

## MODIFIKASI SERAT RAYON SEBAGAI ADSORBEN LOGAM BERAT

### *(Modification of Rayon Fiber as Heavy Metals Adsorbent)*

Dwi Endah Rachmawati<sup>1)</sup>, Novita Elia<sup>2)</sup>, Endang Asijati<sup>3)</sup> dan Helmiyati<sup>3)</sup>

<sup>1)</sup>Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Minyak dan Gas Bumi "LEMIGAS"  
Jl. Ciledug Raya Kav. 109, Cipulir, Kebayoran Lama, Jakarta Selatan 12230

<sup>2)</sup>Pusat Promosi dan Sertifikasi Hasil Pertanian  
Jl. Jambore Raya No. 1 Cibubur, Jakarta Timur 13720

<sup>3)</sup>Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia  
Kampus Universitas Indonesia, Depok 16424

E-mail: [dwi.rachmawati@esdm.go.id](mailto:dwi.rachmawati@esdm.go.id)

Teregistrasi I tanggal 11 Juni 2019; Diterima setelah perbaikan tanggal 6 Agustus 2019;  
Disetujui terbit tanggal: 30 Agustus 2019

### ABSTRAK

Logam berat merupakan permasalahan serius untuk lingkungan. Salah satu solusi mengatasinya yaitu dengan pemisahan menggunakan adsorben berbahan dasar serat selulosa. Penelitian ini bertujuan untuk memodifikasi serat rayon dan mengaplikasikannya pada ion logam berat untuk mengetahui kemampuan adsorpsi dan regenerasinya. Proses modifikasi diawali dengan teknik ozonisasi, proses ikat silang dengan N,N'-metilenbisakrilamida (NBA), pencangkokan glisidil metakrilat (GMA), dan fungsionalisasi dietilentriamin (DETA). Karakterisasi yang dilakukan meliputi analisis spektrofotometri Fourier Transform Infrared (FTIR), derajat pengembangan, dan ketahanan terhadap asam dan basa. Serat termodifikasi kemudian diaplikasikan untuk mengadsorpsi ion logam berat Cu(II), Cd(II) dan Pb(II) pada variasi kondisi pH 3-7. Pencangkokan GMA pada serat rayon terikat silang melalui teknik ozonisasi dilakukan pada temperatur 70°C, waktu reaksi 150 menit, dan konsentrasi GMA 5% menghasilkan persen pencangkokan sebesar 202,76%. Serat rayon tercangkok ini memiliki derajat pengembangan lebih kecil dibandingkan serat rayon awal, namun memiliki ketahanan asam dan basa yang lebih baik. Keberhasilan pembukaan cincin epoksi GMA ditunjukkan oleh spektrum FTIR dan diperoleh persen DETA yang terfungsionalisasi sebanyak 76,59% mol. Hasil aplikasi adsorpsi ion logam berat menunjukkan bahwa serat rayon termodifikasi efektif untuk menurunkan kandungan ion logam berat terutama ion Cu(II) hingga 1,438 mmol/gram adsorben pada pH 5. Serat rayon termodifikasi ini juga dapat diregenerasi dan digunakan kembali.

**Kata Kunci :** Adsorben, rayon, glisidil metakrilat (GMA), dietilentriamin (DETA), logam berat

### ABSTRACT

Heavy metals are serious problem for the environment. Those can be removed by using cellulose fiber based adsorbent. The objective of this study was to modify rayon fiber and to study its adsorption capacity and regeneration ability towards heavy metals ions. The modification was initiated through ozonation technique, crosslinking process by using N,N'-methylenebisacrylamide (NBA), grafting of glycidyl methacrylate (GMA), and reaction with diethylenetriamine (DETA). The analysis was conducted by using Fourier Transform Infrared (FTIR) spectrophotometry, swelling ratio, and acid and base resistance. Then, the modified rayon fiber was applied to adsorb heavy metals Cu(II), Cd(II), dan Pb(II) ions with variations of pH 3-7. The temperature and time of GMA grafting onto rayon fiber were 70°C and 150 minutes respectively with GMA concentration of 5% and 202.76%

of grafting yield was produced. The grafted rayon fiber had smaller swelling ratio than native rayon fiber, but better acid and base resistance. The success of epoxy ring opening of GMA proved by FTIR spectrophotometer and 76.59% mol of DETA was functionalized. The modified rayon fiber was effective to reduce heavy metal ions especially Cu(II) ion up to 1.438 mmol/gram adsorbent at pH 5. It can also be regenerated and reusable.

**Keywords:** Adsorbent, rayon, glycidil methacrylate (GMA), diethylenetriamine (DETA), heavy metals

## I. PENDAHULUAN

Logam berat merupakan masalah yang terus dikaji penanggulangannya dikarenakan sifatnya yang toksik dan mengendap di dalam tubuh. Pada industri, logam berat perlu untuk dihilangkan dahulu dari dalam limbah cairan sebelum dibuang ke lingkungan. Banyak penelitian yang telah dilakukan mengenai pemisahan logam berat tersebut, misalnya pengendapan dengan bahan kimia, adsorpsi karbon, resin penukar ion, proses separasi dengan membran, dan lain-lain. Salah satu alternatif dalam pemisahan logam berat yaitu dengan memodifikasi adsorben berbahan dasar selulosa.

Pemilihan selulosa sebagai rantai utama (*backbone*) polimer didasarkan pada ketersediaannya yang mudah, biaya yang relatif murah, kapasitas adsorpsi yang baik, selektivitas adsorpsi pada ion logam berat, dan sebagainya. Salah satu jenis selulosa yang dapat digunakan sebagai rantai utama yaitu serat rayon. Serat rayon merupakan serat semi sintesis yang dibuat dari serat alami selulosa dan memiliki unit berulang lebih panjang daripada selulosa alami. Serat rayon memiliki karakteristik yang hampir sama dengan kapas. Bentuk serat ini disenangi karena memudahkan pemisahan kembali adsorben dari matriks sampel yang berupa cairan. Selain itu, serat rayon dapat dimodifikasi dengan gugus fungsional sesuai dengan karakteristik logam ataupun molekul yang akan diadsorpsi.

Modifikasi serat rayon dapat dilakukan karena adanya gugus hidroksi yang menyebabkan serat rayon memberikan respon yang baik dalam interaksinya dengan cairan maupun gas (Li, et al., 2008). Akan tetapi, serat rayon kurang baik ketahanannya terhadap asam maupun basa sehingga perlu dilakukan proses ikat silang (*crosslink*). Salah satu senyawa pengikat silang yang sering digunakan adalah N,N'-Metilenbisakrilamida (NBA) yang dapat mengubah mikro struktur selulosa. Reaksi ikat silang didahului dengan proses inisiasi. Teknik ozonisasi merupakan metode inisiasi termal yang memiliki banyak kelebihan, yaitu membentuk

peroksida yang terdistribusi seragam pada permukaan polimer, memberikan hasil keberulangan yang baik, lebih sederhana pengerjaannya dibandingkan teknik radiasi, relatif murah, dapat diatur kondisi dan persen pencangkakan yang diinginkan, serta dapat diaplikasikan pada permukaan polimer yang memiliki geometri rumit.

Akan tetapi, serat rayon tidak dapat mengikat ion logam secara langsung sehingga perlu dimodifikasi dengan senyawa yang mengandung gugus kelat turunan amin dan gugus vinil seperti akrilonitril (Kaur, et al., 2013) ataupun asam akrilat. Serat rayon dapat dimodifikasi dengan ligan etilendiamin menggunakan glisidil metakrilat (GMA) sebagai penghubung.

Tujuan penelitian ini yaitu mensintesa dan memodifikasi adsorben serat rayon dengan cara mereaksikan serat rayon terikat silang dengan GMA dan senyawa amin dietilendiamin (DETA). Produk yang dihasilkan kemudian direaksikan dengan ion logam berat Cu, Pb dan Cd untuk melihat kemampuan adsorpsi serta regenerasinya.

## II. BAHAN DAN METODE

### A. Bahan

Serat rayon yang digunakan pada penelitian ini memiliki *regular quality* yang diperoleh dari PT Indo-Barat Rayon. Bahan kimia yang digunakan yaitu N,N'-Metilenbisakrilamida (NBA) p.a., larutan standar logam (Cu<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup>, dan Pb<sup>2+</sup>), HCl 37%wt p.a., NaOH, metanol p.a., dan 1,4-dioksan produksi Merck, monomer glisidil metakrilat produksi (GMA) dan dietilendiamin (DETA) produksi Sigma Aldrich, n-heksana teknis, *aquadest*, serta gas N<sub>2</sub> *Ultra High Purity* (UHP) dengan kemurnian 99,99% produksi CV Prima.

### B. Metode

#### 1. Sintesis Serat Rayon Termodifikasi

Serat rayon diekstrak dalam *soxlet* dengan pelarut n-heksana selama 3 jam lalu dikeringkan pada temperatur 60°C selama 4 jam. Selanjutnya,

sebanyak 4,00 gram serat rayon dimasukkan ke dalam tabung *impinger* untuk diozonisasi selama 90 menit dengan laju alir 1 L/menit. Serat yang telah diozonisasi kemudian ditambahkan larutan monomer NBA 5% (w/v) dalam pelarut metanol:air (1:9), kemudian dipanaskan pada temperatur 80°C selama 3,5 jam sambil dialiri gas N<sub>2</sub> pada kecepatan alir rendah untuk menghilangkan oksigen terlarut.

Serat rayon terikat silang yang terbentuk kemudian dicuci dan diekstraksi menggunakan *soxlet* dengan pelarut monomer selama 2 jam. Produk yang dihasilkan kemudian dikeringkan pada temperatur 60°C dan ditimbang sampai massa konstan. Persen pencangkakan kopolimer ikat silang dihitung dengan menggunakan rumus umum pada Persamaan 1.

$$\%G = \frac{W-W_0}{W_0} \times 100\% \quad (1)$$

W = massa serat rayon terikat silang (g)

W<sub>0</sub> = massa serat awal (g)

Serat rayon terikat silang kemudian diozonisasi kembali selama 60 menit, lalu direndam dalam larutan GMA 5% (v/v) pada temperatur 70°C selama 150 menit (Rachmawati 2013). Produk yang terbentuk untuk selanjutnya disebut serat rayon-NBA-g-GMA.

## 2. Modifikasi Serat Rayon-NBA-g-GMA dengan DETA

Serat rayon-NBA-g-GMA direaksikan dengan larutan DETA 25% (v/v) pada temperatur 70°C selama 8 jam. Serat termodifikasi lalu dicuci dengan *aquadest* hingga netral dan dikeringkan pada temperatur 60°C hingga bobot konstan, lalu ditimbang bobot setelah reaksi dan dihitung mmol DETA per gram adsorben (serat rayon-NBA-g-GMA-DETA) pada Persamaan 2 (Bayramoğlu and Arica 2005).

$$\text{mmol} \frac{\text{DETA}}{\text{g}} \text{ adsorben} = \frac{W_3 - W_2}{W_3 \times \text{Mr DETA}} \times 1000 \quad (2)$$

W<sub>2</sub> = massa serat rayon-NBA-g-GMA (g)

W<sub>3</sub> = massa serat termodifikasi DETA  
(serat rayon-NBA-g-GMA) (g)

Mr DETA = massa molekul DETA  
(103,17 g/mol)

## 3. Karakterisasi Serat Rayon Termodifikasi

Serat rayon awal, terikat silang, tercangkok, dan termodifikasi dianalisis dengan menggunakan FTIR. Selain itu, serat rayon awal, terikat silang, dan tercangkok diamati perubahan sifat fisika maupun sifat kimianya. Parameter yang diuji yaitu derajat pengembangan (*swelling ratio*), ketahanan terhadap asam dan basa serta kapasitas pertukaran ion.

### a. Penentuan Derajat Pengembangan Serat (Swelling Ratio)

Derajat pengembangan serat ditentukan dengan merendam 0,1 gram serat termodifikasi ke dalam air 25 ml *aquadest* selama 1 jam. Kemudian disaring dan didiamkan selama 30 menit sampai tidak ada air yang menetes, lalu ditimbang. *Swelling ratio* diperoleh dari kenaikan massa serat setelah direndam dikalikan 100%.

### b. Uji Ketahanan terhadap Asam dan Basa

Serat termodifikasi dan serat rayon asli diuji ketahanannya terhadap kondisi asam dan basa dengan cara merendam serat dalam larutan HCl 2 N dan NaOH 2 N selama 1 jam pada temperatur ruang. Kemudian dikeringkan dalam oven sampai beratnya konstan. Persen penurunan berat diperoleh dari penurunan massa serat setelah direndam dengan asam maupun basa.

### c. Penentuan Kapasitas Pertukaran Ion

Sebanyak 0,1 gram serat rayon termodifikasi DETA direndam dalam larutan HCl berlebih (25 ml HCl 1 N) selama 2 jam. Setelah penyaringan, diambil 1 ml filtrat dan diencerkan hingga 10 ml. Kadar asam yang tersisa dalam larutan tersebut diukur melalui titrasi dengan larutan NaOH 0,1 N dengan menggunakan indikator *phenol phtalein* (PP). Kadar amina total pada polimer dihitung dari selisih asam total dikurangi asam sisa reaksi dengan serat termodifikasi. Kadar amina total inilah yang diukur sebagai kapasitas pertukaran ion.

## 4. Aplikasi Serat Rayon-NBA-g-GMA-DETA sebagai Adsorben Ion Logam Berat

Adsorpsi dilakukan dengan sistem *batch* melalui penyetimbangan sejumlah serat termodifikasi dengan larutan ion logam dengan konsentrasi tertentu selama waktu tertentu. Konsentrasi akhir ion logam setelah proses adsorpsi diukur dengan menggunakan *Atomic Adsorption Spectrometer* (AAS).

**a. Penentuan Koefisien Distribusi Beberapa Ion Logam pada Berbagai pH**

Sebanyak 0,05 gram serat rayon termodifikasi direaksikan dengan masing-masing 50 ml larutan ion logam Cu(II), Pb(II), dan Cd(II) dengan konsentrasi ion 10 ppm. Lalu dilakukan variasi sistem pada pH 3, 4, 5, 6, dan 7 dengan *buffer* asetat selama 1 jam. Ion logam yang tersisa dianalisis dengan AAS. Koefisien distribusi diperoleh dari perbandingan konsentrasi logam terserap dibagi konsentrasi logam tersisa.

**b. Penentuan Selektivitas Adsorpsi pada Campuran Ion Logam**

Sebanyak 0,05 gram serat rayon termodifikasi dikontakkan dengan masing-masing 50 ml larutan ion logam Cu(II), Pb(II), dan Cd(II) 10 ppm selama 1 jam. Ion logam yang tersisa dianalisis dengan AAS. Selektivitas diperoleh dari perbandingan adsorpsi logam pada campuran.

**c. Penentuan Kapasitas Adsorpsi Maksimum untuk Ion Cu(II)**

Sejumlah 0,1 gram serat rayon termodifikasi direaksikan dengan 25 ml ion logam Cu(II) dengan konsentrasi 1000 ppm selama 4 jam. Ion logam yang tersisa dianalisis dengan AAS. Kapasitas adsorpsi maksimum diperoleh dari selisih konsentrasi ion Cu(II) total dikurangi konsentrasi ion Cu(II) sisa.

**d. Studi Regenerasi dan Reusability**

Untuk mengetahui *reusability* dari adsorben ini, dilakukan proses adsorpsi-desorpsi sebanyak tiga siklus. Proses adsorpsi dilakukan pada waktu kesetimbangan adsorpsi pada konsentrasi 100 ppm, sedangkan proses desorpsi dilakukan pada waktu kesetimbangan desorpsi. Sebelum memulai proses adsorpsi siklus berikutnya, adsorben yang telah dilakukan desorpsi dalam HCl dicuci hingga netral kemudian direndam terlebih dahulu dalam NaOH 0,1 N selama 15 menit dan dikondisikan lagi pada pH optimum penyerapan. Pengukuran penyerapan ion logam dilakukan dengan menggunakan AAS.

**III. HASIL DAN DISKUSI**

Telah banyak dilakukan penelitian mengenai modifikasi serat rayon, misalnya dengan mencangkokkan serat rayon dengan asam akrilat (Kaur, et al., 2010) (Singha & Rana, 2012), akrilonitril (Kaur, Sharma, and Kumari 2013), asam 1,2,3,4-butanatetrakarboxilat (Li, et al., 2008),

maupun kitosan dan senyawa logam kompleks Prussian blue (Dechojara, et al., 2017). Modifikasi tersebut dilakukan untuk memperoleh gugus fungsi yang sesuai dengan logam yang akan diadsorpsi. Pada penelitian ini, gugus aktif yang bereaksi dengan ion logam Cu(II), Pb(II) dan Cd(II) adalah gugus amina pada DETA.

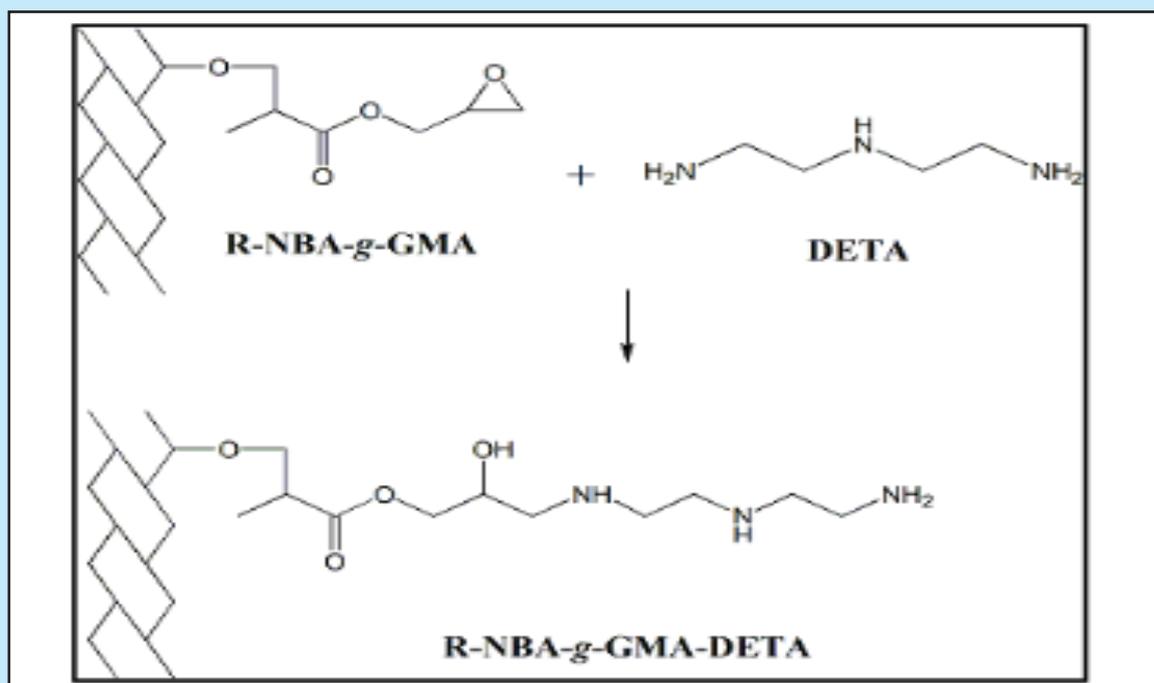
**A. Sintesis Serat Rayon Termodifikasi**

Pada proses pencangkokan GMA pada serat rayon terikat silang, diperoleh persen pencangkokan serat rayon sebesar 202,76%. Kondisi pencangkokan GMA terhadap serat rayon ini merupakan hasil dari studi sebelumnya. Pemilihan temperatur sejalan dengan penelitian pencangkokan asam akrilat pada kitosan dengan radiasi sinar gamma  $^{60}\text{Co}$  dimana semakin tinggi temperatur maka persen pencangkokan semakin besar hingga temperatur 70°C, kemudian kenaikan temperatur selanjutnya memberikan hasil kopolimerisasi yang tidak terlalu besar.

Demikian pula dengan waktu pencangkokan GMA. Semakin lama waktu pencangkokan, semakin besar persen pencangkokan yang dihasilkan hingga titik tertentu kemudian kurva pun mendatar. Hal ini dapat disebabkan karena rantai polimer yang sedang tumbuh saling menghancurkan satu sama lain yang menyebabkan homopolimerisasi reaksi radikal monomer dan backbiting radikal aktif (Singha & Rana, 2012).

GMA yang telah dicangkok kemudian direaksikan dengan DETA. Hasil pencangkokan DETA pada serat rayon-NBA-g-GMA pada temperatur 70°C, waktu reaksi 8 jam dan konsentrasi DETA 25% yaitu sebesar 76,59%. Reaksi antara GMA dan DETA merupakan reaksi adisi nukleofilik epoksida dengan amina. Reaksi yang terjadi diilustrasikan pada Gambar 1.

Reaksi yang belum sempurna dapat disebabkan karena kemampuan DETA untuk berdifusi belum cukup untuk dapat berinteraksi dengan seluruh gugus epoksi pada GMA. Selain itu, dapat disebabkan karena faktor sterik GMA yang menghalangi DETA untuk berdifusi ke molekul GMA yang posisinya lebih dalam. Faktor jenis pelarut juga mempengaruhi difusi DETA. 1,4-dioksan merupakan pelarut yang paling baik dibandingkan toluen, isopropil alkohol, dan air (Elia, 2013). Hal ini disebabkan karena gugus GMA yang hidrofobik serta struktur dioksan yang sama-sama merupakan eter siklis.



Gambar 1  
Skema reaksi modifikasi serat rayon-NBA-g-GMA-DETA (Elia 2013).

### B. Spektrofotometer Fourier Transform Inframerah (FTIR)

Karakterisasi dengan menggunakan FTIR untuk memastikan terjadinya pencangkakan GMA dan reaksi pembukaan cincin epoksi oleh DETA tercantum pada Gambar 2 sampai dengan Gambar 4.

Gambar 2 menunjukkan spektrum dari serat rayon awal. Pita serapan yang melebar pada daerah bilangan gelombang 3100-3500  $\text{cm}^{-1}$  merupakan serapan vibrasi rentangan gugus O-H. Serapan pada bilangan gelombang 2891,30  $\text{cm}^{-1}$  merupakan serapan vibrasi rentangan C-H, sedangkan bilangan gelombang 1369,46  $\text{cm}^{-1}$  merupakan serapan vibrasi tekuk gugus C-H. Serapan pada bilangan gelombang 1274,10  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi rentangan dari C-O. Serapan pada bilangan gelombang 1197,79  $\text{cm}^{-1}$  merupakan serapan vibrasi tekuk dari gugus C-O-C.

Pencangkakan monomer GMA pada serat rayon terikat silang NBA terlihat pada Gambar 3. Serapan pada bilangan gelombang 1724,36  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus fungsi ester dari senyawa GMA, yaitu terdapat serapan vibrasi ulur C=O dari ester yang biasanya muncul pada bilangan gelombang 1740-1750  $\text{cm}^{-1}$ . Puncak serapan C=O sedikit bergeser karena pada NBA juga terdapat gugus C=O yang juga memberi serapan pada bilangan gelombang 1670,35  $\text{cm}^{-1}$ . Selain itu,

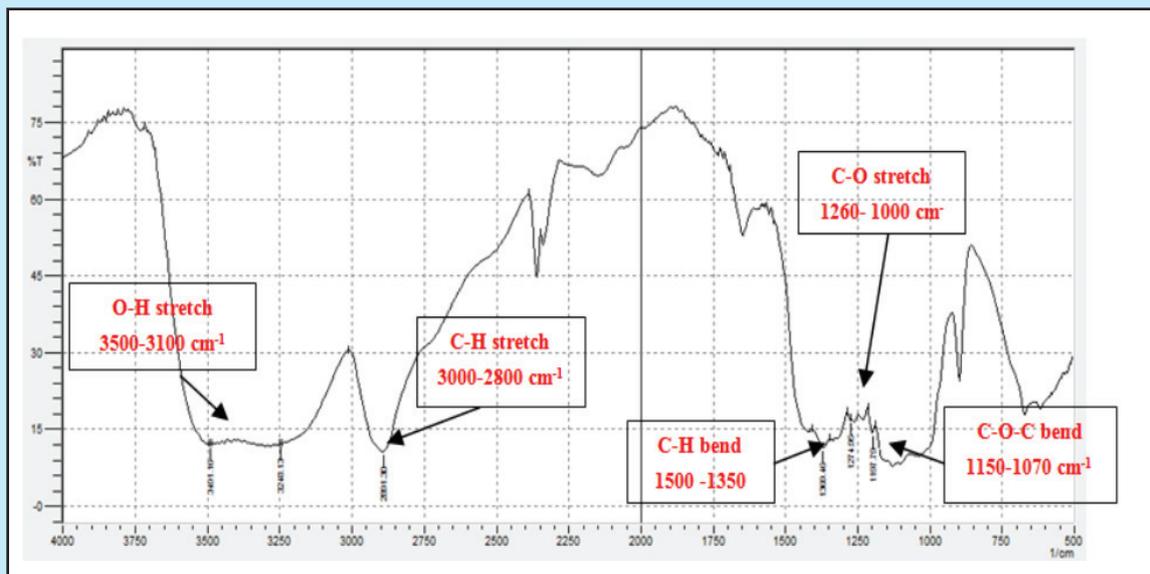
serapan pada bilangan gelombang 846,75  $\text{cm}^{-1}$  dan 756,10  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus eter epoksi, yang menunjukkan keberhasilan pencangkakan monomer GMA, yang tidak ditemukan pada rayon terikat silang NBA.

Gambar 4 menunjukkan perbandingan spektrum FTIR sebelum dan setelah modifikasi dengan DETA. Spektrum menunjukkan adanya keberhasilan reaksi aminasi, yaitu hilangnya gugus epoksi yang menunjukkan terbukanya cincin epoksi. Bilangan gelombang 1550  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya N-H tekuk dari DETA.

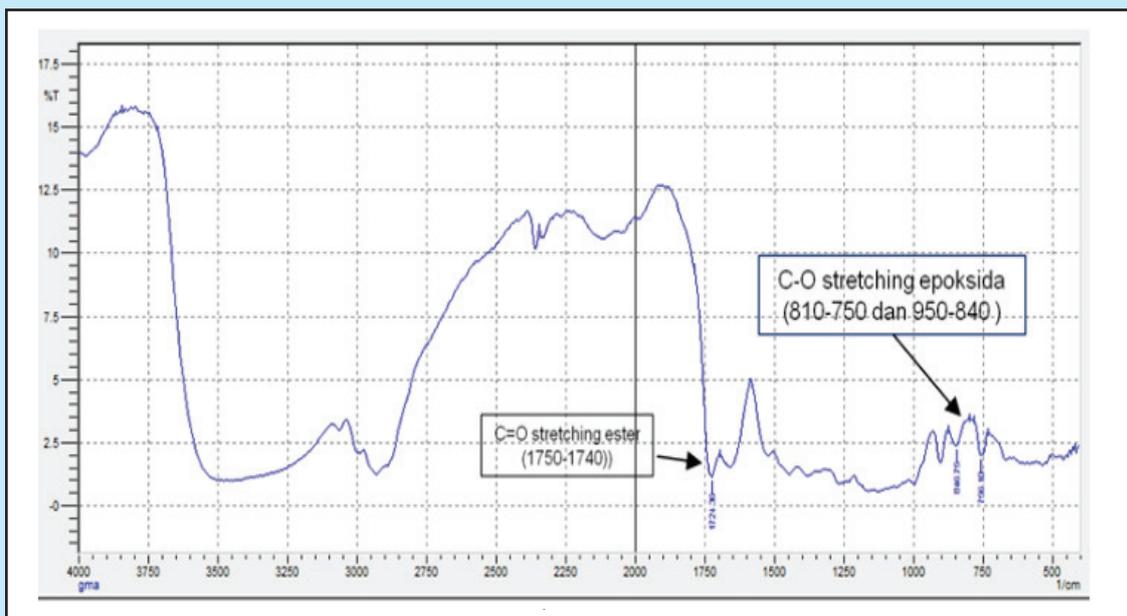
### C. Derajat Pengembangan (*Swelling Ratio*)

Perbedaan derajat pengembangan serat rayon, serat rayon terikat silang dan serat rayon-NBA-g-GMA ditampilkan pada Tabel 1.

Derajat pengembangan serat rayon, serat rayon terikat silang, dan serat rayon-NBA-g-GMA Serat rayon terikat silang NBA memiliki derajat pengembangan yang lebih kecil daripada serat rayon asli. Hal ini disebabkan karena berkurangnya gugus hidroksil pada serat. Derajat pengembangan serat ditentukan oleh sejauh mana interaksi yang terjadi antara pelarut dengan gugus hidroksil pada serat. Derajat pengembangan serat rayon yang besar diperkirakan karena air masuk melalui ikatan hidrogen dengan gugus hidroksil pada serat rayon



**Gambar 2**  
Spektrum FTIR untuk serat rayon awal.



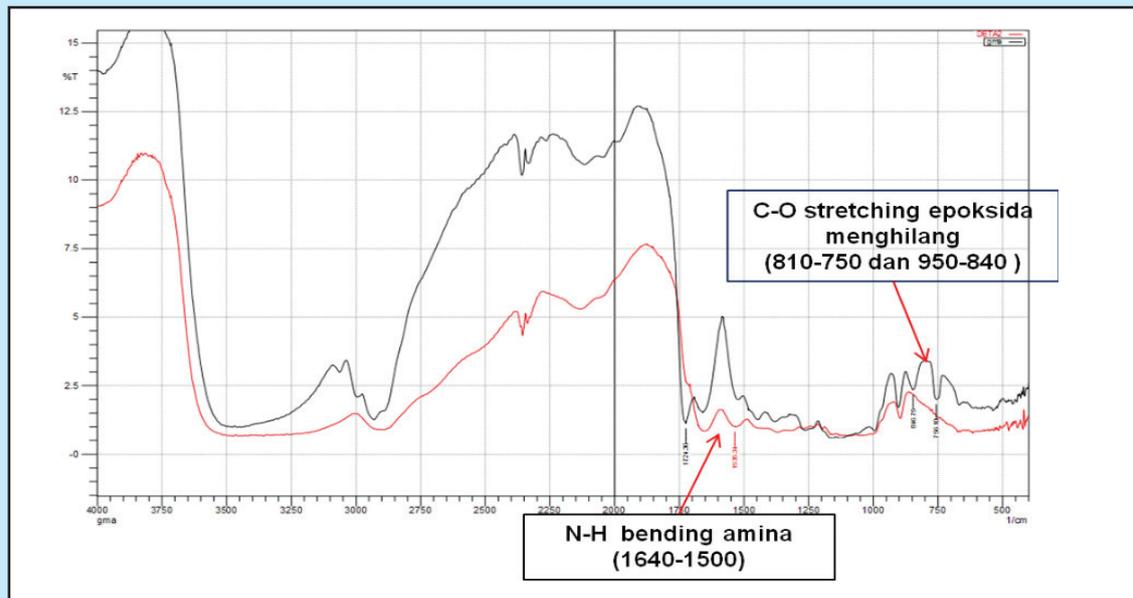
**Gambar 3**  
Spektrum FTIR untuk serat rayon-g-GMA.

serta nilai konstanta dielektrik pelarut juga memiliki efek yang besar terhadap kemampuan *swelling* pada serat (Singha & Rana, 2012).

Selain itu, adanya ikat silang membuat serat rayon semakin rapat karena ukuran *mesh* pada polimer semakin kecil sehingga jumlah air yang masuk semakin menurunkan kemampuan *swelling*. Penelitian mengenai pengaruh konsentrasi NBA terhadap karakteristik derajat pengembangan hidrogel CMC-g-PAA telah dilakukan, hasilnya

semakin tinggi konsentrasi NBA maka makin besar derajat pengembangannya hingga konsentrasi tertentu, kemudian menurun sesuai teori Flory's *network*.

Derajat pengembangan serat perlu diperhatikan terkait dengan aplikasinya sebagai penukar ion. Jika derajat pengembangan serat terlalu besar, maka akan menimbulkan efek *blocking* pada kolom, sehingga dapat mengganggu mekanisme pertukaran ionnya. Derajat pengembangan serat dipengaruhi



**Gambar 4**  
Spektrum FTIR perbandingan untuk serat rayon-NBA-g-GMA sebelum (atas) dan setelah (bawah) dimodifikasi dengan DETA.

oleh pelarut, temperatur, dan gugus fungsional yang terangkai (Kaur, et al., 2010).

#### D. Ketahanan Serat Terhadap Asam dan Basa

Perbedaan hasil reaksi asam dan basa antara serat rayon awal, serat rayon terikat silang (serat rayon-NBA), dan serat rayon hasil kopolimerisasi dengan GMA (serat rayon-NBA-g-GMA) ditampilkan pada Tabel 2. Terlihat bahwa serat rayon awal mengalami penurunan massa yang paling signifikan terhadap asam dan basa. Penurunan massa ini diakibatkan oleh degradasi selulosa.

Serat rayon terikat silang mengalami penurunan massa lebih kecil daripada serat rayon asli karena ikatan silang pada serat dapat mengurangi hidrolisis  $\beta$ -glikosida pada serat rayon sehingga dapat meningkatkan ketahanan serat rayon.

Degradasi selulosa pada kondisi asam terjadi pada ikatan glikosida pada rantai  $\beta$ -glukosa, karena ikatan asetal mudah terhidrolisis oleh asam. Waktu dan temperatur perendaman dalam asam mempengaruhi degradasi. Rata-rata massa derajat polimerisasi (DPw) semakin turun seiring dengan meningkatnya waktu dan temperatur.

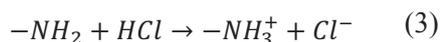
**Tabel 1**  
Derajat pengembangan serat rayon, serat rayon terikat silang, dan serat rayon-NBA-g-GMA

Jenis Serat	Derajat Pengembangan (%)
Serat rayon	241,86
Serat rayon terikat silang	98,57
Serat rayon-NBA-g-GMA	79,89

Nilai penurunan massa serat dalam basa lebih besar karena laju difusi larutan basa ke dalam serat yang lebih tinggi daripada larutan asam akibat interaksi yang kuat antara ion  $\text{OH}^-$  dari NaOH dan gugus hidroksil dari selulosa. Interaksi yang kuat ini dapat memecah ikatan hidrogen intermolekul dan intramolekul sehingga serat lebih mudah terdegradasi.

#### E. Kapasitas Pertukaran Ion

Pertukaran ion merupakan suatu proses dimana ion yang melekat di polimer yang memiliki bobot molekul besar mengalami pertukaran dengan ion lain dalam larutan. Karakteristik penting dalam proses ini yaitu kapasitasnya, yang dinyatakan dalam miligram ekuivalen (mek) ion per gram resin. Reaksi penentuan kapasitas pertukaran ion yang terjadi yaitu sebagai berikut.



Pada Persamaan 3, HCl ditambahkan berlebih, kemudian sisa HCl dititrasi kembali dengan NaOH di Persamaan 4. Kapasitas pertukaran ion berhubungan dengan jumlah gugus-gugus aktif yang ada pada permukaan zat penukar ion serta kemudahan proses transfer ion, dari larutan bulk ke permukaan serat rayon dan sebaliknya. Semakin banyak jumlah gugus aktifnya maka kapasitas pertukarannya juga bertambah.

Kapasitas pertukaran ion yang diperoleh dengan metode batch pada penelitian ini yaitu sebesar 5,46 mek/gram. Bila dibandingkan dengan resin kuaterner yang mengandung anion seperti yang ditunjukkan pada Tabel 3, gugus fungsi amina primer pada DETA memiliki kapasitas pertukaran ion yang tinggi.

#### F. Koefisien Distribusi Beberapa Ion Logam pada Berbagai pH

Koefisien distribusi (Kd) serat rayon pada ion Cu(II), Cd(II) dan Pb(II) ditunjukkan pada Gambar 5. Terlihat bahwa adsorpsi cenderung meningkat seiring dengan meningkatnya pH hingga titik optimum. Fenomena ini dapat dijelaskan dari beberapa aspek. Pertama, pada pH rendah, konsentrasi proton ( $H^+$ ) yang relatif tinggi akan berkompetisi dengan ion logam untuk berikatan dengan gugus amina. Kenaikan pH menyebabkan efek kompetisi antara proton dengan ion logam berkurang dan lebih banyak gugus amina dalam bentuk netral sehingga kapasitas adsorpsi akan meningkat.

Nilai koefisien distribusi ion logam Cu(II) paling tinggi dibandingkan Cd(II) dan Pb(II). Adsorpsi ion Cu(II) optimum pada pH 5, sedangkan ion Cd(II) dan ion Pb(II) pada pH 7. Penurunan adsorpsi ion Cu(II) pada pH lebih dari 5 dapat disebabkan karena reaksi pengendapan Cu.

Pada proses adsorpsi, ion logam membentuk ikatan koordinasi dengan atom nitrogen dalam gugus

**Tabel 2**  
Penurunan massa terhadap asam dan basa

Jenis Serat	Penurunan Massa (%wt)	
	HCl <sub>2</sub> N	NaOH <sub>2</sub> N
Serat rayon	25,22	27,95
Serat rayon terikat silang	7,53	10,25
Serat rayon-NBA-g-GMA	4,11	5,01

**Tabel 3**  
Pengaruh bentuk resin kuaterner pada nilai kapasitas pertukaran ion (Fisher and Kunin 1955)

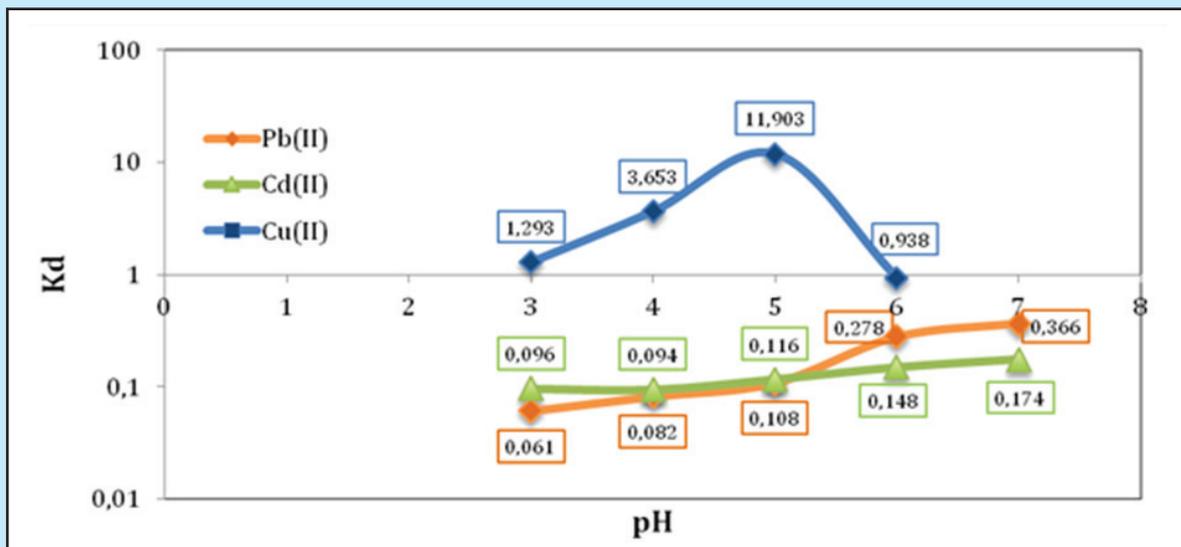
Bentuk Resin	Kapasitas Pertukaran Ion (mek/gram)
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	3,47
HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	3,44
HSO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	3,42
C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	3,34
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	3,33

amina DETA dan terdapat ion NO<sub>3</sub><sup>-</sup> pada permukaan serat rayon termodifikasi untuk menyeimbangkan muatan ion dari kation logam berat yang teradsorpsi. (Li, et al., 2008).

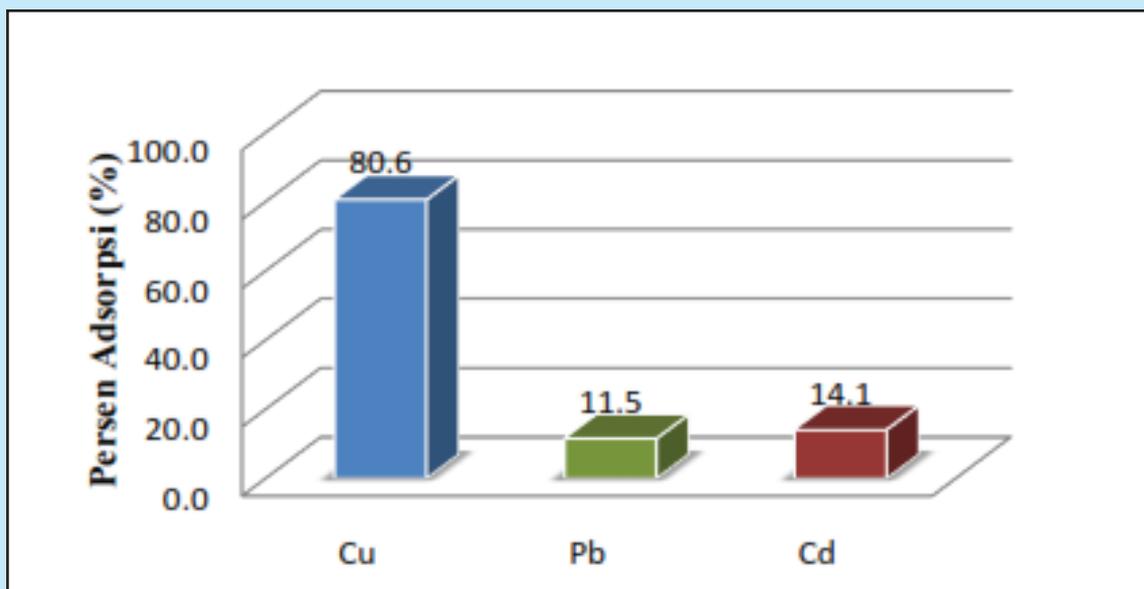
#### G. Selektivitas Adsorpsi pada Campuran Ion Logam

Hasil uji selektivitas pada pH 5 tercantum pada Gambar 6 yang menunjukkan bahwa serat rayon termodifikasi memiliki persen adsorpsi yang paling tinggi untuk ion Cu(II).

Li, et al. (2008) telah mempelajari mekanisme selektivitas adsorpsi ion Cu(II) dan Pb(II) pada adsorben terfungsionalisasi DETA. Hasil yang ditunjukkan sama dengan penelitian ini, yaitu DETA memiliki selektivitas paling tinggi. Hal ini dapat disebabkan karena ion Cu(II) membentuk ikatan koordinasi yang lebih banyak dengan atom nitrogen daripada ion lainnya. Atau dapat juga karena ion Pb(II) membentuk ikatan yang lemah atau bahkan hanya teradsorpsi secara fisika pada adsorben. Bahkan pada matriks campuran, ion Cu(II) mampu menggantikan ion Pb(II) pada ikatan koordinasi dengan atom nitrogen pada DETA. Mekanisme pergantian ini diperkirakan melalui menempelnya



Gambar 5  
Hubungan pH terhadap koefisien distribusi ion Cu(II), Cd(II) dan Pb(II).



Gambar 6  
Uji selektivitas adsorpsi pada campuran ion logam.

ion Cu(II) pada atom nitrogen yang berdekatan dengan ikatan ion Pb(II) serta adanya tolakan kation.

#### H. Penentuan Kapasitas Adsorpsi Maksimum untuk Ion Cu(II)

Penentuan kapasitas adsorpsi maksimum pada penelitian ini hanya difokuskan pada adsorpsi ion Cu(II) karena memiliki selektivitas paling tinggi. Kapasitas adsorpsi maksimum secara eksperimen dapat diketahui dengan melakukan kontak antara adsorben dan matriks pada kondisi jenuh, yaitu

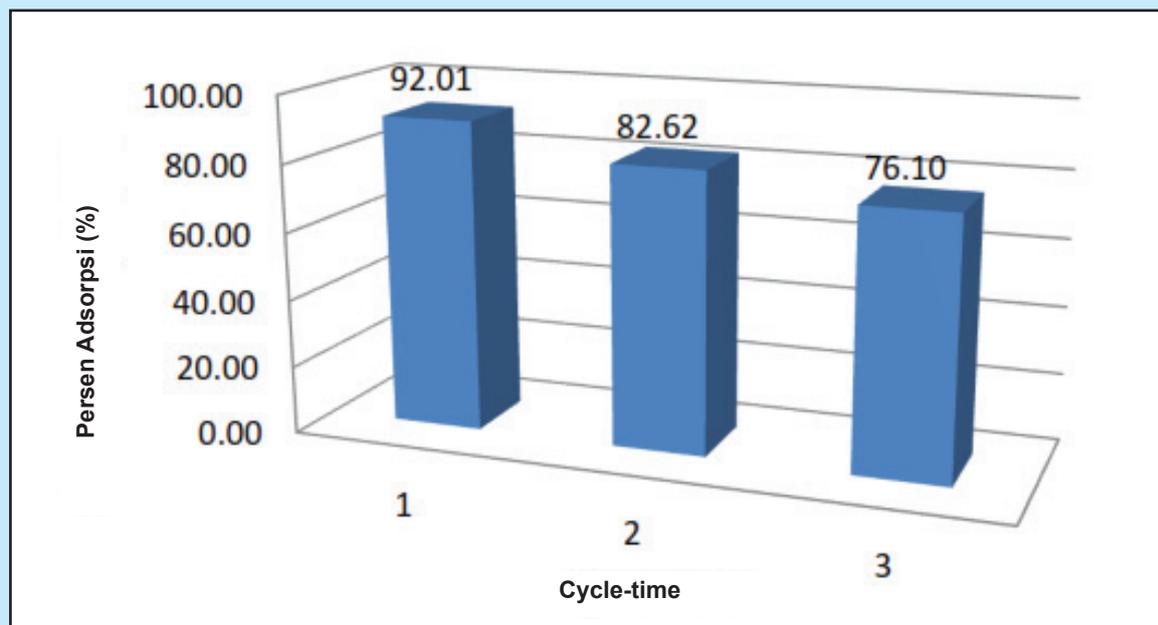
konsentrasi matriks yang tinggi dan waktu kontak yang lama. Konsentrasi awal ion Cu(II) yaitu sebesar 1000 ppm. Setelah dilakukan adsorpsi selama 4 jam, diketahui konsentrasi ion Cu(II) yang terserap sebesar 365,48 ppm. Dengan kata lain, pada kondisi tersebut adsorben dapat menyerap ion Cu(II) sebesar 34,74% dari konsentrasi awal atau 1,4384 mmol/gram adsorben.

Tabel 4 menyajikan hasil penelitian terkini mengenai adsorpsi ion logam Cu(II) dengan menggunakan beberapa selulosa yang dimodifikasi.

**Tabel 4**  
Perbandingan kapasitas adsorpsi maksimum ( $q_{\max}$ ) ion logam Cu(II) pada selulosa

Material	$q_{\max}$ Cu <sup>2+</sup> (mmol.g <sup>-1</sup> )	Referensi
Cellulose-g-NIPAM-co-GMA <sup>a</sup>	1,306	(Kumar, Sharma, and Singh 2019)
Carboxymethylated cellulose fiber (CMF)	0,370	(Wang et al. 2018)
Cellulose-g-PGMA-IDA <sup>b</sup>	1,096	(Barsbay et al. 2017)
Cellulose-g-acrylic acid	4,714	(Hajeeth et al. 2013)
Serat rayon-NBA-g-GMA-DETA	1,438	Studi ini

<sup>a</sup>Grafting of cellulose with N-isopropylacrylamide (NIPAM) and glycidyl methacrylate  
<sup>b</sup>Grafting of poly (glycidyl methacrylate ) (PGMA) from cellulose substrate and subsequent modification of PGMA with chelating species iminodiacetic acid (IDA)



**Gambar 7**  
Adsorpsi ion Cu(II) selama tiga kali siklus adsorpsi-desorpsi.

Hasilnya menunjukkan bahwa serat rayon-NBA-g-GMA-DETA memiliki kapasitas adsorpsi yang cukup baik.

#### I. Studi Regenerasi dan *Reusability*

Pada studi regenerasi dan *reusability*, dipilih ion Cu(II) karena memiliki koefisien distribusi dan selektivitas yang paling besar dibandingkan ion Cd(II) dan ion Pb(II). Gambar 7 menunjukkan hasil proses desorpsi yang menunjukkan penurunan di tiap siklusnya. Hal ini dapat dikarenakan proses

deprotonasi amina yang kurang sempurna. Di samping itu, pengurangan kapasitas adsorpsi dapat disebabkan karena kemungkinan terjadinya hidrolisis sebagian gugus ester pada GMA akibat perendaman dalam asam dan basa dalam waktu yang cukup lama.

#### IV. KESIMPULAN DAN SARAN

Serat rayon termodifikasi berhasil disintesis dan efektif menurunkan kandungan ion logam berat terutama ion Cu(II) sebesar 1,438 mmol/gram adsorben pada pH 5. Studi regenerasi dan *reusability*

menunjukkan bahwa serat rayon termodifikasi masih dapat mengadsorpsi ion Cu(II) hingga siklus ketiga sebesar 76,10%.

#### KEPUSTAKAAN

- Barsbay, M., Kavakh, P. A., Tilki, S., Kavakh, C., & Güven, O.**, 2018. Porous cellulosic adsorbent for the removal of Cd (II), Pb(II) and Cu(II) ions from aqueous media. *Radiation Physics and Chemistry*, Volume 142, pp. 70-76.
- Dechojara, D., Asaina, S., Omote, S., Nishida, K., Furuike, T., & Tamura, H.**, 2017. Adsorption and desorption behaviors of cesium on rayon fibers coated with chitosan immobilized with Prussian blue. *International Journal of Biological Macromolecules*, 104(B), pp. 1509-1516.
- Elia, N.**, 2013. *Modifikasi Serat Rayon Terikat Silang N,N'-Metilenbisakrilamida (NBA) Tercangkok Glisidil Metakrilat (GMA) Dengan Dietilentriamin (DETA) Sebagai Adsorben Ion Logam Berat*, Jakarta: s.n.
- Fisher, S. & Kunin, R.**, 1955. Routine Exchange Capacity Determinations of Ion Exchange Resins. *Analytical Chemistry*, 27(7), pp. 1191-1194.
- Hajeeth, T., Vijayalakshmi, K., Gomathi, T. & Sudha, P.**, 2013. Removal of Cu(II) and Ni(II) using cellulose extracted from sisal fiber and cellulose-g-acrylic acid copolymer. *International Journal of Biological Macromolecules*, November, Volume 62, pp. 59-65.
- Kaur, I., Kumar, R. & Sharma, N.**, 2010. A Comparative Study on the Graft Copolymerization of Acrylic Acid onto Rayon Fibre by a Ceric Ion Redox System and a  $\gamma$ -Radiation Method. *Carbohydrate Research*, 13 October, 345(15), pp. 2164-2173.
- Kaur, I., Sharma, N. & Kumari, V.**, 2013. Modification of Fiber Properties through Grafting of Acrylonitrile to Rayon by Chemical and Radiation Methods. *Journal of Advanced Research*, November, 4(6), pp. 547-557.
- Kumar, R., Sharma, R. K. & Singh, A. P.**, 2019. Grafting of Cellulose with N-Isopropylacrylamide and Glycidyl Methacrylate for Efficient Removal of Ni ( II ), Cu ( II ) and Pd ( II ) Ions from Aqueous Solution. *Separation and Purification Technology*, 15 July, Volume 219, pp. 249-259.
- Li, W., Xu, X., Chen, S., Zhou, X., Li, L., Chen, D., & Wang, X.**, 2008. Esterification Crosslinking Structures of Rayon Fibers with 1,2,3,4-Butanetetracarboxylic Acid and Their Water-Responsive Properties. *Carbohydrate Polymers*, 7 March, 71(4), pp. 574-582.
- Singha, A. & Rana, A. K.**, 2012. Ce(IV) Ion-initiated and Microwave Radiation-induced Graft Copolymerization of Acrylic Acid onto Lignocellulosic Fibers. *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, 09 January, 17(1), pp. 72-84.
- Wang, J., Liu, M., Duan, C., Sun, J., & Xu, Y.**, 2019. Preparation and Characterization of Cellulose-Based Adsorbent and Its Application in Heavy Metal Ions Removal. *Carbohydrate Polymers*, 15 February, Volume 206, pp. 837-843.