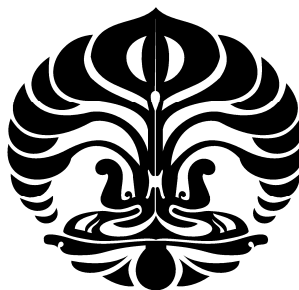


**VARIASI PELARUT PADA PENCANGKOKKAN GLISIDIL
METAKRILAT (GMA) PADA SERAT RAYON TERIKAT SILANG
N,N'-METILENDIAKRILAMIDA (NBA) DAN MODIFIKASINYA DENGAN
ASAM IMINODIASETAT (IDA) SERTA KARAKTERISASINYA
SEBAGAI PENUKAR ION**

LU'LU MUBAROKAH

0305030352



UNIVERSITAS INDONESIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

DEPARTEMEN KIMIA

DEPOK

2009

**VARIASI PELARUT PADA PENCANGKOKKAN GLISIDIL
METAKRILAT (GMA) PADA SERAT RAYON TERIKAT SILANG
N,N'-METILENDIAKRILAMIDA (NBA) DAN MODIFIKASINYA DENGAN
ASAM IMINODIASETAT (IDA) SERTA KARAKTERISASINYA
SEBAGAI PENUKAR ION**

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

Oleh:

LU'LU MUBAROKAH

0305030352



**UNIVERSITAS INDONESIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
DEPARTEMEN KIMIA
DEPOK
2009**

LEMBAR PENGESAHAN

SKRIPSI : VARIASI PELARUT PADA PENCANGKOKKAN
GLISIDIL METAKRILAT (GMA) PADA SERAT RAYON
TERIKAT SILANG N,N'-METILENDIAKRILAMIDA (NBA)
DAN MODIFIKASINYA DENGAN ASAM
IMINODIASETAT (IDA) SERTA KARAKTERISASINYA
SEBAGAI PENUKAR ION

NAMA : LU'LU MUBAROKAH

NPM : 0305030352

SKRIPSI INI TELAH DIPERIKSA DAN DISETUJUI

DEPOK, 3 JULI 2009

Prof. DR. ENDANG ASIJATI, M.Sc

PEMBIMBING

Tanggal lulus Ujian Sidang Sarjana: 9 Juli 2009

Penguji I : DR. Emil Budianto.....

Penguji II : Dra. Tresye Utari, M.Si.....

Penguji III : DR. Widajanti Wibowo.....

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mencari pelarut yang sesuai untuk pencangkokan Glisidil metakrilat (GMA) pada serat rayon terikat silang N,N'-metilendiakrilamida (NBA) melalui teknik ozonasi dalam udara, yang memiliki karakter sebagai matriks penukar ion yang tahan terhadap kondisi asam dan basa. Gugus peroksida dan hidroperoksida dibentuk terlebih dahulu pada permukaan serat rayon melalui ozonasi. Selanjutnya, serat rayon diikat silang dengan pengikat silang NBA dalam media gas N₂ pada berbagai konsentrasi monomer, waktu ozonasi dan suhu reaksi. Serat yang telah terikat silang ini kemudian diuji ketahanannya dalam asam dan basa. Untuk pencangkokan GMA dilakukan ozonasi kembali pada serat terikat silang selama 4 jam. Pencangkokan GMA dilakukan pada beberapa pelarut (metanol, metanol:air (4:6), etanol, aseton, n-heksan, N-methyl-2-pirolidon, dan 1,4-dioksan). Selanjutnya dengan menggunakan pelarut metanol dan campuran metanol:air (4:6) dipelajari pengaruh konsentrasi, suhu dan waktu pencangkokan. Kemudian pada GMA tercangkok dilakukan modifikasi dengan cara mereaksikannya dengan asam iminodiasetat (IDA) untuk menghasilkan serat rayon-g-(GMA-IDA). Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer FTIR, derajat pengembangan (*% swelling*) dan penentuan kapasitas pertukaran ionnya. Ketahanan serat rayon terhadap asam dan basa diperoleh pada ikat silang NBA dengan konsentrasi

5%, lama ozonasi 4 jam dan suhu reaksi 80°C. Kadar pencangkokkan (%G) GMA tertinggi sebesar 56,60%; 56,18%; dan 57,42% diperoleh dari hasil pencangkokkan GMA 20% (%v/v), suhu reaksi 60°C dalam pelarut metanol, metanol:air (4:6) dan 1,4-dioksan, waktu kopolimerisasi 2 jam. Hasil reaksi GMA dengan IDA menghasilkan perbandingan mol 1:1. Pengamatan data spektrum FTIR menunjukkan telah terjadi ikat silang NBA dan modifikasi dengan GMA-IDA pada matriks serat rayon. Hasil uji pertukaran ion diperoleh kapasitas pertukaran ion tertinggi sebesar 4,18 meq/g.

Kata kunci: serat rayon, GMA-IDA, ikat silang, pencangkokkan, ozonasi
xii+92 hlm; gbr. 17; lamp. 20 ;tab.13
Bibliografi: 39 (1962-2009)

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada ALLAH SWT atas berkah dan rahmat-Nya dari awal hingga selesainya skripsi yang berjudul “Variasi Pelarut pada Pencangkokan Glisidil metakrilat (GMA) pada Serat Rayon Terikat Silang N,N'-metilendiakrilamida (NBA) dan Modifikasinya dengan Asam Iminodiasetat (IDA) serta Karakterisasinya sebagai Penukar Ion”.

Penulis sadar bahwa skripsi ini tidak akan selesai tanpa dukungan materiil maupun moril dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis ingin mengucapkan banyak terima kasih kepada Ibu Prof. Dr. Endang Asijati, M.Sc selaku pembimbing penelitian yang dengan sabar membimbing, memberi saran, dan bantuan selama penelitian berlangsung hingga tersusunnya skripsi ini. Penulis juga berterima kasih kepada Bapak Dr. Ridla Bakri, M.Phil selaku Ketua Departemen Kimia dan Pembimbing Akademik, dan seluruh dosen yang telah memberikan bekal ilmu dan masukannya.

Tidak lupa pula penulis ingin mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada Kedua Orang Tua ku (Ayah dan Ibu), Si Bungsu Ela, dan Kakak ku Iqbal yang tiada hentinya memberikan dukungan, do'a, kesabaran dan pengertian.

Kepada sahabat-sahabatku tersayang dan seperjuangan, Lucy, Hany, Melina, Angel, Purnama dan Lila yang selalu berbagi canda dan air mata. Teman-teman penelitian di lantai 3, lantai 4 dan lantai dasar: Septiana,

Norma, Lumita, Rilian, Mutia, Alti, Mbak Lina, Kak Muriz, Dian Novita, Susi, Santi, Kak Dila, Kak Nisa, Andry, Farouk, Yusni, Samira, Ramdhan, Ronggo, Danang, Cicil, Ria, Destya, Kak Ratih, Kak Habibah, dan Kak Ana yang telah saling berbagi suka dan duka selama penelitian. Kepada teman-teman mahasiswa angkatan 2005 yang tidak dapat kusebutkan satu per satu. Mahasiswa angkatan 2006, 2007, dan 2008 yang selalu menyapa dan memberikan senyum. Orang-orang yang telah bersedia berdiskusi dan belajar bersama selama ini. Kepada Pak Hedi, Mbak Ina, Mbak Cucu, Tante Indri, Tante Ati, Kak Izul, Kak Irwan, Kak Dinul, Kak Santi, Kak Iman, Pak Tris 'perpus', Pak Kiri, Pak Amin, Pak Wito, Pak Mul dan Pak Soleh terima kasih atas segala bantuannya.

Penulis menyadari di dalam skripsi ini masih banyak kekurangan, oleh karena itu saran dan kritik yang membangun akan penulis terima dengan senang hati demi perbaikan skripsi ini. Harapan penulis, semoga penelitian ini dapat bermanfaat bagi dunia ilmu pengetahuan.

Penulis

2009

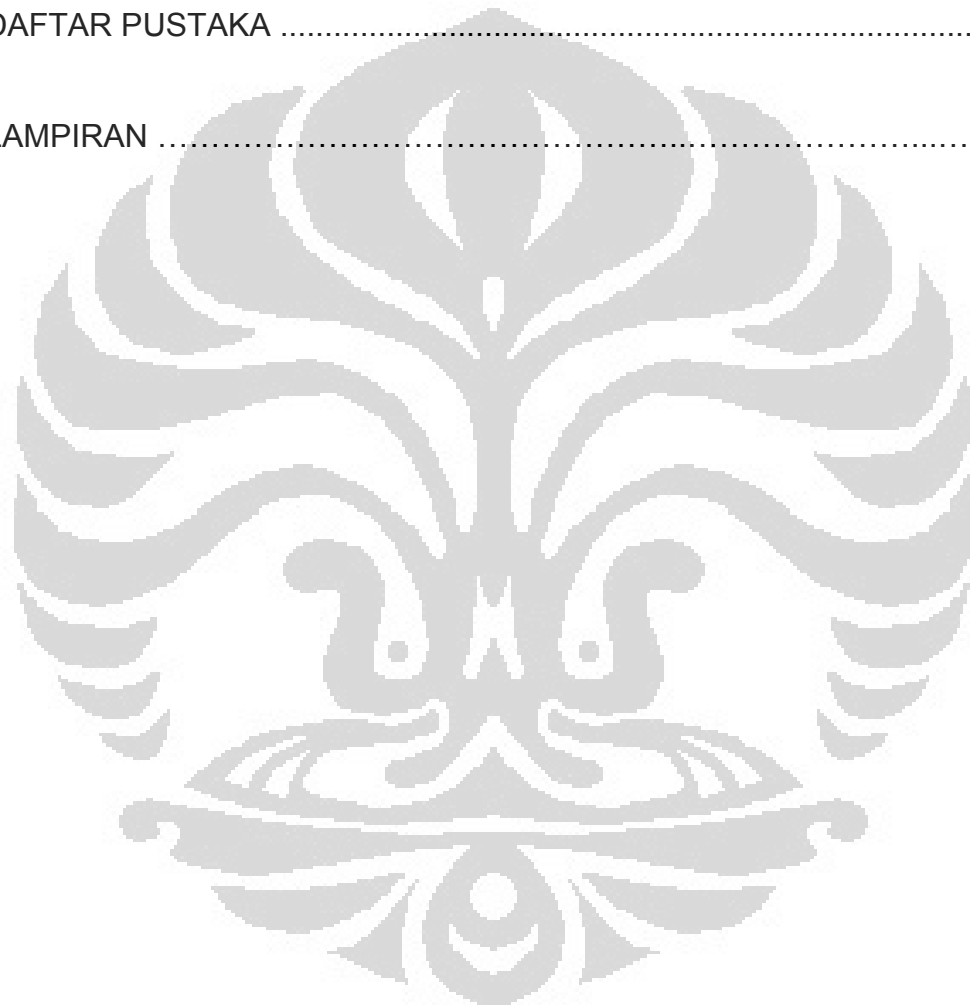
DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR	i
ABSTRAK	iii
DAFTAR ISI	vi
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
BAB I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar belakang	1
1.2 Tujuan penelitian	4
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1. Serat Rayon.....	6
2.2. Modifikasi Selulosa.....	
2.3 Polimer dan Polimerisasi.....	7
2.4. Kopolimerisasi Cangkok (<i>Grafting</i>).....	12
2.5. Ozon dan Ozonasi.....	15
2.6. Pengikatan Silang (<i>Crosslinking</i>).....	17
2.7. Penukar Ion.....	
2.8. Monomer Glisidil Metakrilat (GMA).....	19

2.9. Asam Iminodiasetat (IDA).....	21
2.10. <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....	22
BAB III. METODE PENELITIAN.....	29
3.1. Bahan.....	30
3.2. Peralatan.....	31
3.3. Prosedur Percobaan.....	31
3.3.1. Pembuatan Larutan Monomer.....	31
3.3.2. Penyiapan Serat Rayon.....	32
3.3.3. Kalibrasi Ozonisator.....	33
3.3.4. Pengujian Efisiensi Penyerapan Ozon.....	33
3.3.5. Teknik Kopolimerisasi Cangkok.....	34
3.3.6. Homogenitas Ozonasi.....	35
3.3.7. Optimasi Pencangkokan N,N'-Metilendiakrilamida (NBA).....	35
3.3.7.1. Pengaruh Variasi Konsentrasi.....	35
3.3.7.3. Pengaruh Variasi Suhu dan Konsentrasi.....	36
3.3.8. Uji Ketahanan Serat Terikat Silang Terhadap Asam dan Basa.....	37
3.3.9.2. Pencangkokan Glisidil Metakrilat (GMA) Pada Serat Terikat Silang.....	38
3.3.9.3. Reaksi Asam Iminodoasetat (IDA) Dengan GMA Tercangkok Pada Serat	

Terikat Silang.....	38
3.3.10.Karakterisasi.....	39
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	40
4.1. Kalibrasi Ozonisator.....	42
4.1.1. Penentuan Kadar Ozon Melalui Titration Iodometri.....	42
4.1.2. Penentuan Jumlah Ozon Total.....	43
4.2. Pengujian Efisiensi Penyerapan Ozon.....	46
4.3. Teknik Kopolimerisasi Cangkok.....	48
4.4. Homogenitas Ozonasi	49
4.5. Optimasi Pencangkokan N,N'-Metilendiakrilamida (NBA)...	50
4.5.1. Pengaruh Variasi Konsentrasi.....	50
4.5.2. Pengaruh Variasi Laju Alir dan Konsentrasi.....	53
4.5.3. Pengaruh Variasi Suhu dan Konsentrasi	54
4.6. Uji Ketahanan Serat Terikat Silang Terhadap Asam dan Basa.....	58
4.7. Pencangkokan Glisidil Metakrilat (GMA) Pada Serat Terikat Silang.....	63
4.8 Reaksi Asam Iminodoasetat (IDA) Dengan GMA Tercangkok Pada Serat Terikat Terikat Silang...	66
4.5. Karakterisasi.....	68

4.5.1. Pengembangan Serat Rayon (<i>% Swelling</i>).....	
4.5.2. Analisis FT-IR.....	69
4.5.3. Pengujian Kapasitas Pertukaran.....	
BAB V. KESIMPULAN.....	78
DAFTAR PUSTAKA	80
LAMPIRAN	85



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Struktur kimia selulosa.....	7
Gambar 2.3.(a) Reaksi aminasi Glisidil metakrilat.....	10
Gambar 2.3.(b) Reaksi GMA dengan etilendiamin.....	10
Gambar 2.3.(c) Modifikasi PGMA dengan asam sulfonat.....	11
Gambar 2.3.(d) Modifikasi PGMA Dengan Trietanolamin (TEA).....	11
Gambar 2.4. Macam-macam jenis kopolimer.....	12
Gambar 2.7. Struktur N,N'-metilendiakrilamida (NBA).....	15
Gambar 2.9. Struktur molekul GMA.....	17
Gambar 2.10. Struktur IDA.....	18
Gambar 2.11. Skema alat spektrofotometer FTIR.....	21
Gambar 4.1.1. Grafik hubungan antara lama ozonasi terhadap berat O ₃ total.....	40
Gambar .4.1.2. Hubungan lama ozonasi dengan jumlah ozon yang diserap oleh serat rayon.....	43
Gambar 4.4.3 (a) Ketahanan serat terhadap asam (HCL 2 N).....	51
Gambar 4.4.3 (b) Ketahanan serat terhadap basa (NaOH 2 N).....	51
Gambar 4.6. Pencangkokkan GMA dalam pelarut metanol.....	55
Gambar 4.8. Reaksi antara GMA dengan IDA-2Na ⁺	58
Gambar 4.9.2. Spektrum serapan inframerah gabungan.....	64

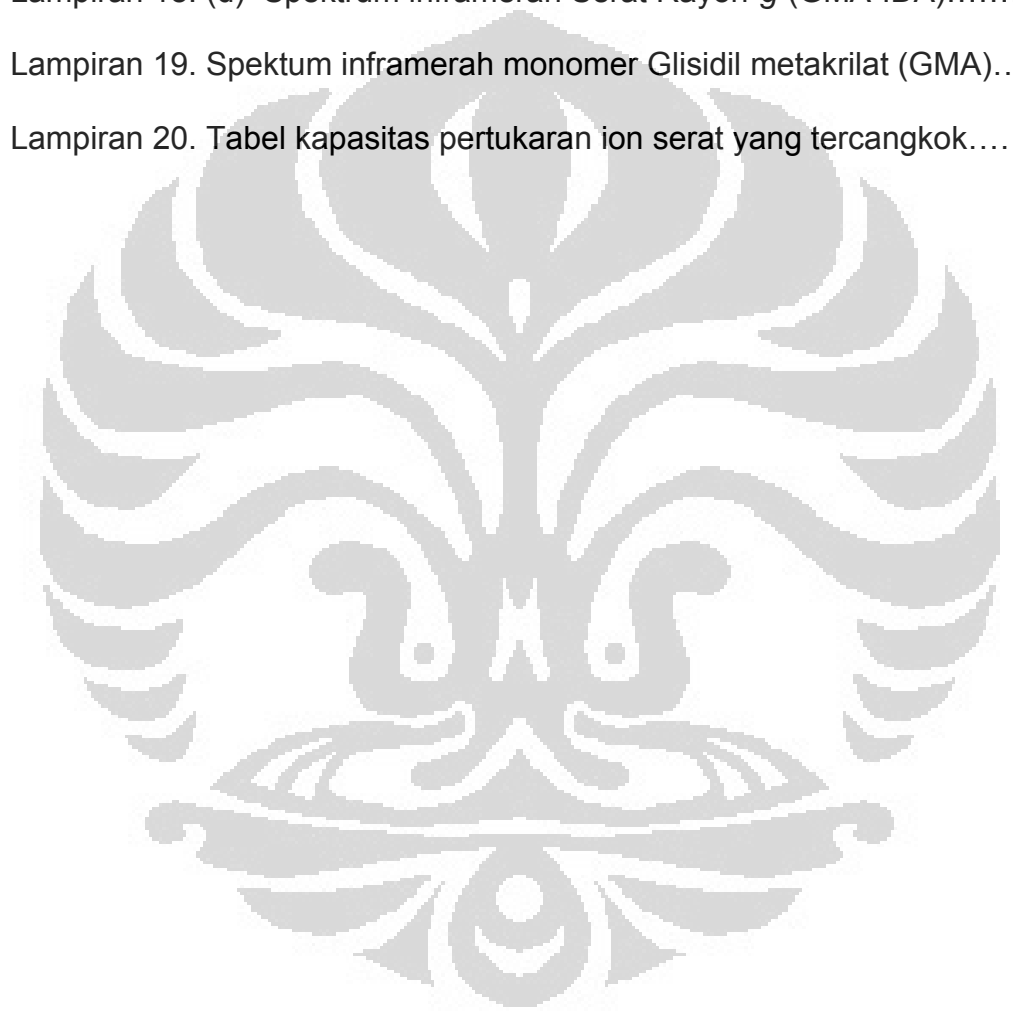
DAFTAR TABEL

Tabel 4.1.1. Hubungan antara lama ozonasi terhadap berat O ₃ total.....	39
Tabel 4.1.2. Hubungan antara lama ozonasi terhadap berat O ₃ yang diserap serat rayon.....	42
Tabel 4.3. Homogenitas ikat silang oleh NBA.....	46
Tabel 4.4.1. Hubungan antara suhu dan konsentrasi NBA terhadap %G..	47
Tabel 4.4.2. Hubungan antara lama ozonasi terhadap %G NBA.....	48
Tabel 4.4.3. (a) Ketahanan serat terhadap asam (HCl 2 N).....	50
Tabel 4.4.3. (b) ketahanan serat terhadap basa (NaOH 2 N).....	51
Tabel 4.5. Pencangkokkan Glisidil metakrilat pada serat terikat silang dalam beberapa pelarut.....	53
Tabel 4.6. Pencangkokkan GMA dalam pelarut metanol:air(4:6).....	56
Tabel 4.7. Pencangkokkan Glisidil metakrilat pada serat terikat silang dalam metanol, metanol:air (4:6) dan 1,4-dioksan.....	57
Tabel 4.8. Fungsionalisasi GMA dengan IDA-2Na ⁺	59
Tabel 4.9.1. Uji <i>swelling</i> serat rayon.....	61
Tabel 4.9.3. Kapasitas pertukaran ion serat yang tercangkok.....	65

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Spesifikasi serat rayon.....	77
Lampiran 2. Peralatan pencangkokkan.....	78
Lampiran 3. Sistematika kerja.....	79
Lampiran 4. Gambaran reaksi ikat silang dan pencangkokkan.....	80
Lampiran 5. Tabel hubungan antara lama ozonasi terhadap berat O ₃ total.....	81
Lampiran 6. Tabel hubungan antara lama ozonasi terhadap berat O ₃ yang diserap.....	82
Lampiran 7. Tabel homogenitas ozonasi.....	82
Lampiran 8. Tabel hubungan antara suhu dan konsentrasi NBA terhadap %G NBA.....	83
Lampiran 9. Tabel hubungan antara lama ozonasi terhadap %G NBA.....	83
Lampiran 10. Tabel ketahanan serat terhadap asam (HCl 2 N).....	84
Lampiran 11. Tabel ketahanan serat terhadap basa (NaOH 2 N).....	84
Lampiran 12. Tabel pencangkokkan Glisidil metakrilat pada serat terikat silang dalam beberapa pelarut.....	85
Lampiran 13. Tabel pencangkokkan GMA dalam pelarut metanol.....	85
Lampiran 14. Tabel pencangkokkan GMA dalam pelarut metanol:air(4:6)..	86
Lampiran 15. Tabel pencangkokkan Glisidil metakrilat pada serat terikat silang dalam metanol, metanol:air (4:6) dan 1,4-dioksan...	86
Lampiran 16. Tabel Fungsionalisasi GMA dengan IDA-2Na ⁺	87

Lampiran 17. Tabel uji <i>swelling</i> serat rayon.....	87
Lampiran 18. (a) Spektrum inframerah serat rayon asli.....	88
Lampiran 18. (b) Spektrum inframerah serat rayon terikat silang NBA...	89
Lampiran 18. (c) Spektrum inframerah serat rayon- <i>g</i> -GMA.....	90
Lampiran 18. (d) Spektrum inframerah Serat Rayon- <i>g</i> -(GMA-IDA).....	91
Lampiran 19. Spektum inframerah monomer Glisidil metakrilat (GMA).....	92
Lampiran 20. Tabel kapasitas pertukaran ion serat yang tercangkok.....	92



BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Usaha penyelamatan lingkungan hidup saat ini tengah menjadi perhatian utama masyarakat global terutama dari kalangan ilmuwan yang berusaha mencari alternatif cara mengurangi polutan yang ada di lingkungan. Keberadaan ion-ion logam berat yang bersifat toksik akibat dari kegiatan industri dan penambangan dapat mengganggu keseimbangan ekosistem¹. Sejumlah teknik telah digunakan untuk mengurangi kontaminasi ion logam toksik antara lain melalui metode adsorpsi dengan karbon aktif, metode elektrolitik, ekstraksi dan pertukaran ion. Hampir semua metode yang digunakan memiliki keterbatasan dalam hal biaya operasional yang tinggi dan memerlukan sistem regulasi yang ketat². Sedangkan metode yang umum digunakan adalah pertukaran ion yang merupakan metode yang paling efektif untuk memisahkan ion-ion logam berat dari limbah industri³. Namun penukar ion hasil sintesis yang ada dipasaran diperoleh dari matriks polistiren dan divinilbenzen masih memiliki kekurangan, karena tidak dapat terdegradasi oleh alam sehingga dapat mencemari lingkungan. Oleh karena itu, pada perkembangannya telah banyak studi yang dilakukan untuk memanfaatkan bahan alam sebagai matriks seperti selulosa dan mempelajari modifikasinya dengan berbagai macam gugus fungsional^{4,5,6,7}.

Metode kopolimerisasi cangkok (*grafting copolymerization*) merupakan salah satu metode yang masih dikembangkan untuk mendapatkan serat selulosa termodifikasi dengan gugus fungsi yang diinginkan dan dapat disesuaikan dengan aplikasinya⁸. Aplikasi ini antara lain sebagai penukar ion, adsorben ion logam berat⁸ dan adsorben zat warna⁴. Pada umumnya, mekanisme kopolimerisasi cangkok yang digunakan untuk modifikasi serat selulosa dilakukan melalui mekanisme radikal bebas⁹. Pada metode ini, radikal bebas yang terbentuk pada matriks serat selulosa berasal dari suatu inisiator. Inisiator yang umum digunakan antara adalah inisiator kimia (reagen Fenton, ion Ce^{4+} , dan benzoil peroksida), inisiator radiasi berenergi tinggi (sinar gamma) dan inisiator fotokimia (sinar UV)⁸. Dengan menggunakan inisiator kimia memiliki kelemahan yaitu pembentukan radikal yang tidak spesifik dan dibatasi oleh konsentrasi dan kemurnian inisiator yang digunakan. Sedangkan, inisiasi dengan radiasi berenergi tinggi dapat menghasilkan radikal yang tidak terkontrol dan memerlukan biaya yang besar. Pada proses inisiasi dengan menggunakan inisiator fotokimia, radikal yang terbentuk dapat dibuat secara spesifik pada ikatan tertentu. Namun sistem ini memerlukan biaya yang relatif mahal dan terbatas pada polimer yang memiliki gugus-gugus kromofor saja⁸. Solusi yang dapat dilakukan adalah penggunaan metode ozonasi dimana substrat polimer (dalam hal ini serat rayon) diozonasi terlebih dahulu dalam udara tanpa adanya monomer. Ozon dapat bereaksi dengan serat rayon membentuk gugus peroksida dan hidroperoksida⁹.

Monomer Glisidil metakrilat (GMA) telah luas digunakan sebagai material yang dicangkokkan pada matriks selulosa. Jenis monomer ini memiliki keunggulan, karena terdapatnya dua gugus fungsional sekaligus yaitu gugus vinil dan gugus epoksi. Gugus vinil pada GMA digunakan untuk proses kopolimerisasi cangkok pada matriks selulosa, sedangkan gugus epoksi dapat digunakan untuk fungsionalisasi dengan senyawa yang bersifat sebagai pengkelat ion⁶.

Selulosa yang diekstrak dari tanaman cemara telah dimodifikasi melalui teknik *grafting* dengan Poli-Glisidil metakrilat dan comonomer lainnya seperti asam akrilat, akrilamida, dan akrilonitril dengan menggunakan inisiator kimia berupa benzoil peroksida. Aplikasinya digunakan sebagai media sorpsi kation logam berat (Cr^{6+} , Cu^{2+} , Fe^{2+})⁶. Selulosa berupa katun fabrik telah digunakan sebagai matriks pencangkokkan Glisidil metakrilat melalui metode inisiasi radikal bebas dengan inisiator kimia berupa sistem redoks thiokarbonat- H_2O_2 . Produk yang diperoleh dilaporkan dapat digunakan untuk pemisahan zat warna dan ion logam berat⁴.

Pada penelitian sebelumnya, modifikasi serat rayon melalui teknik ozonasi pada pencangkokkan (*grafting*) monomer Metakrilamida dan agen pengikat silang N,N'-metilendiakrilamida (NBA) memberikan serat penukar ion terikat silang yang dapat menyerap ion-ion logam berat dan stabil terhadap asam dan basa. Hasil modifikasinya telah dilaporkan mempunyai selektivitas untuk menyerap ion-ion logam berat. Gugus amida yang tercangkok berfungsi sebagai donor ligan bagi ion logam, sehingga

selektivitas adsorpsi kation logam dapat ditingkatkan dengan adanya ikatan silang¹⁰.

Modifikasi serat rayon dengan teknik ozonasi juga telah dilakukan dengan cara mencangkokkan monomer Glisidil metakrilat (GMA) dan memodifikasinya dengan garam Natrium iminodiasetat (IDA-2Na^+) yang bertindak sebagai ligan dan berfungsi sebagai gugus pengkelat kation logam. Pelarut yang digunakan sebagai media pencangkokkan monomer GMA tersebut adalah 1,4-dioksan. Serat yang dihasilkan berupa Serat Rayon -g-(GMA-IDA), dilaporkan memiliki kapasitas pertukaran ion sebesar 6-7 meq/g dan memiliki selektivitas pertukaran ion yang tinggi terhadap kation logam berat¹¹.

Pada penelitian ini dilakukan reaksi ikat silang dan kopolimerisasi cangkok pada serat rayon dengan teknik ozonasi dalam udara. Penelitian ini dilakukan dengan terlebih dahulu memperkuat serat rayon melalui reaksi ikat silang oleh NBA sehingga diperoleh serat terikat silang yang tahan terhadap asam dan basa. Selanjutnya dilakukan pencangkokkan monomer GMA dalam beberapa jenis pelarut yang harganya lebih ekonomis, antara lain metanol, metanol-air (4:6), aseton, etanol, N-methyl-2-pirolidon (NMP) dan n-heksana. Kemudian dilakukan fungsionalisasi gugus epoksi pada GMA dengan agen pengkelat yaitu IDA-2Na^+ . Terhadap kopolimerisasi cangkok yang dihasilkan dilakukan karakterisasi gugus fungsi, uji ketahanan serat terikat silang terhadap kondisi asam dan basa serta kapasitas penukar ionnya.

1.2 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk membuat serat rayon terikat silang N,N'-metilendiakrilamida yang memiliki ketahanan dalam kondisi asam dan basa dan akan digunakan sebagai matriks pencangkokan Glisidil metakrilat. Kemudian melakukan modifikasi gugus epoksi pada GMA dengan Garam iminodiasetat melalui teknik ozonasi dalam udara. Secara spesifik penelitian ini bertujuan untuk:

1. Mencari pelarut yang sesuai untuk pencangkokan monomer GMA pada serat terikat silang NBA dengan harga yang lebih ekonomis untuk skala industri kecil.
2. Melakukan modifikasi serat rayon tercangkok GMA dengan Natrium iminodiasetat yang berperan sebagai gugus penukar ion
3. Karakterisasi serat termodifikasi seperti ketahanan asam dan basa, *swelling* dalam air dan kapasitas pertukaran ionnya.

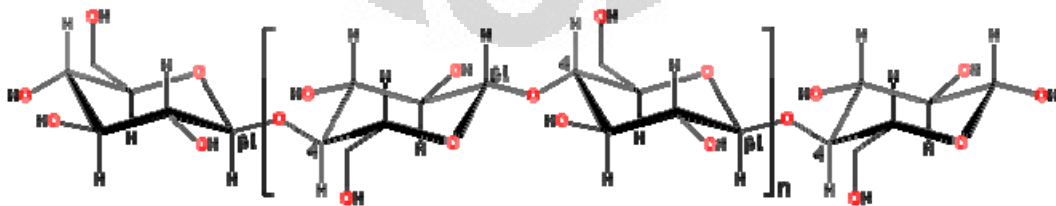
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Selulosa

Selulosa merupakan sumber polimer alam paling melimpah dan dapat diperbarui yang ada di permukaan bumi. Dalam bentuk biji kapuk dihasilkan 10^{10} - 10^{12} ton selulosa/ tahun. Selulosa telah digunakan dalam bentuk kayu dan kapas selama ribuan tahun sebagai material bangunan dan pakaian⁶.

Selulosa sebagai polimer karbohidrat mempunyai struktur molekular yang merupakan pengulangan unit β -D-glukopiranososa yang terikat secara kovalen antara gugus OH pada atom karbon C4 dan C1 (β -1,4-*glucan*). Jenis polimer ini memiliki struktur seperti rantai-rantai atau mikrofibril yang mengandung unit D-glukosa sampai sebanyak 14.000 satuan. Rantai-rantai selulosa ini terdapat sebagai berkas-berkas terpuntir mirip tali, yang terikat satu sama lain oleh ikatan hidrogen. Serat selulosa merupakan suatu adsorben yang mempunyai luas permukaan besar dan derajat pengembangan dalam air yang tinggi¹².



Gambar 2.1. Struktur kimia selulosa¹³

Selulosa tidak larut dalam air dan bukan merupakan karbohidrat pereduksi. Jika dihidrolisis dalam suasana asam akan menghasilkan banyak molekul D-Glukosa. Selulosa mempunyai ikatan β pada unit-unit monosakaridanya, dan merupakan Poli-D-glukopiranososa¹³.

2.2. Serat Rayon

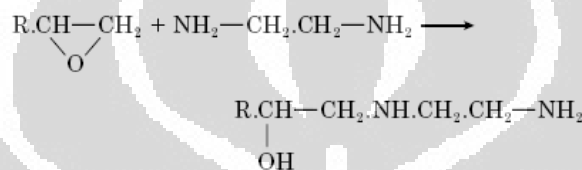
Serat rayon merupakan suatu serat regenerasi selulosa yang dibuat dari *pulp* kayu cemara dan sejenisnya yang melalui serangkaian proses serta pemintalan basah sehingga dapat terbentuklah suatu serat¹⁴. Karena bahan dasarnya berupa selulosa maka serat tersebut masih bersifat hidrofil. Selulosa regenerasi berbeda dengan selulosa natif, karena telah terjadi degradasi selama proses pelarutan selulosa natif dan produk akhir yang dihasilkan menjadi berkurang derajat kristalinitasnya. Serat rayon memiliki bagian-bagian yang berupa kristal dan amorfus. Serat rayon mempunyai berat molekul dan kristalinitas yang lebih rendah jika dibandingkan dengan serat kapas. Derajat kristalinitas serat rayon berkisar antara 40-60%, sedangkan derajat kristalinitas serat kapas mencapai 80%. Hal ini menyebabkan serat rayon memiliki daya serap terhadap air lebih tinggi, namun kekuatan dan stabilitasnya lebih rendah daripada kapas. Rayon kehilangan kekuatan diatas suhu 149⁰C, dan terdekomposisi pada 177⁰C sampai 204⁰C. Larutan asam encer yang panas dapat merusak rayon

sedangkan larutan basa secara signifikan tidak merusak rayon. Kerusakan rayon dalam larutan asam merupakan reaksi degradasi rantai selulosa¹⁵.

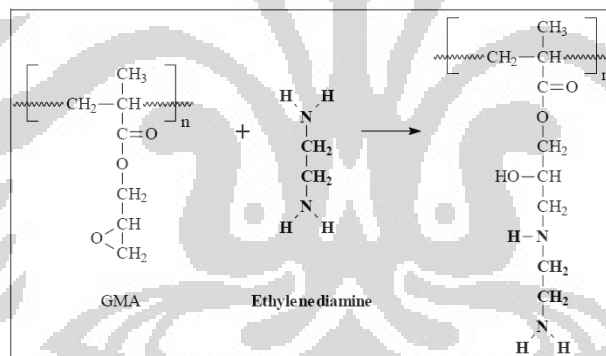
2.3. Modifikasi Selulosa

Serat selulosa yang belum dimodifikasi memiliki kemampuan adsorpsi logam berat yang rendah. Oleh karena itu, pada beberapa dekade terakhir ini telah dilakukan beberapa metode yang digunakan untuk memodifikasi serat selulosa sebagai matriks yang memiliki kemampuan adsorpsi ion logam berat dalam larutan. Modifikasi yang dilakukan antara lain dengan cara derivatisasi langsung gugus-gugus hidroksil pada posisi 2, 3 dan 6 dengan suatu gugus pengkelat logam¹⁶. Prinsip yang digunakan dalam modifikasi selulosa secara langsung antara lain dengan esterifikasi, eterifikasi, halogenasi, dan oksidasi⁸. Namun proses derivatisasi menghasilkan produk yang kurang selektif bila digunakan sebagai penukar ion. Hal ini disebabkan jumlah gugus penukar ionnya sedikit dan tidak semua gugus hidroksil dapat diderivatisasi karena alasan sterik dan reaktivitas⁷. Selanjutnya, metode yang saat ini lebih banyak dikembangkan untuk memodifikasi serat selulosa adalah metode pencangkokkan (*grafting*). Selulosa dicangkok dengan suatu monomer yang dapat dijadikan sebagai pengkelat ion logam atau dengan memfungsionalisasikan kembali monomer yang telah tercangkok tersebut dengan monomer lain yang dijadikan sebagai pengkelat ion logam sehingga kapasitas dan selektivitas pertukaran ionnya dapat ditingkatkan^{4,6,17}.

Salah satu monomer bifungsional yang digunakan untuk modifikasi serat selulosa adalah Glisidil metakrilat (GMA). Monomer Glisidil Metakrilat (GMA) mengandung dua gugus, yaitu gugus epoksi dan gugus vinil. Adanya kedua gugus ini dapat memberikan kebebasan pada penggunaan GMA dalam mendesain polimer. Waly et.al. memodifikasi serat tercangkok poli-GMA dengan Etilen diamin dan Dimetilaminoetil metakrilat (DMAEMA)⁴.

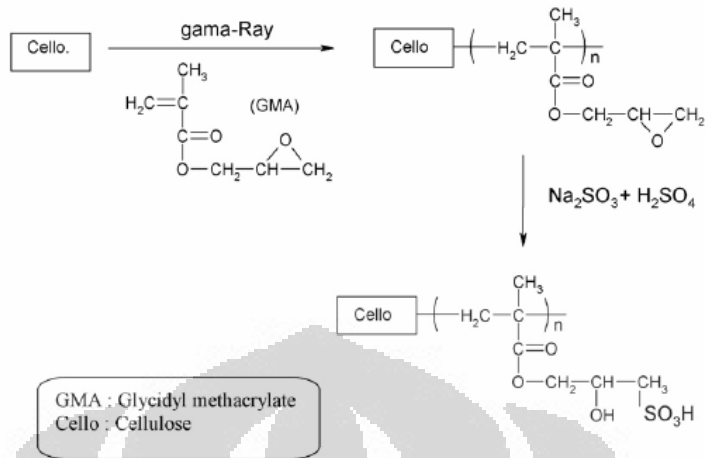


Gambar 2.3. (a) Reaksi aminasi Glisidil metakrilat⁴

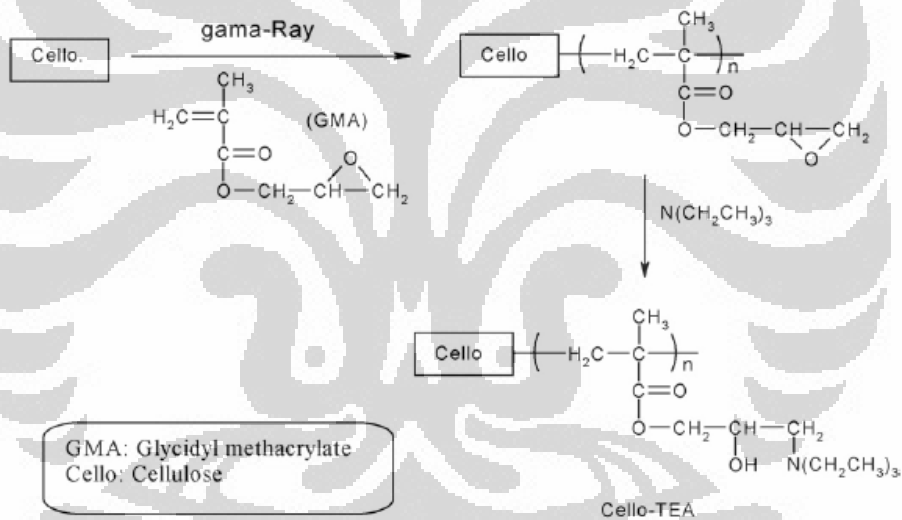


Gambar 2.3. (b) Reaksi GMA dengan etilendiamin⁴

Sokker et.al. memfungsionalisasi gugus epoksi pada PGMA dengan Asam Sulfonat (penukar kation asam kuat) dan Trietilamin (penukar anion) dengan metode iradiasi dan mengaplikasikannya sebagai adsorben zat warna, ion kobalt, ion dikromat dan fenol dalam larutan¹⁷.



Gambar 2.3. (c) Modifikasi PGMA dengan asam sulfonat¹⁷



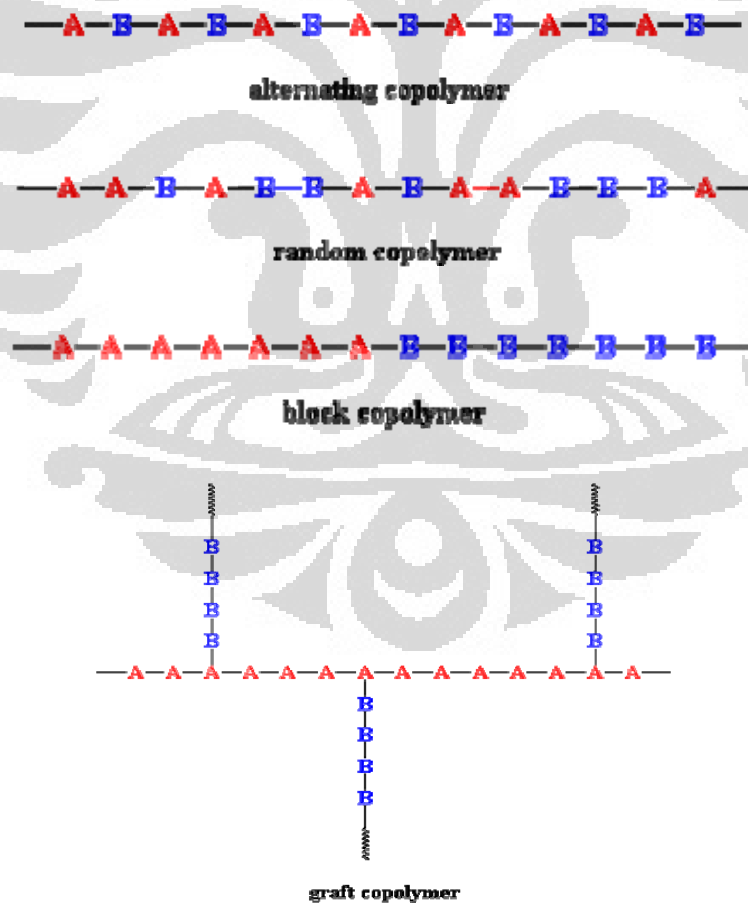
Gambar 2.3. (d) Modifikasi PGMA dengan trietanolamin (TEA)¹⁷

2.4. Polimer dan Polimerisasi

Polimer adalah suatu molekul besar atau makromolekul yang tersusun secara berulang-ulang oleh unit-unit molekul sederhana yang disebut monomer. Sedangkan polimerisasi adalah proses pembentukan senyawa

dengan berat molekul tinggi (polimer) dari unit-unit monomer yang berat molekulnya rendah.

Jenis polimer dibedakan menjadi dua, yaitu homopolimer dan kopolimer. Homopolimer adalah polimer yang tersusun dari satu jenis monomer, dan prosesnya disebut sebagai homopolimerisasi. Kopolimer adalah polimer yang tersusun dari dua atau lebih monomer. Berdasarkan susunan monomernya maka kopolimer dapat dibedakan menjadi empat macam, yaitu kopolimer acak, kopolimer selang-seling, kopolimer blok, dan kopolimer cangkok.



Gambar 2.4. Macam-macam jenis kopolimer¹⁸

Kopolimer cangkok adalah salah satu jenis kopolimer yang dapat menghasilkan fungsi spesifik tertentu dan dapat ditempatkan pada *backbone* suatu makromolekul lain dengan reaksi kimia. Adanya ikatan kovalen antara rantai cangkok dengan polimer utamalah yang menjamin sifat permanen modifikasi. Reaksi pencangkokan telah banyak digunakan untuk memodifikasi sifat fisik dan kimia polimer¹⁹.

2.5. Kopolimerisasi Cangkok (*Grafting Copolymerization*)

Kopolimerisasi cangkok monomer vinil untuk modifikasi sifat permukaan polimer dasar telah banyak dilakukan untuk mendapatkan gugus-gugus fungsi tertentu dan memberikan kekuatan mekanik yang baik. Secara umum, modifikasi permukaan polimer melalui kopolimerisasi cangkok dapat terjadi melalui beberapa mekanisme. Di antaranya melalui mekanisme radikal, mekanisme ionik, mekanisme koordinasi, dan mekanisme kopling.

Di antara mekanisme yang ada, mekanisme radikal bebas merupakan mekanisme yang paling banyak digunakan. Pada metode ini, radikal bebas yang terbentuk pada permukaan polimer berasal dari inisiator. Radikal yang terbentuk dari inisiator dapat bereaksi dengan senyawa-senyawa yang lebih reaktif¹⁹.

2.6. Ozon dan Ozonasi

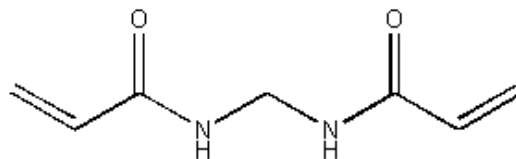
Ozon merupakan allotropi dari oksigen yang terdiri dari tiga atom oksigen dan lebih tidak stabil dibandingkan dengan gas oksigen. Pada fenomena alam semesta, ozon terbentuk dengan adanya energi dari petir, sinar ultraviolet, radiasi sinar kosmik atau sinar radioaktif yang dapat mengubah O_2 menjadi O_3 . Ozon yang berada di lapisan stratosfer bumi secara alami berfungsi melindungi bumi sebagai penyaring dari efek bahaya radiasi sinar ultraviolet yang mencapai permukaan bumi. Ozon dapat terdeteksi dalam udara pada kisaran 0.01 ppm. Pada konsentrasi 0.1-1 ppm dapat menimbulkan sakit kepala, mata terbakar dan iritasi saluran pernapasan²⁰. Penampakan fisik pada $-112^\circ C$ berupa cairan biru gelap dan pada temperatur dibawah $-193^\circ C$ berupa padatan ungu-hitam. Ozon merupakan molekul polar dengan momen dipol sebesar 0.5337 D. Ozon adalah agen pengoksidasi yang kuat, jauh lebih besar dari oksigen. Molekul ini juga tidak stabil pada konsentrasi yang tinggi dan mudah terpecah menjadi oksigen diatomik dalam waktu 1 jam pada kondisi atmosfer²⁰. Reaksinya sebagai berikut:



2.7. Pengikatan Silang (*Crosslinking*)

Kekuatan mekanik polimer rantai panjang tidak hanya bergantung pada struktur kimia dan mobilitas rantai yang dipengaruhi oleh temperatur, tetapi juga hubungan antara molekul-molekul yang berdekatan. Bentuk ikatan intermolekular yang paling penting adalah adanya ikatan silang, yang menyebabkan terdapatnya ikatan kimia yang permanen antar molekul atau rantai-rantai polimer yang sebelumnya terpisah. Ikatan tersebut dapat terjadi langsung dari satu rantai polimer dengan rantai yang lain oleh ikatan C-C, atau secara tidak langsung lewat rantai pendek kimia seperti ikatan dalam vulkanisasi karet¹⁹.

Salah satu monomer yang berfungsi sebagai agen pengikat silang adalah N,N'-metilendiakrilamida (NBA). Senyawa ini banyak digunakan sebagai agen pengikat silang dalam proses *grafting*. Agen pengikat silang dapat dikenali dari dua atau lebih gugus yang dapat dipolimerisasi dalam setiap molekulnya. NBA juga merupakan monomer polifungsional yang mempunyai dua gugus fungsi yang dapat dipolimerisasikan sehingga dapat digunakan sebagai agen pengikat silang. NBA larut baik dalam campuran air:metanol (9:1)^{10,11}.



Gambar 2.7. Struktur N,N'-metilendiakrilamida (NBA)

2.8. Penukar Ion

Pertukaran ion merupakan reaksi kimia yang reversibel dimana sebuah atom, ion atau molekul melepaskan atau menerima elektron dari larutan yang dipertukarkan ke partikel padat terimobilisasi secara stoikiometris. Padatan ion ini biasanya berupa zeolit atau senyawa sintesis yang disebut sebagai resin penukar ion. Resin penukar ion organik terdiri dari polielektrolit dengan berat molekul tinggi dan memiliki perbedaan kuantitas maksimum pertukaran setiap unitnya²¹.

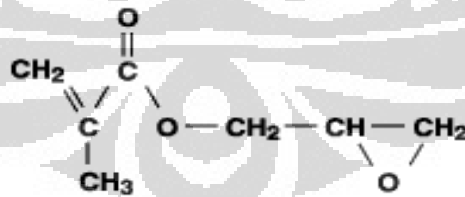
Berdasarkan gugus fungsinya, penukar ion dapat dibedakan menjadi penukar kation, anion dan penukar ion kelat. Terdapat dua jenis penukar kation yaitu jenis asam kuat dan asam lemah. Demikian pula dengan jenis penukar anion, ada jenis basa kuat dan basa lemah. Penukar kation asam kuat dapat menahan ion positif dalam daerah pH yang luas sedangkan penukar kation asam lemah hanya pada rentang pH yang sempit. Resin pengkelat adalah resin penukar ion yang proses pertukarannya melalui mekanisme kelat. Proses ini memiliki selektivitas yang tinggi²².

2.9. Monomer Glisidil Metakrilat (GMA)

Monomer Glisidil metakrilat (GMA) mengandung dua gugus, yaitu gugus epoksi dan gugus vinil. Adanya kedua gugus ini dapat memberikan kebebasan pada penggunaan GMA dalam mendesain polimer.

Epoksida merupakan senyawa eter cincin tiga. Suatu cincin epoksida tidak memiliki sudut ikatan sp^3 sebesar 109° tetapi memiliki sudut antar inti sebesar 60° 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 bersama-sama tegangan cincin ini mengakibatkan reaktivitas epoksida yang tinggi dibandingkan reaktivitas eter lainnya.

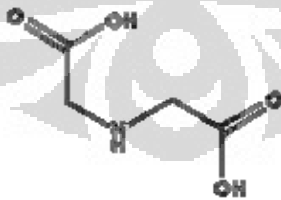
Gugus vinil dan epoksi dalam GMA dapat difungsionalisasi, ini berarti kedua gugus tersebut dapat bereaksi dengan berbagai macam monomer dan molekul fungsional. Fungsionalisasi kedua gugus ini dapat memberikan karakteristik tambahan pada GMA. Secara umum, fungsionalisasi gugus vinil dapat memberikan manfaat tambahan berupa peningkatan kekuatan terhadap oksidasi, sedangkan reaksi pada gugus epoksi dapat meningkatkan ketahanan terhadap asam²³.



Gambar 2.9. Struktur molekul GMA²³

2.10. Asam Iminodiasetat

Asam Iminodiasetat (IDA) merupakan senyawa yang memiliki atom nitrogen dan rantai karboksilat pendek dan digunakan sebagai intermediet untuk pembentukan agen pengkelat. Pengkelatan adalah kombinasi kimia dari logam dalam kompleks dimana logamnya merupakan bagian dari cincin kelat tersebut. Ligan organik disebut juga sebagai kelator atau agen pengkelat dan kelat merupakan suatu kompleks logam. Semakin besar kerapatan cincin dengan atom logam maka semakin stabil senyawa tersebut. Fenomena ini disebut juga efek kelat, umumnya berhubungan dengan kenaikan kuantitas termodinamik yang disebut entropi. Kestabilan kelat juga berhubungan dengan banyaknya atom dalam cincin kelat. Ligan monodentat yang hanya memiliki satu atom koordinasi mudah hancur oleh proses kimia lainnya, sedangkan pengkelat polidentat yang menyumbangkan banyak ikatan kepada ion logam membentuk kompleks yang lebih stabil.



Gambar 2.10. Struktur IDA²⁴

Resin dengan gugus Iminodiasetat merupakan resin pengkelat yang memiliki gugus fungsional yang dapat membentuk kompleks atau kelat

dengan ion logam yang akan dipertukarkan. Resin pengkelat menunjukkan sifat-sifat yang mirip dengan resin asam lemah, tetapi memberikan derajat spesifikasi yang tinggi terhadap ion logam tertentu. Ini berarti resin dapat mengabsorpsi ion logam tersebut dari larutannya dengan berbagai macam kondisi pH larutan²⁴.

2.11. *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

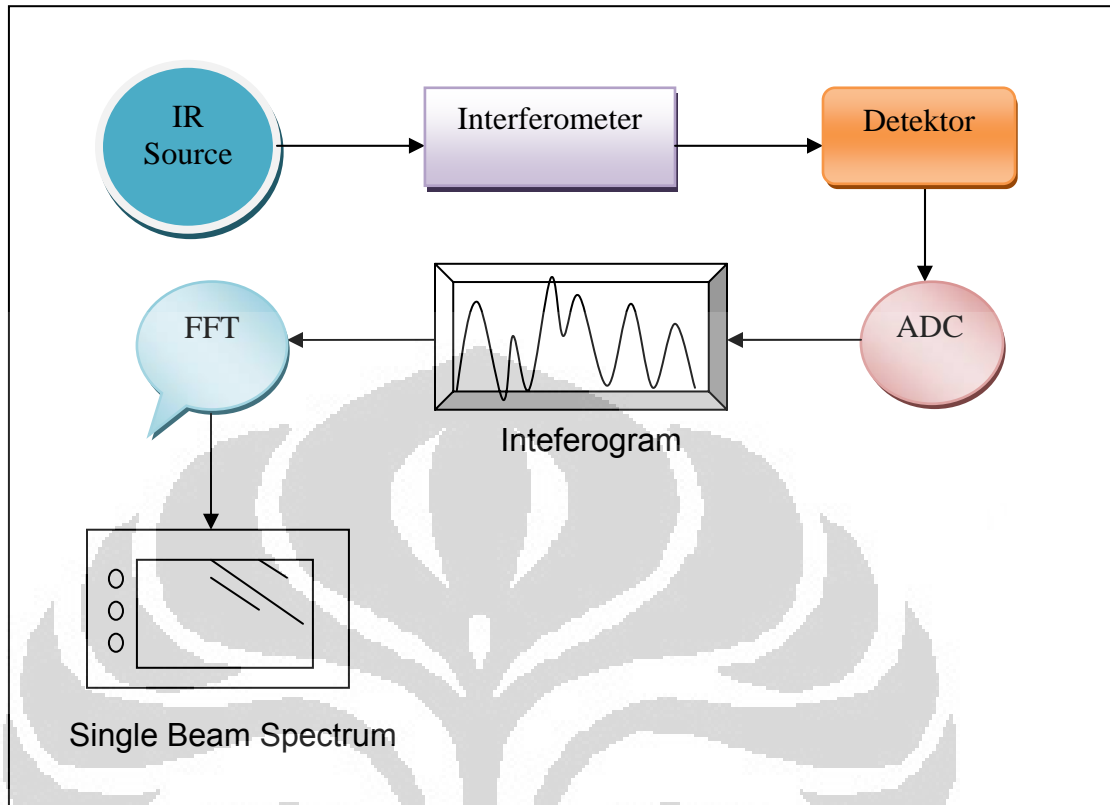
Spektroskopi inframerah merupakan salah satu cara yang digunakan untuk mengidentifikasi senyawa berdasarkan serapan pada daerah panjang gelombang inframerah. Spektrum serapan inframerah suatu senyawa mempunyai gambaran yang khas untuk senyawa yang bersangkutan, sehingga dapat digunakan untuk identifikasi. Spektrofotometer yang digunakan meliputi bilangan gelombang 4000 cm^{-1} sampai 400 cm^{-1} .

Fourier transform infrared merupakan pengembangan dari spektrofotometri inframerah yang dilengkapi dengan interferometer. Interferometer merupakan instrumen yang berfungsi untuk memisahkan dua berkas sinar yang saling berinteraksi di dalam ruang. Interferometer terdiri dari dua buah cermin datar yang saling tegak lurus. Di antara dua cermin dipasang pembagi berkas yang berasal dari luar. Berkas tersebut sebagian direfleksikan menuju cermin tetap dan sebagian lainnya diteruskan menuju cermin bergerak. Setiap berkas kemudian direfleksikan kembali ke arah pembagi berkas, mereka yang telah kembali sebagian dan sebagian lagi

diteruskan. Sehingga bagian berkas yang telah melewati baik cermin tetap maupun bergerak mencapai detektor, sementara itu bagian lainnya dilewatkan kembali ke sumber sinar. Berkas sinar yang dilewatkan tegak lurus terhadap sinar masuk itulah yang biasanya diukur.

Alat spektrofotometer IR terdiri dari lima komponen pokok, yaitu sumber sinar (*Nernst Glower, glowbar* dari silikon karbida dan kawat nikrom), tempat sampel, monokromator (menggunakan kisi pendispersi atau prisma yang dibuat dari NaCl, KBr, CsBr, dan LiF), detektor, dan rekorder²⁵.

Prinsip kerja FTIR adalah sebagai berikut, sumber inframerah akan mengemisikan energi inframerah dan berjalan melalui bagian optik dari spektrofotometer. Kemudian gelombang sinar akan melewati interferometer, dimana sinar tersebut dipisahkan dan digabungkan kembali untuk menghasilkan pola interferensi. Lalu intensitas dari frekuensi sinar ditransmisikan dan diukur oleh detektor. Hasil dari detektor adalah interferogram, yaitu suatu daerah waktu yang menggambarkan pola interferensi. Dengan adanya ADC (*Analog to Digital Converter*) akan mengubah pengukuran tersebut menjadi suatu format digital yang dapat digunakan komputer. Kemudian interferogram diubah menjadi suatu pita spektrum tunggal (*single beam spectrum*) oleh FFT (*Fast Fourier Transform*)²⁶.



Gambar 2.11. Skema alat spektrofotometer FTIR

BAB III

METODE PENELITIAN

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

1. Penyiapan serat rayon.
2. Melakukan kalibrasi ozonisator dengan variasi waktu ozonasi.
3. Optimasi efisiensi penyerapan ozon (O_3) oleh serat rayon untuk mendapatkan hubungan lama ozonasi dengan jumlah ozon yang diserap oleh serat rayon.
4. Optimasi pencangkokkan agen pengikat silang melalui variasi suhu, lama ozonasi, dan konsentrasi untuk menghasilkan serat yang tahan asam dan basa.
5. Pengujian ketahanan serat terikat silang terhadap asam dan basa.
6. Pengujian pencangkokkan monomer Glisidil metakrilat (GMA) dalam beberapa pelarut pada serat terikat silang yang telah diozonasi untuk memperoleh pelarut yang sesuai untuk pencangkokkan GMA.
7. Pencangkokkan monomer Glisidil metakrilat (GMA) dalam pelarut metanol dan metanol:air (4:6)
8. Mereaksikan Asam iminodiasetat (IDA) dengan GMA yang tercangkok pada serat terikat silang.
9. Melakukan karakterisasi serat tercangkok/termodifikasi melalui penentuan % *swelling*, pengamatan gugus fungsi pada matriks serat

rayon dengan spektrofotometer FT-IR dan melakukan pengujian kapasitas pertukaran kation

3.3. Bahan

Serat yang digunakan pada penelitian ini adalah serat rayon (*regular quality*) 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), Monomer Glisidil metakrilat (GMA) produksi Aldrich, Asam iminodiasetat (IDA) produksi Merck, n-heksana, metanol, etanol, aseton, natrium thiosulfat, KI dan KIO₃, HCl pekat, dan NaOH berkualitas pro analitis produksi Merck. Air demineral, dan Gas nitrogen *high purity* dengan kemurnian 99%.

3.4. Peralatan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini terdiri dari peralatan laboratorium, peralatan *grafting*, dan peralatan pengujian. Peralatan laboratorium yang digunakan adalah peralatan gelas yang biasa dipakai di laboratorium.

Peralatan *grafting* yang digunakan pada percobaan antara lain: ozonisator, tabung *impinger* yang dibuat khusus sebanyak 5 buah, pipa kaca pembagi gas N₂, penangas air, termometer, dan lima buah statip. Ozonisator

yang digunakan pada penelitian ini adalah Ozonisator DSM Aero produksi Amerika Serikat dengan kapasitas pembentukan ozon 0,40 gram ozon per jam. Kalibrasi alat dilakukan dengan variasi lama ozonasi.

Peralatan pengujian yang dipakai pada penelitian ini adalah instrumen spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR).

3.3. Prosedur Percobaan

3.3.1. Pembuatan Larutan Monomer

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

Larutan Glisidil metakrilat (GMA) (%v/v) dibuat dengan cara melarutkan larutan GMA dalam beberapa variasi pelarut sampai volume tertentu.

3.3.2. pembuatan Larutan IDA-2Na⁺

Larutan Asam iminodiasetat (IDA) dibuat dengan cara melarutkan sejumlah tertentu padatan IDA dalam larutan NaOH sehingga dihasilkan garam IDA-2Na⁺ yang akan digunakan untuk bereaksi dengan serat yang telah dimodifikasi.

3.3.3. Penyiapan Serat Rayon

Serat rayon dibersihkan dalam pengestrak soxlet menggunakan pelarut n-heksana selama 3 jam. Serat selanjutnya dikeringkan dalam oven vakum dengan suhu 60-70⁰C selama 4 jam.

Serat rayon (*regular quality*) yang digunakan pada penelitian ini merupakan produksi dari PT. Indo-Bharat Rayon dengan derajat kristalinitas 40-60%.

3.3.4. Kalibrasi Ozonisator

Ozonisator terlebih dahulu dikalibrasi dengan tujuan untuk melihat kinerja dan efisiensi pembentukan ozon oleh alat tersebut. Kalibrasi dilakukan dengan memvariasikan lama ozonasi untuk memperoleh jumlah ozon total yang dihasilkan.

Ozon dialirkan dengan variasi lama ozonasi 15, 30, 60, 120, 180 dan 240 menit ke dalam dua buah Erlenmeyer yang masing-masing berisi 25 mL larutan KI 0,5 N yang saling dihubungkan dengan pipa kaca. Ozon yang dihasilkan ditangkap oleh KI menghasilkan I₂ yang ditentukan melalui titrasi dengan natrium thiosulfat (Na₂S₂O₃) 0,25 M yang sebelumnya telah distandardisasi dengan KIO₃. Efisiensi pembentukan ozon dapat diketahui dengan membandingkan jumlah ozon yang didapatkan melalui titrasi dengan kapasitas alat yang tercantum.

3.3.5. Pengujian Efisiensi Penyerapan Ozon

Ozonasi serat rayon dilakukan dengan cara mengalirkan ozon ke dalam tabung *impinger* yang telah berisi serat rayon. Ozon dialirkan pada kecepatan alir 2,7 L/min ke dalam tabung *impinger* yang berisi serat rayon sebanyak 4 gram dengan variasi lama ozonasi 15, 30, 60, 90, 120, 180 dan 240 menit. Sistem dihubungkan dengan dua buah erlenmeyer yang masing-masing berisi larutan KI 0,5 M sebanyak 25 mL untuk menangkap ozon yang tidak diserap. Kemudian I₂ yang terbentuk ditentukan melalui titrasi dengan natrium thiosulfat 0,25 M, yang sebelumnya telah distandardisasi dengan KIO₃. Jumlah I₂ yang dihasilkan ekuivalen dengan jumlah ozon yang tidak bereaksi/diserap oleh serat rayon. Jumlah ozon yang diserap serat rayon dapat ditentukan dengan mengurangi jumlah ozon total dengan jumlah ozon sisa yang tidak diserap.

3.3.6. Teknik Kopolimerisasi Cangkok

Sejumlah berat tertentu serat dimasukkan ke dalam tabung *impinger* untuk diozonasi pada lama ozonasi tertentu dengan laju alir (*flow rate*) 2,7 L/min. Serat yang telah diozonasi kemudian ditambahkan larutan monomer dengan konsentrasi tertentu. Selanjutnya tabung dipanaskan di dalam penangas air pada suhu tertentu selama waktu tertentu sambil dialiri gas N₂ ke dalam tabung *impinger* untuk menghilangkan gas oksigen terlarut. Kopolimer yang terbentuk dicuci beberapa kali dengan akuades panas dan

dingin secara bergantian sampai larutan pencuci jernih. Setelah itu kopolimer diekstraksi soxlet dengan pelarut masing-masing monomer selama 2 jam untuk memisahkan homopolimer atau monomer yang tersisa. Terakhir, kopolimer cangkok yang dihasilkan tersebut dikeringkan dalam oven sampai berat konstan. Persen cangkok (%G) dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

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

W = berat serat kopolimer *grafting*

W₀ = berat serat awal

3.3.7. Homogenitas Ozonasi

Percobaan ini diamati dengan membandingkan kadar ikat silang NBA pada serat. Sebanyak 4 gram serat rayon diozonasi dengan kecepatan alir 2,7 L/min dan lama ozonasi 2 jam. Kemudian serat rayon yang terozonasi diambil secara sistematis dari atas ke bawah masing-masing sebanyak 1 gram. Serat yang belum digunakan untuk ikat silang segera disimpan dalam *freezer*. Selanjutnya homogenitas ozonasi dipelajari dengan melakukan reaksi ikat silang oleh monomer NBA pada serat rayon. Percobaan ini dilakukan dengan tujuan melihat homogenitas/distribusi radikal yang terbentuk pada berbagai posisi serat dalam tabung *impinger*.

3.3.8. Optimasi Ikat Silang oleh N,N'-Metilendiakrilamida (NBA)

3.3.8.1. Pengaruh Suhu dan Konsentrasi

Pengaruh suhu dan konsentrasi NBA dipelajari dengan menggunakan 1 gram serat terozonasi yang diperoleh dengan *flow rate* ozon 2,7 L/min serta waktu ozonasi selama 2 jam. Konsentrasi NBA divariasikan pada 1, 3 dan 5% (%w/v). Suhu yang digunakan divariasikan pada 70, 80, dan 90°C dengan waktu reaksi ikat silang selama 1 jam.

3.3.8.2. Pengaruh Variasi Waktu Ozonasi Serat Rayon

Pengaruh variasi lamanya waktu ozonasi serat rayon dipelajari dengan menggunakan 1 gram serat dengan laju alir ozon 2,7 L/min. Durasi ozonasi divariasikan pada 2, 3 dan 4 jam waktu ozonasi. Suhu yang digunakan adalah 80 °C dengan waktu ikat silang selama 1 jam.

3.3.9. Uji Ketahanan Serat Terikat Silang terhadap Asam dan Basa

Serat rayon-co-NBA dan serat rayon awal diuji ketahanannya terhadap kondisi asam dan basa dengan cara merendam serat dalam larutan HCl 2 N dan NaOH 2 N selama 1 jam pada suhu ruang. Perubahan berat antara berat awal dan berat akhir diamati.

3.3.10. Pengujian Pencangkokan Glisidil Metakrilat (GMA) pada Serat Terikat Silang dalam Beberapa Pelarut

Pengujian pencangkokkan monomer Glisidil metakrilat (GMA) dilakukan pada serat terikat silang dengan konsentrasi NBA 5% (%w/v) dan waktu ozonasi selama 4 jam. Sebelum monomer dicangkokkan, serat terikat silang diozonasi kembali selama 4 jam dengan laju alir ozon 2,7 L/min. Konsentrasi GMA 10% (%v/v) larutan GMA dalam pelarut Metanol:Air (4:6), Metanol, Etanol, n-Heksana, dan Aseton. Suhu yang digunakan adalah 60 °C dengan waktu reaksi pencangkokkan selama 1 jam.

3.3.11. Optimasi Pencangkokan Glisidil Metakrilat (GMA) pada Serat Terikat Silang dalam Pelarut Metanol dan Metanol:Air (4:6)

Pencangkokkan monomer Glisidil Metakrilat (GMA) dilakukan pada serat terikat silang dengan konsentrasi NBA 5% (%w/v) dan waktu ozonasi selama 4 jam. Sebelum monomer dicangkokkan, serat terikat silang diozonasi kembali selama 4 jam dengan *flow rate* ozon 2,7 L/min. Konsentrasi GMA divariasikan 10%, 15%, 20% (%v/v) dalam pelarut metanol:air (4:6) dan metanol. Suhu yang digunakan dalam pelarut metanol adalah 45°C, 50°C, 55°C, dan 60°C sedangkan untuk pelarut metanol:air (4:6) dilakukan pada suhu 60°C dengan waktu reaksi pencangkokkan selama 1 jam.

3.3.12. Pencangkokkan Glisidil Metakrilat pada Serat Terikat Silang dalam Metanol dan Metanol:Air (4:6)

Pencangkokkan monomer Glisidil Metakrilat (GMA) dilakukan pada serat terikat silang dengan konsentrasi NBA 5% (%w/v) dan waktu ozonasi selama 4 jam. Sebelum monomer dicangkokkan, serat terikat silang diozonasi kembali selama 4 jam dengan *flow rate* ozon 2,7 L/min. Konsentrasi GMA yang digunakan 20% (%v/v) dalam pelarut metanol:air (4:6), metanol dan 1,4-dioksan. Suhu yang digunakan adalah 60°C dan waktu kopolimerisasi 1 jam dan 2 jam.

3.3.13. Reaksi Asam Iminodiasetat (IDA) Dengan GMA Tercangkok Pada Serat Terikat Silang

Sebelum direaksikan dengan serat yang telah dimodifikasi dengan GMA, IDA direaksikan terlebih dahulu dengan larutan NaOH sesuai stoikiometri. Sebanyak 4 gram NaOH dilarutkan dengan akuades dalam labu 100 mL sehingga dihasilkan larutan NaOH 1 M. Kepada larutan NaOH tersebut ditambahkan padatan Asam Iminodiasetat sebanyak 6,65 gram sehingga didapatkan perbandingan mol IDA : NaOH (1 : 2) sesuai stoikiometri. Reaksi ini akan menghasilkan garam IDA-2Na⁺ yang selanjutnya digunakan untuk bereaksi dengan serat termodifikasi. Suhu reaksi yang digunakan adalah 80°C dengan waktu reaksi selama 1 jam.

3.3.14. Karakterisasi

Karakterisasi dilakukan dengan pengamatan menggunakan spektrofotometer FTIR untuk menentukan gugus fungsi, menentukan %swelling serat dan menguji kapasitas pertukaran kation.

3.3.14.1. Penentuan Pengembangan Serat Rayon (%Swelling)

Serat rayon dan serat rayon termodifikasi sebanyak 0,35 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:

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

W = berat setelah direndam

W₀ = berat sebelum direndam

3.3.14.2. Pengujian Kapasitas Pertukaran Ion

Serat rayon termodifikasi dalam bentuk Na sebanyak 0,25 gram dimasukkan ke dalam kolom penukar ion dan dialirkan sejumlah akuades untuk proses pengembangan serat. Setelah itu ke dalam kolom dialirkan 25 mL HCl 0,5 N. Efluen ditampung dalam labu volumetri 100 mL. Setelah itu kolom dibilas dengan akuades hingga efluen yang keluar bersifat netral, kemudian diambil sejumlah aliquot dari efluen yang diperoleh dan dititras

dengan larutan NaOH 0,1 N. Selisih jumlah mek HCl yang dimasukkan kedalam kolom dan yang keluar dari kolom merupakan kapasitas pertukaran ionnya.

Setelah itu, kedalam kolom yang berisi serat penukar ion dalam bentuk H^+ dialirkan kembali sejumlah 25 mL NaOH 0,5 N. Efluen ditampung dalam labu volumetri 100 mL dan kolom dibilas dengan akuades sampai air bilasan bersifat netral. Kemudian diambil sejumlah alikuot dan dititrasi dengan HCl 0,1 N. Selisih jumlah mek NaOH yang dimasukkan kedalam kolom dan yang keluar dari kolom demikian pula dengan sebaliknya yang telah dilakukan sebelumnya merupakan kapasitas pertukaran ionnya.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Metode kopolimerisasi cangkok (*grafting copolymerization*) merupakan salah satu cara untuk memodifikasi gugus-gugus fungsi pada polimer dasar^{8,9,27}. Penggunaan serat selulosa sebagai matriks polimer dasar telah banyak digunakan untuk modifikasi permukaan polimer dan aplikasinya sebagai penukar ion⁸. Pada penelitian ini serat rayon dipilih sebagai polimer dasar karena mudah didapatkan dan sifatnya yang *biodegradable* serta sebagai sumber daya alam yang dapat diperbarui. Proses pencangkokan monomer dilakukan dalam sistem heterogen dengan polimer dasar berupa serat rayon yang bersifat semikristalin dengan derajat kristalinitas berkisar 40-60% dan monomer yang dicangkokkan berupa larutan. Kristalinitas dan kekakuan rantai pada serat rayon menyebabkan terbatasnya kemampuan monomer untuk berdifusi mencapai pusat aktif radikal pada permukaan serat²⁸. Dengan demikian difusi larutan monomer ke pusat aktif pada permukaan serat terozonasi dan pengembangan serat merupakan faktor yang penting. Oleh karena itu, diperlukan pelarut yang dapat meningkatkan laju difusi monomer dan sebagai *swelling agent* yang baik bagi serat rayon. Dari penelitian-penelitian yang telah dilakukan sebelumnya, pelarut yang sesuai untuk proses ikat silang serat rayon dengan N,N'-metilendiakrilamida (NBA) adalah metanol:air (1:9)^{10,11}. Sedangkan untuk pencangkokan monomer Glisidil metakrilat (GMA), pelarut yang

digunakan harus memperhitungkan kereaktifan gugus epoksi. Pada penelitian sebelumnya digunakan pelarut 1,4-dioksan sebagai media pengembang¹¹. Namun, untuk produksi dalam skala besar akan menghabiskan biaya yang besar, mengingat harga pelarut 1,4-dioksan yang mahal. Oleh karena itu, pada penelitian ini dicoba beberapa jenis pelarut yang dapat digunakan sebagai pelarut GMA.

Kopolimerisasi cangkok dan proses ikat silang dilakukan dengan metode ozonasi, dimana serat rayon diozonasi terlebih dahulu dalam udara, tanpa adanya monomer untuk menghasilkan gugus peroksida dan hidroperoksida pada permukaan serat rayon. Dengan adanya panas yang diberikan akan terjadi pemecahan gugus peroksida dan hidroperoksida menjadi radikal peroksi. Radikal peroksi inilah yang menginisiasi pembentukan radikal bebas pada monomer dan memulai reaksi pencangkokkan serta reaksi ikat silang⁹.

Modifikasi serat rayon didahului dengan proses ikat silang NBA dengan tujuan untuk merapatkan dan memperkuat serat rayon sehingga serat rayon yang diperoleh memiliki ketahanan dalam larutan asam dan basa. Serat rayon yang sudah diperkuat dengan NBA selanjutnya dilakukan ozonasi kedua untuk memperoleh gugus peroksida dan hidroperoksida yang baru. Selanjutnya dilakukan modifikasi serat rayon dengan mencangkokkan monomer Glisidil metakrilat (GMA) dalam berbagai pelarut antara lain metanol, metanol:air (4:6), etanol, aseton, n-heksan, N-methyl-2-pirolidon (NMP), dan 1,4-dioksan. Dari hasil percobaan diketahui bahwa pelarut

metanol^{29,30,31,32} dan metanol:air (4:6)¹⁷ dapat digunakan sebagai media pencangkokkan GMA. Monomer Glisidil metakrilat (GMA) digunakan secara luas untuk pencangkokkan pada polimer dasar karena mengandung dua gugus, yaitu gugus epoksi dan gugus vinil. Adanya kedua gugus ini dapat memberikan kebebasan pada penggunaan GMA dalam mendesain polimer, khususnya untuk aplikasi matriks penukar ion. Melalui variasi lama ozonasi, konsentrasi monomer, suhu reaksi diharapkan diperoleh kondisi optimum ikat silang NBA dan pencangkokkan GMA. Serat Rayon -g-GMA yang diperoleh kemudian dimodifikasi dengan asam iminodiasetat melalui mekanisme pembukaan cincin epoksi.

4.1. Kalibrasi Ozonisator

Ozonisator perlu dikalibrasi terlebih dahulu dengan tujuan untuk melihat kinerja dan efisiensi pembentukan ozon oleh alat tersebut dengan menentukan jumlah ozon yang dapat dikeluarkan pada selang waktu tertentu^{10,11}.

4.1.1. Penentuan Kadar Ozon Melalui Titrasi Iodometri

Persen efisiensi jumlah ozon yang dihasilkan dipelajari dengan membandingkan jumlah ozon yang didapat melalui titrasi dengan nilai yang tercantum pada alat. Variabel yang digunakan hanya variasi waktu pengaliran ozon, karena alat yang digunakan tidak memiliki pengaturan laju

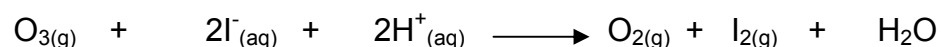
alir. Jumlah ozon yang dihasilkan ditentukan secara tidak langsung melalui titrasi iodometri. Penentuan jumlah ozon didasari oleh reaksi I^- dengan O_3 yang menghasilkan I_2 pada kondisi sedikit asam. Selanjutnya jumlah ekuivalen I_2 ditentukan melalui titrasi dengan natrium tiosulfat ($Na_2S_2O_3$) yang sebelumnya sudah distandarisasi dengan kalium iodat (KI). Jumlah ekuivalen KI yang kira-kira digunakan untuk menampung ozon ditentukan berdasarkan nilai teoritis ini. Konsentrasi I^- harus sedikit berlebih untuk menambah kelarutan I_2 dalam air, sehingga kemungkinan I_2 yang hilang dapat diperkecil. Larutan KI harus dalam kondisi sedikit asam, biasanya dengan penambahan HCl atau H_2SO_4 dengan konsentrasi tertentu.

Pada kondisi asam, ozon mudah bereaksi dengan I^- membentuk I_2 . Tiosulfat diuraikan lambat dalam larutan asam dengan membentuk belerang sebagai endapan mirip susu. Reaksinya adalah sebagai berikut:

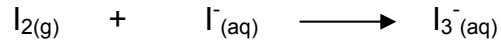


Reaksi diatas tidak akan mengganggu bila titrasi dilakukan dengan cepat dan larutan diaduk dengan baik. Reaksi antara Iod dan Tiosulfat berlangsung lebih cepat daripada reaksi penguraiannya³³.

Penentuan total jumlah ozon yang dihasilkan oleh ozonisator dilakukan dengan pengaliran ozon ke dalam dua erlenmeyer tertutup yang berisi larutan KI dengan konsentrasi tertentu yang saling terhubung. Persamaan reaksi kimianya³³ :



Untuk menghindari I₂ yang terlepas, kelarutan I₂ dalam air dapat diperbesar dengan sedikit kelebihan I⁻ dalam larutan.



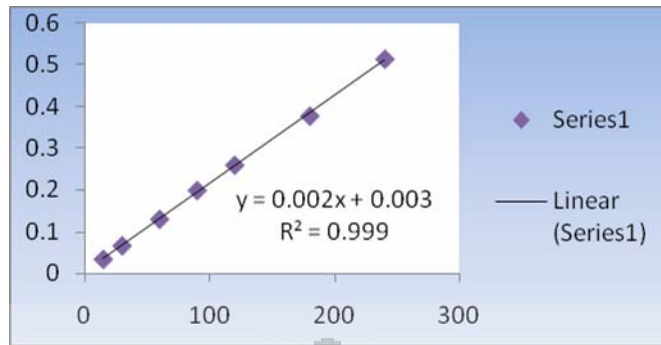
Selanjutnya Natrium Thiosulfat yang sudah distandardisasi digunakan sebagai titran untuk penentuan I₂ yang terbentuk.



Kadar ozon yang diperoleh adalah jumlah ozon total yang dapat dikeluarkan alat pada kecepatan alir dan selang waktu tertentu. Dengan membandingkan berat ozon yang didapat melalui titrasi dengan nilai yang tercantum pada alat maka didapatkan % efisiensi pembentukan ozon, contoh perhitungan terdapat pada Lampiran 5.

Tabel 4.1.1. Hubungan antara lama ozonasi terhadap berat O₃ total
(Laju alir yang digunakan adalah 2,7 L/menit)

Waktu Ozonasi (min)	V Thiosulfat rerata (mL)	Berat O ₃ Total (g)	Berat O ₃ Teoritis (g)	% Efisiensi Pembentukan O ₃
15	5.80	0.0332	0.1	33.20%
30	11.48	0.0657	0.2	32.85%
60	22.56	0.1291	0.4	32.85%
90	34.60	0.1979	0.6	32.98%
120	45.20	0.2586	0.8	32.33%
180	65.68	0.3760	1.2	31.33%
240	89.52	0.5122	1.8	28.45%



Gambar 4.1.1. Grafik hubungan antara lama ozonasi terhadap berat O₃ total yang dihasilkan

Gambar 4.1.1 menunjukkan hubungan jumlah ozon yang dihasilkan dengan lama pengaliran ozon. Pada gambar diatas, hubungan jumlah ozon dengan lama pengaliran adalah linear. Penurunan nilai % efisiensi alat cukup tinggi. Hal ini kemungkinan disebabkan oleh faktor daya hasil ozon oleh ozonisator tersebut yang memang rendah serta laju alir yang sangat tinggi yaitu 2,7 L/menit sehingga ozon yang terbentuk tidak sempat bereaksi dengan KI dan mudah terlepas ke udara karena tekanan yang cukup besar pada rangkaian selang sehingga jumlah ozon yang keluar menjadi tidak terhitung. Semakin lama waktu pengaliran ozon, makin besar kemungkinan ozon dan I₂ terlepas keluar sistem, hal ini yang menyebabkan % efisiensi turun. Oleh karena itu, sistem harus terus dijaga jangan sampai ada kebocoran yang memungkinkan perhitungan tidak kuantitatif. Kestabilan alat juga cenderung menurun pada waktu ozonasi lebih dari 2 jam. Hal ini dapat terlihat dari persen efisiensi yang cenderung turun setelah 2 jam ozonasi.

Dari penelitian sebelumnya diketahui bahwa jumlah ozon yang dihasilkan hanya merupakan fungsi dari lama pengaliran saja¹⁰. Jadi, untuk mendapatkan jumlah ozon tertentu, variabel yang perlu diperhatikan adalah lama pengaliran ozon bukan kecepatan aliran, karena berapapun kecepatan alirannya pada selang waktu yang sama jumlah ozon yang terbentuk hampir sama. Proses pembentukan ozon adalah reaksi kesetimbangan $3\text{O}_2 \leftrightarrow 2\text{O}_3$, reaksi tersebut berlangsung cepat dan pereaksi pembatasnya adalah jumlah O_3 bukan jumlah O_2 . Jumlah ozon yang terbentuk terbatas pada cukup atau tidak cukupnya energi potensial yang digunakan untuk merubah O_2 menjadi O_3 , bukan pada banyaknya O_2 yang masuk ke sistem alat ozonisator³⁴.

4.1.2. Pengujian Efisiensi Penyerapan Ozon

Penentuan efisiensi penyerapan ozon oleh serat didasarkan pada banyaknya ozon yang dihasilkan dalam waktu tertentu (jumlah ozon total) dikurangi dengan ozon yang tidak diserap (jumlah ozon sisa). Variabel laju alir dan lama ozonasi berpengaruh terhadap efisiensi penyerapan ozon oleh serat rayon^{10,11}. Serat rayon seberat 4 gram dimasukkan ke dalam tabung *impinger* yang dihubungkan dengan erlenmeyer yang berisi 25 mL larutan KI dengan konsentrasi 0,5 M pada kondisi sedikit asam (dengan penambahan HCl sesuai stoikiometri). Ozon dialirkan melalui tabung *impinger* dan akan bereaksi dengan serat rayon menghasilkan gugus peroksida dan hidroperoksida dan ozon sisa dialirkan ke erlenmeyer berisi larutan KI 0,5 N.

Ozon sisa akan mengoksidasi I⁻ menjadi I₂. Jumlah I₂ dapat ditentukan melalui titrasi iodometri. Jika diketahui jumlah ozon awal dan jumlah ozon sisa, maka jumlah ozon yang bereaksi dengan substrat dapat ditentukan.

Reaksinya³²:



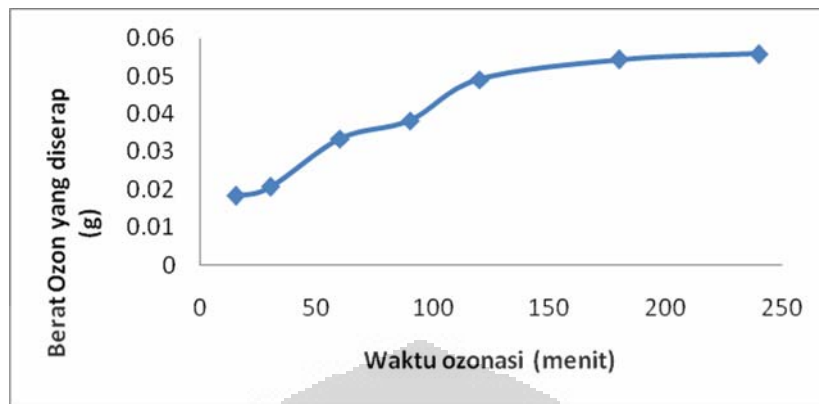
Keterangan: S adalah serat rayon.

Dengan menggunakan 4 gram serat rayon, *flow rate* 2,7 L/menit.

Variasi lama ozonisasi dilakukan, pada 15, 30, 60, 90, 120, 180, dan 240 menit.

Tabel 4.1.2. Hubungan lama ozonasi dengan jumlah ozon yang diserap serat rayon. (Laju alir yang digunakan adalah 2,7 L/menit)

Waktu Ozonasi (min)	Berat O ₃ Total (g)	Jumlah O ₃ yang diserap (g)	%Efisiensi Penyerapan O ₃
15	0.0332	0,0183	55,12%
30	0.0657	0,0206	31,35%
60	0.1291	0,0335	25,95%
90	0.1979	0,0382	19,30%
120	0.2586	0,0491	18,98%
180	0.3760	0,0544	14,47%
240	0.5122	0,0588	11,48%



Gambar 4.1.2. Hubungan lama ozonisasi dengan jumlah ozon yang diserap oleh serat rayon

Dari Gambar.4.1.2. terlihat bahwa hubungan lama ozonisasi dengan jumlah ozon yang diserap ozon tidak linear, meskipun nilainya meningkat seiring dengan lamanya waktu ozonisasi. Peningkatan jumlah ozon yang diserap tidak menunjukkan optimasi penyerapan ozon yang berarti. Hal ini disebabkan oleh faktor laju alir yang besar yaitu 2.7 L/menit sehingga waktu kontak ozon dengan serat rayon sangat singkat, sehingga probabilitas banyaknya ozon yang bereaksi dengan serat rayon semakin menurun. Dari penelitian sebelumnya diketahui bahwa faktor laju alir sangat mempengaruhi efisiensi penyerapan ozon oleh serat. Pada laju alir yang rendah yaitu 0,1 L/menit diperoleh efisiensi penyerapan ozon yang cukup tinggi. Laju alir yang rendah dapat memberikan waktu kontak yang cukup antara ozon dan serat rayon, sehingga probabilitas pembentukan gugus peroksida dan hidroperoksida dapat ditingkatkan¹⁰. Banyaknya ozon yang terserap ekuivalen dengan banyaknya gugus peroksida dan hidroperoksida yang terbentuk pada permukaan serat³⁵.

4.2. Teknik Ikat Silang dan Kopolimerisasi Cangkok

Proses ikat silang dan kopolimerisasi cangkok pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan *pretreatment* ozonasi, dimana serat rayon diozonasi terlebih dahulu dalam udara tanpa adanya monomer untuk menghasilkan gugus-gugus peroksida dan hidroperoksida pada serat rayon. Kemudian dilakukan reaksi ikat silang dengan cara mencampurkan serat yang telah diozonasi dengan agen pengikat silang NBA disertai dengan pemanasan pada suhu tertentu sambil dialirkan gas N_2 . Adanya panas menyebabkan terjadinya pemecahan homolitik yang akan menghasilkan sejumlah radikal peroksi. Radikal peroksi inilah yang akan menginisiasi pembentukan radikal bebas pada gugus vinil yang ada pada kedua ujung monomer NBA dan memulai reaksi ikat silang. Selanjutnya pada serat rayon yang terikat silang NBA dilakukan ozonasi kembali untuk membentuk gugus-gugus peroksida dan hidroperoksida pada permukaan serat rayon. Setelah itu dilakukan pencangkokkan monomer GMA dengan cara mencampurkan serat terozonasi dengan larutan monomer GMA disertai pemanasan pada suhu tertentu dan sambil dialirkan gas N_2 . Radikal peroksi yang terbentuk akibat pemecahan homolitik gugus peroksi dan peroksida selanjutnya menginisiasi pembentukan radikal bebas pada gugus vinil yang ada pada monomer GMA. Proses ikat silang dan pencangkokkan dilakukan dalam media gas N_2 untuk menghilangkan oksigen terlarut yang dapat bertindak sebagai *electron scavenger*³⁶.

4.3. Homogenitas Reaksi Ikat Silang

Homogenitas pembentukan gugus peroksida dan hidroperoksida pada permukaan serat sulit ditentukan secara langsung. Dengan menggunakan variabel terkontrol, penyebaran gugus peroksida dan hidroperoksida dapat dipelajari secara tidak langsung melalui pengamatan kadar ikat silang oleh NBA (%G)¹⁰.

Serat rayon sebanyak masing-masing 4,00 gram dimasukkan ke dalam dua tabung *impinger* yang saling terhubung, kemudian diozonasi selama 4 jam dengan kecepatan alir 2,7 L/menit selama 2 jam. Kemudian serat diambil secara sistematis sebanyak kurang lebih 1 gram mulai dari populasi yang paling atas ke bawah dari masing-masing tabung *impinger*. Ke delapan bagian serat terozonasi dari setiap populasi tersebut dimasukkan kedalam 8 tabung *impinger* yang berbeda. Setelah itu dilakukan proses ikat silang pada suhu 70°C selama 1 jam dengan masing-masing tabung ditambahkan 50 mL NBA 5%w/v. Proses ikat silang dilakukan dalam media gas N₂. Pada Tabel 4.3. dapat terlihat bahwa homogenitas ikat silang oleh NBA cukup baik karena perbedaan kadar ikat silang (%G) yang tidak terlalu besar. Hal ini menunjukkan populasi gugus peroksida dan hidroperoksida tersebar cukup merata di setiap bagiannya.

Tabel 4.3. Homogenitas ikat silang oleh NBA

Laju alir (L/min)	[NBA]	Suhu (°C)	Lama ozonasi (jam)	% G Impinger 1	% G Impinger 2
				61.73	61.09
2.7	5 (%w/v)	70	2	60.87	60.74
				61.20	62.12
				62.56	62.19

4.4. Optimasi Ikat Silang Serat Rayon oleh N,N'-Metilendiakrilamida (NBA)

4.4.1. Pengaruh Suhu dan Konsentrasi

Pengaruh variasi konsentrasi NBA dan suhu reaksi pengikatan silang dipelajari pada konsentrasi NBA 1, 3, dan 5%. Laju alir ozon yang digunakan adalah 2,7 L/menit dengan waktu ozonasi selama 2 jam. Serat terozonasi kemudian ditambahkan monomer NBA dengan konsentrasi tertentu untuk selanjutnya dilakukan reaksi ikat silang selama 1 jam dengan suhu reaksi 70°C, 80°C, dan 90°C, hasil yang diperoleh terdapat pada Tabel 4.4.1.

Tabel 4.4.1. Hubungan antara suhu dan konsentrasi NBA terhadap %G.

(Waktu ozonasi yang digunakan adalah selama 2 jam)

% G NBA Suhu (°C)	Konsentrasi NBA (%w/v)		
	1%	3%	5%
70	31.52	51.41	61.62
80	38.38	54.67	64.27
90	42.33	55.89	66.55

Monomer NBA dilarutkan dalam pelarut metanol:air (1:9), sehingga diharapkan dapat membantu proses difusi monomer ke dalam serat dan melakukan ikatan silang antar serat. Dari Tabel 4.4.1 dapat dilihat bahwa semakin tinggi konsentrasi NBA yang direaksikan, maka kadar ikat silang (%G) cenderung naik. Dengan menggunakan laju alir dan lama ozonasi yang sama, yang berarti kerapatan pusat aktif sama, kenaikan konsentrasi monomer diharapkan dapat meningkatkan derajat pengikatan silang oleh NBA pada serat rayon. Oleh karena itu, tersedianya monomer NBA sebanyak 5% akan memberikan banyak peluang monomer untuk bereaksi dengan pusat aktif serat pada serat terozonasi yang kemudian saling ikat silang antar serat dan NBA.

Pengaruh suhu reaksi ikat silang oleh monomer NBA dipelajari pada variasi suhu 70, 80, 90 °C. Peningkatan kadar ikat silang pada suhu yang lebih tinggi disebabkan oleh peningkatan laju difusi monomer vinil dari fase larutan ke permukaan serat, peningkatan laju inisiasi dan propagasi. Semakin sedikit radikal yang terbentuk maka semakin sedikit kadar ikat silangnya.

4.4.2. Pengaruh Waktu Ozonasi Serat Rayon

Percobaan ini bertujuan untuk memperoleh gambaran pengaruh konsentrasi radikal bebas (pusat aktif) pada serat dan konsentrasi monomer pada berbagai konsentrasi monomer NBA. Masing-masing sebanyak 1 gram serat rayon diozonasi dengan laju alir (*flow rate*) 2,7 L/menit dengan waktu ozonasi 2, 3, dan 4 jam. Kemudian pada serat terozonasi dilakukan reaksi ikat silang dengan variasi konsentrasi NBA sebanyak 3 dan 5% (%w/v). reaksi ini dilakukan pada suhu 80°C dan waktu reaksi selama 1 jam.

Tabel 4.4.2. Hubungan antara lama ozonasi terhadap %G NBA

% G NBA (%w/v)	Lama Ozonasi (jam)					
	2		3		4	
	3%	5%	3%	5%	3%	5%
Suhu (°C)						
80	54.67	66.28	56.19	71.26	59.63	77.67
	53.89	65.04	55.78	71.84	60.61	78.92
	53.75	65.76	56.64	70.92	60.57	78.46

Dari Tabel 4.4.2. dapat dilihat bahwa semakin tinggi konsentrasi monomer NBA yang direaksikan, maka semakin tinggi pula kadar ikat silang yang dihasilkan. Hal ini disebabkan oleh semakin banyaknya konsentrasi NBA yang digunakan untuk bereaksi akan memberikan kesempatan monomer NBA untuk mengikat silang antar serat.

Sedangkan untuk waktu ozonasi 2, 3, dan 4 jam terjadi peningkatan kadar ikat silang (%G) meskipun tidak terlalu signifikan. Hal ini sangat

dipengaruhi oleh populasi gugus peroksida dan hidropersida yang terbentuk pada permukaan serat selama ozonasi dan sesuai dengan hasil penentuan efisiensi penyerapan ozon yang telah dilakukan.

4.2.3. Uji Ketahanan Serat Terikat Silang Terhadap Asam dan Basa

Percobaan ini bertujuan untuk membandingkan ketahanan serat rayon awal (sebagai blanko) dengan serat rayon terikat silang NBA dalam kondisi asam dan basa dengan cara merendam sebanyak 0,20 gram serat tercangkok dalam larutan HCL 2 N dan NaOH 2 N selama 1 jam pada suhu ruang, kemudian dikeringkan dan ditimbang. Serat yang dipakai untuk pengujian ini adalah serat dengan kondisi reaksi ikat silang yaitu, lama ozonasi 2, 3, dan 4 jam, konsentrasi monomer NBA 5% dan suhu pencangkakan 80°C. Perubahan berat yang terjadi antara berat awal dan akhir diamati.

Dari Tabel 4.2.3 (a) dan (b) diperoleh gambaran ketahanan serat rayon terikat silang oleh NBA terhadap larutan asam (HCl 2 N) dan larutan basa (NaOH 2 N). Nilai % penurunan berat lebih besar terjadi pada kondisi asam bila dibandingkan pada kondisi basa. Ketahanan serat ini berkaitan juga dengan lamanya waktu ozonasi. Pada waktu ozonasi yang lebih lama terjadi peningkatan kekuatan serat akibat semakin tingginya kadar ikat silang oleh NBA. Ketahanan terhadap asam dan basa ini diperkirakan terjadi karena adanya halangan sterik terhadap penyerangan asam dan basa

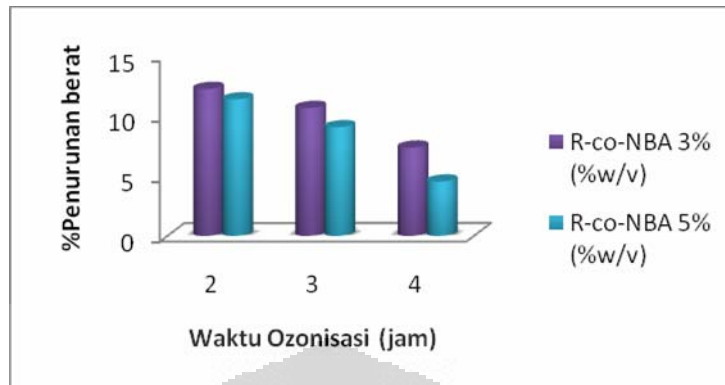
karena adanya struktur ikat silang yang menurunkan laju difusi larutan ke dalam matriks polimer.

Kerusakan serat rayon dalam larutan asam merupakan reaksi hidrolisis ikatan glikosidik (β -1,4-Glikosida) karena ikatan asetal tersebut tidak stabil dalam kondisi asam. Reaksi ini dimulai dengan protonasi oksigen pada ikatan glikosidik selulosa, diikuti dengan solvolisis dan regenerasi katalis asam. Serat rayon biasa (tanpa ikat silang) mudah dihidrolisis dalam suasana asam dibandingkan pada suasana basa (terlihat pada % penurunan beratnya). Semakin tinggi derajat pengembangan (*swelling*) serat tercangkok, berarti serat semakin hidrofil, sehingga serat lebih mudah terhidrolisis. Pengaruh ini dapat diperkecil dengan penambahan agen pengikat silang N,N'-metilendiakrilamida (NBA), dimana dengan adanya pengikat silang antar serat maka stabilitas serat tercangkok dalam kondisi asam dan basa dapat meningkat.

Tabel 4.2.3. (a) Ketahanan serat terhadap asam (HCl 2 N).

% Penurunan Berat Waktu Ozonasi (jam)	Konsentrasi NBA (%w/v)		
	0 (blanko)	3	5
2		12,25	11,38
3		10,67	9,06
4		7,36	4,53
Ruang	10,87		

Keterangan: Hubungan antara waktu ozonisasi dan konsentrasi NBA terhadap ketahanan serat.

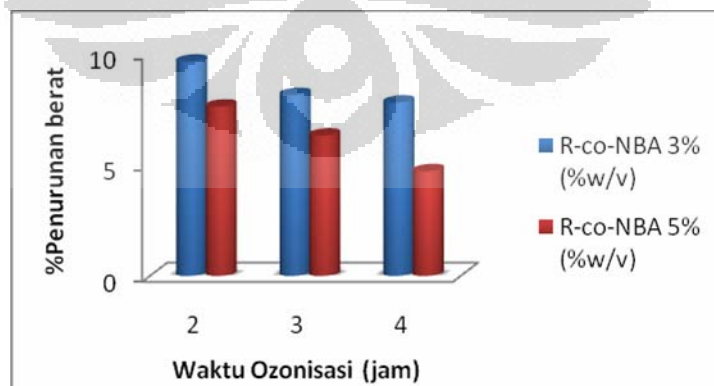


Gambar 4.2.3 (a) Ketahanan serat terhadap asam (HCl 2 N) (waktu perendaman selama 1 jam dalam suhu ruang)

Tabel 4.2.3 (b) Ketahanan serat terhadap basa (NaOH 2 N).

% Penurunan Berat	Konsentrasi NBA (%w/v)		
	0 (blanko)	3	5
Waktu Ozonasi (jam)			
2		9,62	7,60
3		8,12	6,30
4		7,78	4,70
Ruang	9,54		

Keterangan: Hubungan antara waktu ozonisasi dan konsentrasi NBA terhadap ketahanan serat



Gambar 4.2.3 (b) Ketahanan serat terhadap basa (NaOH 2 N)

4.3. Pencangkokkan Glisidil Metakrilat pada Serat Terikat Silang dalam Beberapa Pelarut

Percobaan ini bertujuan untuk mencari pelarut yang sesuai untuk pencangkokkan monomer GMA. Pelarut yang digunakan adalah metanol, metanol:air (4:6), aseton, n-heksana, etanol, dan N-metil-2-pirolidon (NMP). Pelarut memiliki peranan yang penting dalam polimerisasi cangkok. Jenis pelarut dipilih berdasarkan kepolaran yang sama dengan monomer GMA, kemampuan melarutkan monomer GMA dan kemampuan untuk mengembangkan matriks serat rayon (*swelling*), sehingga dapat membantu laju difusi monomer ke pusat aktif pada matriks serat rayon. Sebelum dilakukan reaksi pencangkokkan GMA, serat rayon terikat silang NBA diozonasi kembali selama 4 jam. Hal ini dilakukan untuk membentuk kembali gugus-gugus peroksi dan hidroperoksida pada serat rayon. Dari Tabel 4.3 dapat diperoleh informasi bahwa pencangkokkan GMA dengan menggunakan pelarut metanol dan campuran metanol:air (4:6) didapatkan kadar pencangkokkan (%G) yang lebih besar bila dibandingkan dalam pelarut lainnya. Hal ini dapat dipahami dari efek solvolisis pelarut yang mempengaruhi pembentukan radikal yang dapat mengabstraksi atom hidrogen dari selulosa sehingga dapat menambah pusat aktif pada matriks serat rayon³⁰.

Tabel 4.3. Pencangkokkan Glisidil metakrilat pada serat terikat silang dalam beberapa pelarut

Pelarut	C _{GMA} (%v/v)	Suhu (°C)	Waktu Reaksi (jam)	%G
Metanol	10	60	1	24,82
Metanol:air (4:6)	10	60	1	21,62
Aseton	10	60	1	17,23
n-Heksana	10	60	1	17,83
Etanol	10	60	1	16,78
N-metil-2-pirolidon (NMP)	10	60	1	15,60

Pencangkokkan GMA dalam pelarut aseton, n-heksana, etanol, dan N-metil-2-pirolidon (NMP) tidak memberikan hasil kadar pencangkokkan yang baik, hal ini disebabkan kemampuan pengembangan serat yang rendah sehingga menurunkan laju difusi monomer ke pusat aktif pada matriks serat rayon. Hal ini juga dapat dijelaskan berdasarkan kepolaran dan jenis pelarut yang digunakan merupakan pelarut organik yang merupakan donor hidrogen yang baik, sehingga radikal yang berada pada permukaan serat dapat ditransfer ke larutan *bulk*. Proses ini menyebabkan kesempatan tercangkoknya monomer vinil pada permukaan serat menjadi berkurang dan akan meningkatkan pembentukan homopolimer⁹.

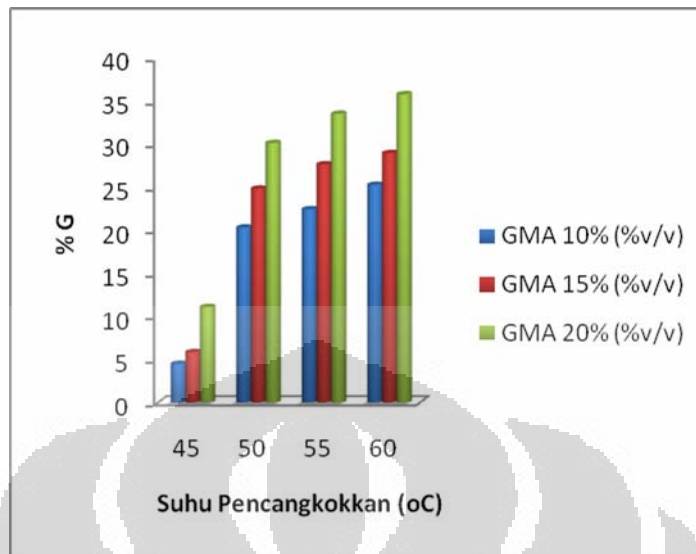
Pemilihan suhu pencangkokkan GMA pada 60°C didasarkan atas pertimbangan kereaktifan gugus epoksi pada GMA, karena jika dilakukan

pada suhu yang lebih tinggi dikhawatirkan dapat terjadi reaksi pembukaan cincin oksiran. Gugus epoksi pada GMA harus diusahakan agar tidak terbuka sebelum proses fungsionalisasi selanjutnya.

4.4. Pencangkokkan Glisidil Metakrilat pada Serat Terikat Silang dalam Metanol dan Metanol:Air (4:6)

Dari Tabel 4.4 telah diketahui bahwa metanol dan metanol:air (4:6) memiliki kemampuan yang lebih baik sebagai media pencangkokkan monomer GMA. Oleh karena itu, dilakukan pengamatan lebih lanjut untuk memperoleh optimasi pencangkokkan GMA dalam pelarut metanol dan metanol:air (4:6).

Untuk pencangkokkan GMA dalam pelarut metanol dilakukan dengan variasi suhu pencangkokkan 45, 50, 55, 60°C. Kenaikan kadar pencangkokkan terjadi seiring dengan kenaikan suhu. Seperti yang telah dibahas sebelumnya, pada suhu yang lebih tinggi, laju inisiasi dan derajat pengembangan serat lebih tinggi. Pada suhu 45°C kadar pencangkokkan yang diperoleh sangat rendah, hal ini disebabkan rendahnya laju inisiasi yaitu proses pemecahan gugus peroksida dan hidroperoksida menjadi radikal bebas yang menginisiasi reaksi pencangkokkan. Semakin sedikit radikal yang terbentuk maka semakin sedikit kadar pencangkokkannya⁹.



Gambar 4.4. Pencangkokkan GMA dalam pelarut metanol
(Ozonasi serat selama 4 jam dan waktu reaksi 1 jam)

Telah diketahui bahwa pencangkokkan GMA dalam pelarut metanol kurang efektif jika dilakukan pada suhu rendah, oleh karena itu untuk pencangkokkan GMA dalam pelarut metanol:air (4:6) dengan variasi konsentrasi GMA sebesar 10, 15, dan 20% (%v/v) hanya dilakukan pada suhu 60°C. Hasil yang diperoleh terangkum dalam Tabel 4.4, kadar pencangkokkan GMA dalam pelarut metanol:air (4:6) tidak jauh berbeda dengan hasil pencangkokkan dalam pelarut metanol. Hal ini berarti pencangkokkan GMA dalam pelarut metanol:air (4:6) akan lebih menguntungkan karena efisiensi harga pelarut yang lebih murah.

Tabel 4.4. Pencangkokkan GMA dalam pelarut metanol:air (4:6)

C _{GMA} (%v/v)	Suhu (°C)	Waktu Reaksi (jam)	%G
10	60	1	21,54
15	60	1	28,19
20	60	1	33,53

4.5. Pencangkokkan Glisidil Metakrilat pada Serat Terikat Silang dalam Metanol, Metanol:Air (4:6), dan 1,4-Dioksan

Untuk membandingkan efektivitas penggunaan jenis pelarut dan variabel waktu reaksi, maka dilakukan variasi pencangkokkan GMA dalam pelarut metanol, metanol:air (4:6) dan 1,4-dioksan dengan konsentrasi GMA 20% (%w/v), suhu reaksi 60°C, serta waktu reaksi 1 jam dan 2 jam.

Dari Tabel 4.5 dapat dijelaskan bahwa kadar pencangkokkan GMA dengan menggunakan pelarut metanol dan metanol:air (4:6) tidak berbeda secara signifikan meskipun diketahui kadar pencangkokkannya sedikit lebih rendah bila dibandingkan dengan penggunaan pelarut 1,4-dioksan. Hal ini dapat dipahami, karena metanol merupakan suatu pelarut organik yang mampu mendonorkan hidrogen, sehingga radikal yang terbentuk pada permukaan serat rayon dapat ditransfer ke larutan *bulk*. Proses ini menyebabkan kesempatan tercangkoknya monomer vinil pada permukaan serat menjadi berkurang dan kemungkinan pembentukan homopolimer menjadi lebih dominan⁹. Dengan menggunakan pelarut 1,4-dioksan

diperoleh kadar pencangkokkan GMA yang lebih tinggi, karena pelarut ini termasuk jenis pelarut polar aprotik yang tidak mendonorkan hidrogen sehingga radikal yang terbentuk pada permukaan serat rayon tidak ditransfer ke larutan *bulk*.

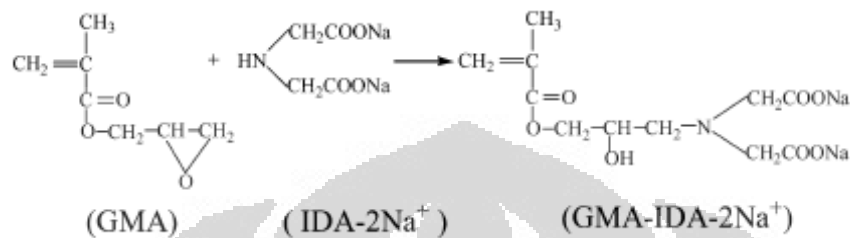
Tabel 4.5 Pencangkokkan Glisidil metakrilat pada serat terikat silang dalam metanol, metanol:air (4:6), dan 1,4-dioksan

Pelarut	C _{GMA} (%v/v)	Waktu Reaksi (jam)	Suhu Reaksi (°C)	%G
Metanol	20%	1	60	35,82
		2		56,60
Metanol:air (4:6)	20%	1	60	33,53
		2		56,18
1,4-Dioksan	20%	1	60	36,27
		2		57,42

4.6. Modifikasi Serat Rayon-*g*-GMA dengan Garam Iminodiasetat (IDA-2Na⁺)

Modifikasi Serat Rayon-*g*-GMA pada penelitian ini bertujuan untuk memasukkan gugus Garam iminodiasetat (IDA-2Na⁺) yang akan berperan sebagai gugus pegkelat ion. Gugus yang ditambahkan ini diharapkan akan

memecah cincin epoksida. Reaksi fungsionalisasi Serat Rayon-g -GMA dengan Garam iminodiasetat (IDA-2Na⁺) dapat dilihat pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6. Reaksi antara GMA dengan IDA-2Na⁺ ³⁷.

Serat termodifikasi GMA direaksikan dengan garam Natrium iminodiasetat sebanyak 10% dalam pelarut etanol:air (1:2)³¹. Asam iminodiasetat tidak langsung direaksikan dengan serat terangkai GMA karena dikhawatirkan gugus asam karboksilatnya yang bereaksi dengan epoksi GMA, bukan gugus iminonya. Oleh karena itu, IDA harus direaksikan terlebih dahulu dengan NaOH sehingga terbentuk garam IDA-2Na⁺ yang nantinya diharapkan dapat menjadi gugus pengkelat ion logam dalam aplikasinya sebagai penukar kation.

Berdasarkan Tabel 4.6 diketahui bahwa perbandingan mol garam IDA-2Na⁺ dan GMA pada reaksi fungsionalisasi 1:1. Hal ini disebabkan karena secara teoritis satu molekul GMA akan bereaksi dengan satu molekul IDA-2Na⁺.

Tabel 4.6. Fungsionalisasi GMA dengan IDA-2Na⁺

Pelarut	Berat GMA tercangkok/gram serat rayon	Berat IDA-2Na ⁺ / gram GMA tercangkok	Perbandingan mol GMA:IDA-2Na ⁺
Metanol	0,3582 g	0,4489 g	1:1
	0,5660 g	0,7118 g	1:1
Metanol:air (4:6)	0,3353 g	0,4216 g	1:1
	0,5618 g	0,7065 g	1:1
1,4-Dioksan	0,3627 g	0,4557 g	1:1
	0,5742 g	0,7215 g	1:1

Keterangan: konsentrasi GMA yang dicangkokkan sebesar 20% (%v/v)

Mr GMA = 142,15 g/mol

Mr IDA-2Na = 179 g/mol

4.7. Karakterisasi

4.7.1. Pengembangan Serat Rayon (% Swelling)

Serat rayon sebanyak 0.35 gram direndam dalam akuades selama 30 menit kemudian serat diangkat, dibiarkan 30 menit, dan kelebihan air dihilangkan dengan kertas saring dan ditimbang³⁸. Tujuan dari percobaan ini adalah untuk mengetahui derajat pengembangan serat rayon dan serat rayon termodifikasi dalam akuades. Peristiwa *swelling* dapat digambarkan sebagai

masuknya molekul air kedalam matriks serat rayon terikat silang NBA. Pengetahuan mengenai kemampuan mengembang suatu matriks serat rayon dalam air menjadi penting karena berhubungan dengan aplikasinya dalam kolom penukar ion. Kemampuan mengembang serat rayon dibatasi hanya sampai tidak menimbulkan efek *blocking* pada mekanisme pertukaran ionnya didalam kolom. Jika matriks serat rayon tidak mengembang pada skala tertentu, maka dapat menimbulkan efek *blocking* pada mekanisme pertukaran ionnya. Untuk membatasi derajat pengembangan serat rayon maka dilakukan ikat silang oleh NBA yang bertujuan untuk merapatkan struktur rantai selulosa sehingga derajat pengembangannya dapat dibatasi. Dari hasil percobaan dapat diamati serat yang telah direndam dan dihilangkan kelebihan airnya menjadi agak mengembang bila dibandingkan dengan serat awalnya. Pengembangan serat oleh air dapat diamati secara kuantitatif yaitu dari banyaknya jumlah air yang terserap dan masuk ke dalam matriks serat rayon termodifikasi dibandingkan dengan berat serat awal sebelum pengembangan. Dalam hal ini, penambahan berat serat akibat adanya molekul air yang berdifusi kedalam matriks serat tidak dapat diasumsikan hanya sebagai akibat dari proses *swelling*. Peristiwa yang juga mungkin terjadi adalah proses adsorpsi air pada permukaan serat. Hal ini disebabkan karena tidak adanya pengamatan langsung menggunakan instrumen yang dapat membuktikan bahwa proses yang terjadi hanya akibat *swelling* serat saja. Hasil ini dinyatakan dalam % *swelling*.

Tabel 4.5.1. Uji *swelling* serat rayon

Jenis Serat	%S
Serat Rayon asli (blanko)	15,71
Rayon terikat silang NBA (%G =42.33%)	41,95
Rayon terikat silang NBA (%G =60.87%)	35,98
Rayon terikat silang NBA (%G =71.52%)	32,35
Rayon- <i>g</i> -GMA	36,74
Rayon- <i>g</i> -(GMA-IDA)	37,46

Pada Tabel 4.5.1 terlihat adanya peningkatan derajat pengembangan (*swelling*) dalam pelarut akuades mulai dari serat rayon asli sampai serat rayon-*g*-(GMA-IDA). Hal ini menunjukkan bahwa semakin hidrofilnya serat yang termodifikasi akibat adanya gugus yang bersifat hidrofil yang tercangkok pada serat. Pada Rayon terikat silang NBA terjadi penurunan *swelling* serat yang nilainya sebanding dengan kadar ikat silang oleh NBA. Semakin tinggi derajat pengikatan silang pada serat rayon maka *swelling* juga semakin rendah. Sedangkan pada Rayon-*g*-GMA dan Rayon-*g*-(GMA-IDA) kemungkinan juga terjadi proses adsorpsi pada gugus-gugus yang tercangkok pada permukaan serat rayon.

4.7.2. Analisis Gugus Fungsi dengan FT-IR

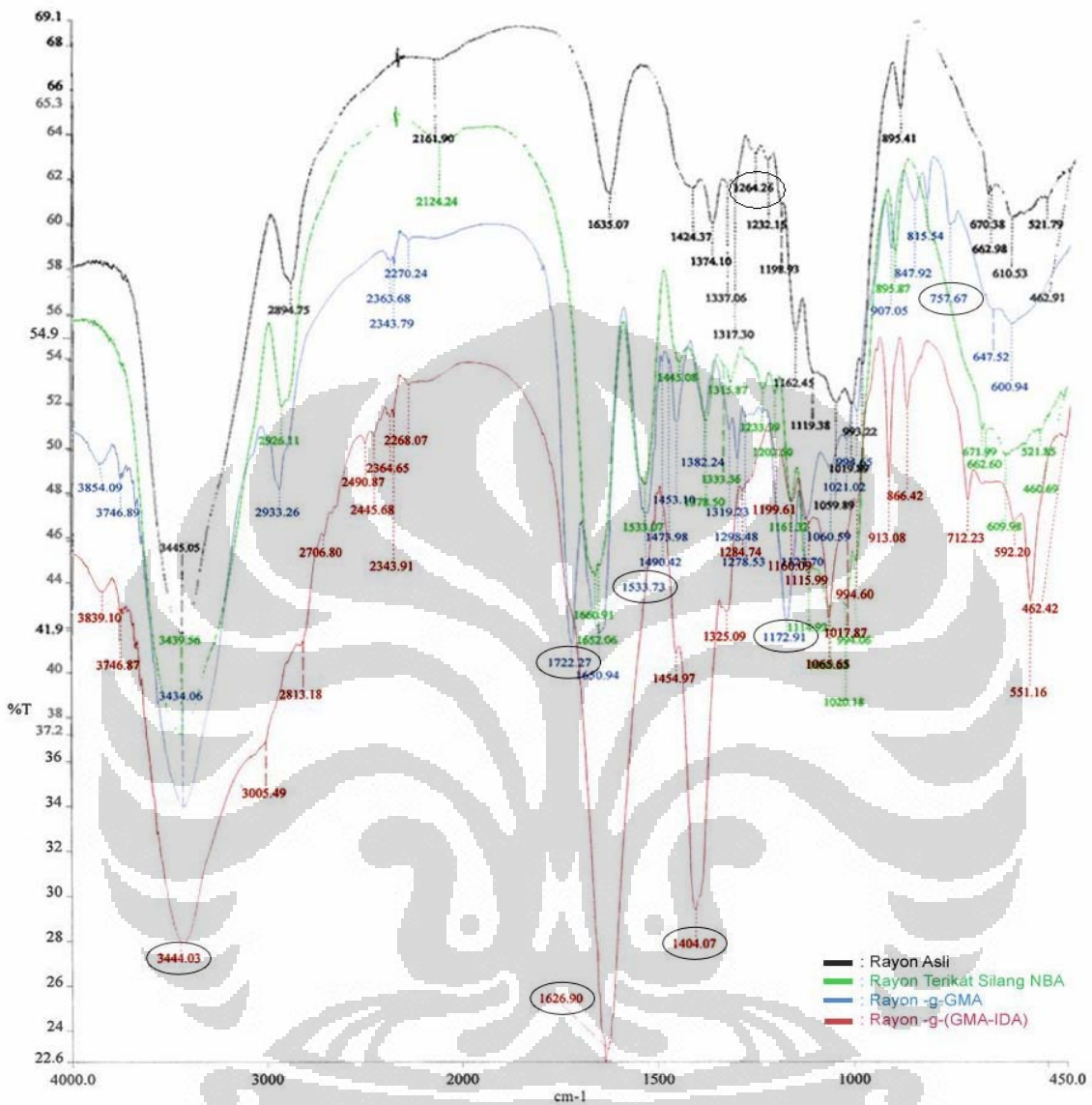
Analisis serapan inframerah digunakan untuk menentukan gugus fungsi guna memastikan terjadinya reaksi pengikatan silang dan kopolimerisasi cangkok. Analisis serapan gelombang inframerah dengan spektrometer FT-IR dilakukan terhadap serat rayon asli, Rayon terikat silang NBA, Rayon-*g*-GMA, dan Rayon-*g*-(GMA-IDA).

Pada serat rayon asli, terdapat puncak serapan pada $1300-1475\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi tekuk dari C-H. Puncak juga ditunjukkan pada $1264,26\text{ cm}^{-1}$ yang dihasilkan oleh vibrasi OH dari >CH-OH yang terdapat pada C2 dan C3 molekul glukosa.

Perbedaan yang mencolok antara spektrum serat rayon asli dengan Rayon terikat silang NBA adalah pada spektrum gelombang $1533,73\text{ cm}^{-1}$ yang tidak terdapat pada serat rayon asli. Spektrum ini menunjukkan adanya gugus amida sekunder pada NBA yang biasanya terdapat pada panjang gelombang $1550-1510\text{ cm}^{-1}$. Hal ini membuktikan bahwa sudah terjadi pengikatan silang oleh agen pengikat silang NBA.

Pada spektrum Rayon-*g*-GMA terdapat spektra serapan baru pada daerah $1172,91\text{ cm}^{-1}$ dan pada daerah $757,67\text{ cm}^{-1}$. Spektra serapan tersebut merupakan vibrasi uluran gugus epoksi C-O-C. Selain itu terdapat pula spektra serapan pada daerah $1722,27\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan rentangan C=O ester pada GMA. Ini berarti bahwa monomer GMA telah tercangkok pada serat rayon.

Apabila dibandingkan spektrum serapan Rayon -g-(GMA-IDA) dengan spektrum serapan Rayon-g-GMA, maka dapat terlihat hilangnya serapan pada panjang gelombang $1172,91\text{ cm}^{-1}$ dan $757,67\text{ cm}^{-1}$ yang terdapat pada Rayon-g-GMA. Hal ini menandakan sudah terbukanya gugus epoksi dari GMA karena sudah bereaksi dengan IDA. Selain itu juga terdapat serapan baru pada $1404,12\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya gugus garam karboksilat -COONa^+ dari garam iminodiasetat yang bereaksi dengan gugus epoksi dari GMA. Pada bilangan gelombang $3444,03\text{ cm}^{-1}$ terdapat serapan O-H yang lebar, yang berasal dari vibrasi O-H dari struktur GMA yang sudah terbuka cincin epoksinya. Ini berarti bahwa monomer IDA telah berhasil bereaksi dengan GMA pada Rayon-g-(GMA-IDA). Spektrum serapan inframerah gabungan dapat diamati pada Gambar 4.7.2.



Gambar 4.7.2. Spektrum serapan inframerah gabungan

4.7.3. Pengujian Kapasitas Pertukaran Ion

Pengujian kapasitas pertukaran ion dilakukan dengan cara mengalirkan sejumlah larutan HCl 0.5 N ke dalam kolom yang terisi masing-masing 0.25 gram Rayon-g-(GMA- IDA) dalam bentuk Na. Serat dalam keadaan terprotonasi dinetralkan dengan akuades. Konsentrasi HCl sebelum dan sesudah pengaliran dan ditentukan melalui titrasi dengan NaOH.

Gugus karboksilat dalam bentuk garamnya yaitu IDA-2Na^+ jika dialiri asam kuat akan mengalami pertukaran dengan ion H^+ dari asam yang dialirkan, reaksinya sebagai berikut:



Hasil perhitungan kapasitas pertukaran ion untuk Serat Rayon -g-(GMA-IDA) dapat dilihat pada Tabel 4.5.3. kapasitas pertukaran ion berhubungan dengan jumlah gugus-gugus aktif yang ada pada permukaan zat penukar ion²⁰.

Semakin banyak jumlah gugus aktifnya maka kapasitas pertukarannya juga bertambah. Jumlah gugus karboksilat berhubungan langsung dengan kadar pencangkokan (%G) GMA.

Tabel 4.5.3. Kapasitas pertukaran ion serat yang tercangkok

Pelarut	%G _{GMA}	Kapasitas pertukaran ion (mek/g)	
		Serat dalam bentuk Na ⁺	Serat dalam bentuk H ⁺
Metanol	35,82	2,17	2,19
Metanol	56,60	4,18	4,12
Metanol:air (4:6)	33,53	1,82	1,78
Metanol:air (4:6)	56,18	3,94	4,01
1,4-Dioksan	36,27	2,26	2,20
1,4-Dioksan	57,42	3,98	4,10

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Penelitian ini bertujuan untuk membuat serat rayon terikat silang N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) yang memiliki ketahanan dalam kondisi asam dan basa serta pencangkokkan GMA pada serat terikat silang NBA melalui teknik ozonasi dalam udara. Kemudian pada serat tercangkok GMA dilakukan modifikasi melalui reaksinya dengan asam iminodiasetat (IDA) sehingga diperoleh serat rayon-*g*-(GMA-IDA). Pelarut yang baik untuk pencangkokkan GMA adalah pelarut metanol dan campuran metanol:air (4:6). Kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini adalah:

1. Serat Rayon-*co*-NBA yang memiliki ketahanan serat yang paling tinggi terhadap asam dan basa adalah serat rayon yang diozonasi selama 4 jam dengan laju alir ozon 2,7 L/menit, konsentrasi monomer NBA sebanyak 5% dan suhu reaksi 80°C.
2. Reaksi kopolimerisasi cangkok GMA dapat dilakukan dengan baik dalam pelarut metanol, metanol:air (4:6) dan 1,4-dioksan dengan suhu reaksi 60°C, waktu ozonasi 4 jam, waktu reaksi 2 jam.
3. Serat rayon-*g*-(GMA-IDA) dengan kadar pencangkokkan 56.60% memiliki kapasitas pertukaran ion sebesar 4.18 meq/g.

5.2. Saran

1. Perlu dipejari lebih lanjut mengenai karakterisasi sifat permukaan dan kestabilan termal dari serat tercangkok melalui analisis instrumen SEM dan DSC.
2. Perlu diteliti lebih lanjut mengenai sifat pertukaran ionnya terhadap ion-ion logam berat dan proses regenerasinya.



DAFTAR PUSTAKA

1. Mercier, L., Pinnavaia, T.J., 1998. Heavy Metal Ion Adsorbents Formed by the Grafting of a Thiol Functionality to Mesoporous Silica Molecular Sieves: Factors Affecting Hg(II) Uptake. *Environ. Sci. Technol.*, Vol. 32, No. 18, p.2749-2754. American Chemical Society.
2. Reddad, Zacaria., Gerente, Calire., Andres, Yves dan Cloirec, P.L. 2002. Adsorption of Several Metal Ions onto a Low Cost Biosorbent: Kinetic and Equilibrium Studies. Vol.38, p.2067-2073. *American Chemical Society Journal*.
3. Miller, J.M., 1975. *Separation Methods in Chemical Analysis*, John Willey & Sons, New York.
4. Waly A., Abdel-Mohdy F.A., Aly A.S. and Hebeish A. 1998. Synthesis and Characterization of Cellulose Ion Exchanger. II. Pilot Scale and Utilization in Dye-Heavy Metal Removal, *J. Appl. Polym. Sci.*, Volume 68, p. 2151-2157.
5. Kang, P.H., Jeun, J.P., Chung, B.Y., Kim, J.S., Nho, Y.C., 2007. Preparation and Characterization of Glycidyl Methacrylate (GMA) Grafted Kapok Fiber by Using Radiation Induced-grafting Technique. *J. Ind. Eng. Chem.*, Vol. 13, No. 6, p.956-958, American Chemical Society.

6. Chauhan, Ghanshyam S., Guleria, Lalit., dan Sharma, Rajeev. 2005. Synthesis, Characterization and Metal Ion Sorption Studies of Graft Copolymers of Cellulose with Glycidyl Methacrylate and Some Comonomers. *Cellulose, Vol.12, p.97-110. Springer.*
7. Shukla, S.R., Gopala Rao, G.V., Athalaye, AR. 1993. Improving Graft Level During Photoinduced Graft-Copolymerization of Styrene onto Cotton Cellulose. *J. Appl Polym Sci.49: 1423-1430.*
8. O'Connel, David William., Birkinshaw, Collin., O'Dwyer, Thomas Francis. 2008. Heavy Metal Adsorbents Prepared from The Modification of Cellulose: A Review. *Bioresource Technology, Volume 99, p.6709-6724.*
9. Jenkins, David W., Samuel M. Hudson. 2001. Review of Vinyl Graft Copolymerization featuring Recent Advances Toward Controlled Radical-Based Reactions and Illustrated with Chitin/Chitosan Trunk Polimers. *American Chemical Society Journal. Chem. Rev..vol. 101: 3245-3273.*
10. Prabowo, N.K. 2007. *Modifikasi Serat Rayon Sebagai Adsorben Ion Logam Berat: Pencangkakan Metakrilamida dan Agen Pengikat Silang N,N'-Metilendiakrilamida (NBA) Dengan Teknik Ozonasi.* Depok: Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Indonesia.
11. Husni, Dina Auliya. 2008. *Ikatan 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.

12. Bandrup, J., Immergut, E.H. 1989. *Polymer Handbook*, 3rd ed., John Wiley & Sons, New York.
13. <http://www.fibersource.com/f-tutor/cellulose.htm>
14. Höcker, Hartwig. 2002. Plasma Treatment of Textile Fiber. *Pure Appl. Chem.*, Vol. 74, No. 3, p. 423–427.
15. Bill Meyer, F.W. 1984. *Textbook of Polymer Science*, 3rd ed., John Wiley & Sons, New York.
16. Shukla, A., Zhang, Y.H., Dubey, P., Margrave, J.L., Shukla, S.S., 2002. The Role of Sawdust in the Removal of Unwanted Materials from Water. *Journal of Hazardous Materials*. Vol. 95 (1–2), p.137–152.
17. Sokker, Hesham H., Badawy, Sayed M., Zayed, Ehab M., Eldien, F. A.N, Farag, Ahmad M. 2009. Radiation-Induced Grafting of Glycidyl Methacrylate onto Cotton Fabric Waste and Its Modification for Anchoring Hazardous Wastes from Their Solutions. *Journal of Hazardous Materials*.
18. pscl.ws/macrog/copoly.htm
19. Stevens, M.P. 2001. *Kimia Polimer*. Trans. Dr. Ir. Iis Sopyan, M. Eng. Jakarta: Pradnya Paramita.

20. Hellborn, S.I., 1965. *Thrope's Dictionary of Applied Chemistry: Ozone*, Forth Edition, vol. IX, New Impression, Longman, p.192-197.
21. Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., Crouch, S.R., 2004. *Fundamentals of Analytical Chemistry*. Brook/Cole Thompson Learning. Belmont, CA.
22. Vogel, A.I., 1985. *Buku Ajar Vogel: Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.
23. <http://www.dow.com/functionalmonomers/prod/funct.htm> , 2 Maret 2009. Pukul 23.25 WIB
24. <http://www.chemicaland21.com/specialtychem/finechem/IMINODIA CETIC%20ACID.htm> , 3 April 2009 Pukul 22.05 WIB
25. <http://www.mmrc.caltech.edu/FTIR/FTIRintro.pdf> , 5 April 2009, pk. 21.09 WIB.
26. Measurement and Characterization Fourier-Transform Infrared and Raman Spectroscopy, <http://www.nrel.gov>, 19 Januari 2009, pk.20.45 WIB.
27. Nishio, Yoshiyuki. 2006. Material Functionalization of Cellulose and Related Polysaccharides via Diverse Microcompositions. *Advance Polym. Sci, Volume 205, p. 97–151*.
28. Grondzinski, Joseph Jagur. 1997. *Heterogenous Modification of Polymer-Matriks and Surface Reaction*. New York: John Wiley & Sons Ltd.

29. Sunaga, K., Kim, Min., Saito, K., dan Sugita,. 1999. Characteristics of Porous Anion-Exchange Membranes Prepared by Cografting of Glycidyl Methacrylate with Divinylbenzene. *Chem. Matter. Vol.11, p.1986-1989.*
30. Ginting, Irwan. S, Shin-ichi, K., Hitoshi, K, Takashi, K. 2002. Photografting of Methacrylic Acid on Polyethylene Film; Effect of Mixed Solvents Consisting of Water and Organic Sovent. *J. Appl. Polym. Sci. 83: 2454-2461.*
31. Choi, Seong-Ho dan Young Chang Nho. 1998. Adsorption of Co^{2+} in the Presence of Na^+ and Ca^{2+} by Polyethylene Membrane with Iminodiacetic Acid Group. *J. Appl. Chemistry. Volume 2, No. 1, p.28-31.*
32. Oshikiri, Tatsuya., Saito, Kyoichi., dan Sugita, Kazuyuki. 1996. Comparison of Formation Site of Graft Chain between Nonporous and Porous Film Prepared by RIGP. *Chem. Matter. Vol.8, p. 2618-2621. American Chemical Society.*
33. Day, R.A. Jr., and A.L. 1996. *Underwood. Analisis Kimia Kuantitatif.* Edisi ke-5. Terj, Aloysius Hadyana P., Ph. D. Bandung: Penerbit Erlangga. Halaman 303-304.
34. McGraw-Hill.1992. *Encyclopedia of Science and Technology:* Ozone, Vol. 12. 7th ed. p. 637-640.
35. Dasgupta, S. 1990. Surface Modification of Polyolefins for Hidrophilicity and Dondability : Ozonization and Grafting

- Hydrophilic Monomer on Ozonized Polyolefins. *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 41, p.223-248.
36. Chapiro, A.M., 1962. Radiation Chemistry of Polymeric System, John Wiley & Sons, New York.
37. Ma, Z.Y., Guan, Y.P., Liu, X.Q. 2005. Synthesis of Magnetic Chelator for High-Capacity Immobilized Metal Affinity Adsorption of Protein by Cerium Initiated Graft Polymerization. *Langmuir*, 21, 6987-6994. *American Chemical Society*.
38. Tseng, C.H., Wang, C.C., Chen, C.Y. 2006. Polypropylene Fibers Modified by Plasma Treatment for Preparation of Ag Nanoparticles. *J. Physic Chemistry*. Vol. 110, No. 9, p.4020-4029. *American Chemical Society*. SWELINGG
39. Dindar Safa, Kazem., Nasirtabrizi, M. H., Thofangdarzadeh, Shahin. 2008. Synthesis and Characterization of Glycidyl Methacrylate Polymers Containing Tris(trimethylsilyl)methyl Groups. *Iranian Polymer Journal*. Vol. 17, p. 39-47.

LAMPIRAN 1

Spesifikasi serat rayon

Produk P.T. INDO-BHARAT RAYON

Menara batavia, 16th Floor, Jl. K.H. Mas Mansyur Kav. 126, Jakarta 10220,
Indonesia

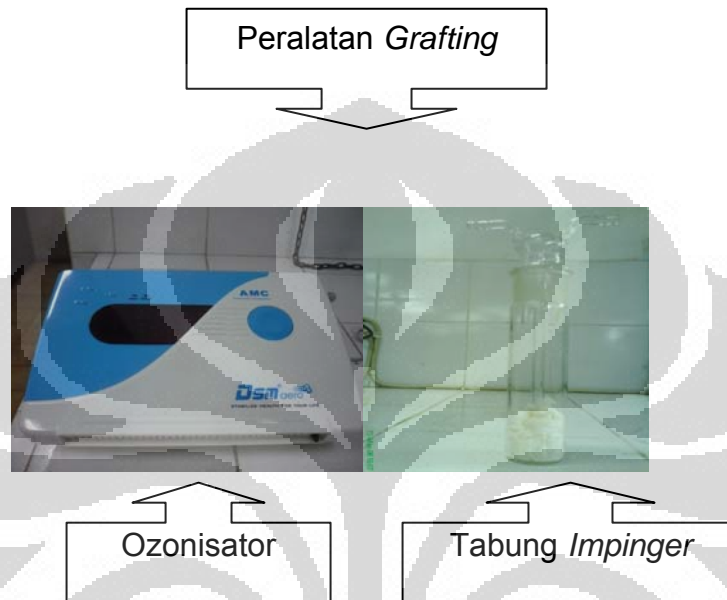
TECHNICAL SPECIFICATION

VISCOSE RAYON STAPLE FIBRE (REGULAR QUALITY)

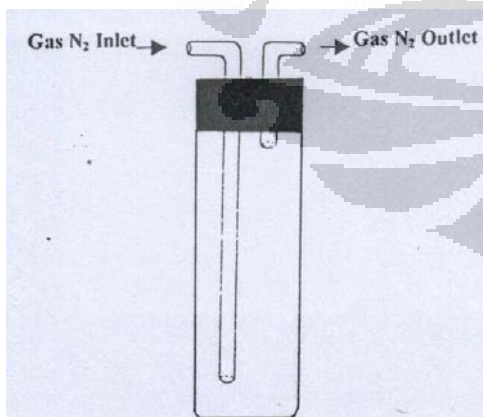
CONTENT	UNIT	STANDARD
Denier Variation	DEN	+/-6%
Staple Length	mm	+/-3%
Tenacity (Cond)	g/d	2.50 Min
Tenacity (Wet)	g/d	1.20 Min
Elongation (Cond)	%	20 +/- 2
Elongation (Wet)	%	22 +/- 2
Oil Content	%	0.25 ± 0.05
Equilibrium Moisture Regain	%	13

LAMPIRAN 2

Peralatan pencangkokkan

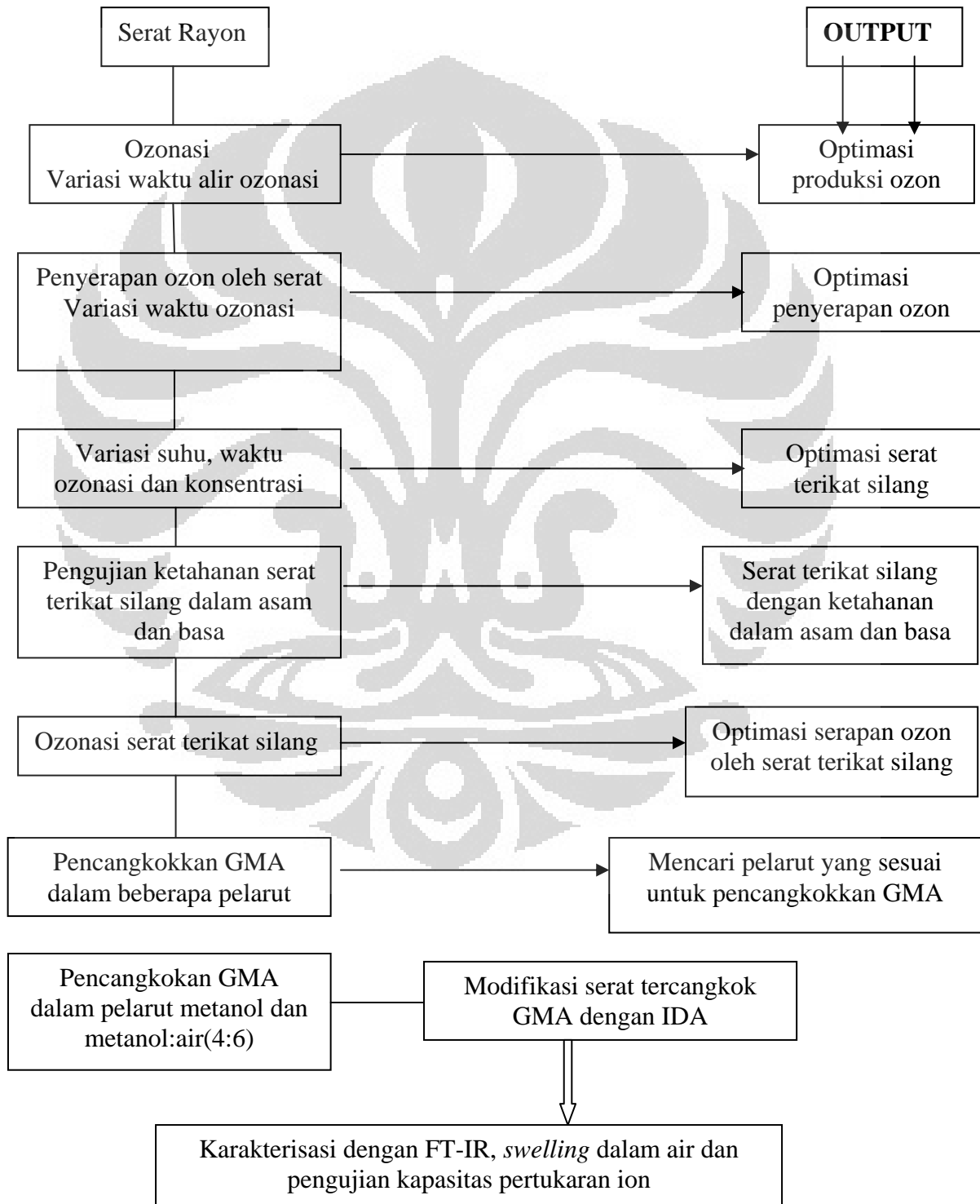


Tabung impinger digunakan pada saat ozonasi serat rayon dan reaksi kopolimerisasi cangkok.



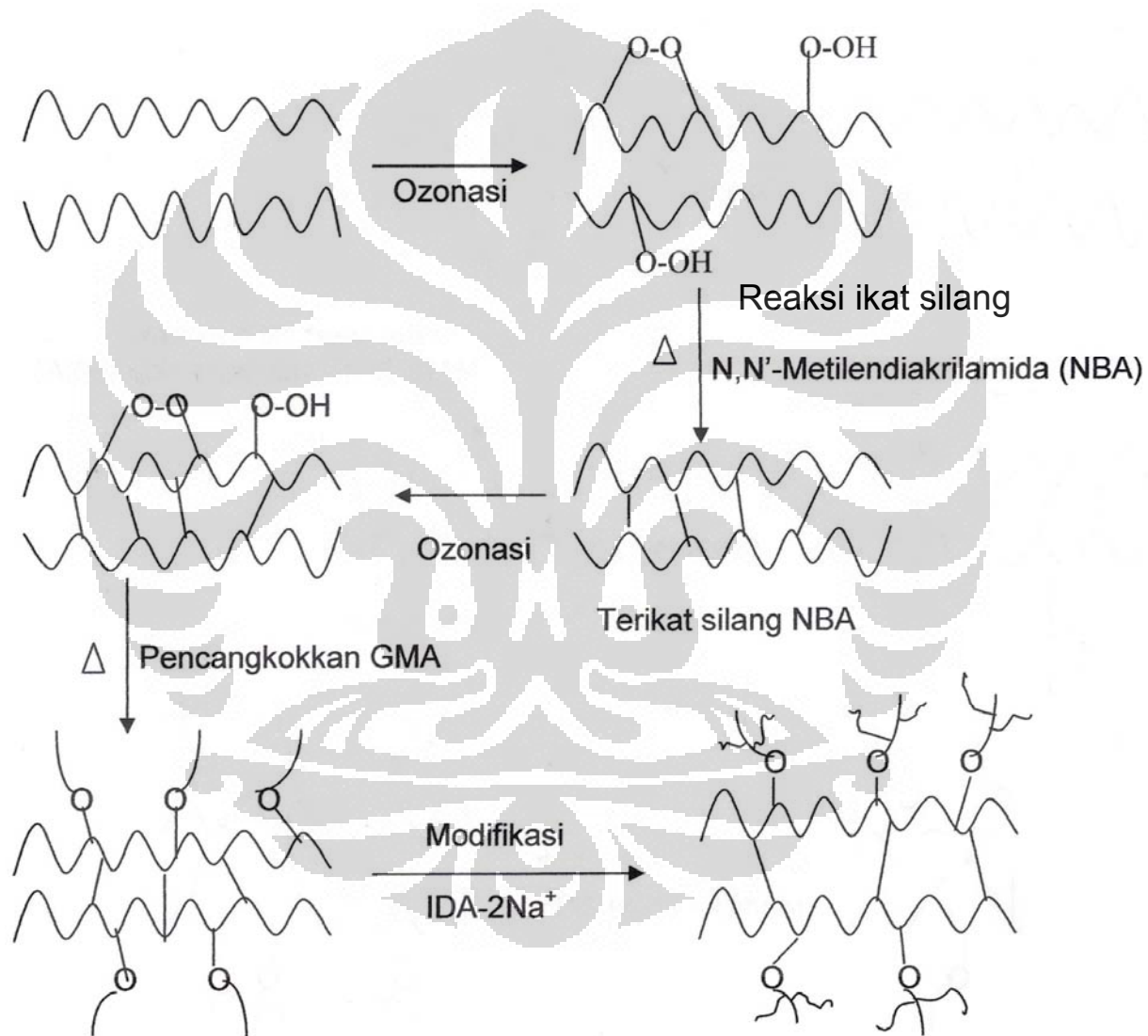
LAMPIRAN 3

Sistematika Kerja



LAMPIRAN 4

Gambaran reaksi ikat silang dan pencangkokkan



LAMPIRAN 5

Tabel hubungan antara lama ozonasi terhadap berat O₃ total

Waktu Ozonasi (min)	Laju Alir (L/min)	V Thiosulfat rerata (mL)	Berat O ₃ Total (g)	Berat O ₃ Teoritis (g)	% Efisiensi Pembentukan O ₃
15	2.7 L/min	5.80	0.0332	0.1	33.20%
30		11.48	0.0657	0.2	32.85%
60		22.56	0.1291	0.4	32.85%
90		34.60	0.1979	0.6	32.98%
120		45.20	0.2586	0.8	32.33%
180		65.68	0.3760	1.2	31.33%
240		89.52	0.5122	1.8	28.45%

(Molaritas thiosulfat 0.2387 M)

Dengan membandingkan berat ozon yang didapat melalui titrasi iodometri dengan berat ozon teoritisnya maka didapatkan % Efisiensi pembentukan ozon, contoh perhitungan:

Pada label di alat tertera kapasitas pengeluaran ozon 0.4000 gram O₃/jam, pada selang waktu 30 menit, secara teori jumlah ozon yang dikeluarkan alat 0.2000 gram. Melalui titrasi iodometri diketahui bahwa alat mengeluarkan 0.0657 gram ozon dengan selang waktu 30 menit, maka

$$\%E = \frac{0.0657 \text{ gram ozon}}{0.2000 \text{ gram ozon}} \times 100\% = 32.82\%$$

LAMPIRAN 6

Tabel hubungan antara lama ozonasi terhadap berat O₃ yang diserap

Waktu Ozonasi (min)	Berat O ₃ Total (g)	Jumlah O ₃ yang diserap (g)	%Efisiensi Penyerapan O ₃
15	0.0332	0,0183	55,12%
30	0.0657	0,0206	31,35%
60	0.1291	0,0335	25,95%
90	0.1979	0,0382	19,30%
120	0.2586	0,0491	18,98%
180	0.3760	0,0544	14,47%
240	0.5122	0,0588	11,48%

LAMPIRAN 7

Tabel homogenitas ozonasi

Laju alir (L/min)	[NBA]	Suhu (°C)	Lama ozonasi (jam)	% G Impinger 1	% G Impinger 2
				61.73	61.09
2.7	5 (%w/v)	70	2	60.87	60.74
				61.20	62.12
				62.56	62.19

LAMPIRAN 8

Tabel hubungan antara suhu dan konsentrasi NBA terhadap %G NBA

(Waktu ozonasi yang digunakan adalah selama 2 jam)

% G NBA	Konsentrasi NBA (%)		
Suhu (°C)	1	3	5
70	31.52	51.41	61.62
80	38.38	54.67	64.27
90	42.33	55.89	66.55

LAMPIRAN 9

Tabel hubungan antara lama ozonasi terhadap %G NBA

% G NBA (%w/v)	Lama Ozonasi (jam)					
Suhu (°C)	2		3		4	
	3%	5%	3%	5%	3%	5%
80	54.67	66.28	56.19	71.26	59.63	77.67
	53.89	65.04	55.78	71.84	60.61	78.92
	53.75	65.76	56.64	70.92	60.57	78.46

LAMPIRAN 10

Tabel ketahanan serat terhadap asam (HCl 2 N)

Hubungan Antara Waktu Ozonisasi dan Konsentrasi NBA Terhadap
Ketahanan Serat.

(Suhu pencangkokkan NBA adalah 80°C)

% Penurunan Berat	Konsentrasi NBA (%)		
Waktu Ozonasi (jam)	0 (blanko)	3	5
2		12.25	11.38
3		10.67	9.06
4		7.36	4.53
Ruang	10.87		

LAMPIRAN 11

Tabel ketahanan serat terhadap basa (NaOH 2 N)

Hubungan Antara Waktu Ozonisasi dan Konsentrasi NBA Terhadap
Ketahanan Serat.

(Suhu pencangkokkan NBA adalah 80°C)

% Penurunan Berat	Konsentrasi NBA (%)		
Waktu Ozonasi (jam)	0 (blanko)	3	5
2		9.62	7.60
3		8.12	6.30
4		7.78	4.70
Ruang	9.54		

LAMPIRAN 12

Tabel pencangkokkan Glisidil metakrilat pada serat terikat silang dalam beberapa pelarut

Pelarut	C _{GMA} (%v/v)	Suhu (°C)	Waktu Reaksi (jam)	%G
Metanol	10	60	1	24,82
Metanol:air (4:6)	10	60	1	21,62
Aseton	10	60	1	17,23
n-Heksana	10	60	1	17,83
Etanol	10	60	1	16,78
N-metil-2-pirolidon (NMP)	10	60	1	15,60

LAMPIRAN 13

Tabel Pencangkokkan GMA dalam pelarut metanol

% G GMA	Suhu Kopolimerisasi cangkok (°C)			
	45	50	55	60
C _{GMA} (%v/v)				
10	4,47	20,32	22,45	25,29
15	5,83	24,85	27,67	28,98
20	11,07	30,15	33,56	35,82

LAMPIRAN 14

Tabel Pencangkokkan GMA dalam pelarut metanol:air (4:6)

C _{GMA} (%v/v)	Suhu (°C)	Waktu Reaksi (jam)	%G
10	60	1	21,54
15	60	1	28,19
20	60	1	33,53

LAMPIRAN 15

Tabel Pencangkokkan Glisidil metakrilat pada serat terikat silang dalam metanol, metanol:air (4:6) dan 1,4-dioksan

Pelarut	C _{GMA} (%v/v)	Waktu Reaksi (jam)	Suhu Reaksi (°C)	%G
Metanol	20%	1	60	35,82
		2		56,60
Metanol:air (4:6)	20%	1	60	33,53
		2		56,18
1,4-Dioksan	20%	1	60	36,27
		2		57,42

LAMPIRAN 16

Tabel Fungsionalisasi GMA dengan IDA-2Na⁺

Pelarut	Berat GMA tercangkok/gram serat rayon	Berat IDA-2Na ⁺ / gram GMA tercangkok	Perbandingan mol GMA:IDA-2Na ⁺
Metanol	0,3582 g	0,4489 g	1:1
	0,5660 g	0,7118 g	1:1
Metanol:air (4:6)	0,3353 g	0,4216 g	1:1
	0,5618 g	0,7065 g	1:1
1,4-Dioksan	0,3627 g	0,4557 g	1:1
	0,5742 g	0,7215 g	1:1

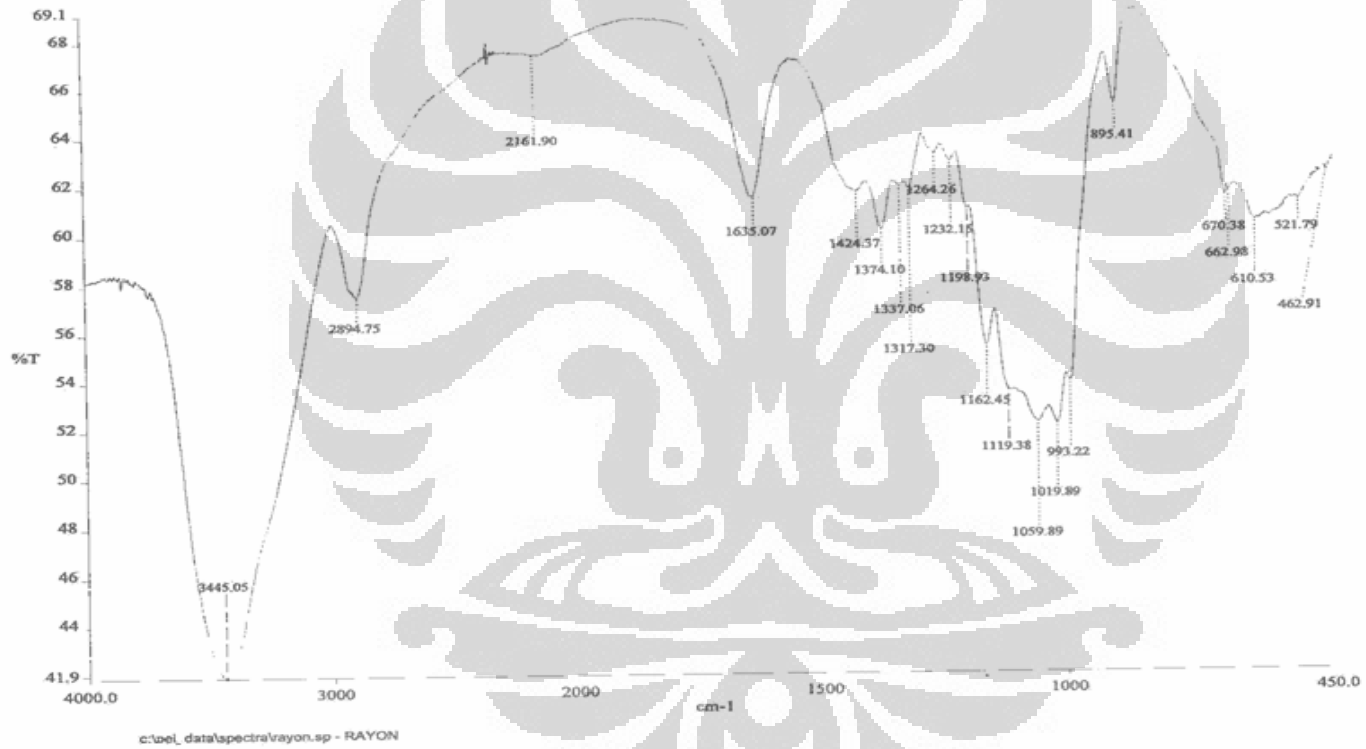
LAMPIRAN 17

Tabel Uji *swelling* serat rayon

Jenis Serat	%S
Serat Rayon asli (blanko)	15,71
Rayon terikat silang NBA (%G =42.33%)	41,95
Rayon terikat silang NBA (%G =60.87%)	35,98
Rayon terikat silang NBA (%G =71.52%)	32,35
Rayon-g-GMA	36,74
Rayon-g-(GMA-IDA)	37,46

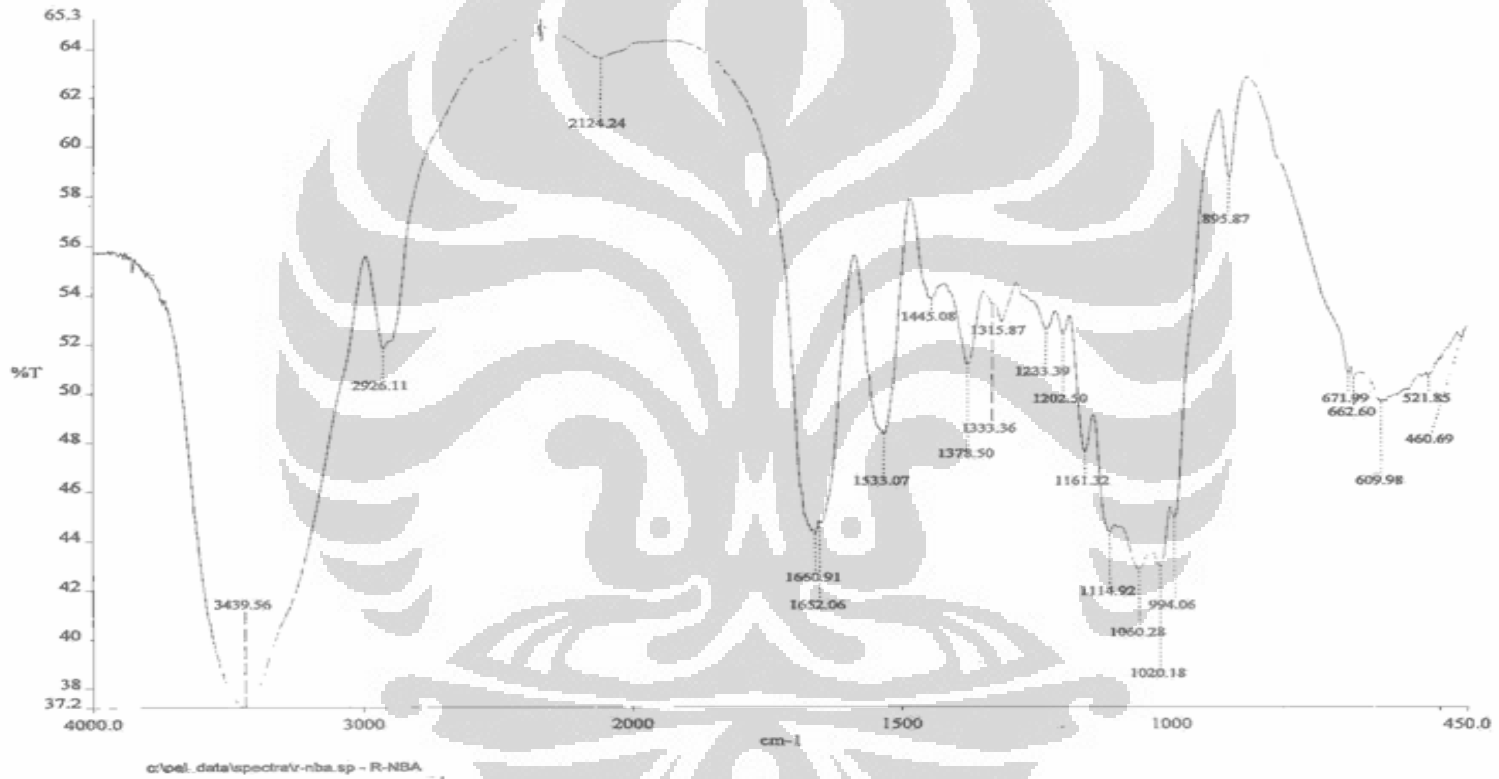
LAMPIRAN 18 (a)

Spektrum inframerah serat rayon asli



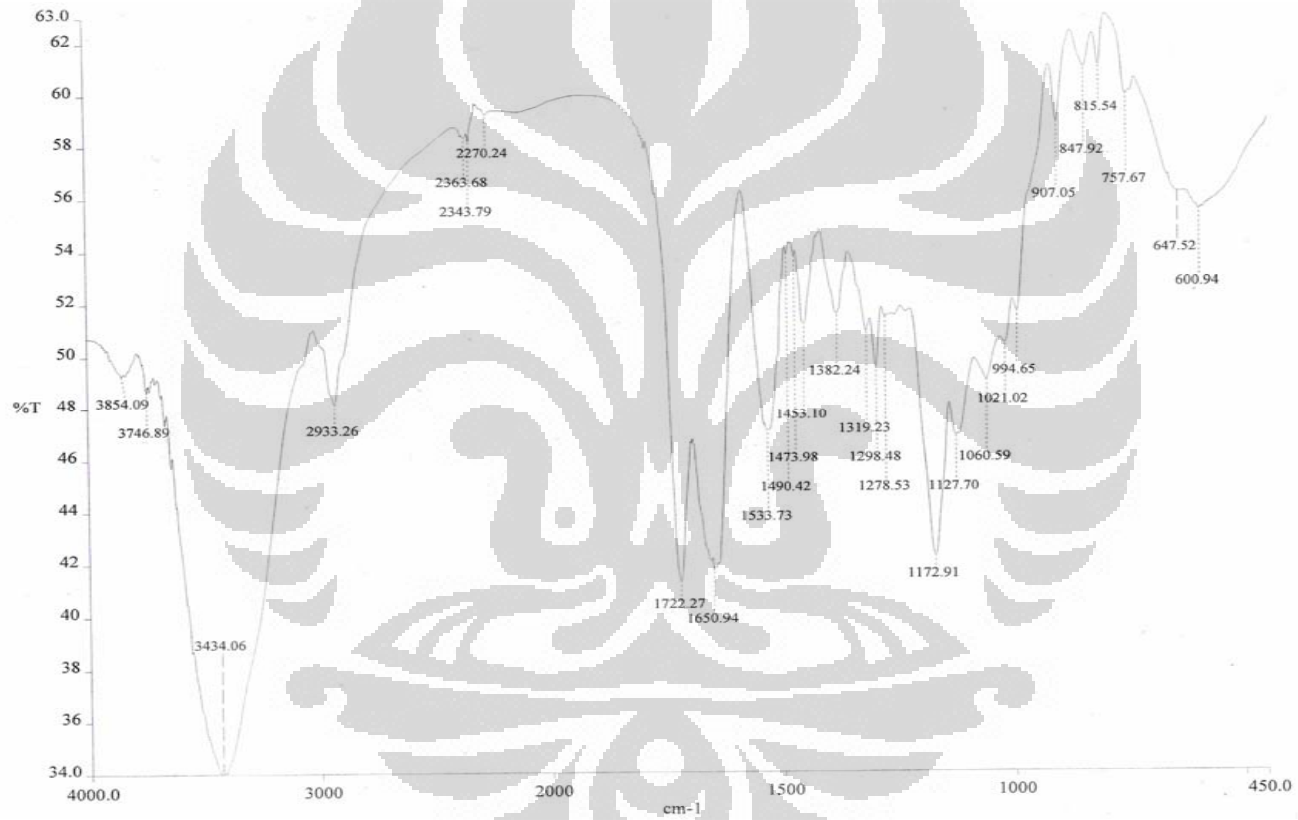
LAMPIRAN 18 (b)

Spektrum inframerah serat rayon terikat silang NBA



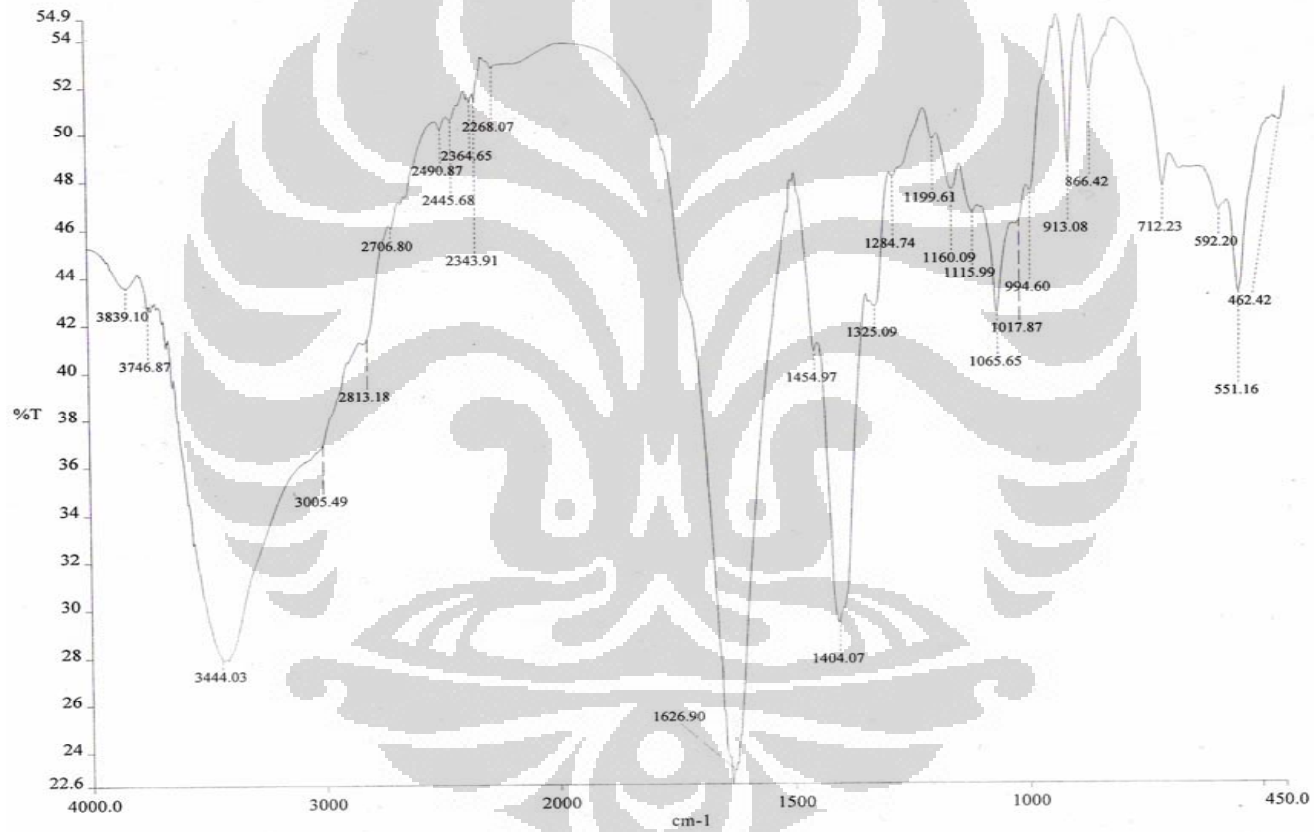
LAMPIRAN 18 (c)

Spektrum Inframerah Serat Rayon-g-GMA



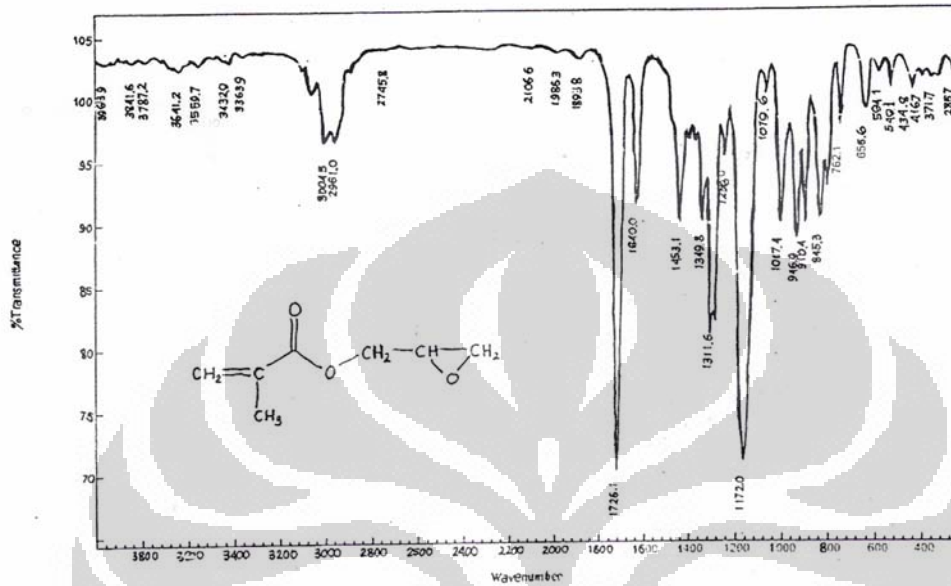
LAMPIRAN 18 (d)

Spektrum Inframerah Serat Rayon-g-(GMA-IDA)



LAMPIRAN 19

Spektum inframerah monomer Glisidil metakrilat (GMA)



LAMPIRAN 20

Tabel Kapasitas pertukaran ion serat yang tercangkok

Pelarut	%G _{GMA}	Kapasitas pertukaran ion (mek/g)	
		Serat dalam bentuk Na ⁺	Serat dalam bentuk H ⁺
Metanol	35,82	2,17	2,19
Metanol	56,60	4,18	4,12
Metanol:air (4:6)	33,53	1,82	1,78
Metanol:air (4:6)	56,18	3,94	4,01
1,4-Dioksan	36,27	2,26	2,20
1,4-Dioksan	57,42	3,98	4,10

