

UNIVERSITAS INDONESIA

**PEMBUATAN SERAT PENUKAR ANION BERGUGUS FUNGSI
TRIETILAMIN (TEA) MELALUI PENCANGKOKAN GLISIDIL
METAKRILAT (GMA) PADA SERAT TERIKAT SILANG
N,N-METILENBISAKRILAMID (NBA)**

TESIS

**SARYANTI
0806421905**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI KIMIA
DEPOK
JANUARI 2011**



UNIVERSITAS INDONESIA

**PEMBUATAN SERAT PENUKAR ANION BERGUGUS FUNGSI
TRIETILAMIN (TEA) MELALUI PENCANGKOKAN GLISIDIL
METAKRILAT (GMA) PADA SERAT TERIKAT SILANG
N,N-METILENBISAKRILAMID (NBA)**

TESIS

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar magister sains

**SARYANTI
0806421905**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI KIMIA
DEPOK
JANUARI 2011**

PERNYATAAN ORISINALITAS

Tesis/ini adalah hasil karya saya sendiri, dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk telah saya nyatakan dengan benar.



Nama : Saryanti
NPM : 0806421905
Tanda Tangan :
Tanggal : 3 Januari 2011

HALAMAN PENGESAHAN

Tesis ini diajukan oleh:

Nama : Saryanti
NPM : 0806421905
Program Studi : Kimia
Judul Tesis : Pembuatan Serat Penukar Anion Bergugus Fungsi Trietilamin (TEA) melalui Pencangkakan Glisidil Metakrilat pada Serat Terikat Silang N,N-Metilenbisakrilamid (NBA).

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Magister Sains pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Prof.Dr.Endang Asijati W, M.Sc. (.....)
Pembimbing : Dr. Helmiyati, M.Si (.....)
Penguji : Dr.rer.nat.Widayanti Wibowo (.....)
Penguji : Dr. Ivandini Tribidasari A (.....)
Penguji : Dr. Asep Saefumillah, M.Si (.....)
Penguji : Dr. Herri Cahyana (.....)

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 3 Januari 2011

HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Saryanti
NPM : 0806421905
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Tesis
Demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul:

“Pembuatan Serat Penukar Anion Bergugus fungsi Trietilamin (TEA) melalui Pencangkakan Glisidil Metakrilat (GMA) pada Serat Terikat Silang N,N-Metilenbisakrilamid (NBA).”

Beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, engalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok
Pada Tanggal : 3 Januari 2011
Yang menyatakan

(Saryanti)

KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa, karena atas berkat dan rahmat-Nya, saya dapat menyelesaikan tesis ini. Penulisan tesis ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Magister Science Jurusan Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

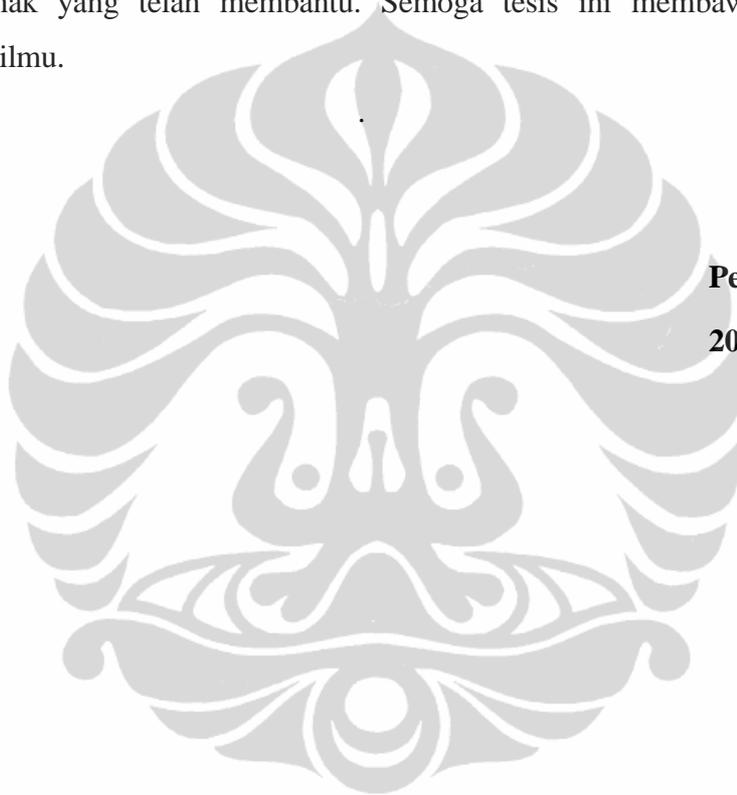
Saya menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan tesis ini, sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan tesis ini. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih kepada:

- (1) Prof.Dr.Endang Asijati W, M.Sc selaku dosen pembimbing I dan pembimbingakademik, yang dengan penuh kesabaran telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran untuk mengarahkan saya dalam penyusunan tesis;
- (2) Dr.Helmiyati M.Si, selaku dosen pembimbing II yang telah banyak memberikan motivasi dan arahan dalam melakukan penelitian dan penyusunan tesis;
- (3) Dr. Endang Saepudin sebagai Ketua program Magister Kimia FMIPA UI beserta para dosen,
- (4) Kepala Dinas Dikmenti Provinsi DKI Jakarta dan jajarannya serta pemda DKI yang telah memberikan beasiswa dan dispensasi mengajar selama penelitian.
- (5) Kepala SMA 108 Jakarta (Dra. Hasnah, M.Pd, Dra. H. Hamimah Murkana, Dra.Titik Sumarni, M.Pd) yang memberikan ijin dan dukungan untuk melanjutkan studi, wakil, staf, semua guru dan karyawan yang sangat mengerti tugas belajar ini,
- (6) Mbak Ina, mbak Cucu, pak Hedi, yang telah membantu dalam penyediaan alat dan bahan, dan semua sahabatku Rida, Iman, pak Anton, pak Amin, Lili, Yeni, pak Do, pak Wahyu, pak Parno, dll yang tak bosan-bosan memberikan semangat, serta petugas Lab Afiliasi Alfin, masRasyid yang telah banyak membantu saya dalam menyelesaikan tesis ini;
- (7) Pak Hadi, pak Marji, pak Kiri, pak Amin, pak Soleh, pak Tris, yang dengan penuh kesabaran membantu saya dalam pelaksanaan penelitian maupun penulisan tesis;
- (8) Bapak Saiman yang telah membantu dalam pembuatan alat, juga Alex dan Aminah

yang telah membagi ilmunya,

- (9) Suami tercinta dan anak-anakku tersayang, Kevin dan Zara serta seluruh keluarga besar (orang tua, mertua, kakak dan adik) berkat pengertian dan dukungannya saya dapat menyelesaikan tesis ini.

Akhir kata, saya berharap Tuhan Yang Maha Esa berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga tesis ini membawa manfaat bagi perkembangan ilmu.



Penulis
2010

ABSTRAK

Pembuatan Serat Penukar Anion Bergugus Fungsi Trietilamin (TEA) melalui Pencangkakan Glisidil Metakrilat (GMA) pada Serat Terikat Silang N,N-Metilenbisakrilamid (NBA). Telah dilakukan penguatan serat rayon dengan pencangkakan NBA sebagai agen pengikat silang melalui teknik ozonasi, melalui variasi laju alir, waktu ozonasi, massa rayon, konsentrasi dan suhu pencangkakan. Kondisi optimal ikat silang didapat dengan menggunakan laju alir 0.3 L/min, waktu ozonasi 90 menit, konsentrasi NBA 5%, suhu pencangkakan 80°C selama 1 jam dengan persen pencangkakan 46.62%. Keberhasilan ikat silang ditunjukkan oleh masuknya gugus fungsi C=O amida pada bilangan gelombang 1662 cm⁻¹ melalui pengamatan dengan FTIR. Hasil pengujian dengan asam-basa menunjukkan bahwa rayon terikat silang NBA lebih tahan terhadap asam dan basa. Pencangkakan monomer GMA 20% pada rayon terikat silang NBA dilakukan dengan ozonasi kembali dengan persen pencangkakan 102%. Adanya GMA tercangkok pada rayon terikat silang NBA, ditunjukkan oleh masuknya gugus fungsi C=O ester pada bilangan gelombang 1714 cm⁻¹ dan eter epoksi pada bilangan gelombang 1294 cm⁻¹. Reaksi GMA tercangkok dengan TEA pada suhu 90°C selama 4 jam menghasilkan perbandingan mol GMA dengan mol TEA 1:1. Keberhasilan reaksi ditunjukkan oleh masuknya amina tersier pada bilangan gelombang 1694.14 cm⁻¹ dan 1384.89 cm⁻¹ untuk C-H dalam CH₃. Nilai kapasitas pertukaran ionnya 0,48 meq/g serat dan harga koefisien distribusi (Kd) penyerapan terhadap krom(VI) berkurang dengan bertambahnya pH.

Kata Kunci : *Rayon, pencangkakan, NBA, GMA, TEA, penukar ion, krom (VI)*

xiv + 68 halaman; 24 Gambar, 3 Tabel, 19 Lampiran

Daftar Pustaka : 36 (1969 -2010)

ABSTRACT

Synthesis of Anion Exchange Fibers Triethylamine (TEA) with Functional Groups by Grafting Glisidil Methacrylate (GMA) on the Rayon Fibre Cross-linked with N, N-Metilenbisakrilamide (NBA). Reinforcement of rayon fibre has been done by grafting NBA as crosslink with the use of ozonized techniques, with variations of flow rate, time ozonized, rayon mass, concentration and grafting temperature. Optimal conditions are obtained by using the crosslinked flow rate of 0.3 L / min, 90 minute time ozonized, 5% of NBA concentration, 80°C of grafting temperature for 1 hour with 46.62% percent of grafting. The success of crosslinking shown by the inclusion of functional groups C = O amide at wave numbers of 1662 cm⁻¹ using FTIR observations. The test results with acid-base balance showed that the NBA rayon crosslink is more resistant to acid and base. Grafting monomer of 20% GMA in NBA rayon crosslink has been done after the reozonation with 102% percent of grafting. The existence of GMA grafted on NBA rayon crosslink is indicated by the inclusion of functional groups C = O esther at 1714 cm⁻¹ wave numbers and ether epoxy at wave numbers 1294 cm⁻¹. GMA graft reaction with TEA at 90°C for 4 hours produces ratio mol the GMA with mol TEA, 1:1. The success of the reaction shown by the entry of a tertiary amine at 1694.14 cm⁻¹ and CH in CH₃ at wave numbers 1384.89 cm⁻¹. Value of ion exchange capacity is 0.48 meq / g of fiber and the price coefficient distribution (Kd) absorption of chromium (VI) decreases with increasing pH.

Keywords: *Rayon, grafting, NBA, GMA, TEA, ion exchange, chromium (VI)*

xiv + 68 Pages, 24 Pictures, 3 Tables, 19 Appendix

References: 36 (1969 -2010)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
PERNYATAAN ORISINALITAS.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH.....	iv
KATA PENGANTAR.....	v
ABSTRAK.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
BAB 1. PENDAHULUAN.....	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Tujuan Penelitian.....	4
1.3. Hipotesis.....	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1. Serat Rayon.....	5
2.2. Polimer dan Polimerisasi.....	7
2.3. Kopolimer Cangkok	10
2.3.1. Pencangkokan (Grafting).....	11
2.3.2. Teknik Pencangkokan.....	11
2.3.3. Faktor-faktor yang mempengaruhi Pencangkokan.....	12
2.4. Agen Pengikat Silang N,N'-Metilendiakrilamida (NBA).....	13
2.5. Monomer Glisidil Metakrilat (GMA).....	14
2.6. Penukar Ion.....	16
2.7. Logam Kromium	19

BAB 3. METODE PENELITIAN.....	21
3.1. Bahan.....	21
3.2. Peralatan.....	21
3.3. Prosedur Percobaan.....	22
3.3.1. Penyiapan Serat Rayon.....	22
3.3.2. Pembuatan Larutan	22
3.3.3. Proses Pencangkokan.....	22
3.3.4. Proses Penguatan Serat Rayon dengan NBA.....	24
3.3.4.1. Pengaruh Laju Alir.....	24
3.3.4.2. Pengaruh Waktu Ozonasi.....	24
3.3.4.3. Pengaruh Massa Rayon.....	24
3.3.4.4. Pengaruh Konsentrasi NBA.....	24
3.3.4.5. Pengaruh Suhu Pencangkokan.....	25
3.3.5. Proses Pencangkokan GMA pada Rayon Terikat Silang NBA	25
3.3.6. Reaksi Serat Rayon Termodifikasi GMA dengan TEA.....	25
3.4. Karakterisasi.....	26
3.4.1. Pengujian Gugus Fungsi dengan Menggunakan FTIR.....	27
3.4.2. Ketahanan terhadap Asam dan Basa.....	27
3.4.3. Pengujian Kapasitas Pertukaran Ion.....	27
3.4.4. Uji Penyerapan terhadap Ion Krom (VI) pada berbagai pH	28
 BAB 4. PEMBAHASAN.....	 29
4.1. Proses Pencangkokan.....	29
4.1.1. Proses Penguatan Serat Rayon dengan NBA.....	29
4.1.1.1. Pengaruh Laju Alir.....	30
4.1.1.2. Pengaruh Waktu Ozonasi.....	31
4.1.1.3. Pengaruh Massa Rayon.....	32
4.1.1.4. Pengaruh Konsentrasi NBA.....	33
4.1.1.5. Pengaruh Suhu Pencangkokan.....	34
4.1.2. Proses Pencangkokan GMA pada Rayon Terikat Silang NBA	35
4.2. Reaksi Serat Rayon termodifikasi GMA dengan TEA.....	36

4.3. Karakterisasi.....	37
4.3.1. Karakterisasi Gugus Fungsi dengan FTIR.....	38
4.3.2. Uji ketahanan terhadap Asam dan Basa.....	40
4.3.3. Uji Kapasitas Pertukaran Anion.....	41
4.3.4. Uji Penyerapan terhadap Ion Krom (VI).....	42
4.4. Mekanisme Reaksi.....	44
4.4.1. Mekanisme Reaksi Pengikatan Silang dengan NBA.....	44
4.4.2. Mekanisme Reaksi Pencangkakan GMA pada Rayon Terikat Silang NBA.....	45
4.4.3. Mekanisme Reaksi TEA pada GMA Tercangkok.....	47
BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN.....	48
5.1. Kesimpulan.....	48
5.2. Saran.....	59
DAFTAR PUSTAKA.....	50
LAMPIRAN.....	54

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Reaksi Pembuatan Rayon	6
Gambar 2.2. Struktur Molekul Selulosa	7
Gambar 2.3. Reaksi Polimerisasi Adisi	8
Gambar 2.4. Reaksi Polimerisasi Kondensasi.....	8
Gambar 2.5. Jenis-Jenis Kopolimer.....	9
Gambar 2.6. Proses Pencangkakan.....	10
Gambar 2.7. Rumus Struktur NBA.....	13
Gambar 2.8. Reaksi Epoksida dalam Asam dan Basa.....	14
Gambar 2.9. Rumus Struktur GMA.....	15
Gambar 2.10. Reaksi Aminasi Glisidil Metakrilat.....	15
Gambar 2.11. Reaksi GMA dengan Etilendiamin.....	15
Gambar 2.12. Reaksi GMA dengan Trietilamin.....	16
Gambar 3.1 Ozonasi Serat Rayon.....	23
Gambar 4.1. Pengaruh Laju Alir terhadap %G.....	30
Gambar 4.2. Pengaruh Waktu Ozonasi dengan %G.....	31
Gambar 4.3. Pengaruh Massa Rayon dengan %G.....	32
Gambar 4.4. Pengaruh Konsentrasi NBA terhadap %G.....	33
Gambar 4.5. Pengaruh Suhu Pencangkakan NBA terhadap %G.....	34
Gambar 4.6. Pengaruh Konsentrasi GMA terhadap %G.....	36
Gambar 4.7. Hasil FTIR Rayon Asli, Rayon-NBA, Rayon-NBA-GMA.....	39
Gambar 4.8. Hasil FTIR Reaksi GMA dengan TEA.....	39
Gambar 4.9. Hidrolisis Selulosa dalam Asam.....	41
Gambar 4.10. Grafik Pengaruh pH terhadap Kd Penyerapan Ion Cr (VI).....	42
Gambar 4.11. Spesies Cr (VI) dalam	43

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1. Pengaruh Suhu terhadap Perbandingan mol GMA dengan TEA.....	37
Tabel 4.2. Pengaruh Waktu Reaksi terhadap Perbandingan mol GMA dengan TEA	37
Tabel 4.3. Uji Ketahanan terhadap Asam dan	40

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Sistematika Kerja Pembuatan Serat Penukar Ion dengan TEA.....	54
Lampiran 2. Spesifikasi Serat Rayon.....	55
Lampiran 3. Perhitungan mg O ₃ yang ditangkap KI.....	56
Lampiran 4. Tabel Pengaruh waktu Ozonasi, %G, dan jumlah O ₃ yang diserap KI pada pencangkakan NBA 1% suhu 70°C selama 1 jam dengan laju alir 0.3 L/min.....	57
Lampiran 5. Tabel Pengaruh massa rayon, %G, dan jumlah O ₃ yang diserap KI pada pencangkakan NBA 1% suhu 70°C selama 1 jam dengan laju alir 0.3 L/min.....	57
Lampiran 6. Tabel Hubungan antara konsentrasi NBA dengan % G, dengan laju alir 0.3 L/min, waktu ozonasi 90 menit, suhu pencangkakan 70°C selama 1 jam.....	58
Lampiran 7. Tabel Pengaruh suhu pencangkakan dengan % G NBA, dengan laju alir 0.3 L/min, waktu ozonasi 90 menit, konsentrasi 5% selama 1 jam.....	58
Lampiran 8. Tabel Pengaruh Konsentrasi GMA terhadap %G, dengan lama ozonasi 1 jam laju alir 0.3 L/min, suhu pencangkakan 60°C selama 1 jam.....	59
Lampiran 9. Perhitungan mencari mmol GMA dan TEA.....	59
Lampiran 10. Uji Ketahanan terhadap Asam dan Basa.....	60
Lampiran 11. Perhitungan Kapasitas Pertukaran Ion.....	60
Lampiran 12. Tabel Absorbansi Larutan Standar Cr(VI) pada pH 2.....	61
Lampiran 13. Perhitungan Kd Cr (VI).....	62

Lampiran 14. Hasil FTIR Serat Rayon	63
Lampiran 15. Hasil FTIR Serat Rayon Terikat Silang NBA.....	64
Lampiran 16. Hasil FTIR Serat Rayon – co- NBA-g-GMA.....	65
Lampiran 17. Hasil FTIR Serat Rayon-co-NBA-g-GMA-TEA.....	66
Lampiran 18. Hasil FTIR Gabungan Rayon, NBA, TEA.....	67
Lampiran 19. Hasil FTIR Gabungan GMA-TEA.....	68



BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Pencemaran logam berat merupakan masalah yang menjadi perhatian, karena pada umumnya logam berat memiliki sifat toksik, yang dapat membahayakan kehidupan. Menyadari ancaman yang begitu besar dari pencemaran logam berat, maka diperlukan suatu adsorben yang dapat menyerap logam-logam tersebut untuk selanjutnya dapat dimanfaatkan dalam pengolahan limbah, pengolahan air, dan untuk memperoleh berbagai macam logam sehingga dapat dipergunakan kembali.

Adsorben yang banyak dikembangkan untuk menyerap berbagai ion logam dan zat-zat toksik dalam larutan adalah adsorben penukar ion. Penukar ion yang baik memiliki kapasitas dan selektifitas yang tinggi, stabil terhadap termal, mekanik, dan kimia (Dofner, K, 1991). Metode kopolimerisasi cangkok telah banyak dikembangkan dalam industri polimer untuk memodifikasi sifat permukaan polimer antara lain untuk membuat penukar ion. Pembuatan serat penukar ion dengan teknik kopolimerisasi cangkok telah dilakukan dengan menggunakan monomer vinil yang memiliki gugus fungsi tertentu seperti karboksilat (COOH) dan amida (CONH₂), ke dalam matriks polimer sehingga dapat bersifat sebagai penukar ion (O'Connel, *et al*, 2008).

GMA (glisidil metakrilat) adalah monomer reaktif serbaguna untuk pencangkakan yang dapat dikonversi menjadi berbagai macam fungsi antara lain pembentukan khelat dengan ion logam yang dilakukan melalui pembukaan cincin epoksi. Tatsuya, *et al* (1996) melakukan pencangkakan monomer GMA pada lapisan tipis polietilen berpori yang sebelumnya diiradiasi dengan berkas elektron pada dosis total 200 kGy. Gugus fungsi epoksi pada rantai poli-GMA mengalami pembukaan cincin dengan gugus fungsi iminodiasetat (IDA) yang mampu mentransfer proton dan dapat digunakan sebagai pengkhelat ion logam. Keisuke, *et al* (1999) melakukan

sintesis membran penukar anion yang terbentuk dari kopolimerisasi cangkok monomer yang mengandung gugus epoksi glisidil metakrilat (GMA) dengan pengikat silang divinilbenzena (DVB), ke sebuah membran berpori polietilen (PE), yang diikuti reaksi dengan dietilamin (DEA). Adanya DVB dapat menurunkan *swelling* dan meningkatkan kapasitas penyerapan protein dalam bovine serum albumin. Zang (2000), melakukan kopolimerisasi cangkok GMA pada film politetrafluoroetilen (PTFE) menggunakan induksi ultra violet (*UV-induced*) diikuti oleh immobilisasi permukaan kopolimer cangkok dengan polianilin (PANI). Adanya PANI menyebabkan permukaan polimer menjadi bermuatan sehingga dapat menaikkan hantaran. Komposisi permukaan dan struktur kopolimer cangkok dipelajari dengan *X-ray photoelectron spectroscopy* (XPS).

Penggunaan serat selulosa sebagai polimer utama pencangkokan telah banyak digunakan untuk memodifikasi permukaan polimer dan aplikasinya sebagai penukar ion (O'Connel,*et al*,2008). Kopolimerisasi glisidil metakrilat (GMA), dimetilaminoetil metakrilat (DMAEMA), dan asam akrilat (AA) pada selulosa (kain katun) menggunakan sistem redoks tiokarbonat-H₂O₂ sebagai inisiator yang dipelajari pada berbeda digunakan sebagai penukar kation untuk Fe²⁺ dan Cu²⁺(Waly, 1996). Pada tahun 1997 Waly juga melakukan pencangkokan GMA pada kain katun yang diikuti oleh aminasi dengan etilendiamin, pencangkokan DMAEMA dilanjutkan dengan pembentukan ammonium kuarterner sebagai penukar anion. Sokker (2009) membuat adsorben penukar ion dengan gugus fungsi asam sulfonat dan amina melalui kopolimerisasi cangkok GMA pada selulosa dengan inisiasi induksi-radiasi. Gugus fungsi tersebut diperoleh melalui pembukaan cincin epoksi pada rantai poli-GMA masing-masing dengan natrium sulfit/H₂SO₄ dan trietilamin (TEA).

Auliya (2008), melakukan sintesis penukar ion melalui kopolimerisasi cangkok GMA pada rayon terikat silang NBA (N,N-metilenbisakrilamid) dengan teknik ozonasi. GMA tercangkok selanjutnya direaksikan dengan asam iminodiasetat (IDA) melalui pembukaan cincin epoksi dan digunakan sebagai penukar kation. Homogenitas pembentukan peroksida pada serat rayon dengan teknik ozonasi dipelajari melalui pencangkokan monomer akrilamid dan agen pengikat silang NBA (Prabowo, 2007).

Mubarokah (2009) melakukan penelitian pengaruh jenis dan komposisi pelarut GMA yang lebih efisien, dan dihasilkan pelarut GMA yang baik adalah metanol:air (4:6). Puspantari (2009) melakukan sintesis penukar anion melalui kopolimerisasi cangkok GMA pada rayon terikat silang NBA, yang diikuti dengan pembukaan cincin pada gugus epoksi dalam GMA tercangkok dengan dietilamin (DEA). Kopolimer cangkok yang dihasilkan digunakan sebagai penukar anion untuk menyerap krom(VI).

Gugus fungsi ammonium kuarterner atau amina tersier pada polimer dapat berfungsi sebagai penukar anion basa kuat. Trietilamin (TEA), merupakan amina tersier, akan tetapi TEA tidak dapat dicangkokkan secara langsung pada polimer utama. Oleh karena itu diperlukan GMA sebagai monomer antara yang dapat mengadakan kopolimerisasi cangkok dengan polimer utama dan dapat direaksikan dengan TEA. GMA merupakan ester yang mempunyai gugus vinil dan epoksi yang dapat dicangkokkan pada polimer utama. Melalui reaksi pembukaan cincin epoksi, TEA dapat direaksikan dengan GMA.

Pada penelitian ini rayon dipilih sebagai polimer dasar karena mudah didapatkan dan sifatnya yang *biodegradable* serta sebagai sumber daya alam yang dapat diperbaharui. Rayon memiliki keunggulan karena disamping harganya yang murah, juga memiliki kemampuan mengembang yang lebih besar serta kestabilan termal dan mekanik yang baik. Rayon merupakan selulosa regenerasi dengan ikatan 1,4- β -D-glukosa, mempunyai derajat kristalinitas 40-60%, tetapi mudah terhidrolisis dalam asam dan terdegradasi dalam basa. Untuk itu harus dilakukan penguatan serat rayon melalui ikat silang dengan NBA.

Pada penelitian ini kopolimerisasi cangkok dilakukan dengan penguatan serat rayon melalui pencangkokan agen pengikat silang NBA, sebagai matriks untuk pencangkokan dengan monomer GMA. GMA tercangkok pada serat rayon terikat silang NBA yang dihasilkan direaksikan dengan trietilamin (TEA), untuk menghasilkan penukar anion. Proses penguatan serat dan pencangkokan GMA dilakukan secara bertahap dengan teknik ozonasi.

1.2. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk membuat serat penukar anion dengan gugus fungsi trietilamin dengan teknik ozonasi. Tahap pertama adalah membuat serat rayon terikat silang NBA sebagai matriks pencangkakan monomer GMA yang tahan terhadap asam dan basa. Tahap kedua melakukan pencangkakan monomer GMA pada rayon terikat silang NBA untuk menghasilkan serat rayon tercangkok GMA (R terikat silang NBA-g-GMA). Tahap ketiga mereaksikan GMA tercangkok dengan TEA dan melakukan karakterisasi dengan menentukan kapasitas pertukaran ion dari Rayon terikat silang NBA-g-(GMA-TEA)^{+Cl⁻} dan uji penyerapannya terhadap logam krom(VI).

1.3. Hipotesis

Pada penelitian ini hipotesis yang diusulkan antara lain adalah :

1. GMA dapat berperan sebagai monomer antara untuk memasukkan gugus fungsi TEA pada serat rayon
2. TEA pada serat rayon tercangkok GMA dapat digunakan sebagai penukar anion

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

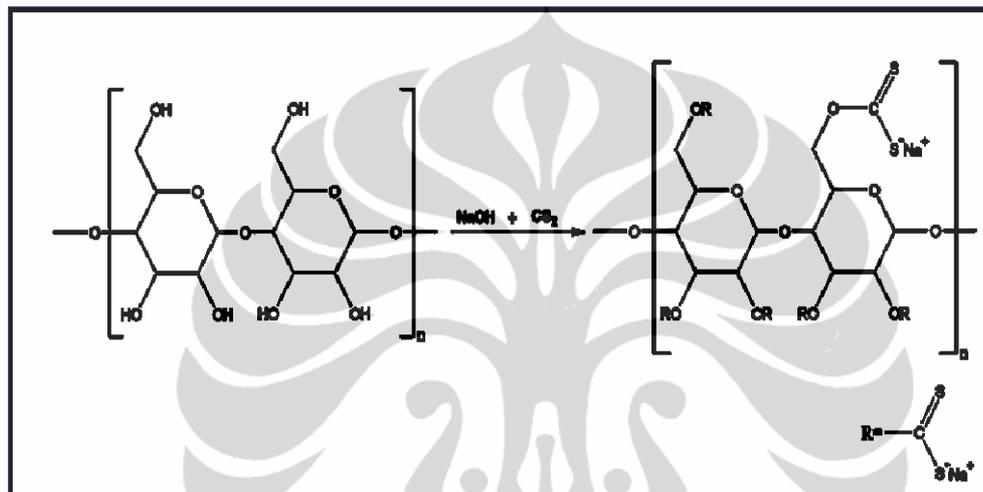
2.1. Serat Rayon

Rayon adalah kain yang dibuat dari serat hasil regenerasi selulosa yang merupakan komponen utama dinding sel tumbuhan (Bill Meyer, F.W. 1984). Rayon ditemukan oleh ahli kimia Perancis Hilaire de Chardonnet (1839-1924). Dalam industri tekstil, kain rayon dikenal dengan nama rayon viskosa atau sutra buatan. Kain ini biasanya terlihat berkilau dan tidak mudah kusut. Kain rayon digunakan secara luas dalam industri garmen untuk bahan pakaian dan perlengkapan busana, seperti daster, jaket, jas, pakaian dalam, syal, topi, dasi, kaus kaki, dan kain pelapis sepatu. Kain jenis ini juga dipakai sebagai kain alas dan pelengkap perabot rumah tangga (seprai, selimut, tirai) dan alat-alat kebutuhan industri (kain untuk perabot rumah sakit, benang ban), serta barang kesehatan pribadi (pembalut wanita dan popok). Di Indonesia, kain rayon merupakan bahan baku untuk industri kain dan baju batik.

Pembuatan rayon umumnya dilakukan dengan menggunakan material dan proses yang berbeda, yaitu proses *nitrocellulose*, *viscose*, *cuprammonium*, dan *saponified acetat*. Pada proses *nitrocellulose* yang dikembangkan oleh *Chardonnet*, selulosa diolah dengan asam nitrat dan asam sulfat. Pada proses *viscose* yang ditemukan pada tahun 1892, pengolahan dilakukan dengan karbon disulfida, kemudian dicelup kedalam NaOH, dimasukkan ke spinneret, kemudian dikeraskan dalam asam sulfat (Gambar 2.1). Rayon *viscose* adalah tipe yang paling penting secara komersial, digunakan dalam hampir semua pakaian, bahan *furniture* dan karpet. Pada proses *cuprammonium*, selulosa dicelup ke dalam tembaga oksida dan ammonia, dipaksakan masuk ke lubang yang ukurannya lebih besar dari diameter yang diinginkan, kemudian dengan proses yang dikenal sebagai "*stretch spinning*", ditarik dan diputar dibawah tekanan untuk menghasilkan benang yang sangat baik dan kuat, yang digunakan untuk bahan pakaian

lembut dan baju dalam. Pada proses *saponified acetat* rayon, berasal dari Inggris tahun 1918, adalah derivat asetat dari selulosa yang dibuat dengan memasukkan selulosa dalam asam asetat, kemudian diolah dengan anhidrida asetat (sumber: <http://www.pt-spv.com/indonesian/viscose/history.asp>).

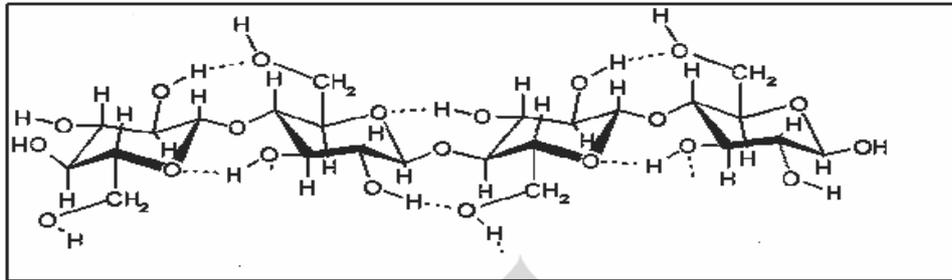
Mekanisme pembuatan rayon *viscose* adalah sebagai berikut:



Gambar 2.1. Reaksi pembuatan Rayon (<http://id.wikipedia.org/wiki/Rayon>)

Serat rayon merupakan selulosa dengan bagian-bagian yang berupa kristal dan amorf, dengan derajat kristalinitas berkisar antara 40-60%. Kadar bagian kristal serat rayon ini lebih rendah bila dibandingkan dengan kapas yang mencapai 80%. Hal ini menyebabkan serat rayon memiliki daya serap terhadap air lebih tinggi, namun kekuatan dan stabilitasnya lebih rendah dari pada kapas. Rayon kehilangan kekuatan pada suhu di atas 149°C, dan terdekomposisi termal pada suhu 177°C sampai 204°C (Bill Meyer, F.W. 1984).

Selulosa merupakan homopolisakarida yang tersusun atas unit-unit 1,4'- β -D-glukosa (Fessenden, 1999). Polimer ini merupakan rantai-rantai atau mikrofibril yang mengandung unit D-glukosa sampai sebanyak 14000 satuan. Rantai-rantai selulosa ini terdapat sebagai berkas-berkas terpuntir mirip tali, yang terikat satu sama lain oleh ikatan hidrogen. Struktur selulosa dapat dilihat pada Gambar 2.2.



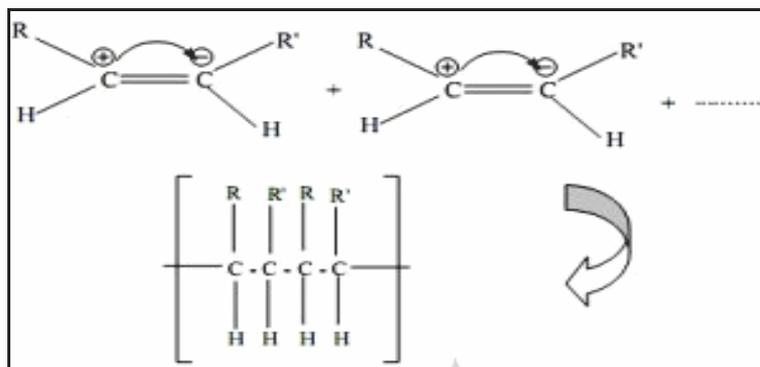
Gambar 2.2. struktur molekul selulosa
<http://www.google.co.id/imglanding?q=struktur+selulosa>

Serat selulosa merupakan homopolimer yang dapat diubah sifatnya melalui reaksi kopolimerisasi cangkok dengan monomer lain, untuk merubah sifat kimia sesuai dengan aplikasinya.

2.2. Polimer dan Polimerisasi

Polimer merupakan molekul besar yang terbentuk dari unit-unit berulang sederhana (monomer) dengan ikatan kovalen. Berdasarkan sumbernya polimer dibedakan menjadi polimer alami dan polimer sintetik. Reaksi polimerisasi adalah reaksi penggabungan molekul-molekul kecil (monomer) yang membentuk molekul yang besar. Ada dua jenis reaksi polimerisasi, yaitu : polimerisasi adisi dan polimerisasi kondensasi.

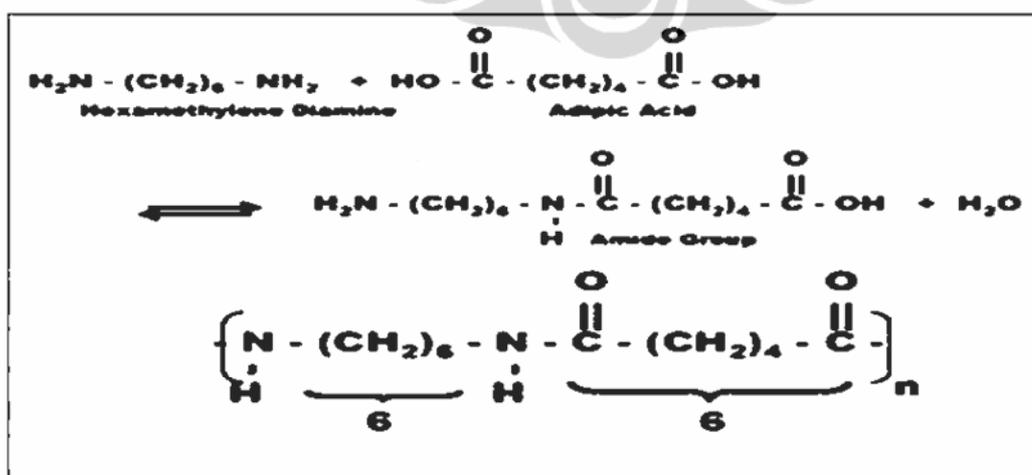
Polimerisasi adisi terjadi pada monomer yang mempunyai ikatan tak jenuh (ikatan rangkap) dengan melakukan reaksi dengan cara membuka ikatan rangkap (reaksi adisi) dan menghasilkan senyawa polimer dengan ikatan jenuh (Allcock, H.R,1990). Mekanisme reaksinya dapat dilihat pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3. Reaksi Polimerisasi Adisi

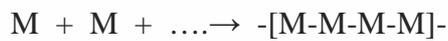
(<http://www.google.co.id/imglanding?q=mekanisme+reaksi+polimer+adisi>)

Polimer kondensasi terjadi dari reaksi antara gugus fungsi pada monomer yang sama atau monomer yang berbeda, dimana setiap monomer harus mempunyai dua gugus fungsional sehingga dapat menambahkan pada tiap ujung ke unit lainnya membentuk polimer. Dalam polimerisasi kondensasi kadang-kadang disertai dengan terbentuknya molekul kecil seperti H_2O , NH_3 , atau HCl (Allcock, H.R., 1990). Pada Gambar 2.4 terlihat contoh mekanisme reaksi polimerisasi kondensasi pembentukan nilon. Reaksi asam adipat dengan heksametilendiamin menghasilkan nilon 66 dan molekul H_2O



Gambar 2.4. Reaksi Polimerisasi Kondensasi (<http://www.google.co.id/images>)

Berdasarkan jenis monomer polimer dibedakan menjadi homopolimer dan kopolimer. Homopolimer terbentuk dari monomer-monomer yang sejenis.



Monomer polimer

Kopolimer terbentuk dari penggabungan dua atau lebih monomer yang berbeda. Terdapat beberapa jenis kopolimer, yaitu kopolimer acak, kopolimer blok, kopolimer berselang-seling (*alternating copolymer*), dan kopolimer cangkok (Gambar 2.5)



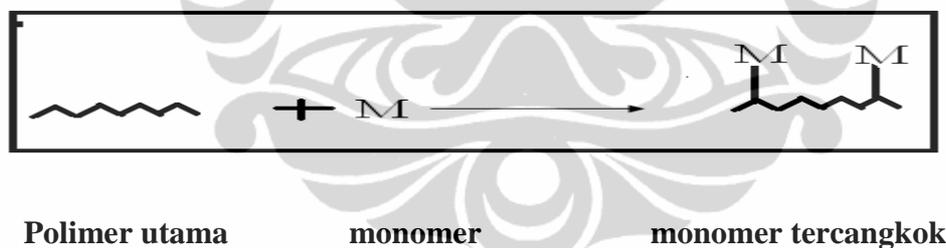
Gambar 2.5. Jenis-jenis Kopolimer (<http://www.google.co.id/images>)

Pada kopolimer acak, sejumlah kesatuan yang berbeda tersusun secara acak dalam rantai polimer. Pada kopolimer blok kelompok kesatuan berulang berselang-seling dengan kelompok kesatuan berulang lainnya dalam rantai polimer. Pada kopolimer berselang-seling beberapa kesatuan berulang yang berbeda berselang-seling dalam rantai polimer. Pada kopolimer cangkok, kelompok satu macam kesatuan berulang tercangkok pada polimer utama yang mengandung hanya satu macam kesatuan berulang (Cowd, 1991).

2.3. Kopolimerisasi Cangkok

Metode kopolimerisasi cangkok merupakan salah satu alternatif untuk memodifikasi polimer (Jenkins, 2001). Ada tiga metode umum yang digunakan untuk membuat kopolimer-kopolimer cangkok, yaitu:

1. Pencangkakan monomer pada polimer utama melalui transfer rantai. Pencangkakan melalui transfer rantai dapat berlangsung jika ada tiga komponen, yaitu polimer, monomer, dan inisiator. Fungsi inisiator adalah untuk menginisiasi polimerisasi monomer pada polimer utama. Radikal bebas diproduksi oleh inisiator dan ditransfer ke polimer utama untuk bereaksi dengan monomer membentuk kopolimer cangkok (Gambar 2.6). Reaktifitas monomer perlu dipertimbangkan untuk memastikan bahwa pencangkakan akan terjadi, juga frekuensi transfer harus diperhatikan untuk menetapkan jumlah yang tercangkok. Biasanya campuran homopolimer terjadi bersamaan dengan kopolimer cangkok.



Gambar 2.6. Proses pencangkakan

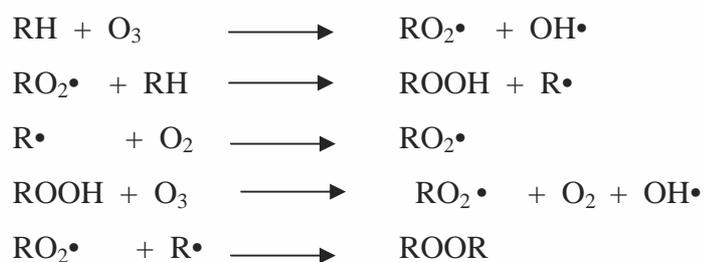
2. Pencangkakan monomer yang memiliki gugus fungsional reaktif atau yang bisa diaktifkan pada polimer utama. Pencangkakan melalui gugus fungsional reaktif terjadi pada letak-letak yang bisa menerima reaksi-reaksi transfer, seperti pada ikatan rangkap (vinil). Berbagai gugus fungsi dapat dimasukkan ke dalam suatu polimer (fungsionalisasi) dengan metode *photografting* dengan memilih jenis atau sifat yang dimiliki oleh monomer yang akan dicangkok (Suka, IG, 2010).
3. Dua monomer yang memiliki gugus-gugus fungsional reaktif direaksikan bersama pada polimer utama.

2.3.1. Pencangkokan (*Grafting*)

Pencangkokan merupakan metode untuk memodifikasi polimer melalui pengikatan monomer secara kovalen pada rantai polimer utama. Adanya ikatan kovalen antara rantai cangkok dengan polimer utama dapat menjamin sifat permanen hasil modifikasi. Pencangkokan dapat dilakukan dengan satu monomer atau campuran dari dua monomer atau lebih. Pencangkokan dengan satu monomer dapat terjadi dalam satu tahap, sedangkan dengan campuran dua monomer atau lebih dapat terjadi secara simultan atau sekuensial (Bhattacharya, 2004).

2.3.2. Teknik Pencangkokan

Proses pencangkokan dapat terjadi jika ada tiga komponen, yaitu polimer utama, inisiator dan monomer yang dicangkokkan. Pada umumnya proses pencangkokan berlangsung melalui radikal bebas dengan teknik radiasi ionisasi, teknik ozonasi, atau dengan inisiator kimia dalam sistem redoks. Dalam proses kimia, inisiator merupakan bagian yang sangat penting untuk proses pencangkokan. Pada umumnya radikal bebas terbentuk secara tidak langsung atau langsung. Pembentukan radikal bebas secara langsung dapat dilakukan dengan teknik radiasi. Secara tidak langsung pembentukan radikal bebas dapat dilakukan melalui *pre-treatment* secara ozonasi pada polimer utama (*backbone*) yang dapat digunakan sebagai media pencangkokan. Mekanisme pembentukan radikal dari ozonasi pada permukaan serat rayon dapat digambarkan sebagai berikut (Dasgupta, 1990) :



2.3.3. Faktor-faktor yang Mempengaruhi Pencangkakan

Proses pencangkakan dipengaruhi oleh beberapa faktor, seperti sifat polimer utama, reaktifitas monomer, pelarut, inisiator, zat aditif, dan suhu (Bhattacharya, 2004). Sifat fisik, kimia, dan komposisi polimer utama mempunyai peranan penting dalam proses pencangkakan. Ng *et,al* (2001) melakukan pencangkakan asam amino pada selulosa (wol). Selulosa merupakan polimer utama dengan struktur yang besar, namun adanya *swelling* dapat meningkatkan difusi monomer pada polimer utama. Adanya ikatan hidrogen antar asam amino dalam sistein dari wol dapat mempengaruhi sifat polimer, sehingga kopolimer cangkok lebih tahan terhadap air.

Reaktifitas monomer memegang peranan penting dalam proses pencangkakan. Reaktifitas monomer dipengaruhi oleh kepolaran, efek sterik, tingkat *swelling*, dan konsentrasi. Secara umum efisiensi pencangkakan bergantung pada konsentrasi monomer.

Pelarut berfungsi sebagai pembawa monomer ke sekitar polimer utama. Pemilihan pelarut bergantung pada beberapa parameter, di antaranya adalah kelarutan monomer dan tingkat *swelling* polimer utama. Kelarutan dari monomer bergantung pada sifat pelarut. Sebagai contoh, pencangkakan monomer stirena pada selulosa digunakan pelarut alkohol. Stirena larut baik dalam alkohol. Adanya alkohol dapat menaikkan *swelling* dari selulosa, sehingga memudahkan monomer stirena untuk berdifusi pada permukaan selulosa. Tingkat *swelling* selulosa bergantung pada jenis alkohol yang digunakan primer, skunder, atau tersier, karena ada hubungannya dengan efek sterik.

Hasil pencangkakan bergantung pada konsentrasi inisiator dan monomer. Makin besar konsentrasi inisiator dan monomer makin besar persen pencangkakan. Inisiator sebaiknya larut dalam media pencangkakan.

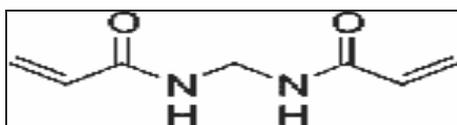
Keberadaan aditif seperti ion logam, asam, dan garam anorganik juga menentukan hasil pencangkakan. Hal ini terjadi karena adanya kompetisi reaksi antara monomer dan aditif dengan polimer utama.

Suhu merupakan salah satu faktor penting yang mengontrol kinetika kopolimerisasi cangkok. Secara umum, hasil pencangkakan meningkat dengan meningkatnya suhu, sampai suhu optimum. Kenaikan suhu dapat meningkatkan proses difusi monomer pada polimer utama, terjadinya dekomposisi termal dari inisiator, sehingga dapat meningkatkan efisiensi pencangkakan (Bhattacharya, 2004).

2.4. Agen Pengikat Silang N,N'-Metilenbisakrilamida (NBA)

Polimer terikat silang kimia adalah polimer-polimer yang memiliki ikatan kovalen atau ion antar rantainya untuk membentuk jaringan. Proses pembentukan ikatan silang berlangsung dalam dua tahap yaitu : ikat silang selama polimerisasi melalui pemakaian monomer-monomer polifungsi sebagai ganti monomer difungsi dan ikat silang dalam suatu tahap proses yang terpisah setelah terbentuk polimer linier atau bercabang (Sopyan, 2001). Material terikat silang biasanya mengembang dalam pelarut, tetapi tidak larut. Adanya pengikat silang dapat menurunkan *swelling*.

Agen pengikat silang dapat dikenali dari dua atau lebih gugus fungsi yang dapat dipolimerisasi dalam setiap molekulnya. Salah satu agen pengikat silang yang banyak digunakan dalam proses pencangkakan adalah N,N'-metilenbisakrilamid (NBA). NBA mengandung dua gugus vinil dan dua gugus fungsi amida sehingga bersifat basa. NBA larut baik dalam campuran air : metanol (9:1). NBA banyak digunakan sebagai agen pengikat silang gel akrilamida untuk elektroforesis protein (Auliya, 2008). Struktur dari NBA adalah sebagai berikut:

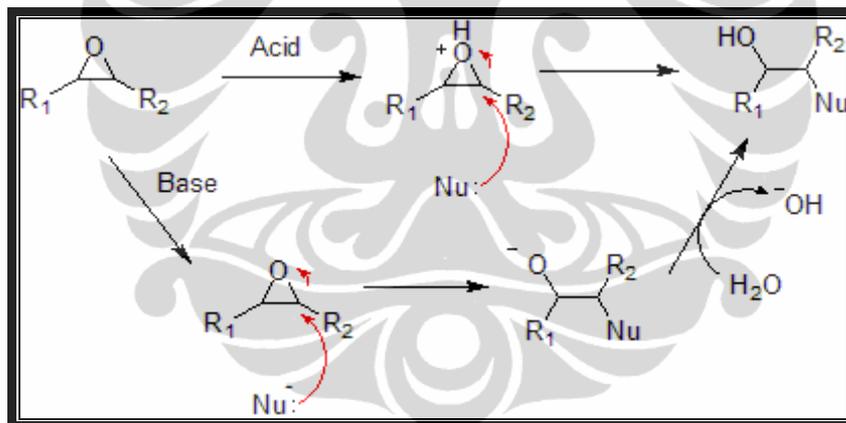


Gambar 2.7. Struktur NBA

2.5. Monomer Glisidil Metakrilat (GMA)

Monomer Glisidil Metakrilat (GMA) mengandung dua gugus sekaligus, yaitu gugus epoksi dan gugus vinil. Adanya kedua gugus ini dapat memberikan kebebasan dan keluwesan pada penggunaan GMA dalam mendesain polimer, khususnya untuk aplikasi resin.

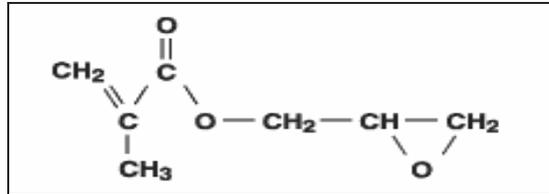
Epoksida merupakan senyawa eter cincin tiga. Suatu cincin epoksida tidak memiliki sudut ikatan sp^3 sebesar 109° tetapi memiliki sudut antar inti sebesar 60° sesuai dengan persyaratan cincin tiga. Orbital yang membentuk ikatan cincin tidak dapat mencapai tumpang tindih maksimal, oleh karena itu cincin epoksida menderita tegangan (*strained*). Polaritas ikatan-ikatan C-O bersama-sama tegangan cincin ini mengakibatkan reaktivitas epoksida yang tinggi dibandingkan reaktivitas eter lainnya.



Gambar 2.8. Reaksi epoksida dalam asam dan basa

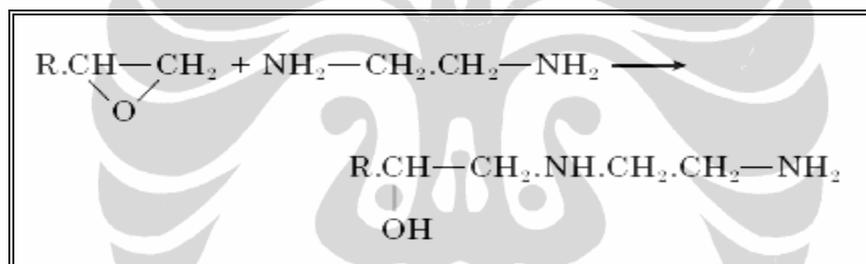
(<http://en.wikipedia.org/wiki/Epoxide>)

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 asam (Auliya, 2008)

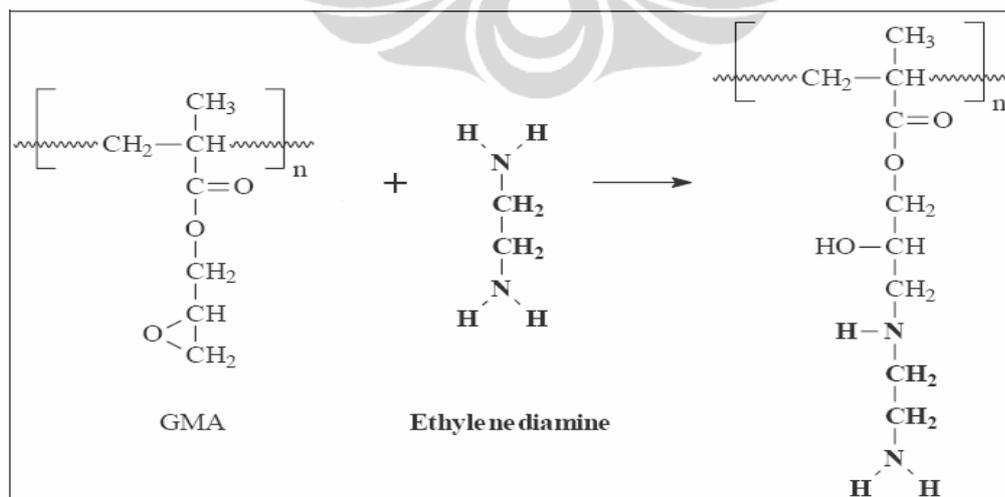


Gambar 2.9. Struktur GMA

Waly *et.al* (1998) memodifikasi serat tercangkok poli-GMA dengan Etilen diamin dan Dimetilaminoetil metakrilat (DMAEMA). Reaksi aminasi GMA dengan etilendiamin dapat dilihat pada Gambar 2.10 dan 2.11.

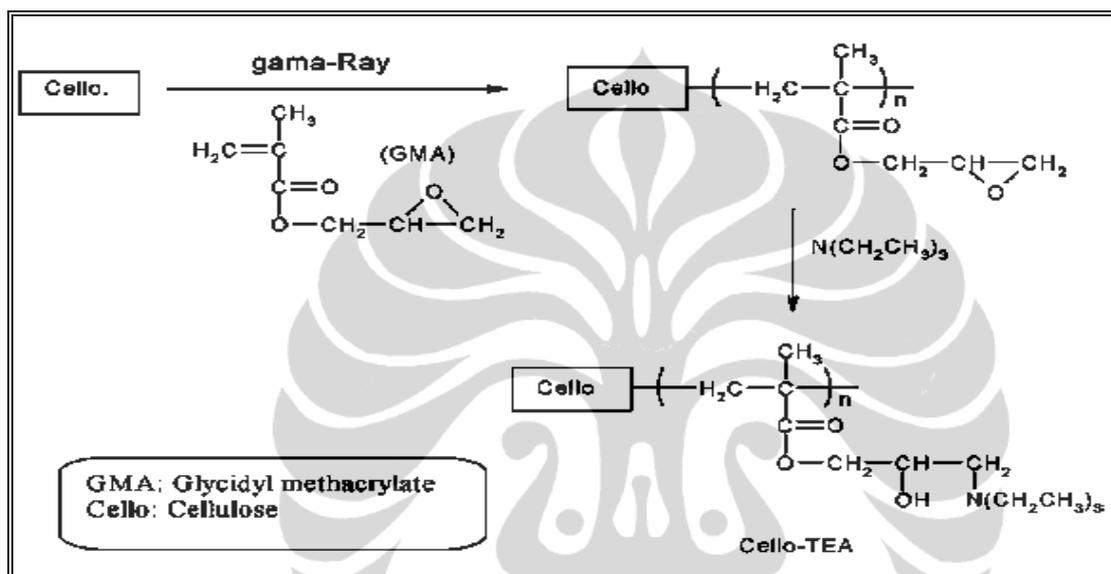


Gambar 2.10. Reaksi aminasi Glisidil metakrilat



Gambar 2.11. Reaksi GMA dengan etilendiamin (Sokker)

Sokker *et.al* (2009) dengan metode iradiasi memfungsionalisasi gugus epoksi pada PGMA dengan asam sulfonat menjadi penukar kation asam kuat dan trietilamin menjadi penukar anion dan mengaplikasikannya sebagai adsorben zat warna, ion kobalt, ion dikromat dan fenol dalam larutan. Mekanisme reaksinya dapat dilihat pada Gambar 2.12.



Gambar 2.12. Reaksi GMA dengan trietilamin (Sokker, 2009)

2.6. Penukar Ion

Penukar ion adalah material yang sukar larut dan mengandung ion-ion yang dapat ditukarkan dengan ion-ion yang ada di sekitar medium. Penukar ion memiliki beberapa kesamaan sifat seperti tak dapat larut dalam air dan dalam pelarut organik, mengandung ion-ion aktif atau ion-ion lawan yang akan bertukar secara reversibel dengan ion-ion lain dalam larutan yang mengelilinginya, tanpa disertai terjadinya perubahan-perubahan fisika yang berarti. Penukar ion bersifat kompleks dan merupakan polimer. Polimer ini membawa suatu muatan listrik yang tepat dinetralkan oleh muatan-muatan pada ion-ion aktif. Apabila ion-ion aktif ini berupa kation merupakan penukar kation dan jika berupa anion merupakan penukar anion. Jadi penukar kation terdiri dari

anion polimer dan kation aktif, sedangkan penukar anion terdiri dari kation polimer dan anion aktif (Pudjaatmaka, 1994).

Penukar ion yang baik merupakan polimer terikat silang sehingga sukar larut, cukup hidrofilik untuk memungkinkan difusi ion-ion melalui strukturnya dengan laju yang terukur, cukup banyak mengandung gugus fungsional sebagai penukar ion yang stabil secara kimiawi, dan dapat mengembang (Pudjaatmaka, 1994).

Secara umum penukar ion sintesis merupakan senyawa polimer yang berikatan silang dua atau tiga dimensi dan memiliki gugus fungsi ionik tetap dan ion berlawanan yang dapat dipertukarkan tanpa mengalami perubahan struktur. Reaksi pertukaran berlangsung secara reversibel dan stoikiometris (Dofner, K. 1991)

Penukar ion merupakan polimer yang terikat silang dan berbobot molekul tinggi. Penukar kation asam kuat mengandung gugus fungsional sulfonat (SO_3H^+) dan asam lemah mengandung gugus fungsional karboksilat (COOH). Penukar anion basa lemah mengandung gugus fungsi amina primer dan sekunder. Penukar anion basa kuat mengandung gugus fungsional ammonium quaterner atau amina tersier sebagai bagian-bagian integral dari kisi polimer dan sejumlah ekuivalen anion aktif seperti ion klorida, hidroksil atau sulfat (Miller, 1975).

Proses pertukaran ion bersifat reversibel. Pemilihan ion untuk diserap menentukan seberapa mudah dua zat atau lebih dengan muatan serupa dapat dipisahkan dengan cara pertukaran ion, dan juga menentukan seberapa mudah ion-ion tersebut untuk dikeluarkan dari serat penukar ion. Faktor-faktor yang mempengaruhi distribusi ion-ion meliputi (Pudjaatmaka, 1994) :

1. Sifat ion-ion yang saling bertukaran.

- Pada konsentrasi yang rendah dalam larutan air pada suhu ruang, tingkat pertukaran bertambah dengan bertambahnya valensi ion yang bertukar, yaitu: $\text{Na}^+ < \text{Ca}^{2+} < \text{Al}^{3+}$.

- Ion-ion univalen tingkat pertukaran bertambah dengan berkurangnya ukuran kation terhidrasinya.
- Pada penukar anion basa kuat, tingkat pertukaran anion univalen berkurang sesuai dengan ukuran ion terhidrasinya. Dalam larutan encer anion polivalen umumnya lebih dipilih untuk diserap.
- Bila kation dalam larutan bertukar dengan ion yang berbeda valensinya, afinitas ion yang bervalensi lebih tinggi bertambah dengan berkurangnya konsentrasi. Untuk menukar suatu ion bervalensi tinggi pada suatu penukar ion dengan ion bervalensi lebih rendah dalam larutan, pertukaran akan lebih baik dengan menaikkan konsentrasi. Jika ion bervalensi rendah berada pada penukar ion, dan ion bervalensi tinggi berada dalam larutan, pertukaran akan lebih baik dengan melakukan pengenceran.
- Pertukaran anion akan terjadi jika anion dalam penukar ion mempunyai afinitas lebih rendah terhadap penukar ion dibandingkan dengan anion yang akan ditukar yang terdapat dalam larutan

2. Sifat penukar ion.

Penyerapan ion-ion bergantung pada sifat gugus fungsional dan derajat ikat silang yang terdapat dalam penukar ion. Makin besar derajat ikat silang makin selektif penukar ion terhadap ion-ion yang berbeda ukurannya. Makin kecil ukuran ion dalam bentuk terhidrasi makin mudah untuk diserap.

Selektifitas dan kapasitas penukar ion sangat dipengaruhi oleh jenis dan banyaknya jumlah gugus fungsional yang dimiliki penukar ion. Makin banyak jumlah gugus fungsi, maka makin tinggi kapasitas pertukarannya. Selain itu, kapasitas pertukaran ion dipengaruhi oleh derajat pengembangan matriks polimer. Pengembangan matrik polimer sangat bergantung pada derajat pengikatan silang, sifat dan banyaknya gugus fungsional. Semakin banyak gugus fungsional ionik tetap pada matrik polimer, maka semakin tinggi derajat pengembangannya. Semakin tinggi derajat

ikat silang matrik polimer, akan semakin kaku dan semakin rendah pengembangannya (Miller, 1975).

2.7. Logam Kromium

Logam kromium merupakan salah satu unsur golongan transisi (VIB) berwarna abu-abu, yang dapat diekstraksi dengan mereduksi oksidanya (Cr_2O_3) dengan aluminium. Kromium yang bersifat karsinogenik, banyak digunakan pada berbagai industri tekstil, elektroplating, dan paduan logam. Kromium dapat berada dalam larutan dalam berbagai bentuk. Pada proses elektroplating dihasilkan limbah krom terutama sebagai krom(VI) dan pada industri tekstil, selain dihasilkan limbah krom(VI) juga dihasilkan krom(III). Krom(VI) 100 kali lebih beracun dibandingkan krom(III), karena itu perlu usaha untuk menurunkan konsentrasi krom(VI) atau mendaur ulang untuk dapat digunakan kembali. Agen perlindungan lingkungan Amerika Serikat menetapkan ambang batas yang diperbolehkan adalah 0.05 ppm untuk membuang limbah krom(VI) (Maya,R. 2001).

Kromium di udara berada pada konsentrasi 0,001-0,1 $\mu\text{g}/\text{m}^3$, sedangkan dalam air sungai konsentrasinya 1-10 $\mu\text{g}/\text{L}$. Kandungan kromium dalam air laut lebih sedikit daripada dalam air sungai karena berada pada sedimen atau endapan di dasar laut.

Air permukaan dan air tanah dapat terkontaminasi oleh air limbah yang berasal dari proses pelapisan logam, industri pewarnaan tekstil dan dari sumber tambang kromium (Puspantari, 2009).

Kandungan kromium di dalam makanan sangat rendah, terdapat dalam sayuran (20-50 $\mu\text{g}/\text{kg}$), buah-buahan (20 $\mu\text{g}/\text{kg}$) dan gandum (40 $\mu\text{g}/\text{kg}$). *Intake* harian rata-rata dari makanan (280 μg), air (4 μg) dan udara (0.28 μg). Pengaruh toksik terhadap tubuh manusia dengan letal-oral dosis kromat untuk dewasa adalah 50-70 mg per kilogram berat badan. Pengaruhnya terhadap kesehatan adalah keracunan akut, *diarrhoea*,

haemorrhagic diathesis dan *blood loss* pada saluran pencernaan, kejut jantung (*cardiovaskular shock*). Jika terpapar ke kulit dapat mengakibatkan luka kronis dan iritasi dermatitis. Kromium (III) dan kromium(VI) dapat mengakibatkan kerusakan dan alergi pada kulit. Paparan kromium(VI) melalui udara dapat menyebabkan *nekrosis nasal septum*, iritasi saluran pernapasan. Bronkritis asma juga dapat terjadi akibat paparan debu kromat atau pada penambangan bijih krom trioksida (Puspantari, 2009).



BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah adalah serat rayon produksi PT. Indo-Bharat Rayon dengan spesifikasi yang terlampir pada Lampiran 2, N,N'-metilenbisakrilamid (NBA) produksi Merck, monomer glisidil metakrilat (GMA) produksi Aldrich, n-heksana, metanol, etanol, aseton teknis, natrium thiosulfat, KI, KIO_3 , H_2SO_4 , trietilamin, perak nitrat, NaNO_3 , K_2CrO_4 , amilum, HCl pekat, dan NaOH berkualitas pro analitis produksi Merck, air demineral, dan gas nitrogen *high purity* dengan kemurnian 99%.

3.2. 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*, penangas air, termometer, statip. Ozonisator yang digunakan pada penelitian ini adalah ozonisator DSM Aero produksi Amerika Serikat dengan kapasitas pembentukan ozon 0,40 gram ozon per jam. Peralatan pengujian yang dipakai pada penelitian ini adalah instrumen spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR), dan spektroskopi serapan atom (AAS).

3.3. Prosedur Percobaan

3.3.1. Penyiapan Serat Rayon.

Serat rayon dibersihkan dalam pengestrak soxlet menggunakan pelarut n-heksana selama 3 jam, lalu serat dikeringkan dalam oven vakum dengan suhu 60-70°C selama 4 jam.

3.3.2. Pembuatan Larutan

1. Larutan monomer NBA

Padatan NBA yang telah ditimbang dengan berat tertentu, dilarutkan ke dalam metanol dan akuades dengan perbandingan volume 1 : 9, sehingga diperoleh konsentrasi yang diinginkan (% b/v).

2. Larutan monomer GMA

Larutan Glisidil metakrilat (GMA) (%v/v) dibuat dengan cara melarutkan larutan GMA dalam pelarut metanol air dengan perbandingan 4 : 6, sehingga diperoleh konsentrasi yang diinginkan (Mubarokah, 2009)

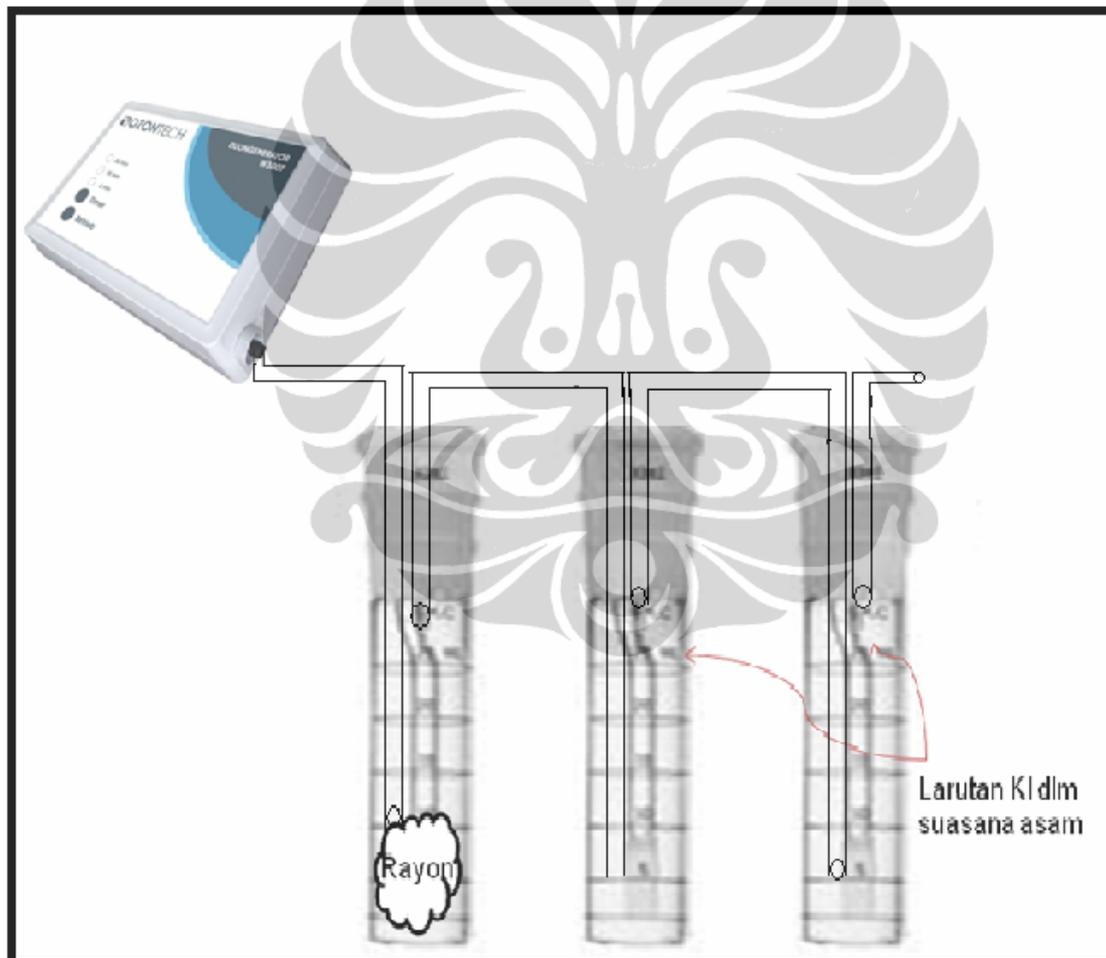
3. Larutan trietilamin (TEA)

Larutan trietilamin dengan jumlah mol tertentu dibuat dengan cara mengencerkan trietilamin dalam pelarut dimetilformamid (Sokker, 2009)

3.3.3. Proses Pencangkakan

Serat rayon dalam tabung impinger yang telah diozonasi dengan laju alir dan waktu ozonasi tertentu dialirkan gas N₂ untuk menghilangkan oksigen terlarut.

Larutan monomer yang telah disiapkan dengan konsentrasi tertentu dicampurkan kedalamnya, kemudian dipanaskan dalam penangas air pada suhu dan waktu tertentu. Kopolimer yang terbentuk dicuci beberapa kali dengan akuades panas dan dingin secara bergantian untuk menghilangkan larutan monomer yang tidak bereaksi dan homopolimer. Kemudian dilakukan ekstraksi soxlet dengan pelarut monomer selama 2 jam untuk memisahkan homopolimer dan monomer yang tersisa. Selanjutnya kopolimer cangkok yang dihasilkan tersebut dikeringkan dalam oven sampai berat konstan. Proses ozonasi dilakukan sesuai Gambar 3.1.



Gambar 3.1. Rangkaian Alat Ozonasi

3.3.4. Penguatan Serat Rayon dengan NBA

Proses penguatan serat rayon dipelajari melalui variasi laju alir, waktu ozonasi, massa, konsentrasi NBA, dan suhu pencangkakan. Penguatan serat rayon ini dilakukan untuk mendapatkan serat rayon terikat silang NBA yang tahan terhadap kondisi asam dan basa, sebagai bahan untuk pencangkakan dengan monomer GMA.

3.3.4.1. Pengaruh Laju Alir

Pengaruh laju alir dipelajari dengan menggunakan 50 mL larutan NBA dengan konsentrasi 1%, suhu reaksi 70°C dan lama pencangkakan 60 menit terhadap 1 gram serat rayon yang diozonasi dengan variasi laju alir 0,3; 0,6; dan 1,0 L/min .

3.3.4.2. Pengaruh Waktu Ozonasi

Pengaruh waktu ozonasi dipelajari dengan menggunakan 50 mL larutan NBA dengan konsentrasi 1% suhu reaksi 70°C dan lama pencangkakan 60 menit terhadap 1 gram serat rayon yang diozonasi dengan laju alir 0,3 L/min dengan variasi waktu ozonasi 60, 75, 90, 105, dan 120 menit .

3.3.4.3. Pengaruh Massa Rayon

Pengaruh massa rayon dipelajari dengan menggunakan 50, 100, dan 150 mL larutan NBA dengan konsentrasi 1% suhu reaksi 70°C dan lama pencangkakan 60 menit terhadap 1, 2, dan 3 gram serat rayon yang diozonasi dengan laju alir 0,3 L/min dengan waktu ozonasi 90 menit .

3.3.4.3. Pengaruh Konsentrasi NBA

Pengaruh konsentrasi NBA dipelajari dengan menggunakan 1 gram serat rayon yang terozonasi pada laju alir 0,3 L/min dan lama ozonasi 90 menit terhadap 50 mL larutan NBA yang konsentrasinya divariasikan pada 1, 3, 5, dan 7% (%b/v) dalam pelarut metanol : air = 1 : 9 pada suhu 70°C dan lama pencangkakan 60 menit.

3.3.4.4. Pengaruh Suhu Pencangkakan

Pengaruh suhu pencangkakan dipelajari dengan menggunakan 1 gram serat rayon terozonasi yang diperoleh dengan laju alir 0,3 L/min dan lama ozonasi 90 menit, 50 mL larutan NBA dengan konsentrasi 5% (b/v) dengan variasi suhu 60, 70, 80, 90°C dan lama pencangkakan 60 menit.

3.3.5. Proses Pencangkakan GMA pada Rayon Terikat Silang NBA

Serat rayon terikat silang yang digunakan untuk pencangkakan dengan monomer GMA diperoleh dengan menggunakan 200 mL larutan monomer NBA 5% pada suhu 80°C lama pencangkakan 60 menit pada ozonasi 4 gram rayon dengan laju alir 0.3 L/min selama 90 menit.

Pencangkakan monomer GMA dilakukan dengan menggunakan 50 mL larutan GMA dengan variasi konsentrasi 10 dan 20%, pada suhu 60°C selama 60 menit pada 1 gram serat rayon terikat silang NBA yang sebelumnya telah dilakukan ozonasi kembali selama 60 menit. Kopolimer yang terbentuk dicuci dengan akuades panas dan dingin secara bergantian untuk menghilangkan larutan monomer yang tidak bereaksi dan homopolimer. Kemudian dilakukan ekstraksi soxlet dengan pelarut monomer selama 2 jam untuk memisahkan homopolimer dan monomer yang tersisa. Selanjutnya kopolimer cangkok yang dihasilkan tersebut dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C sampai berat konstan. Kopolimer yang terbentuk direaksikan dengan TEA.

3.3.6. Reaksi Serat Rayon Termodifikasi GMA dengan TEA

Reaksi gugus epoksi dalam GMA tercangkok dengan TEA dilakukan dengan variasi suhu dan waktu. Pengaruh suhu reaksi dipelajari dengan mereaksikan 0,4 gram serat termodifikasi GMA dengan 2 mL TEA dalam 20 mL dimetilformamid, kemudian dipanaskan dengan *hot plate* dengan variasi suhu 80 dan 90°C selama 2 jam

dengan menggunakan *magnetic stirer*. Setelah itu serat dicuci dengan pelarut etanol beberapa kali dan dibilas dengan aseton, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C sampai berat konstan.

Pengaruh waktu reaksi dipelajari dengan mereaksikan 0.4 gram serat termodifikasi GMA dengan dengan 2 mL TEA dalam 20 mL dimetilformamid (DMF) kemudian dipanaskan dengan *hot plate* pada suhu 90°C dan waktu reaksi menggunakan variasi 2 dan 4 jam dengan menggunakan *magnetic stirer*. Setelah itu serat dicuci dengan pelarut etanol beberapa kali dan dibilas dengan aseton, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C sampai berat konstan.

Proses ini dilakukan untuk membuka cincin epoksi dalam GMA tercangkok dengan TEA. Hasil modifikasi digunakan sebagai penukar anion.

3.4. Karakterisasi

Karakterisasi dilakukan dengan menentukan persen pencangkokan, kestabilan terhadap asam basa pada rayon terikat silang NBA, pengamatan menggunakan FTIR untuk menentukan keberhasilan pencangkokan, kapasitas pertukaran ion dan menentukan harga Kd penyerapan terhadap krom(VI) pada serat rayon termodifikasi. Harga persen pencangkokan telah dihitung pada setiap tahap pencangkokan, dengan menggunakan rumus :

$$\text{Persen pencangkokan (\% G)} = \frac{W - W_0}{W_0} \times 100\%$$

W_0 = berat serat awal

W_g = berat serat akhir

3.4.1. **Pengujian Gugus Fungsi dengan Menggunakan FTIR**

Pengujian dilakukan untuk melihat keberhasilan penguatan serat rayon oleh agen pengikat silang NBA, hasil pencangkakan GMA pada rayon terikat silang NBA, hasil reaksi antara GMA tercangkakan dengan TEA dan rayon asli. Serat rayon dipotong kecil-kecil hingga halus sebanyak kurang lebih 2 mg dan dibuat pellet, selanjutnya sampel dimasukkan ke tempatnya dan dilakukan pengukuran serapan pada daerah panjang gelombang inframerah, untuk mengetahui perubahan gugus fungsi pada sampel yang diperiksa dengan membandingkannya terhadap rayon asli.

3.4.2. **Ketahanan terhadap Asam dan Basa**

Percobaan ini dilakukan untuk mempelajari pengaruh asam dan basa pada rayon terikat silang NBA dengan kondisi optimum. Sebanyak 0.2 gram rayon terikat silang NBA dengan persen pencangkakan 49.49% direndam dalam larutan HCl dan NaOH 2.0 N selama satu jam dengan pengadukan dalam suhu ruang. Kemudian perubahan berat yang terjadi diamati.

3.4.3. **Pengujian Kapasitas Pertukaran Ion**

Percobaan ini dilakukan pada rayon hasil pencangkakan dengan GMA yang sudah direaksikan dengan trietilamin. Penentuan kapasitas pertukaran ion dilakukan dengan menggunakan kolom. Sebanyak 0,8 gram rayon direndam dalam larutan HCl 2N selama 1 jam dengan pengadukan. Setelah itu dicuci dengan akuades sampai air cucian bebas klor, yang ditunjukkan dengan tidak adanya endapan, jika ditambahkan larutan AgNO_3 . Selanjutnya dikolom dengan 50 mL larutan NaNO_3 0.25 N dan efluennya ditampung dalam labu ukur 100 mL. Banyaknya ion Cl^- yang dapat ditukar dititrasi dengan larutan AgNO_3 0.01 N dengan indikator K_2CrO_4 .

3.4.4. Uji Penyerapan Terhadap Ion Krom(VI) pada Berbagai pH

Percobaan dilakukan dengan menggunakan serat rayon termodifikasi GMA yang telah ditentukan kapasitas pertukaran ionnya. Penyerapan Cr(VI) dalam larutan oleh serat penukar ion dilakukan dengan sistem *batch*, setelah ditentukan kapasitas pertukaran ionnya menggunakan NaNO₃ dalam sistem kolom. Sebanyak 0,1 gram rayon direndam dalam 25 mL larutan kalium dikromat dengan konsentrasi 10 ppm Cr(VI) dengan variasi pH 2, 3, 4, 5, 6, 7, dan 8 pada suhu ruang selama 24 jam. Konsentrasi Cr(VI) dalam larutan yang tidak diserap rayon ditentukan dengan spektrofotometer serapan atom (AAS). Dengan menghitung selisih konsentrasi larutan awal dan larutan akhir Cr(VI), didapatkan konsentrasi Cr(VI) yang diserap serat. Selanjutnya dapat ditentukan pengaruh pH terhadap nilai Kd penyerapan Cr(VI).

Nilai Kd dapat dihitung dengan menggunakan rumus:

$$Kd = \frac{Cs}{Cm}$$

Kd = koefisien distribusi (L/g)

Cs = konsentrasi Cr(VI) dalam serat (mg/g)

Cm = Konsentrasi Cr(VI) dalam larutan (mg/L)

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Proses Pencangkokan

Proses pencangkokan monomer dilakukan dalam sistem heterogen dengan polimer dasar berupa serat rayon dan monomer yang dicangkokkan berupa larutan. Serat rayon bersifat semikristalin dengan derajat kristalinitas berkisar 40-60%. Kristalinitas dan kekakuan rantai polimer menyebabkan terbatasnya kemampuan monomer untuk berdifusi mencapai pusat aktif radikal pada permukaan polimer (Grondzinski, 1997). Serat rayon dengan derajat kristalinitas yang lebih rendah dari pada selulosa diharapkan mempunyai derajat *swelling* yang tinggi sehingga memudahkan difusi monomer ke rantai polimer utama. Selain itu diharapkan derajat pencangkokan yang dihasilkan lebih tinggi dari pada selulosa.

Penggunaan inisiator kimia sebagai sumber radikal memiliki penyebaran yang tidak terkontrol dan kurang merata pada permukaan serat sedangkan, penggunaan sistem ozonasi yang berupa gas dapat membentuk gugus peroksida dan hidroperoksida pada serat yang lebih merata pada seluruh bagian serat yang diozonasi (Prabowo, 2007).

4.1.1. Penguatan Serat Rayon dengan NBA

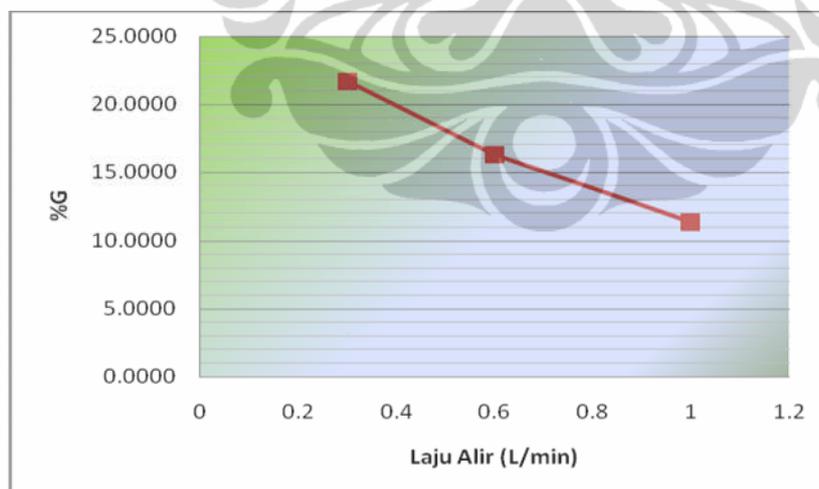
Penguatan serat rayon dengan NBA dilakukan untuk menghasilkan serat terikat silang yang tahan terhadap kondisi asam dan basa. Sebelum dilakukan ikat silang rayon diozonasi terlebih dahulu dengan harapan dapat membentuk peroksida atau hidroperoksida. Peroksida atau hidroperoksida ini akan membentuk radikal peroksi saat dipanaskan. Sebelum dipanaskan, rayon hasil ozonasi dan larutan monomer yang akan dicangkokkan dialirkan nitrogen dengan tujuan untuk mengusir oksigen. Adanya

oksigen dikawatirkan dapat bereaksi dengan radikal peroksi yang terbentuk pada saat pemanasan, sehingga tidak dapat menginisiasi reaksi polimerisasi.

4.1.1.1. Pengaruh Laju Alir

Pengaruh laju alir terhadap persen pencangkakan NBA dapat dilihat pada Gambar 4.1. Berdasarkan Gambar tersebut, semakin besar laju alir makin kecil persen pencangkakan. Hal ini terjadi karena semakin besar laju alir, waktu kontak ozon dengan serat rayon semakin singkat, peroksida atau hidroperoksida yang dihasilkan berkurang, dan berakibat pada jumlah radikal peroksi yang dihasilkan, sehingga menurunkan persen pencangkakan.

Penggunaan laju alir yang rendah dapat memberikan waktu kontak yang cukup antara ozon dan serat rayon, sehingga probabilitas pembentukan gugus peroksida dan hidroperoksida dapat ditingkatkan dan dapat meningkatkan persen pencangkakan (Prabowo, 2007). Banyaknya ozon yang terserap ekuivalen dengan banyaknya gugus peroksida dan hidroperoksida yang terbentuk pada permukaan serat (Dasgupta, 1990)

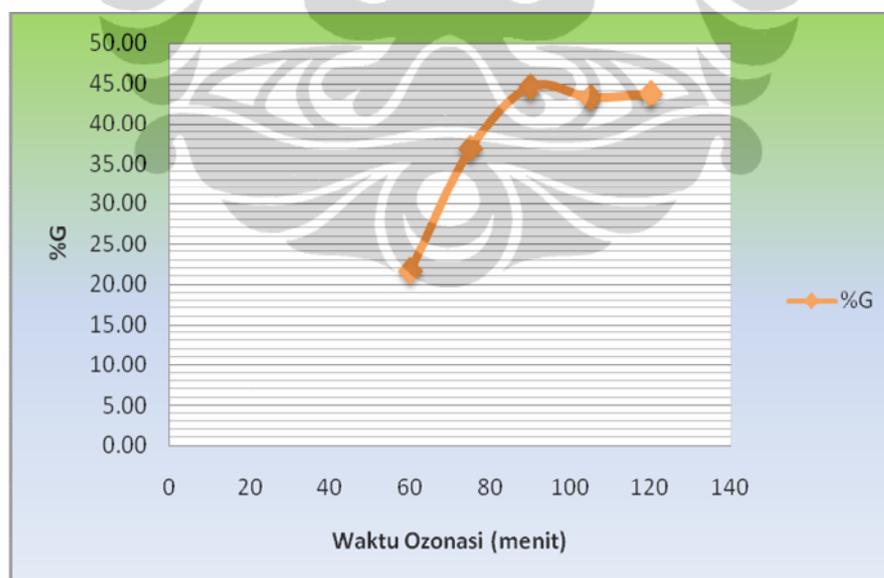


Gambar 4.1. Pengaruh laju alir terhadap persen pencangkakan (%G)
(waktu ozonasi 60 menit, konsentrasi NBA 1%, suhu pencangkakan 70°C waktu pencangkakan 1 jam)

Menurut Kafeli *et al* (1990) satu molekul ozon akan menghasilkan satu molekul peroksi, sehingga semakin banyak jumlah ozon yang dapat diserap rayon, dan pada waktu dipanaskan radikal peroksi yang dihasilkan semakin banyak sehingga dapat meningkatkan persen pencangkakan.

4.1.1.2. Pengaruh Waktu Ozonasi

Pengaruh waktu ozonasi terhadap persen pencangkakan dapat dilihat pada Gambar 4.2. Berdasarkan Gambar tersebut semakin lama waktu ozonasi semakin bertambah persen pencangkakan, dan mencapai optimal pada waktu ozonasi 90 menit. Makin lama waktu ozonasi makin banyak ozon yang dapat diserap oleh rayon, sehingga probabilitas pembentukan peroksida atau hidroperoksida makin besar. Hal ini berakibat meningkatkan jumlah radikal peroksi yang dihasilkan sehingga persen pencangkakan meningkat.

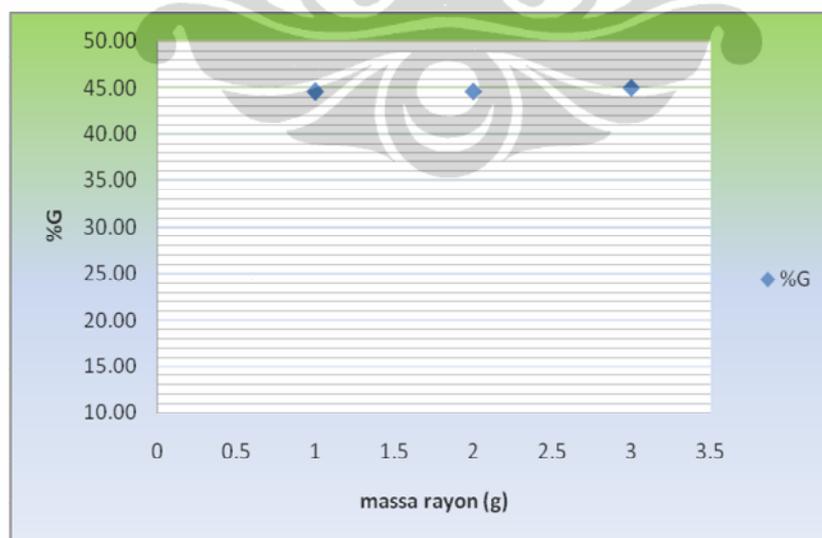


Gambar 4.2. Pengaruh waktu ozonasi terhadap persen pencangkakan NBA (laju alir 0.3 L/min, konsentrasi NBA 1%, suhu pencangkakan 70°C, waktu pencangkakan 1 jam)

Berkurangnya persen pencangkakan dengan bertambah lamanya ozonasi disebabkan karena konsentrasi NBA yang digunakan rendah, sehingga walaupun jumlah radikal yang terbentuk banyak tidak menambah persen pencangkakan (NBA sebagai pereaksi pembatas).

4.1.1.3. Pengaruh Massa Rayon

Persen pencangkakan tidak dipengaruhi oleh massa rayon (Gambar 4.3). Jumlah NBA yang digunakan pada pengikatan silang merupakan kelipatan dari massa rayon yang diozonasi. Semakin banyak rayon yang digunakan semakin besar kemungkinan ozon yang dapat diserap oleh rayon, sehingga probabilitas pembentukan peroksida makin besar. Meskipun demikian jumlah radikal peroksi yang dihasilkan pada saat pemanasan sebanding dengan jumlah NBA yang digunakan sehingga tidak menaikkan persen pencangkakan. Persen pencangkakan ditentukan oleh banyaknya radikal peroksi yang terbentuk dan konsentrasi monomer yang digunakan (Bhattacharya, 2004).

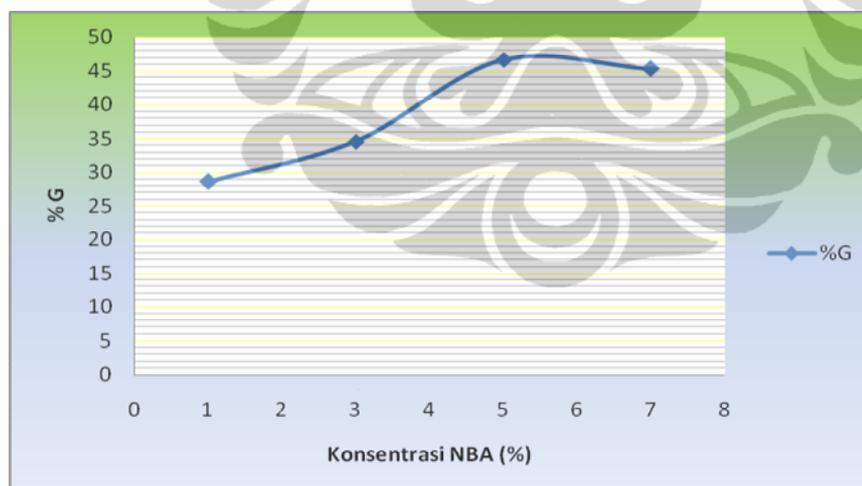


Gambar 4.3. Pengaruh massa rayon dengan persen pencangkakan NBA (laju alir 0.3 L/min, waktu ozonasi 90 menit, konsentrasi NBA 1%, suhu pencangkakan 70°C, waktu pencangkakan 1 jam)

Radikal peroksi yang dihasilkan bergantung pada jumlah ozon yang dapat diserap oleh rayon. Jumlah ozon yang diserap rayon ditentukan oleh lamanya ozonasi sampai waktu optimal.

4.1.1.4. Pengaruh Konsentrasi NBA

Pengaruh konsentrasi NBA dipelajari pada laju alir dan waktu ozonasi yang sama, yang berarti kerapatan pusat aktif yang dihasilkan sama. Dengan kenaikan konsentrasi monomer diharapkan dapat meningkatkan derajat ikat silang NBA pada serat rayon. Konsentrasi NBA memegang peranan penting dalam difusi monomer ke permukaan serat. Berdasarkan Gambar 4.4 dan data yang terdapat pada Lampiran 6, dapat disimpulkan bahwa kenaikan konsentrasi monomer NBA akan memberikan peluang pada monomer untuk bereaksi dengan pusat aktif pada serat rayon terozonasi lebih banyak sehingga persen pencangkokannya meningkat.



Gambar 4.4. Pengaruh konsentrasi NBA dengan persen pencangkokan

(laju alir 0.3 L/min, waktu ozonasi 90 menit, massa rayon 1 gram, suhu pencangkokan 70°C, waktu pencangkokan 1 jam)

Konsentrasi optimum NBA adalah 5%, kenaikan konsentrasi monomer lebih lanjut tidak menaikkan persen pencangkokan. Hal ini terjadi karena dengan waktu

ozonasi yang sama, radikal peroksi yang dihasilkan sama. Dengan meningkatnya konsentrasi NBA sampai 7%, radikal peroksi yang terbentuk tidak cukup untuk menginisiasi monomer sehingga persen pencangkokannya tidak meningkat (radikal peroksi sebagai pereaksi pembatas).

4.1.1.5. Pengaruh Suhu Pencangkokan

Pengaruh suhu reaksi terhadap persen pencangkokan dapat dilihat pada Gambar 4.5. Pada Gambar terlihat bahwa pada suhu 60°C persen pencangkokan lebih rendah, karena kemungkinan molekul peroksida atau hidroperoksida belum seluruhnya membentuk radikal peroksi, sehingga konsentrasi radikal peroksi rendah. Rendahnya konsentrasi radikal mempengaruhi laju reaksi kopolimerisasi cangkok. Pada suhu yang lebih tinggi pemecahan molekul peroksida atau hidroperoksida lebih mudah sehingga lebih banyak radikal peroksi yang terbentuk. Jumlah radikal peroksi yang dihasilkan akan menginisiasi monomer untuk berikat silang pada permukaan serat rayon. Hal ini yang menyebabkan persen pencangkokan meningkat.



Gambar 4.5. Pengaruh suhu pencangkokan NBA terhadap %G (laju alir 0.3 L/min, waktu ozonasi 90 menit, massa rayon 1 gram, suhu pencangkokan 70°C, waktu pencangkokan 1 jam)

Suhu optimal pencangkakan NBA adalah 80°C. Pada suhu 90°C persen pencangkakan cenderung tetap, hal ini terjadi karena pada suhu yang lebih tinggi laju pembentukan homopolimer NBA lebih besar dibandingkan laju reaksi kopolimerisasi cangkak antara rayon dengan monomer yang terlihat pada banyaknya homopolimer yang terbentuk. Disamping itu meskipun radikal peroksi yang dihasilkan meningkat, konsentrasi monomer yang digunakan sama sehingga tidak menambah persen pencangkakan (NBA sebagai pereaksi pembatas).

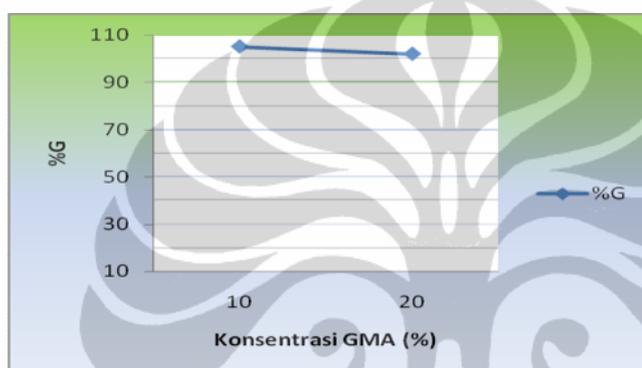
Kondisi optimal penguatan serat rayon dengan NBA ini digunakan untuk membuat serat rayon terikat silang NBA dengan mengozonasi 4 gram rayon dengan laju alir 0.3 L/min selama 90 menit, konsentrasi NBA 5% dan suhu pencangkakan 80°C, sebagai matriks untuk pencangkakan dengan monomer GMA dengan persen pencangkakan yang hampir sama (47,05%).

Rayon hasil pencangkakan dengan NBA lebih kaku dibandingkan dengan rayon asli, karena struktur seratnya menjadi lebih rapat dengan adanya ikat silang NBA. Terjadinya proses ikat silang NBA ini diharapkan dapat merubah sifat fisik dan kimia rayon.

4.1.2. Proses Pencangkakan GMA pada Rayon Terikat Silang NBA

Pemilihan monomer GMA pada pencangkakan ini karena disamping memiliki gugus fungsi vinil, GMA memiliki gugus fungsi epoksi yang dapat direaksikan lebih lanjut untuk dapat digunakan sebagai penukar ion sesuai dengan kebutuhan. Gugus epoksi dapat mengalami pembukaan pada kondisi asam maupun basa. Untuk mereaksikan GMA digunakan pelarut metanol air dengan perbandingan 4:6 (Mubarokah, 2009). Pemilihan suhu pencangkakan pada 60°C (Reegen,SL, 1969 dan Auliya, 2008) dilakukan berdasarkan kereaktifan gugus epoksi. Gugus epoksi akan mengalami pembukaan pada suhu di atas 60°C, oleh karena itu harus dipertahankan karena nantinya gugus epoksi pada GMA tercangkak ini akan direaksikan dengan TEA dan digunakan sebagai penukar anion

Tidak ada hasil yang berbeda antara pencangkokan dengan GMA 10% dan 20% seperti terlihat pada Gambar 4.6. Penambahan konsentrasi GMA tidak menambah persen pencangkokan. Hal ini terjadi karena dengan waktu ozonasi yang sama, jumlah peroksida yang dihasilkan sama, suhu reaksi sama sehingga radikal peroksi yang dihasilkan sama, meskipun konsentrasi GMA bertambah tetapi jumlah radikal tidak cukup untuk menginisiasi monomer vinil dari GMA sehingga tidak menambah persen pencangkokan (radikal peroksi sebagai pembatas).



Gambar 4.6. Pengaruh konsentrasi GMA dengan %G (laju alir 0.3 L/min, waktu ozonasi 60 menit, 1 gram serat terikat silang NBA suhu pencangkokan 60°C selama 1 jam)

4.2. Reaksi Serat Rayon Termodifikasi GMA dengan TEA

Pada serat terikat silang NBA, yang dicangkokkan monomer GMA memiliki gugus fungsi epoksi. Gugus epoksi dapat bereaksi dengan TEA melalui reaksi pembukaan cincin. Kelarutan trietilamin dalam air lebih rendah dari pada dietilamin, dalam reaksi ini digunakan dimetilformamid karena baik TEA maupun DMF termasuk molekul polar aprotik. Pemilihan suhu reaksi dengan TEA didasarkan pada kereaktifan gugus epoksi, yang mengalami pembukaan cincin pada suhu 80°C (Waly, 1996). Pengadukan pada reaksi ini dilakukan untuk memudahkan difusi trietilamin pada gugus epoksi, karena reaksi TEA dengan GMA memerlukan waktu yang lama. Sokker (2009)

melakukan reaksi GMA dengan TEA pada suhu 100°C selama 72 jam. Pengaruh suhu terhadap perbandingan mol GMA dengan TEA dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1. Pengaruh suhu terhadap perbandingan mol GMA dengan TEA.

Waktu (jam)	mmol GMA	mmol TEA	Suhu (°C)
2	1.42	1,04	80
2	1.42	1.05	90

Pada reaksi dengan trietilamin, 1 mol epoksi akan bereaksi dengan 1 mol TEA. Pada suhu 80°C perbandingan mol epoksi dengan mol TEA belum sama, kemungkinan belum semua TEA bereaksi dengan gugus epoksi. Pada waktu reaksi yang sama (2 jam) dengan kenaikan suhu (90°C) belum semua TEA bereaksi dengan gugus epoksi. Pengaruh waktu terhadap perbandingan mol GMA dengan TEA dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Pengaruh waktu terhadap perbandingan mol GMA dengan TEA

Waktu (jam)	mmol GMA	mmol TEA	Suhu (°C)
2	1.42	1,05	90
4	1.42	1.46	90

Pada Tabel 4.2 terlihat bahwa dengan waktu reaksi 4 jam perbandingan mmol epoksi dengan mmol TEA adalah 1:1. Artinya semua gugus epoksi telah bereaksi dengan TEA. Hasil reaksi ini yang akan diuji kapasitas pertukaran ion dan penyerapan terhadap logam krom(VI).

4.3. Karakterisasi

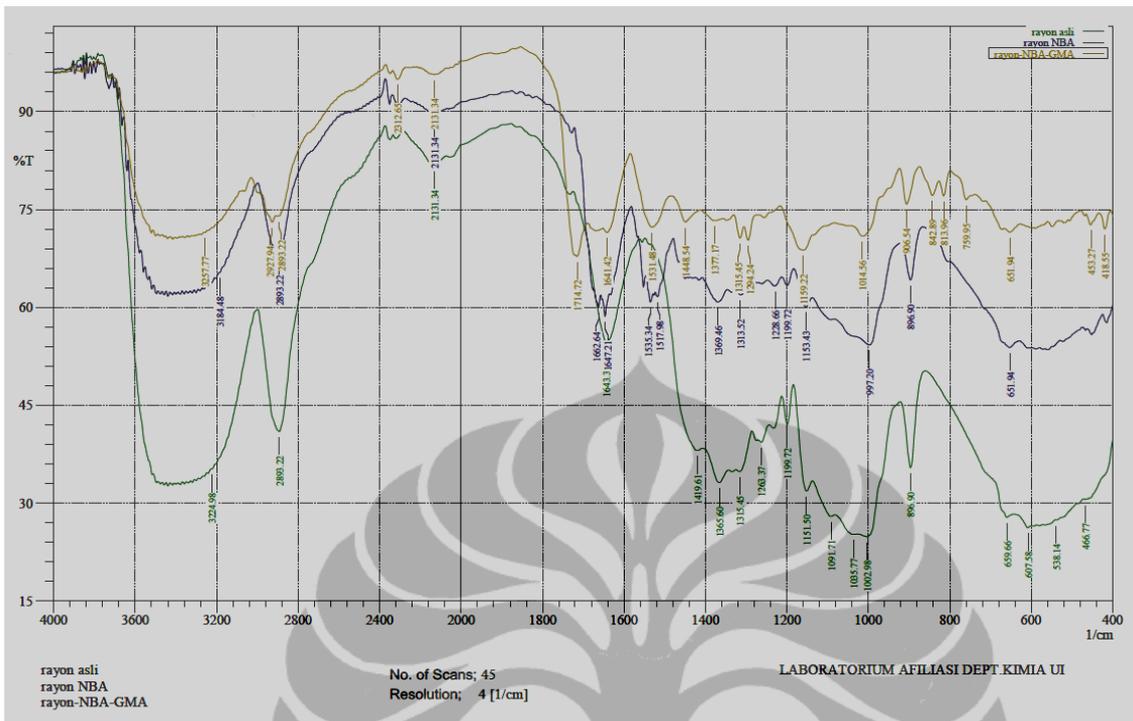
Serat rayon hasil pencangkakan dengan kondisi optimal dilakukan karakterisasi. Uji ketahanan terhadap asam-basa dilakukan pada rayon terikat silang NBA dengan waktu ozonasi 90 menit, laju alir 0.3 L/min, konsentrasi 5%, dan suhu pencangkakan

80°C. Uji kapasitas pertukaran ion dan penentuan nilai koefisien distribusi (Kd) penyerapan terhadap ion krom(VI), dilakukan pada hasil pencangkakan GMA pada rayon terikat silang NBA dengan konsentrasi GBA 20% waktu ozonasi 1 jam, laju alir 0.3 L/min, suhu pencangkakan 60°C selama 1 jam, yang sudah direaksikan dengan TEA pada suhu 90°C selama 4 jam. Pengukuran dengan FTIR dilakukan untuk melihat keberhasilan pencangkakan dan reaksi dengan TEA. Pengukuran dilakukan pada rayon asli, rayon terikat silang NBA, hasil pencangkakan GMA pada serat terikat silang NBA, dan hasil reaksi GMA dengan TEA.

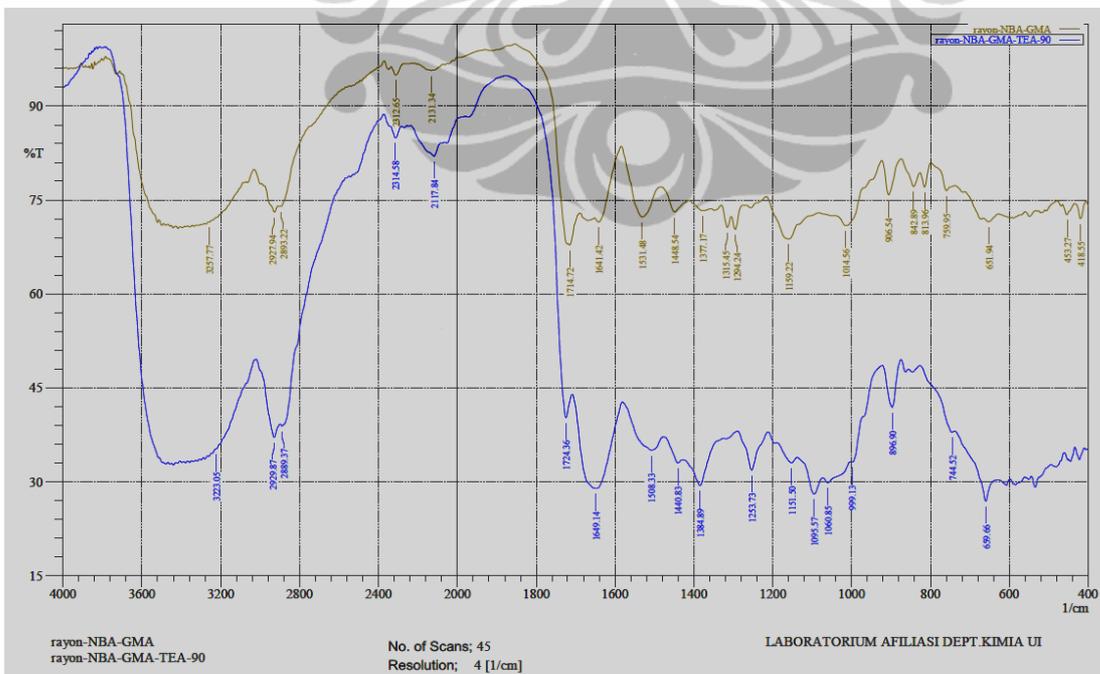
4.3.1. Karakterisasi Gugus Fungsi dengan FTIR

Pengukuran dengan spektroskopi FTIR dilakukan untuk mempelajari keberhasilan dari proses pencangkakan monomer NBA, GMA dan terjadinya reaksi antara GMA dengan TEA. Pengukuran dilakukan terhadap serat rayon asli, rayon terikat silang NBA, Rayon-co-NBA-g-GMA, dan Rayon-co-NBA-g-(GMA-TEA).

Berdasarkan Gambar 4.7 muncul serapan pada bilangan gelombang 1662 cm^{-1} dari hasil pencangkakan dengan monomer NBA, hal ini menunjukkan masuknya gugus C=O dari amida yang diperkuat dengan serapan pada 3500 cm^{-1} yang menunjukkan adanya N-H amida, yang tidak ditemukan pada serat rayon asli. Munculnya serapan pada bilangan gelombang 1714 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus fungsi ester, dan serapan pada bilangan gelombang 1294 cm^{-1} menunjukkan gugus eter epoksi, pada pencangkakan monomer GMA yang tidak diketemukan pada rayon terikat silang NBA. Reaksi antara gugus fungsi epoksi dari GMA tercangkok dengan TEA ditunjukkan oleh Gambar 4.8. Pada Gambar terlihat bahwa reaksi antara gugus epoksi pada GMA tercangkok dengan TEA, ditunjukkan oleh hilangnya serapan pada bilangan gelombang 1315-1294 cm^{-1} yang menunjukkan hilangnya gugus epoksi pada serat yang sudah termodifikasi dengan TEA, dan munculnya serapan pada bilangan gelombang 1253.73 cm^{-1} yang menunjukkan adanya amina tersier dari TEA. Hal ini menunjukkan telah terjadi reaksi antara gugus fungsi epoksi dengan TEA.



Gambar 4.7. Hasil FTIR dari rayon asli, rayon terikat silang NBA dan GMA tercangkok pada rayon terikat silang NBA



Gambar 4.8. Hasil FTIR reaksi antara GMA dengan TEA

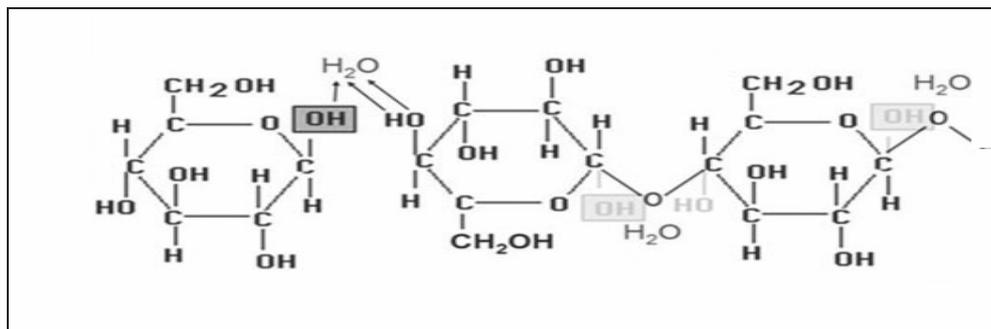
4.3.2. Uji Ketahanan terhadap Asam dan Basa

Uji ketahanan terhadap asam basa dilakukan pada rayon terikat silang NBA dengan kondisi optimal (laju alir, waktu ozonasi, suhu pencangkakan dan konsentrasi NBA) dan rayon asli untuk mengetahui fungsi NBA pada pencangkakan. Hasil uji ketahanan serat terhadap asam basa dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3. Uji ketahanan terhadap Asam-Basa

SERAT RAYON	BERAT AWAL	BERAT DIRENDAM SETELAH	
		HCl 2N	NaOH 2N
Asli	0.2000 g	0.1861 g	0.1622 g
R-g-NBA	0.2000 g	0.1948 g	0.2000 g

Berdasarkan Tabel terlihat bahwa pada rayon asli terjadi penurunan berat sebesar 6.95% pada kondisi asam dan terjadi penurunan berat sebesar 18.9% pada kondisi basa. Pada kondisi asam terjadi penurunan berat 2.6% dan pada kondisi basa tidak terjadi penurunan berat. Kerusakan serat rayon dalam suasana asam disebabkan karena degradasi rantai selulosa. Reaksi ini dimulai dengan protonasi oksigen pada ikatan glikosidik selulosa, diikuti dengan solvolisis dan regenerasi katalis asam. Sedangkan degradasi selulosa dalam suasana basa terjadi pada ujung rantai molekul selulosa. Degradasi ini melalui reaksi β -eliminasi, yang akan menghasilkan asam D-glukoisosakarinat (Sastroamidjojo, 1995). Rayon terikat silang lebih tahan terhadap asam dan basa. Penurunan berat dalam asam mungkin disebabkan karena pada rayon terikat silang lebih sulit mengalami degradasi, tetapi tetap ada interaksi asam basa antara gugus amida (basa) dari NBA dengan asam. Reaksi degradasi selulosa dalam asam dapat dilihat pada Gambar 4.9.



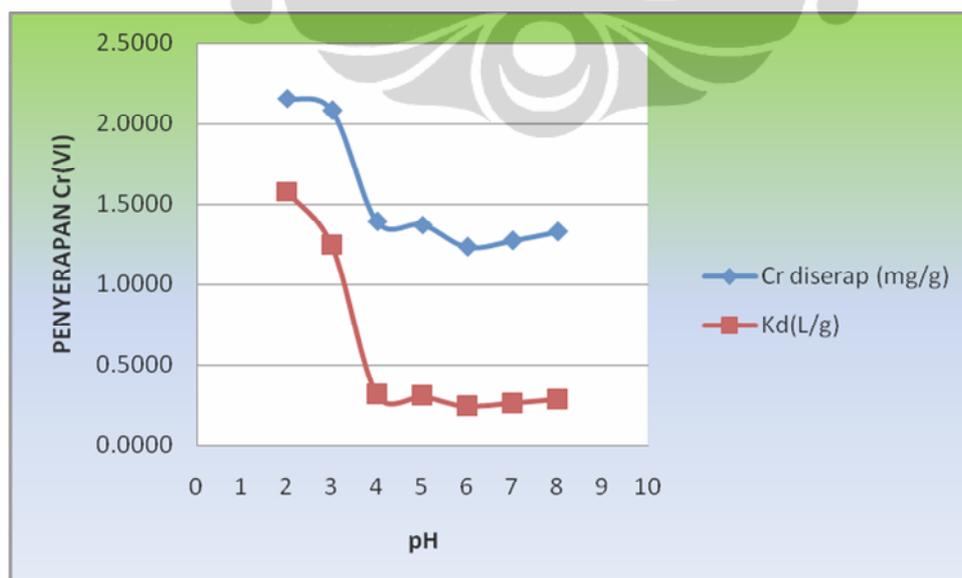
Gambar 4.9. Degradasi selulosa dalam asam (<http://www.chemistryland.com>)

4.3.3. Uji Kapasitas Pertukaran Anion.

Kapasitas total pertukaran bergantung pada jumlah total gugus-gugus aktif per satuan bobot penukar ion. Semakin banyak jumlah gugus-gugus tersebut, maka semakin besarlah kapasitasnya. Pertukaran ion dapat berlangsung jika cuplikan mengandung komponen berupa ion yang larut dalam air. Reaksi serat termodifikasi GMA-TEA dengan HCl bertujuan untuk membentuk Cl^- terikat pada TEA. Untuk membuktikan adanya Cl^- telah terikat dengan TEA ke dalam serat dialirkan ion NO_3^- melalui kolom. Pertukaran ion Cl^- dengan ion NO_3^- berlangsung secara kontinu di dalam kolom. Karena interaksi ion NO_3^- dengan TEA lebih kuat dibandingkan interaksi Cl^- dengan TEA, maka ion Cl^- akan keluar dari kolom. Jumlah Cl^- yang keluar dari kolom yang dapat ditukar ditentukan dengan titrasi argentometri menggunakan indikator kromat. Berdasarkan perhitungan pada Lampiran 11 diperoleh kapasitas pertukaran ion sebesar 0.48 meq/gram serat. Nilai kapasitas pertukaran ini bergantung pada konsentrasi HCl yang digunakan untuk membentuk garam ammonium kuarterner dan banyaknya TEA yang dapat bereaksi dengan gugus fungsi epoksi dari GMA. Dengan melakukan optimasi konsentrasi HCl, jumlah TEA, dan gugus epoksi dalam GMA tercangkok diharapkan dapat meningkatkan nilai kapasitas pertukaran anionnya.

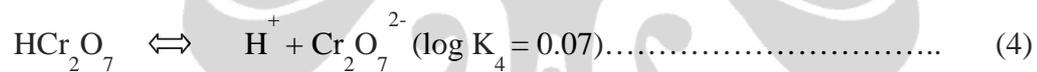
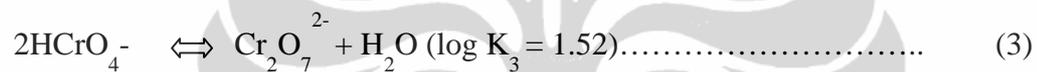
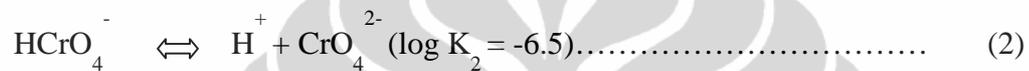
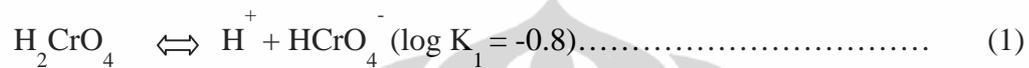
4.3.4. Uji Penyerapan Ion Krom(VI) pada berbagai pH.

Penyerapan serat terhadap ion krom(VI) dilakukan dengan sistem *batch*, setelah serat ditentukan kapasitas pertukaran ionnya. Prinsip dari sistem *batch* adalah reaksi kesetimbangan, oleh karena itu dapat ditentukan nilai koefisien distribusi (Kd) penyerapan terhadap ion krom(VI) dalam kedua fase. Harga Kd ditentukan dengan cara membandingkan banyaknya ion krom(VI) yang dapat diserap oleh serat terhadap ion krom yang berada dalam larutan, dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom (AAS). Dari hasil pengukuran dengan AAS, banyaknya Cr(VI) yang tidak diserap serat pada berbagai pH dihitung dengan menggunakan kurva kalibrasi yang terdapat pada Lampiran 13 dan dapat dilihat pada Gambar 4.10. Harga Kd yang kecil diakibatkan karena konsentrasi larutan krom (VI) yang digunakan kecil, mengingat batas deteksi alat sebesar 0-10 ppm. Penyerapan krom(VI) dan nilai Kd berkurang dengan meningkatnya pH karena dengan bertambahnya pH konsentrasi OH^- bertambah sehingga terjadi kompetisi penyerapan antara OH^- dengan CrO_4^{2-} , akibatnya kemampuan adsorpsi terhadap anion kromium rendah.

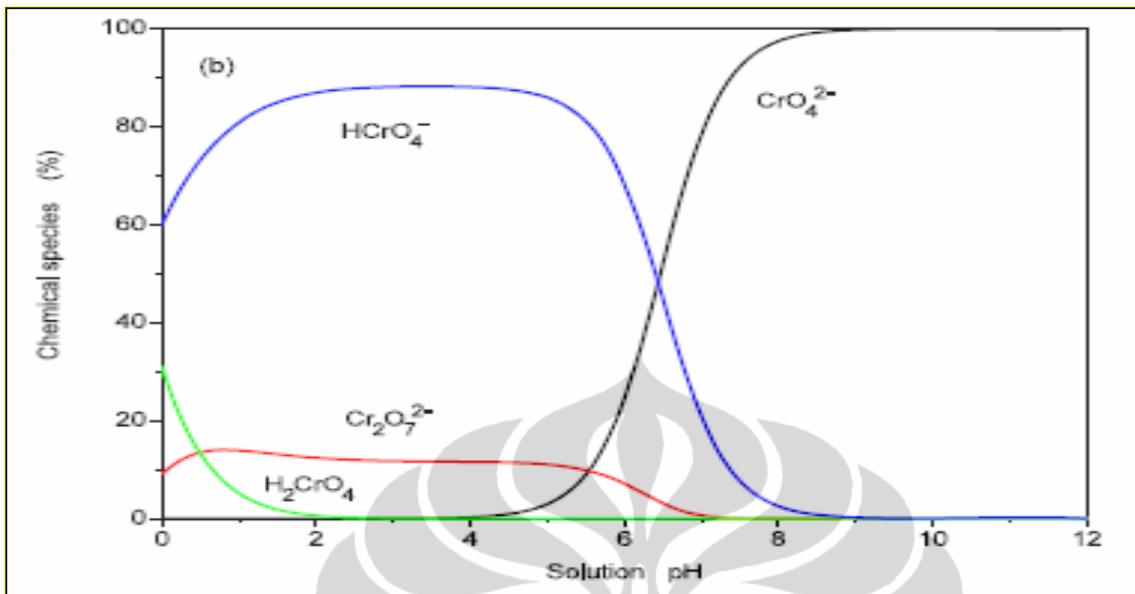


Gambar 4.10. Pengaruh pH terhadap Kd penyerapan ion Cr(VI)

Pengaruh pH terhadap penyerapan Cr(VI) dipelajari karena krom(VI) dapat berada pada berbagai spesies bergantung pada tingkat keasaman. Logam Cr(VI) dalam larutan berada dalam bentuk anion seperti $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, HCrO_4^{-1} , CrO_4^{2-} , dan HCrO_7^{-1} , dan fraksi dari tiap jenisnya bergantung pada pH. Kestimbangan antara berbagai jenis ion kromium adalah sebagai berikut:



Kestimbangan berbagai ion Cr (VI) sebagai fungsi pH terdapat pada Gambar 4.10. Pada Gambar tersebut spesies Cr (VI) kromium yang *predominant* pada $2 < \text{pH} < 6.5$ adalah HCrO_4^- dan $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, sedangkan pada $\text{pH} > 6.5$ spesies *predominant*-nya adalah CrO_4^{2-} . Pada pH rendah, spesies Cr (VI) terutama dalam bentuk *univalent* (HCrO_4^-) sehingga spesies ini membutuhkan hanya satu sisi pertukaran, sehingga absorpsi meningkat.

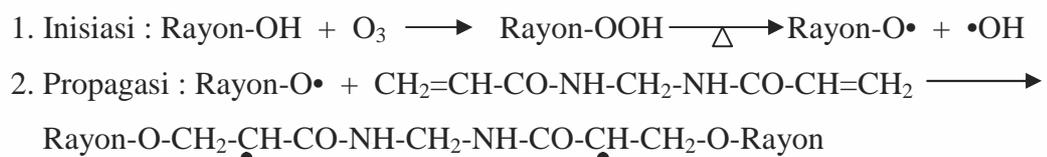


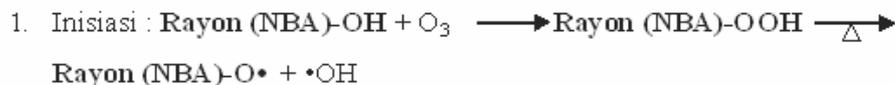
Gambar 4.11. Spesies Cr (VI) dalam larutan (Puspantari, 2009)

4.4. Mekanisme Reaksi

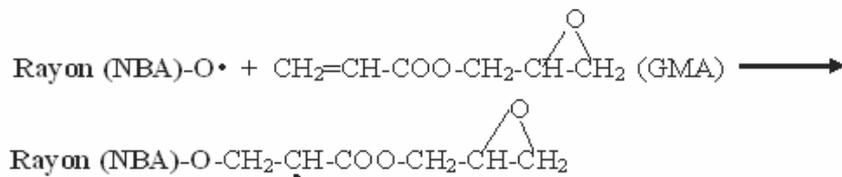
4.4.1. Mekanisme Reaksi Pengikatan Silang dengan NBA

Berdasarkan pengamatan dengan FTIR (Mulja, M, 1995) yang terdapat pada Lampiran 15 dan Gambar 4.7 penguatan serat rayon dengan NBA menunjukkan munculnya serapan pada bilangan gelombang 1647.21 cm^{-1} untuk vibrasi C-C vinil, 1535.34 cm^{-1} dan 1517.98 cm^{-1} untuk N-H sekunder, 1369.46 cm^{-1} untuk O-H primer, 1228.66 cm^{-1} untuk C-O-C vinil alkil, 1153.43 cm^{-1} untuk O-H tersier, 997.20 cm^{-1} untuk O-H vinil dan C-H vinil, maka mekanisme reaksi yang mungkin terjadi adalah yang menghasilkan produk (3) atau (4). Mekanisme reaksi pengikatan silang NBA pada serat rayon dapat digambarkan sebagai berikut:

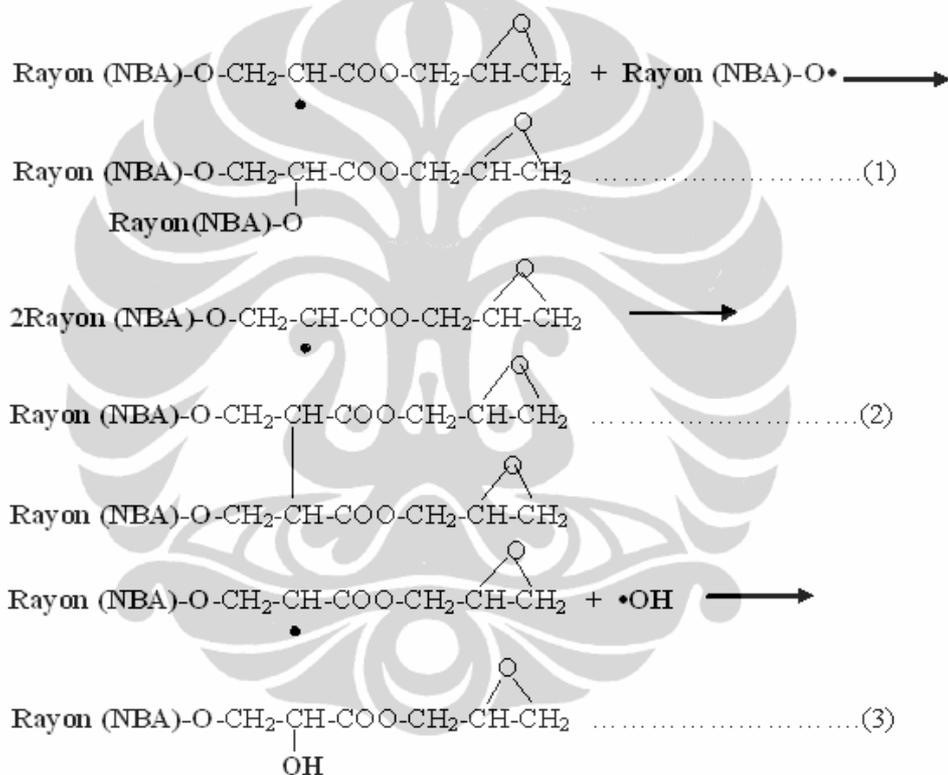




2. Propagasi :



3. Terminasi :

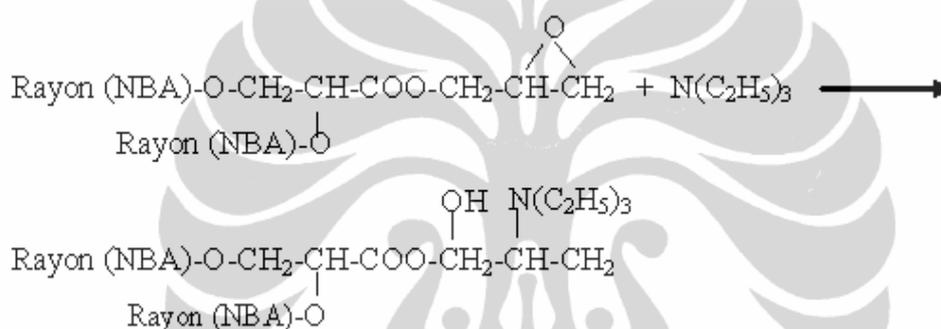


(ada 3 kemungkinan hasil reaksi GMA dengan rayon terikat silang NBA)

Berdasarkan pengamatan dengan FTIR (Lampiran 16) dan Gambar 4.7. pencangkakan GMA pada rayon yang diperkuat dengan NBA menunjukkan munculnya serapan pada bilangan gelombang 1714.23 cm^{-1} untuk C=O ester, 1641.42 cm^{-1} untuk C=C vinil, 1531.48 cm^{-1} untuk COO karboksilat, 1294.24 cm^{-1} untuk C-O-C epoksi, 1014.56 cm^{-1} untuk O-H alkohol, dan $906.54 - 759.95 \text{ cm}^{-1}$ untuk C-H vinil maka dapat disimpulkan bahwa hasil reaksinya adalah persamaan (3).

4.4.3. Mekanisme Reaksi TEA pada GMA Tercangkok

Gugus fungsi epoksi pada GMA tercangkok direaksikan dengan TEA. Berdasarkan pengamatan dengan FTIR yang terdapat pada Gambar 4.8 dan Lampiran 17, hasil reaksi GMA tercangkok dengan TEA menunjukkan serapan pada bilangan gelombang 2929.87 cm^{-1} untuk O-H, 1694.14 cm^{-1} untuk amina tersier, 1384.89 cm^{-1} untuk C-H dalam CH_3 , 1095.57 cm^{-1} untuk C-O-C ester, 999.13- 896.90 cm^{-1} untuk C-H dalam $-\text{CH}_2$, maka telah terjadi reaksi antara gugus epoksi dari GMA dengan TEA. Mekanisme reaksinya dapat digambarkan sebagai berikut:



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

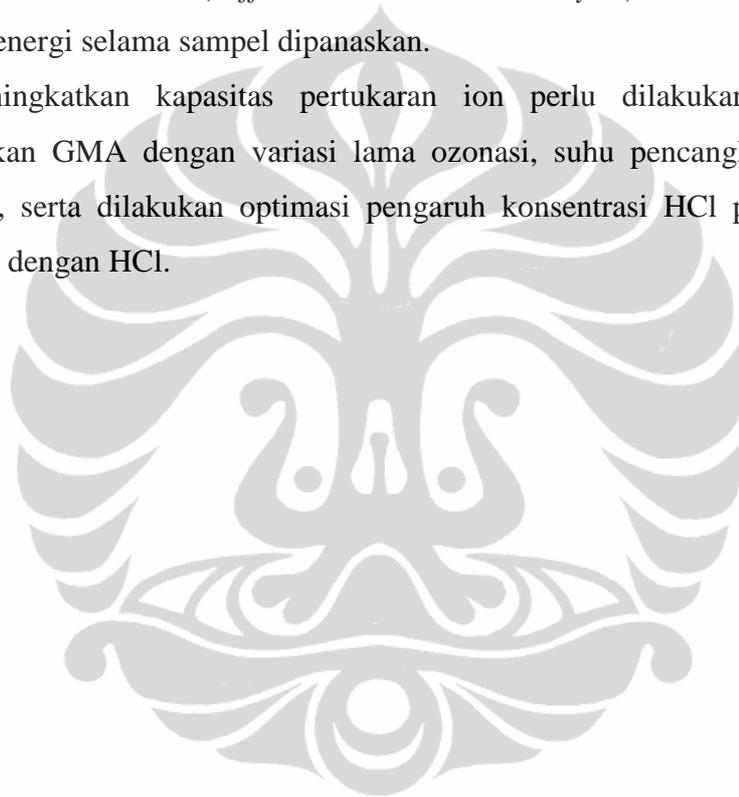
5.1. Kesimpulan

Pembuatan serat penukar anion dengan gugus fungsi TEA telah berhasil dilakukan melalui pencangkakan monomer GMA pada rayon terikat silang NBA melalui teknik ozonasi. Dari data yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa:

1. Kondisi optimal pencangkakan NBA pada rayon terjadi pada waktu ozonasi 90 menit, laju alir 0,3 L/min, konsentrasi NBA 5%, dan suhu pencangkakan 80°C. Berdasarkan pengamatan dengan FTIR, pencangkakan monomer NBA sebagai agen pengikat silang telah berhasil dilakukan dengan masuknya gugus C=O amida pada bilangan gelombang 1662 cm⁻¹ yang diperkuat dengan serapan pada bilangan gelombang 3500 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya N-H amida. Rayon terikat silang NBA lebih tahan terhadap asam dan basa. Pada kondisi asam terjadi penurunan berat 2.6% dibandingkan rayon asli terjadi penurunan berat 6.95%, dan tidak terjadi penurunan berat pada kondisi basa dibandingkan dengan rayon asli terjadi penurunan berat 18.9%.
2. Pencangkakan monomer GMA pada rayon terikat silang NBA berhasil dilakukan, yang ditunjukkan oleh munculnya gugus fungsi ester dan epoksi pada bilangan gelombang 1714 cm⁻¹ dan 1294 cm⁻¹ dari pengamatan dengan FTIR.
3. GMA tercangkok pada rayon terikat silang NBA, telah bereaksi dengan TEA melalui pembukaan cincin epoksi, yang ditunjukkan oleh masuknya amina tersier pada bilangan gelombang 1253.73 cm⁻¹ berdasarkan pengamatan dengan FTIR.
4. Kapasitas pertukaran ion dari serat termodifikasi sebesar 0.48 meq/g serat dengan persen pencangkakan GMA 102%. Kapasitas penyerapan terhadap Cr(VI) menurun dengan meningkatnya pH.

5.2. Saran

1. Reaksi pencangkakan dengan menggunakan radikal bebas menghasilkan produk yang bermacam-macam sehingga sulit diprediksi produk utamanya. Untuk itu pada penelitian selanjutnya diperlukan karakterisasi menggunakan TGA (*Thermogravimetry Analysis*) untuk mengukur perubahan berat selama sampel dipanaskan dan DTA (*Differential Thermal Analysis*) untuk mengukur perubahan energi selama sampel dipanaskan.
2. Untuk meningkatkan kapasitas pertukaran ion perlu dilakukan optimasi pencangkakan GMA dengan variasi lama ozonasi, suhu pencangkakan, dan konsentrasi, serta dilakukan optimasi pengaruh konsentrasi HCl pada reaksi antara TEA dengan HCl.



DAFTAR PUSTAKA

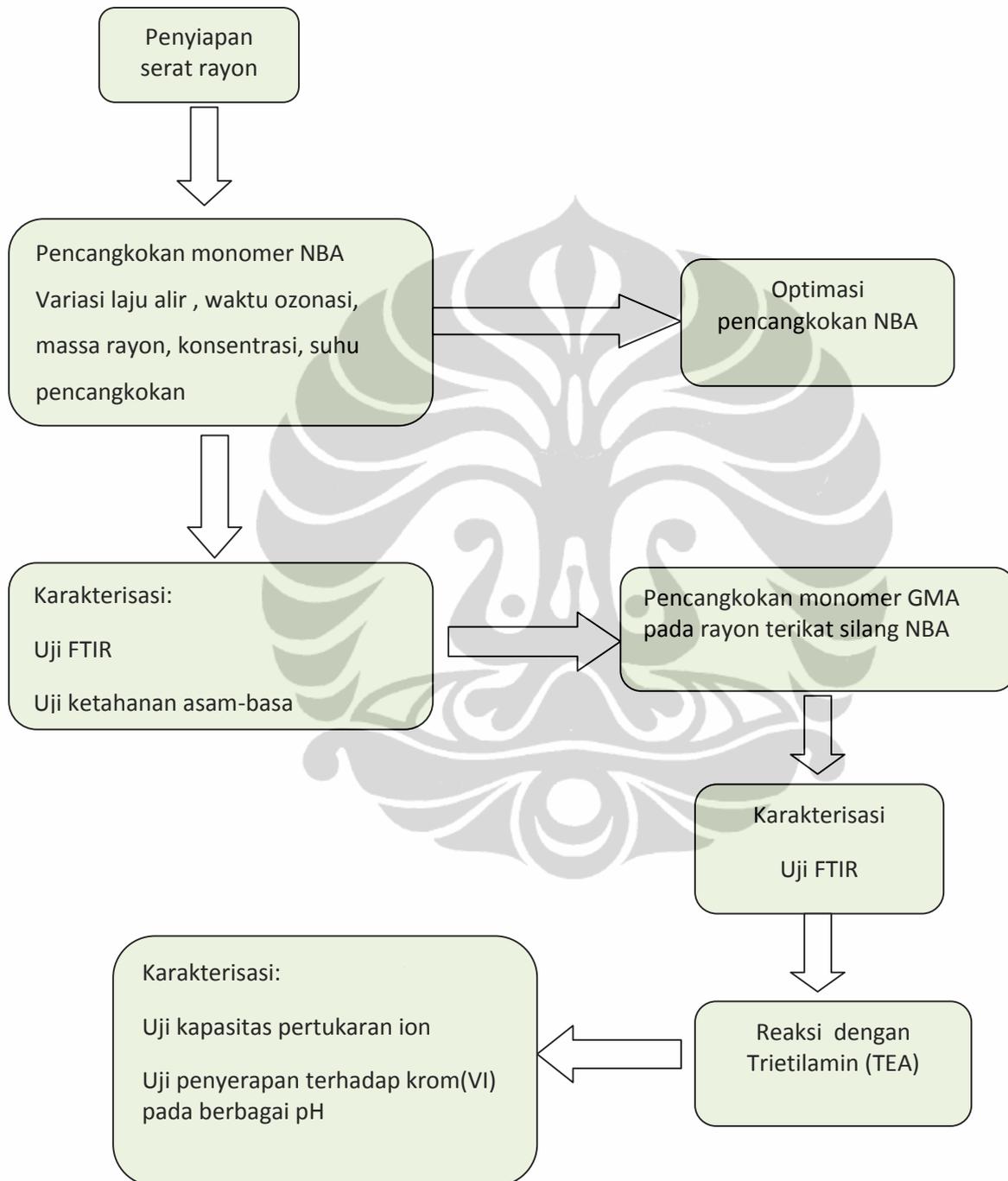
- Allock, H.R, Lampe, FW.1990. *Contemporary Polymer Chemistry*. Second Ed.Prentice-Hall, Inc. New Jersey, USA. p:21-63
- Auliya, Dina.2008. *Ikat Silang selulosa dengan N,N-Metilendiakrilamida (NBA) sebagai Matriks Pencangkakan Monomer Akrilamida (AAm) dan Glisidil Metakrilat-Asam Iminodiasetat (GMA-IDA) dengan Teknik Ozonasi*. Depok : Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Indonesia
- Bandrup,J., Immergut,E.H. 1989. *Polymer Handbook*, 3rd ed. John Wiley and Sons.
- Basuki,Fatmuanis.2000. *Sintesis dan Karakterisasi Kopolimer Grafting Radiasi Asam Akrlilat, Akrilamida, dan Campurannya pada Serat Rayon sebagai Penukar Ion*. Depok: Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Indonesia
- Bhattacharya,A, Misra, B.N. 2004. *Grafting : a versatile means to modify Polymers Techniques, factors and applications*. Prog. Polym.Sci.29:767-814
- Bill Meyer, F.W. 1984. *Textbook of Polymer Science*, 3rd ed., John Wiley & Sons, New York
- Cowd,M.A. 1991. *Kimia Polimer*. Terj. Firman,H.Penerbit ITB, Bandung
- Dasgupta,S. 1990. *Surface Modification of Polyolefins for Hidrophilicity and Dondability : Ozonization and Grafting Hydrophilic Monomer on Ozonized Polyolefins*. J. of Appl. Poym. Sci.41:223-248
- Dofner,K. 1991. *Ion Exchanger*, Walter de Gruyter, Berlin – New York
- Egawa, H., Nonaka,T.1985. *Studies on Selective Adsorbtion Resins: Preparation and Properties of Macroreticular Chelating Ion Exchange Resins Containing Phosphoric Acid*. J. Appl. Polym Sci.30:3239-3247
- Fessenden,R.J & Fessenden, J.S.1999. *Kimia Organik Ed.3*. Terj. Pudjaatmaka, A.H. penerbit Erlangga, Jakarta.
- Grondzinski, Joseph Jagur. 1997. *Heterogenous Modification of Polymer-Matriks and Surface Reaction*. New York: John Wiley & Sons Ltd.

- Hebeis, A. Waly, F. a. Abdel-Mohdy, A. S. Aly. 1997. *Synthesis and Characterization of Cellulose Ion Exchangers, I. Polymerization of Glycidyl Methacrylate, Dimethylaminoethyl Methacrylate, and Acrylic Acid with Cotton Cellulose Using Thiocarbonate_ H₂O₂ Redox System*. J. of Appl. Poy. Sci. 66:1029-1037
- Hesham H. Sokker, et al. 2009. *Radiation-induced grafting of glycidyl methacrylate onto cotton fabric waste and its modification for anchoring hazardous wastes from their solution*. Journal of Hazardous Materials xxx:1-8
- <http://www.pt-spv.com/indonesian/viscose/history.asp>
- 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
- Keisuke Sunaga, Kim Min, Kyoichi Saito, dan Kazuyuki Sugita. 1999. *Characteristics of Porous Anion-Exchange Membranes Prepared by Cografiting of Glycidyl Methacrylate with Divinylbenzene*. Chem. Mater, 11 (8), p. 1986–1989.
- Khopkar, SM. 2007. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Penerbit UI Press, Jakarta.
- Maya R. Unnithan and T.S. Anirudhan. 2001. *The kinetics and Thermodynamics of Sorption of Chromium (VI) onto the Iron(III) Complex of Carboxylated Polyacrylamide-Grafted Sawdust*. Ind.Eng.Chem.Res, 40:2693-2701.
- Miller, J.M. 1975. *Separation Methods in Chemical Analysis*. John Wiley & Sons, New York
- Mubarokah, Lu'lu. 2009. *Variasi Pelarut pada Pencangkakan Glisidil Metakrilat (GMA) pada Serat Terikat Silang N,N-Metilendiakrilamida (NBA) dan Modifikasinya dengan Asam Iminodiasetat (IDA) serta Karakterisasinya sebagai Penukar Ion*. Depok : Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Indonesia
- Mulja, Muhammad dan Suharman. 1995. *Analisis Instrumental*. Penerbit Airlangga University Press Surabaya. p.74-82.
- Ng L-T, Garnett JL, Zilic E, Nguyen D. *Effect of Monomer Structure on Radiation Grafting of Charge Transfer Complexes to Synthetic and Naturally Occurring Polymers*. Radiat Phys Chem 2001; 62:89-98

- 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.
- 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
- Pudjaatmaka, A.H. 1994. *Buku Ajar Vogel : Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*. Penerbit Buku Kedokteran EGC.
- Puspantari, Widy. 2009. *Sintesis Serat rayon-co-NBA-Graft-(GMA-DEA)⁺Cl⁻ sebagai Penukar Anion*. Depok : Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Indonesia
- Reegen, S.L. 1969. *Ring-Opening Polymerization*. Marcel Dekker Inc. New York & London. p : 15
- Sastrohamidjoyo, H. 1992. *Spektroskopi Inframerah*. Liberty : Yogyakarta.
- Sjostrom, E. 1995. *Kimia Kayu. Dasar-dasar dan Penggunaan*. Edisi 2. Terj. Sastrohamidjoyo, H. Gadjah Mada University Press, Yogyakarta. Hal: 265-293.
- Sopyan, Iis. 2001. *Kimia Polimer*. Jakarta : Pradnya Paramita, p: 109
- Suka, Irwan Ginting. 2010. *Kopolimerisasi Cangkok (Graft Copolymerization) N-isopropilakrilamida pada Film Selulosa yang Diinduksi oleh Sinar Ultraviolet dan Karakterisasinya*. Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung, Bandar Lampung, Indonesia. Makara, Sains, Vol: 14 No. 1. p: 1-6
- Tatsuya oshikiri, kyoichi Saito, kazuyuki Sugita. 1996. *Comparison of Formation site of graft Chain between Nonporous and porous Films Prepared by RIGP*. Chem. Mater, 8 : 2618-2621
- Vismara, Elena. 2009. *Surface Functionalization of Cotton Cellulose with Glycidyl Methacrylate and Its Application for The Adsorption of Aromatic Pollutans from Wastewaters*. HAZMAT-D-08-03670R1. Elsevier Editorial System for Journal of Hazardous Materials
- 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., 68, p. 2151-2157*

- Yuliya Bondar, Hong Je Kim, Seok Han Yoon, Yong Jin Lim. 2004. *Synthesis of Cation-exchange Adsorbent for Anchoring Metal Ions by Modification of Poly(glycidyl methacrylate) chains Grafted onto Polypropylene Fabric*. *Reactive & Functional Polymer* 58 : 43-51
- Zhang, M.C, E.T.Kang, K.G.Neoh.2000. *Consecutive Graft Copolymerization of Glycidyl methacrylate and Aniline on Poly(Tetrafluoroethylene) Film*. *Langmuir*, 16 : 9666-9672.



LAMPIRAN 1**Sistematika Kerja Pembuatan Serat Penukar Anion TEA**

LAMPIRAN 2
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

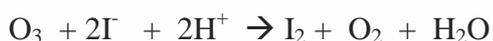
VISCOSE RAYON STAPLE FIBRE (REGULAR QUALITY)

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

LAMPIRAN 3

Perhitungan mg O₃ yang ditangkap KI

Titration iodometry is used to calculate the amount of O₃ that is not absorbed by KI based on the reaction:



Volume KI used 100 mL. As much as 25 mL KI solution is titrated using Na-tiosulfate 0.5155 M as much as 0.83 mL, then:

$$\text{mmol Na-tiosulfat} = 0.83 \text{ mL} \times 0.5155 \text{ mol/L} = 0.4279 \text{ mmol}$$

1 mol I₂ ∞ 2 mol Na-tiosulfat, then:

$$\text{mmol I}_2 \text{ yang terbentuk} = 0.5 \times 0.4279 \text{ mmol} = 0.2140 \text{ mmol}$$

$$\text{Total I}_2 \text{ yang terbentuk dalam 100 mL} = 100/25 \times 0.2140 \text{ mmol} = 0.8560 \text{ mmol}$$

1 mmol O₃ ∞ 1 mmol I₂, then:

$$\begin{aligned} \text{mg O}_3 &= 0.8560 \text{ mmol} \times 48 \text{ g/mol} \\ &= 41.088 \text{ mg} \end{aligned}$$

Tabel pengaruh laju alir, jumlah O₃ yang diserap KI dan %G terhadap pencangkakan NBA 1%, lama ozonasi 1 jam, suhu pencangkakan 70°C, dan waktu pencangkakan 1 jam (M Na Tiosulfat = 0.5155)

Laju Alir (L/min)	Volume Na Tiosulfat rata-rata	mg O ₃ yang diserap KI	%G
0.3	0.83 mL	41.0880	21.72
0.6	1.20 mL	59.3856	16.28
1	1.74 mL	86.1091	11.35

LAMPIRAN 4

Tabel pengaruh waktu ozonasi, %G, dan jumlah O₃ yang diserap KI pada pencangkakan NBA 1% suhu 70°C selama 1 jam dengan laju alir 0.3 L/min

Waktu (min)	Jumlah O ₃ yang diserap KI	%G
60	41.08	21.72
75	52.35	36.93
90	64.32	44.60
105	77.70	43.30
120	88.09	40.79

LAMPIRAN 5

Tabel pengaruh massa rayon dengan %G pada pencangkakan NBA 1%, laju alir 0.3 L/min waktu ozonasi 90 menit suhu pencangkakan 70°C selama 1 jam

Massa Rayon (g)	Jumlah O ₃ yang diserap KI	%G
1	76.7064	44.60
2	84.1296	44.65
3	95.0170	45.02

LAMPIRAN 6

**Tabel pengaruh konsentrasi NBA dengan % G, dengan laju alir
0.3 L/min, waktu ozonasi 90 menit, suhu pencangkakan 70°C selama 1 jam**

Konsentrasi (%)	%G
1	28.63
3	34.62
5	46.64
7	45.32

LAMPIRAN 7

**Tabel pengaruh suhu pencangkakan dengan % G NBA, dengan laju alir
0.3 L/min, waktu ozonasi 90 menit, konsentrasi 5% selama 1 jam**

Suhu Pencangkakan (°C)	%G
60	28.53
70	46.62
80	49.49
90	49.45

LAMPIRAN 8

Tabel pengaruh Konsentrasi GMA terhadap %G, dengan lama ozonasi 1 jam laju alir 0.3 L/min, suhu pencangkakan 60°C selama 1 jam

Konsentrasi (%)	%G
10	102
20	105

LAMPIRAN 9

Perhitungan mencari mmol GMA dan TEA

- 1 g R-co-NBA → 2,02 g R-co-NBA-g-GMA
- GMA tercangkok = $1.02 \text{ g} \times 1 \text{ mol}/142\text{g mol}^{-1} = 7.18 \text{ mmol}$ dalam 2.02 g serat
- Dalam 0.4 g serat = $0.4/2.02 \times 7.18 \text{ mmol} = 1.42 \text{ mmol}$
- 1.42 mmol GMA direaksikan dengan 2 mL TEA/20 mL DMF menghasilkan 0.5475 g R-co-NBA-g-GMA-TEA.
- mmol TEA = $0.5475 - 0.4 = 0.1475 \text{ g} \times 1 \text{ mol}/101 \text{ g mol}^{-1} = 1.46 \text{ mmol}$

Tabel perbandingan mol GMA dengan TEA dengan variasi suhu

Waktu reaksi (jam)	mmol GMA	mmol TEA	Suhu (°C)
2	1.42	1.04	80
2	1.42	1.09	90

Tabel perbandingan mol GMA dengan TEA dengan variasi waktu

Waktu reaksi (jam)	mmol GMA	mmol TEA	Suhu (°C)
2	1.42	1.09	90
4	1.42	1.46	90

LAMPIRAN 10

Uji Ketahanan terhadap Asam dan Basa

SERAT RAYON	BERAT AWAL	BERAT SETELAH DIRENDAM	
		HCl 2N	NaOH 2N
Asli	0.2000 g	0.1861 g	0.1622 g
R-g-NBA	0.2000 g	0.1948 g	0.2000 g

LAMPIRAN 11

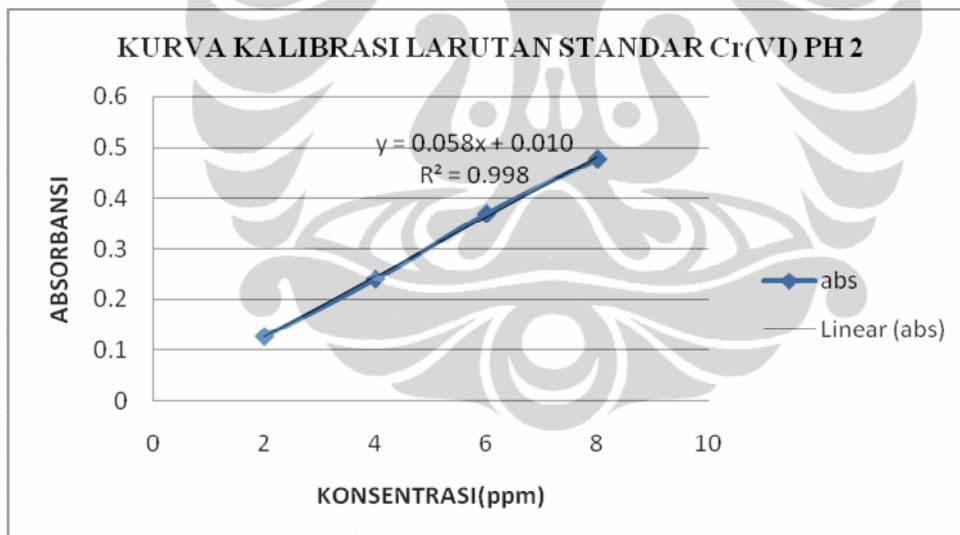
Perhitungan Kapasitas Pertukaran Ion

- 1 g serat rayon-co-NBA-g-GMA-TEA direndam dengan 25 mL larutan HCL 2N . Setelah dicuci dan air cucian bebas klor, ditukar dengan 50 mL NaNO₃ 0.25 N, ditampung dalam labu 100 mL. 10 mL dititrasi dengan AgNO₃ 0.01N sebanyak 2.4 mL
- $\text{mek Cl}^- = 0.01\text{N} \times 2.4 \text{ mL} = 0.024 \text{ mek}$ (dalam 10 mL efluen)
- Dalam 100 mL = $100/10 \times 0.024 \text{ mek} = 0.24 \text{ mek/g}$ serat
- Sebelum diencerkan = $100/50 \times 0.24 \text{ mek/g}$ serat
- **Kapasitas pertukaran ion = 0.48 mek/g**

LAMPIRAN 12

Tabel Absorbansi Larutan Standar Cr(VI) pada pH 2

Konsentrasi (ppm)	absorbansi
2	0.1285
4	0.2403
6	0.3698
8	0.4769



LAMPIRAN 13

Perhitungan Kd Cr(VI)

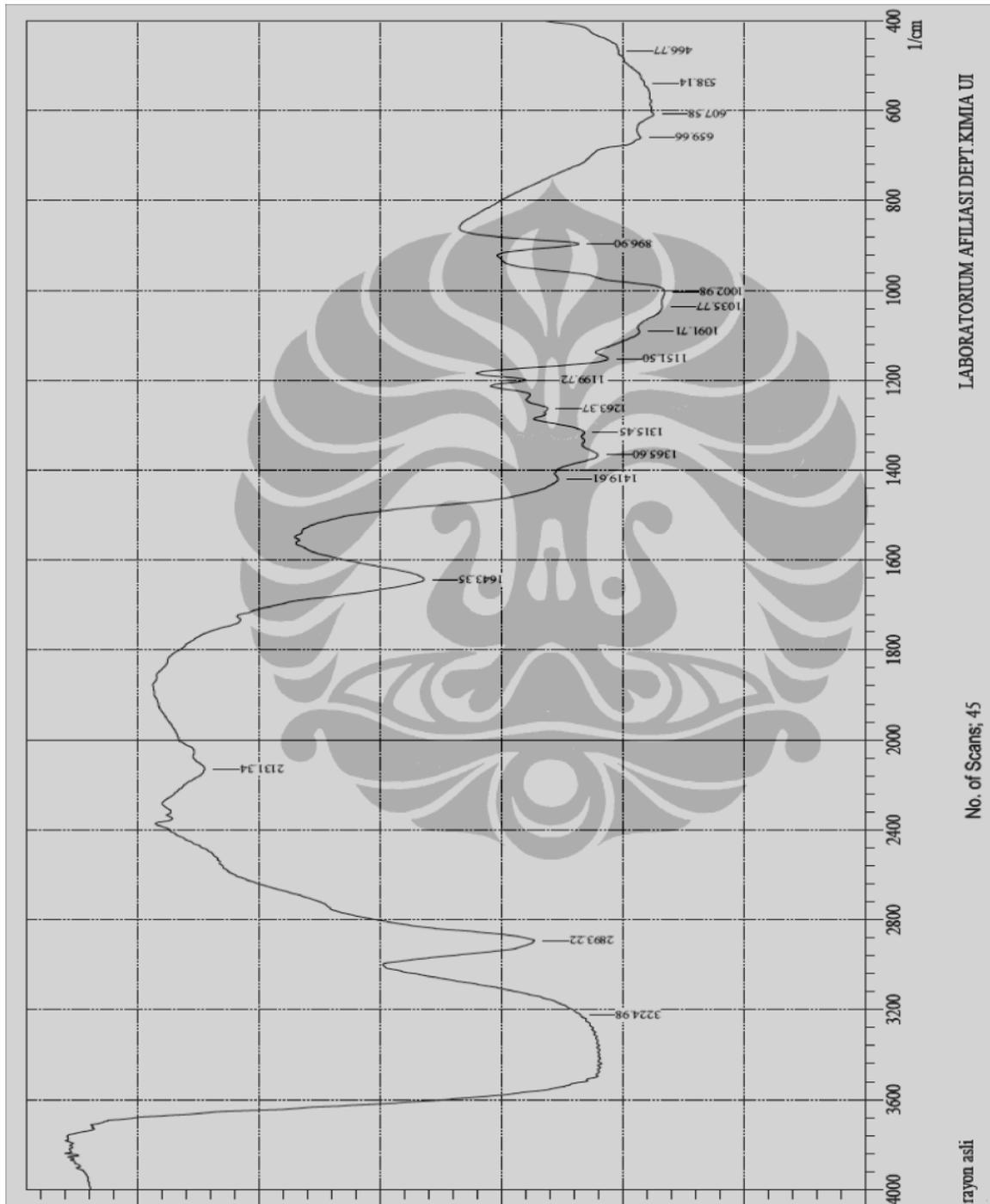
- Dari kurva kalibrasi larutan standar Cr(VI) didapatkan persamaan linear :
- $Y = 0.059x + 0.004$, di mana Y = Absorbansi, dan x = konsentrasi.
- Sebagai contoh perhitungan, pada penyerapan 25 mL larutan Cr(VI) 10 ppm pada pH 2
- Absorbansi larutan sisa adalah 0.0847, dengan mensubstitusikan nilai Y maka x dapat dihitung, dan hasilnya 1.3678 ppm
- Konsentrasi larutan awal = 10 ppm, maka Cr(VI) yang diserap = 8.6322 ppm
- Contoh perhitungan dengan 25 mL larutan Cr(VI) 10 ppm dengan 0.1 g serat.
 Konsentrasi Cr(VI) yang diserap / g serat = $8.6322 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL} / 0.1 \text{ g}$
 $= 2.1581 \text{ mg/g}$

$$\begin{aligned} Kd &= Cs/Cm \\ &= 2.1581 \text{ mg/g} / 1.3678 \text{ mg/L} \\ &= \underline{\underline{1.58 \text{ L/g}}} \end{aligned}$$

Tabel Kd penyerapan Cr(VI) dengan Variasi pH

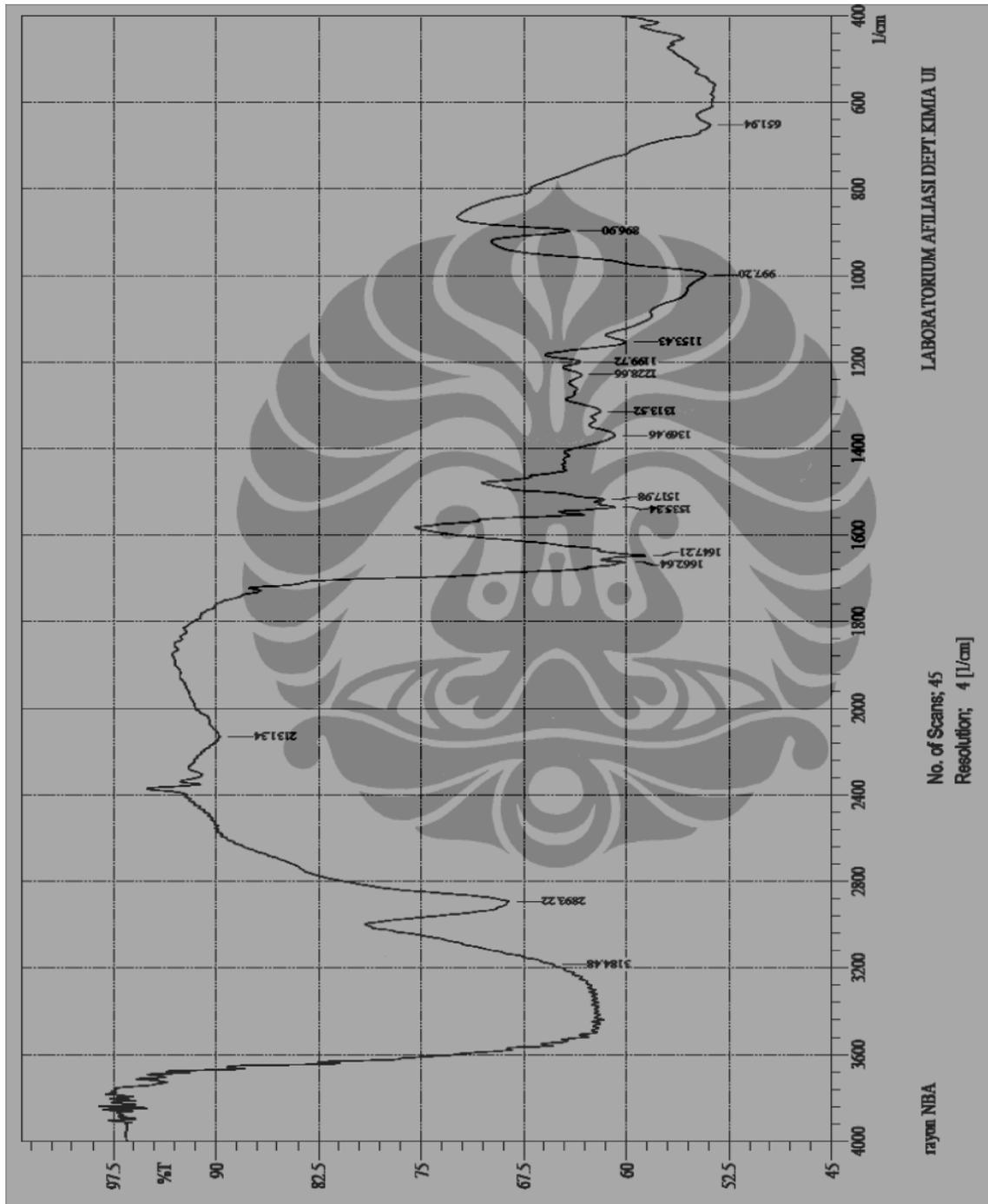
Absorbansi	pH	Cr sisa (ppm)	Cr diserap rayon (ppm)	Cr diserap (mg/g)	Kd(L/g)
0.0847	2	1.3678	8.6322	2.1581	1.58
0.1029	3	1.6763	8.3237	2.0809	1.24
0.2655	4	4.4322	5.5678	1.3920	0.31
0.2702	5	4.5119	5.4881	1.3720	0.30
0.3033	6	5.0729	4.9271	1.2318	0.24
0.2936	7	4.9085	5.0915	1.2729	0.26
0.2806	8	4.6881	5.3119	1.3280	0.28

LAMPIRAN 14
HASIL FTIR RAYON ASLI



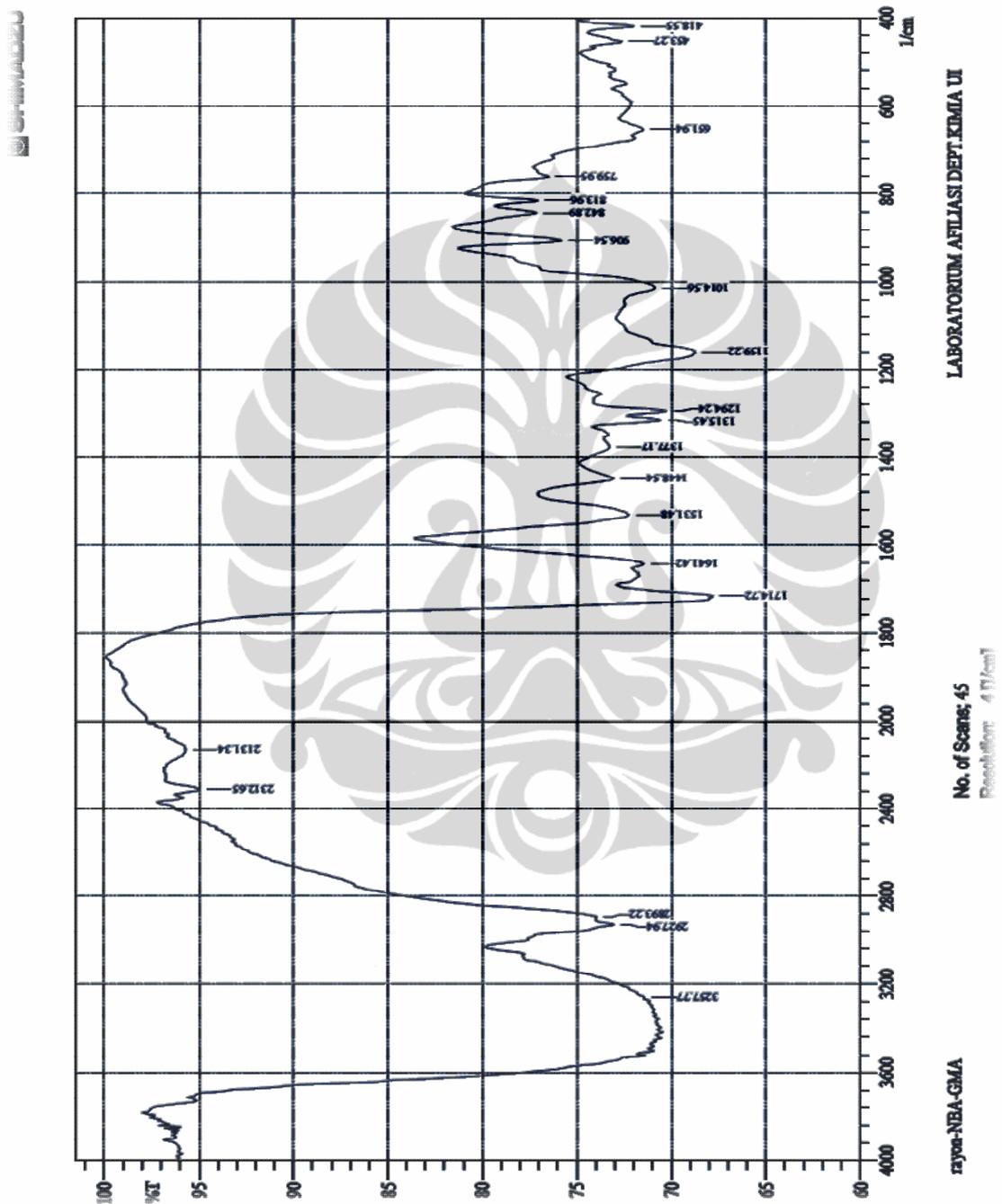
LAMPIRAN 15

HASIL FTIR RAYON TERIKAT SILANG NBA



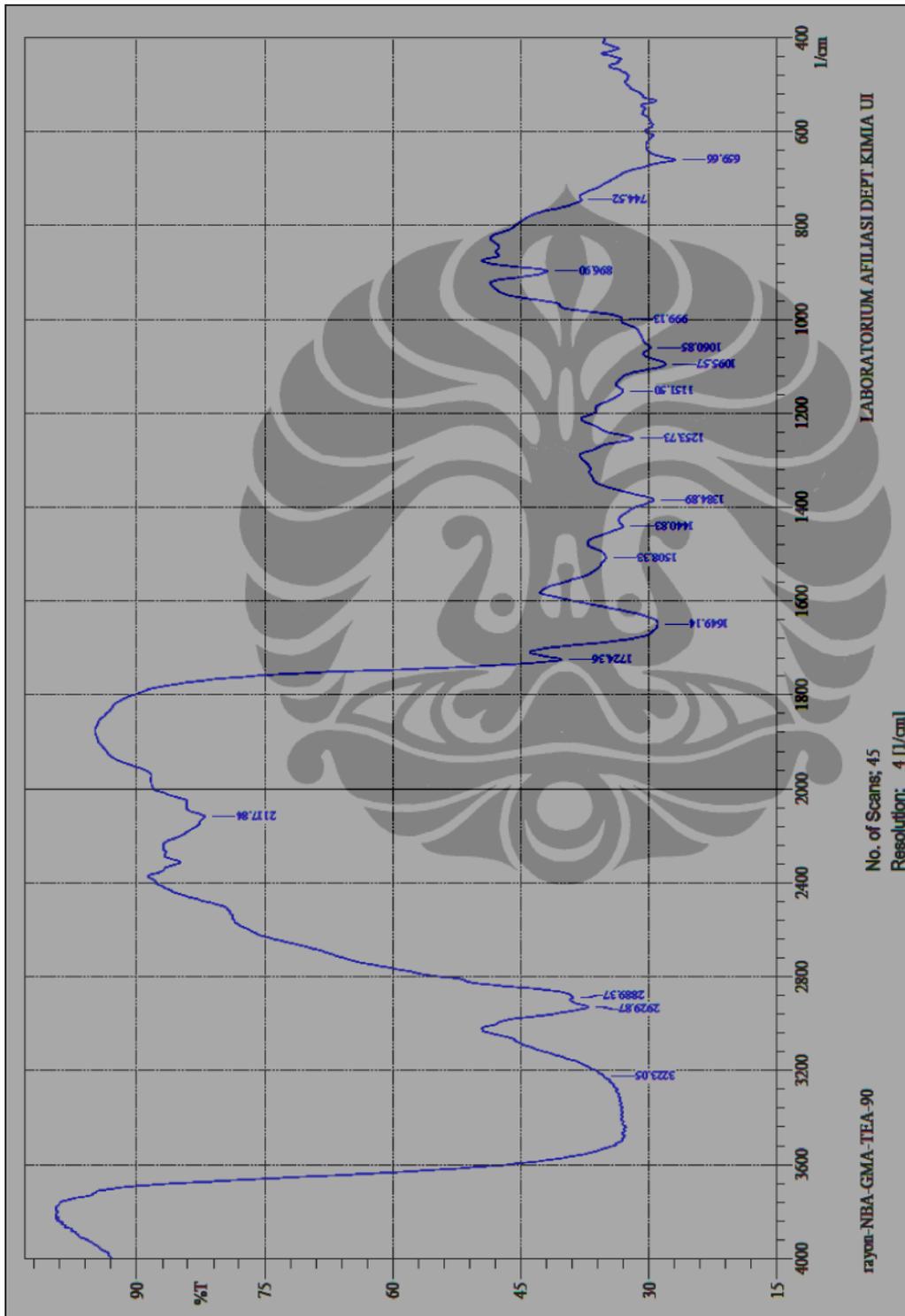
LAMPIRAN 16

HASIL FTIR GMA TERCANGKOK PADA RAYON TERIKAT SILANG NBA

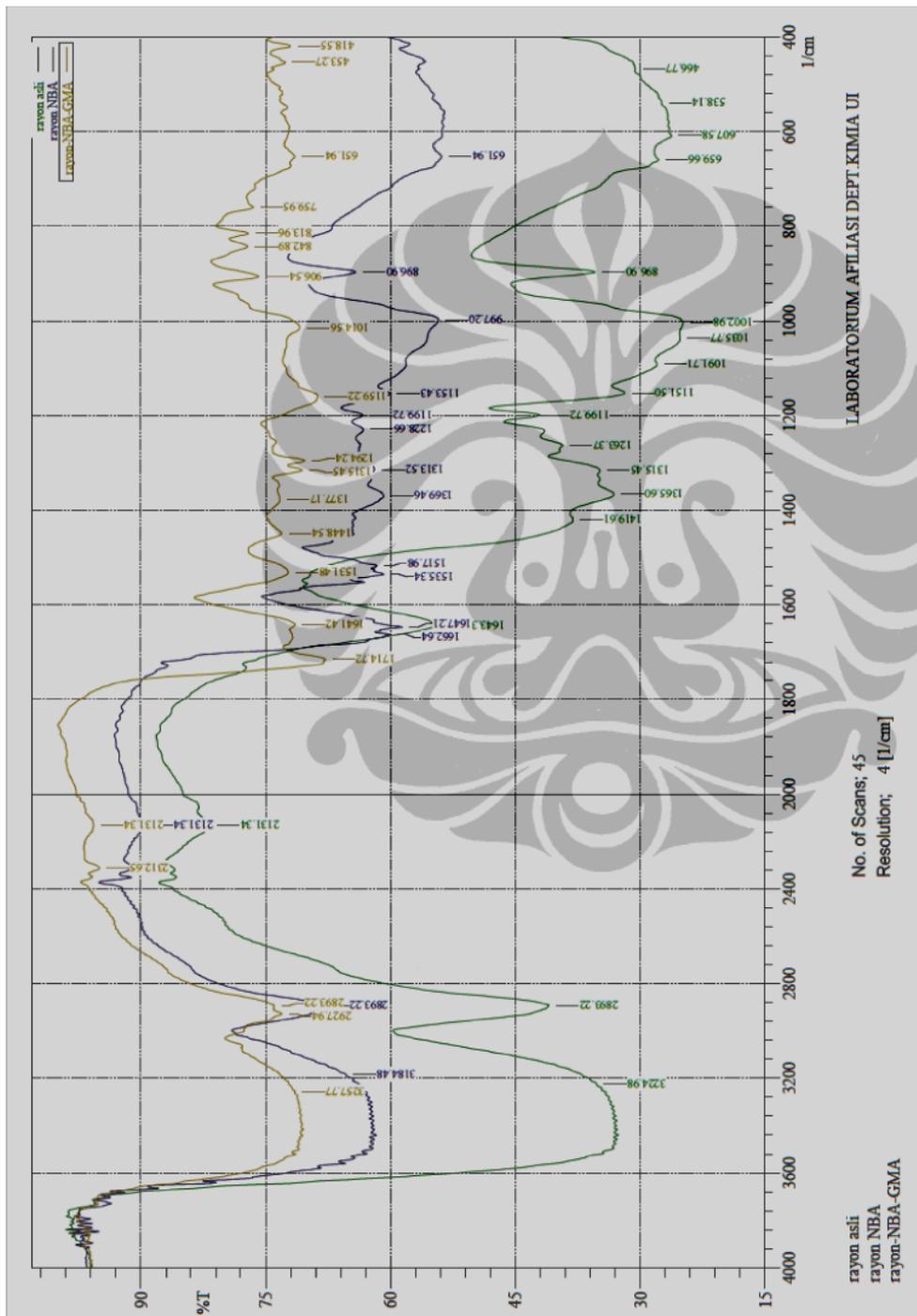


LAMPIRAN 17

HASIL FTIR REAKSI TEA PADA GMA TERCANGKOK



LAMPIRAN 18
HASIL FTIR GABUNGAN
(RAYON ASLI, RAYON-NBA, GMA PADA RAYON-NBA)



LAMPIRAN 19
HASIL FTIR GABUNGAN
(GMAPADA RAYON-NBA DENGAN REAKSI GMA -TEA)

