol-DVB) pada masing-masing konsentrasi dalam pelarut kloroform disajikan dalam Tabel 6.

Tabel 6. Waktu Alir Rata-rata Larutan Kopolimer dalam Pelarut Kloroform dan Suhu Konstan $\pm 25^{\circ}C$.

Konsentrasi (g/ml)	t_1	t_2	t_3	t_4	t_5	t rata-rata
Kloroform	1,66	1,66	1,66	1,65	1,66	1,658 $\pm 0,0040$
$6,25 \times 10^{-4}$	1,69	1,69	1,68	1,69	1,69	1,688 $\pm 0,0040$
$1,25 \times 10^{-3}$	1,70	1,70	1,71	1,71	1,71	1,706 $\pm 0,0049$

Lanjutan Tabel 6.

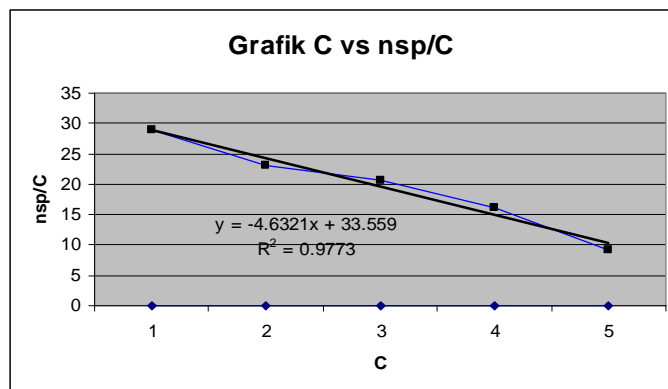
Konsentrasi (g/ml)	t ₁	t ₂	t ₃	t ₄	t ₅	t rata-rata
2,5 x 10 ⁻³	1,74	1,74	1,75	1,75	1,74	1,744 ± 0,0049
5 x 10 ⁻³	1,79	1,80	1,79	1,78	1,80	1,792 ± 0,0075
1 x 10 ⁻²	1,81	1,81	1,81	1,81	1,82	1,812 ± 0,0040

Dari Tabel 6 dapat ditentukan viskositas relatif (η_{rel}), viskositas spesifik (η_{sp}) dan η_{sp}/C yang disajikan dalam Tabel 7.

Tabel 7. Nilai η_{sp}/C untuk Penentuan Berat Molekul Relatif Kopoli(eugenol-DVB)

C	t	η_r	η_{sp}	η_{sp}/C
6,25 x 10 ⁻⁴	1,688	1,018094	0,018094	28,95054
1,25 x 10 ⁻³	1,706	1,028951	0,028951	23,16043
2,5 x 10 ⁻³	1,744	1,05187	0,05187	20,74789
5 x 10 ⁻³	1,792	1,08082	0,08082	16,16405
1 x 10 ⁻²	1,812	1,092883	0,092883	9,288299

Hasil yang diperoleh dari Tabel 7 dibuat grafik konsentrasi versus η_{sp}/C seperti ditunjukkan pada Gambar 35.



Gambar 35. Grafik C versus η_{sp}/C untuk Penentuan Viskositas Intrinsik Kopoli (eugenol-DVB)

Berdasarkan grafik diatas dapat ditentukan berat molekul relatif kopoli(eugenol-DVB) menggunakan persamaan Mark Houwink – Sakurada :

$$[\eta] = k'Mv^a$$

dengan harga $a = 0,725$ dan $k' = 1,1 \cdot 10^{-3}$. Perhitungan berat molekul rata-rata dan derajat polimerisasi dapat dilihat pada Lampiran 3 dan 4. Dari persamaan Mark dan Houwink tersebut diperoleh nilai berat molekul relatif Kopoli(eugenol-DVB) seperti yang disajikan pada Tabel 8.

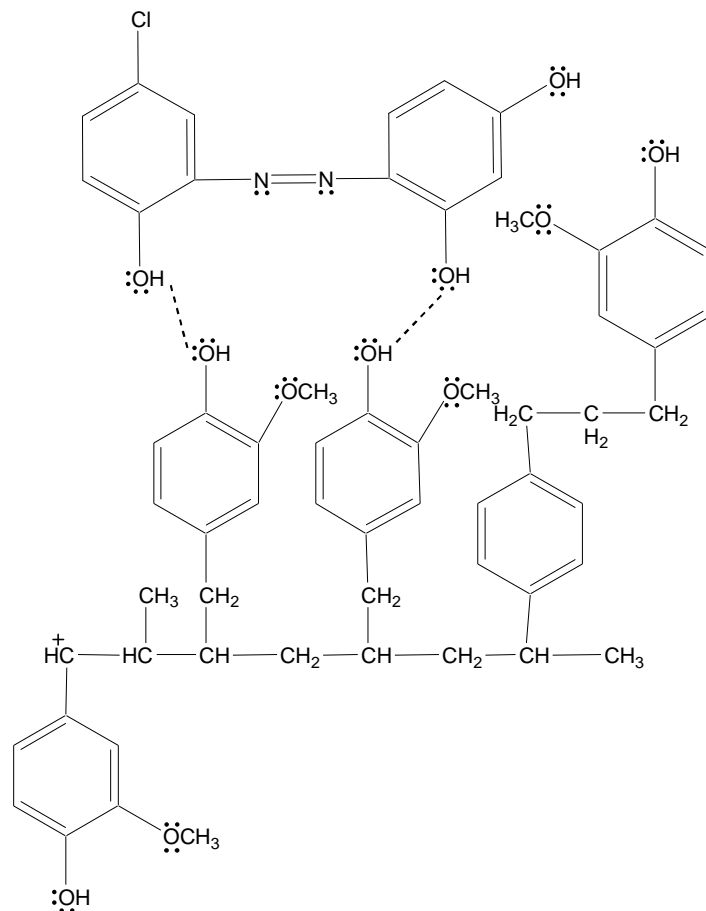
Tabel 8. Nilai Berat Molekul Relatif Kopoli(eugenol-DVB)

r	slope	Intersep (η) _i	Berat Molekul relatif (M_v)	derajat polimerisasi
0,9773	-4,6321	33,559	63986	432

D. Impregnasi Kopoli(eugenol-DVB) dengan Ionofor

Impregnasi kopoli(eugenol-DVB) dengan ionofor diharapkan dapat membentuk resin yang efektif dan selektif. Kopoli(eugenol-DVB) mempunyai gugus $-OH$ sebagai pusat pertukaran, sedangkan ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena mempunyai dua atom O pada gugus hidroksi dan dua atom N yang mana kedua atom tersebut mempunyai sifat sangat elektronegatif sehingga dapat menarik kation dengan elektron bebasnya. Oleh karena itu, impregnasi kopoli(eugenol-DVB) dengan ionofor diharapkan terjadi pertukaran kation dengan atom hidrogen pada gugus aktif kopoli(eugenol-DVB) dan berikatan dengan keempat elektron bebas pada atom O dan N. Selain itu kation yang mempunyai jari-jari atom mendekati ukuran pori akan terjebak dalam pori yang dibentuk oleh kompleks antara kopoli(eugenol-DVB) dengan ionofor. Untuk mengetahui gugus-gugus fungsi yang terdapat dalam kopoli(eugenol-DVB) terimpregnasi ionofor, maka dilakukan analisis dengan FT-IR.

Impregnasi kopoli(eugenol-DVB) dengan Ionofor kemungkinan terjadi karena adanya gaya elektrostatis antara muatan positif dan negatif atau adanya ikatan Hidrogen antara atom O dengan atom H δ^+ . Perkiraan impregnasi Kopoli(eugenol-DVB) dengan Ionofor ditunjukkan pada Gambar 36.

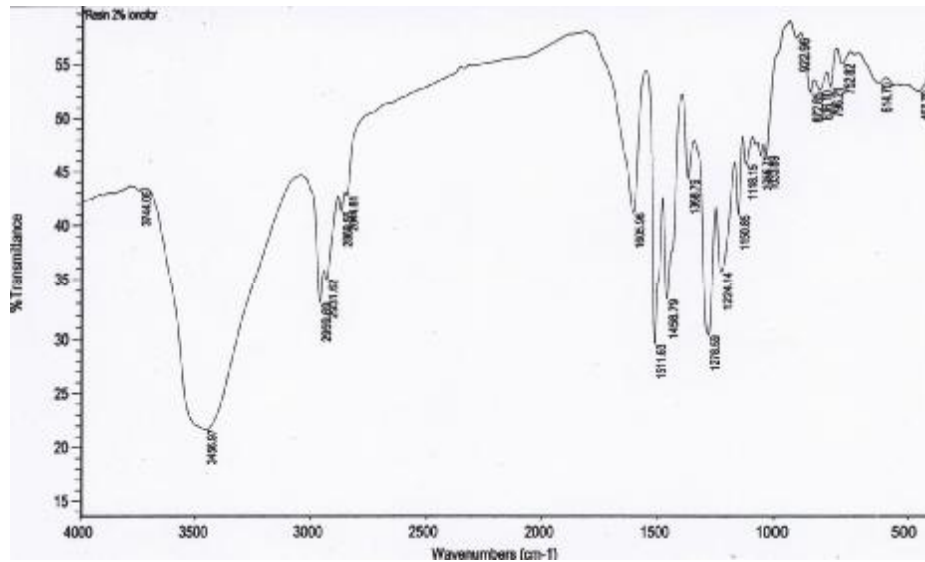


Gambar 36. Kemungkinan Ikatan Hidrogen antara Kopoli(eugenol-DVB) dengan Ionofor

1. Analisis kopoli(eugenol-DVB) terimpregnasi Ionofor menggunakan Spektroskopi FT-IR

Spektra FT-IR kopoli(eugenol-DVB) terimpregnasi ionofor menunjukkan adanya serapan gabungan antara serapan kopoli(eugenol-DVB) dan serapan ionofor seperti terlihat pada Gambar 37.

Perbandingan serapan kopoli(eugenol-DVB), Ionofor, dan kopoli(eugenol-DVB) terimpregnasi Ionofor disajikan dalam Tabel 9.



Gambar 37. Spektra FT-IR Kopoli(eugenol-DVB) Terimpregnasi Ionofor

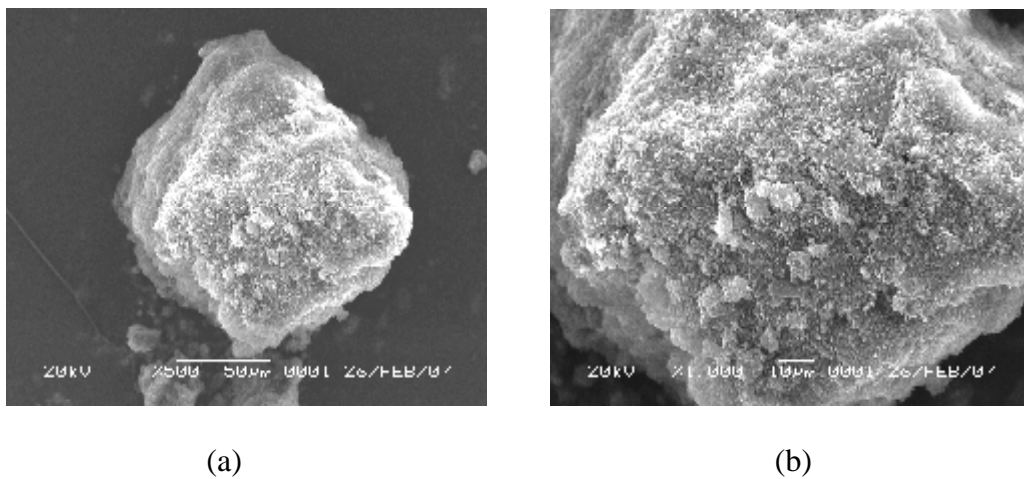
Tabel 9. Perbandingan Spektra FT-IR antara Kopoli(eugenol-DVB), Ionofor, dan Kopoli(eugenol-DVB) Terimpregnasi Ionofor.

Kopoli(eugenol-DVB) (cm ⁻¹)	Ionofor (cm ⁻¹)	Kopoli(eugenol-DVB) – ionofor (cm ⁻¹)	Keterangan
3440,8	3453,3	3457	Serapan –OH
2931 ; 2958	-	2959,7 ; 2931,6	Gugus –CH aromatik (sp ²)
2869 ; 2842	-	2869,5 ; 2844,8	Gugus –Csp ³ -H stretching
1604,7 ; 1512,1	1629,7 1574,3	1605,9 ; 1511,6	Gugus –C = C– aromatik
-	1468,0	1456,8	Serapan –N=N–
-	1372,1	1368,8	Serapan C–N aromatik
1272,9	-	1278,6	Gugus Eter (C–O–C)

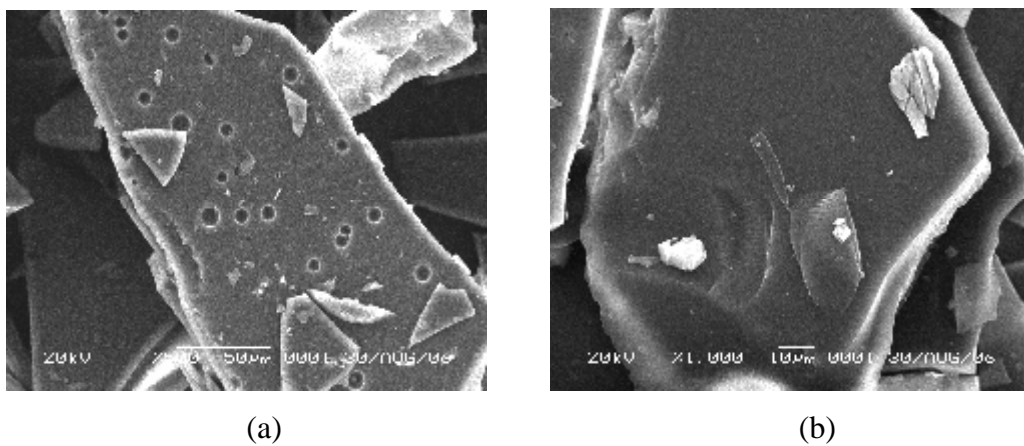
Adanya pergeseran serapan dan munculnya kedua serapan kopoli(eugenol-DVB) dan ionofor pada spektra kopoli(eugenol-DVB) terimpregnasi ionofor menunjukkan kemungkinan impregnasi telah terjadi, oleh karena itu dilakukan karakterisasi lebih lanjut dengan SEM.

2. Analisis kopoli(eugenol-DVB) terimpregnasi Ionofor menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM)

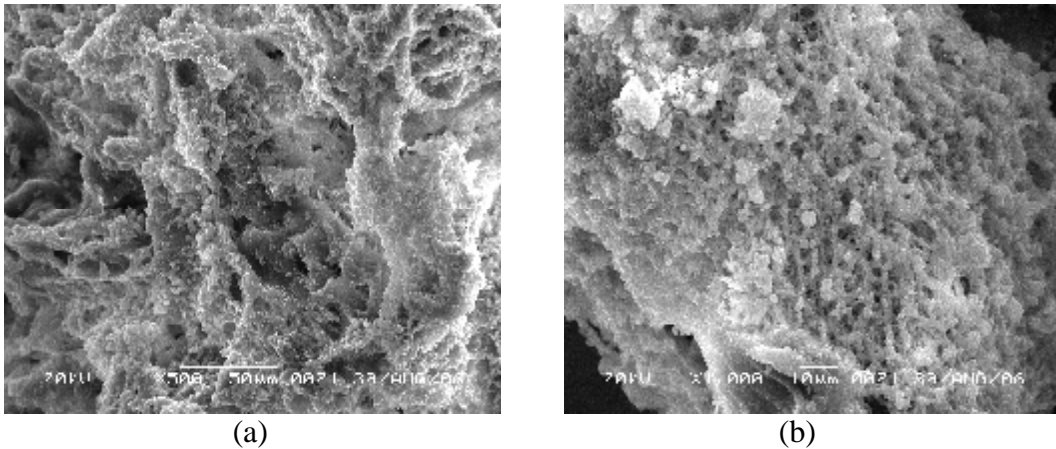
Morfologi kopoli(eugenol-DVB) sebelum dan sesudah impregnasi dikarakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) seperti ditunjukkan pada Gambar 39 dan Gambar 40, sedangkan morfologi Ionofor ditunjukkan pada Gambar 38.



Gambar 38. Hasil SEM Ionofor (a). Perbesaran 500x (b). Perbesaran 1000x



Gambar 39. Hasil SEM Kopoli(eugenol-DVB) (a). Perbesaran 500x (b). Perbesaran 1000x



Gambar 40. Hasil SEM Kopoli(eugenol-DVB) Terimpregnasi Ionofor
(a). Perbesaran 500x (b). Perbesaran 1000x

Tekstur kopoli(eugenol-DVB) berbentuk *slice* (lembaran) dengan sedikit pori yang terlihat. Oleh karena itu, dimungkinkan kation yang terjebak pada pori resin kopoli(eugenol-DVB) juga sedikit. Ionofor diimpregnasikan terhadap kopoli(eugenol-DVB) untuk memperoleh resin yang diharapkan lebih efektif.

Hasil SEM kopoli(eugenol-DVB) terimpregnasi ionofor menunjukkan adanya pori yang lebih banyak, sehingga diharapkan selain terjadi ikatan dengan gugus $-OH$ pada kopoli(eugenol-DVB) dan ionofor, kation yang mempunyai jari-jari mendekati ukuran pori akan terjebak didalamnya. Hal ini dapat menyebabkan ion yang tertukar diharapkan juga semakin banyak.

Perbedaan morfologi kopoli(eugenol-DVB), ionofor dan kopoli(eugenol-DVB) terimpregnasi ionofor menunjukkan telah terjadi proses impregnasi kopoli(eugenol-DVB) dengan Ionofor.

Pada penelitian ini diperoleh kopoli(eugenol-DVB) terimpregnasi ionofor berbentuk serbuk, warna merah bata dan dengan rendemen 73,973 %. Perhitungan rendemen disajikan pada Lampiran 5.

BAB V.

KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

3. Ionofor, 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena dapat disintesis dari 2-amino-4-klorofenol dan resorsinol melalui reaksi diazotasi menghasilkan serbuk berwarna coklat tua dengan rendemen 75,65 %.
4. Kopolimer(eugenol-DVB) hasil sintesis dapat dimodifikasi dengan cara impregnasi dengan ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena menghasilkan senyawa berwarna merah bata dengan rendemen 73,973 %.

B. Saran

1. Modifikasi polimer dari bahan alam dengan menggunakan ionofor yang lain untuk memperoleh resin yang selektif.
2. Perlu dilakukan uji penukar kation terhadap resin hasil sintesis untuk mengetahui kapasitas pertukaran.

DAFTAR PUSTAKA

- Amiet, G.R., Farrell, J.R., Iles, P.J., and Sands, T.J. 2001. *An Optode for the Determination of Copper, Based on 4-Decyloxy -2 -(2-pyridylazo) -1-naphthol Immobilized in Poly(vinylchloride)*. Aust. J. Chem, No. 54, 27-30.
- Andrea, E.H. and Pinnel, R.P. 1989. *Sufonation of Polystyrene*, Vol 66, No 07. Juli, 613-619.
- Anggraeni, B. 1998. *Polimerisasi Eugenol dengan Katalis Kompleks $BF_3O(C_2H_5)_2$ dan Pemakaian Polieugenol sebagai Katalis Transfer Fasa*. Skripsi. FMIPA Universitas Gajah Mada : Yogyakarta.
- Billmeyer, Jr. F.W . 1984. *Textbook of Polymer Science, 3th Edition*. John Willey and Sons : New York.
- Bovey, F. A. and Winslow, F. H . 1979. *Macromolecules An Introduction to Polymer Science*. Academic Press : New York.
- Cowd, M.A. 1991. *Kimia Polimer*. Terjemahan Harry Firman. ITB : Bandung.
- Edioloegito, W. 2005. *Pengaruh pH terhadap Kinerja ESI $H_2PO_4^-$ Menggunakan Membran Berpendukung PVC dengan Aliquat 336*. Seminar Nasional FMIPA UI Depok.
- Elias, H . 1997. *An Introduction to Polymer Science*. VCH Weinheim : Germany.
- Fessenden, R.J. and Fessenden J.S. 1992. *Kimia Organik edisi ketiga*. Terjemahan Pudjaatmaka, A.H. Erlangga : Jakarta.
- Fuse, Y., Yamada, T., and Yamada, E. 2004. *Preconcentration of Trace Aluminum from Environmental Water Samples with 5'-Chloro-5-dodecyl-2,4,2'-trihydroxyazobenzene Impregnated Macroporous Resin*. Analytical Sciences Vol. 20, 177.
- Haines,P.J. 2002. *Principle of Thermal Analysis and Calorimetry*. Royal Society of Chemistry : Cambridge,UK.
- Handayani, D.S. 1999. *Sintesis Poli(Eugenol-Sulfonat) dan Aplikasinya sebagai Katalis Asam Reaksi Siklisasi Sitronelal*. Tesis. FMIPA Universitas Gajah Mada : Yogyakarta.
- Handayani, W. 1998. *Polimerisasi Kationik Eugenol dan Sifat Pertukaran Kation Poligaramnya*. Tesis. FMIPA Universitas Gajah Mada : Yogyakarta.

- Handayani, D.S dan Kusumaningsih, T. 2003. *Sintesis Kopolimer (Eugenol Sulfonat) - DVB sebagai Resin Penukar Kation yang Efektif*. Laporan Kegiatan. FMIPA Universitas Sebelas Maret : Surakarta.
- Handayani, D.S. dan Martini, T. 2005. *Sintesis Turunan Asam Poli(Eugenil Oksi Karboksilat) dan Aplikasinya untuk Pengembangan Metode Recovery Logam dengan Transport Membran Cair*. Laporan Penelitian. FMIPA Universitas Sebelas Maret : Surakarta.
- Hart .2003. *Kimia Organik Edisi 11*. Terjemahan Suminar Setiadi Achmadi. Erlangga : Jakarta.
- Hornback, J.M. 1998. *Organic Chemistry*. Brooks Cole Publishing Company : USA.
- Howard, P. H. and Meyland, W. M. 1997. *Physical Properties of Organic Chemical*. Lewis Publisher, Boca Raton : New York.
- Lee, H.K., Yeo, H., Park, D.H. and Jeon, S. 2003. *Synthesis of Azo-functionalized Calix[4]arenes and Its Application to Chloride-selective Electrode as Ionophores*. Bull. Korean Chem. Soc. Vol. 24 No. 12, 1737.
- Morgan, D.L., Mahler, J.F., Wilson, R.E., Moorman, M.P., Herman C.P., Jr., and O'Connor, R.W. 1997. *Toxicity of Divinylbenzene-55 for B6C3F1 Mice in a Two-Week Inhalation Study*. Fundamental and Applied Toxicology 39, 89 – 100 Article No. FA972362.
- Morrison, R.T and Boyd, R.M. 1992. *Organic Chemistry 6th Edition*. Prentice Hall Inc. : New Jersey.
- New Jersey Department of Health and Senior Services. 2001. *Divinyl Benzene*. CAS Number: 1321-74-0. New Jersey.
<http://www.state.nj.us/health/eoh/odisweb/> diakses tanggal 3 Agustus 2006.
- Nicholson, J.W. 1997. *The Chemistry of Polymers 2nd Edition*. The Royal Society of Chemistry : Cambridge, UK.
- Odian, G. 1991. *Principles of polymerization*. John Wiley & Sons Inc. : USA
- Rastuti, U. 1998. *Pengaruh Media pada Polimerisasi Eugenol dengan Katalis Asam Sulfat Pekat dan Sintesis Polielektrolit*. Skripsi. FMIPA Universitas Gajah Mada : Yogyakarta.
- Rempp, P and Merrill, E.W. 1991. *Polymer Synthesis 2nd Revised Edition*. Hüthig and Wepf. : New York.

- Rudin, A. 1999. *The Element of Polymer Science and Engineering*. Academic Press : New York.
- Sastrohamidjojo, H . 1981. *Study of some Indonesian Essential Oils*. Disertasi. FMIPA Universitas Gajah Mada : Yogyakarta.
- Sastrohamidjojo, H .2002. *Kimia Minyak Atsiri*. FMIPA Universitas Gajah Mada : Yogyakarta.
- Setyowati, L. 1999. *Pengaruh Penambahan Divinil Benzena (DVB) pada Kopolimerisasi Kationik Eugenol-DVB dan Sifat Pertukaran Kation Kopoligaramnya*. Tesis. FMIPA Universitas Gajah Mada : Yogyakarta.
- Silverstein, R.M , Bassler, G.C., and Morrill,T.C. 1991. *Spectrometric Identification of Organic Compounds 5th Edition*. John Willey and Sons Inc. : United States.
- Sime, R. J. 1990. *Physical Chemistry , Method, Techniques, and Experiments*. Sounders College Publishing : Philadelphia.
- Stanley. 1988. *Kimia Organik* .Terjemahan Roehyati Joedodibroto, Susanti W. dan Purbo Hadiwidjojo, Jilid 2. ITB : Bandung.
- Stevens, M.P. 2001. *Kimia Polimer Edisi I*. Terjemahan Iis Sopyan. Pradnya Paramita, Jakarta.
- Sudjadi,M.S., Apt. 1985. *Penentuan Struktur Senyawa Organik*. Ghalia Indonesia : Jakarta Timur.
- Syahputra, R. 2002. *Sintesis Butan-1,4-diil[Bis(Kloroetanoat)] dan Pemanfaatannya sebagai Ionofor pada Membran Elektroda Selektif Ion Ammonium*. Tesis. FMIPA Universitas Gajah Mada : Yogyakarta.
- The Dow Chemical Company. 1995. *DVB-Divinyl Benzene – Product Properties*.
- Van der Maarel, J.R.C. 1996. *Structure and Charge Distribution in Poly(Styrene-Sulfonat) Ion Exchange Resins*. American chemical Society, Vol 29, No 06, 2039-2045.
- Wade, L.G. Jr. 1999. *Organic Chemistry 4th Edition*. Prentice Hall Inc. : New Jersey.
- Wahab,A.W., Bukhari, Upe,A., dan Jalaluddin, M.N . 2005. *Pengaruh Komposisi Membran Berpendukung PVC terhadap Kinerja Metode Selektif Ion (ESI) Hg(II) menggunakan Ionofor DBA₂18C₆*. FMIPA Universitas Hassanudin : Makassar.

Wibowo, A.H. 2001. *Sintesis 1,4-Dibenziloksi Butana dan 1,4-Butilen Glikol Dibenzoat untuk Komponen Elektroda Selektif Ion Amonium*. Tesis. FMIPA Universitas Gajah Mada : Yogyakarta.

<http://www.chemicaland21.com> diakses tanggal 4 September 2006.

<http://www.gfschemicals.com> diakses tanggal 4 September 2006.

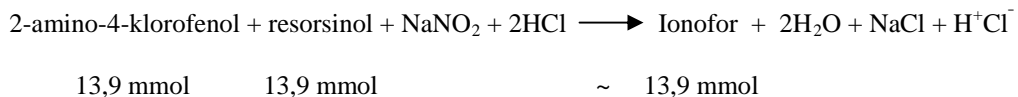
<http://www.organic-chemistry.org/reactions> diakses tanggal 4 September 2006.

**Lampiran 1. Perhitungan Rendemen Ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazo
benzena**

2-amino-4-klorofenol = 2 gram

Resorsinol = 1,529 gram

Reaksi umum :



Ionofor yang seharusnya terbentuk = 13,9 mmol x 270,5 g/mol

$$= 3759,95 \text{ mg}$$

$$\approx 3,76 \text{ g}$$

Ionofor hasil sintesis = 2,8445 g

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{\text{Ionofor hasil sintesis}}{\text{Ionofor yang seharusnya diperoleh}} \times 100\%$$

$$= \frac{2,8445 \text{ g}}{3,76 \text{ g}} \times 100\%$$

$$= 75,65 \%$$

Lampiran 2. Perhitungan % Berat Kopolimer (eugenol - DVB)

$$\% \text{ Kopolimer} = \frac{\text{Kopolimer yang diperoleh}}{\text{Monomer yang ditambahkan}} \times 100\%$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Kopolimer} &= \frac{8,779 \text{ g}}{10 \text{ g} + 0,2 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 86,086 \% \end{aligned}$$

Lampiran 3. Perhitungan Berat Molekul Relatif Kopoli(eugenol-DVB)

a. Persamaan yang digunakan:

$$h_r = \frac{h}{h_o} = \frac{t}{t_o} \quad (1)$$

$$h_{sp} = \frac{h - h_o}{h_o} = \frac{t - t_o}{t_o} = \eta_r - 1 \quad (2)$$

$$\frac{h_{sp}}{C} = [\eta]_i + k'[\eta]_i^2 C \quad (3)$$

Dimana :

η_r = viskositas relatif

η = viskositas Kopoli(asam eugenil oksiasetat-DVB)

η_o = viskositas kloroform

t = waktu alir rata-rata Kopoli(asam eugenil oksiasetat-DVB)

t_o = waktu alir kloroform

η_{sp} = viskositas spesifik

$[\eta]_i$ = viskositas intrinsik

k' = konstanta

b. Penentuan Berat Molekul Relatif Kopoli(eugenol-DVB)

Dari persamaan (3) diperoleh nilai $[\eta]_i$ sebagai intersep. Dengan memasukkan nilai $[\eta]_i$ dalam persamaan Mark-Houwink (persamaan (4)) akan diperoleh nilai Berat Molekul Relatif (M_v).

Persamaan Mark-Houwink :

$$[\eta]_i = k' M_v^a \quad (4), \text{ dimana :}$$

$[\eta]_i$ = viskositas intrinsik

M_v = berat molekul relatif Kopoli(eugenol-DVB)

k' = 11×10^{-3}

a = 0,725

$$[\eta]_i = k' M_v^a$$

$$33,559 = (11 \times 10^{-3}) M_v^{0,725}$$

$$M_v = 63986$$

Jadi diperoleh Berat Molekul rata-rata viskositas Kopolimer (eugenol-DVB) sebesar 63986.

Lampiran 4. Perhitungan Derajat Polimerisasi Kopoli(eugenol-DVB)

$$\text{Derajat Polimerisasi (DP)} = \frac{\text{BM}_{\text{Kopolimer}}}{\text{BM}_{\text{Monomer rata-rata}}}$$

$$\text{BM}_{\text{Monomer rata-rata}} = \frac{\text{BM}_{\text{eugenol}} + \text{BM}_{\text{DVB}}}{2}$$

$$= \frac{164,20 + 132,106}{2}$$

$$= 148,153$$

$$\text{DP} = \frac{63986}{148,153} = 431,89784$$
$$\approx 432$$

Lampiran 5. Perhitungan % Berat Kopoli(eugenol-DVB) Terimpregnasi Ionofor.

Kopoli(eugenol-DVB) = 7 gram

Ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena = 0,4 gram

Resin yang diperoleh

$$\% \text{ Berat} = \frac{\text{Resin yang diperoleh}}{\text{Senyawa yang ditambahkan}} \times 100\%$$

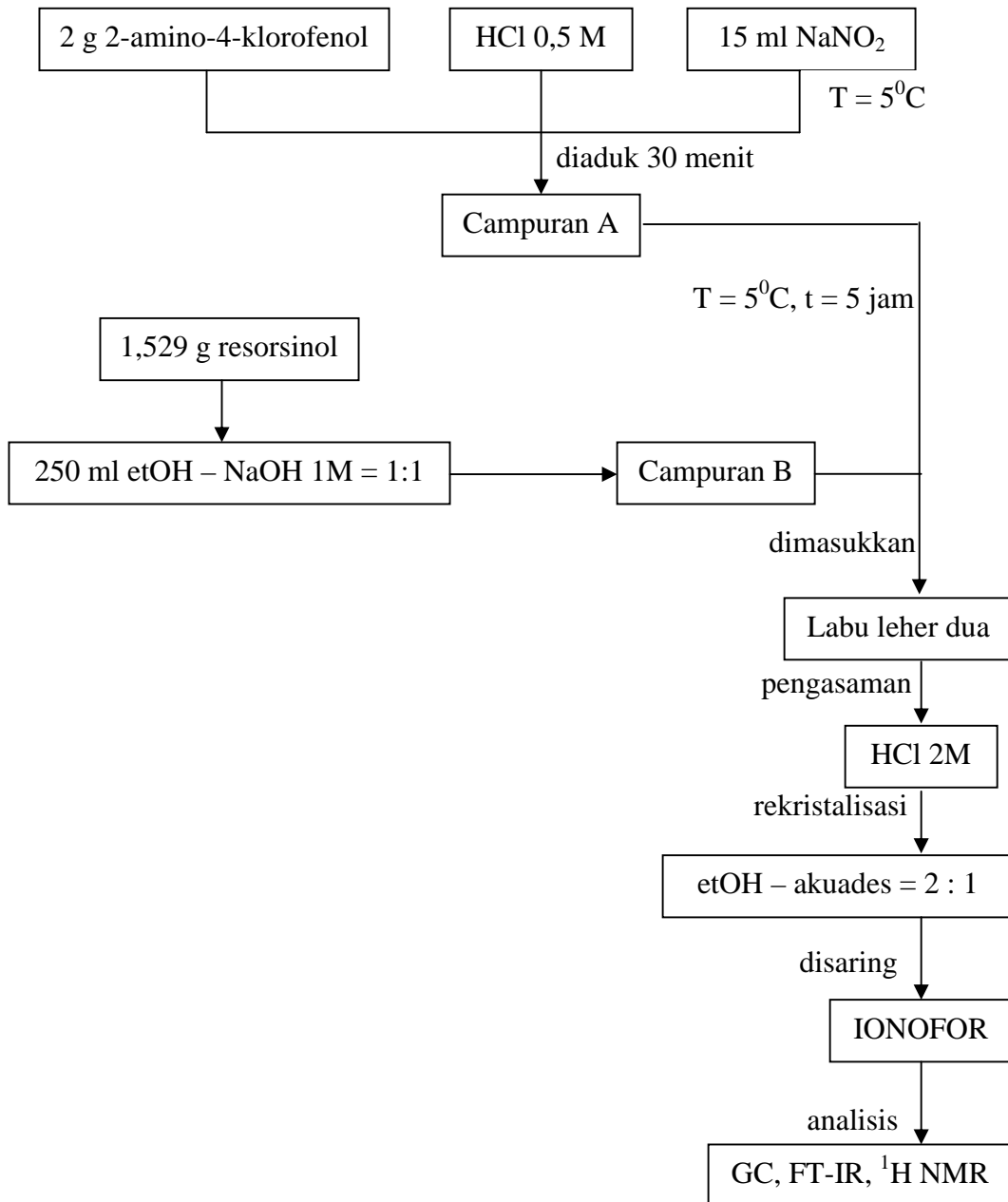
5,474 gram

$$= \frac{5,474 \text{ gram}}{(7 + 0,4) \text{ gram}} \times 100\%$$

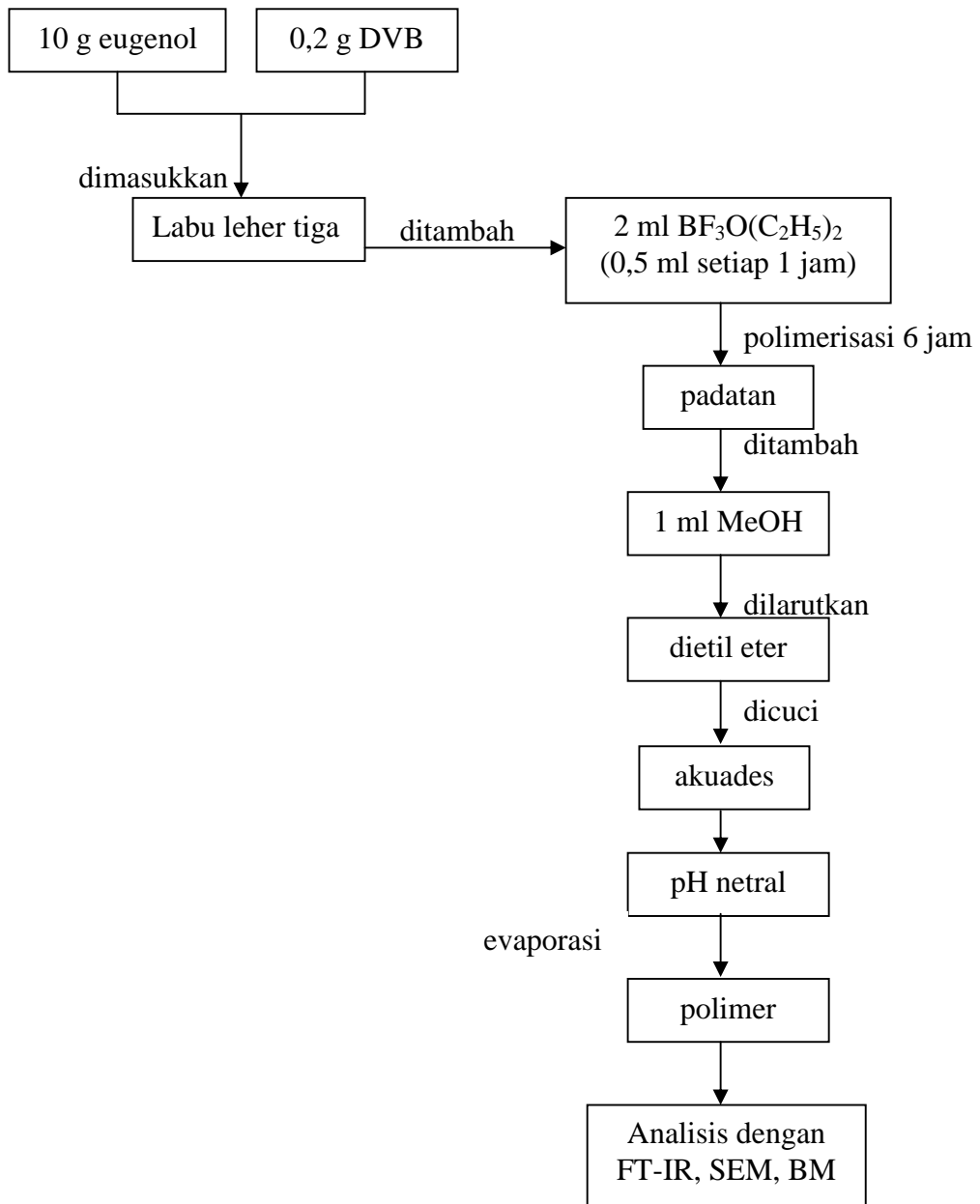
(7 + 0,4) gram

$$= 73,973 \%$$

Lampiran 6. Diagram Alir Sintesis Ionofor 5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazo benzena



Lampiran 7. Diagram Alir Kopolimerisasi Kopoli(eugenol-DVB)



**Lampiran 8. Diagram Alir Impregnasi Kopolimer(eugenol-DVB) dengan Ionofor
5'-kloro-2,4,2'-trihidroksiazobenzena**

