

**SINTESIS SERAT RAYON-CO-NBA-GRAFT-  
(GMA-DEA)<sup>+</sup>Cl<sup>-</sup> SEBAGAI PENUKAR ANION**

Oleh:

**WIDYA PUSPANTARI**

**0305030654**



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**DEPARTEMEN KIMIA**

**DEPOK**

**2009**

**SINTESIS SERAT RAYON-CO-NBA-GRAFT-  
(GMA-DEA)<sup>+</sup>Cl<sup>-</sup> SEBAGAI PENUKAR ANION**

**Skripsi ini diajukan sebagai salah satu syarat  
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains**

**Oleh:**

**WIDYA PUSPANTARI**

**0305030654**



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**DEPARTEMEN KIMIA**

**DEPOK**

**2009**

## LEMBAR PENGESAHAN

**SKRIPSI : SINTESIS SERAT RAYON-CO-NBA-GRAFT-  
(GMA-DEA)<sup>+</sup>Cl<sup>-</sup> SEBAGAI PENUKAR ANION**

**NAMA : WIDYA PUSPANTARI**

**NPM : 0305030654**

**SKRIPSI INI TELAH DIPERIKSA DAN DISETUJUI**

**DEPOK, DESEMBER 2009**

**Prof. Dr. ENDANG ASIJATI, M.Sc**

**Dr. ASEP SAEFUMILLAH, M.Si**

**PEMBIMBING I**

**PEMBIMBING II**

**Tanggal lulus sidang sarjana :**

**Penguji I : Drs. Riswiyanto, M.Si.....**

**Penguji II : Dr. Helmiyati.....**

**Penguji III : Drs. Sunardi, M.Si.....**

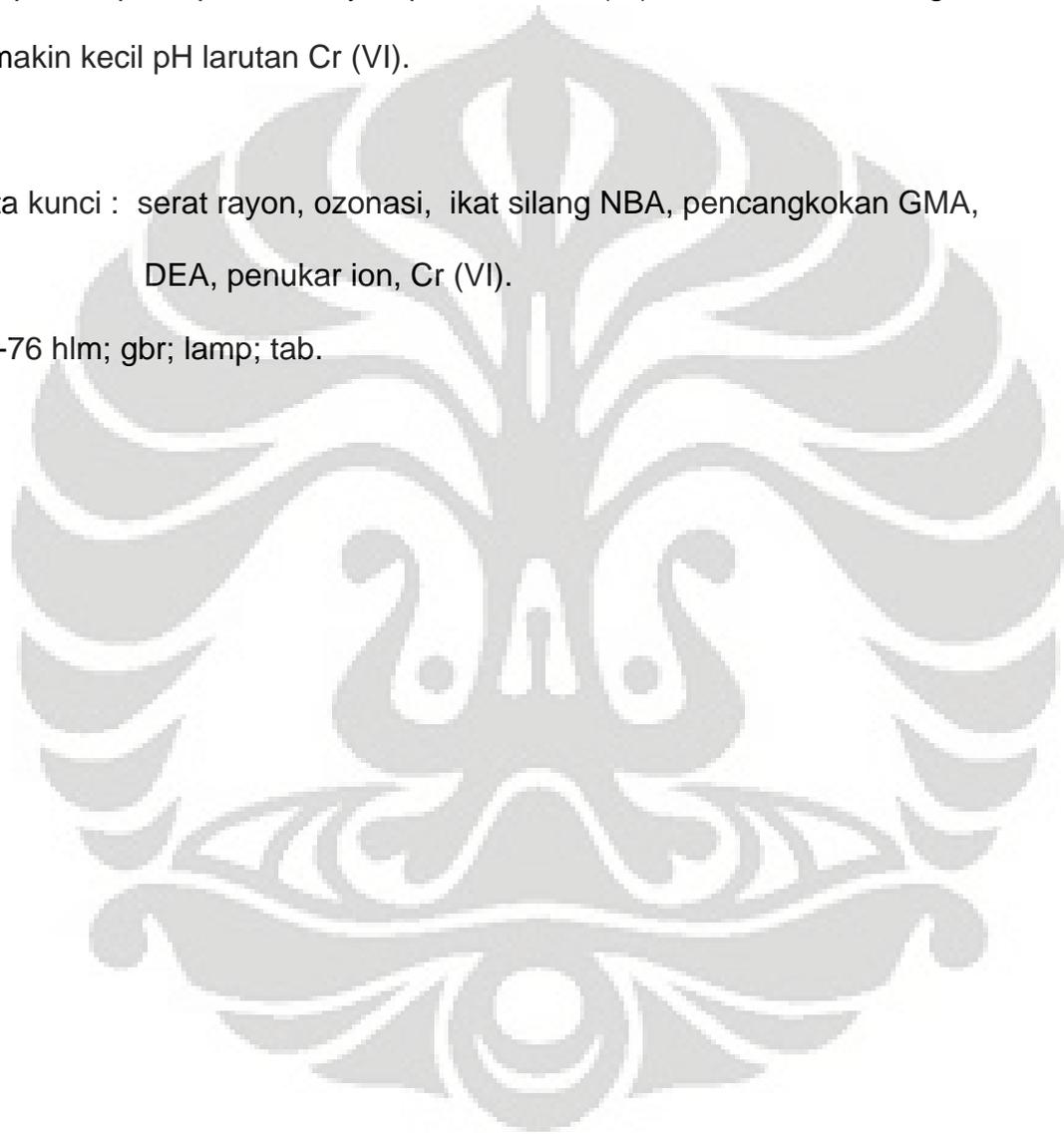
## ABSTRAK

Pencemaran logam berat seperti logam kromium merupakan pencemaran yang membahayakan masyarakat, karena sifatnya yang dapat terakumulasi dalam rantai makanan. Pengolahan limbah tersebut dapat ditanggulangi dengan proses adsorpsi pada suatu penukar kation atau anion. Penelitian ini bertujuan untuk membuat suatu serat penukar anion berbahan dasar serat rayon. Modifikasi serat dilakukan dengan metode kopolimer cangkok monomer dengan teknik ozonasi. Ozonasi dilakukan untuk menginisiasi pembentukan radikal pada proses pencangkakan agen pengikat silang N,N-Metilendiakrilamida (NBA) dan monomer *precursor* Glisidil Metakrilat (GMA) dalam media gas N<sub>2</sub>. Pencangkakan agen pengikat silang NBA dilakukan pada berbagai waktu ozonasi dan reaksi. Pengaruh pelarut pada pencangkakan GMA dipelajari pada berbagai perbandingan metanol :air, dan selanjutnya pencangkakan GMA dilakukan pada berbagai waktu ozonasi dan reaksi. Selanjutnya GMA direaksikan dengan DEA pada berbagai suhu, konsentrasi, dan waktu reaksi untuk menghasilkan serat rayon-*co*-NBA-*graft*-(GMA-DEA)<sup>+</sup>Cl<sup>-</sup>. Karakterisasi serat rayon termodifikasi dilakukan dengan FT-IR dan sifat pertukaran anionnya dipelajari dengan larutan NaNO<sub>3</sub> serta menentukan koefisien distribusi (Kd) penyerapannya terhadap ion Cr (VI) pada berbagai pH. Hasil uji FT-IR menunjukkan puncak serapan pada 1527,62 cm<sup>-1</sup>, menunjukkan adanya gugus amida sekunder dari NBA. Puncak serapan pada 1726,29 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya serapan rentangan

C=O ester dari GMA. Puncak serapan pada  $2715,6 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya ikatan  $-\text{CH}_2\text{-NHR}_2$  dari DEA. Serat rayon termodifikasi dapat menukar ion  $\text{Cl}^-$  dengan ion Cr (VI). Nilai Kd terhadap Cr (VI) tertinggi didapatkan pada pH 2. Penyerapan anion Cr (VI) semakin besar dengan semakin kecil pH larutan Cr (VI).

Kata kunci : serat rayon, ozonasi, ikat silang NBA, pencangkakan GMA, DEA, penukar ion, Cr (VI).

Xii+76 hlm; gbr; lamp; tab.



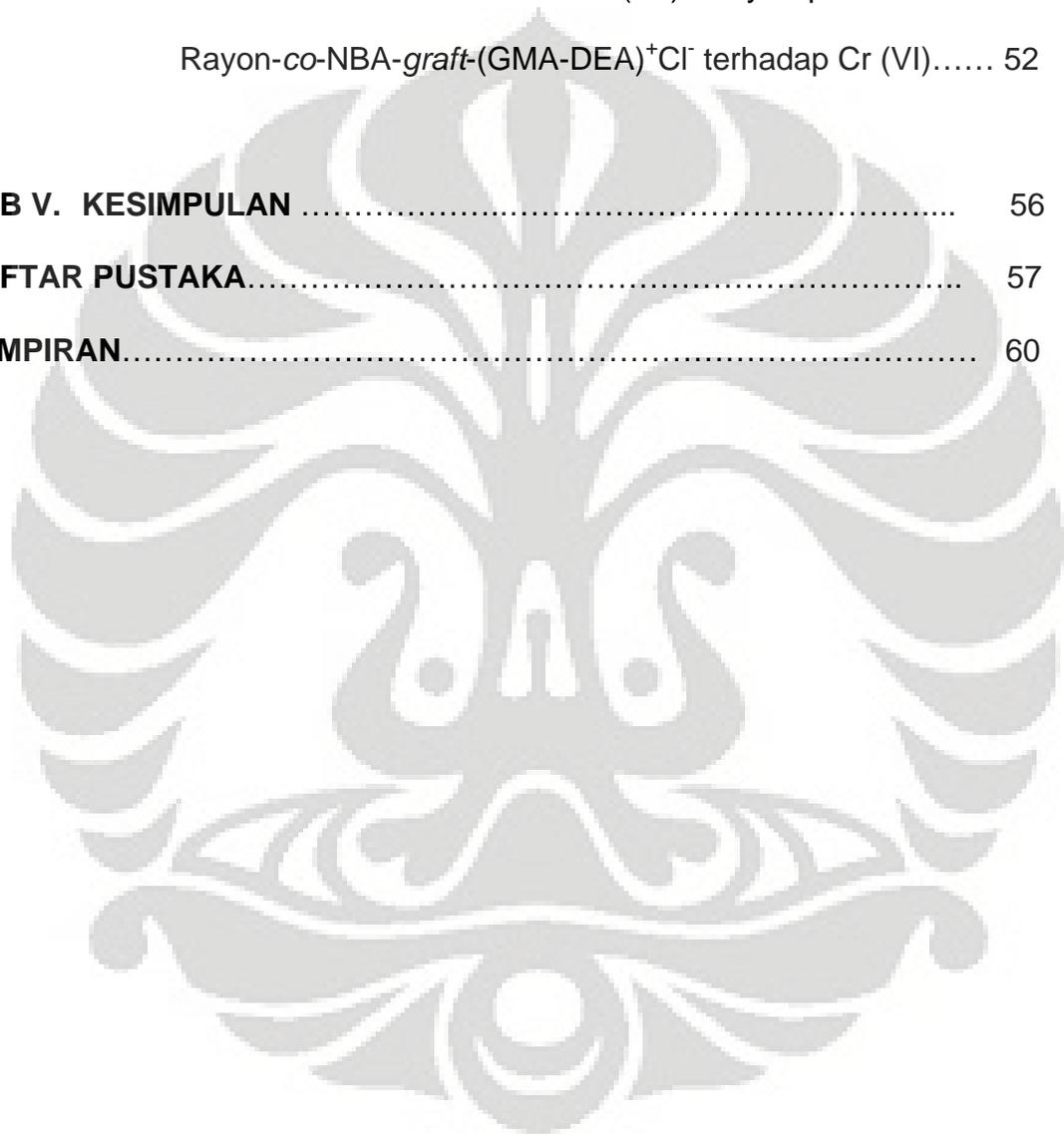
## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	i
<b>ABSTRAK</b> .....	iii
<b>DAFTAR ISI</b> .....	v
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	ix
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	x
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xi
<b>BAB I. PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1 Latar belakang.....	1
1.2 Tujuan penelitian.....	5
<b>BAB II. TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	6
2.1. Modifikasi Selulosa .....	6
2.2. Ikat Silang.....	8
2.3. Kopolimerisasi Cangkok.....	9
2.4. Pertukaran Ion.....	10
2.5. Ozon.....	12
2.6. Glisidil Metakrilat (GMA).....	13
2.7. Kopolimerisasi cangkok GMA.....	14
2.8. Dietilamin (DEA).....	15

2.9. Logam Kromium.....	15
2.10. <i>Fourier Transform Infrared</i> (FT-IR).....	17
2.11. Spektroskopi Serapan Atom.....	18
<b>BAB III. METODE PENELITIAN.....</b>	<b>20</b>
3.1. Peralatan.....	20
3.2. Bahan.....	22
3.3. Prosedur Percobaan.....	22
3.3.1. Pembuatan Larutan Monomer.....	22
3.3.2. Penyiapan Serat Rayon.....	23
3.3.3. Kalibrasi Ozonisator.....	23
3.3.4. Pengujian Efisiensi Penyerapan Ozon.....	24
3.3.5. Homogenitas Reaksi Ikat Silang.....	24
3.3.6. Teknik Kopolimerisasi Cangkok dan Ikat Silang.....	24
3.3.7. Reaksi Ikat Silang NBA.....	25
3.3.8. Uji Ketahanan Serat-co-NBA terhadap Asam dan Basa.....	25
3.3.9. Pencangkokan GMA pada Serat Rayon-co- NBA.....	26
3.3.10. Reaksi Dietilamin (DEA) pada Rayon-co-NBA- <i>graft</i> -(GMA).....	26
3.3.11. Karakterisasi.....	27

3.3.11.1. Penentuan Pengembangan Serat Rayon....	27
3.3.11.2. Pengujian Proses Pertukaran Anion.....	27
3.3.11.3. Pengujian Gugus Fungsi dengan FTIR ...	28
3.3.12. Penentuan Koefisien Distribusi pada Serat	
Rayon-co-NBA-graft-(GMA-DEA) <sup>+</sup> Cl <sup>-</sup> terhadap	
Cr (VI) .....	28
<b>BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>29</b>
4.1. Kalibrasi Ozonisator.....	30
4.1.1. Penentuan Berat Ozon yang Dihasilkan .....	30
4.1.2. Pengujian Efisiensi Penyerapan Ozon .....	34
4.2. Teknik Kopolimerisasi Cangkok dan Ikatan Silang.....	37
4.3. Homogenitas Reaksi Ikatan Silang.....	38
4.4. Reaksi Ikatan Silang oleh NBA.....	39
4.5. Uji Ketahanan Serat Terikat Silang NBA terhadap Asam dan	
Basa.....	42
4.6. Pengaruh Komposisi Campuran Pelarut (metanol:air)	
pada Proses Pencangkokan GMA .....	43
4.7. Reaksi Serat Rayon-co-NBA-graft-GMA dengan DEA .....	46
4.7.1. Hubungan Konsentrasi DEA .....	46
4.7.2. Pengaruh Konsentrasi, Suhu dan Waktu Reaksi	
DEA dengan .....	47
4.8. Karakterisasi .....	53

4.8.1. Pengembangan Serat Rayon .....	49
4.8.2. Pengujian Proses Pertukaran Anion .....	51
4.8.3. Analisis dengan FTIR.....	51
4.9. Penentuan Koefisien Distribusi (Kd) Penyerapan Serat Rayon-co-NBA-graft-(GMA-DEA) <sup>+</sup> Cl <sup>-</sup> terhadap Cr (VI).....	52
<b>BAB V. KESIMPULAN .....</b>	<b>56</b>
<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>	<b>57</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>60</b>



## KATA PENGANTAR

Assalammualaikum Wr.Wb

Bismillahirrahmannirrahim

Dengan Nama Allah Yang Maha Pengasih dan Maha Penyayang

Alhamdulillahirabbilamlamin. Segala puji bagi Allah, Rabb semesta alam. Semoga rahmat dan kesejahteraan senantiasa dilimpahkan oleh Allah atas insan mulia Rasulullah Muhammad SAW, keluarga, sahabat, dan para pengikutnya. Teriring rasa syukur kehadiran Allah SWT, atas rahmat dan nikmatNya sehingga penelitian dan penyusunan karya utama sarjana kimia ini dapat diselesaikan dengan baik.

Terimakasih kepada Ibu Prof. Endang Asijati, M.Sc selaku pembimbing pertama penelitian atas kesabaran, arahan, dan bantuannya. Kepada Bapak Dr. Asep Saefumillah, M.Si atas saran dan bantuannya selaku pembimbing kedua. Penulis juga berterimakasih kepada Bapak Dr.Ridhla Bakri,M.Phil selaku ketua departemen, Bapak Jarnuzi, M.Sc selaku pembimbing akademik atas saran dan arahnya, dan seluruh dosen yang telah mengajarkan ilmu dan wawasannya.

Penulis juga mengucapkan terimakasih kepada Ibu dan Bapak atas doa, semangat, kesabaran, dan arahnya. Kepada Mas Singgih dan Mba' Novi atas doa dan dukungannya, adikku Trio atas keceriaan dan candanya.

Kepada sahabat-sahabatku Retno, DianEka, Iren, Golda, Ersi, Siti, Omi, Nurul, Emil, Camelia, Nisa, Septiasih, Meta, Alex, Trijan dan Purnama atas kesediannya berbagi cerita, canda, tawa, dan dukungannya. Mba' neni, Mba'Vira, Mba'Ani, Mba' Dian, Kak Iman dan Kak Atika atas kesediannya berbagi ilmu dan pengalaman. Kepada teman-teman angkatan 2005, 2006, 2007, 2008 dan 2009 atas senyum dan sapanya. Kepada Pak Heidi, Mba' Ina, Mba' Cucu, Pak Sutrisno, Pak Marji, Pak Hadi, Pak Kiri, Pak Soleh, Pak Amin atas segala bantuannya.

Tak terlukis dengan kata-kata atas semua bantuan yang telah diberikan. Semoga Allah SWT membalasnya dengan kebaikan yang lebih baik lagi. Penulis menyadari didalam skripsi ini masih banyak kekurangan, oleh karena itu saran dan kritik penulis harapkan demi perbaikan skripsi ini. Wassalamualikum Wr.Wb.

Depok, Desember 2009

Penulis

## KATA PENGANTAR

Assalammualaikum Wr.Wb

Bismillahirrahmannirrahim

Dengan Nama Allah Yang Maha Pengasih dan Maha Penyayang

Alhamdulillahirabbilamlamin. Segala puji bagi Allah, Rabb semesta alam. Semoga rahmat dan kesejahteraan senantiasa dilimpahkan oleh Allah atas insan mulia Rasulullah Muhammad SAW, keluarga, sahabat, dan para pengikutnya. Teriring rasa syukur kehadiran Allah SWT, atas rahmat dan nikmatNya sehingga penelitian dan penyusunan karya utama sarjana kimia ini dapat diselesaikan dengan baik.

Terimakasih kepada Ibu Prof. Endang Asijati, M.Sc selaku pembimbing pertama penelitian atas kesabaran, arahan, dan bantuannya. Kepada Bapak Dr. Asep Saefumillah, M.Si atas saran dan bantuannya selaku pembimbing kedua. Penulis juga berterimakasih kepada Bapak Dr.Ridhla Bakri,M.Phil selaku ketua departemen, Bapak Jarnuzi, M.Sc selaku pembimbing akademik atas saran dan arahnya, dan seluruh dosen yang telah mengajarkan ilmu dan wawasannya.

Penulis juga mengucapkan terimakasih kepada Ibu dan Bapak atas doa, semangat, kesabaran, dan arahnya. Kepada Mas Singgih dan Mba' Novi atas doa dan dukungannya, adikku Trio atas keceriaan dan candanya.

Kepada sahabat-sahabatku Retno, DianEka, Iren, Golda, Ersi, Siti, Omi, Nurul, Emil, Camelia, Nisa, Septiasih, Meta, Alex, Trijan dan Purnama atas kesediannya berbagi cerita, canda, tawa, dan dukungannya. Mba' neni, Mba'Vira, Mba'Ani, Mba' Dian, Kak Iman dan Kak Atika atas kesediannya berbagi ilmu dan pengalaman. Kepada teman-teman angkatan 2005, 2006, 2007, 2008 dan 2009 atas senyum dan sapanya. Kepada Pak Heidi, Mba' Ina, Mba' Cucu, Pak Sutrisno, Pak Marji, Pak Hadi, Pak Kiri, Pak Soleh, Pak Amin atas segala bantuannya.

Tak terlukis dengan kata-kata atas semua bantuan yang telah diberikan. Semoga Allah SWT membalasnya dengan kebaikan yang lebih baik lagi. Penulis menyadari didalam skripsi ini masih banyak kekurangan, oleh karena itu saran dan kritik penulis harapkan demi perbaikan skripsi ini. Wassalamualikum Wr.Wb.

Depok, Desember 2009

Penulis

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Pencemaran yang diakibatkan oleh logam berat merupakan salah satu pencemaran yang disoroti oleh masyarakat. Pencemaran logam berat dapat berupa merkuri (Hg), kadmium (Cd), tembaga (Cu), kromium (Cr), timbal (Pb), seng (Zn), dan sebagainya. Keberadaan logam berat di lingkungan akan menyebabkan efek kronis karena terjadinya bioakumulasi. Bagi manusia, bioakumulasi ini perlu diwaspadai mengingat manusia adalah konsumen tertinggi dalam rantai makanan.<sup>1</sup> Pencemaran logam kromium di lingkungan terutama berasal dari limbah industri pewarnaan, fungisida dan pengawet kayu. Logam kromium dikategorikan berbahaya menurut tingkat oksidasinya. Kromium heksavalen lebih toksik dari kromium trivalen.<sup>2</sup>

Umumnya pengolahan limbah cair yang mengandung bahan berbahaya seperti logam berat adalah dengan pengolahan secara kimia. Pengolahan ini termasuk reaksi pengendapan, reaksi redoks (reduksi-oksidasi) ataupun dengan proses pertukaran ion. Pertukaran ion merupakan proses dimana suatu material dapat menukar ion-ion bermuatan positif maupun negatif dari suatu larutan dan melepaskan ion-ion bermuatan sejenis ke dalam larutan dalam jumlah yang setara. Melalui proses ini ion-ion logam berat yang ada didalam larutan, dapat ditukar dengan ion-ion yang terdapat

pada suatu penukar ion. Materi yang dapat melakukan proses pertukaran ion seperti ini diantaranya adalah zeolit dan resin.

Resin penukar ion merupakan adsorben yang cukup efektif untuk menyerap ion-ion dari larutan. Resin sintesis yang ada di pasaran diperoleh dari matriks polistiren dan divinilbenzen. Resin ini tidak ramah lingkungan karena sulit terdegradasi oleh alam.

Penggunaan selulosa sebagai matriks suatu penukar ion terutama berupa serat yang mempunyai keunggulan karena memiliki kapasitas pertukaran yang tinggi, dan kecepatan adsorpsi-desorpsi yang lebih tinggi dibandingkan dengan penukar ion sintesis yang berupa granular. Sifat-sifat ini disebabkan oleh daerah permukaan spesifik serat yang lebih luas, pemanfaatan selulosa sebagai matriks suatu penukar ion dapat dilakukan dengan memasukkan berbagai gugus fungsi pada unit-unit glukosanya. Berkembangnya berbagai teknik pencangkokan (*grafting*) memberi kemungkinan untuk memasukkan gugus-gugus fungsi pada rantai polimer untuk berbagai aplikasi diantaranya untuk membuat suatu penukar ion. Selektivitas pertukaran ion dipengaruhi oleh gugus fungsi yang dicangkokkan. Penggunaan selulosa sebagai matriks mempunyai keuntungan karena dapat didegradasi sehingga ramah lingkungan.

Serat rayon merupakan turunan dari selulosa yang merupakan polimer alam. Pemilihan serat rayon sebagai polimer dasar matriks suatu penukar ion karena melimpah, tidak mahal, bersifat *biodegradable* dan biopolimer yang dapat diperbaharui dengan sifat mekanik yang luar biasa.<sup>3</sup> Namun,

penggunaan dalam berbagai aplikasi membutuhkan modifikasi pada sifat kimia dan fisiknya. Salah satu penggunaannya adalah sebagai matriks penukar ion, dengan memasukkan gugus fungsi tertentu.

Kopolimerisasi cangkok GMA pada substrat polimer menguntungkan karena gugus epoksi GMA dapat dengan mudah dimodifikasi, termasuk fungsinya sebagai penukar ion dan adsorpsi gas beracun.<sup>4</sup> GMA berfungsi sebagai *precursor* yang menjembatani masuknya gugus fungsi amina, Asam Iminodiasetilamid (IDA), dan lain sebagainya. Dengan adanya ikatan rangkap vinil dan cincin epoksi pada GMA, kopolimerisasi cangkok terjadi pada ikatan rangkap tersebut. Pelarut yang digunakan untuk melarutkan GMA harus disesuaikan agar tidak dapat membuka cincin epoksi.

Pada penelitian sebelumnya, dilakukan reaksi pencangkakan Glisidil Metakrilat (GMA) dengan teknik ozonasi pada serat terikat silang N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) dan modifikasinya dengan Asam Iminodiasetat (IDA).<sup>5</sup> Reaksi pencangkakan GMA menggunakan pelarut 1,4-Dioksan yang kurang ekonomis, sehingga pada penelitian selanjutnya dilakukan reaksi pencangkakan GMA menggunakan variasi pelarut yang lebih ekonomis. Didapatkan reaksi pencangkakan GMA yang efisien menggunakan pelarut metanol:air (4:6), kemudian dimodifikasi dengan IDA dan dikarakterisasi sifat penukar ionnya dengan menentukan kapasitas penukar ion.<sup>6</sup>

Modifikasi selulosa dengan GMA menggunakan inisiator kimia  $H_2O_2$  dan reaksinya dengan etilamina (EA), dietilamina (DEA) dan trietilamina (TEA) telah dimanfaatkan sebagai serat penukar anion.<sup>7</sup>

Penggunaan inisiator kimia memiliki kelemahan, yaitu pembentukan radikal yang tidak spesifik dan dibatasi oleh konsentrasi dan kemurnian inisiator yang digunakan. Inisiator radiasi energi tinggi memerlukan biaya yang besar dan hasil radikalnya tidak terkontrol, sedangkan inisiator fotokimia radikal dapat dibuat secara spesifik pada ikatan tertentu, tetapi terbatas pada polimer yang memiliki gugus-gugus kromofor saja.<sup>8</sup> Teknik ozonasi dapat digunakan sebagai alternatif pembentukan gugus peroksida dan hidroperoksida yang lebih sederhana, dan memungkinkan dilakukannya pengontrolan kerapatan gugus aktif melalui pengaturan kondisi ozonasi pada permukaan serat rayon.

Pada penelitian ini, reaksi pencangkakan GMA pada serat rayon terikat silang NBA dilakukan melalui teknik ozonasi dan mereaksikannya dengan dietilamin (DEA). Serat rayon yang digunakan terlebih dahulu diperkuat melalui pencangkakan agen pengikat silang NBA, yang dilanjutkan dengan pencangkakan GMA. Percobaan dilakukan dengan memvariasikan waktu ozonasi dan waktu reaksi pencangkakan. Kopolimer cangkak yang dihasilkan, selanjutnya diuji sifat pengembangannya, ketahanan dalam kondisi asam dan basa, dan karakterisasi gugus fungsinya dan uji pengembangan. Kemampuan serat termodifikasi sebagai penukar anion dipelajari dengan menggunakan larutan  $\text{NO}_3^-$  dan  $\text{CrO}_4^{2-}$ .

## 1.2. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk menghasilkan serat rayon-*co*-NBA-*graft*-(GMA-DEA)<sup>+</sup>Cl<sup>-</sup> melalui teknik ozonasi yang tahan dalam kondisi asam dan basa, sehingga dapat digunakan sebagai suatu penukar anion. Secara spesifik penelitian ini bertujuan untuk:

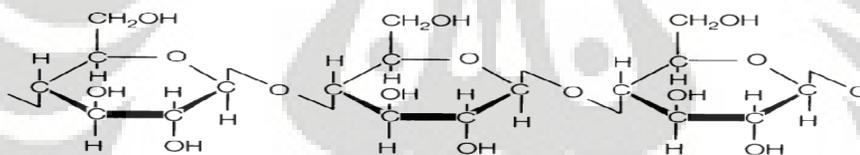
1. Memperoleh serat rayon-*co*-NBA-*graft*-(GMA) dalam jumlah yang lebih banyak dengan teknik ozonasi.
2. Memperoleh serat terikat silang yang tahan dalam keadaan asam dan basa dengan adanya agen pengikat silang NBA dengan teknik ozonasi.
3. Mencari komposisi pelarut metanol:air yang sesuai untuk pencangkakan monomer GMA pada serat terikat silang NBA.
4. Memodifikasi serat rayon tercangkok GMA dengan DEA menjadi serat penukar anion dan mempelajari sifat penukaran anionnya.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1. Modifikasi Selulosa

Selulosa merupakan homopolisakarida yang tersusun atas unit-unit 1,4'- $\beta$ -D-glukosa. Selulosa bersifat tidak larut dalam air, tidak berasa, dan karbohidrat non-pereduksi. Selulosa adalah salah satu sumber daya alam yang melimpah, dapat diperbaharui, dan polimer alam yang murah, dapat diproduksi dalam beberapa bentuk seperti benang, kertas, kain, serat dan sebagainya. Sifat-sifat serat selulosa antara lain memiliki daya rentang yang baik, resistensinya terhadap bahan kimia, serangga dan jamur, dan kemampuan daya celup.<sup>3</sup>



**Gambar 2.1.** Struktur selulosa<sup>3</sup>

Pada Gambar 2.1. terlihat bahwa selulosa memiliki banyak gugus hidroksil yang dapat dimodifikasi menjadi bermacam produk dan membuatnya berguna secara ekonomis untuk beberapa aplikasi. Penggunaan selulosa dalam aplikasi membutuhkan modifikasi pada sifat kimia dan fisiknya. Salah satu aplikasi selulosa adalah serat. Serat termodifikasi telah banyak digunakan dalam banyak aplikasi karena sifat dan

keuntungannya seperti kapasitas adsorpsi yang tinggi, dan konduktivitas listrik yang tidak baik.<sup>9</sup>

Salah satu strategi saat ini yang banyak dikembangkan adalah fungsinya sebagai adsorben zat kimia melalui proses penukar ion dengan pencangkakan berbagai gugus fungsi pada permukaan serat. Pemanfaatan serat sebagai matriks pendukung proses adsorpsi bukan hal baru. Elena Vismara, memodifikasi serat katun melalui pencangkakan dengan GMA sebagai alternatif pengganti siklodextrin yang tidak ekonomis untuk menyerap limbah aromatik dari air.<sup>10</sup> Anirudhan *et al.* meningkatkan kemampuan selulosa sebagai penukar ion dengan mengfungsikan gugus amina untuk adsorpsi Cr (VI) dalam larutan dengan benzoil peroksida sebagai inisiator. Kapasitas adsorpsi maksimum yang diperoleh penukar ion selulosa terhadap Cr (VI) sebesar 126.87 mg/g.<sup>11</sup>

Serat rayon merupakan turunan dari selulosa yang dibuat dari pulp kayu cemara dan sejenisnya yang melalui serangkaian proses serta pemintalan basah sehingga dapat terbentuklah suatu serat.<sup>3</sup> Serat rayon mempunyai bagian-bagian yang berupa kristal dan *amorf*, dengan derajat kristalisasi berkisar antara 40-60%. Kadar bagian kristal serat rayon ini lebih rendah bila dibandingkan dengan kapas yang mencapai 80%.<sup>9</sup> Hal ini menyebabkan serat rayon memiliki daya serap yang lebih tinggi terhadap air, namun kekuatan dan stabilitasnya lebih rendah daripada kapas. Serat rayon kehilangan kekuatan diatas suhu 149 °C, dan terdekomposisi pada 177 °C sampai 204 °C. Serat rayon lebih stabil di dalam basa dibandingkan dalam

asam. Kerusakan rayon dalam larutan asam merupakan reaksi degradasi rantai selulosa.<sup>3</sup>

Serat rayon dapat dimodifikasi sebagai penukar ion dengan memasukkan gugus-gugus fungsi. Berkembangnya teknik pencangkakan memungkinkan melakukan modifikasi permukaan serat rayon dengan mencangkakkan gugus-gugus fungsional tertentu untuk berbagai aplikasi. Aplikasi serat rayon salah satunya adalah sebagai penukar ion. Penelitian tentang penukar ion terutama yang menggunakan serat rayon telah banyak dilakukan dan dimodifikasi, salah satunya dengan mencangkakkan Metakrilamida pada serat rayon terikat silang NBA dengan teknik ozonasi dan modifikasinya sebagai adsorben ion logam berat.<sup>12</sup> Selanjutnya dilakukan penelitian pencangkakan GMA pada serat terikat silang NBA melalui teknik ozonasi dan modifikasinya dengan IDA.<sup>5</sup>

## **2.2. Ikat Silang**

Ikat silang merupakan metode yang digunakan untuk menurunkan kebebasan molekul. Melalui reaksi ikat silang, serat akan mengikat rantai-rantai polimer satu sama lain, melalui ikatan kovalen untuk membentuk suatu jaringan. Sifat zat yang mengalami ikat silang akan mengalami perubahan. Jika sebelumnya bersifat dapat larut, adanya ikat silang pada polimer menyebabkan kelarutannya berkurang. Dalam pelarut, serat polimer terikat silang akan mengembang karena molekul-molekul pelarut menembus masuk

ke dalam jaringannya. Tingkat pengembangan ini selain bergantung pada kadar ikat silang, juga bergantung pada afinitas antara pelarut dan polimer.<sup>10</sup>

Agen pengikat silang harus memiliki dua atau lebih gugus yang dapat dipolimerisasikan dalam setiap molekulnya. Agen pengikat silang yang sering digunakan antara lain Diphenyl Methane 4,4-Diisocyanate (MDI), Dicumyl Peroxide (DPC), dan N,N'-Metilendiakrilamida (NBA).<sup>13</sup>

### **2.3. Kopolimerisasi Cangkok**

Kopolimerisasi cangkok merupakan salah satu metode kopolimerisasi yang dapat menghasilkan fungsi spesifik tertentu pada polimer sebagai kerangka melalui reaksi kimia. Reaksi pencangkokan telah banyak digunakan untuk memodifikasi sifat fisik dan kimia polimer. Adanya ikatan kovalen antara rantai cangkok dengan polimer utamalah yang menjamin modifikasi bersifat permanen.

Modifikasi permukaan serat pada kopolimerisasi cangkok biasanya melalui mekanisme radikal bebas dengan radiasi sinar gamma dan inisiator kimia. Sumber radikal bebas yang terbentuk pada permukaan polimer berasal dari inisiator. Inisiator kimia yang biasa digunakan antara lain benzoil peroksida, dan tiokarbonat peroksida.<sup>10</sup>

Pada reaksi radikal, radikal yang terbentuk dari inisiator sulit dikontrol dan tidak spesifik. Hampir tidak mungkin membuat radikal yang hanya terbentuk pada permukaan polimer saja. Solusi yang telah banyak

berkembang adalah menggunakan fotoinisiator, radikal dapat dibuat spesifik pada ikatan tertentu dengan energi foton (UV).<sup>8</sup>

Solusi lain yang dapat dilakukan adalah dengan metode *pretreatment* ozonasi dimana substrat polimer diozonasi terlebih dahulu tanpa adanya monomer. Setiap molekul ozon yang diserap menghasilkan suatu molekul peroksi. Ozon bereaksi dengan serat membentuk gugus peroksida dan hidroperoksida pada permukaannya.<sup>14</sup>

#### 2.4. Pertukaran ion

Pertukaran ion adalah salah satu metode pemisahan ion dalam larutan melalui proses pertukaran ion yang terikat pada polimer dengan ion dalam larutan. Berdasarkan gugus fungsinya, penukar ion dapat dibedakan menjadi penukar kation dan anion. Penukar kation adalah penukar ion yang memiliki kemampuan menukar ion positif untuk dipertukarkan dengan ion positif lainnya, misalnya ion  $H^+$  dipertukarkan dengan ion  $Na^+$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ , dan sebagainya. Penukar anion adalah penukar ion yang memiliki kemampuan menukar ion negatif untuk dipertukarkan dengan ion negatif lainnya, misalnya ion hidroksil  $OH^-$  dipertukarkan dengan ion dari golongan halida yaitu  $F^-$ ,  $Cl^-$ ,  $Br^-$ ,  $I^-$ , dll. Secara sederhana mekanisme pertukaran ion adalah sebagai berikut:



Penukar kation maupun penukar anion masing-masing mempunyai dua jenis yaitu, jenis asam/basa kuat dan asam/basa lemah untuk masing-masing penukar kation dan anion. Penukar kation asam kuat dapat menahan ion positif dalam daerah pH 0 sampai pH 12, sedangkan penukar kation asam lemah hanya pada rentang pH 5-14. Penukar anion basa lemah hanya bekerja pada rentang pH 0-9. Dibandingkan penukar anion basa kuat, penukar anion basa lemah memiliki kekurangan-kekurangan, antara lain penggunaannya yang terbatas karena hanya terdisosiasi dalam larutan asam atau garam asam.<sup>15</sup>

Parameter untuk mengetahui kemampuan penukar ion dalam menahan ion-ion dalam medium larutan adalah koefisien partisi, kapasitas dan selektivitas penukaran ion. Koefisien partisi yaitu perbandingan antara konsentrasi zat terlarut di dalam fase diam dengan konsentrasinya dalam fasa gerak, dinyatakan dengan  $K_d$ , dengan persamaan:

$$K_d = C_s/C_m$$

$C_s$  = Konsentrasi zat terlarut dalam *stationary phase*

$C_m$  = Konsentrasi zat terlarut dalam *mobile phase*

Semakin besar nilai  $K_d$ , semakin baik kemampuan penukar ion untuk menahan zat terlarut dalam medium larutan. Selain itu, kemampuan penukar ion juga dilihat dari porositasnya yang berbeda menurut banyaknya ikat silang antar polimer. Terlalu banyak ikat silang akan mengurangi porositas, ukuran pori, dan permeabilitas.<sup>8</sup>

Kapasitas penukar ion adalah banyaknya ion yang dapat ditukar setiap 1 gram berat kering atau 1 mililiter berat basah. Kapasitas penukar ion dinyatakan dalam meq/g berat kering atau meq/mL berat basah. Penukar ion yang ideal adalah bila memiliki kapasitas pertukaran yang tinggi terhadap ion logam yang diinginkan, kinetika pertukaran yang tinggi, dan ketahanan mekanik yang baik.<sup>15</sup> Kapasitas pertukaran bergantung pada konsentrasi gugus fungsi dalam polimernya.

Selektivitas penukar ion menggambarkan kemampuan penukar ion untuk menentukan sejauh mana ion-ion yang satu lebih dipilih daripada yang lain. Selektivitasnya penukar ion bergantung pada :

- a. Sifat ion yang saling dipertukarkan yaitu antara lain muatannya, derajat terhidrasinya, diameter ion baik yang terhidrasi maupun tidak.
- b. Jenis gugus fungsi yang terdapat dalam penukar ion dan juga derajat *swelling*-nya.

## 2.5. Ozon

Ozon adalah gas yang tidak stabil, mendidih pada temperatur  $-112\text{ }^{\circ}\text{C}$  pada tekanan atmosfer. Dalam larutan, ozon relatif tidak stabil. Pada suhu  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  ozon mempunyai waktu paruh 20-30 menit jika dilarutkan dalam air suling. Ozon lebih stabil di udara daripada di dalam air. Ozon dapat terbentuk melalui tumbukan tiga molekul, yaitu antara intermediet atom oksigen,

molekul oksigen, dan molekul X sebagai katalis.<sup>14</sup> Reaksinya adalah sebagai berikut:



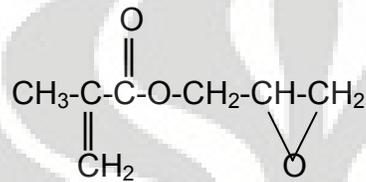
Setiap molekul ozon yang diserap molekul lainnya menghasilkan suatu molekul peroksi. Selanjutnya radikal peroksi akan menginisiasi proses pembentukan radikal bebas pada molekul.

Pemanfaatan ozon salah satunya adalah pengobatan terapi ozon. Ozon untuk pengobatan dibuat dengan cara mengaktifkan Oksigen berstandar mutu medis dengan menggunakan listrik (alatnya disebut 'Ozone Generator') untuk menghasilkan ozon. Ozon mampu mengoksidasi semua jenis bakteri, spora, jamur, ragi, semua bahan organik dan virus. Ozon setelah masuk ke tubuh melalui darah akan terpecah menjadi  $O_2$  dan  $O$  atau atom tunggal. Oksigen bermanfaat bagi kelangsungan hidup sel, sedangkan satu atom tunggal oksigen berenergi tinggi yang dapat membakar sampah, toksin, polusi dan mikroorganisme dalam tubuh. Selain untuk terapi, ozon juga dimanfaatkan untuk pembersih udara ruangan dari bakteri dan virus.<sup>16</sup>

## 2.6. Glisidil Metakrilat (GMA)

Monomer GMA mengandung dua gugus yang berbeda yaitu gugus epoksi dan gugus vinil, strukturnya terlihat pada Gambar 2.4. Epoksida merupakan senyawa eter cincin tiga dengan sudut antar inti sebesar  $60^\circ$  sesuai dengan persyaratan cincin tiga. Orbital yang membentuk ikatan cincin tidak dapat mencapai tumpang tindih maksimal, oleh karena itu cincin

epoksida mengalami tegangan (*strained*). Polaritas ikatan-ikatan C-O disertai dengan tegangan cincin mengakibatkan reaktivitas epoksida yang tinggi dibandingkan eter lainnya.<sup>17</sup> Baik gugus vinil maupun epoksi dapat difungsionalisasi, yang berarti kedua gugus tersebut dapat bereaksi dengan berbagai macam monomer dan molekul fungsional.



**Gambar 2.2.** Glisidil Metakrilat (GMA)

## 2.7. Kopolimerisasi Cangkok GMA

Kopolimerisasi cangkok GMA pada substrat polimer menguntungkan karena gugus epoksi GMA mudah dimodifikasi sebagai penukar ion. GMA memiliki gugus ester yang dapat dihidrolisis, sehingga dapat dimodifikasi melalui reaksi polimerisasi untuk mendapatkan polimer dengan berbagai gugus fungsi. Reaksi kopolimerisasi cangkok GMA diawali dengan pembentukan radikal pada gugus vinil GMA melalui proses radikalasi dengan inisiator.

Pencangkakan GMA pada serat telah banyak dipakai aplikasinya, antara lain dengan mencangkakan akrilonitril (AN) dan GMA pada selulosa dengan menggunakan UV dan  $\text{Ce}^{4+}$  sebagai inisiator.<sup>8</sup> Membran yang tersusun dari selulosa-*grafted*-poli-(GMA) telah digunakan sebagai fasa diam HPLC untuk immobilisasi Protein-A dan IgG manusia.<sup>18</sup> Serat katun

tercangkok GMA dan modifikasinya dengan Etilendiamin dapat digunakan sebagai penukar ion untuk proses remediasi ion logam berat.<sup>19</sup>

## 2.8. Dietilamin (DEA)

Dietilamin merupakan salah satu senyawa gugus amina yang memiliki kebasaan yang tinggi. Kebasaan dipengaruhi oleh adanya dua gugus pendorong elektron yang diikat oleh atom N sehingga elektron dipindahkan ke atom N dan meningkatkan kebasaan atom N. DEA memiliki kelarutan yang baik dalam air, metanol dan n-oktanol.

Dietilamin dapat bereaksi dengan gugus epoksi GMA melalui mekanisme pembukaan cincin. Melalui mekanisme tersebut, dietilamin dapat difungsionalisasikan sebagai gugus penukar anion. Pada penelitian sebelumnya dilakukan preparasi selulosa sebagai penukar ion, khususnya sebagai penukar anion. Kopolimerisasi selulosa dilakukan dengan mencangkokkan GMA dengan inisiator peroksida. Selanjutnya direaksikan lagi dengan etilamina (AH), dietilamin (DEA) dan trietilamin (TEA).<sup>7</sup>

## 2.9. Logam Kromium<sup>20</sup>

Logam kromium adalah logam abu-abu, termasuk dalam logam transisi VI B. Logam ini diekstraksi dengan mereduksi oksidanya ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) dengan aluminium. Logam ini digunakan pada pembuatan baja dan pembuatan *alloy* (campuran logam) dengan besi. Logam krom banyak digunakan dalam industri pewarnaan, seperti kromat ( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ) dan dikromat

( $K_2Cr_2O_7$ ). Senyawaan kromium trivalen dan heksavalen banyak diproduksi di berbagai negara untuk proses industri cat, pengawet kayu dan penghambat korosi.

Kromium di udara berada pada konsentrasi  $0,001-0,1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ , sedangkan dalam air sungai konsentrasinya  $1-10 \mu\text{g}/\text{L}$ . Kandungan kromium dalam air laut lebih sedikit daripada dalam air sungai karena berada pada sedimen atau endapan di dasar laut. Air permukaan dan air tanah dapat terkontaminasi dengan air limbah yang berasal dari proses pelapisan logam, industri pewarnaan tekstil dan dari sumber tambang kromium.

Kandungan kromium di dalam makanan sangat rendah, terdapat dalam sayuran ( $20-50 \mu\text{g}/\text{kg}$ ), buah-buahan ( $20 \mu\text{g}/\text{kg}$ ) dan gandum ( $40 \mu\text{g}/\text{kg}$ ). *Intake* harian rata-rata dari makanan ( $280 \mu\text{g}$ ), air ( $4 \mu\text{g}$ ) dan udara ( $0,28 \mu\text{g}$ ). Pengaruh toksik terhadap tubuh manusia dengan letal-oral dosis kromat untuk dewasa adalah  $50-70 \text{ mg}/\text{kg}$  berat badan. Pengaruhnya terhadap kesehatan adalah keracunan akut, *diarrhoea*, *haemorrhagic diathesis* dan *blood loss* pada saluran pencernaan, kejut jantung (*cardiovaskular shock*). Jika terpapar ke kulit dapat mengakibatkan luka kronis dan iritasi dermatitis. Kromium (III) dan kromium (VI) dapat mengakibatkan kerusakan dan alergi pada kulit. Paparan kromium (VI) melalui udara dapat menyebabkan *nekrosis nasal septum*, iritasi saluran pernapasan. Bronkritis asma juga dapat terjadi akibat paparan debu kromat atau pada penambangan bijih krom trioksida.

## 2.10. *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

Alat spektrofotometer IR digunakan terutama untuk identifikasi senyawa organik. Alat ini terdiri dari lima komponen alat, yaitu sumber sinar, tempat sampel, monokromator, detektor dan rekorder. Spektroskopi inframerah merupakan teknik spektroskopi yang berguna untuk mengidentifikasi gugus fungsi. Spektrum inframerah meliputi panjang gelombang antara 2,5-1,6  $\mu\text{m}$  atau setara dengan bilangan gelombang 4000-650  $\text{cm}^{-1}$ . Spektrometer secara otomatis membaca sejumlah radiasi yang menembus sampel dengan kisaran frekuensi tertentu dan merekam pada kertas berapa persen radiasi yang ditransmisikan. Radiasi yang diserap oleh molekul muncul sebagai pita pada spektrum.<sup>21</sup>

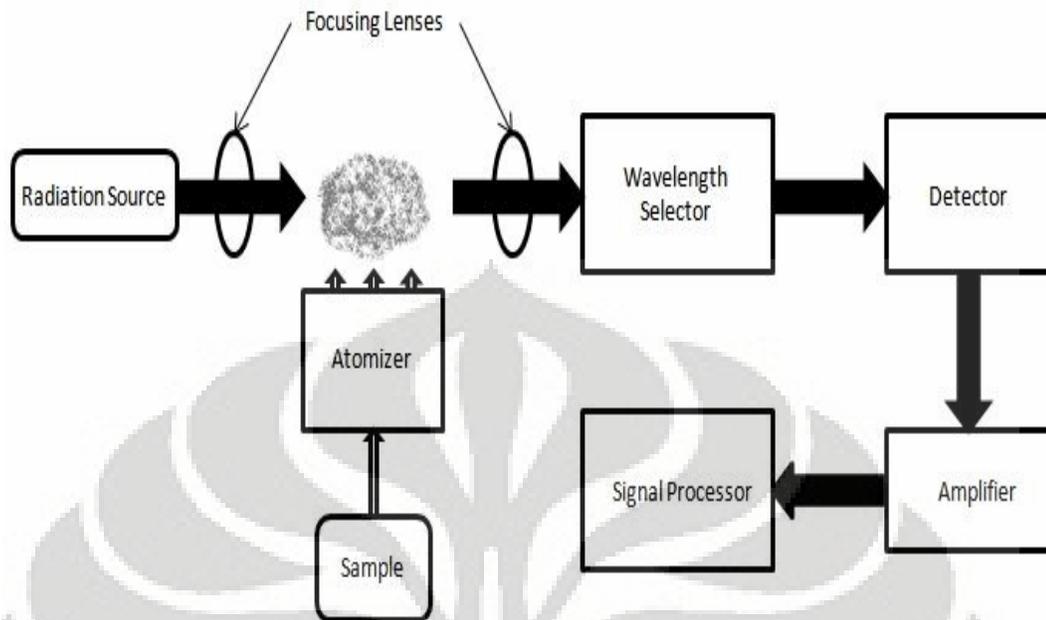
Setiap jenis ikatan yang berbeda mempunyai frekuensi vibrasi yang berbeda, dan karena tipe ikatan yang sama dalam dua senyawa yang berbeda berada dalam lingkungan yang sedikit berbeda, maka tidak ada dua molekul yang berbeda strukturnya akan mempunyai bentuk serapan yang tepat sama. Dengan membandingkan spektra inframerah dari dua senyawa (yang diperkirakan identik), maka seseorang dapat menyatakan apakah kedua senyawa tersebut identik atau tidak. Pelacakan tersebut lazim dikenal dengan bentuk 'sidik jari' dari dua spektrum inframerah. Puncak-puncak serapan di daerah sidik jari pada spektrum inframerah merupakan kekhasan untuk setiap senyawa. Daerah sidik jari berada di daerah frekuensi rendah, yaitu dari 700 sampai 1500  $\text{cm}^{-1}$ . Jika puncak spektrum inframerah kedua

senyawa tepat sama maka dalam banyak hal dua senyawa tersebut adalah identik.

### **2.11. Spektroskopi Serapan Atom (AAS)<sup>22</sup>**

Metode AAS berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada jenis unsurnya. Dengan mengabsorpsi energi, suatu atom pada keadaan dasar dinaikkan energinya ke tingkat energi eksitasi. Keberhasilan analisis ini tergantung pada proses eksitasi untuk memperoleh garis resonansi yang tepat. Setiap alat AAS terdiri atas tiga komponen yaitu, unit atomisasi, sumber radiasi, sistem pengukur fotometrik.

Atomisasi dapat dilakukan dengan baik dengan nyala maupun dengan tungku. Untuk mengubah unsur metalik menjadi uap atau hasil disosiasi diperlukan energi panas. Temperatur harus benar-benar terkendali dengan sangat hati-hati agar proses atomisasinya sempurna. Biasanya temperatur dinaikkan secara bertahap, untuk menguapkan dan sekaligus mendisosiasikan senyawa yang dianalisis. Bila ditinjau dari sumber radiasi, haruslah bersifat sumber yang kontinyu. Di samping itu sistem dengan penguraian optis yang sempurna diperlukan untuk memperoleh sumber sinar monokromatis.



**Gambar 2.3.** Diagram *Atomic absorption spectrometer*<sup>22</sup>

### BAB III

## METODE PENELITIAN

Secara garis besar langkah-langkah pelaksanaan penelitian adalah sebagai berikut:

1. Penyiapan serat rayon.
2. Kalibrasi ozonisator dengan variasi waktu ozonasi untuk mendapatkan hubungan antara lama ozonasi dengan ozon yang dihasilkan.
3. Optimasi efisiensi penyerapan ozon ( $O_3$ ) pada serat rayon untuk mengetahui kemampuan serat rayon dalam menyerap ozon pada selang waktu tertentu.
4. Pencangkakan agen pengikat silang NBA melalui variasi waktu ozonasi dan waktu pencangkakan untuk menghasilkan serat yang tahan asam dan basa.
5. Pengujian ketahanan serat terikat silang terhadap kondisi asam dan basa.
6. Pencangkakan monomer GMA pada serat terikat silang NBA yang telah diozonasi pada berbagai waktu ozonasi dan waktu pencangkakan.
7. Mereaksikan Dietilamin dengan GMA pada serat melalui variasi konsentrasi DEA, suhu, dan waktu reaksi.

8. Melakukan karakterisasi serat tercangkok dengan pengamatan melalui:
  - a. Spektrofotometer FT-IR (analisis gugus fungsi).
  - b. Pengujian derajat pengembangan serat rayon dan serat rayon termodifikasi.
  - c. Pengujian proses pertukaran anion serat rayon-*co-NBA-graft-(GMA-DEA)<sup>+</sup>Cl<sup>-</sup>*.
10. Menentukan nilai koefisien distribusi (Kd) penyerapan ion Cr (VI) oleh serat rayon-*co-NBA-graft-(GMA-DEA)<sup>+</sup>Cl<sup>-</sup>*.

### 3.1. Peralatan

Peralatan yang digunakan terdiri dari peralatan laboratorium, peralatan pencangkokan dan peralatan pengujian. Peralatan laboratorium yang digunakan adalah peralatan gelas yang biasa dipakai di laboratorium.

Peralatan pencangkokan yang digunakan antara lain: ozonisator DSM Aero USA (laju alir ozon 2,7 L/min dan ozon *output* 0,4 gr/jam), tabung *impinger* dengan diameter 5,5 cm dan tinggi 12,5 cm sebanyak 4 buah, gas nitrogen, penangas air, termometer, dan statif.

Peralatan pengujian menggunakan spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dan *Atomic Absorption Spectrofotometer* (AAS) dari Shimadzu.

### **3.2. Bahan**

Bahan utama yang digunakan adalah serat rayon produksi PT.Indo Bharat Rayon dengan spesifikasi yang terlampir pada Lampiran 1. Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut: N,N'-metilendiakrilamida (NBA) dari Merck, monomer Glisidil Metakrilat (GMA) dari Merck, Dietilamin (DEA) dari Merck, n-heksana, metanol, natrium thiosulfat, kalium iodida, kalium iodat, HCl pekat, aquades, NaOH, amilum, dan gas nitrogen kemurnian tinggi 99 %.

### **3.3. Prosedur Percobaan**

#### **3.3.1 Pembuatan Larutan Monomer**

Larutan N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) 5% (w/v) dibuat dengan melarutkan sejumlah tertentu padatan NBA dalam campuran pelarut metanol:air (1:9) sampai volume tertentu.

Larutan Glisidil Metakrilat (GMA) 20% (v/v) dibuat dengan melarutkan larutan GMA dalam beberapa komposisi campuran metanol:air sampai volume tertentu.

Larutan dietilamin (DEA) pada konsentrasi tertentu dibuat dengan mengencerkan larutan DEA dalam aquades sampai volume tertentu.

### 3.3.2. Penyiapan Serat Rayon

Serat Rayon yang digunakan adalah serat rayon produksi PT. Indo-Bharat Rayon dengan kualitas serat reguler. Untuk menghasilkan serat Rayon yang siap pakai, serat dibersihkan dari pengotor-pengotor organik menggunakan pelarut n-heksana di dalam soklet selama 3 jam. Selanjutnya dikeringkan dalam oven vakum dengan suhu 60-70 °C selama 4 jam. Disimpan dalam desikator, sehingga serat siap digunakan untuk reaksi kopolimerisasi.

### 3.3.3. Kalibrasi Ozonisator

Kalibrasi ozonisator bertujuan untuk melihat kinerja dan jumlah pembentukan ozon oleh alat tersebut. Kalibrasi dilakukan dengan memvariasikan lama ozonasi pada kecepatan alir tetap (2,7 L/min) untuk memperoleh jumlah ozon total yang dihasilkan.

Ozon dialirkan dengan variasi lama ozonasi 30, 60, 90, 120 dan 180 menit ke dalam dua buah tabung *impinger* yang masing-masing berisi 25 mL larutan KI 0,5 N yang saling dihubungkan dengan pipa kaca. Ozon yang dihasilkan ditangkap oleh KI dan menghasilkan I<sub>2</sub> yang selanjutnya ditentukan melalui titrasi dengan Natrium Thiosulfat (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 0,25 M yang telah distandarisasi dengan larutan KIO<sub>3</sub>. Jumlah ozon yang terbentuk diketahui dengan menentukan jumlah ozon yang bereaksi dengan I<sup>-</sup> pada berbagai waktu ozonasi melalui titrasi iodometri.

#### 3.3.4. Pengujian Efisiensi Penyerapan Ozon

Percobaan yang sama dengan 3.3.3. dilakukan terhadap 5 gr serat yang ada dalam tabung *impinger*.  $O_3$  yang diserap oleh serat akan bereaksi dengan KI. Jumlah  $I_2$  yang dihasilkan ekuivalen dengan jumlah ozon yang tidak diserap serat rayon. Ozon yang diserap dapat ditentukan dengan mengurangi total ozon dengan jumlah ozon yang tidak diserap.

#### 3.3.5. Homogenitas Reaksi Ikat Silang

Serat rayon sebanyak 5 gram dimasukkan kedalam tabung *impinger*, diozonasi selama 2 jam dengan kecepatan alir 2,7 L/min. Kemudian serat diambil secara sistematis dari atas ke bawah masing-masing 0,5 gram. Ke 5 bagian dari tersebut diikat silang dengan NBA 5% pada suhu 80 °C selama 1 jam. Proses ikat silang dilakukan dalam medium gas  $N_2$ .

#### 3.3.6. Teknik Kopolimerisasi Cangkok dan Ikat Silang

Sejumlah serat dengan berat tertentu dimasukkan ke dalam tabung *impinger*, diozonasi selama 2 jam. Serat kemudian ditambahkan larutan monomer NBA atau GMA dengan konsentrasi tertentu. Selanjutnya tabung dialiri gas  $N_2$  kemudian dipanaskan di dalam penangas air pada suhu tertentu. Aliran gas  $N_2$  ke dalam tabung *impinger* untuk menghilangkan gas oksigen terlarut. Kopolimer yang terbentuk dicuci dengan akuades panas dan dingin beberapa kali secara bergantian sampai larutan pencuci jernih.

Kemudian kopolimer diekstraksi dengan soklet menggunakan pelarut metanol

selama 2 jam. Ekstraksi tersebut bertujuan untuk menghilangkan homopolimer atau monomer yang tersisa. Terakhir, kopolimer cangkok yang terbentuk dikeringkan dalam oven sampai mencapai berat konstan. Persen cangkok dapat ditentukan dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\% \text{ Grafting} = \frac{W_g - W_o}{W_o} \times 100\%$$

$W_o$

$W_o$  = berat serat awal

$W_g$  = berat serat *grafting*

### 3.3.7. Reaksi Ikat Silang NBA

Serat rayon sebanyak 5 gram diozonasi dengan laju alir ozon 2,7 L/min selama 2; 2,5; dan 3 jam dan selanjutnya serat yang terozonasi direaksikan dengan larutan NBA yang konsentrasinya 5% (w/v). Suhu yang digunakan untuk reaksi adalah 80 °C dengan waktu reaksi pencangkakan 2; 2,5; dan 3 jam.

### 3.3.8. Uji Ketahanan Serat Rayon-co-NBA terhadap Asam dan Basa

Serat rayon dan serat rayon terikat silang NBA pada berbagai kadar cangkok diuji ketahanannya terhadap kondisi asam dan basa dengan cara merendam serat dalam larutan HCl 2N dan NaOH 2 N selama satu jam pada suhu ruang. Perubahan berat serat awal dan berat akhir ditentukan untuk memperoleh nilai ketahanan serat dalam asam dan basa.

### 3.3.9 Pencangkakan GMA pada Serat Rayon-co-NBA

Sebanyak 0,5 gram serat-co-NBA diozonasi kembali selama 2 jam kemudian direaksikan dengan GMA 20% (v/v) dalam campuran pelarut metanol : air 2 :8; 3:7; 4:6; 5:5; 6:4; 7:3; dan 8:2. Reaksi pencangkakan GMA berlangsung selama satu jam pada suhu 60 °C. Pencangkakan untuk 5 gr serat dilakukan dengan menggunakan campuran pelarut metanol:air (6:4) dengan waktu ozonasi dan waktu reaksi pencangkakan 2; 2,5; dan 3 jam.

### 3.3.10. Reaksi Dietilamin (DEA) pada Serat Rayon-co-NBA-graft-(GMA)

Larutan DEA dengan konsentrasi 6, 8, 10, 20 dan 30 mmol dalam aquades ditambahkan masing-masing ke dalam 0,2 gram serat yang tercangkak GMA. Suhu yang digunakan untuk reaksi adalah 70 °C dengan waktu reaksi selama 2 jam. Pengaruh konsentrasi DEA dan waktu reaksi dipelajari dengan mereaksikan 0,2 gram serat tercangkak GMA dengan DEA pada konsentrasi 6 dan 10 mmol selama 2,5; dan 3 jam pada suhu 70 °C. Pengaruh suhu dan waktu reaksi dipelajari dengan menggunakan 10 mmol DEA pada suhu 80 °C selama 1 dan 1.5 jam. Untuk 5 gr serat tercangkak GMA reaksinya dengan DEA dilakukan pada suhu 80 °C selama 1 dan 2 jam. Kemudian serat dicuci dengan aquades dan dikeringkan pada suhu 60 °C, selanjutnya serat diasamkan dengan HCl 0,2 N, dan dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C.

### 3.3.11. Karakterisasi

Karakterisasi dilakukan dengan uji pengembangan serat rayon dan serat rayon termodifikasi, penentuan gugus fungsi menggunakan FT-IR, dan uji kapasitas pertukaran ion.

#### 3.3.11.1. Penentuan Pengembangan Serat Rayon

Serat rayon dan serat rayon termodifikasi sebanyak 0,2 gram direndam dalam akuades selama 30 menit kemudian serat diangkat, dibiarkan 30 menit dan kelebihan air dihilangkan dengan kertas saring kemudian ditimbang.

Serapan air dihitung berdasarkan rumus berikut:

$$\% \text{ swelling} = \frac{W - W_0}{W_0} \times 100\%$$

W = berat setelah direndam

W<sub>0</sub> = berat sebelum direndam

#### 3.3.11.2. Pengujian Proses Pertukaran Anion

Serat rayon-co-NBA-graft-(GMA-DEA)<sup>+</sup>Cl<sup>-</sup> sebanyak 0,3 gram dimasukkan ke dalam kolom penukar ion dan dialirkan 50 mL NaNO<sub>3</sub> 0,01 N sebagai eluen. Dicuci dengan aquades, kemudian efluen dan air cucian dikumpulkan dan dititrasi dengan AgNO<sub>3</sub> 0,01 N dengan K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> sebagai indikator.

### 3.3.11.3. Pengujian Gugus Fungsi dengan FTIR

Serat rayon, serat rayon terikat silang NBA, serat rayon terikat silang NBA-*graft*-GMA, dan serat rayon-*co*-NBA-*graft*-(GMA-DEA) masing-masing sebanyak 0,01 gram dicampur dengan KBr kemudian diuji dengan spektrofotometer FTIR.

### 3.3.12. Penentuan Koefisien Distribusi (Kd) pada Serat Rayon-*co*-NBA-*graft*-(GMA-DEA)<sup>+</sup>Cl<sup>-</sup> terhadap Cr (VI)

Penyerapan Cr (VI) dalam larutan oleh serat penukar ion dilakukan dengan sistem *batch*. Serat rayon-*co*-NBA-*graft*-(GMA-DEA)<sup>+</sup>Cl<sup>-</sup> sebanyak 0,1 gram direndam ke dalam 25 mL larutan kalium dikromat dengan konsentrasi 10, 20, 30,40 dan 50 ppm Cr (VI) masing-masing pada pH 2, 4, dan 8 pada suhu ruang. Konsentrasi Cr (VI) dalam larutan yang tidak diserap ditentukan dengan spektrofotometer serapan atom. Dengan menghitung selisih konsentrasi larutan awal dan larutan akhir Cr (VI), didapatkan konsentrasi Cr (VI) yang diserap serat. Selanjutnya dapat ditentukan nilai Kd penyerapan Cr (VI).

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Aplikasi serat rayon dapat diperluas sebagai penukar ion dengan mencangkokkan monomer tertentu melalui reaksi radikal. Proses pencangkokkan monomer dilakukan dalam sistem heterogen dengan polimer dasar berupa serat rayon dan monomer yang dicangkokkan berupa larutan. Penggunaan inisiator kimia sebagai sumber radikal memiliki penyebaran yang tidak terkontrol dan kurang merata pada permukaan serat sedangkan, penggunaan sistem ozonasi yang berupa gas diharapkan dapat membentuk gugus peroksida dan hidroperoksida pada serat yang lebih merata.

Sebelum mencangkokkan monomer (NBA,GMA), serat rayon dialiri gas ozon untuk membentuk peroksida dan hidroperoksida. Dengan adanya panas terjadi pemecahan gugus peroksida dan hidroperoksida pada serat menjadi radikal peroksi yang dapat menginisiasi pembentukan radikal bebas pada monomer NBA atau GMA dan memulai reaksi ikat silang atau pencangkokkan.

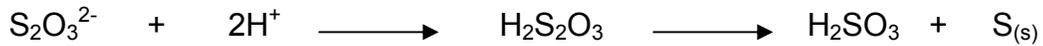
Dari penelitian sebelumnya, telah dilakukan proses ikat silang serat dengan monomer NBA dengan pelarut metanol: air (1: 9).<sup>6</sup> Proses ikat silang serat dengan NBA dimaksudkan agar serat rayon memiliki ketahanan dalam kondisi asam dan basa. Selanjutnya serat diozonasi kembali untuk membentuk gugus peroksida dan hidroperoksida untuk pencangkokkan monomer GMA. Pengaruh pelarut pada pencangkokkan GMA dipelajari pada

berbagai komposisi campuran metanol:air dan pelarut 1,4-Dioksan. Melalui variasi waktu ozonasi dan waktu reaksi diharapkan diperoleh kondisi optimum ikat silang NBA dan pencangkakan GMA pada 5 gram serat. Serat rayon ikat silang NBA-*graft*-GMA kemudian direaksikan dengan DEA melalui mekanisme pembukaan cincin epoksi untuk menghasilkan suatu serat yang mempunyai gugus DEA. Serat rayon-*co*-NBA-*graft*-(GMA-DEA) selanjutnya dikarakterisasi sifat penyerapannya terhadap Cr (VI).

#### 4.1. Kalibrasi Ozonisator

Ozonisator yang digunakan adalah DSM Aero dengan kapasitas ozon *output* 0,4 gr/jam (alat) dengan laju alir 2,7 L/min. Dilakukan kalibrasi untuk mengetahui efisiensi alat tersebut dalam membentuk ozon pada berbagai selang waktu tertentu. Dengan diketahuinya produksi ozon yang sebenarnya sebagai fungsi waktu dapat dilakukan pengaturan jumlah ozon yang diinginkan. Melalui pengaturan waktu penentuan jumlah ozon yang dihasilkan dilakukan melalui variasi waktu pengaliran ozon pada laju alir tetap. Jumlah ozon yang dihasilkan ditentukan melalui titrasi iodometri. Pada selang waktu tertentu ozon yang dihasilkan akan mengoksidasi I<sup>-</sup> dari KI dalam suasana asam dengan penambahan HCl pada konsentrasi tertentu, dan menghasilkan I<sub>2</sub>. Sistem harus dijaga semaksimal mungkin dari kebocoran gas ozon dan keluarnya I<sub>2</sub> yang dihasilkan agar didapatkan jumlah gas ozon dan I<sub>2</sub> yang dihasilkan semaksimal mungkin. Jumlah I<sub>2</sub> yang dihasilkan ditentukan melalui titrasi dengan Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang telah distandarisasi dengan KIO<sub>3</sub>.

Thiosulfat diuraikan lambat dalam larutan asam dengan membentuk belerang sebagai endapan mirip susu. Reaksinya adalah sebagai berikut:



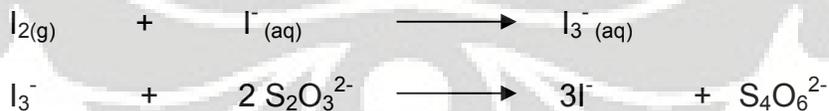
Reaksi tersebut tidak akan mengganggu bila titrasi dilakukan dengan cepat dan larutan diaduk dengan baik. Reaksi antara Iod dan Thiosulfat

berlangsung lebih cepat daripada reaksi penguraiannya.<sup>23</sup>

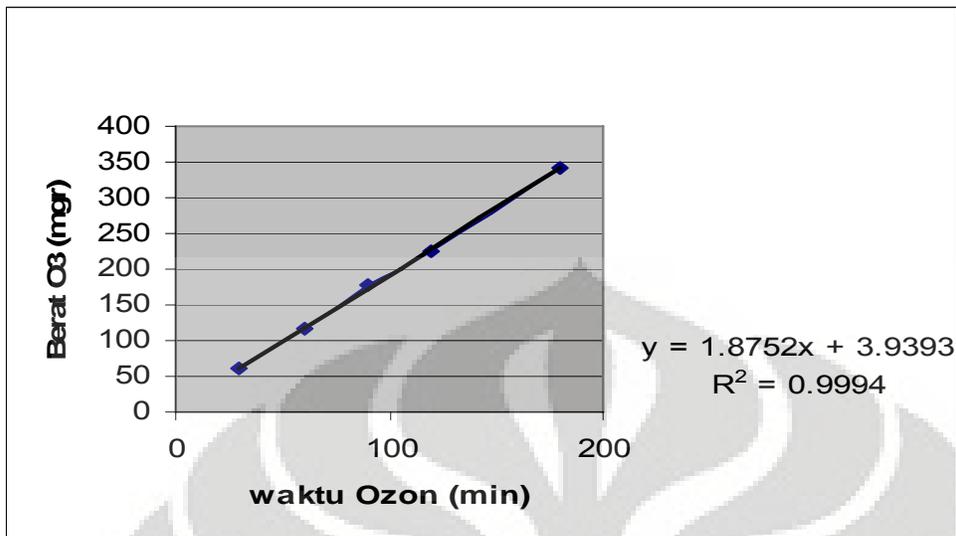
Penentuan berat ozon yang dihasilkan pada selang waktu tertentu dilakukan dengan cara gas ozon dialirkan ke dalam dua tabung *impinger* tertutup yang berisi larutan KI dengan konsentrasi tertentu. Persamaan reaksi kimianya :<sup>6</sup>



Kadar  $\text{I}_2$  yang terbentuk ditentukan melalui tirasi dengan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ . Untuk menghindari  $\text{I}_2$  yang terlepas, kelarutan  $\text{I}_2$  dalam air dapat diperbesar dengan sedikit kelebihan  $\text{I}^-$  dalam larutan.<sup>23</sup>



Berdasarkan reaksi diatas semakin lama waktu ozonasi semakin banyak  $\text{O}_3$  yang dihasilkan dan semakin banyak  $\text{I}^-$  yang dioksidasi menjadi  $\text{I}_2$ . Hubungan antara lama ozonasi dengan jumlah  $\text{O}_3$  terdapat pada Lampiran 2.



**Gambar 4.1.** Grafik hubungan antara lama ozonasi terhadap berat O<sub>3</sub> total yang dihasilkan

Pengaliran ozon untuk mengetahui jumlah ozon yang dihasilkan ozonisator pada berbagai waktu. Pada Gambar 4.1. dapat dilihat hubungan jumlah ozon yang dihasilkan dengan lama waktu pengaliran ozon divariasikan dari 30, 60, 90, dan 180 menit. Dari grafik tersebut, dapat diketahui jumlah ozon yang dihasilkan bertambah secara linear dengan bertambahnya waktu pengaliran. Pada penelitian sebelumnya dengan menggunakan ozonisator yang sama, didapatkan berat ozon yang dihasilkan lebih besar (Lampiran 5).<sup>6</sup> Adanya perbedaan berat ozon yang dihasilkan, dikarenakan adanya kebocoran pada sistem ozonasi yang digunakan. Berdasarkan informasi dari alat, produksi O<sub>3</sub> yang dihasilkan adalah 400 mg/jam. Namun dalam kenyataannya O<sub>3</sub> yang dihasilkan adalah 116 mg/jam.

Dengan laju alir yang cukup tinggi pada tekanan besar, memungkinkan adanya gas ozon yang terlepas dari sistem. Sehingga sistem pengaliran harus dijaga dari kebocoran agar didapat jumlah ozon yang bereaksi dengan larutan KI sekuantitatif mungkin.

Penggunaan ozonisator Resonansi dengan laju alir yang dapat diatur (laju alir 0,1; 0,5; dan 1,0 L/min), didapatkan kinerja alat yang lebih baik (Lampiran 6).<sup>5</sup> Dengan laju alir yang tinggi pada ozonisator DSM Aero, berat ozon yang dihasilkan lebih sedikit, yang berarti kecepatan aliran ozon dapat mempengaruhi efisiensi sistem yang digunakan. Hal ini kemungkinan karena semakin besar laju alir ozon, semakin banyak ozon yang tidak mengoksidasi larutan KI karena cepatnya aliran gas ozon. Selain itu juga kemungkinan I<sub>2</sub> yang terlepas keluar makin besar karena terdorong oleh ozon yang mengalir dengan cepat.

Ozon dibentuk melalui reaksi antara intermediet atom oksigen, molekul oksigen, dan molekul gas X sebagai katalis. Ozonisator memproduksi ozon dengan menarik udara sekitarnya yang mengandung oksigen, kemudian dialirkan melalui elektrode yang dipisahkan oleh muatan listrik. Efisiensi produksi ozon dari udara sebesar 4-6% dan dari gas oksigen sebesar 6-12%.<sup>9</sup> Proses pembentukan ozon adalah reaksi kesetimbangan  $3O_2 \leftrightarrow 2O_3$ . Reaksi berlangsung cepat dan pereaksi pembatasnya adalah jumlah O<sub>3</sub> bukan jumlah O<sub>2</sub>. Jumlah ozon yang terbentuk terbatas pada cukup atau tidak cukupnya energi potensial yang digunakan untuk merubah O<sub>2</sub> menjadi O<sub>3</sub>, bukan pada banyaknya O<sub>2</sub> yang masuk ke sistem alat ozonisator.<sup>5</sup>

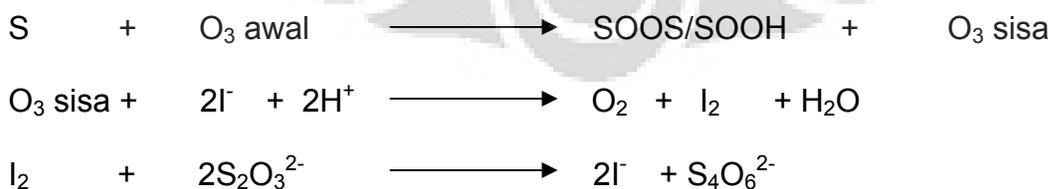
Reaksi pembentukan ozon adalah sebagai berikut:



Adanya gas oksigen dalam sistem yang berasal dari oksigen yang belum berubah menjadi ozon, dapat mengoksidasi  $I^-$  menjadi  $I_2$  tetapi jumlahnya tidak terlalu besar dibandingkan jumlah  $I_2$  hasil oksidasi ozon karena ozon merupakan oksidator yang lebih kuat dari oksigen.

#### 4.2. Pengujian Penyerapan Ozon Oleh Serat

Pengujian penyerapan ozon oleh serat dilakukan dengan mengalirkan ozon pada serat pada berbagai waktu kontak. Ozon akan bereaksi dengan serat menghasilkan gugus peroksida dan hidroperoksida, sedangkan ozon yang tidak bereaksi dengan serat akan masuk ke dalam erlemeyer yang berisi KI dan mengoksidasi  $I^-$  menjadi  $I_2$ . Efisiensi penyerapan ozon oleh serat dapat diketahui dari selisih jumlah ozon yang dihasilkan dalam selang waktu tertentu. Banyaknya ozon yang bereaksi ekuivalen dengan jumlah  $I_2$  yang dititrasi  $Na_2S_2O_3$ . Reaksinya ozonasi serat dapat dituliskan sebagai berikut:

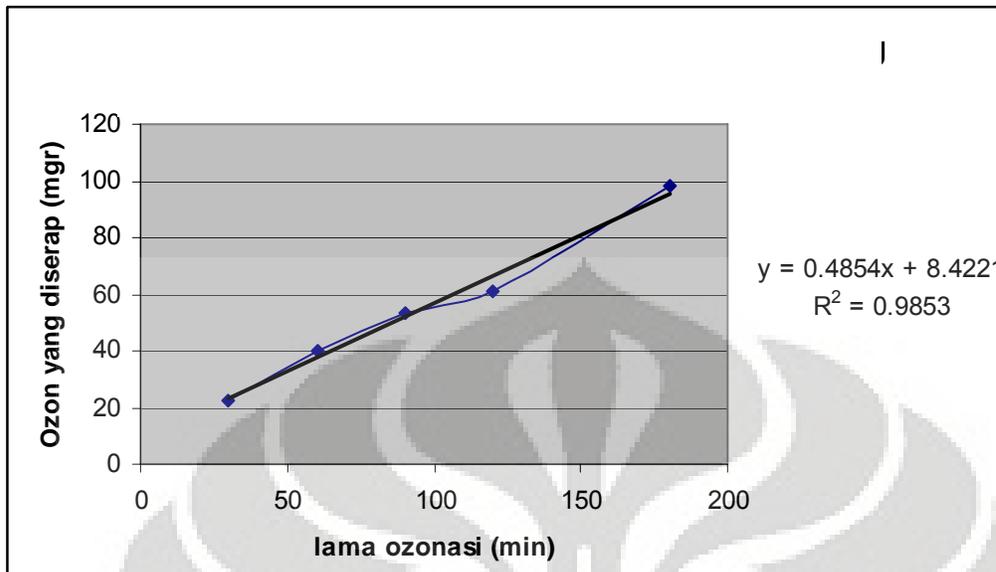


Keterangan : S adalah serat rayon

Pemanasan pada selulosa yang telah diozonasi akan menyebabkan terbentuknya radikal bebas pada selulosa. Letak radikal bebas yang terbentuk dalam selulosa kemungkinan besar terletak pada atom C1 dan C4 dari glukosa. Hal ini disebabkan karena pada atom C1 dan C4 terdapat ikatan  $\beta$ -glikosida. Ikatan ini merupakan ikatan terlemah yang terdapat dalam rantai selulosa. Terbentuknya radikal bebas pada atom C1 dan C4 inilah yang menyebabkan terjadinya depolimerisasi molekul selulosa sehingga jumlah rantainya berkurang.

Penyerapan ozon oleh serat dipengaruhi oleh lamanya waktu pengaliran ozon dan laju alir ozon tersebut. Semakin lama waktu pengaliran ozon, semakin banyak ozon yang dikeluarkan dan bertambah pula ozon yang bereaksi dengan serat. Laju alir mempengaruhi kemampuan serat bereaksi dengan ozon, karena laju alir yang tinggi akan mempercepat waktu kontak ozon dengan serat dan memperkecil kemungkinan serat bereaksi dengan ozon membentuk gugus peroksida dan hidropersoksida.

Hubungan antara jumlah ozon yang diserap dengan lamanya ozonasi terdapat pada Gambar 4.2. Dari gambar tersebut dapat diketahui hubungan penyerapan ozon oleh serat mempunyai hubungan linear, semakin lama waktu pengaliran ozon semakin bertambah ozon yang bereaksi dengan serat. Pada waktu ozonasi 120 menit, pertambahan ozon yang bereaksi dengan serat mulai berkurang, hal ini dikarenakan banyaknya ozon yang tidak sempat bereaksi dengan serat karena laju alir yang cukup tinggi. Ozon cepat



**Gambar 4.2.** Hubungan lama ozonasi dengan jumlah ozon yang diserap serat rayon

terdorong keluar sebelum sempat bereaksi dengan serat. Pada percobaan ini laju alir yang digunakan tetap dan tinggi, sehingga perlu untuk mempertimbangkan penggunaan generator ozon dengan laju alir yang lebih kecil dan dapat diatur sesuai keperluan.

Percobaan dengan laju alir yang lebih kecil (0,1 L/min) dengan menggunakan tabung *impinger* berukuran diameter 3 cm dan tinggi 8.5 cm dan berat serat sebesar 4 gram (Lampiran 8).<sup>5</sup> Jumlah ozon yang diserap serat lebih banyak daripada penyerapan ozon dengan laju alir yang lebih tinggi (2,7 L/min). Laju alir yang rendah akan menambah waktu kontak ozon dengan serat sehingga menambah gugus peroksida dan hidroperoksida pada serat.

Penggunaan ukuran tabung *impinger* yang lebih kecil (diameter 3 cm dan tinggi 8.5 cm) dengan laju alir yang sama (2,7 L/min) telah dilakukan pada penelitian sebelumnya (Lampiran 9).<sup>6</sup> Penyerapan ozon oleh serat pada tabung *impinger* yang lebih kecil, didapatkan penyerapan yang lebih sedikit dibandingkan dengan menggunakan *impinger* yang lebih besar, dikarenakan serat dalam tabung yang berukuran lebih kecil terjejal rapat sehingga penyerapan ozon kurang maksimal. Dengan menggunakan tabung yang lebih besar, serat dapat diatur kerapatannya sehingga memungkinkan permukaan serat dapat lebih luas kontak dengan ozon dan meningkatkan penyerapannya.

#### **4.3. Teknik Kopolimerisasi Cangkok dan Ikat Silang**

Kopolimerisasi cangkok suatu polimer dengan monomer yang mengandung gugus vinil dapat diinisiasi dengan sumber-sumber radikal bebas termasuk peroksida dan hidroperoksida. Bila monomer yang dicangkok mempunyai dua atau lebih gugus vinil dapat dihasilkan ikat silang. Pencangkokan dilakukan pada suhu tinggi dalam aliran gas N<sub>2</sub> untuk mendorong oksigen terlarut ke luar sistem.

#### 4.4. Homogenitas Ozonasi

Homogenitas ozonasi pada 5 gram serat diamati melalui reaksi ikat silang dengan NBA. Serat rayon yang telah diozonasi, diambil secara sistematis pada 5 titik. Penggunaan kadar NBA dan suhu reaksi diperoleh dari penelitian sebelumnya.<sup>6</sup> Pada Tabel 4.1. terlihat bahwa sebaran ozonasi yang cukup merata dari populasi atas sampai bawah, dengan rata-rata kadar ikat silang sebesar  $\pm 45,2\%$ .

**Tabel 4.1.** Homogenitas ikat silang serat dengan NBA  
(0,5 gr serat terozonasi 2 jam, 5% NBA, 80 °C,  
waktu reaksi 1 jam)

Populasi Serat	% Ikat silang
1	43,81
2	45,22
3	44,86
4	45,92
5	47,03

#### 4.5. Ikatan Silang Serat Rayon oleh NBA

Pada penelitian sebelumnya telah dilakukan optimasi reaksi ikatan silang NBA terhadap satu gram serat rayon pada berbagai suhu, konsentrasi, waktu ozonasi dan waktu reaksi. Kondisi optimasi yang diperoleh adalah suhu reaksi 80 °C, NBA 5% (w/v), waktu ozonasi 2 jam dan waktu reaksi 2 jam.<sup>6</sup>

Ikatan silang serat pada penelitian ini dilakukan terhadap 5 gram serat rayon yang diozonasi dalam tabung *impinger* dan direaksikan dengan 250 mL NBA 5% (w/v). Optimasi dilakukan melalui variasi waktu ozonasi dan waktu reaksi ikatan silang. Berdasarkan penelitian sebelumnya, digunakan variasi waktu ozonasi dan waktu reaksi masing-masing pada 2; 2,5; dan 3 jam pada suhu 80 °C dalam medium gas N<sub>2</sub>.

Pembentukan radikal peroksida dan hidroperoksida pada serat dalam jumlah yang lebih banyak membutuhkan waktu ozonasi yang lebih lama untuk mendapatkan sebaran jumlah peroksida yang sama. Waktu reaksi ikatan silang yang lebih lama dimaksudkan untuk meningkatkan proses difusi monomer ke dalam pusat aktif serat untuk mendapatkan kadar ikatan silang yang lebih tinggi.

Pengaruh waktu ozonasi dan waktu reaksi terdapat pada Tabel 4.2. Dari tabel tersebut dapat dilihat bahwa pada waktu ozonasi yang sama, yang berarti jumlah radikal sama, dengan waktu reaksi ikatan silang 2,5 dan 3 jam diperoleh kenaikan kadar ikatan silang yang kecil, yaitu dari 42,84 menjadi 45,06%.

**Tabel 4.2.** Hubungan antara waktu ozonasi dan reaksi ikat silang terhadap %G (5 gr serat, 5% NBA dan suhu 80 °C)

Waktu ozon (jam)	Waktu Reaksi (jam)	% Ikat silang
2	2	40,55
2,5	2,5	42,84
2,5	3	45,06
3	2,5	48,27
3	3	49,71

Peningkatan waktu reaksi, hanya digunakan untuk menyempurnakan reaksi ikat silang, sedangkan pada peningkatan waktu ozonasi, yang berarti peningkatan jumlah radikal pada waktu reaksi yang sama diperoleh kenaikan kadar ikat silang yang cukup signifikan dari 42,84 menjadi 48,27%. Hal ini dikarenakan bertambahnya gugus peroksida dan hidropersida pada permukaan serat dengan lamanya waktu ozonasi. Gugus-gugus tersebut yang akan menjadi pusat aktif reaksi ikat silang NBA, sehingga laju difusi monomer dan probabilitas terbentuknya ikat silang meningkat.

Dengan menggunakan laju alir ozonasi yang tetap, didapatkan bahwa banyaknya ozon yang bereaksi dengan serat dan membentuk gugus peroksida dan hidropersida merupakan fungsi dari lamanya aliran ozon

dan waktu kontak. Semakin tinggi kadar ikat silang maka polimer yang dihasilkan semakin keras dan kerapatan ikat silang makin tinggi yang mengakibatkan perapuhan. Untuk itu perlu diperhatikan kadar ikat silang yang terbentuk pada serat untuk mendapatkan serat yang tahan dalam kondisi asam dan basa. Dari pengamatan hasil ikat silang dan sifat fisiknya, serat dengan kadar ikat silang 48,27 % dengan waktu ozonasi 3 jam dan waktu reaksi 2,5 jam memiliki sifat fisik yang tidak terlalu kaku dan rapuh seperti serat dengan kadar ikat silang 49,71 %. Untuk percobaan selanjutnya serat tersebut dapat digunakan untuk pencangkakan monomer berikutnya, dalam hal ini GMA.

Pada penelitian sebelumnya, dengan menggunakan ozonisator yang sama didapatkan kadar ikat silang yang lebih tinggi sampai 70,92 % dengan waktu ozonasi 3 jam, meskipun hanya pada satu gram serat.<sup>6</sup> Perbedaan tersebut dikarenakan adanya perbedaan dalam sistem reaksi ikat silang yang dilakukan. Pada penelitian ini, serat pada tabung *impinger* ditambahkan larutan NBA kemudian langsung dipanaskan sambil dialiri gas  $N_2$ , sehingga kemungkinan masih terdapat oksigen pada tabung *impinger*. Oksigen tersebut dapat berperan sebagai *electron scavenger* yang dapat menetralkan elektron bebas sehingga mengurangi radikal yang terbentuk pada permukaan serat.<sup>23</sup> Tidak maksimalnya pusat aktif reaksi ikat silang tersebut dapat memperkecil kadar ikat silang. Untuk itu serat terozonasi, sebelum ditambahkan larutan NBA, perlu dialiri gas  $N_2$  untuk mengeluarkan gas  $O_2$  yang masih ada.

Pada reaksi ikat silang dengan menggunakan laju alir ozon yang jauh lebih kecil (0,1 L/min), didapatkan kadar ikat silang sampai 128,75 % pada satu gram serat dengan waktu ozonasi 2 jam dan suhu 80 °C (Lampiran 10).<sup>22</sup> Hal ini dikarenakan pada laju alir yang rendah, ozon memiliki waktu kontak dengan serat yang lebih lama, sehingga efisiensi pembentukan gugus peroksida dan hidropersida pada serat lebih tinggi. Penggunaan ozonisator dengan laju alir yang rendah akan meningkatkan kadar ikat silang yang terbentuk sehingga meningkatkan efektivitas reaksi pembentukan ikat silang.

#### **4.6. Uji Ketahanan Serat Terikat Silang NBA Terhadap Asam dan Basa**

Serat rayon biasa akan mudah terhidrolisis karena ikatan asetal yang tidak stabil dalam kondisi asam, sehingga ikatan glikosidiknya mudah terhidrolisis. Dengan adanya reaksi ikat silang antar serat, maka serat akan lebih stabil dan lebih tahan dalam kondisi asam dan basa.<sup>22</sup>

Dari Tabel 4.3. dapat dilihat adanya kenaikan ketahanan serat dengan kenaikan kadar ikat silang NBA. Semakin lama waktu ozonasi dan reaksi ikat silang, semakin besar pula kadar ikat silang dan ketahanan serat terhadap asam/basa meningkat. Kestabilan serat akibat hidrolisis ikatan glikosidik berkurang, karena adanya halangan sterik terhadap penyerangan difusi larutan asam dan basa. Oleh karena itu, dapat dilihat penurunan berat serat yang semakin kecil. Penurunan berat serat lebih besar dalam asam daripada dalam basa.

**Tabel 4.3.** Ketahanan serat terhadap asam dan basa

Waktu ozon (jam)	Waktu grafting (jam)	% grafting	% penurunan berat	
			Asam HCl 2N	Basa NaOH 2N
2	2	40,55	10,45	9,2
2,5	2,5	42,84	9,62	7,9
2,5	3	45,06	9,15	7,85
3	2,5	48,27	7,31	6,84
3	3	49,71	7,18	5,35

Catatan: Penurunan berat serat awal (blanko) dalam HCl 11,27 % dan dalam NaOH 9,74%.

#### 4.7. Pengaruh Komposisi Campuran Pelarut (metanol:air) pada Proses Pencangkakan GMA

Pencangkakan GMA pada serat terikat silang NBA dilakukan dengan mengozonasi serat dahulu, untuk menghasilkan gugus peroksida. Kemudian ditambahkan larutan monomer GMA 20% dan direaksikan pada suhu 60 °C selama satu jam. Pemilihan suhu didasarkan pada kereaktifan cincin epoksi.<sup>6</sup>

Pencangkakan GMA pada serat terikat silang NBA telah berhasil dilakukan sebelumnya menggunakan pelarut 1,4-Dioksan. Kadar pencangkakan yang tinggi (56,42%) diperoleh dengan menggunakan 20% GMA.<sup>5</sup> Namun, penggunaan 1,4-Dioksan sebagai pelarut GMA tidak

ekonomis, untuk itu dilakukan uji pelarutan GMA dengan menggunakan pelarut lainnya yang lebih ekonomis. Hasil pencangkakan GMA dalam beberapa pelarut yang telah diteliti sebelumnya menunjukkan kadar pencangkakan GMA tertinggi diperoleh pada penggunaan campuran pelarut metanol:air (4:6). Pencangkakan pada pelarut lainnya tidak memberikan hasil kadar pencangkakan yang tinggi karena kemampuan pengembangan serat yang rendah sehingga menurunkan laju difusi monomer ke pusat aktif pada matriks serat rayon (Lampiran 11).<sup>6</sup>

Pada penelitian ini dipelajari pengaruh komposisi campuran metanol:air yang tepat sebagai pelarut GMA, dan hasilnya terdapat pada Tabel 4.4.

**Tabel 4.4.** Pengaruh komposisi campuran pelarut metanol : air pada pencangkakan GMA (konsentrasi GMA 20%, suhu reaksi 60 °C dan waktu reaksi 1 jam)

Metanol:Air	% <i>grafting</i>
2:8	23,05
3:7	27,58
4:6	31,6
5:5	33,08
6:4	35,72
7:3	33,51
8:2	20,47
1,4-Dioksan	37,02

Kadar GMA tercangkok naik dengan meningkatnya kadar metanol sampai perbandingan metanol:air (6:4) yaitu 35,72%. Pelarut merupakan faktor yang turut menentukan reaksi pencangkokan monomer GMA selain suhu, waktu ozonasi dan waktu reaksi pencangkokan. Pelarut harus mampu melarutkan monomer dan membantu laju difusi monomer ke pusat aktif serat.

Untuk serat sebanyak 5 gram pencangkokan GMA dilakukan dalam campuran pelarut metanol:air (6:4) pada suhu 60 °C dengan 250 mL GMA 20 %. Dilakukan variasi waktu ozonasi dan reaksi pencangkokan pada 2; 2,5; dan 3 jam. Variasi waktu ozonasi dilakukan untuk memperoleh gugus peroksida dan hidroperoksida yang lebih banyak dalam 5 gram serat dan waktu reaksi pencangkokan dilakukan untuk menyempurnakan reaksi monomer GMA dengan pusat aktif serat dalam media N<sub>2</sub>.

Pada Tabel 4.5. dapat dilihat kadar GMA tercangkok bertambah sesuai dengan naiknya waktu ozonasi dan reaksi pencangkokan. Semakin lama waktu ozonasi semakin banyak pula terbentuk gugus peroksida dan hidroperoksida pada serat terikat silang, sehingga meningkatkan sisi aktif serat untuk pencangkokan GMA pada gugus vinilnya. Peningkatan waktu ozonasi menghasilkan kenaikan kadar cangkok yang cukup signifikan dibandingkan dengan kenaikan kadar cangkok dari penambahan waktu reaksi, karena peningkatan waktu reaksi hanya menyempurnakan reaksi.

**Tabel 4.5.** Pencangkokan GMA pada variasi waktu ozonasi dan reaksi

Waktu ozon (jam)	Waktu <i>Grafting</i> (jam)	% <i>Grafting</i>
2	2	50,2
2,5	2,5	55,41
2,5	3	56,27
3	2,5	59,02
3	3	59.84

#### 4.8. Reaksi Serat Rayon-*co*-NBA-*graft*-GMA dengan Dietilamin (DEA)

Dietilamin merupakan senyawa yang mudah larut dalam air dingin dan air panas. DEA memiliki pasangan elektron bebas pada atom N yang dapat digunakan dalam reaksi dengan GMA melalui mekanisme pembukaan cincin epoksi pada GMA. Produk modifikasi serat rayon-*co*-NBA-*graft*-(GMA-DEA) dapat digunakan sebagai penukar anion dengan menambahkan HCl 0,2 N. DEA memiliki kebiasaan yang cukup kuat untuk mendorong proses pertukaran anion.

##### 4.8.1. Pengaruh Konsentrasi DEA

Reaksi 0,2 gram serat rayon-*co*-NBA-*graft*-GMA dengan DEA dilakukan dengan memvariasikan konsentrasi DEA. Dari kadar cangkok GMA diketahui banyak mmol GMA yang tercangkok pada serat yang digunakan.

Pada reaksi ini serat yang digunakan berasal dari serat tercangkok GMA sebanyak 59,02 % dengan waktu ozonasi 3 jam dan waktu reaksi 2,5 jam.

Pada Tabel 4.6. terlihat adanya kenaikan kadar konversi pada konsentrasi 20 mmol DEA yang menghasilkan kadar konversi  $\pm 100\%$ . Berarti jumlah mmol DEA yang bereaksi dengan mmol GMA yang ada sudah sebanding, satu mmol GMA dapat bereaksi dengan satu mmol DEA.

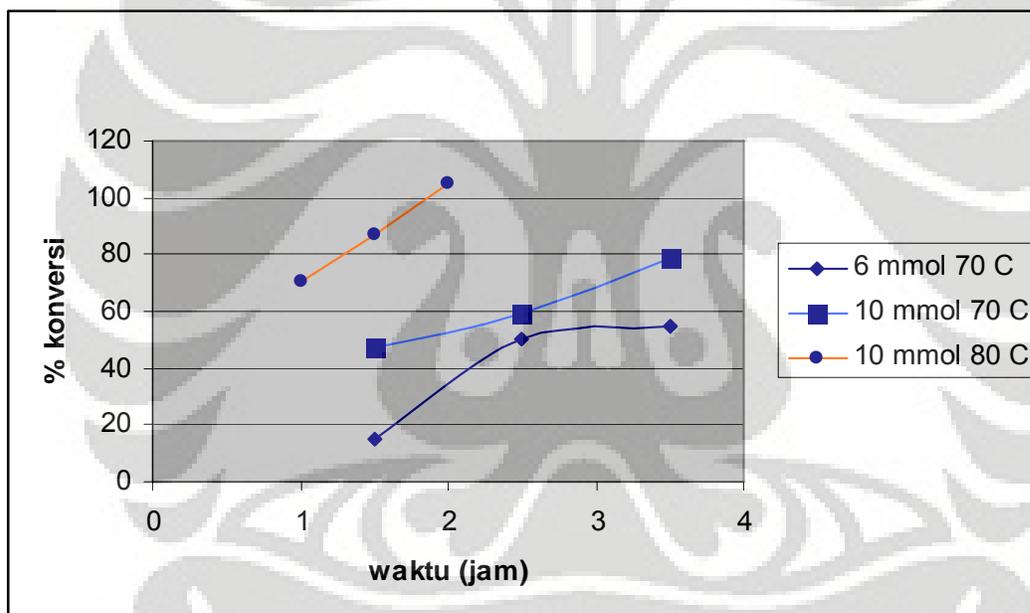
**Tabel 4.6.** Hubungan konsentrasi DEA dengan % konversi

Mol DEA awal (mmol)	Mol GMA (mmol)	Mol DEA tercangkok (mmol)	% Konversi
6	0,8336	0,127	15,24
8	0,8511	0,3705	43,53
10	0,8343	0,3965	47,53
20	0,8315	0,8347	100,4
30	0,8308	0,8371	100,7

#### 4.8.2. Pengaruh Konsentrasi, Suhu, dan Waktu Reaksi DEA

Konsentrasi DEA yang digunakan pada percobaan sebelumnya cukup tinggi, untuk itu dilakukan uji reaksi dengan konsentrasi DEA yang lebih kecil yaitu 10 mmol. Dengan menambah waktu reaksi menjadi 2,5 dan 3,5 jam diharapkan dapat menambah waktu kontak DEA dengan GMA, sehingga kadar konversi meningkat. Percobaan dilakukan dengan menggunakan 1 gram serat rayon-co-NBA-graft(GMA).

Dari Gambar 4.4. dapat dilihat kadar konversi meningkat seiring dengan meningkatnya waktu reaksi. Dengan menggunakan DEA 6 mmol dan 10 mmol sampai waktu reaksi 3,5 jam hanya mencapai kadar konversi 54,4% dan  $\pm 80\%$ . Kenaikan konsentrasi DEA belum menghasilkan % konversi yang tinggi. Untuk itu perlu dilakukan kenaikan suhu pada  $80^{\circ}\text{C}$  dengan menggunakan 10 mmol DEA. Pada suhu yang lebih tinggi dan waktu reaksi yang lebih cepat, didapatkan kadar konversi meningkat dan mencapai perbandingan mmol GMA: DEA (1:1). Kenaikan suhu yang lebih tinggi



**Gambar 4.3.** Grafik hubungan konsentrasi, suhu, dan waktu reaksi dengan % konversi

dapat mengoptimalkan reaksi DEA pada serat terancangkok GMA. Selanjutnya reaksi serat rayon-co-NBA-graft-(GMA) sebanyak 5 gram dilakukan dengan 250 mmol DEA. Reaksi berlangsung pada suhu  $80^{\circ}\text{C}$  selama 1 dan 2 jam.

DEA diharapkan dapat bereaksi sempurna dengan GMA yang tercangkok dalam serat walaupun dengan jumlah serat yang lebih banyak.

Pada Tabel 4.7. dapat dilihat perbandingan mol GMA : DEA meningkat dengan meningkatnya waktu reaksi. Dengan waktu reaksi 2 jam diperoleh kadar konversi mencapai 94% yang berarti satu mol DEA bereaksi dengan satu mol GMA. Dari hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa lama reaksi serat *rayon-co-NBA-graft-(GMA)* dengan DEA tidak tergantung pada jumlah serat.

**Tabel 4.7.** Perbandingan mol DEA dengan GMA

Waktu Reaksi (jam)	Mol GMA	Mol DEA	% Konversi
1	0,02	0,0157	78,5
2	0,02	0,0188	94

Catatan : Reaksi GMA-DEA berlangsung dengan perbandingan 1:1, suhu 60 °C dalam waktu reaksi 2 jam.

#### 4.9. Karakterisasi

##### 4.9.1. Pengembangan Serat Rayon

Hasil pengujian pengembangan serat rayon terdapat pada Tabel 4.8. Serat asli menunjukkan pengembangan yang lebih rendah karena sifatnya yang kurang hidrofilik. Dengan adanya zat tercangkok membuat permukaan serat semakin hidrofil. Pengembangan serat dibatasi oleh adanya ikat silang pada serat. Dengan adanya ikat silang pada serat, air sulit masuk ke pori-pori

dan sulit mengembang, sehingga semakin tinggi kadar ikat silangnya, semakin rendah pengembangan seratnya.

Pengembangan serat meningkat dengan dicangkokkannya gugus hidrofil GMA. Pada modifikasi serat rayon-co-NBA-graft-(GMA-DEA) pengembangan serat meningkat karena adanya gugus amina yang dapat terprotonasi sehingga bermuatan positif. Akibatnya permukaan serat lebih bersifat polar sehingga air dapat masuk dengan mudah ke pori-pori serat rayon.

**Tabel 4.8.** Uji *swelling* serat rayon

Jenis Serat	% <i>Swelling</i>
Serat rayon asli	16,02
Rayon-co-NBA (42,84%)	43,5
Rayon-co-NBA (49,71%)	40,02
Rayon-co-NBA-graft-(GMA)	45,31
Rayon-co-NBA-graft-(GMA-DEA)	47,41

Sifat pengembangan serat rayon berhubungan dengan aplikasinya sebagai penukar ion. Serat rayon dalam kolom dibatasi pengembangannya agar tidak terjadi efek *blocking*. Serat rayon yang sedikit mengembang akan mempersulit ion untuk berdifusi sehingga memperlambat proses pertukaran ion. Sedangkan bila serat terlalu mengembang akan mengurangi efektivitas pertukaran ion, sehingga pengembangan serat dibatasi dengan adanya ikat silang NBA.

#### 4.9.2. Pengujian Proses Pertukaran Anion

Pada penelitian ini, anion  $\text{Cl}^-$  pada serat rayon terikat silang NBA-*graft*-(GMA-DEA) $^+\text{Cl}^-$  dimasukkan ke dalam kolom kemudian dilewatkan dengan larutan  $\text{NaNO}_3$ . Ion  $\text{Cl}^-$  akan ditukar dengan anion  $\text{NO}_3^-$ , dan efluennya dititrasi dengan  $\text{AgNO}_3$  0,01N.

Kapasitas total penukaran bergantung pada jumlah total gugus-gugus aktif per satuan bobot penukar ion dan semakin banyak jumlah gugus-gugus tersebut, maka semakin besarlah kapasitasnya. Pertukaran ion dapat berlangsung jika cuplikan mengandung komponen berupa ion yang larut dalam air.

Hasil percobaan menunjukkan, serat rayon-co-NBA-*graft*-(GMA-DEA) $^+\text{Cl}^-$  dapat menukar ion  $\text{Cl}^-$  dengan  $\text{NO}_3^-$  sebesar 1,07 meq/g (Lampiran 12), dengan kadar pencangkakan GMA sebesar 59,02 %.

#### 4.9.3. Analisis dengan FT-IR

Analisis serapan inframerah dilakukan terhadap serat rayon asli, serat rayon terikat silang NBA, serat rayon terikat silang NBA-*graft*-(GMA) dan serat rayon terikat silang NBA-*graft*-(GMA-DEA). Pada serat rayon asli, terdapat puncak serapan pada  $2889,37 \text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi rentangan dari C-H pada gelombang antara  $3300 - 2750 \text{ cm}^{-1}$ . Puncak serapan pada  $1263,37 \text{ cm}^{-1}$  (Lampiran 13.a) dihasilkan oleh vibrasi OH dari -CH-OH yang terdapat pada C2 dan C3 molekul glukosa.

Serat rayon-co-NBA menunjukkan adanya serapan pada panjang gelombang  $1527,62 \text{ cm}^{-1}$  (Lampiran 13.b) yang menyatakan adanya gugus amida sekunder yang berada pada rentang panjang gelombang  $1550 - 1510 \text{ cm}^{-1}$ . Hal tersebut menunjukkan sudah terjadi pembentukan ikat silang oleh NBA.

Spektrum serat rayon-co-NBA-graft-GMA menunjukkan puncak serapan pada  $1726,29 \text{ cm}^{-1}$  (Lampiran 13.c) yang menunjukkan adanya serapan rentangan C=O ester dari GMA. Vibrasi uluran epoksi C-O-C pada GMA ditunjukkan pada spektrum daerah  $900-700 \text{ cm}^{-1}$ . Adanya gugus ester dan epoksi yang muncul membuktikan telah tercangkoknya monomer GMA pada serat rayon. Serat rayon-co-NBA-graft-(GMA-DEA) tidak menunjukkan serapan pada rentang spektrum  $900-700 \text{ cm}^{-1}$  (Lampiran 13.d), yang berarti hilangnya gugus epoksida GMA. Munculnya puncak serapan pada  $2715,6 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya ikatan  $-\text{CH}_2-\text{NHR}_2$ , yang menunjukkan DEA telah tercangkok pada serat.

#### **4.10. Penentuan Koefisien Distribusi (Kd) Penyerapan Serat Rayon – co-NBA-graft-(GMA-DEA)<sup>+</sup>Cl<sup>-</sup> Terhadap Cr (VI)**

Koefisien distribusi serat rayon-co-NBA-graft-(GMA-DEA)<sup>+</sup>Cl<sup>-</sup> dalam menyerap logam kromium dalam bentuk larutan dilakukan dalam sistem *Batch*. Percobaan ini diawali dengan membuat kurva kalibrasi melalui pengukuran absorbansi larutan standar kromium (VI) pada pH 2 dengan AAS (Lampiran 14). Dari kurva kalibrasi tersebut didapatkan persamaan garis

regresi linear, hubungan antara konsentrasi larutan standar dengan absorbansi.

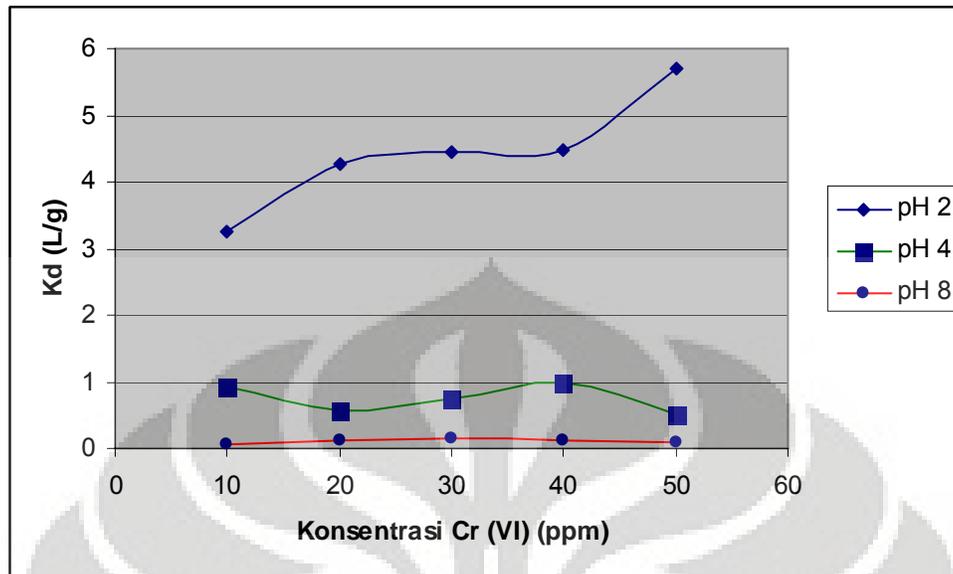
Percobaan dilakukan pada pH 2, 4, dan 8 untuk memperoleh gambaran interaksi adsorben dengan spesi-spesi Cr (VI) yang berbeda. Penentuan serapan Cr (VI) oleh serat dilakukan dengan mengukur konsentrasi larutan Cr (VI) yang telah kontak dengan serat pada berbagai pH. Selanjutnya kadar Cr (VI) yang diserap dapat diketahui dari selisih konsentrasi larutan awal Cr (VI) dengan larutan akhir setelah kontak dengan serat. Dari hasil yang diperoleh dapat ditentukan koefisien distribusi Cr (VI) pada berbagai pH. Nilai koefisien distribusi dapat dihitung dengan persamaan::

$$K_d = \frac{C_s}{C_m}$$

$C_s$  = Konsentrasi zat terlarut dalam *stationary phase*

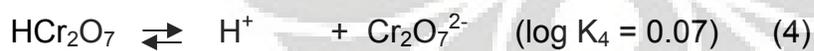
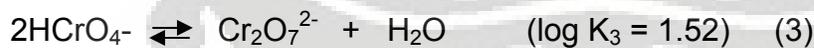
$C_m$  = Konsentrasi zat terlarut dalam *mobile phase*

Hasil perhitungan nilai  $K_d$  pada berbagai pH terdapat pada Gambar 4.4.(Lampiran 18). Dari gambar tersebut dapat diketahui pengaruh pH terhadap kemampuan serat *rayon-co-NBA-graft-(GMA-DEA)<sup>+</sup>Cl<sup>-</sup>* dalam menyerap Cr (VI). Adsorpsi anion Cr (VI) meningkat dengan menurunnya pH medium. Nilai  $K_d$  maksimum didapatkan pada pH 2 (Lampiran 15).



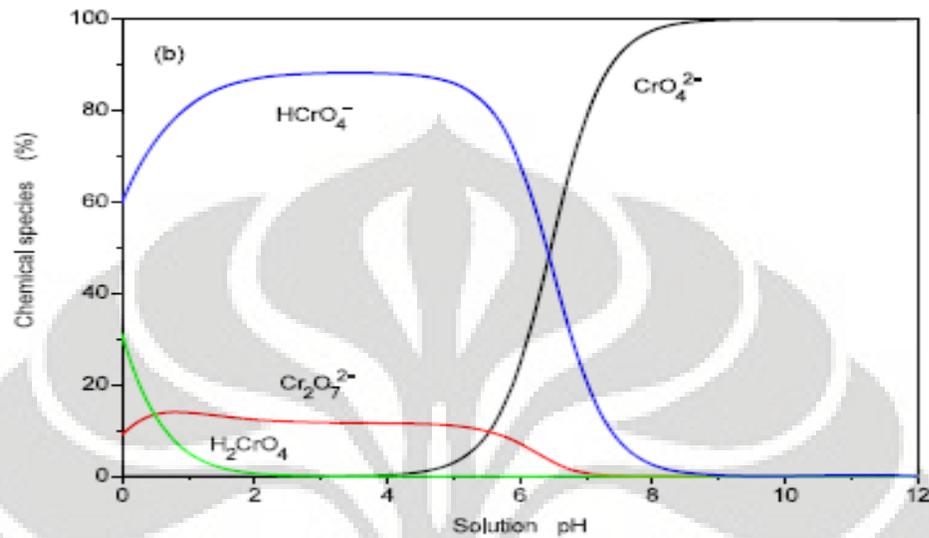
**Gambar 4.4.** Kurva Kd penyerapan Cr (VI) pada pH 2, 4 dan 8

Logam Cr (VI) dalam larutan berada dalam bentuk anion seperti  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ,  $\text{HCrO}_4^-$ ,  $\text{CrO}_4^{2-}$ , dan  $\text{HCrO}_7^{-1}$ , dan fraksi dari tiap jenisnya bergantung pada pH. Keseimbangan antara berbagai jenis ion kromium adalah sebagai berikut:



Keseimbangan berbagai ion Cr (VI) sebagai fungsi pH terdapat pada Gambar 4.5. Pada tersebut spesies Cr (VI) kromium yang *predominant* pada  $2 < \text{pH} < 6,5$  adalah  $\text{HCrO}_4^-$  dan  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ . sedangkan pada  $\text{pH} > 6,5$  spesies

*predominant*-nya adalah  $\text{CrO}_4^{2-}$ . Pada pH rendah, spesies Cr (VI) terutama dalam bentuk *univalent* ( $\text{HCrO}_4^-$ ) sehingga spesies ini membutuhkan hanya



**Gambar 4.5.** Spesies Cr (VI) dalam larutan

satu sisi pertukaran. Pada pH lebih dari 2, adsorpsi kromium menurun karena meningkatnya konsentrasi spesies kromium *divalent* seperti  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  yang membutuhkan dua sisi pertukaran untuk adsorpsi yang mengakibatkan menurunnya serapan adsorpsi. Pada pH lebih dari 7, konsentrasi ion  $\text{OH}^-$  lebih besar sehingga terjadi kompetisi antara  $\text{OH}^-$  dengan  $\text{CrO}_4^{2-}$ , karenanya kemampuan adsorpsi terhadap anion kromium sangat rendah.

## BAB V

### KESIMPULAN

Penelitian ini dilakukan untuk mendapatkan serat rayon-co-NBA-*graft*-(GMA-DEA)<sup>+</sup>Cl<sup>-</sup>, sebagai suatu serat penukar anion. Serat termodifikasi tersebut selanjutnya diuji sifat penukar anionnya dengan menentukan koefisien distribusinya (Kd) terhadap larutan Cr (VI) pada berbagai pH. Kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini adalah:

1. Pembuatan serat rayon-co-NBA-*graft*-(GMA) dalam jumlah yang lebih banyak dengan teknik ozonasi dan laju alir (2,7 L/min) memerlukan:
  - a. Tabung *impinger* yang lebih besar.
  - b. Ozonasi untuk penguatan serat dan pencangkakan GMA yang lebih lama.
  - c. Waktu reaksi NBA dan GMA yang sama.
2. Serat rayon terikat silang NBA memiliki ketahanan serat terhadap asam dan basa yang paling tinggi pada serat rayon yang diozonasi selama 3 jam, konsentrasi NBA 5%, dan waktu reaksi 3 jam.
3. Kadar pencangkakan GMA tertinggi diperoleh dengan menggunakan campuran pelarut metanol:air (6:4).
4. Serat rayon-co-NBA-*graft*-(GMA-DEA)<sup>+</sup>Cl<sup>-</sup> menunjukkan sifat sebagai penukar anion dalam menyerap Cr (VI) terutama dalam larutan asam.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Budiman, P. 2007. *Sorpsi Seng pada Na-Bentonit*. Jurnal Teknologi Pengelolaan Limbah. Volume 10 No.1 Juli 2007.
2. Bend Market. 1994. *Enviromental Sampling fot Trace Analysis*, ©VCH, Germany.
3. Moncrieff, F.W. 1975. *Man Made Fiber*, 6<sup>th</sup> ed. London: Butterworth & Co. London.
4. Feuerstein, Isabel. 2009. *Derivatized Cellulose Combined with MALDI-TOF MS: A New Tool for Serum Protein Profiling*. J. Proteome Res, 2005, 4 (6), 2320-2326.
5. Auliya, Dina. 2008. *Ikat Silang selulosa dengan N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) sebagai Matriks Pencangkakan Monomer Akrilamida (Aam) dan Glisidil Metakrilat-Asam Iminodiasetat (GMA-IDA) dengan Teknik Ozonasi*. Depok: Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Indonesia.
6. Mubarakah, Lulu. 2009. *Variasi Pelarut pada Pencangkakan Glisidil Metakrilat (GMA) pada Serat Terikat Silang N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) dan Modifikasinya dengan Asam Iminodiasetat (IDA) serta Karakterisasinya sebagai Penukar Ion*. Depok: Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Indonesia.
7. Istianah, Romlah. 2001. *Uji Aplikasi Hasil Grafting Serat Rayon- Asam Akrilat dan Serat Rayon-Akrlamida sebagai Penukar Ion dalam*

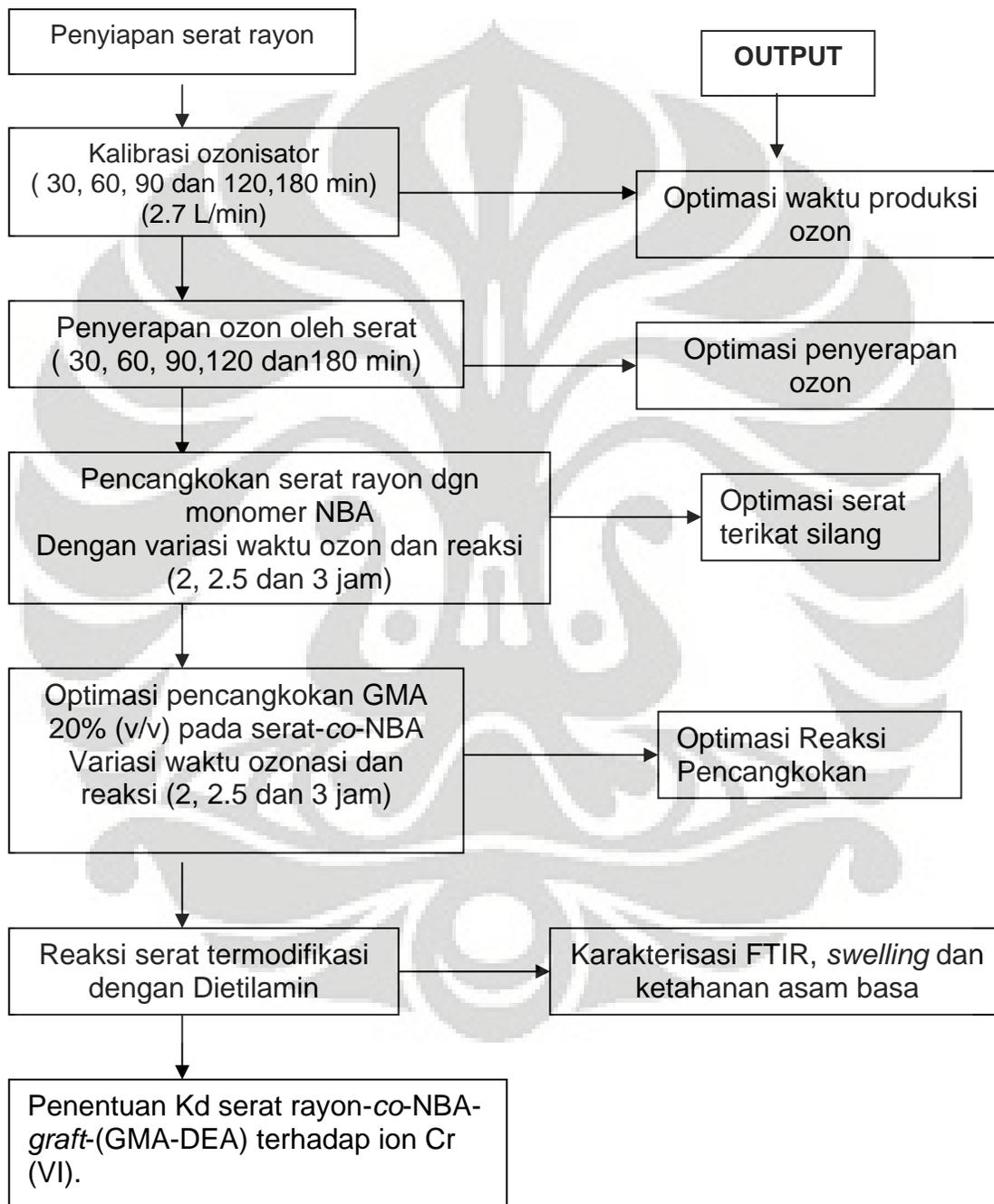
*Kemampuannya Menyerap Logam Kromium*. Depok: Jurusan Kimia, Universitas Indonesia.

8. Bill Meyer, F.W. 1984. *Textbook of Polymer Science*, 3<sup>rd</sup> ed., John Wiley & Sons, New York.
9. Stevens, M.P. 2001. *Kimia Polimer*. Trans. Dr. Ir. Lis Sopyan, M. Eng. Jakarta: Pradnya Paramita.
10. Vismara, Elena. 2009. *Surface Functionalization of Cotton Cellulose with Glycidyl Methacrylate and Its Application for The Adsorption of Aromatic Pollutans from Wastewaters*. HAZMAT-D-08-03670R1. Elsevier Editorial System for Journal of Hazardous Materials.
11. Anirudhan, S. Jalajamony, P.S. Suchithra. 2008. *Improved performance of a cellulose-based anion exchanger with tertiary amine functionality for the adsorption of chromium(VI) from aqueous solutions*. *Eng. Aspects* 335 (2009) 107–113.
12. Prabowo, Norbertus Krisnu. 2007. *Modifikasi Serat Rayon Sebagai Adsorben Ion Logam Berat Pencangkokkan Metakrilamida dan Agen Pengikat Silang N,N'-Metilendiakrilamida (NNBA) Dengan Teknk Ozonasi*, FMIPA, Universitas Indonesia, Depok.
13. Anirudhan, S. Jalajamony, P.S. Suchithra. 2008. *Improved performance of a cellulose-based anion exchanger with tertiary amine functionality for the adsorption of chromium(VI) from aqueous solutions*. *Eng. Aspects* 335 (2009) 107–113.

14. Dasgupta, S.1990. *Surface Modification of Polyolefins for Hidrophilicity and Dondability : Ozonation and Grafting Hydrophilic Monomer on Ozonized Polyolefins*. Journal of Applied Polymer Science, Vol.41, p.223-248.
15. Vogel, A.I., 1985. Buku ajar Vogel: *Kimia analisis Kuantitatif Anorganik*. Jakarta: PT.Kalman Media Pustaka.
16. [http//en.Terapi Ozon/Jakarta no 465 / K / IV / 03](http://en.Terapi Ozon/Jakarta no 465 / K / IV / 03). Tanggal 22 Desember 2009 pukul 14.00 WIB.
17. <http://en.wikipedia.org/wiki/Epoxide> Tanggal 16 September 2009 pukul 08.00 WIB.
18. Feuerstein, Isabel. 2009. *Derivatized Cellulose Combined with MALDI-TOF MS: A New Tool for Serum Protein Profiling*. J. Proteome Res, 2005, 4 (6), 2320-2326.
19. Waly A.,Abdel Mohdy F.A. 1998. *J. Appl. Polym. Sci.* 68: 2151-2157.
20. <http://en.WHO/Chromium>. Tanggal 2 November 2009. Pukul 16.4 WIB.
21. <http://mmrc.caltech.edu/FTIR/FTIRintro.pdf>. Tanggal 3 November 2009. Pukul1.00 WIB.
22. <http://ilmu-kedokteran.blogspot.com/2007/11/spektroskopi-serapan-atom-spekroskopi.html> 3 November 2009. Tanggal Pukul 15.00 WIB.
23. Day, R.A. 1996. Underwood. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Edisi ke-5. Terj, Aloysius Hadyana P., Ph. D. Bandung: Penerbit Erlangga. Halaman 303-304.

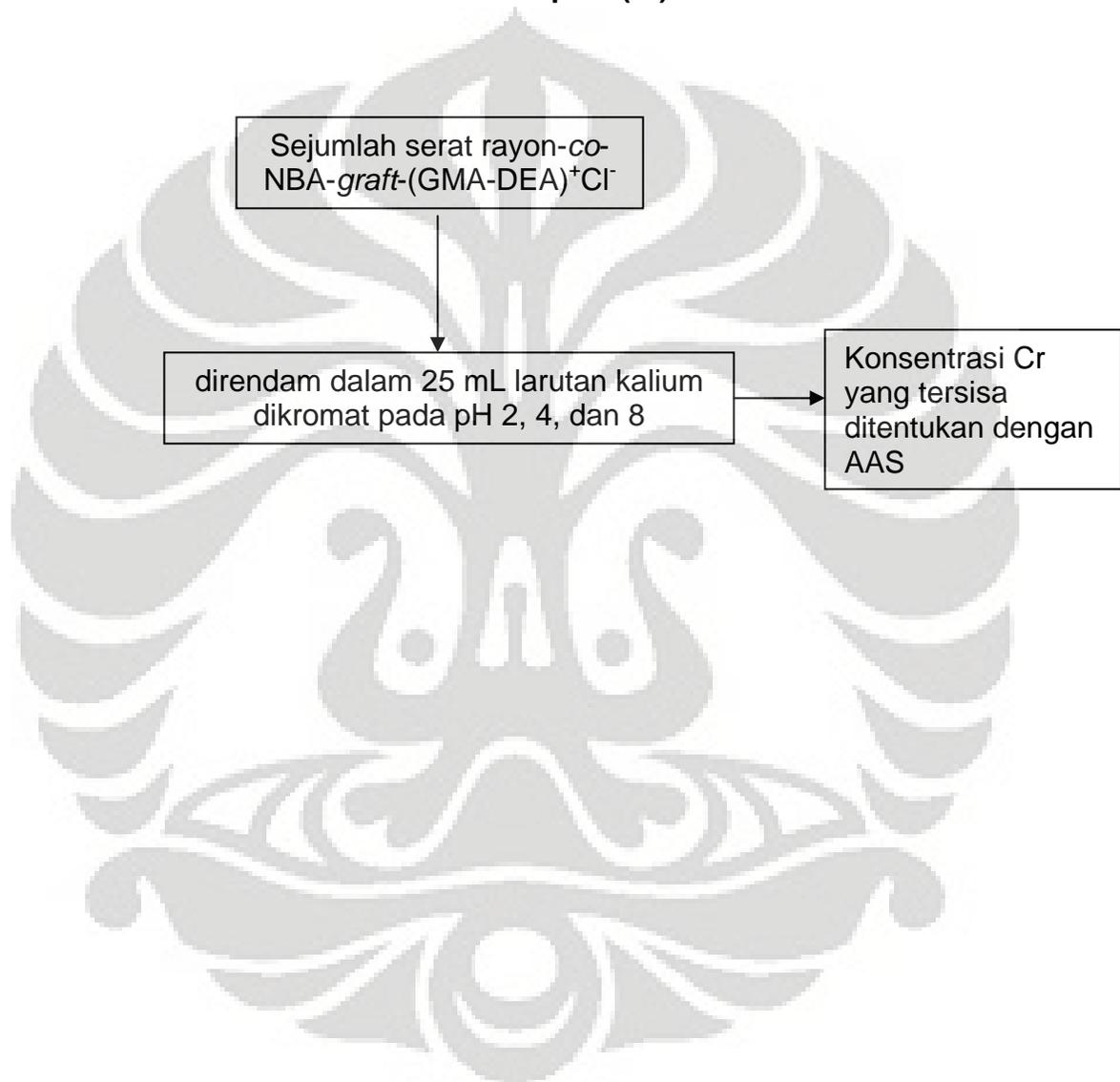
## LAMPIRAN 1

### Sistematika Kerja



## LAMPIRAN 2

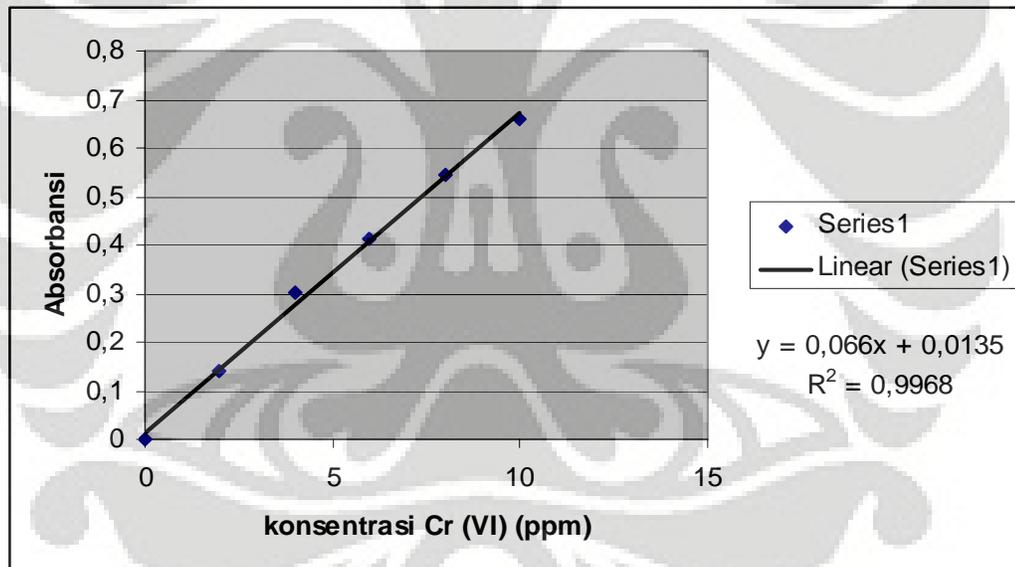
**Penentuan Kd Serat Rayon-co-NBA-graft-(GMA-DEA)<sup>+</sup>Cl<sup>-</sup>  
Terhadap Cr (VI)**



## LAMPIRAN 14

Tabel absorbansi larutan standar Cr (VI) pada pH 2

Konsentrasi Cr (VI) Standar (ppm)	Absorbansi
0	0
2	0.1413
4	0.3011
6	0.4148
8	0.5432
10	0.6598



## LAMPIRAN 15

**Tabel Kd Penyerapan Cr (VI) pada pH 2**

Konsentrasi Cr (VI) awal (ppm)	Konsentrasi Cr (VI) sisa (ppm)	Konsentrasi Cr (VI) terserap (mg/g)	Kd Penyerapan Cr (VI) (L/g)
10	0.7	2,3	3,26
20	1.1	4,7	4,27
30	1.6	7,1	4,44
40	2.1	9,4	4,47
50	2.1	12	5,7

## LAMPIRAN 16

**Tabel Kd Penyerapan Cr (VI) pada pH 4**

Konsentrasi Cr (VI) awal (ppm)	Konsentrasi Cr (VI) sisa (ppm)	Konsentrasi Cr (VI) terserap (mg/g)	Kd Penyerapan Cr (VI) (L/g)
10	2.1	1,9	0,94
20	6	3,5	0,58
30	7.6	5,6	0,74
40	8	8	1
50	17.8	8,1	0,5

### Lampiran 17

**Tabel Kd Penyerapan Cr (VI) pada pH 8**

Konsentrasi Cr (VI) awal (ppm)	Konsentrasi Cr (VI) sisa (ppm)	Konsentrasi Cr (VI) terserap (mg/g)	Kd Penyerapan Cr (VI) (L/g)
10	8.6	0,35	0,05
20	13	1,75	0,13
30	18.5	2,9	0,16
40	27.6	3,1	0,11
50	36	3,5	0,1

### LAMPIRAN 18

#### Perhitungan Kd Cr (VI)

Dari kurva kalibrasi larutan standar Cr (VI) didapatkan persamaan linear:

$$Y = 0,066 X + 0,0135$$

Y= Absorbansi

X= Konsentrasi

Sebagai contoh perhitungan penyerapan 25 mL Cr (VI) 20 ppm pada pH 2.

Absorbansi larutan sisa adalah 0.0849, dengan mensubstitusikan nilai absorbansi pada nilai Y, didapatkan nilai X yaitu konsentrasi.

$$Y = 0,066 X + 0,0135$$



$$0,0849 = 0,066 X + 0,0135$$

$$X = \frac{0,0849 - 0,0135}{0,066} = 1,1$$

- Diperoleh konsentrasi larutan sisa Cr (VI) sebesar 1,1 ppm, sehingga konsentrasi yang diserap sebanyak 18,9 ppm.
- Contoh perhitungan dengan 25 mL larutan Cr (VI) 20 ppm  
Konsentrasi Cr (VI) yang diserap / gr serat =

$$18,9 \text{ ppm} \times \frac{25 \text{ mL}}{0,1 \text{ g}} = 4,7 \text{ (mg/g)}$$

Perhitungan nilai Kd penyerapan Cr (VI) adalah:

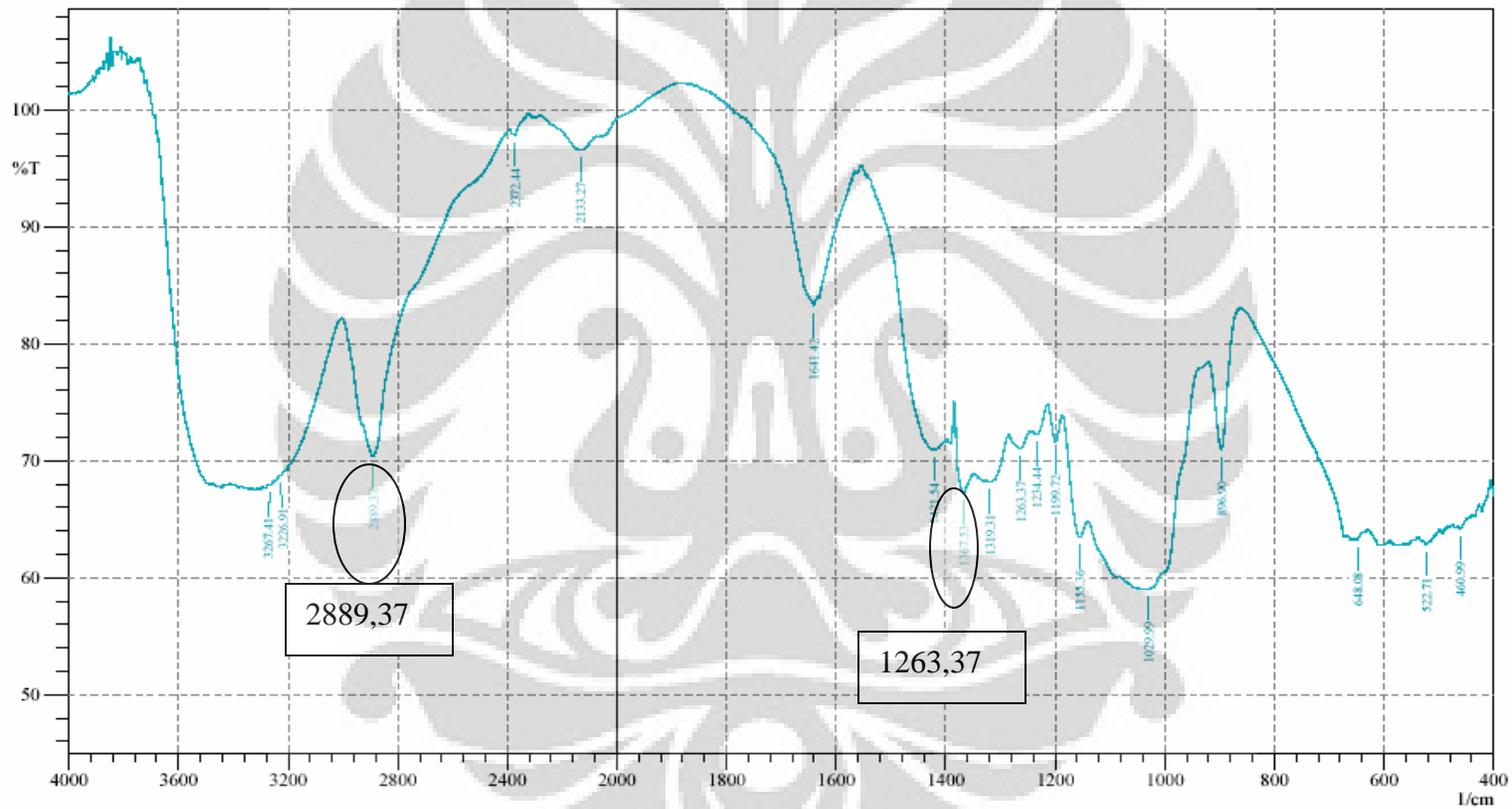
$$Kd = \frac{C_s}{C_m}$$

$$Kd = \frac{4,7 \text{ mg/g}}{1,1 \text{ mg/L}} = 4,27 \text{ (L/g)}$$

## LAMPIRAN 13.a

## Spektrum inframerah serat rayon asli

SHIMADZU



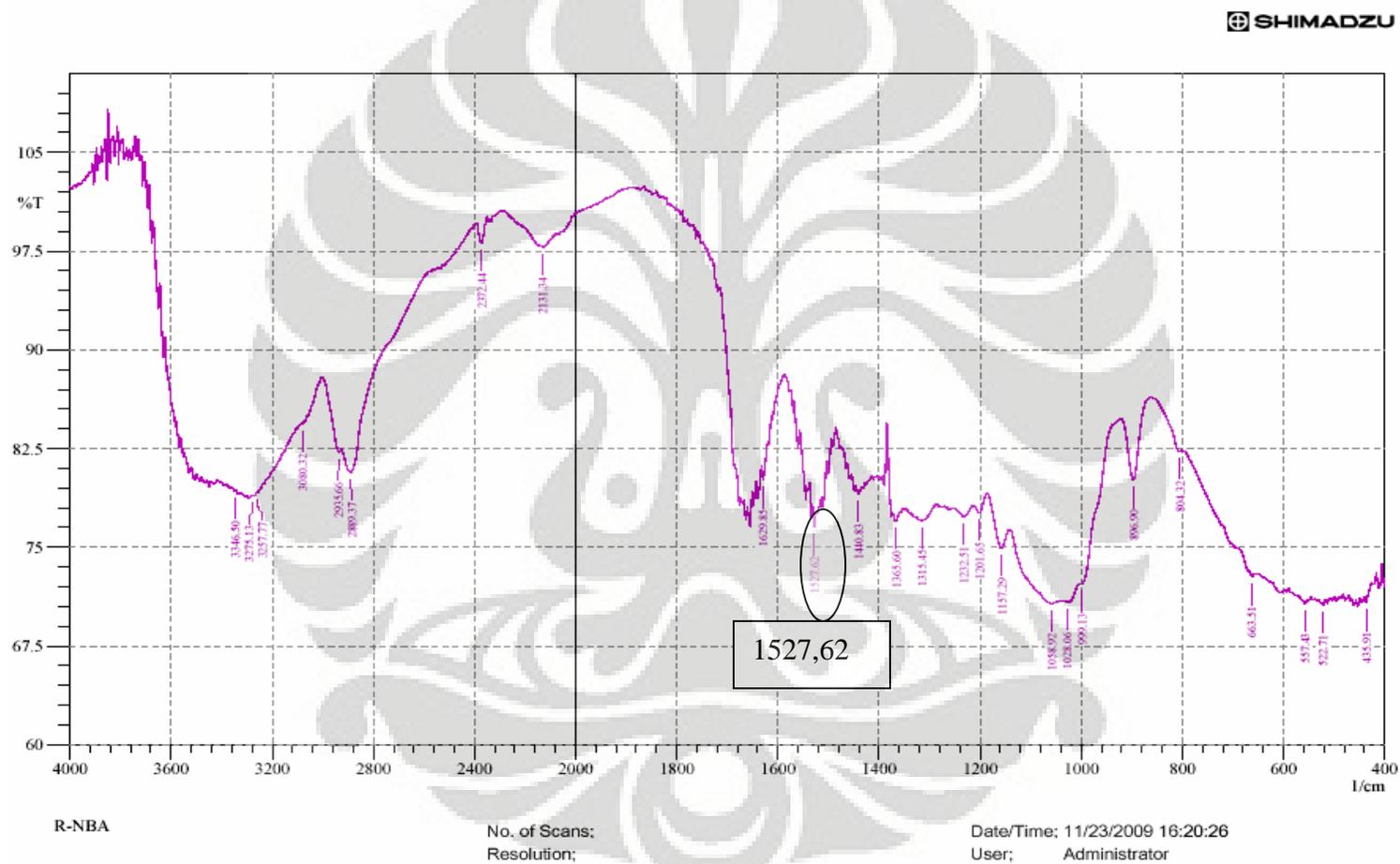
R

No. of Scans;  
Resolution;

Date/Time: 11/23/2009 16:26:50  
User: Administrator

## LAMPIRAN 13.b

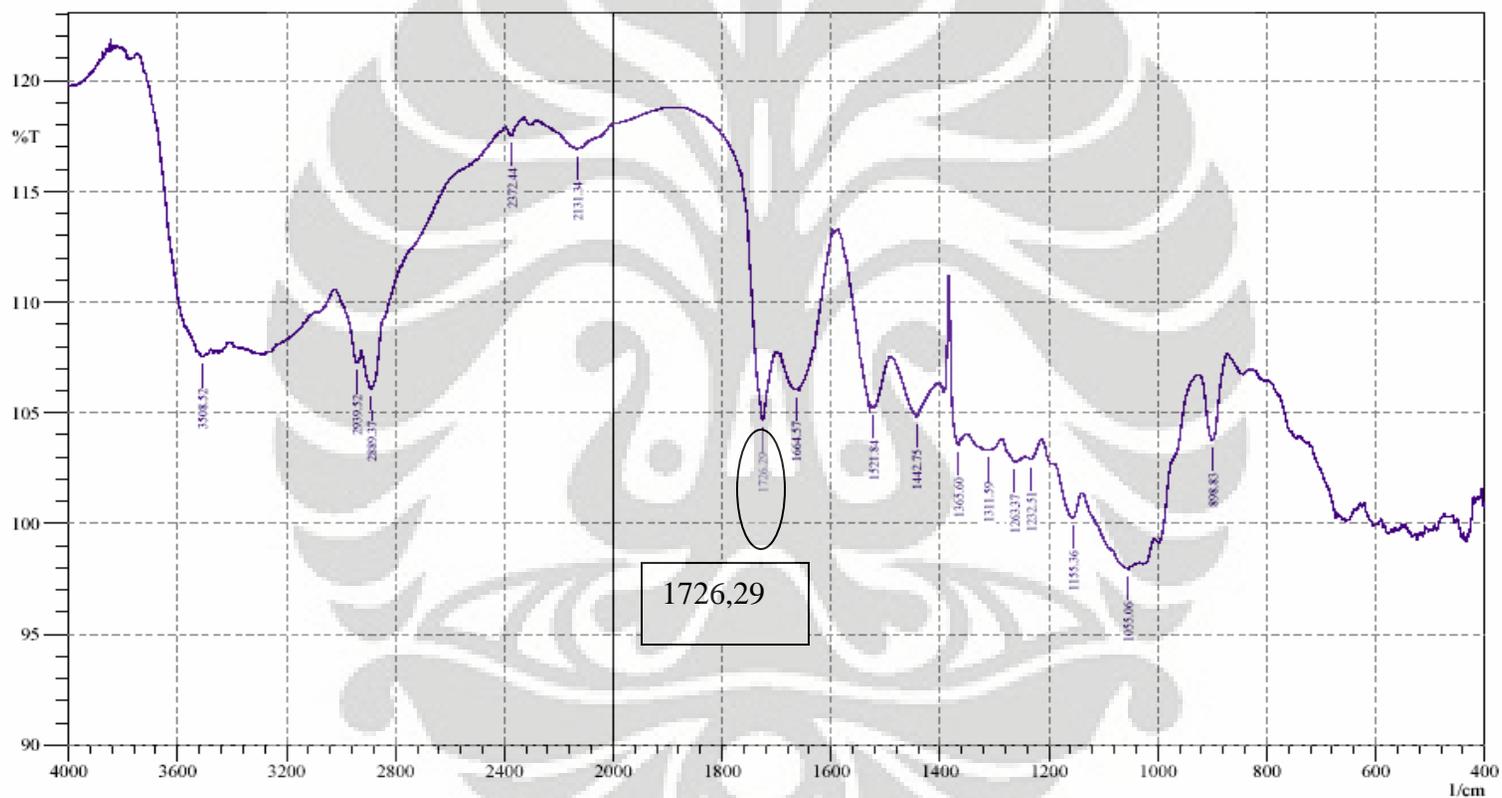
## Spektrum inframerah serat rayon-co-NBA



## LAMPIRAN 13.c

## Spektrum inframerah serat rayon-co-NBA-graft-(GMA)

SHIMADZU

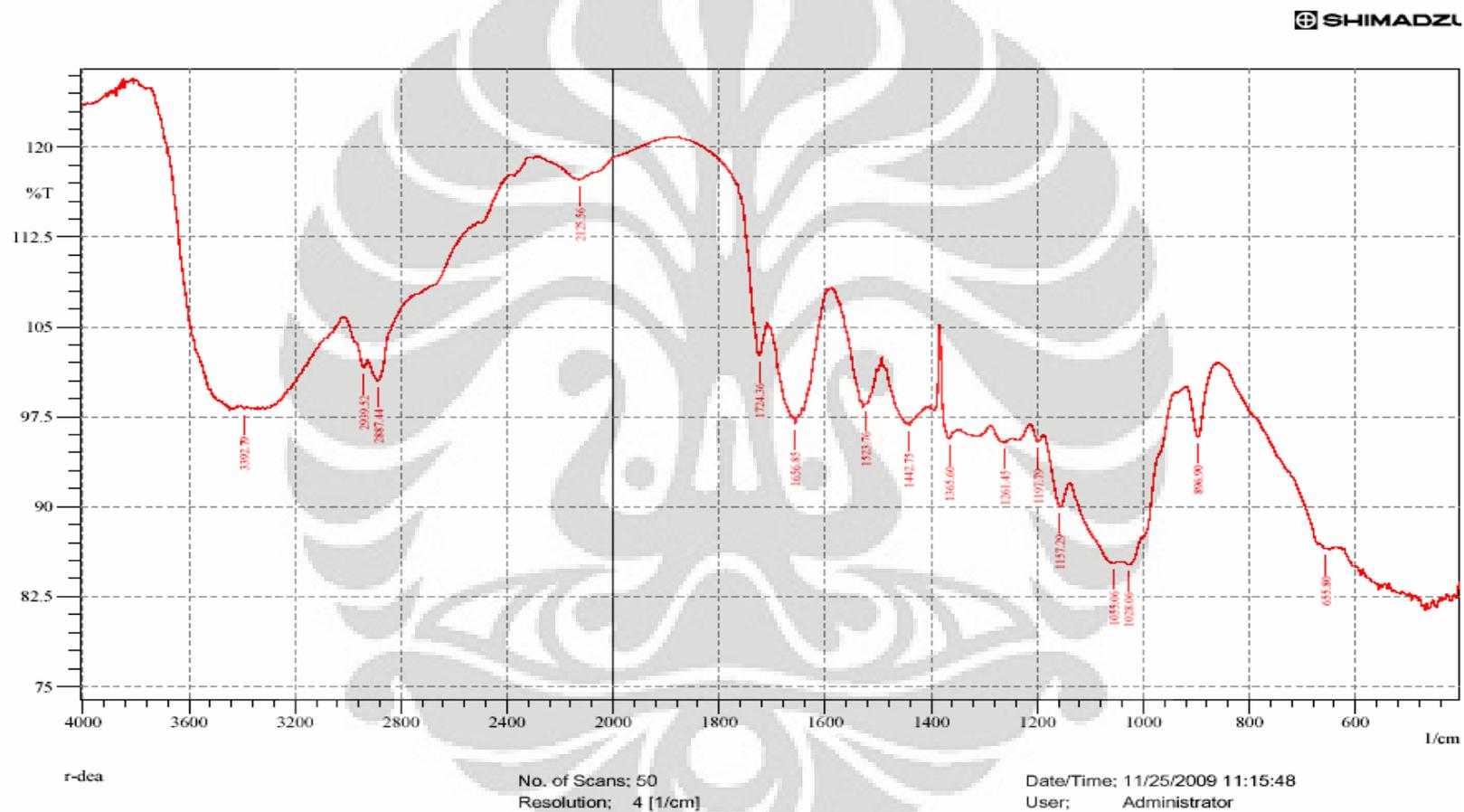


R-GMA

No. of Scans: 50  
Resolution: 4 [1/cm]Date/Time: 11/23/2009 16:14:40  
User: Administrator

## LAMPIRAN 13.d

## Spektrum inframerah serat rayon-co-NBA-graft-(GMA-DEA)



#### LAMPIRAN 4

**Tabel Hubungan antara lama ozonasi dengan berat O<sub>3</sub> total**

(M tiosulfat = 0,2256 M)

( laju alir 2,7 L/menit)

Waktu Ozonasi (min)	V thiosulfat rata-rata (mL)	Jumlah O <sub>3</sub> total (mg)
30	11,05	59,8
60	21,40	115,8
90	32,58	176,4
120	41,65	225,5
180	63,20	342,2

#### LAMPIRAN 5

**Tabel hubungan antara lama ozonasi terhadap berat O<sub>3</sub> total<sup>6</sup>**

Waktu Ozonasi (min)	Laju Alir (L/min)	V Thiosulfat rerata (mL)	Berat O <sub>3</sub> Total (g)
15	2,7	5,8	0,0332
30		11,48	0,0657
60		22,56	0,1291
90		34,60	0,1979
120		45,20	0,2586
180		65,68	0,3760
240		89,52	0,5122

### LAMPIRAN 6

**Tabel hubungan antara flow rate ozon dengan lama ozonasi terhadap berat O<sub>3</sub> total<sup>5</sup>**

Waktu Ozonasi (min)	Laju Alir (L/min)	V Thiosulfat rerata (mL)	Berat O <sub>3</sub> Total (g)
30	0,1	10,98	0,1235
	0,5	10,99	0,1235
	1	10,989	0,1235
60	0,1	21,962	0,2468
	0,5	21,954	0,2467
	1	21,954	0,2467
120	0,1	43,903	0,4935
	0,5	43,903	0,4935
	1	43,89	0,4933

### LAMPIRAN 7

**Tabel hubungan lama ozonasi dengan jumlah ozon yang diserap serat**  
(laju alir 2,7 L/menit)

Waktu ozonasi (menit)	Jumlah O <sub>3</sub> Awal (mg)	Jumlah O <sub>3</sub> yang diserap (mg)
30	59,8	22,6
60	115,8	39,8
90	176,4	53,5
120	225,5	60,9
180	342,2	98,2

(Serat yang digunakan sebanyak 5 gram)

### LAMPIRAN 8

**Tabel hubungan lama ozonasi dengan jumlah ozon yang diserap serat<sup>5</sup>**

Jumlah ozon yang diserap (gram)	<i>Flow rate</i> (L/min)	
	0,1	0,5
Lama ozonasi (min)	0,1	0,5
30	0,08	0,063
60	0,0889	0,076
90	0,092	0,08
120	0,1078	0,092

(serat yang digunakan sebanyak 4 gram)

**LAMPIRAN 9****Tabel hubungan lama ozonasi dengan jumlah ozon yang diserap serat<sup>6</sup>**

(Laju alir 2,7 L/min dan ukuran tabung *impinger* dengan diameter 3 cm dan tinggi 8,5 cm)

Waktu Ozonasi (min)	Berat O <sub>3</sub> Total (g)	Jumlah O <sub>3</sub> yang diserap (g)
15	0,0332	0,0183
30	0,0657	0,0206
60	0,1291	0,0335
90	0,1979	0,0382
120	0,2586	0,0491
180	0,3760	0,0544
240	0.5122	0,0588

**LAMPIRAN 10**

**Tabel hubungan antara laju alir ozon dan konsentrasi NBA  
dengan %G<sup>5</sup>**

% G NBA	Konsentrasi NBA (%)		
Laju alir (L/min)	1	3	5
0,1	115,2	124,53	127,30
0,5	114,16	124,12	126,72
1	113,81	123,24	126,11

**LAMPIRAN 11**

**Tabel pencangkakan GMA pada serat terikat silang dalam beberapa  
pelarut<sup>6</sup>**

( GMA 20%, suhu 60 °C, dan waktu reaksi 1 jam)

Pelarut	% G
Metanol	24,82
Metanol:air (4:6)	21,62
Aseton	17,23
n-Heksana	17,83
Etanol	16,78
N-metil-2-pirolodin	15,60
1,4-Dioksan	36,27

## LAMPIRAN 12

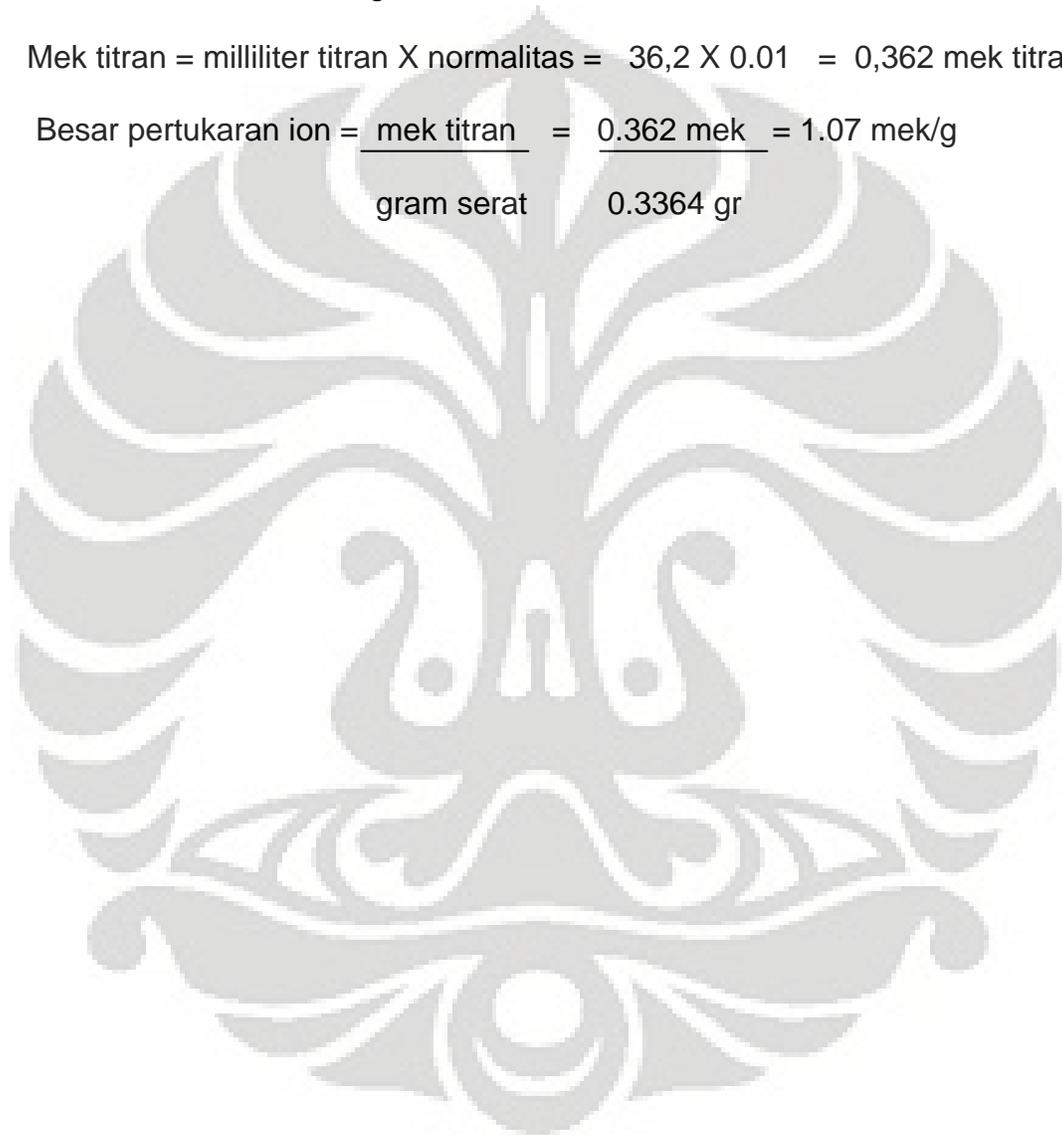
### Perhitungan proses pertukaran ion

Perhitungan pertukaran ion sebagai berikut:

Volume titran 36.2 mL AgNO<sub>3</sub> 0.01 N

Mek titran = milliliter titran X normalitas = 36,2 X 0.01 = 0,362 mek titran

Besar pertukaran ion =  $\frac{\text{mek titran}}{\text{gram serat}} = \frac{0.362 \text{ mek}}{0.3364 \text{ gr}} = 1.07 \text{ mek/g}$



### LAMPIRAN 3

#### Spesifikasi serat rayon

Produk P.T. INDO-BHARAT RAYON

Menara Batavia, 16<sup>th</sup> Floor, jl. K.H. Mas Mansyur Kav.126. 126, Jakarta

10220, Indonesia

#### TECHNICAL SPECIFICATION

#### VISCOSE RAYON STAPLE FIBRE (REGULAR QUALITY)

CONTENT	UNIT	STANDARD
Denier variation	DEN	+/- 6%
Staple length	mm	+/- 3%
Tenacity (cond)	g/d	2.5 Min
Tenacity (Wet)	g/d	1.2 Min
Elongation (Cond)	%	20 +/-2
Elongation (wet)	%	22 +/-2
Oil content	%	0.25+-0.05
Equilibrium moisture regain	%	13